

Dr hab. inż. Marcin Koniorczyk prof. PŁ
Katedra Fizyki Budowli i Materiałów Budowlanych
Wydział Budownictwa, Architektury i Inżynierii Środowiska
Politechnika Łódzka
Al. Politechniki 6, 90-924 Łódź
Łódź, 4 października 2018 roku.

Recenzja rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Wioletty Kozak
„Analiza struktury porów powietrznych betonów napowietrzonych z uwzględnieniem układu
kruszywo-zaczyn-powietrze”

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą opracowania recenzji jest uchwała Rady Wydziału Budownictwa i Architektury Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach z dnia 4 lipca 2018 r. oraz pismo Dziekana Wydziału z dnia 11 lipca 2018 r.

2. Przedmiot oceny

Przedmiotem oceny jest rozprawa doktorska „Analiza struktury porów powietrznych betonów napowietrzonych z uwzględnieniem układu kruszywo-zaczyn-powietrze”, opracowana przez mgr inż. Wiolettę Kozak z Wydziału Budownictwa i Architektury Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach. Promotorem pracy jest dr hab. Jerzy Wawrzeńczyk, prof. PŚk, z Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach. Praca ma charakter doświadczalny, liczy 156 stron i zawiera dziesięć załączników oraz 147 pozycji literaturowych obejmujących technologię betonu oraz zagadnienia szeroko rozumianej odporności na cykliczne zamarzanie cieczy wypełniające pory.

3. Ogólna ocena rozprawy, ocena trafności doboru jej tematu i tytułu, sformułowania tezy, jej układu i doboru źródeł

Przedstawiona praca dotyczy szeroko rozumianej trwałości materiałów budowlanych czym dobrze wpisuje się w zagadnienia realizowane od wielu lat na Politechnice Świętokrzyskiej między innymi przez prof. Zdzisławę Owsiak, prof. Zbigniewa Rusina prof. Wojciecha Piastę

SEKRETARIAT DZIEKANA

Wpłynęło dnia 10.10.2018

Podpis

czy promotora prof. Jerzego Wawrzeńczyka. Rozprawa doktorska dotyczy zagadnienia szacowania odporności mrozowej betonów a w szczególności wpływowi ich mikrostruktury na postęp zniszczenia wskutek cyklicznego zamarzania wody. W szczególności Autorka analizowała wybrane metody pośrednie oznaczania mrozoodporności betonów. Na podstawie przeprowadzonych badań eksperymentalnych doktorantka stawia sobie za cel wykazanie słuszności dwóch tez, tj.:

1. Wartości parametru PPV (protected paste volume) pozwalają na dokładniejszy opis struktury porów powietrznych w przypadku betonów z nierównomiernie rozmieszczonymi lub zgrupowanymi porami powietrznymi.
2. Wartości normowego wskaźnika rozmieszczenia porów gorzej korelują z wynikami mrozoodporności betonów niż wartości parametru PPV.

Rzeczywista konfiguracja pustek powietrznych ma podstawowe znaczenia dla odporności betonów na cykliczne zamarzanie wody. Pomimo znacznego rozwoju metod eksperymentalnych i numerycznych w inżynierii lądowej i wodnej wciąż posługujemy się opisem parametrycznym, który ściśle związany jest z daną metodą i nie odzwierciedla rzeczywistej mikrostruktury betonów. W pracy Doktorantka podejmuje krytyczną analizę parametrów opisujących strukturę betonu a w szczególności rozmieszczenie porów w matrycy cementowej.

Rozprawa doktorska podzielona jest na dwie części. Pierwsza z nich zawiera przegląd aktualnej literatury dotyczącej przedmiotu badań a w drugiej części Pani Kozak przedstawiła badania własne, które podsumowała wnioskami. Pomimo iż praca ma charakter eksperymentalny na uwagę zasługuje fakt opracowania przez Doktorantkę autorskiego programu numerycznego do analizy parametru PPV opracowanego w środowisku Matlab.

