

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr inż. Marty Mielczarek

pt.: „Ocena wpływu rodzaju i cech lepiszczy asfaltowych oraz wypełniaczy mineralnych na właściwości reologiczne mastyksów asfaltowych z uwzględnieniem procesów starzenia”

1. Podstawa opracowania

Podstawę opracowania stanowiło pismo **Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej Inżynierii Lądowej i Transportu Politechniki Wrocławskiej prof. dr hab. inż. Jacka Pielecha** z dnia 07.07.2023 o nr RD/28/01/2023. Recenzję przygotowano uwzględniając zapisy:

- Ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2014 poz. 1789),
- Rozporządzenia Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego trybu przeprowadzenia czynności w przewodach doktorskich oraz w postępowaniu o nadanie tytułu (Dz.U. Nr 2018 poz. 261),
- ustawy z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U.2018 poz. 1669, z późn. zm.).

2. Ogólna charakterystyka pracy

Recenzowana praca doktorska została przygotowana pod kierunkiem **dr hab. inż. Mieczysława Słowika, profesora Politechniki Poznańskiej**. Na osobę promotora pomocniczego został wyznaczony **dr. inż. Marcin Bilski**. Rozprawa została przedstawiona na 174 stronach formatu A4, łącznie z częścią załącznikową. Praca składa się z dwóch głównych części: teoretycznej i doświadczalno-analitycznej. Część zasadnicza obejmuje: spis treści, wykaz skrótów, streszczenie, wstęp, 6 rozdziałów, bibliografię oraz załączniki. W pracy zamieszczono streszczenie w języku angielskim. Spis literatury obejmuje 92 pozycje.

W rozdziałach 1., 2. i 3. Autorka wprowadza odbiorcę w tematykę poruszanego zagadnienia. Zostały tu sprecyzowane tezy pracy oraz cel ogólny, który został rozwinięty i przedstawiony w formie czterech celów szczegółowych (rozdział 3.). Dwa pierwsze rozdziały (rozdz. 1. i 2.) zawierały informacje mające na celu przybliżenie tematyki poruszanej w pracy doktorskiej. W tym zakresie doktorantka dokonała przeglądu literatury powołując się, w znakomitej większości, na doświadczenia polskich naukowców, jak również na prace badaczy zagranicznych. W syntetycznej

formie przedstawiła stan wiedzy w zakresie sposobów modyfikacji asfaltów polimerami, wpływu wypełniaczy na właściwości mieszanki mineralno-asfaltowej oraz podstaw reologii. Ponadto zaprezentowała stan wiedzy z zakresu kształtowania struktury mieszanki mineralno-asfaltowej, uwzględniając strukturalne i funkcjonalne charakterystyki wypełniaczy.

W rozdziale 4. (*Charakterystyka badanych materiałów*) Doktorantka zamieściła informacje inicjujące część badawczo-doświadczalną rozprawy. Opisała szczegółowo przedmioty badań, którymi były kompozycje asfaltów zawierające w składzie koncentrat asfaltu modyfikowanego elastomerem SBS oraz wypełniacze mineralne. Przedstawiła dokładny opis procedury połączenia (mieszania) wypełniaczy mineralnych z różnymi kompozycjami asfaltu modyfikowanego, kontrolując udział procentowy modyfikatora SBS w celu uzyskania mastyksu. Wobec wszystkich mastyksów określiła umowną temperaturę rozgrzewania, sugerując się oznaczeniem ich temperatury mięknięcia.

W rozdziale 5. (*Metodyka badań wypełniaczy, lepiszczy i mastyksów asfaltowych*) przedstawiono w sposób szczegółowy procedury badawcze przypisane do oznaczania istotnych w pracy cech wypełniaczy, asfaltów oraz mastyksów. W tym zakresie powołano się na normowe procedury obowiązujące w Polsce. W przypadku wypełniaczy opisano najważniejsze procedury badawcze takie jak: uziarnienie, powierzchnia właściwa, gęstość, wskaźnik błękitu metylenowego, zawartość wolnych przestrzeni wg Rigdena. W przypadku asfaltu i mastyksu wybrano podstawowe cechy takiej jak: penetracja, temperatura mięknięcia oraz zaawansowane cechy reologiczne takie jak: moduł dynamiczny ścinania, pełzanie belki w aparacie BBR, ciągliwość. Ponadto w opisie procedur szczegółowo wyjaśniono przyjętą do badań procedurę starzenia asfaltu według RTFOT. Z faktu, że komponowano asfalt modyfikowany polimerem SBS do oceny jakościowej, w niniejszym rozdziale, przyjęto zapisy normy PN-EN 13632:2012. Cenną informacją jaką zawarto w pracy jest umieszczenie w treści rozdziału 5. metod statystycznych wymaganych do oceny wyników badań. Skorzystano tutaj z praktyk stosowanych przy szacowaniu niepewności pomiaru i analizy zróżnicowania za pomocą testów ANOVA.

Rozdział 6. (*Wyniki badań wypełniaczy, lepiszczy i mastyksów asfaltowych i ich analiza*) stanowił zasadniczy obszar badań. W tym rozdziale, opisano trzy etapy działań. W pierwszym etapie, przedstawiono szczegółowe wyniki badań cech wypełniaczy na podstawie procedur opisanych w rozdziale 5. Wyniki skonfrontowano z wymaganiami WT-1. Następnie przedstawiano szereg badań dotyczących penetracji jak i temperatury mięknięcia asfaltów zmodyfikowanych polimerem SBS w zakresie od 3% do 9% oraz ich kombinacji jako mastyks asfaltowy z wypełniaczem wapiennym (WW), granitowym (WG) oraz bazaltowym (WB). Przedstawiono również wyniki wpływu starzenia na właściwości kompozycji asfaltów oraz mastyksów. Całość badań wzbogacono o określenie precyzji badań w postaci niepewności rozszerzonej. Doktorantka

wskazała, że oddziaływanie wypełniacza bazaltowego miało największy wpływ na efekt usztywniający w mastyksie - większy niż wypełniacz wapienny. Zgodnie z literaturą stwierdziła, że oddziaływanie procesu starzenia na asfalt również powoduje wzrost jego temperatury mięknięcia. Podobne wnioski sformułowała opierając się na zmianach wartości penetracji.

Drugim etapem było zestawienie wyników badań modułu dynamicznego ścinania $|G^*|$ w szerokim spektrum temperatury (od $-36\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $82\text{ }^{\circ}\text{C}$). Rezultaty przedstawiano na klasycznych wykresach $|G^*|(T)$ oraz za pomocą ważnego i użytecznego wykresu Blacka. Autorka stwierdziła, że wypełniacze istotnie zmieniają sztywność mastyksu asfaltowego. Wskazała, że w największym stopniu obecność wypełniacza granitowego podniosła wartość $|G^*|$ w wysokich temperaturach, co może korzystnie wpłynąć na odporność na deformacje trwałe mma w okresie lata.

