

Prof. dr hab. inż. Maria Kaszyńska
Katedra Konstrukcji Żelbetowych i Technologii Betonu
Wydział Budownictwa i Inżynierii Środowiska
Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny
Al. Piastów 50, 70-310 Szczecin
e-mail: Maria.Kaszynska@zut.edu.pl

Prof. dr hab. inż. Andrzej Garbacz
DZIEKA
Wydziału Inżynierii Lądowej
prof. dr hab. inż. Andrzej Garbacz
Szczecin, 11.09.2023

WPEŁNYŁO
Dnia 20.09.2023
L. R. L. PW. / 512 / 2023

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

PANA MGR INŻ. KAROLA CHILMONA

pt. „Ocena możliwości wykorzystania w kompozytach budowlanych spoiwa żużlowego aktywowanego wapnem palonym”

1. Podstawa formalna i przedmiot recenzji

Podstawę formalną opracowania recenzji stanowi uchwała nr 687/2023 Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Warszawskiej z dnia 9 maja 2023 roku. Niniejszą recenzję opracowałam na prośbę Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Pana dr hab. inż. Konrada Lewczuka, prof. uczelni, wyrażoną w skierowanym do mnie piśmie z dnia 16 maja 2023 roku. Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska pana mgr inż. Karola Chilmona pt. „Ocena możliwości wykorzystania w kompozytach budowlanych spoiwa żużlowego aktywowanego wapnem palonym”, przygotowana pod kierunkiem promotora prof. dr hab. inż. Piotra Woyciechowskiego oraz promotora pomocniczego dr inż. Beaty Jaworskiej

2. Tematyka rozprawy

Tematyka rozprawy dotyczy oceny możliwości wykorzystania w kompozytach budowlanych spoiwa żużlowego aktywowanego wapnem palonym. Wybrana tematyka rozprawy jest bardzo aktualna i wpisuje się w całej rozciągłości w strategię zrównoważonego rozwoju. W wielu ośrodkach badawczych w kraju i na świecie prowadzi się badania dotyczące modyfikacji tradycyjnych składów zapraw i betonów poszukując spoiw o obniżonym śladzie węglowym, często dzięki zastosowaniu dodatków będących ubocznymi produktami spalania lub odpadami przemysłowymi. Przyjęcie takich rozwiązań ma zawsze istotne znaczenie we wszystkich podejmowanych działaniach wpływających na zmniejszenie zużycia cementu i przez to ograniczenie emisji CO₂, a mimo to uzyskując porównywalne lub równoważne parametry materiałowe spoiw. W ten nurt poszukiwań wpisuje się w całej rozciągłości praca Doktoranta. Podjęty temat uważam za zgodny z kierunkami rozwoju współczesnej technologii materiałów budowlanych i oceniam bardzo pozytywnie.

3. Układ redakcyjny pracy

Rozprawa doktorska mgr inż. Karola Chilmona ma typowy układ pracy studialno-badawczej. Praca ujęta jest w 8. rozdziałach, poprzedzonych spisem treści, streszczeniem w języku polskim i angielskim, oraz wykazem najważniejszych symboli użytych w pracy, a zakończona spisem literatury oraz wykazem norm i procedur badawczych. W spisie treści nie uwzględniono streszczeń i wykazu oznaczeń oraz mylnie wprowadzono początkową numerację stron. Całość zawiera 277 stron formatu B5. Praca wydana jest w cyklu Rozpraw doktorskich Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej. Część pierwszą rozprawy, studialną stanowi obszerne wprowadzenie do tematu, przedstawienie tezy pracy i hipotez badawczych oraz stanu wiedzy na podstawie studium literatury dotyczącej alkalicznie aktywowanych spoiw żużlowych, (rozdziały 1-3). Część druga – doświadczalna, obejmuje przeprowadzone badania, analizy i wnioski (rozdziały 4-8).

Rozdział pierwszy stanowi obszerne (10 stronicowe) wprowadzenie w tematykę rozprawy.

W rozdziale drugim Doktorant przedstawia tezę rozprawy, oraz sformułowane na potrzebę weryfikacji tezy, pomocnicze hipotezy badawcze. Oceniam to pozytywnie, mimo ostatnio dominującej w rozprawach doktorskich rezygnacji z stawiania tezy, uważam, że szczególnie w rozprawach badawczych postawienie tezy potwierdza dojrzałość Doktoranta, a pomocnicze hipotezy badawcze wskazują kierunek i zakres zaprogramowanych przez Doktoranta badań doświadczalnych, których celem jest udowodnienie założonej tezy.

