

dr hab. inż. Jerzy Wawrzeniuk, prof. nzw. PŚk
Politechnika Świętokrzyska
Wydział Budownictwa i Architektury
Katedra Technologii i Organizacji Budownictwa
Al. 1000-lecia PP 7
25-314 Kielce

Kielce, dnia 07.05.2018 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Alicji Wieczorek pt.: **Wpływ zamarzania wody na wybrane właściwości fizyczne kompozytów cementowych**

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą opracowania recenzji jest uchwała Rady Wydziału Budownictwa, Architektury i Inżynierii Środowiska Politechniki Łódzkiej z dnia 15 marca br., na zlecenie Dziekana prof. dr hab. inż. Marka Lefika pismem z dnia 26-03-2018 r..

Przedmiotem opinii jest rozprawa doktorska mgr inż. Alicji Wieczorek pt.: „*Wpływ zamarzania wody na wybrane właściwości fizyczne kompozytów cementowych*”, której promotorem jest dr hab. inż. Marcin Koniorczyk, prof. PŁ.

2. Ogólna charakterystyka pracy

Przedstawiona do recenzji praca doktorska ma charakter pracy badawczej. Tematyka pracy dotyczy aktualnych i ważnych problemów współczesnej technologii betonu dotyczących trwałości konstrukcji betonowych narażonych na cykliczne zmiany temperatury.

Rozprawa liczy 188 stron podzielonych na 8 rozdziałów, spis literatury (11 stron), obszerne załączniki liczące 60 stron oraz streszczenia w języku polskim i angielskim.

We wstępie przedstawiono w zarysie tematykę rozprawy a następnie cel, tezę i zakres pracy. W rozdziale 2 przedstawiono:

- charakterystykę struktury porowatości betonu z uwzględnieniem rodzajów, wielkości porów oraz ich wzajemnych połączeń determinujących zdolność materiału do transportu wody w wyniku różnicy ciśnień lub stężeń albo podciągania kapilarnego,
- różne formy występowania wilgoci w porach betonu oraz transportu cieczy w kapilarach ciągłych oraz mikropęknięciach,
- przebieg zamarzania wody w materiałach porowatych oraz hipotezy opisujące niszczenie matrycy cementowej w wyniku cyklicznego zamarzania i rozmrażania.
- przedstawiono metody laboratoryjne służące do oceny mrozoodporności betonu rozumianej jako jego odporność na wewnętrzne pęknięcie. Omówiono metodę pośrednią polegającą na wyznaczaniu parametrów struktury porów powietrznych w betonach napowietrzonych oraz metody bezpośrednie polegające na cyklicznym zamrażaniu-rozmrażaniu próbek betonowych.

W rozdziale 3 omówiono zagadnienia dotyczące trwałości kompozytów cementowych poddanych cyklicznemu zamrażaniu. Przedstawiono wpływ podstawowych czynników materiałowych (stosunek W/C, wytrzymałość, rozmieszczenie porów powietrznych z celowego

napowietrzenia, rodzaj cementu, stosowanie domieszek i dodatków) oraz środowiskowych (pielęgnacja, zawartość wody zdolnej do zamrażania, szybkości schładzania) na trwałość mrozową betonu.

