

Gliwice, 18.11.2019r.

Prof. dr hab. inż. Zbigniew Giergiczny
Wydział Budownictwa
Politechnika Śląska w Gliwicach

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Kamila Tomczaka „Badanie zdolności betonu z dodatkami mineralnymi do samonaprawiania”.

1. Podstawa formalna opracowania recenzji

Podstawę opracowania recenzji stanowią:

- pismo Dziekana Wydziału Górnictwa i Geoinżynierii AGH w Krakowie (WGiG.b/510-2-18-1/2019) z dnia 21.10.2019 r. informujące o powołaniu mnie przez Radę Wydziału Górnictwa i Geoinżynierii Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie na recenzenta rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Kamila Tomczaka pt.: „*Badanie zdolności betonu z dodatkami mineralnymi do samonaprawiania*”.
- rozprawa doktorska pt.: „*Badanie zdolności betonu z dodatkami mineralnymi do samonaprawiania*” Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Wydział Górnictwa i Geoinżynierii, Katedra Geomechaniki, Budownictwa i Geotechniki, Kraków 2019. Promotorem rozprawy jest dr hab. inż. Jacek Jakubowski prof. AGH, zaś promotorem pomocniczym dr inż. Łukasz Kotwica.

2. Ocena rozprawy doktorskiej

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska składająca się z syntetycznego opisu stanu wiedzy w zakresie samonaprawialności kompozytów cementów oraz części doświadczalnej zawierającej wyniki badań własnych doktoranta wraz z bardzo wnikliwą interpretacją. W końcowej części pracy zawarte jest podsumowanie i wnioski końcowe, oraz zestawienie literaturowe obejmujące 137 pozycji (z dokumentami normalizacyjnymi), w tym 2 pozycje afiliowane nazwiskiem autora rozprawy. Rozprawa zawiera 172 strony.

Na początku rozprawy autor zamieścił tezę pracy: „Wykorzystanie mineralnych materiałów odpadowych w postaci uszlachetnionych popiołów ze spalania w kotłach fluidalnych do produkcji zapraw i mieszanek betonowych zwiększa zdolność stwardniałego materiału do samonaprawiania w stosunku do jego samonaprawialności autogenicznej”.

Autor nakreślił cele ogólne rozprawy, które sprowadzają się do stwierdzeń, iż:

- użycie dodatków mineralnych (popiołów lotnych) może nadawać kompozytom nowych właściwości z punktu widzenia samonaprawialności,

- zwiększenie zdolności kompozytów cementowo-popiołowych do samonaprawialności ma istotny walor ekologiczny tj. wydłużenie eksploatacji obiektów budowlanych ze względu na podwyższoną trwałość oraz ograniczenie negatywnego oddziaływania ubocznych produktów ze spalania pyłu węglowego na środowisko naturalne.

Zostały nakreślone także cele szczegółowe związane z opracowaną przez autora metodyką badań własnych oraz określenie kluczowych czynników determinujących zdolność kompozytów cementowych do samonaprawiania z uwzględnieniem wieku kompozytów, jak i ocenę efektywności procesu samonaprawiania.

Zadaniem recenzenta podjęta tematyka badawcza jest ważna i aktualna, zarówno z technicznego punktu widzenia, jak i środowiskowego. Stosowanie popiołu lotnego z fluidalnego spalania jako źródło samonaprawialności w dostępnej literaturze praktycznie nie występuje. Z tego punktu widzenia podjęty temat jest nowatorski. Oczywiście aspekt ekologiczny jest także istotny, jednakże rosnąca cena emisji CO₂ powoduje, iż każdy substytut cementu będzie w niedługim czasie efektywnie wykorzystany. W przypadku popiołów lotnych fluidalnych mogą to być spoiwa drogowe lub inne produkowane w oparciu o Krajowe Oceny Techniczne.