Trzeci etap obejmował wykonanie serii badań procentowego nawrotu sprężystego (%R) oraz nieodwracalnej części modułu podatności (Jnr). Zastosowano trzy poziomy naprężenia 0,1kPa, 3,2kPa oraz 10kPa. Wszystkie próbki asfaltów oraz mastyksów asfaltowych poddano oznaczeniu cech Jnr oraz %R w temperaturach od $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $82\text{ }^{\circ}\text{C}$. Doktorantka stwierdziła, że wypełniacze: wapienny i bazaltowy w największym stopniu przyczyniły się do redukcji nieodwracalnej części modułu podatności. Wyniki te skonfrontowano z parametrem koleinowania $|G^*|/\sin\delta$. Wszystkie wyniki poddano testom istotności wg ANOVA w celu stwierdzenia czy istnieje, przy poziomie błędów 5%, wpływ wypełniacza i ilości SBS na cechę $|G^*|/\sin\delta$ przed i po procesie starzenia wg RTFOT. Autorka stwierdziła, że z wysokim prawdopodobieństwem zarówno wypełniacz jaki i ilość elastomeru wpływają na zmianę wartości parametru koleinowania $|G^*|/\sin\delta$. W końcowej części tego etapu sporządzono korelacje pomiędzy parametrem koleinowania $|G^*|/\sin\delta$ i nieodwracalną częścią modułu podatności Jnr. Dyplomantka na podstawie analizy danych stwierdziła, że największa korelacja pomiędzy Jnr i $|G^*|/\sin\delta$ istnieje dla wariantu samego asfaltu, asfaltu drogowego 50/70 oraz mastyksu z wypełniaczem granitowym, a najmniejsza dla mastyksu z wypełniaczem bazaltowym. W przypadku asfaltów i mastyksów poddanych procesowi starzenia, poziom skorelowania wspomnianych cech drastycznie uległ zmniejszeniu i uzyskał skrajnie niską wartość dla mastyksu z wypełniaczem wapiennym. W opinii recenzenta mógłby to być objaw zmiany zakresu LVE mastyksów w czasie procesu starzenia.

W czwartym etapie wykonano i poddano analizie wyniki badań BBR przed i po procesie starzenia, odnosząc się wyłącznie do asfaltu modyfikowanego SBS. Badania wzbogacono o ocenę precyzji wyników badań. Doktorantka stwierdziła, że obecność elastomeru SBS korzystnie wpływa na szybkość zmiany sztywności asfaltu w niskich temperaturach. Tym samym stwierdziła, że w asfalcie nie następuje duża kumulacja naprężeń, gdyż asfalt ulega szybkiej relaksacji. Stwierdziła również, że szczególnie ma to znaczenie przy asfaltach o zawartości SBS $>3\%$.

Kolejną, bardzo ważną część stanowiły badania ciągliwości asfaltów i mastyksów przed i po procesie starzenia z zastosowaniem duktylometru. Badanie to miało na celu ocenę zjawiska relaksacji (przy kontrolowanym stałym odkształceniu). Zdecydowanie, zdaniem Doktorantki, najniższą zdolnością do relaksacji naprężeń odznaczył się mastyks z wypełniaczem granitowym jak i bazaltowym. W przypadku wypełniacza wapiennego zdolność do relaksacji była w większości przypadków badawczych największa. Liderem pod względem tempa szybkości relaksacji był asfalt modyfikowany, bez względu na poziom modyfikacji elastomerem. Dyplomantka zaobserwowała, że poziom usztywnienia asfaltu przez wypełniacz wapienny jest największy w przypadku zwykłego asfaltu 50/70. Natomiast w interakcji z asfaltem modyfikowanym obecność wypełniacza wapiennego korzystnie wpłynęła na szybkość relaksacji naprężeń w mastyksie. Wstępne obserwacje przyczyniły się do rozpoczęcia działań mających na celu modelowanie zjawiska relaksacji z wykorzystaniem zbioru modeli mechanicznych. Jako fizyczny model ośrodka przyjęto model Maxwella oraz jego warianty w uogólnionej postaci. W pracy uwzględniono kilka wariantów uogólnienia modelu Maxwella dążąc do uzyskania najlepszego opisu fenomenologii relaksacji mastyksów przed i po procesie starzenia. Dyplomantka stwierdziła, że przyjęcie 8-parametrowego modelu przyczyniło się do bardzo dobrego ($R^2 > 99\%$) odwzorowania zjawiska relaksacji w mastyksach w próbkach badawczych. Duża ilość parametrów w uogólnionym modelu Maxwella komplikuje możliwość interpretacji wyników i może doprowadzić do „przeuczenia” modelu względem błędów pomiarów. W związku z tym dokonała korekty domeny czasu wprowadzając do dziedziny czasu nieliniowość w postaci wykładnika β . W efekcie uzyskała wysokie dopasowanie już przy wykorzystaniu 6-parametrowego uogólnionego modelu Maxwella, wyższe niż w poprzednim klasycznym 8-parametrowym. Ponadto dokonała analizy parametrów z wykorzystaniem dodatkowego modelu pozwalającego na odwzorowanie danego materiału przy długim czasie odkształcenia. Stwierdziła, że w miarę wzrostu ilości elastomeru SBS następuje wzrost parametru E_1 aktywowanego już w pierwszej chwili obciążenia. Ma to ogromne znaczenie w ocenie szybkości relaksacji asfaltu/mastyksu i korzystnie wpływa na ograniczenie spękań niskotemperaturowych. Ponadto wartość parametru E_0 jest wyższa dla asfaltów o dużym poziomie modyfikacji polimerem SBS co jest uzasadnione poprzez obecność rozciągniętych łańcuchów kopolimeru SBS.

Przedostatnią część rozdziału 6. stanowiła ocena morfologii mastyksów. W tym celu Doktorantka posłużyła się wynikami obserwacji sporządzonych na podstawie zdjęć w mikroskopie fluorescencyjnym. Na podstawie licznych obserwacji poddała je klasyfikacji stosując jakościowe procedury oceny wzrokowej zawarte w polskiej normie.

Ostatnią część rozdziału 6. Doktorantka poświęciła poszukiwaniu istotnych korelacji pomiędzy właściwościami strukturalnymi wypełniacza a parametrami funkcjonalnymi mastyksu.

Uwzględniła w tym podejściu proces starzenia. Wskazała na szereg korelacji liniowych pomiędzy właściwościami mastyksów z asfaltami modyfikowanymi i cechami wypełniaczy. Stwierdziła, że cecha $|G^*|/\sin\delta$ najłabiej lub wcale nie korelowała z właściwościami strukturalnymi wypełniaczy. Również cecha J_{nr} szczególnie po procesie starzenia wykazywała niskie skorelowanie z właściwościami strukturalnymi wypełniaczy w mastyksie. Tylko w przypadku zastosowania asfaltu modyfikowanego elastomerem 9% uzyskano największe skorelowanie cech funkcjonalnych mastyksu z właściwościami strukturalnymi wypełniaczy po procesie starzenia.

Wyniki badań i analizy poddano obszernej dyskusji na końcu rozdziału 6.

W rozdziale 7. (*Wnioski*) Autorka syntetycznie, ale treściwie podsumowała cały zakres badań oraz uzyskane rezultaty. Całość podsumowania obejmowała 5 punktów.

W rozdziale 8. (*Dalsze kierunki rozwoju*) Autorka wskazała ambitne dalsze kierunki badań, które zamierza realizować w najbliższej przyszłości takie jak: badania mastyksów o różnych proporcjach wypełniacz/asfalt. Doktorantka planuje również wykorzystać badania z zastosowaniem procedury starzenia PAV (starzenie długoterminowe) oraz poddać weryfikacji skuteczność zastosowania innych niż wapienny wypełniaczy do mieszanki mineralno-asfaltowej.

W ostatnim rozdziale (*Bibliografia*) przedstawiono, na dość zadowalającym poziomie, niespełna 100 pozycji literaturowych. Większość wykazanych pozycji literaturowych jest opracowana w języku polskim. W zakres bibliografii wchodzi duża liczba norm zharmonizowanych. Literatura posortowana jest alfabetycznie wg nazwisk.

Podsumowując układ przedłożonej do oceny pracy doktorskiej stwierdzam, że stanowi ona cenne opracowanie naukowe obejmujące postawiony cel, wyniki badań, ich analizę i podsumowanie. Prezentacja wyników badań w formie tabelarycznej czy też w postaci wykresów pozwala na szczegółowe sprawdzenie zapisów w zasadniczej części rozprawy. Schemat pracy jest logiczny, czytelny i zgodny z ogólnie przyjętym schematem prezentacji wyników i analiz. Na uwagę zasługuje staranność sporządzenia wykresów i przygotowania szaty graficznej pracy.