Doktorantka podkreśliła fakt, że trwałość materiałów porowatych jest bezpośrednio związana z ciągłością systemu porów i przepuszczalnością. Stąd zagadnieniu opisu parametrów charakteryzujących system porów (porowatość, powierzchnia właściwa, średni i dominujący wymiar, ciągłość, krętość) poświęcono dużo miejsca. Szeroko przedstawiono również różne podejścia do wyznaczania zależności porowatość-przepuszczalność (modele fenomenologiczne, numeryczne). Przedstawiając różne podejścia Doktorantka zdaje sobie doskonale sprawę, że wyznaczenie współczynnika przepuszczalności jest zadaniem bardzo skomplikowanym zarówno jeśli chodzi o badania eksperymentalne jak i modelowanie numeryczne. Ośrodek rzeczywisty jest dużo bardziej skomplikowany niż przejmowane w modelach nawet złożone systemy – kapilary w zaczynie cementowym mają złożone kształty, ich przekroje są bardzo zmienne na długości porów (często blaszkowatego kształtu) mocno różniące się od zwykle przyjmowanego cylindrycznego kształtu. Dlatego podawane w literaturze zależności dają gorszą zgodność dla materiałów cementowych niż w przypadku np. ceramiki lub skał. Z przytoczonych danych literaturowych wynika, że pomiar zmiany przepuszczalności gazu jest bardzo wrażliwy na uszkodzenia struktury i zmienia się wyraźnie wraz ze wzrostem poziomu uszkodzeń. Stwierdzenie to jest szczególnie istotne biorąc pod uwagę cele badawcze jakie Autorka postawiła sobie we wstępie.

Dalsza część pracy dotyczy badań własnych Doktorantki. Charakterystykę zastosowanych materiałów w badaniach zamieszczono w rozdziale 4. Natomiast w rozdziale 5 przedstawiono opis zastosowanych metod badawczych.

W rozdziale 6 przedstawiono wyniki badań betonów- celem było określenie wpływu cyklicznego zamrażania-rozmrażania na zmianę przepuszczalności gazu przez beton oraz zmianę właściwości mechanicznych (wytrzymałość, moduł Younga, dynamiczny moduł sprężystości RDM). Przedmiotem badań było 6 serii betonów, których strukturę różnicowano poprzez zmianę stosunku wodnocementowego oraz rodzaju cementu (CEM I 42,5 i CEM III/A 42,5). Zastosowano dwie procedury badawcze:

Metoda 1- badania mrozoodporności betonów wykonano na 3 sposoby:

- oznaczono wpływ cyklicznego zamrażania na zmianę wytrzymałości kostek o boku 100 mm (66 kostek),
- określono wpływ cyklicznego zamrażania na zmianę modułu Younga i prędkości fali ultradźwiękowej- badaniu poddano 44 próbki walcowe $\Phi 150/300$ mm,
- oznaczono wpływ liczby cykli zamrażania na przepuszczalność gazu przez próbki-plastry wycięte z walców $\Phi 150/300$ mm.

Stwierdzono, że betony wykonane z różnych cementów mają różną przepuszczalność właściwą co wpływa na ich mrozoodporność. Dla betonów z cementem portlandzkim wraz ze wzrostem liczby wykonanych cykli przepuszczalność wzrasta w funkcji wykładniczej. Wyniki oznaczeń przepuszczalności cechuje znaczny rozrzut co według Doktorantki związane jest z koniecznością suszenia i ponownego nasycania krążków. Wielkość zamrażanych próbek ma też istotny wpływ na otrzymywane wyniki mrozoodporności. Wymagało to wprowadzenia modyfikacji procedury badawczej.

Metoda 2- w tym etapie badania przeprowadzono tylko na walcach $\Phi 150/300$ mm. Po wykonaniu założonej liczby cykli zamrażania (0, 50, 100 i 150 cykli) oznaczano moduł Younga, następnie wycinano krążki o wysokości 48 mm, na których oznaczano przepuszczalność gazu. Przyjęty schemat postępowania umożliwił wyznaczenie zależności pomiędzy przepuszczalnością a modułem Younga dla betonów poddanych zamrażaniu. Postęp niszczenia mrozowego opisano zależnością wykładniczą. Zamrażanie wody w betonie powoduje stopniowe uszkodzenia struktury materiału co wpływa na wzrost przepuszczalności gazu oraz spadek modułu sprężystości.

W rozdziale 7 przedstawiono wyniki analizy wpływu cyklicznego zamrażania próbek na właściwości zapraw cementowych. Celem było zidentyfikowanie zależności pomiędzy mikrostrukturą a właściwościami transportowymi materiały wyrażonymi poprzez parametry przepuszczalności właściwej gazu oraz współczynnik absorpcji wody.

