

prof. dr hab. Inż. Jerzy Wawrzeńczyk
Politechnika Świętokrzyska
Wydział Budownictwa i Architektury
Katedra Technologii i Trwałości Betonu
Al. 1000-lecia PP 7
25-314 Kielce

Kielce, dnia 20.09.2021 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Andriya Hutsa pt. „Beton modyfikowany pyłem granitowym”

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą opracowania recenzji jest pismo Pana prof. dr hab. Inż. Tomasza Siwowskiego Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Lądowa i Transport Politechniki Rzeszowskiej z dnia 15 lipca 2021 r.

Przedmiotem opinii jest rozprawa doktorska mgr inż. Andriya Hutsa pt. „*Beton modyfikowany pyłem granitowym*”, której promotorem jest prof. dr hab. inż. Grzegorz Prokopski.

2. Ogólna charakterystyka pracy

Przedstawiona do recenzji praca doktorska ma charakter pracy badawczej.

Rozprawa składa się 7 rozdziałów. Ogółem rozprawa liczy 186 stron, w tym spis literatury (11 stron), oraz załączniki i streszczenie w języku polskim i angielskim.

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

W rozdziale 2 przedstawiono analizę literatury dotyczącą problematyki zagospodarowania odpadów przemysłowych. Przedstawiona została charakterystyka dotycząca składu chemicznego, uziarnienia i kształtu ziaren dla szerokiej gamy surowców wtórnych stosowanych jako dodatki do produkcji cementu i betonu w tym: popiołu lotnego, pyłu krzemionkowego, granulowanego żużla wielkopieczowego, zeolitu, metakaolinu i innych. Podkreślono fakt, że efekty działania danego dodatku zależą zarówno od jego składu i zdolności do reakcji chemicznych ze składnikami zaczynu cementowego jak i od rozkładu wielkości ziaren działających fizycznie poprzez blokowanie przestrzeni porów kapilarnych dogęszczając w ten sposób strukturę zaczynu cementowego.

Omówiono dotychczasowe doświadczenia z zastosowaniem odpadów w postaci pyłu kamiennego powstającego w trakcie produkcji i obróbki kamienia naturalnego. Szczególnie interesującym jest obszar zastosowania pyłów kamiennych jako surowca do produkcji spoiw i jako wypełniacz do betonów zwykłych i nowej generacji.

Omówiono przebieg procesów hydratacji cementu w obecności drobnoziarnistych wypełniaczy (jako dodatków typu I) oraz tworzenie struktury kompozytu cementowego. Zwrócono uwagę na wpływ drobnych cząstek w kształtowaniu porowatości stwardniałego zaczynu cementowego i jej charakterystyki.

W podsumowaniu rozdziału Autor podkreślił fakt ograniczonego wykorzystywania pyłów kamiennych w betonach i zaprawach ze względu na ograniczenia normatywne. Z analizy literatury wynika jednak, że istnieją duże potencjalne możliwości zastosowania m.in. pyłu granitowego do produkcji betonów.

W rozdziale 3 omówiono metodę planowania eksperymentu jako punktu wyjściowego do opracowania programu badań własnych Autora dotyczących zarówno zapraw jak i betonów. Następnie

przedstawiono charakterystykę materiałów stosowanych w badaniach. Omówiono metodykę stosowaną w badaniach w tym: sposobu przygotowania mieszanek, badania konsystencji i cech reologicznych, wytrzymałości na ściskanie, odporności na pękanie, przyczepności, nasiąkliwości, głębokości penetracji wody, mrozoodporności i odporności na korozję chemiczną.

Rozdział 4 zawiera omówienie wyników badań właściwości zapraw modyfikowanych poprzez dodanie pyłu granitowego. Przedstawiono wyniki oznaczeń badań aktywności pyłu granitowego oraz cech reologicznych zaczynu cementowego. Autor stwierdza, że pył granitowy jest chemicznie obojętny i należy go traktować jako dodatek typu I czyli mikrowypełniacz. Badania reologiczne zaczynów prowadzi do wniosku, że pozytywny efekt pyłu przy odpowiedniej lepkości mieszanki zwiększa odporność na segregację i sedimentację.

Przedstawiono koncepcję formowania struktury zaczynu modyfikowanego pyłem granitowym oraz próbę jej weryfikacji z zastosowaniem mikroskopii skaningowej. Stwierdzono, że drobne cząstki pełnią rolę centrum krystalizacji przyspieszając początkowy etap chemicznego utwardzania.