Uważam jednak, że zabrakło wyraźnego podsumowania rozdziału 2, gdzie dokonano przeglądu literatury. Sformułowanie małego podsumowania byłoby cenne i pozwoliłoby bezpośrednio wskazać na to co, nie zostało zrobione, a co pozwoli uzupełnić niniejsza dysertacja. Z kolei brak częściowych podsumowań w podpunktach rozdziału 6. stwarza wrażenie niedokończonego rozumowania lub wnioskowania. W opinii recenzenta, umieszczenie kompleksowej dyskusji na końcu rozdziału 6. jest cenne, lecz obszerne i trudno szybko odnieść się do miejsc w pracy, na podstawie których została sformułowana. Bardzo często powtarzana jest metodologia badawcza. Ma ona uzasadnione miejsce w rozdziale 4., ale jest w znaczącym zakresie powtarzana w części badawczej rozdziału 6. przy okazji opisu wyników badań.

3. Ocena merytoryczna rozprawy

3.1. Tytuł rozprawy i aktualność tematu

Tytuł rozprawy w ocenie recenzenta został dobrany adekwatnie. Po zapoznaniu się z całą pracą należy stwierdzić, że działania oscylowały wokół zapisu treści tematu pracy. Wszystkie narzędzia i metody badawcze oraz analityczne skutecznie i konsekwentnie pozwalały Autorce na osiągnięcie założonych celów i weryfikację założonych tez pracy.

Tematyka pracy doktorskiej jest aktualna. Z faktu na małą ilość dostępnej literatury na temat reologii mastyksów obejmującą swoim zakresem interakcję z procesami starzenia, badania i analizy zwarte w pracy stanowią wartościowe źródło informacji zachęcające do podejmowania dalszych działań badawczych.

3.2. Program oraz zakres wykonanych badań i ich analiz

W dostarczonej dysertacji o programie i zakresie badań jest mowa głównie w rozdziale 5. Natomiast bardziej szczegółowe analizy zostały zamieszczone w rozdziale 6. Każdy z etapów badań został dobrany w sposób właściwy, aby doprowadzić do założonego celu badawczego rozprawy. Zasadniczo program badań można podzielić na trzy etapy: ocenę właściwości strukturalnych wypełniaczy, właściwości asfaltu i mastyksu oraz modelowanie zjawiska reologicznego relaksacji asfaltów i mastyksów.

Pierwszy dotyczył oznaczenia podstawowych właściwości wypełniaczy. Zawarto w nim również przesłanki związane z wyborem wypełniaczy. Autorka słusznie wykorzystwała w pracy trzy typy wypełniaczy. Pierwszy, powszechnie stosowany, był to wypełniacz wapienny. Pozostałe dwa wybrała sugerując się ich kwasowością, czyli zawartością SiO_2 . Dlatego też w programie badawczym zastosowała wypełniacz o charakterze obojętnym (bazalt) i kwaśnym (granit). Stanowi to uzupełnienie i kontynuację badań prowadzonych przez prof. Grabowskiego na Politechnice Poznańskiej. Pozytywną opinię należy wyrazić o doborze metod badawczych, które skutecznie opisują właściwości strukturalne wypełniaczy w świetle zapisów WT-1.

Kolejny etap był związany z przygotowaniem asfaltów i mastyksów. Autorka wykorzystwała koncentrat asfaltu modyfikowanego elastomerem SBS (D-1100CM). W opinii recenzenta jest to dobre podejście, gdyż eliminuje kłopoty, jakie mogą się pojawić w czasie procesu mieszania i pęcznienia polimeru. Tym samym do wykonania modyfikacji można wykorzystać łatwo dostępny powszechnie stosowany sprzęt laboratoryjny. Ostatecznie zastosowała w badaniach asfalt 50/70 (referencyjny) oraz asfalt modyfikowany SBS o czterech poziomach koncentracji elastomeru. Sposób oszacowania koncentracji elastomeru w opinii recenzenta był właściwy. Pomimo tego, nie wiadomo na jakiej podstawie określono optymalny czas i prędkość obrotową procesu mieszania asfaltu z koncentratem D-1100CM. Kolejną kwestią, którą warto podkreślić jest wprowadzenie

przez Doktorantkę zróżnicowania temperatury wygrzewania asfaltu, odnosząc się do jego podstawowego parametru reologicznego, jakim jest temperatura mięknięcia. Tym samym zapewniało to wykorzystanie w badaniach asfaltów o tym samym stanie koloidalnym. W zakresie tego etapu Doktorantka wykonała również szereg badań asfaltów jak i mastyksów poczynając od podstawowych komercyjnych cech jak: penetracja i temperatura mięknięcia kończąc na zaawansowanych badaniach reologicznych. W ich zakres wchodziły badania zawarte w procedurze SUPERPAVE, czyli parametr $|G^*|/\sin\delta$ przed i po procesie symulowanego starzenia wg RTFOT. Ponadto wykonała badania cyklicznego pełzania asfaltu wg amerykańskiej normy TP70. W efekcie określiła nieodwracalną część modułu podatności J_{nr} o procentowy nawrót %R. Badanie to rozwinęła wprowadzając dodatkowy, wysoki poziom naprężenia ścinającego ($\tau=10\text{kPa}$) oraz poszerzyła, w stosunku do powszechnie stosowanego, zakres temperaturowy. Jest to cenny materiał badawczy, który można wykorzystywać do dalszych badań i analiz porównawczych. Należy również zwrócić uwagę, że wykonała serię czasochłonnych badań zmiany $|G^*|$ względem temperatury. Bardzo cenne są wykresy Blacka, które pozwoliły Doktorantce na sformułowanie szeregu wniosków na temat zmian reologicznych w asfalcie, w tym w strukturze mastyksów, po procesie starzenia. W opinii recenzenta zabrakło badań zmiany $|G^*|$ w funkcji prędkości kątowej. W efekcie powstałby obszerny, bardzo cenny materiał badawczy, który umożliwiłby oszacowanie proporcji części sprężystej G' względem urojonej G'' modułu zespolonego G^* i rzutowanie tych wyników na wykres Cole-Cole. Wyrażam nadzieję, że ten aspekt będzie analizowany w dalszych pracach badawczych. Kolejnym ważnym elementem badań było badanie pełzania w niskiej temperaturze za pomocą testu BBR. Autorka poddała badaniom wszystkie przypadki asfaltów, z pominięciem mastyksów. Tą decyzję podjęła w oparciu o obserwacje w trakcie przygotowania kompozycji asfaltu z wypełniaczami. Niestety decyzja Doktorantki o zrezygnowaniu z uwzględniania mastyksu do badań BBR, w opinii recenzenta, nie była do końca jasna.