Na początku rozdziału pierwszego Doktorantka przedstawiła charakterystykę pustek powietrznych występujące w betonie wg Chatterji i Brandta. Uwzględniając sam beton właściwym wydaje się przedstawienie tych dwóch charakterystyk jednak zabrakło tutaj podstawowej klasyfikacji porów ze względu na ich wielkość opisanych w „Manual of Symbols and Terminology for Physicochemical Quantities and Units” opublikowanym przez International Union of Pure and Applied Chemistry Division of Physical Chemistry. W kolejnym rozdziale opisano mechanizmy zniszczenia mrozowego. Doktorantka przedstawiła hipotezy ciśnienia hydraulicznego i osmotycznego wprowadzone przez Powersa i Helmutha w połowie ubiegłego wieku. Następnie rozważane są teorie zaproponowane przez Setzera i Fagerlunda. Można odnieść wrażenie, że ten bardzo ważny rozdział dotyczący mechanizmu zjawiska został potraktowany przez Doktorantkę dość pobieżnie. Nie opisała Ona szczegółowo głównych założeń poszczególnych teorii ani większości ich ograniczeń. Jest to materiał bardzo ciekawy,

który poddany głębszej analizie, mógłby służyć Doktorantce do lepszego zrozumienia zjawiska i wprowadzić ją w fizykę przepływów cieczy z uwzględnieniem przemian fazowych w ośrodkach porowatych. Kolejny rozdział dotyczy zabezpieczenia betonu przed szkodliwym działaniem cyklicznego zamarzania wody również w obecności soli. Autorka wprowadza klasy ekspozycji związane z cyklicznym zamarzaniem oraz wymagania dla betonów zgodnie z PN-EN 206-1. Następnie Doktorantka opisuje wpływ poszczególnych składników, tj. współczynnika w/c, rodzaju cementu, dodatków mineralnych oraz kruszywa na mrozoodporność betonu. Formułując podstawowe wnioski Autorka bazuje głównie na pracach polskich naukowców, m.in. Grzeszczyk, Giergiczny, Rusin, Czarnecki, Kasperkiewicz, Glinicki itp. Brakuje w tym miejscu znaczących prac naukowców spoza Polski. W dalszej części rozdziału Autorka skoncentrowała się na opisie procesu napowietrzania mieszanki betonowej jako jednego z efektywnych sposobów poprawy mrozoodporności betonów, opisała zasadę działania domieszek napowietrzających i podała czynniki utrudniające właściwe napowietrzanie mieszanki. W tej części Doktorantka wykorzystała opis mikrostruktury napowietrzonego betonu wykorzystując pojęcia zapożyczone z normy PN-EN 480-11, W dalszej części pracy Pani Kozak wykazała, że podejście opisane w normie PN-EN 480-11 może nie dawać wiarygodnych rezultatów prognozowanej mrozoodporności betonów. Proponowałbym zatem wykorzystanie bardziej obiektywnych parametrów materiałowych opisujących mikrostrukturę materiałów porowatych jak rozkład wielkości porów wykonany za pomocą porozymetrii rtęciowej (choć i on jest obciążony dużym błędem), wyniki tomografii komputerowej, itp. Doktorantka wymieniła również alternatywne sposoby mające na celu poprawę mrozoodporności betonów jak: dodanie SAP czy mikrosfer. W kolejnej części Autorka obszernie opisała pośrednie i bezpośrednie metody badania mrozoodporności betonu. Metody bezpośrednie podzielono na metody definiujące odporność na powierzchniowe łuszczenie (zamarzanie wody w obecności soli) oraz wewnętrzne pękanie (zamarzanie czystej wody). Zdefiniowano również kryteria pozwalające na określenie klasy mrozoodporności betonu wg różnych standardów. W rozdziale 5.4 Doktorantka szeroko opisała metody stosowane do oceny struktury porów powietrznych. Przedstawiono założenia modelu Powersa oraz bazującego na nim opisu zawartego w normie PN-EN 480-11. Podano definicje wszystkich ważniejszych parametrów, które dla lepszego zrozumienia przedstawiono na rysunkach. Przedyskutowano słabe strony metody co miało służyć jako motywacja do dalszych analiz. Następnie wprowadzono metodę opartą na koncepcji zaczynu chronionego. Philleo zaproponował wzory definiujące grubość zaczynu chronionego przed zniszczeniem mrozowym przez dany por powietrzny. Ponownie zdefiniowano ważniejsze symbole (niestety nie podając referencji, wzór (9)). Doktorantka wymieniła wady zacytowanego