Ogólnie znaną wiedzą jest, iż beton jest materiałem kruchym i dosyć łatwo pękającym pod wpływem obciążeń zginających lub rozciągających. Mikropęknięcia mogą także wystąpić z powodu odkształceń wywołanych gradientem temperatury (beton masywny) i skurczu podczas wysychania betonu w trakcie budowy i eksploatacji. Powstałe mikrospeknięcia mogą być drogą do wnikania roztworów jonów agresywnych, które mogą być destrukcyjne dla stwardniałej matrycy cementowej i powodem depasywacji stali zbrojeniowej. Efektem jest obniżona trwałość elementów i obiektów betonowych.

Na szczęście okazało się, iż zawarty w betonie cement jest w stanie samoleczyć powstałe mikrospeknięcia, które jest związane z ciągłym uwadnianiem nieprzereagowanych ziaren cementu. Proces ten w bardzo syntetyczny i jasny sposób został opisany przez autora rozprawy w części teoretycznej rozprawy.

Szczególnie do procesu samoleczenia są predystynowane cementy zawierające w swoim składzie inne niż klinkier portlandzki składniki główne. W przypadku Polski są to głównie popioły lotne krzemionkowe (V) i/lub granulowany żużel wielkopiecowy (S). Stopień hydratacji cementu hutniczego CEM III/A po 28 dniach, zawierającego ok. 60% zmielonego granulowanego żużla wielkopiecowego wynosi ok. 70%, przy zbliżonej wytrzymałości na ściskanie w stosunku do cementu portlandzkiego CEM I, przy czy stopień hydratacji po 28 dniach zazwyczaj przekracza 90%. W przypadku popiołu lotnego krzemionkowego, mniej reaktywnego składnika w stosunku do zmielonego granulowanego żużla wielkopiecowego, samoleczenie będzie procesem bardziej długotrwałym. Efektem tego jest zmiana porowatości stwardniałych matryc (zmniejszenie wielkości porów kapilarnych i zwiększenie ilości porów żelowych) oraz wzrost wytrzymałości na ściskanie (trwałości). Obserwowane tego typu

zależności były powodem wprowadzenia równoważnych terminów badań - 56 dni dla cementów portlandzkich CEM II, 90 dni dla cementu hutniczego CEM III/A - cech trwałościowych dla cementów z wysoką zawartością dodatków mineralnych.

Także duża ilość nieprzereagowanego cementu stwierdzana jest w betonach o wysokiej wytrzymałości. Wysoka szczelność tego rodzaju betonów ogranicza dostęp wilgoci (wody). Tą wadę eliminuje się poprzez pielęgnację wewnętrzną betonu, np. wprowadzając kilka procent nośnika zawierającego zaabsorbowaną wodę w swojej strukturze, która jest zużywana w procesie hydratacji cementu wewnątrz dojrzewającego betonu.

Podnoszonym problemem w literaturze i ocenianej rozprawie doktorskiej jest wielkość rys do samozaleczania. Doniesienia literaturowe donoszą, że maksymalna szerokość rys do samoleczenia wynosi ok. 970 μm . Tak pozytywne wyniki uzyskano stosując dodatki ekspansywnej oraz korzystając z pomocy bakterii. Czas gojenia rys jest także różny w zależności od przyjętej metody i wynosi od 10 dni do kilku tygodni.

Uwagi recenzenta do w tej części rozprawy dotyczą wyjaśnienia pewnych stwierdzeń:

- autor rozprawy na str. 16 pisze o różnicy pomiędzy samoleczeniem a samouszczelnianiem. Pytanie – jak odróżnić podane procesy, jeżeli nawet w procesie korozji siarczanowej powstające produkty (gips, ettryngit) lokują się w porach i zwiększają wytrzymałość na ściskanie ?
- str. 29 – podano, iż *”W kontakcie z wodą morską kompozyty z cementem portlandzkim naprawiają się szybciej niż kompozyty, w których użyto żużel wielkopiecowy”*. Pytanie – dlaczego ?

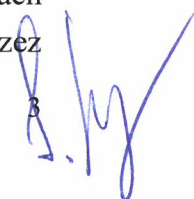
Recenzent chciałby podkreślić bardzo profesjonalne i syntetyczne przedstawienie problematyki rozprawy na podstawie dostępnej literatury obcojęzycznej, głównie w języku angielskim, i krajowej.