Trzeci etap stanowił najciekawszą część badań. Ma on największy potencjał naukowy w odniesieniu do całości pracy. W tej części Autorka wykonała serię badań ciągliwości za pomocą duktylometru. Jest to bardzo dobre podejście w kontekście opisu zjawiska relaksacji (rozciąganie osiowe) niż innych testów niehomogenicznych takich jak ścinanie próbki w reometrze (czyste ścinanie). Następnie modyfikując klasyczny program pomiarowy badania ciągliwości dokonała symulację zjawiska relaksacji. Zadając stały poziom odkształcenia rejestrowała zmianę naprężeń rozciągających w próbkach asfaltów i mastyksów uwzględniając przy tym próbki po procesie starzenia. Zakres badawczy zbioru wyników jest imponujący i nie można go zignorować w świetle badań prowadzonych w tym zakresie w Polsce i za granicą. Wnioski jakie sformułowała, dały wstępny pogląd na zjawisko relaksacji asfaltów i mastyksów objętych programem badawczym w pracy. Nie poprzestając wyłącznie na badaniach w swojej dysertacji Doktorantka wykonała

kolejny krok, jakim było opracowanie właściwego modelu fizycznego, opisującego fenomenologię zjawiska relaksacji próbek badawczych. W tym przypadku nie wykorzystano modeli matematycznych, ale modele o silnych podstawach teoretycznych, które pozwalają na bezpośrednią identyfikację parametrów funkcji relaksacji, czyli modele oparte o formułę Maxwella. Elementem naukowym jaki można przypisać tej części badań było poszukiwanie postaci uogólnionej klasycznego modelu Maxwella i interpretacja jego parametrów. Doktorantka rozważyła kilka jego postaci. Stosowanie modeli uogólnionych pozwala na wysokie dopasowanie jego przebiegu do wyników badań, ale i też wywołuje efekt „przeuczenia” oraz nadmiernego dospawania do ewentualnych błędów pomiarowych. Słusznie podjęła decyzję o redukcji liczby elementów modyfikując dziedzinę czasu i wprowadzając wykładnik symulujący nieliniowość. W ten sposób uzyskała szeroki zbiór parametrów, które można poddawać dalszej interpretacji. Jednak takie podejście nasuwa pewne kwestie dyskusyjne, które szczegółowo zostaną przedstawione w części recenzji poświęconej uwagom merytorycznym. Szkoda, że Doktorantka nie rozważyła innych modeli reologicznych, które jako funkcje podcałkowe stosują bardziej uproszczone funkcje potęgowe. Takie porównanie na pewno spotkałoby się z dużym zainteresowaniem. Należy podkreślić, że nie podano zakresu LVE w jakim wykonywano pomiary. Zatem modelowanie relaksacji w zakresie nieliniowej lepkosprężystości przy dużym odkształceniu w czasie badania ciągłości może być, w niektórych przypadkach kompozycji mastyksów, podejściem niewłaściwym, obarczonym dużym błędem estymacji. Niemniej jednak materiał badawczy i wykonane analizy są niewątpliwie wyróżniającym atutem tej pracy.

Na uwagę zasługują analizy związane z poszukiwaniem liniowych związków korelacyjnych pomiędzy właściwościami asfaltów i mastyksów a cechami strukturalnymi wypełniaczy. Rzadkością w literaturze jest podanie przedziałów istotności względem przedmiotowego współczynnika determinacji R^2 . W swojej pracy Doktorantka podała przedziały ufności oraz wskazała nie tylko wartość R^2 ale i też jego istotność (czy R^2 jest różny od zera). Całość analiz stanowi cenny materiał badawczy. Ma również przełożenie aplikacyjne, gdyż wielokrotnie występuje problem z podjęciem decyzji co do wyboru wypełniacza zastępczego przez Zamawiającego. Uważam, że tego typu analizy należy stale prowadzić.

Uwadze recenzenta nie umknęła również, zasługująca na uznanie, część pracy dotycząca oceny jakości pomiarów. Doktorantka wykorzystowała podstawowe narzędzia statystyczne do oceny zróżnicowania zmienności pomiędzy czynnikami, ale i również wykorzystowała elementy metrologii. W pierwszej kolejności poddała analizie jakość zbioru identyfikując i eliminując wartości odstające za pomocą np.: testu Grubbsa. W dalszej części oszacowała i zestawiała razem z wynikami rezultaty rozszerzonej niepewności pomiaru, wzbogacając klasyczne podejście wykorzystujące przedział ufności. Oszacowanie niepewności pomiaru sprawia, że reprezentatywność wyników badań jest

wysoka i jest wiarygodnym materiałem porównawczym. Natomiast podczas szacowania pewne kwestie zostały przemilczane i wymagają dyskusji. Dokładnie zapytanie podane zostanie w szczegółowych uwagach merytorycznych.

Pomimo pewnych niedociągnięć lub kwestii spornych program badawczy i prezentację wyników oceniam wysoko, biorąc pod uwagę dużą liczbę badań, poprawnie wykonanych klasycznych i zmodyfikowanych programów badawczych oraz uwzględnienie aspektów statystyki, metrologii i modelowania zjawisk reologicznych. Podsumowując, należy uznać program badań jako właściwy, a uzyskane wyniki oznaczyć jako zapewniające realizację postawionego w pracy celu.

3.3. Tezy i cel pracy

Postawione w rozprawie tezy pracy zostały zapisane w następujący sposób:

- *Istnieje korelacja pomiędzy właściwościami strukturalnymi zastosowanego wypełniacza a uzyskanymi właściwościami reologicznymi mastyksów asfaltowych,*
- *Modyfikacja asfaltu kopolimerem SBS znacznie obniża efekt usztywnienia mastyksu asfaltowego sporządzonego z jego udziałem.*

Uważam, że sformułowane tezy są racjonalne i zrozumiałe. W opinii recenzenta pierwsza z nich wydaje się być dość oczywista w świetle analizy literatury. Jednak po zapoznaniu się z treścią pracy należy stwierdzić, że główne wysiłki badawcze zostały położone na analizy z uwzględnieniem asfaltów wysoko modyfikowanych i procesu starzenia. W związku z tym zasadność tej tezy jest niezaprzeczalna. Podsumowując, słuszność tezy została udowodniona w pracy poprzez dobrze zaprojektowany program badań. Podążając za celem pracy, który obejmował badania nad fenomenologią asfaltów zwykłych, modyfikowanych i sporządzonych z nich mastyksów, stwierdzam, że został on skutecznie zrealizowany.

3.4. Najważniejsze osiągnięcia naukowe i ocena dalszych badań

Do najważniejszych osiągnięć pracy należy zaliczyć:

- uwzględniając zjawiska reologiczne potwierdzenie, że zastosowanie zawartości elastomeru (>5%) znacząco poprawia właściwości reologiczne mastyksów w ujęciu zdolności mastyksów do szybkiej relaksacji naprężeń w niskich temperaturach w stosunku do zastosowania w mastyksie asfaltu zwykłego,
- zastosowanie polimeru SBS znacząco obniża podatność mastyksów w wysokich temperaturach oraz zwiększa poziom procentowego nawrotu sprężystego. Jest to korzystne oddziaływanie z punktu widzenia zjawiska koleinowania w nawierzchni,

- wskazanie, że istnieją wysokie oraz istotne związki korelacyjne pomiędzy właściwościami strukturalnymi mastyksu a ich właściwościami reologicznymi. Ów korelacje pozwalają na szybką ocenę wpływu efektu danego wypełniacza na właściwości mastyksu oraz pośrednio właściwości mieszanki mineralno-asfaltowej,
- zastosowanie uogólnionego modelu Maxwella, co pozwoliło na bardzo dobre odwzorowanie zjawiska relaksacji mastyksu. W opinii recenzenta ma to też drugi uniwersalny wymiar, gdyż większość oprogramowania MES takie jak: ABAQUS i ANSYS zawiera w bazie konstruktor predefiniowanego modelu Maxwella. Zatem szybka implementacja cennych wyników badań zawartych w dysertacji pozwoli na ocenę rozkładu naprężeń w całej mieszance mineralno-asfaltowej w skali mikro.
- zastosowanie innych wypełniaczy niż wapienny spowodowało, że wykonane z ich udziałem mastyksy asfaltowe odznaczały się porównywalną do nich zdolnością do relaksacji naprężeń. Zatem ich stosowanie jest możliwe, lecz dopiero po wykonaniu dodatkowych badań reologicznych.

Doktorantka sformułowała dalsze kierunki badań, które obejmują:

- badania laboratoryjne mastyksów z wypełniaczem mieszanym o różnych proporcjach podstawowego wypełniacza wapiennego i dodanego,
- wykonanie receptur mma zawierających analizowane w pracy wypełniacze,
- uwzględnienie czynnika starzenia długoterminowego.