W punkcie 4.2 oceniano wpływ ilości dodanego pyłu granitowego na konsystencje i wytrzymałość zaprawy na ściskanie. Dodatek pyłu traktowano na dwa sposoby: jako zamiennik cementu lub zamiennik piasku. Za najkorzystniejsze przyjmuje Autor zastąpienie piasku pyłem granitowym w ilości 50% masy cementu. W następnym etapie zastosowano dwuczynnikowy trzypoziomowy plan eksperymentu do oceny wpływu ilości dodatku pyłu oraz superplastyfikatora na wytrzymałość zaprawy. Opracowane funkcje regresji w postaci wielomianów II-stopnia posłużyły do przygotowania wykresów warstwicznych i przestrzennych. Analiza wybranych wykresów doprowadziła do wniosków odnośnie najkorzystniejszej ilości superplastyfikatora przy danej zawartości pyłu.

W kolejnym etapie analizowano wpływ 4 czynników: zawartości cementu, ilości dodatku pyłu PG, dawki superplastyfikatora oraz uziarnienia piasku na wytrzymałość i przyczepność zaprawy. Zastosowano tu 24-punktowy 4-czynnikowy plan eksperymentu i podobnie jak we wcześniejszym rozdziale wyliczono funkcje regresji, sporządzono wykresy.

W podsumowaniu stwierdzono, że dodatek pyłu PG przy odpowiedniej dawce superplastyfikatora pozwala na uzyskanie pożądanych właściwości świeżej jak i stwardniałej zaprawy cementowej. Dodatek pyłu w ilości 50-100 kg/m³ pozwala zwiększyć o 15-40% wytrzymałość na ściskanie. Korzystnie wpływa na zwiększenie przyczepności.

Rozdział 5 poświęcono badaniom mieszanek betonowych i stwardniałego betonu.

Wykonano badania wpływu rodzaju (6 plastyfikatorów) i ilości superplastyfikatorów na konsystencję mieszanek betonowych. Na tej podstawie określono najbardziej efektywną domieszkę oraz niezbędny zakres jej dozowania. Następnie analizowano wpływ superplastyfikatorów na stabilizację konsystencji mieszanki betonowej w czasie.

W punkcie 5.2 przedmiotem badań był beton drobnokruszywowy tzw. piaskobeton. Plan badań ustalono przyjmując dwuczynnikowy plan eksperymentu, gdzie $x_1=W/S$, $x_2=PG$ jako % masy spoiwa $S=C+PG$. Oznaczano konsystencje metodą rozplwu stożka i wytrzymałość na ściskanie po 3 i 28 dniach dojrzewania. Czynnikiem decydującym o wytrzymałości jest stosunek W/S , a efekt dodania pyłu PG wzrasta przy większych wartościach stosunku W/S .

Punkt 5.3 dotyczy badania wpływu pyłu PG na wytrzymałość betonów zwykłych. Analizowano wpływ dwóch czynników ($X_1=W/C$ w zakresie 0.48-0.60; $X_2=PG$ w zakresie 0-200 kg/m³). Analiza wyników potwierdza wnioski uzyskane w poprzednim etapie. Dominujący wpływ na wytrzymałość ma stosunek W/C a wzrost wytrzymałości betonu jest większy gdy zwiększano ilość pyłu PG dla większych wartości stosunku wodno-cementowego.

W punkcie 5.4 przedstawiono wyniki badań właściwości związanych z pojęciem trwałości betonu. Badano nasiąkliwość i głębokość penetracji wody pod ciśnieniem, mrozoodporność i odporność korozyjną stwardniałych betonów. Ponadto wykonano badania strefy przejściowej kruszywo-zaczyn cementowy z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego.

W rozdziale 5.5 przedstawiono wyniki badania odporności betonów modyfikowanych dodatkiem pyłu PG.

Całość badań własnych objętych rozdziałem 5 podsumowano stwierdzając, że dodatek pyłu granitowego ma pozytywny efekt na właściwości mieszanki betonowej (pozwala uzyskać dobrą urabialność przy ograniczeniu zjawiska segregowania składników i sedymentacji). Dodatek pyłu jako wypełniacza wzmacnia strefę kontaktu kruszywo-zaczyn. Pozwala uzyskać lepsze parametry związane z odpornością na pękanie. Co równie istotne pozwala uzyskać niską nasiąkliwość i głębokość penetracji wody oraz poprawę mrozoodporności.