W rozdziale 3 Autor omawia otrzymywanie, właściwości oraz zastosowanie żużła wielkopieczowego oraz wapna palonego a następnie przedstawia mechanizm aktywacji alkalicznej żużła wielkopieczowego, przebieg jego hydratacji w obecności wodorotlenku lub tlenu wapnia oraz właściwości spoiw i kompozytów żużlowo-alkalicznych.

W rozdziale 4 (27 stron) Doktorant omawia szczegółowo program badań, cel i zakres badań, materiały użyte do badań, metody badawcze, oraz zastosowane metody analizy statystycznej wyników badań. W punkcie 4.4 *Metody badawcze* Autor opisuje aż 20 metod badawczych dotyczących badań spoiw, zacinów i zapraw. Badania przeprowadzone w pracy podzielił na 3 etapy: badania wstępne, podstawowe i optymalizacyjne, co schematycznie przedstawiono na rys. 27. Podkreślam to, z uwagi na fakt, że praca zawiera bardzo dużo badań i wspomniany schemat ułatwia Recenzentowi podążanie za Doktorantem w analizie wyników badań.

W rozdziale 5 (16 stron) Doktorant omawia badania wstępne, których celem był wybór prekursora spoiwa i aktywatorów do użycia w badaniach podstawowych. Jako prekursor badano dwa żużle wielkopieczowe, a jako aktywatory cztery wapniowe wapna palone o zróżnicowanej reaktywności oraz wapno hydratyzowane i jako aktywator referencyjny cement portlandzki CEM I 42,5R. Przeprowadzono badania składu chemicznego, fazowego i uziarnienia obu żużli oraz określono charakterystyki morfologiczne, skład chemiczny i uziarnienie aktywatorów. Podsumowaniem badań wstępnych była ocena wpływu rodzaju prekursora i aktywatorów na wczesną wytrzymałość na zginanie i ściskanie zapraw żużlowo-alkalicznych i wybór składników do badań podstawowych.

W rozdziale 6 Doktorant przedstawia wyniki i analizy badań podstawowych, których program ustalono na podstawie wyników badań wstępnych. Do badań użyto jednego wybranego prekursora, czyli żużel wielkopiecowy z Huty Katowice oraz 4 aktywatory główne (wapna palone WR/LP/SP/OP) i dwa aktywatory referencyjne: wapno hydratyzowane i cement portlandzki. Jako zmienne niezależne Doktorant przyjął reaktywność wapna oraz jego zawartość w spoiwie. Badał ich wpływ na właściwości spoiw (wodożądność, stałość objętości, początek i koniec wiązania) oraz na właściwości zaczynów (zmiany objętościowe w czasie, właściwości reologiczne, wytrzymałość na zginanie i ściskanie, mikrostrukturę) i właściwości zapraw (plastyczność, ciepło hydratacji, stałość objętości, zasięg karbonatyzacji, rozwój wytrzymałości na zginanie i ściskanie, podciąganie kapilarne, mikrostrukturę). Na podstawie wyników badań po dogłębnej analizie badań podstawowych, wybrał jeden aktywator – wapno palone lekkopalne do badań optymalizacyjnych.

Rozdział 7 (20 stron) zatytułowany badania optymalizacyjne stanowi w pewnym sensie weryfikację badań podstawowych w celu praktycznego wykorzystania wyników do zaprojektowania optymalnego składu murarskiej zaprawy żużlowo-alkalicznej.

Rozdział 8 (8 stron) zawiera podsumowanie i wnioski końcowe.

Rozprawę kończy **spis literatury** zawierający 205 pozycji oraz wyodrębniony wykaz norm i procedur badawczych zawierający 27 pozycji. (łącznie 12 stron).

4. Ocena merytoryczna rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska ma charakter studialno-badawczy. Po wprowadzeniu w problematykę rozprawy, sformułowaniu tezy i bardzo dobrym rozpoznaniu literaturowym tematu, Autor zrealizował obszerny i wielokierunkowy program badawczy, pozwalający na rozwiązanie istotnego problemu naukowego. Pragnę już na wstępie mojej recenzji podkreślić, że rozprawę doktorską Pana Karola Chilmona oceniam bardzo wysoko.

Celem rozprawy była ocena możliwości zastosowania w kompozytach budowlanych spoiwa żużlowego aktywowanego wapnem palonym. Analizowano wpływ użycia dwóch rodzajów żużla wielkopiecowego aktywowanych czterema rodzajami wapna palonego i porównywano właściwości spoiw, zaczynów i zapraw z tymi aktywatorami w stosunku do aktywatorów referencyjnych w postaci wapna hydratyzowanego i cementu portlandzkiego CEM I 42,5R.