Badania przeprowadzono w dwóch etapach:

- w pierwszym etapie określano: zmianę mikroporowatości zapraw za pomocą porozymetru rtęciowego, po 0, 50, 100 i 150 cyklach zamrażania; oznaczano względny spadek wytrzymałości zapraw na ściskanie oraz współczynnik absorpcji wody.

Stwierdzono, że na skutek cyklicznego zamrażania następuje zwiększenie objętości makroporów, czemu towarzyszy wzrost wartości współczynnika absorpcji wody. Ponadto wraz ze wzrostem dominującego promienia porów wzrasta prędkość podciągania kapilarnego wody.

- w drugim etapie analizowano wpływ cyklicznego zamrażania na przepuszczalność właściwą zapraw. Pomiary porowatości, rozkładu wielkości porów, przepuszczalności gazu oraz współczynnika absorpcji wody przeprowadzono na próbkach cylindrycznych. Zastosowano tu oryginalny sposób przygotowania próbek walcowych wklejanych do wnętrza rur PCV. Wyznaczono zależności wykładnicze opisujące relacje pomiędzy współczynnikiem absorpcji wody i przepuszczalnością właściwą gazu dla poszczególnych serii zapraw cementowych. Zmiana właściwości transportowych jest ściśle związana ze zmianą rozkładu wielkości porów. Zakres zaobserwowanych zmian po n cyklach zamrażania zależy od początkowego rozkładu porów i ich objętości w zaprawie. Postępujące zniszczenie mrozowe prowadzi do powstawania sieci połączonych ze sobą mikropęknięć matrycy, które w konsekwencji tworzą nowe drogi transportu wody i gazu. Zmiana przepuszczalności może być wykorzystana do prognozowania trwałości matrycy cementowej.

W rozdziale 8 Doktorantka przedstawiła podsumowanie pracy oraz przewidywane kierunki dalszych badań.

3. Uwagi ogólne i merytoryczne dotyczące rozprawy

Wybór tematu pracy należy uznać za trafny i aktualny. Problem mrozoodporności betonu dotyczy budownictwa komunikacyjnego i hydrotechnicznego. W okresie kilkunastu lat wykonano w Polsce ponad 1500 obiektów mostowych różnego rodzaju. Nie byłoby potrzeby dyskusowania kwestii mrozoodporności gdyby nie liczne zastrzeżenia dotyczące jakości wbudowanych betonów w znacznej mierze związane bezpośrednio z mrozoodpornością (m.in. jakością napowietrzenia, nasiąkliwością i brakiem mrozoodporności). W ostatnich latach ujawnił się problem dotyczący braku mrozoodporności F150 betonów wykonanych z cementem CEM I 52,5. Pomimo faktu, że nastąpił znaczący postęp w chemii materiałowej i technologii robót betonowych to nie przekłada się na wzrost jakości i trwałości wykonywanych

konstrukcji betonowych. Wprowadzona została nowa norma PN-EN 206, przygotowywane są krajowe uzupełnienia do normy PN-EN 206 oraz projekty Ogólnych Specyfikacji Technicznych dla nawierzchni betonowych i konstrukcji inżynierskich. Nie wszystkie proponowane zapisy dotyczące metodyki badania mrozoodporności można uznać za trafne.

Bardziej ogólny charakter ma kwestia skuteczności stosowanych metod badania i oceny mrozoodporności betonów: powtarzalności i odtwarzalności wyników, relacji pomiędzy wynikami badań laboratoryjnych a obserwacjami zachowania się obiektów betonowych w trakcie wieloletniej eksploatacji. Ponieważ ocenia się, że zgodność tych wyników jest niezadawalająca dlatego formułowanych jest wiele uwag i zastrzeżeń łącznie z potrzebą opracowania nowych metod lub modyfikacji istniejących. Duże nadzieje wiąże się z innym podejściem do problemu- równoległe do badań laboratoryjnych polegających na cyklicznym zamrażaniu-rozmrażaniu, celowe jest prowadzenie badań zmierzających do opracowania modeli degradacji betonu oraz modeli symulacyjnych pozwalających na analizowanie wpływu szeregu czynników wewnętrznych i zewnętrznych (m.in. łączenie różnych mechanizmów) na przebieg niszczenia mrozowego betonu.