podejścia. W konkluzjach za najwłaściwszą metodę pośrednią analizy mrozoodporności betonu uznała podejście zaproponowane przez Snydera, Kasperkiewicza, Glinickiego i in. Metoda określa objętość zaczynu chronionego przez pory powietrzne o różnych rozmiarach. Autorka zwróciła uwagę na brak powszechnie akceptowanego opisu rozkładu wielkości porów w betonie. Ten punkt można uznać za wyczerpujące wprowadzenie do drugiej części rozprawy, w której zawarto opis wykonanych badań eksperymentalnych oraz modelowych.

Rozdział drugi rozpoczyna się analizą przydatnych modeli statystycznych opisujących rozkład wielkości porów w betonie. Jako statystykę najlepiej odzwierciedlającą rozkład porów w betonie Doktorantka wybrała rozkład logarytmiczno-normalny (lub log-normalny nie logarytmiczno-normalny). Następnie porównała charakterystykę porów powietrznych uzyskaną przy zastosowaniu powyższego rozkładu z wynikami eksperymentalnymi czterech betonów (B3, B4, B5, B6). Podobną analizę wykonano dla betonów B7 do B9. Pani Kozak opracowała kod numeryczny w języku Matlab służący do „jak najwierniejszego odwzorowania struktury betonu”. Bazując na krzywej przesiewu kruszywa oraz rozkładzie porów powietrznych program numeryczny buduje trójwymiarowy model betonu, jako materiału porowatego. Ze względu na długość obliczeń w dalszej części pracy analizowane są wyniki uzyskane dla 2D modelu betonu. Przedstawiona analiza jest bardzo czytelnie ilustrowana licznymi obrazami.

W dalszej części Autorka przedstawia wyniki analizy zglądów 2D oraz parametrów charakteryzujących pośrednią mrozoodporność betonów m.in. PPV. Autorka przedstawiła porównanie różnych metod wykonania zglądów oraz wybranych źródeł światła wykorzystanych podczas mikroskopowej analizy obrazu. Doktorantka opisuje wyniki uzyskane opracowaną metodą do analizy dwunastu betonów, których skład przedstawiono w tablicy 19. Aby skorelować parametry struktury wewnętrznej z mrozoodpornością betonu badaniu poddano próbki o wymiarach 8x8x34 cm. Miarą mrozoodporności po 300 ośmiogodzinnych cyklach było odkształcenie mierzone ekstensometrem firmy Demeck. Za graniczną wartość odkształcenia betonów mrozoodpornych przyjęto 1mm/m.

Podsumowując, uważam, że tytuł rozprawy odpowiada jej treści, zaś tematyka pracy została dobrana trafnie i stanowi oryginalny problem badawczy o interdyscyplinarnym charakterze, obejmując swoim zakresem szereg zagadnień współczesnej inżynierii, fizyki i chemii materiałów budowlanych.