Założony cel udało się Autorowi w pełni zrealizować przeprowadzając bardzo obszerne badania laboratoryjne i analizy. Sformułowana przez Doktoranta teza *„Wapno palone o określonej reaktywności i w określonej ilości można zastosować jako aktywator alkaliczny żużla wielkopiecowego, do uzyskania spoiwa o ograniczonym skurczu bądź ekspansywnego, o cechach technologicznych, wytrzymałościowych i trwałościowych predestynujących je do zastosowania jako składnika budowlanej zaprawy murarskiej”* została udowodniona. Co prawda Recenzentka po przeanalizowaniu całej rozprawy zastanawiała się dlaczego przeprowadzając tak obszerne badania właściwości reologicznych, przebiegu hydratacji, właściwości wytrzymałościowych spoiw Doktorant jako główne kryterium poszukiwań

sformułowane w tezie przyjął „ *...uzyskanie spoiwa o ograniczonym skurczu bądź ekspansywnego.*” ?

Przyjęta w rozprawie koncepcja badań jest przemyślana i dopasowana do sformułowanych w rozdziale 2 pomocniczych hipotez badawczych, które poddano weryfikacji w pracy. Zaplanowany program badań jest ułożony logicznie, Doktorant wyodrębnia w nim 3 etapy badań: badania wstępne, podstawowe i optymalizacyjne.

Celem badań wstępnych był wybór prekursora spoiwa i aktywatorów do użycia w badaniach podstawowych. Jako prekursory badano dwa żuźle wielkopieczowe, a jako aktywatory cztery wapna palone o zróżnicowanej reaktywności oraz dwa aktywatory referencyjne w postaci wapna hydratyzowanego i cementu portlandzkiego CEM I 42,5R.

Badania podstawowe miały wykazać, że reaktywność wapna palonego i jego zawartość w spoiwie mają istotny wpływ na: wodozadržność, odkształcalność oraz początek i koniec wiązania takiego spoiwa, a także na właściwości reologiczne, przebieg procesu hydratacji żuźla wielkopieczowego oraz odkształcalność, właściwości mechaniczne i trwałościowe kompozytów żuźlowo-alkalicznych. Uzyskane wyniki badań pozwoliły Doktorantowi na dogłębne analizy i potwierdzenie założonych hipotez badawczych, co oceniam bardzo pozytywnie.

Szczególne miejsce w rozprawie znajdują badania i analizy dotyczące zmian objętościowych, skurczu i pęcznienia, co wyrażono formułując dwie hipotezy zakładające, że istnieje taka zawartość wapna palonego o określonej reaktywności, która pozwala uzyskać spoiwo żuźlowo-alkaliczne o ograniczonym skurczu lub ekspansywne oraz stwierdzenie, że zmianami objętości można sterować poprzez zmianę zawartości wapna palonego w spoiwie i dobór jego reaktywności. Ta odważna hipoteza, została potwierdzona badaniami Autora.

Podsumowaniem badań podstawowych był wybór na podstawie wyników wielokryterialnej analizy porównawczej wapna lekkopalonego jako najlepszego z czterech badanych aktywatorów alkalicznych do kolejnego etapu badań, czyli badań optymalizacyjnych.

Na podkreślenie zasługuje bardzo dobre opracowanie wniosków z badań podstawowych dotyczących wpływu reaktywności oraz zawartości wapna palonego na wszystkie badane cechy spoiw żuźlowo-alkalicznych.

W badaniach optymalizacyjnych, których celem było zaprojektowanie optymalnego składu zaprawy murarskiej zastosowano metodę uogólnionej funkcji użyteczności materiałowej na podstawie przyjętych kryteriów i wag. Jako zmienne niezależne przyjęto, zawartość masową aktywatora w spoiwie oraz współczynnik woda/spoiwo zaprawy. Zmiennymi zależnymi były cechy techniczne określone w przypadku zapraw murarskich zgodnie z normą, czyli : plastyczność, gęstość objętościowa, wytrzymałość na zginanie i ściskanie, nasiąkliwość, współczynnik absorpcji kapilarnej oraz mrozoodporność.

Do analizy statystycznej wyników badań Doktorant przyjął metodę wieloczynnikowej analizy wariancji MANOVA oraz analizę regresji liniowej. Najwyższą wartość uogólnionej użyteczności materiałowej uzyskano przy 5,95 % zawartości wapna lekkopalonego w stosunku do całej masy spoiwa oraz współczynnika woda/spoiwo równego 0,51.