Są to bardzo ambitne i bardzo ciekawe kierunki badań nastawione na wysoką aplikowalność. Uzupelniony w przyszłości o analizy wyników badań terenowych program badawczy znajdzie wydzźwięk w procesie skuteczniejszego projektowania konstrukcji nawierzchni. Jednak zaproponowałbym uwzględnienie również czwartego kierunku, a mianowicie: analizy wpływu proporcji asfalt-wypełniacz, która ma kluczowe znaczenie pod względem sterowania urabialnością.

3.5. Uwagi szczegółowe

3.5.1. Uwagi redakcyjne

Strukturę pracy należy uznać za właściwą. Część teoretyczna stanowi około 20% całości rozprawy, natomiast badawcza około 80%. Taki układ jest bardzo racjonalny w tego typu pracach. Najbardziej wartościowe są rozdziały 5. i 6., które odnoszą się do części badawczo-analitycznej. Praca została zredagowana poprawnie, z bardzo niewielką liczbą usterek edytorskich i językowych. Praca została napisana poprawnym językiem technicznym, który odpowiada tematyce i poruszonym zagadnieniom. Praca zawiera również streszczenie w języku angielskim.

Błędy redakcyjne miały znikomy wpływ na ogólny ogłęd pracy. Kilka z nich podano poniżej:

- Na stronie 11 zdanie niezręcznie rozpoczęto do frazy „Jak również...”. Słowo „Jak” jest nadmiarowe.
- Strona 26. Czy można uzyskać F/B od 0% do 180% czy od 0% do 100% (wagowo)?
- Błąd w numeracji, brakuje rozdziału 2.3.
- Na stronie 43 zastosowanie wyrażenia $\leq 0,125$ mm traktuję jako omyłkę, gdyż powinno być $< 0,125$ mm.
- W pracy w wielu miejscach podawany jest numer normy datowany a w niektórych miejscach pracy w postaci datowanej.
- Strona 112. zdanie z frazą „...pojawia się parametr niskotemperaturowego...” zawiera błąd gramatyczny.

Część graficzna pracy jest bardzo estetyczna i zasługuje na wyróżnienie. Wszystkie rysunki wykonane są z dużą starannością, w sposób czytelny i przejrzysty. Odczytanie wartości na podstawie wykresów nie nastrocza problemów z odbiorem i świadczy o transparentności ekspresji rezultatów wyników badań Doktorantki. Dodatkowa grafika, zaczerpnięta z innych prac lub książek, szczególnie w rozdziale 2, została wykonana bardzo czytelnie. Przyjęta numeracja tabel i rysunków ułatwia ich szybką identyfikację, gdyż uwzględnia numer rozdziału głównego.

3.5.2. Uwagi merytoryczne

Poniżej przedstawiono szczegółowe uwagi merytoryczne, które wymagają dyskusji:

- W pracy Doktorantka wielokrotnie powołuje się na pewne fakty i opracowania, lecz nie podaje odniesienia do literatury. W pracy doktorskiej, która jest dziełem naukowym należy wyraźnie rozdzielić wnioski własne od tych, które można sformułować na podstawie literatury. Dla przykładu już na pierwszej stronie opisuje pierwsze nawierzchnie drogowe, do wykonania których wykorzystano asfalt naturalny, lecz nie wiadomo skąd zaczerpnęła te informacje. Podobnie na stronie 26 nie podano źródła, na podstawie którego sformułowano wniosek, że „elastyczność” mastyksu wpływa na serie cech funkcjonalnych mma.
- Stronia 14. Doktorantka przytoczyła wnioski prof. Airey na temat odbudowania struktury. Znając pracę prof. Airey uważam, że zasadniczym kontekstem w tej pracy było stwierdzenie, że istota odbudowy struktury SBS jest powiązana z silną degradacją łańcuchów polimeru.

- Analizując przegląd literatury w rozdziale 2. można odczuć pewien niedosyt w kontekście uwzględnienia współczesnych pozycji literaturowych na temat metod modyfikacji asfaltu z polimerem. Większość pozycji podanych przez Doktorantkę jest sprzed dekady. Natomiast w literaturze zagranicznej pojawiło się wiele wartościowych pozycji typu „State-of-Art” lub przeglądów „Review”, traktujących bardzo szeroko na temat fenomenologii procesu modyfikacji asfaltu elastomerem. Dla przykładu zespół: *Giovanni Polacco i inni. “A review of the fundamentals of polymer-modified asphalts: Asphalt/polymer interactions and principles of compatibility” 2015, DOI: 10.1016/j.cis.2015.07.010 0001-8686* obszernie opisał proces modyfikacji wraz z kształtowaniem struktury asfaltu. W związku tym w pracy doktorskiej byłoby zasadnym powołania się częściej na dyskusję prowadzoną na świecie.

- Opis procesu starzenia obejmował informacje podane głównie w dobrze znanych i cenionych podręcznikach akademickich lub pracach polskich naukowców. Tworząc taki podrozdział zasadnym byłoby również wskazanie na osiągnięcia na tym polu większej liczby naukowców z zagranicy niż powołanie się na jedną ważną pozycję prof. Airey.

- Opis procesu starzenia na stronie 21. jest nadmiarowy i jest powtórzony wielokrotnie w różnych miejscach w różnym stopniu szczegółowości w pracy m.in. w metodyce badań.

- W rozdziale 2.4 poświęconym teoretycznym aspektom modelowania zabrakło wprowadzenia teoretycznego, uwzględniającego formułę zapisu zjawiska relaksacji za pomocą równań różniczkowych jak i również nie podano informacji na temat ogólnego równania różniczkowego związków konstytutywnych lepkości. Jest to o tyle ważne, że odmienne podejście stosujemy w zakresie liniowej lepkości a inne w nieliniowej. Ponadto zabrakło uwzględnienia w modelowaniu innych funkcji podcałkowych, np. funkcji potęgowej (*Findley W. N. J. S. Lai and K. Onaran, 1989, Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials: with an introduction to linear viscoelasticity. New York: Dover*). Podjęcie przez Doktorantkę wysiłków związanych z modelowaniem zjawiska relaksacji jest niewątpliwym atutem tej pracy, dlatego warto byłoby dodać te informacje.

- Na stronie 36. opisano uogólniony model Burgersa a nie Kelvina. Uogólniony model Kelvina nie zawiera elementu definiującego ustalone lepkie płynięcie.

- Na stronie 40. dokonano opisu procesu mieszania. Na jakiej podstawie przyjęto, że czas mieszania i prędkość obrotowa zapewniają właściwą homogeniczność kompozytu? Czy były

wykonywane wstępne obserwacje, np.: za pomocą współczynnika reologicznego K posługując się modelem Ostwalda de Waele czy stosowano też inne zalecenia? Proszę o komentarz.

- Na stronie 43. przy opisie procesu mieszania asfaltu i wypełniacza podano, że zastosowano stosunek wypełniacza do asfaltu $W/A=0,6$. Czym się sugerowano określając tę proporcję? W dalszej części pracy w tabeli 6.1 Doktorantka zadeklarowała, że gęstość każdego z wypełniaczy była różna. Nie podano również w pracy jak została uzyskana proporcja W/A . Należy zwrócić uwagę, że w tej sytuacji o wiele bardziej adekwatnym podejściem jest ustalenie proporcji objętościowych, gdyż mamy gwarancję, że udział poszczególnych składników w jednostce objętości będzie taki sam. Natomiast stosowanie proporcji wagowej sprawia, że ilość asfaltu będzie niska w przypadku „lżejszych” wypełniaczy, co doprowadzi do nadmiernego usztywnienia mastyksu wprowadzając go w drugi koloidalny, czyli stan w którym cząsteczki wypełniacza mocno na siebie oddziałują. W rezultacie zbyt duża ilość asfaltu w jednostce objętości może sprawić, że będziemy porównywać odmienne koloidalnie stany reologiczne mastyksów. Czy Doktorantka brała ten fakt pod uwagę? Proszę o komentarz.