Cześć rozprawy, zwyczajowo zwana badaniami własnymi, rozpoczyna się charakterystyką zastosowanych w badaniach popiołów lotnych, cementu, kruszywa, domieszek chemicznych i włókien. W tym celu oznaczono: skład chemiczny metodą spektroskopii rentgenowskiej, zawartość składników krystalicznych w badanych popiołach z wykorzystaniem dyfraktometrii rentgenowskiej, skład ziarnowy z wykorzystaniem analizatora laserowego, powierzchnię właściwą cementu i popiołu lotnego metodą Blaine’a, właściwości mechaniczne cementu metodyką określoną w normie PN-EN 196-1, aktywność popiołów lotnych metodyką zawartą w normie PN-EN 450-1.

Przytoczone metody badań wskazują na dobre przygotowanie autora do prowadzenie badań naukowych z użyciem różnych metod badawczych, co wymaga dużego nakładu pracy i czasu do właściwej interpretacji uzyskanych wyników badań.

Uwagi recenzenta dotyczą:

- składu chemicznego podanego w tab.1 – jak interpretować zapis [% m/m], skąd taka wysoka zawartość tlenków alkalicznych, zarówno w cemencie, jak i popiołach lotnych – czy uzyskane wyniki były porównywalne z wynikami podawanymi przez



producentów. Recenzent nie spotkał się w swojej praktyce zawodowej z popiołem lotnym krzemionkowym o zawartości $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ na poziomie 6,24%;

- dlaczego autor przyrównuje uzyskane wyniki do historycznej normy branżowej BN-79/6722-09, która nie funkcjonuje w obiegu gospodarczym,
- istotną cechą jakościową popiołów lotnych jest wodożądność, w tab.3 autor wymienił wybrane wymagania z normy ASTM, która normalizuje tę właściwość. Pytanie - jaka jest dopuszczalna zmiana wodożądności dla popiołu lotnego w normie ASTM C 618-12a i jak się ma do tych wymagań wodożądność popiołu z kotłów fluidalnych,
- jak zdaniem autora wysoka wodożądność popiołu z kotłów fluidalnych wpłynie na wskaźnik aktywności określany zgodnie z PN-EN 450-1 (tab.7; rys.16),
- jak autor tłumaczy brak korelacji pomiędzy składem ziarnowym popiołu lotnego z fluidalnego spalania (rys. 14 i 15) a uzyskaną powierzchnią właściwą (tab.5).

Recenzent zwraca także uwagę na stosowane słownictwo, a mianowicie składniki betonu oraz cementu, jak i sam cement charakteryzują się właściwościami (cechami), np. fizycznymi, chemicznymi, mechanicznymi, a nie parametrami. Egzotycznie brzmi także zapis „parametry planu badawczego”. To samo dotyczy „wartości” - beton zaprawa, kruszywo, charakteryzuje się nasiąkliwością, a nie „wartością nasiąkliwości”. Inne przykłady: „wartość wskaźnika wodno-spoiwowego”, „wartości parametrów mechanicznych”, itp..

Rozdział 4 rozprawy zawiera plan i zakres badań własnych. Plan badawczy doktorant poprzedza określeniem właściwości zaprojektowanych zapraw i mieszanek betonowych, które użył w realizacji samonaprawialności zapraw i betonów z w wywołanymi makrodefektami.

Uwagi:

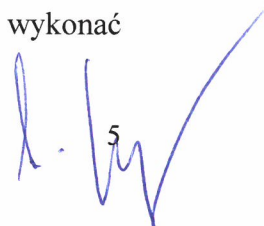
- str. 46, tab.16 – mieszanki o wyższej zawartości powietrza charakteryzują się wyższą gęstością objętościową. Czym to jest spowodowane ?
- str. 49 – autor pisze, iż konsystencja była badana po przygotowaniu mieszanek oraz po 45 minutach; w pracy nie zamieszczono wyników po 45 minutach, dlaczego ? .