Do głównych osiągnięć naukowych uzyskanych przez Doktoranta w wyniku realizacji rozprawy doktorskiej zaliczam:

- ✓ Poszerzenie wiedzy na temat możliwości wykorzystania do aktywacji spoiwa żużlowego wapna palonego. Na podkreślenie zasługuje bardzo dobre opracowanie studium literatury, większość pozycji bibliografii to publikacje nowe z ostatnich 15 lat.
- ✓ Dobrze opracowany zakres badań własnych i ich realizacja umożliwiła dogłębną analizę wpływu wapna palonego na wszystkie właściwości spoiwa żużlowego i wykazanie, że wapno palone może być skutecznym aktywatorem alkalicznym porównując uzyskane wyniki z właściwościami spoiwa żużlowego aktywowanego tradycyjnym aktywatorem w postaci wapna hydratyzowanego lub cementu portlandzkiego.
- ✓ Zastosowanie w badaniach nowoczesnych metod diagnostycznych i przeprowadzenie wieloaspektowych analiz uzyskanych wyników badań własnych.
- ✓ Na podkreślenie zasługuje fakt, że badania prowadzono w długim okresie czasowym (ponad dwa lata), co jest niezwykle ważne bo pozwoliło na ocenę trwałości zapraw żużlowo-alkalicznych z wapnem palonym, szczególnie istotny jest tutaj problem karbonatyzacji i spojrzenie na to zjawisko w aspekcie ekologicznym ograniczenia emisji CO₂.
- ✓ Wykazanie istotnego wpływu wapna palonego na ilość i kinetykę wydzielania ciepła hydratacji zapraw
- ✓ Sformułowanie na podstawie analizy wyników badań zaleceń dla praktyki na przykładzie zastosowania wapna palonego do budowlanej zaprawy murarskiej. Uzyskano zaprawę charakteryzującą się porównywalnymi właściwościami użytkowymi do komercyjnych zapraw cementowo-wapiennych o takiej samej klasie wytrzymałości na ściskanie.
- ✓ Otrzymana na podstawie badań olbrzymia baza danych pozwala na ustalenie interesujących kierunków dalszych badań i analiz i praktycznego wykorzystania możliwości wpływania na przebieg procesów hydratacji, rozwoju odkształceń skurczowych i właściwości mechanicznych żużlowo alkalicznych zapraw aktywowanych wapnem palonym w specjalistycznych zastosowaniach.

5. Uwagi dyskusyjne

Mimo bardzo pozytywnej oceny merytorycznej wartości rozprawy doktorskiej z obowiązku recenzenta poruszę też sprawy, które moim zdaniem są dyskusyjne

- ✓ Sformułowana przez Doktoranta teza akcentuje problem zastosowania wapna palonego „...jako aktywator alkaliczny żużła wielkopieczowego, do uzyskania spoiwa o ograniczonym skurczu bądź ekspansywnego...” Mam pewne wątpliwości co do sformułowania „ograniczony skurcz spoiwa”. Ograniczenie skurczu powodują więzy wewnętrzne (kruszywo nieodkształcalne lub zbrojenie) – a więc kompozyt (zaprawa bądź beton) lub zewnętrzne (istniejący beton, który ogranicza skurcz świeżo ułożonego nadbetonu lub zewnętrzny, sztywny ośrodek ograniczający skurcz