- Nie do końca rozumiem intencje Doktorantki związane z efektem rozsegregowania mastyksu w czasie badania RTFOT (str. 46., 56.). Eliminacja obecności wypełniacza w czasie symulacji starzenia nawet przy zaobserwowaniu jego segregacji w obrębie naczynia sprawia, że nie można odwzorować w pełni procesu starzenia mastyksu. Wypełniacz wapienny jest traktowany jako inhibitor starzenia, gdyż zawiera związki chemiczne, które redukują dynamikę reakcji rodnikowych na granicy fazy asfalt-wypełniacz. Obecność wypełniaczy ma zasadniczy wpływ na redukcję lub akcelerację procesu starzenia. Bez jego uwzględniania, proces symulacji starzenia nie będzie w pełni porównywalny z tym jaki zachodzi w mma. Cennym byłoby jednak wykonanie starzenia mastyksu i wykonanie walidacji uproszczonej metody. Ponadto, czy istnieje w literaturze opis podejścia, jakie zastosowała Doktorantka?

- Jak wyznaczono ρ_1 we wzorze 5.3? Gdzie tą wartość zestawiono?

- Badanie penetracji jest, jak wskazała Doktoranta, miarą twardości asfaltu. Zatem, czy liczba oznaczeń w przypadku mastyksu wynosząca 7 pomiarów jest słuszna. Liczba pomiarów wynika z przyjętego kryterium powtarzalności asfaltu o pewnej konsystencji. W przypadku mastyksu takich ewaluacji nie ma. Uważam, że w tym przypadku powinna zostać zastosowana własna miara oparta na kryterium minimalnej liczebności, mając do dyspozycji wariancję wyników prób.

- Jak przebiegało badanie pomiaru DSR w temperaturze -36°C . W tej temperaturze asfalt osiąga wartość stałą około 10e^9 Pa czyli, osiąga stan ciała stałego (sprężysto-kruchy). Jest to bardzo duże naprężenie i mechanika reometru może nie móc sprostać takiemu zadaniu, aby uzyskać tą samą dokładność pomiarową cechy $|G^*|$ co w temperaturze np. 60°C . Jak zapewniono odpowiednie połączenie próbki asfaltu z płytą reometru? Jaka była powtarzalność wyników w tej temperaturze?

- Strona 58., podpunkt b. Gdzie zostały wykorzystane wyniki badań $|G^*|$, w których zastosowano różną częstotliwość badań od 0,1Hz do 100Hz? Te wyniki byłyby bardzo cenne, gdyż pozwalają na wykonanie krzywej wiodącej zmiany $|G^*|$, ale i również dekompozycję $|G^*|$ na część rzeczywistą i urojoną. Doktorantka odwoływała się również do teoretycznych aspektów badania cyklicznego na stronach 30. i 31., lecz nigdzie nie przedstawiła rezultatów $|G^*|(f)$.

- Na stronie 60. podczas badania BBR również nie wykorzystano do badań próbek mastyksu. Zgadam się z obserwacjami Doktorantki, że to badanie jest bardzo wrażliwe na odchylenia geometrii próbki. Jednak uważam, że warto było jednak takie badania wykonać (z mastyksem) zwiększając liczbę próbek tak, aby właściwie zlokalizować wartość przeciętną i jej zmienność. To badanie stosuje się również (USA) do oceny cech reologicznych mieszanek mineralno-asfaltowych z wykorzystaniem beleczek wyciętych za pomocą precyzyjnych pił geologicznych. Może w przyszłości warto byłoby tę metodykę zastosować do próbek mastyksu. Uważam, że podjętą decyzję, na temat uzyskanego niepowodzenia procesu badawczego, należy mierzalnie przedstawić za pomocą p.: analizy dyspersji wyników sugerującą brak odtwarzalność, itp.

- Autorka często przy opisie metody MSCR powołuje się głównie na polskich autorów (strona 60.), którzy ją zastosowali. Należy dodać, że jest to metoda zainicjowaną przez prof. Bahia i inni i została zaimplementowana w normie AASHTO TP70. W polskim systemie normalizacyjnym również ma swój wydźwięk (PN-EN 16659:2016-02). W związku z tym nazwa cechy „podatność na pełzanie” nie jest ustaloną ostateczną nazwą stosowaną w nomenklaturze PN-EN 16659:2016-02 i powinna brzmieć „nieodwracalna część modułu podatności”.

- Strony 63 -64. Próbki wymagane do badań ciągliwości w środkowej części mają przekrój 1 cm^2 . Jest on podobny do przekroju beleczek BBR. Proszę wyjaśnić i umotywić, dlaczego w przypadku formowania próbek ciągliwości udało się wprowadzić mastyks do formy a w przypadku BBR już nie. Dodam, że wymagania co do przygotowania próbek i zachowania ich geometrii przy badaniu ciągliwości są również wysokie.

- W punkcie 5.5 opisano szczegółowo metody eliminacji wartości odstających wyników badań. Jest to bardzo ważne i rzadko stosowane podejście w opracowaniach. Świadczy pozytywnie o świadomości Doktorantki na temat istoty wyniku. Opis jest wyczerpujący, lecz czy Doktorantka dokonała walidacji własnych rezultatów, korzystając z dostępnego oprogramowania np.: SAS, Statistica, R-studio w celu uniknięcia błędów grubych?

- Kolejną ważną kwestią świadczącą pozytywnie o umiejętnościach Doktorantki było przeprowadzenie procesu badawczego i ocena jego efektów wraz oceną niepewności wyniku. W niniejszym opracowaniu wykorzystywana była wartość niepewności rozszerzonej $U(x)$. Jest to nieodzowny element każdego procesu badawczego, mającego silne podstawy wynikające z teorii metrologii. Po przeanalizowaniu zastosowanego aparatu analitycznego nasuwają się pewne pytania. We wzorze 5.12 wprowadzono części składowe niepewności całkowitej standardowej takie jak: niepewność eksperymentatora czy niepewność wzorcowania. W przypadku niepewności wzorcowania wymagane są świadectwa wzorcowania gwarantujące spójność pomiarową z GUM. Natomiast niepewność eksperymentatora wymaga posiadania bazy aktualnej walidacji pracowników, czyli oszacowania powtarzalności i odtwarzalności np.: z danych archiwalnych. Z wszystkich członów najłatwiejsza do określenia jest niepewność standardowa dotycząca zmienności związanej bezpośrednio z obiektem badań. Zatem jak oszacowano niepewność wzorcowania i eksperymentatora? Proszę o komentarz.

- W pracy bardzo szeroko, i zdaniem recenzenta zbyt szczegółowo, opisano analizę wariancji. Analiza ANOVA jest bardzo wydajnym narzędziem statystycznym, potwierdzającym wstępną zasadność podejmowanych działań badawczych związanych z obiektem badań. Niniejsza analiza pomaga dostrzec pewne „anomalie” w zbiorze danych najbardziej poszukiwanych przez badacza. Jest również podstawą do poszukiwania dalszych kontrastów pomiędzy poziomami danego czynnika (testy post-hoc). Główna niepewność, w opinii recenzenta po zapoznaniu się z pracą, dotyczy słuszności weryfikacji interakcji pomiędzy czynnikami i podejmowania decyzji na temat czy dalsza analiza będzie wykonywana dla czynników głównych czy z elementem interakcyjnym. Na podstawie swojej wiedzy, doświadczenia i udziału w wielu seminariach stwierdzam, że jest to podejście nadmiarowe i niepraktykowane. Uwzględnienie efektu interakcji jest elementem nieodzownym, gdyż wynika z przyjętego liniowego modelu analizy wariancji. Jeśli przyjmiemy model analizy krzyżowej wówczas a-priori zakładamy, że czynnik interakcji występuje i jego istotność bezwzględnie weryfikujemy. Jest on tak samo ważny jak czynniki główne. Wynika to z dekompozycji zmienności zbiorowości. Innymi słowy, można na początku analizy wyeliminować

efekt interakcji, wówczas zmienność wynikająca z obecności czynnika interakcyjnego zostanie równo podzielona i przypisana pozostałym głównym składowym. Taka sytuacja występuje podczas analizy regresji wielorakiej. Zatem czy interakcja jest lub jej nie ma zależy od przyjętego modelu wariancji i liczby przypadków/pomiarów, którymi dysponujemy. Wprowadzenie dodatkowej weryfikacji członu wyrażającego interakcję z uwzględnieniem testu t-studenta wprowadza pewną niepewność, gdyż weryfikacja hipotez ANOVA opiera się na teście F. To są zupełnie dwa różne podejścia i należy o tym pamiętać (D. Jańczewski, C. Różycki, L. Synaradzki, „Projektowanie procesów technologicznych”, 2010, OWPW).