4. Charakterystyka treści rozprawy i jej ocena merytoryczna

W pracy założono, że betony zawierają tylko pory sferyczne. Część pierwsza jest poprawna choć bardzo szablonowo. Autorka skupiła się na opisie wybranych metod szacowania mrozoodporności betonów nie wgłębiając się w fizykę przemian fazowej woda-lód w materiałach porowatych co niewątpliwie mogłoby być przydatne w wyborze najefektywniejszej metody szacowania odporności betonów na cykliczne zamarzanie. Doktorantka poświęciła sześć stron na opis bezpośrednich metod badania mrozoodporności betonu. Praca własna Autorki dotyczy głównie analizy metod pośrednich, którym poświęciła tylko pięć stron. Czytelnik mógłby oczekiwać dokładniejszej analizy metod pośrednich nawet kosztem miejsca poświęconego metodom bezpośrednim. Pożądana byłaby, jak wspomniano wyżej, szersza analiza zjawisk w przepływie wilgoci z uwzględnieniem przemian fazowych w kompozytach cementowych zamiast np. przepisywać tablicę 5 o stosowalności cementów. Najpoważniejszymi niedostatkami części pierwszej są: brak zacytowania oraz graficznej prezentacji równania Gibbsa-Thomsona określającego zależność pomiędzy temperaturą zamarzania wody a promieniem kapilar. Zależność ta pozwala lepiej zrozumieć fizykę procesu zniszczenia wskutek cyklicznego zamarzania wody. Analiza równowagi fazowej układu NaCl – woda czy zjawiska osmozy pozwoliłyby lepiej zrozumieć mechanizm powierzchniowego łuszczenia. Autorka nie przedstawiła również porównania izoterm sorpcji zaczynu bez domieszki napowietrzającej oraz z domieszką napowietrzającą. Takie porównanie pozwoliłoby na głębszą analizę wpływu domieszki napowietrzającej na stan wilgotnościowy materiałów cementowych, co w świetle przytoczonego przez Doktorantkę nasycenia krytycznego porów cieczą odgrywa kluczową rolę. Nieprawdziwe jest zdanie „Hipoteza ciśnienia osmotycznego zakłada, że lód w pierwszej kolejności powstaje w większych kapilarach a następnie wraz ze spadkiem temperatury powstaje również w coraz mniejszych”. Bardzo proszę o wyjaśnienie tych kwestii podczas obrony, tj.: omówienie wzoru Gibbsa-Thomsona oraz ciśnienia osmotycznego w szczególnym ośrodku jakim jest beton zawierający sól (co w tym przypadku pełni funkcję membrany półprzepuszczalnej?).

Brak jest w pracy jednego spójnego algorytmu przedstawiającego w sposób graficzny wykorzystanie betonów do poszczególnych badań. Trudno znaleźć składy analizowanych betonów, rodzaj cement (betony B1-B9), wskaźnik w/s co uniemożliwia wykonanie jakichkolwiek badań porównawczych oraz wykorzystanie obszernych wyników uzyskanych przez Doktorantkę w analizach prowadzonych przez inne osoby zajmujące się podobną tematyką. Pani Kozak podjęła trud opracowania programu numerycznego w języku Matlab. Choć do pracy dołączony jest kod źródłowy, jednak nie można odnaleźć algorytmu, co znacząco uprościłoby analizę narzędzia numerycznego. Z tekstu wynika, że modelowany proces polegał

na kolejnym umieszczaniu w objętości betonu na przemian ziaren kruszywa i porów powietrznych. Proces taki można opisać w formie przyrostowej a zatem równaniem różniczkowym. Doktorantka powinna przemyśleć czy postawiony przez nią problem jest zagadnieniem poprawnie postawiony w sensie Hadamarda, tj. czy istnieje rozwiązanie tak postawionego problemu, rozwiązanie jest jednoznaczne i czy rozwiązanie jest ciągle względem warunków początkowych. Dopiero po spełnieniu powyższych warunków można analizować wynik rozwiązania numerycznego postawionego problemu. W przeciwnym wypadku dalsze analizy są bezcelowe, gdyż np. jeżeli niespełnione jest założenie o jednoznaczności rozwiązania postawionego problemu to które rozwiązanie porównać z wynikami badań eksperymentalnych. W dalszych analizach rozważane są zglądy – płaszczyzny 2D do wyznaczenia parametru PPV, a raczej w tym przypadku powinno się mówić o PPA („area” zamiast „volume”). Opracowany program do analizy powierzchniowej aproksymuje wszystkie pory jako kule. Doktorantka przyjęła, że jeden zgląd jest reprezentatywny dla całego betonu. Moim zdaniem jest to zbyt duże uproszczenie (metodą normową PN-EN 480-11 narzuca analizę 12 linii wzdłuż próbki). Potrzebna wydaje się analiza optymalnej ilości zglądów 2D dla każdej próbki sześcienniej wraz z definicją kryteriów optymalizacji. Po takiej analizie można by wiarygodnie stwierdzić że przyjęcie ilości X zglądów jest reprezentatywne dla danego betonu. Bez takiej analizy obawiam się, że wyniki uzyskane przez Doktorantkę mogą nie być reprezentatywne dla betonu. W konkluzjach doktorantka próbowała skorelować parametry analizy 1D (A , A_{300} , N , L) oraz parametry analizy 2D (PPV) z mrozoodpornością betonu. Z analiz można wnioskować o lepszej korelacji parametru PPV aniżeli parametrów modeli 1D (PN-EN 480-11) z mrozoodpornością betonu, co było jedną z tez pracy. Wnioski te poparte są jednak małą liczbą wyników doświadczalnych (takie stwierdzenie jednak można spotkać w recenzji prawie każdej pracy doktorskiej o charakterze eksperymentalnym). Podsumowując można stwierdzić, że praca jest ciekawa, jednak powinna być dopracowana pod względem edytorskim. Braki wymienione powyżej można mnożyć, niemniej ich wyliczenie nie ma na celu deprecjacji wartości pracy Doktorantki a jedynie zachęcenia Jej do dalszej wnikliwej analizy niezwykle ciekawych zjawisk fizycznych i chemicznych związanych z tematyką podjętych badań.