- świeżego materiału). Może lepszym określeniem byłoby spoiwo niskoskurczowe lub spoiwo o obniżonym skurczu?
- ✓ Można się pogubić w pkt. 4.2 (strony 82 – 83) opis a Rys. 28. W czasie od wykonania do rozformowania próbki zaczynów/zapraw były przechowywane w pomieszczeniu laboratoryjnym w formach przykrytych folią, ale na Rys. 28 jest opis „*próbki owinięte folią paroszczelną*”, czyli tak jakby były najpierw rozformowane i następnie owinięte folią już w stanie stwardniałym, a takie rozwiązanie miało miejsce w badaniach optymalizacyjnych przedstawionych na Rys. 28 c). W tym przypadku dobrze by było na Rys. 28 c) zaznaczyć np. innym kolorem, że to 9 dzień w którym następuje rozpoczęcie wysychania i w opisie rozróżnić próbki przykryte folią w formach, a próbki owinięte folią po rozformowaniu.
 - ✓ Doktorant wykazał się dobrą umiejętnością budowy stanowiska badawczego, wyeliminował tarcie mogące ograniczyć rejestrowane odkształcenia. Zgodnie z ASTM C1698, w przypadku wąskich próbek zaczynów cementowych, podczas rejestracji odkształceń autogenicznych spadek masy 1g może spowodować wymuszony skurcz przez wysychanie nawet o wartości ok. 200 $\mu\text{m}/\text{m}$, a w przypadku zapraw cementowych do wartości nawet 80 $\mu\text{m}/\text{m}$. Dlatego w przypadku spadku masy od 17 do 26 g (6 - 9%) w okresie zaledwie 3 dni, mierzone odkształcenia określiłabym jako odkształcenia quasi-autogeniczne ponieważ mogą być znacząco zaburzone wymuszoną dyfuzją wilgoci z próbki do otoczenia wywołującą wymuszony skurcz przez wysychanie.
 - ✓ Doktorant często wymiennie stosuje pojęcie ekspansji i pęcznienia jako równoważne. Co prawda nie ma ściśle określonych wytycznych, ale przyjmuje się, że ekspansja w betonie wywołana jest zmianami temperatury, a pęcznienie zmianami wilgotnościowymi.

6. Uwagi redakcyjne

Praca napisana jest bardzo starannie, ładnym językiem, zrozumiale, rysunki i tabele są czytelne i odpowiednio opisane. W tym punkcie pragnę tylko zasygnalizować kilka nieścisłości zauważonych w tekście lub uwag edytorskich, aby Autor ustrzegł się ich przy przygotowywaniu materiału do publikacji.

Str. 3 - W spisie treści nie uwzględniono streszczeń i wykazu oznaczeń oraz mylnie wprowadzono początkową numerację stron wpisując, że rozdział pierwszy zatytułowany *Wprowadzenie* rozpoczyna się od strony 7, gdy faktycznie rozpoczyna się od strony 15.

Str. 258 – Autor powołuje się na równanie 18, z którego obliczono wartości uogólnionej użyteczności materiałowej, chyba miał na myśli równanie 16.

Rys. 188 b) – na rysunku brakuje opisu co oznaczają kolory.

7. Podsumowanie i wniosek końcowy

Podsumowując niniejszą recenzję uważam, że rozprawą doktorską Pana mgr inż. Karola Chilmona jest pracą bardzo wartościową i stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Realizacja tak obszernego programu badań przez Doktoranta potwierdza, że jest On doświadczonym badaczem i ma dużą wiedzę dotyczącą technologii materiałów budowlanych.

Na szczególne podkreślenie zasługuje dojrzała analiza uzyskanych wyników badań i precyzyjne wnioski końcowe podkreślające celowość podjętych badań i słuszność stawianych hipotez. Stwierdzam, że rozprawa doktorska Pana mgr inż. Karola Chilmona w przedmiotowym temacie wnosi istotny wkład w rozwój wiedzy w dyscyplinie *Inżynieria lądowa, geodezja i transport* w zakresie modyfikacji spoiw budowlanych. Tematyka rozprawy jest bardzo aktualna a wykorzystanie wyników przeprowadzonych badań i analiz w praktyce, może przynieść korzyści ekonomiczne i ekologiczne.

Uwagi zawarte w recenzji nie obniżają bardzo wysokiej oceny merytorycznej rozprawy, mogą natomiast być pomocne Autorowi przy przygotowywaniu fragmentów swej dysertacji do publikacji i do planowania dalszych badań.

Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska mgr inż. Karola Chilmona pt. „Ocena możliwości wykorzystania w kompozytach budowlanych spoiwa żużlowego aktywowanego wapnem palonym” spełnia ustawowe wymagania stawiane rozprawom doktorskim określone w Ustawie z dnia 3 lipca 2018 roku, przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. poz. 1669), art.14 ust.1, pkt.1, ust.2 pkt.2 ustawy z dnia 14.03.2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. Nr. 65, poz. 595 z późn. zm.), rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 r. w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzenia czynności w przewodzie doktorskim...(Dz.U. poz.261) i w związku z tym wnioskuję o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Naukowej Inżynieria Lądowa, Geodezja i Transport Politechniki Warszawskiej .

Ponadto biorąc pod uwagę bardzo wysoką ocenę rozprawy doktorskiej Pana mg inż. Karola Chilmona, co wykazano powyżej, z pełnym przekonaniem wnioskuję do Rady Dyscypliny o wyróżnienie rozprawy.

Z poważaniem

Małgorzata Kozłowska