W rozdziałach 5÷7 doktorant przedstawił z benedyktyńską starannością i dokładnością opracowaną własną metodykę badań zdolności kompozytów cementowych, z udziałem popiołów lotnych krzemionkowych i fluidalnych, do samonaprawiania. Do ilościowej oceny zmian rozwartości rys wykorzystano własne rozwiązanie oparte na komputerowym przetwarzaniu i analizie obrazów ze skanera wysokiej rozdzielczości. Ocenę zmian zachodzących wewnątrz ocenianych struktur wykorzystano rozwiązania opierające się na pomiarach czasu przejścia fal ultradźwiękowych przez badane próbki. Program badawczy został zrealizowany dla próbek celowo zdefektowanych, jak i próbek świadków bez defektów. Opracowane metody są nieniszczące. Uzyskane wyniki z tych metod zostały uzupełnione o badania wytrzymałościowe i odkształceniowe badanych kompozytów, jak i badania mikrostrukturalne z wykorzystaniem mikroskopii elektronowej w połączeniu z mikroanalizą w

mikroobszarach (EDS) oraz mikroskopii optycznej. Pomiary były dokonywane przez okres 152 dni. Badania zostały wykonane i przeprowadzone w bardzo szerokim zakresie przy różnym w/c (zaprawy – w/c = 0,3, 0,4 i 0,5, beton – w/c = 0,25 i 0,4) oraz 5 i 20% zastąpieniu cementu przez popiół lotny fluidalny oraz popiół krzemionkowy. Do składu zapraw wprowadzono także zbrojenie rozproszone w postaci włókien. Wszystkie etapy badań zostały bardzo starannie opisane a uzyskane wyniki zostały bardzo rzetelnie opisane z wykorzystaniem aparatu matematycznego i statystycznego. Z tego powodu recenzowana praca zasługuje na wyróżnienie. Zadanie nie było łatwe ponieważ praca ma charakter interdyscyplinarny. Łączy problematykę budownictwa (beton i jego właściwości) z problematyką inżynierii materiałowej (struktura, mikrostruktura, proces hydratacji cementu, aspekty mechaniki pękania). Autor analizując swoje wyniki dostrzega pewne ich niedoskonałości. Wynikają one z rzetelności badacza i chęci pełnego badanego problemu. Można to zrozumieć, ale nie zawsze jest to możliwe. Hydratacja cementu jest przedmiotem badań od blisko dwustu lat a ciągle są rozważane różne teorie i mechanizmy tego procesu.

Uwagi:

- nie podważając uzyskanych wyników z opracowanych własnych metod badawczych pewnych ich dopełnieniem mogło być oznaczenie nasiąkliwości badanych kompozytów. Zdaniem recenzenta proces samonaprawiania z użyciem popiołów lotnych fluidalnych ma dwie fazy. W fazie pierwszej następuje reakcja aktywnego CaO i CaSO₄ (anhydrytu) z innymi aktywnymi składnikami popiołu, jak i produktami reakcji cementu portlandzkiego. Najczęściej produktami uwodnienia popiołu fluidalnego jest ettryngit (3CaO·Al₂O₃·3CaSO₄·32H₂O) i faza C-S-H. Jest to proces stosunkowo szybki trwający od 3 do 7 dni. Powstające produkty wypełniają pory w stwardniałym zaczynie zmniejszając ich rozmiar. Dodatkowo, przy większej ilości jonów siarczanowych powstająca ilość ettryngitu może spowodować ekspansję (autor stwierdził największą rozszerzalność przy 20% zawartości popiołu fluidalnego). W drugim, późniejszym etapie, przebiega reakcja pucolanowa pomiędzy wodorotlenkiem wapnia z hydratacji faz krzemianowych klinkieru portlandzkiego a amorficznymi produktami dehidryksylacji substancji ilastej zawartej w skale płonnej złoża spalanego węgla (właściwości zbliżone do metakaolinitu). Produkty przebiegu reakcji pucolanowej także wytrącają się w porach, co dodatkowo zmniejsza ich rozmiar. Zmniejszona porowatość powinna skutkować mniejszą nasiąkliwością.
- str. 141 badania skurczu z wykorzystaniem aparatu Graf-Kaufmana można było uzupełnić normowa metodą badania stałości objętości według metodyki zawartej w normie PN-EN 196-3 *Metody badań cementu. Część 3. Oznaczanie czasów wiązania i stałości objętości.*,
- obecność zidentyfikowanej przez autora długowłóknistej fazy C-S-H (rys.63) jest bardzo zbliżona pokrojem do często pokazywanej w literaturze włókien ettryngitu, zwłaszcza, że obserwowana intensywność krzemu na widmie EDS jest zbliżona do intensywności glinu. Widoczna jest także siarka. Należałoby dodatkowo wykonać identyfikację faz z użyciem dyfraktometrii rentgenowskiej.