- W jaki sposób ustalono, że wariancje w grupach są jednorodne? Czy wykonywany był test jednorodności Bartletta? Należy pamiętać, że w przypadku niespełnienia warunku jednorodności wariancji w grupach należy wykonać dodatkowe testy nieparametryczne, takie jak test Kruskala-Wallis. Proszę o komentarz.

- Dlaczego nie podano niepewności wyników pomiaru dla właściwości strukturalnych wypełniaczy mineralnych (tabela 6.1)?

- W pracy bardzo dużo znajduje się odniesień (są dominujące) do wniosków z badań prowadzonych pod kierownictwem prof. Grabowskiego. Uważam te wyniki badań za bardzo cenne i unikatowe w literaturze polskiej. Natomiast jestem zdania, że literatura zagraniczna ma również wiele ciekawych wniosków mający istotny wkład w zagadnienie, którego dotyczy niemniejsza dysertacja. Dlaczego nie wprowadzono innych odniesień z literatury zagranicznej? Należy nadmienić, że badacze włoscy z różnych ośrodków mają duże osiągnięcia na tym polu.

- Na wykresach słupkowych zestawiono wyniki, jakie uzyskano dla danej cechy np.: penetracji, temperatury mięknięcia, S_m czy też $|G^*|/\sin\delta$. W wielu przypadkach wyniki są porównywalne pomimo zmiany ilości SBS czy też wykonania procesu starzenia. Dlaczego mając wyniki analizy wariancji wieloczynnikowej nie wykonano analizy kontrastów stosując test Tukeya i Duncana, zakładając rozkład normalny wyników badań w grupach? Pozwoliłoby to na wykonanie pogłębionej analizy statystycznej. Proszę o komentarz.

- Jak wyjaśnić powstałą ciekawą anomalię zmiany kąta przesunięcia fazowego na rysunkach 6.12-6.16? Jest to bardzo interesująca obserwacja, lecz cennym byłoby sporządzenie głębszej analizy przyczyn powstawania takiego efektu, zamiast skupianie się tylko na zrelacjonowaniu tych wyników.

- Obserwując wyniki krzywych Blacka wynika, że w analizie występowało 7 poziomów temperatury z zakresu -36°C do $+82^{\circ}\text{C}$. Ponadto maksymalna wartość $|G^*|$ na wykresach 6.17-6.22 nie osiągnęła wartości $1,00\text{e}^6$ Pa jak podano na rysunkach od 6.7 do 6.11. Zatem czy wartość $|G^*|$ w niskiej temperaturze została z powodzeniem oznaczona w czasie badań bezpośrednich czy też była efektem ekstrapolacji wyników lub zastosowania innych technik wygładzania. Nie jest to błąd krytyczny, ale dla spójności procesu analitycznego wymaga to dodatkowego komentarza.

- Proszę o wyjaśnienie, czy asfalt w niskich temperaturach, jak deklarowała Doktorantka, może osiągnąć wartość $\delta > 45^{\circ}$.

- Nie jest zrozumiałe (strona 93.), dlaczego Doktorantka konstatuje na temat braku wymagań co do J_{nr} w odniesieniu do mastyksów, skoro mastyks nigdy nie był obiektem, do którego metoda MSCR miała być wykorzystana. Jest to swoisty truizm.

- Strona 93., fraza „...iż uzyskano wartość bliską zeru”. To sformułowanie dotyczy jednostki kPa natomiast w przypadku jednostki Pa wspomniana wartość wynosiłaby $< 10 \text{ Pa}^{-1}$. Zatem czy byłaby bardziej bliska zeru. Nie jest możliwe osiągnięcia wartości zero, a uzyskane podatności zawsze mają wartości małe. Wartość zera nie jest granicą, a obowiązującą dla tego parametru (J_{nr}) jest skala ilorazowa a nie absolutna.

- Czy wartość procentowego nawrotu R może realnie uzyskać wartość ujemną? Dodam, że jest to typowy odczyt z urządzenia uzyskany w wysokiej temperaturze, gdyż naprężenie ścinające jest większe od wartości krytycznej naprężenia definiującego stan liniowej lepkosprężystości lub gdy została przekroczona umowna granica plastyczności asfaltu/mastyksu. Wynika to z braku warunków granicznych we wzorze, wówczas taki odczyt należy przyrównać do zera. Świadczą o tym też bardzo duże wartości J_{nr} diff, które niezaprzeczalnie sugerują zniszczenie struktury asfaltu/mastyksu (stan lepki). Niestety urządzenia pomiarowe nie są przystosowane do warunków, w których zakłada się duże uplastycznienia materiału np.: badania w wysokich temperaturach.

-Strona 98. fraza „...nawierzchni drogowej w latach 90. w Polsce”. Oprócz faktu, że zdanie ma małą usterkę językową to czy można podać na jakie źródło Doktorantka się powoływała twierdząc, że temperatura nawierzchni drogowej w Polsce osiągnęła wartość 70°C ?

- Bardzo ciekawe są wykonane korelacje pomiędzy J_{nr} a parametrem koleinowania $|G^*|/\sin\delta$. Dostarczają one wielu informacji poznawczych oraz potwierdzają pewne wcześniejsze spostrzeżenia. W pracach M. Andersona zostały wykonane pewne analizy korelacji J_{nr} i $|G^*|/\sin\delta$. Rezultaty, jakie uzyskała Doktorantka, zasadniczo pokrywają się z tymi wynikami. Ponadto jej wyniki wzbogacają wiedzę z tego zakresu o wykorzystane mastyksy. Należy pamiętać, że parametr $|G^*|/\sin\delta$ jest badany w zakresie LVE, co odpowiada sytuacji badania pełzaniu asfaltu w próbie ścinania przy naprężeniu 100Pa. Dlatego też w pracy uzyskano pełne skorelowanie wyników, gdyż w istocie rzeczy J_{nr} jest odwrotnością $|G^*|/\sin\delta$. Brak zauważanego skorelowania pomiędzy badanymi cechami występuje wówczas, gdy przyłożymy wysokie naprężenie tak jak w przypadku J_{nr} dla $\tau \geq 3200\text{Pa}$, gdy ujawnia się również efekt tiksotropii. Takie właśnie zachowanie materiału występuje w pracy Doktorantki. Wysokie skorelowanie prawdopodobnie wystąpi dopiero pomiędzy J_{nr} i ZSV (lepkość zerowego ścinania), gdyż dotyczy tej samej fenomenologii. Przedstawione wyniki są ciekawe, ale w opinii recenzenta te wyniki zostały zinterpretowane (str. 104.) w bardzo skrótowy sposób, nie podając szczegółowo przyczyn takiego stanu rzeczy. Natomiast potencjał drzemiący w zbiorze wyników jest znaczny.