Problem naukowy, jakim zajmuje się w swojej pracy doktorskiej Pani mgr inż. Anna Wieczorek, dotyczy doświadczalnego określenia i opisanie przebiegu niszczenia wewnątrz betonu poddanego cyklicznemu zamrażaniu-rozmrażaniu. W literaturze jest wiele informacji na temat różnych aspektów dotyczących badania mrozoodporności, wyników badania porowatości, przepuszczalności oraz stosowanych metod badawczych. Brak jest natomiast kompleksowego i spójnego zbioru informacji, które mogłyby stanowić punkt wyjścia do modelowania procesów degradacji materiału na skutek jednoczesnego działania wilgoci i ujemnych temperatur. Katedra Fizyki Budowlanych i Budowli Materiałów Politechniki Łódzkiej jest czołowym ośrodkiem w Polsce i liczącym się na świecie w zakresie modelowania złożonych procesów zachodzących w porowatych materiałach. Praca doktorska Pani mgr inż. Alicji Wieczorek dobrze wpisuje się w tą tematykę i przyczynia się do rozwoju tej specjalizacji.

Przedstawiona w pierwszej części pracy analiza literatury zawiera wnikliwe omówienie złożonych problemów dotyczących charakterystyki systemu porów w betonie, stosowanych metod badawczych, mechanizmów niszczenia mrozowego i metodyki badań mrozoodporności. Należy podkreślić, że rozprawa napisana jest poprawną polszczyzną co w dzisiejszych czasach nie jest zjawiskiem zbyt częstym.

Plan badań nakreślony jest w sposób prosty i logiczny. Doktorantka poprawnie przyjęła założenie, że o przebiegu niszczenia mrozowego betonu o określonej strukturze porowatości decydują zjawiska kapilarne: podciąganie kapilarne i przepuszczalność. Doktorantka wykonała obszerny program badań eksperymentalnych uwzględniających specyfikę problemu. Ponieważ nie ma możliwości jednoczesnego śledzenia zmian w strukturze porowatości oraz przebiegu niszczenia zamrażanego betonu Doktorantka zdecydowała się na realizację równoległych badań na próbkach betonowych (mrozoodporność na kostkach i walcach oraz przepuszczalności na próbkach wycinanych) oraz na próbkach zapraw cementowych.

Pani mgr inż. Alicja Wieczorek wykazała się umiejętnością prowadzenia skomplikowanych analiz strukturalnych, analizowania wyników i wyciągania wniosków co jest warunkiem niezbędnym do samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Zarówno zamierzony cel jak i tezy pracy zostały w dużym stopniu osiągnięte.

W rozprawie pewne stwierdzenia wymagają wyjaśnienia:

- jak należy rozumieć stwierdzenie, że próbki były zagęszczane zgodnie z normą PN-EN 12390- 2? Czy sposób przygotowania próbek może wpływać na rozrzut wyników badania przepuszczalności próbek wycinanych z tej samej próbki na różnej wysokości?
- jak wyjaśnić fakt wyraźnej różnicy pomiędzy mrozoodpornością betonu oznaczoną na kostkach o boku 100 mm a walcami 150/300 mm?
- uwagi wniosków 6.3.3:
 - powinniśmy mówić o zamrażaniu betonu nasyczonego wodą, ewentualnie wody w porach betonu, a nie o zamrażaniu „wody”,
 - jak należy rozumieć stwierdzenie o selekcji próbek po badaniu przepuszczalności a przed badaniem mrozoodporności- „w wyniku kolejnych badań mogłyby negatywnie wpłynąć na analizę wyznaczonych zależności”?
- dyskusyjną kwestią jest oczywiście sposób suszenia próbek przygotowując je do badania przepuszczalności gazu. Według Fagerlunda próbki ($\phi 100/25$ mm) suszyć należy w temperaturze 47 °C przez 12 dni. W normie do badania systemów naprawczych do betonu PN-EN 13057 próbki $\phi 100/25$ mm suszy się w temperaturze $40 \pm 2^\circ\text{C}$ przez minimum 7 dni. Pani suszy próbki jak zwykle zaprawy w temperaturze 60 °C przez 14 dni.
- jaki był stan nasycenia próbek betonów i zapraw (w tym z cementem CEM III) przed rozpoczęciem cyklicznego zamrażania?
- czy badane były charakterystyki porowatości: porowatość całkowita (nie ta oznaczana metodą MIP), nasiąkliwość, zawartość powietrza? Szkoda, że nie mierzono zmiany (przyrostu) masy próbek w trakcie cyklicznego zamrażania,
- czy może Pani zaproponować jakieś kryteria zniszczenia dotyczące: modułu sprężystości, przepuszczalności, absorpcji kapilarnej, które odpowiadałyby normowemu spadkowi wytrzymałości $\Delta R=20\%$?
- czy jest jakaś zależność pozwalająca na skorelowanie ΔR i ΔE_b ? Z porównania wyników mrozoodporności betonu A_2 dotyczących ΔR i ΔE_b wynika, że mogą być tu problemy.
- należy żałować, że Doktorantka nie włączyła do programu badanie chociaż jednego betonu napowietrzonego. Jak według Doktorantki pory powietrzne mogą wpływać na wyniki podciągania kapilarnego i przepuszczalność betonu?

Uwagi szczegółowe:

- mało precyzyjny opis tablic IV.1-IV.9, nie podano jakich badań i/lub jakich próbek dotyczą podane wyniki,
- rys. 6.10 – błąd w opisie osi Y,
- rys 7.15 – lepiej byłoby zaznaczyć krzywe dopasowania dla poszczególnych serii (tak ja ma to miejsce w załączniku X.1) a nie tylko krzywa ogólną,
- należy żałować, że wykresy zawierające wyniki badań kilku serii, np. rozkłady porów MIP, nie są kolorowe, gdyż brak kolorów czyni je bardzo mało czytelnymi,
- chociaż praca jest przygotowana starannie pod względem edytorskim to jednak niektóre wykresy są słabej jakości- typu „ksero” m.in. 2.6, 2.8, 3.2, 3.3, 3.6.

4. Podsumowanie i wniosek końcowy

Oryginalnym osiągnięciem Pani mgr inż. Alicji Wieczorek jest zaprogramowanie i wykonanie obszernego planu badań eksperymentalnych, które miały na celu wyjaśnienie i opisanie przebiegu niszczenia wewnątrz struktury betonu poddanego cyklicznemu zamrażaniu-rozmrażaniu.

Doktorantka wykazała się dobrą znajomością wiedzy teoretycznej z zakresu dyscypliny objętej tematem rozprawy, umiejętnością planowania eksperymentu, prowadzenia skomplikowanych analiz strukturalnych z wykorzystaniem nowoczesnego sprzętu, analizowania wyników i wyciągania wniosków co jest warunkiem niezbędnym do samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Zarówno zamierzony cel jak i tezy pracy zostały w dużym stopniu osiągnięte.

Sformułowane w recenzji uwagi nie obniżają w istotny sposób wartości pracy, a przedstawione komentarze mogą być przydatne w dalszej pracy naukowej Doktorantki.

Mając powyższe na uwadze stwierdzam, że recenzowana praca doktorska mgr inż. Alicji Wieczorek spełnia warunki określone w Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. z 2003 r., Nr 65, poz. 595: z późniejszymi zmianami). Stawiam wniosek o przyjęcie rozprawy pt. *„Wpływ zamrażania wody na wybrane właściwości fizyczne kompozytów cementowych”* i dopuszczenie jej Autorki do publicznej obrony przed Radą Wydziału Budownictwa, Architektury i Inżynierii Środowiska Politechniki Łódzkiej.

Tomy Warynf