Rozprawa zakończona jest podsumowaniem i wnioskami końcowymi. Wniosków jest 16 i zajmują 5 stron. Wszystkie wynikają z uzyskanych wyników badań, a ich obszerność wynika z dużej dokładności i rzetelności autora rozprawy. Jest to zaleta i wada. O ile w procesie badawczym podkreśliłem i wyróżniłem zaletę dokładności i staranności, to w przypadku wniosków jest to, zdaniem recenzenta, wada. Badacz musi potrafić umiejętnie syntezyzować swoje wyniki i przemyślenia. Na poważnych kongresach naukowych dostaję się kilka minut na zaprezentowanie własnych wyników. Zasada jest prosta, im krótsze wystąpienie, tym więcej czasu należy poświęcić na jego przygotowanie. Myślę, iż doktorant skorzysta z rady starszego kolegi.

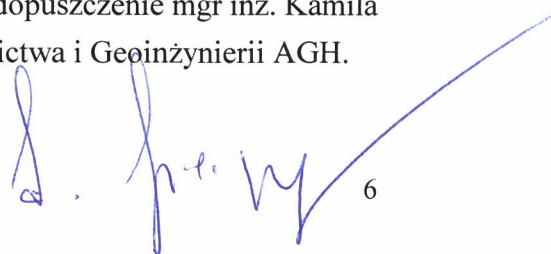
Zaletą podsumowania jest nakreślenie przyszłościowych zamierzeń badawczych. Recenzent sugeruje rozszerzyć program badawczy o cementy zawierające zmielony granulowany żużel wielkopiecowy, jak i dostępny na rynku cement oparty na siarczanoglinianach o nazwie handlowej i.tech ALI.CEM.

3. Wniosek końcowy

Stwierdzam, iż z dużą przyjemnością zapoznałem się treścią przedstawionej mi do recenzji rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Kamila Tomczaka. Przedstawiona rozprawa stanowi nowatorskie i ważne rozwiązanie problemu naukowego z zakresu budownictwa oparte na bardzo rzetelnie wykonanych i zinterpretowanych wynikach badań własnych. Doktorant w pełni udowodnił, iż posiada umiejętność samodzielnego programowania i wykonywania badań z wykorzystaniem różnych technik i metod badawczych, w tym bardzo specjalistycznych. Stwierdzam, iż zrealizowany zakres badań znacznie przekracza wymagania stawiane rozprawom doktorskim. Przygotowanie rozprawy wymagało od doktoranta dużego zaangażowania czasowego na szczegółowe interpretację uzyskanych wyników badań. Chciałbym raz jeszcze podkreślić dużą rzetelność i staranność w analizie wyników badań własnych poprzez bardzo staranne zilustrowanie w formie rysunków, zdjęć i tabel. Moim zdaniem może to być podstawą do wyróżnienia ocenianej rozprawy. Oczywiście, pewne stwierdzenia i wnioski mogą stanowić podstawę do szerszej polemiki naukowej, co też jest pozytywną wartością recenzowanej pracy.

Zamieszczone w recenzji uwagi krytyczne i inne spojrzenie na omawianą tematykę nie umniejsza mojej bardzo pozytywnej oceny recenzowanej rozprawy doktorskiej. Są one raczej zaproszeniem autora rozprawy do dyskusji oraz bardziej krytycznego spojrzenia na analizę uzyskanych wyników z badań własnych. Mogą też być wskazówką w dalszym rozwoju naukowym.

Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Kamila Tomczaka w pełni spełnia ustawowe wymagania i wnoszę o dopuszczenie mgr inż. Kamila Tomczaka do publicznej obrony przed Radą Wydziału Górnicztwa i Geoinżynierii AGH.



6