- Doktorantka, na stronie 111., stwierdziła, że temperatura krytyczna uzyskana w teście BBR i Fraassa jest porównywalna. Na podstawie katalogu ORLEN-u temperatura Fraassa wynosi przeciętnie -15°C dla asfaltu 50/70, natomiast w badaniach własnych -20°C . Czy ten wynik można uznać za porównywalny nawet przy uwzględnieniu precyzji pomiaru? Należy pamiętać, że czas zginania próbki w obydwu testach jest znacząco różny.

- Strona 120. Co oznacza oprogramowanie Nonlinear Least Squares Regression? Uważam, że chodziło o rodzaj wydajnego algorytmu wykorzystanego jako solver we wspomnianej metodzie NLSR. W związku z tym jaki solver wykorzystano do minimalizacji błędów przy estymacji parametrów funkcji celu?

- Bardzo dobrym pomysłem było wprowadzenie parametru β w celu zredukowania liczby parametrów szeregu Prony'ego. Stosowanie modeli uogólnionych cechuje się wysokim dopasowaniem modelu do wyników eksperymentu, ale i też wzrost liczby parametrów sprawia, że wynik jest niejednoznaczny i ma niską interpretowalność (S. Jemioło, C. Suchocki, „Hipersprężystość i jej modyfikacje”). W tym kontekście uzyskane rezultaty wprowadzają niepewność. Mianowicie w jakim stopniu uzyskane parametry (równanie nieliniowe względem parametrów) były stabilne i niezależne od błędów pomiarowych w zakresie wykonanych pomiarów. Analizując szereg wyników, wartości i -tych współczynników sprężystości mają wartości

losowe nie mając wzorca tzn. nie układając się w szereg monotonicznie rosnący. Sugeruje to, że w czasie aproksymacji funkcji celu nie wprowadzono pewnych warunków początkowych procesu aproksymacji, np.: $E_1 > E_2 > \dots$ itd ani też wobec $t_1 < t_2 < \dots$ (czasy powinny różnić się wstępnie o jedną dekadę logarytmiczną). W związku z tym istnieje wysokie prawdopodobieństwo, że na skutek obecności wielu minimów lokalnych błędu aproksymacji funkcji celu, odtwarzając eksperyment uzyskamy ten sam R^2 , ale różne wartości E_i i t_i . Zatem czy warunki wstępne przed rozpoczęciem aproksymacji były definiowane? Czy była wykonana analiza wrażliwości parametrów modelu? Jakie były czasy relaksacji? Proszę o syntetyczny komentarz.

-Czy błąd SSq lub inaczej SSE nie jest elementem zawartym we wzorze RMS ? Uważam, że SSq jest nadmiarowy i można było z niego zrezygnować lub wprowadzić np. błąd względny.

- Jaki zakres odkształcenia uzyskały próbki przy badaniu ciągliwości w duktylometrze? Czy badane było odkształcenie krytyczne zakresu LVE? Jest to ważna kwestia, gdyż zastosowana koncepcja modelowania zjawiska relaksacji jest słuszna dla zakresu liniowej lepkosprężystości (LVE). W przypadku przekroczenia krytycznej wartości odkształcenia pojawia się istotna wartość odkształceń nieodwracalnych. W efekcie nastąpi znacząca wartość dyssypacja energii sprężystości i nie zostanie zachowana pętla histerezy. Wprowadzenie materiału w zakres odkształceń poza LVE spowoduje, że w trakcie badania nawrotu nie uzyskamy zgodności odkształceń. Wówczas należy przyjąć inny ogólny model lub uwzględnić to w opisie tłumików (elementów lepkich w modelu). Istnieje szereg oprogramowań, które to ułatwiają dając zdumiewająco dobre rezultaty (np.: MCalibration®). Na korzyść Doktorantki warto wziąć pod uwagę fakt, że zastosowane modelowanie jest dość odporne na pewne nieliniowe zachowanie materiału i tym samym dość dobrze opisuje zjawisko relaksacji z niewielkimi efektami nieliniowymi.

- Nie podano jasno co oznacza parametr E_0 . W literaturze takie oznaczenie jest przyporządkowane dla współczynnika sprężystości chwilowej, które w badaniu relaksacji za pomocą testów monotonicznych jest niemożliwe do wyznaczenia. Uważam, że powinna być podana wartość E_∞ . Jego wartość była najmniejsza (tabela 6.15) zatem ten parametr opisuje w rzeczywistości moduł sprężystości dla nieskończonego czasu obciążenia. Również formuła wzoru (6.7) na to wskazuje. Proszę o komentarz.

- Brakuje pogłębionej interpretacji parametrów E_0 i E_1 . Wspomniane parametry zostały jasno zinterpretowane a jedynie zrelacjonowane pojawiające się ich zróżnicowanie na sporządzonych wykresach. Najlepszym rozwiązaniem byłaby sytuacja, w której materiał uzyskałby dużą wartość

E_1 i dużą E_0 , co pozwoliłoby na uzyskanie szybkiego spadku sztywności materiału oraz wysoką sztywność w sytuacji długotrwałego obciążenia. Taki rezultat Doktorantka uzyskała w pracy dla mastyksów asfaltowych modyfikowanych polimerem i z wypełniaczem wapiennym, lecz nie wyeksponowała tego aspektu naukowego zbyt wyraźnie.

- Fotografie obrazów mikroskopowych charakteryzują się zmienną ostrością. Czy obserwacje były wykonywane na próbkach o nieregularnych kształtach? Dlaczego nie rozważono obserwacji, np.: pomiędzy dwoma szkiełkami laboratoryjnymi?

4. Ocena końcowa

Przedstawioną do recenzji pracę, pomimo pewnych kwestii dyskusyjnych, oceniam wysoko. Dotyczy to zarówno jej strony naukowej jak i formalnej. Obie nie wzbudzają większych wątpliwości. Przedstawione uwagi merytoryczne nie są krytyczne w kontekście wykonanych badań, analiz i wnioskowania. Część uwag ma charakter dyskusyjny, wymaga krótkiego komentarza a pozostała część zawiera spostrzeżenia, które można wykorzystać w dalszych etapach badań.

Na uwagę zasługuje szata graficzna pracy oraz jej poziom edycji. Ponadto zawiera wiele badań, które wnoszą istotny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria lądowa, geodezja i transport. Praca ma charakter interdyscyplinarny, łącząc wymagane w praktyce inżynierskiej wyniki badań właściwości materiałów z wiedzą z zakresu modelowania występujących w nich efektów reologicznych. Zbiór wyników został dodatkowo wsparty elementami analizy statystycznej z uwzględnieniem narzędzi z dziedziny metrologii. Uzyskane parametry reologiczne modeli fizycznych można szybko zaimplementować do oprogramowania numerycznego np.: ABAQUS i dokonać stosowanych symulacji. Dlatego też aplikowalność wyników badań to kolejny z mocnych atutów tej pracy.

Praca doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego oraz inżynierskiego dotyczącego dyscypliny inżynieria lądowa, geodezja i transport. Sformułowane przez Autorkę tezy pracy znalazły potwierdzenie w wynikach badań i zostały poparte szczegółową analizą. Postawiony cel pracy należy uznać za zrealizowany.

W związku z powyższym uważam, że praca doktorska Pani mgr inż. Marty Mielczarek spełnia wszystkie warunki określone w ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2014 poz. 1789), Rozporządzeniu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego trybu przeprowadzenia czynności w przewodach doktorskich oraz w postępowaniu o nadanie tytułu (Dz.U. Nr 2018 poz. 261) oraz ustawie z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U.2018 poz. 1669, z późn. zm.) **i wnoszę o przyjęcie rozprawy doktorskiej oraz dopuszczenie jej do publicznej obrony.**



Dr hab. inż. Grzegorz Mazurek, prof. PŚk