W rozdziale 6 przedstawiono opis działań związanych z wdrożeniem betonu modyfikowanego pyłem granitowym do wykonania filarów wiaduktu oraz pali wierconych przy fundamentowaniu budynku mieszkalnego.

Rozdział 7 stanowi podsumowanie pracy i wnioski końcowe.

Spis literatury jest obszerny i zawiera 296 pozycji uzupełniony wykazem 14 norm. Zdecydowana większość pozycji jest opublikowana w języku angielskim, część w języku rosyjskim, ukraińskim oraz polskim. Pozycje opublikowane w 2010 i później stanowią 72%.

3. Ocena merytoryczna rozprawy i uwagi krytyczne

Tematyka rozprawy doktorskiej mgra inż. Andreja Hutsa jest aktualna i ważna. Dotyczy ona zagadnienia bezodpadowej produkcji kruszyw.

Produkcja betonu na świecie przekracza 1 m³ na mieszkańca. Tak ogromna skala produkcji z jednej strony wymaga zapewnienia odpowiedniej bazy surowcowej a z drugiej zagospodarowania odpadu powstającego w wyniku kruszenia i obróbki skał. Odczuwa się już duże niedobory w zakresie piasku. Istnieje duże prawdopodobieństwo, że w nieodległej przyszłości stosowane dotychczas surowce wtórne jako dodatki do produkcji cementu i betonu: żużel wielkopiecowy, pył krzemionkowy a także popiół lotny będą mało dostępne ze względu na ograniczenie produkcji stali oraz ograniczenia spalania węgla w energetyce.

Tym większe znaczenie mają badania nad zastosowaniem innych surowców, które mogłyby zastąpić dotychczasowe dodatki do produkcji zapraw i betonów. Pewna szanse widzi się w zastosowaniu przekruszonych już frakcji pylasto-piaskowych powstających w trakcie kruszenia i obróbki skał. Ogólnie przyjmuje się, że w trakcie kruszenia skały powstaje 10-20% odpadu frakcji 0-2 mm. Duże ilości pyłów otrzymuje się w wyniku odpylania kruszywa przy produkcji mieszanek asfaltowych. Nie mam informacji jaka jest ilość pyłów granitowych powstających w trakcie cięcia i obróbki bloków kamiennych. Pyły kamienne PG pochodzące z różnych źródeł mogą mieć różną charakterystykę.

Normy i zalecenia dla kruszyw stosowanych do betonów konstrukcyjnych mostowych i drogowych ograniczają zawartość pyłów w danej frakcji. Brakuje mi tu komentarza Autora dlaczego ograniczenia te funkcjonują od lat chociaż liczne badania, w tym Autora, wskazują na potencjalne możliwości stosowania dużo większych ilości dodatku pyłów kamiennych. Oczywiście możemy tu rozważyć stosowanie pyłów do betonów tradycyjnych jak i betonów nowych generacji. Pewne możliwości stwarza tu nowa norma PN-EN 206.

Pozostaje pytanie czy oczekujemy, że dodatek pyłu PG daje podstawę do istotnej poprawy właściwości użytkowych betonu, czy zakładamy, że ograniczając zużycie cementu pozwala on uzyskać beton o cechach porównywalnych z betonem referencyjnym?

Autor dążył do uzyskania odpowiedzi na pytanie czy dodatek pyłu PG jest wypełniaczem (dodatek typu I) czy ma jakieś właściwości wiążące. Ponadto dążył do wyjaśnienia jak ilość dodatku pyłu wpływa na formowanie struktury i właściwości świeżego i stwardniałego betonu. Jaka dawka superplastyfikatora jest niezbędna do uzyskania pożądanej urabialności mieszanki betonowej?

Bardzo pozytywnie jako właściwe podejście oceniam podjęte przez Doktoranta próby zastosowania teorii planowania doświadczeń do programowania kilku etapów badań. Zastosowanie metody planowania eksperymentu miała na celu identyfikację tych procesów, wyjaśnienie wpływu badanych czynników na właściwości betonu oraz umożliwił wybór najkorzystniejszych wariantów technologicznych.

Podstawą wnioskowania jest analiza funkcji regresji (powierzchni odpowiedzi) przedstawionych w postaci graficznej. Nie analizowane są wartości w „punktach” a zależności w postaci warstw na wykresach.