W pracy znajduje się dużo drobnych błędów edytorskich co niekorzystnie wpływa na odbiór tej ciekawej pracy oraz może świadczyć o dużym pośpiechu Doktorantki. Poniżej wymieniam niektóre z nich:

Str. 11, ciśnienie kapilarne nie jest odpowiedzialne za „pochłaniania” wilgoci, jest to ciśnienie występujące na granicy międzyfazowej.

Str. 11 stan porów pusty?? Pory mogą być suche, wypełnione cieczą lub częściowo wypełnione cieczą.

Brak referencji niektórych ważnych wzorów, np. (11-14).

Str. 18 nieliniowa zmiana jakości porów – co to znaczy??

Str. 18 Zdanie trzecie od dołu, powinny pojawić się referencje.

Str. 84 Rys. 22 Jeżeli jest ciągła zależność pomiędzy ilością (cięciw) a średnicą to objętość porów jest nieskończona – proszę przemyśleć.

Str. 97 zdanie: „pole powierzchni równoważne polu powierzchni mierzonego obiektu” – równoważność jest relacją, którą należy poprawnie zdefiniować (zwrotność, symetria i przechodniość), tutaj lepiej napisać po prostu „równe”.

5. Podsumowanie i wnioski końcowe

Wyniki badań wykonanych przez Panią mgr inż. Wiolettę Kozak i opisanych w rozprawie „Analiza struktury porów powietrznych betonów napowietrzonych z uwzględnieniem układu kruszywo-zaczyn-powietrze” dotyczą niezwykle istotnego z punktu widzenia praktyki inżynierskiej tematu szacowania mrozoodporności betonu metodami pośrednimi. W pracy można zauważyć ewolucję algorytmu, który Doktorantka chciała wykorzystać do analizy mikrostruktury betonów. Opis jednak stosowanych podejść jest mało przejrzysty i stąd duża liczba moich uwag, wniosków, próśb o wyjaśnienie i sprostowań.

Autorka wykazała się dość dobrą znajomością ważniejszych prac związanych z głównym zagadnieniem analizowanym w recenzowanym doktoracie, choć w niektórych tematach mocno zawężonych do literatury krajowej, oraz ogólną wiedzą teoretyczną z zakresu trwałości betonów, zwłaszcza w kontekście cyklicznego zamarzania wody. Moim zdaniem, Jej rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, a także wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia przez Nią pracy naukowej. W związku z tym stwierdzam, że w mojej ocenie, rozprawa doktorska Pani mgr inż. Wioletty Kozak zatytułowana „Analiza struktury porów powietrznych betonów napowietrzonych z uwzględnieniem układu kruszywo-zaczyn-powietrze” spełnia wymagania o których mowa w „Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” z dnia 14 marca 2003 r. wraz z późniejszymi zmianami oraz wnioskuję o jej przyjęcie i dopuszczenie do publicznej obrony.

Marcin Koniorczyk