Wykonano bardzo obszerny program badań biorąc pod uwagę zakres różnych materiałów: zaczynów, zapraw, piaskobetonów i betonu zwykłego, a z drugiej strony zakres wykonywanych oznaczeń: od konsystencji i badań reologicznych mieszanek, cech wytrzymałościowych i odporności na pękanie, po nasiąkliwość, głębokość penetracji, mrozoodporność i odporność korozyjną.

Wykonanie tak obszernych badań w ramach jednego programu badawczego jest praktycznie niemożliwe stąd wydają się celowe podzielenie go na więcej etapów. Przypuszczam, że w trakcie realizacji pojawiały się nowe pomysły stąd po badaniach piaskobetonów badano betony zwykłe, bo Autor uznał za uzasadnione podjęcie próby wdrożenia wybranych betonów w warunkach przemysłowych.

W niniejszej rozprawie, jak i w innych publikacjach, rozważa się dodatek pyłu kamiennego raz jako zamiennik cementu a drugi jako zamiennik kruszywa (piasku). W mojej opinii nie ma to większego sensu jeśli nie bierze się pod uwagę ogólnej ilości spoiwa (rozumianego jako suma cementu i frakcji pylastych różnego pochodzenia), jaki jest stosunek wodno-spoiwowy W/S oraz jaka jest objętość zaczynu cementowego w stosunku do objętości kruszywa. Takie podejście zalecałbym np. w badaniach pucolanowości (rozdz. 4.1.1).

W prezentowanych badaniach stosując różne plany eksperymentu Autor podaje teoretyczne składy proporcje betonu wynikające z tych planów. Nie podaje rzeczywistych składów wykonanych już betonów, nie ma ani zawartości powietrza w mieszance ani gęstości objętościowej zagęszczonej mieszanki, która by umożliwiała obliczenie tych składów, pozwalałaby na oszacowanie zawartości powietrza.

W rozważaniach dotyczących właściwości wytrzymałościowych betonu trudno jest pominąć kwestię jego porowatości. W planach eksperymentu nie można przyjąć zawartości powietrza w mieszance jako czynnik badany o istotnym znaczeniu dla badanych procesów. Zawartość powietrza jest bowiem czynnikiem o charakterze losowym. Ale nie oznacza to, że można kwestię zawartości powietrza w mieszankach z różną zawartością pyłu PG całkowicie pominąć.

Badań porowatości jako takich nie prowadzono, bazując jedynie na cechach pochodnych jak: wytrzymałość, nasiąkliwość czy głębokość penetracji wody pod ciśnieniem.

Autor zdaje sobie sprawę, że uzyskanie modelu matematycznego z danej funkcji regresji wymaga sprawdzenia istotności współczynników regresji oraz sprawdzenia adekwatności testem Fishera. Jednak we wszystkich zamieszczonych przypadkach takie analizy zostały pominięte lub

niezamieszczone. Podawane są funkcje regresji w postaci pełnego wielomianu drugiego stopnia. W tabelach podawane są tylko wyniki średnie oznaczeń- nie zamieszczono wszystkich uzyskanych wyników, z których obliczana była wartość średnia i odchylenie standardowe. Nie podano na ilu próbkach wykonywano dane oznaczenie.

Takie podejście nie jest odosobnione ale trudno uznać je za poprawne. Wobec powyższego nazywanie funkcji regresji „modelami matematycznymi” jest przedwczesne i nieuprawnione.

Mam wrażenie, że w niektórych punktach rozdziału 5 (badania własne) zamieszczono zbyt obszerne opisy o charakterze teoretycznym, które raczej powinny być podane w części literaturowej pracy.

Uwagi szczegółowe

Na rys. 3.1 porównano rozkład uziarnienia pyłu PG i piasku. Nie ma to większego sensu. Zdecydowanie ważniejsze byłoby porównanie pyłu i cementu. Wiadomo, że powierzchnia właściwa cementu wynosi 342 m²/kg, a pyłu 280-330 m²/kg. Nie ma tu większej różnicy.

Autor kilkakrotnie posługuje się pojęciem „kwadratowe modele matematyczne” – chyba raczej chodzi o funkcje regresji w postaci wielomianów II-stopnia.

Rys. 4.4 – nie ma opisu osi x.

Pewne stwierdzenia wymagają wyjaśnienia:

s. 103 w.1g – „Domieszka SP nie powoduje zwiększenia ilości zarobowej’.

s. 123 w4d – „W celu określenia właściwości betonu **wypełnionego** pyłem granitowym ...”

s. 129 w10d – „Wraz z wiekiem betonu wzrasta głębokość penetracji wody i nasiąkliwość, co jest wynikiem nieodwracalnej zmiany struktury przestrzeni porowej i wzrostu objętości fazy stałej” – czy tak jest naprawdę?

W kilku przypadkach (m.in. rys. 5.14, 5.15) umieszczonych jest 2-3 wykresy pod jednym numerem – każdy indywidualny wykres powinien mieć swoje oddzielne oznaczenie np. poprzez dodanie indeksów a, b, c .

Na niektórych wykresach np. 5.11, 5.12 – opis osi pionowej jest mało widoczny.

W tabeli 5.5 badane czynniki można było oznaczyć bardziej krótko jako x1-W/S i x2-PG, % m.s.

W rozdziale 5.4.2 nie ma podanych wyników oznaczeń zmiany masy i wytrzymałości – nie mając wyznaczonych spadku masy i wytrzymałości jak określono stopień mrozoodporności?

W niektórych rozdziałach wnioski z analizy wyników czasami są niejasne.

Rozprawę doktorską mgr inż. Andriya Hutsa oceniam pozytywnie.

Tytuł pracy „Beton modyfikowany pyłem granitowym” ma charakter ogólny i odpowiada wielowątkowej zawartości rozprawy.

Przedstawiony przegląd literatury jest wnikliwy i obejmuje szerokie spektrum zagadnień związanych bezpośrednio z tematyką pracy: charakterystyką dodatków mineralnych stosowanych do produkcji cementu i betonu, zawiera opis reakcji i hipotezy wyjaśniające formowanie struktury betonu.

Za najbardziej wartościowe elementy rozprawy doktorskiej wynikających z badań własnych Autora uważam:

- Autor wykazał się dobrą znajomością wiedzy dotyczącej programowania badań o charakterze technologicznym z wykorzystaniem teorii planowania doświadczeń,
- wykazał, że pył granitowy należy traktować jako dodatek typu I, gdyż nie wykazuje właściwości pucolanowych,
- potwierdził, że obecność drobnych cząstek pyłu PG wpływa na porowatość strefy kontaktowej kruszywo-zaczyn oraz stanowią one zarodniki krystalizacji przyspieszające wzrost wytrzymałości,

- efektywność pyłu zależy od przyjętego stosunku W/C – pył działa skuteczniej przy wyższych wartościach stosunku W/C,
- dodatek pyłu PG w ilości do 200 kg/m³ przy jednoczesnym stosowaniu superplastyfikatora w ilości około 1% stwarza możliwość uzyskania betonu o konsystencji S3 oraz wytrzymałościach przydatnych do przemysłowych zastosowań,
- bardzo pozytywnie oceniam fakt zastosowanie technologii planowania eksperymentu do programowania badań o charakterze technologicznym. Pozwala to na graficzną prezentację wyników, identyfikację zależności i w pewnym zakresie wyboru optymalnych wariantów,
 - na pochwałę zasługują udane próby wdrożenia wyników badań w warunkach przemysłowych. Jest to często zadanie trudne pod względem organizacyjnym i formalnym.

4. Wniosek końcowy

Oryginalnym osiągnięciem naukowym Pana mgr inż. Andriya Hutsa jest zaprogramowanie i wykonanie obszernych i wielowątkowych badań, które pozwoliły na wyjaśnienie wpływu dodatku pyłu granitowego na formowanie struktury i właściwości betonu.

Doktorant wykazał się dobrą znajomością wiedzy teoretycznej z zakresu tematu badań, a także umiejętnością planowania eksperymentu, analizowania wyników i wyciągania wniosków co jest warunkiem niezbędnym do samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

Doktorant wykonał program badań obejmujący cechy fizyko-mechaniczne betonu w uwzględnieniu problematyki trwałości mrozowej i odporności korozyjnej.

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

Mając powyższe na uwadze stwierdzam, że recenzowana praca doktorska mgr inż. Andriya Hutsa spełnia warunki określone w *Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki* (Dz.U. z 2003 r. z późniejszymi zmianami). Stawiam wniosek o przyjęcie rozprawy pt. „*Beton modyfikowany pyłem granitowym*” i dopuszczenie jej Autora do publicznej obrony.

Janusz Wawrzyniak