

Dr hab. inż. Anna Król, prof. PO
Politechnika Opolska
Wydział Mechaniczny
Katedra Inżynierii Środowiska
ul. Mikołajczyka 5
45-271 Opole

Opole, 18.08.2016r.

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Synowiec pt. „Kształtowanie właściwości cementów popiołowo – żuźlowych o niskiej zawartości klinkieru portlandzkiego”

1. Podstawa formalna opracowania recenzji

Podstawę opracowania recenzji stanowią:

- pismo dziekana Wydziału Budownictwa Politechniki Śląskiej z dnia 30.06.2016r. o numerze RB-O/4020/15/16 informujące o powołaniu mojej osoby na recenzenta rozprawy Pani mgr inż. K. Synowiec,
- rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Synowiec pt.: „Kształtowanie właściwości cementów popiołowo – żuźlowych o niskiej zawartości klinkieru portlandzkiego” – Politechnika Śląska, Wydział Budownictwa, Gliwice 2016.

2. Ogólna charakterystyka pracy

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska pt. „Kształtowanie właściwości cementów popiołowo – żuźlowych o niskiej zawartości klinkieru portlandzkiego” realizowana przez Panią mgr inż. Katarzynę Synowiec na Politechnice Śląskiej pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Zbigniewa Giergiczego. Problematyka tej pracy zdecydowanie mieści się w dyscyplinie naukowej *budownictwo*.

Rozprawa podlegająca recenzji składa się z dwóch wyraźnych części: studium literaturowego i części doświadczalnej. Dopełnieniem są także rozdziały zawierające cel i zakres pracy, podsumowanie, wnioski, spis literatury oraz przywołanych norm. Rozprawa zawiera 81 tabel oraz 130 rysunków.

Część literaturowa i doświadczalna zostały podzielone na niemal identyczną liczbę stron – każda po około 100. W spisie literatury Autorka przytacza 229 pozycji, które uzupełnione zostały o wykaz 29 norm. Wykorzystane źródła literaturowe to głównie pozycje anglojęzyczne (70% wszystkich przywołanych źródeł). Trzeba przyznać, iż w zdecydowanej większości są to także pozycje nowe, opublikowane po 2000 roku. Jedynie kilka z przywołanych źródeł ma wątpliwą podstawę do cytowania ze względu na odległy czas ich publikacji (np. [74] z 1988r., [125] z 1987r., [142] z 1989r.).

Dogłębna analiza stanu wiedzy w zakresie dotyczącym tematyki rozprawy zawiera się w trzech rozdziałach. Pierwszy z nich dotyczy charakterystyki i właściwości nieklinkierowych składników głównych cementów powszechnego użytku: granulowanego żuźla wielkopieczowego i popiołów lotnych. Kolejno Autorka przechodzi do oceny wpływu tych składników na kształtowanie właściwości kompozytów cementowych. Jest to najbardziej rozbudowany rozdział tej pracy, bo zawarty na ponad 70 stronach. Pani Synowiec jednak starała się tu w sposób syntetyczny podać rozbudowany zakres

wiedzy z tego obszaru. Odniosła się do kilkuset pozycji literaturowych, by przeanalizować wpływ granulowanego żużla wielkopieczowego i popiołów lotnych na hydratację cementów, ich właściwości reologiczne, mechaniczne i trwałościowe.

W podrozdziale 2.3. Autorka wyjaśnia dotychczasowy stan wiedzy związany z efektem synergii występującym podczas stosowania trzech składników w składzie cementu. Odniosła się tu do doświadczenia polskich badaczy jak i tych reprezentujących zagraniczne jednostki naukowe.

Autorka w studium literaturowym dała wyraz dynamice z jaką spotykamy się w rozwoju nowoczesnych materiałów budowlanych, szczególnie tych pozwalających na zachowanie zasad zrównoważonego rozwoju, bo wykorzystujących odpady generowane w innych gałęziach przemysłu (energetyka, hutnictwo). Jasno określiła, że prowadzone na świecie prace eksperymentalne i naukowe mają na celu dobór takich składów cementów wieloskładnikowych, by ich właściwości odpowiadały na zapotrzebowanie w aplikacjach inżynierskich. Pani mgr inż. Katarzyna Synowiec wyraziła także nadzieję, że takie prace jak chociażby ta przedstawiona do recenzji staną się podstawą zmian w zakresie klasyfikacji cementów powszechnego użytku z rozszerzeniem ich o kolejne znormalizowane składy cementów wieloskładnikowych.

Napisanie tak obszernego i rzetelnego studium literaturowego wymagało od Autorki niezwykłego zacięcia w poszukiwaniu i doborze informacji. Dało także wyraz jej ugruntowanej wiedzy w zakresie podejmowanym w rozprawie doktorskiej.

Badania własne i ich rezultaty zaprezentowane zostały w pięciu rozdziałach części doświadczałnej. Autorka zapoznaje czytelnika z metodyką oraz materiałami badawczymi. Czyni to bardzo rzetelnie. Następnie konsekwentnie podaje skład i właściwości badanych cementów. Na 40 stronach rozdziału 6 przedstawia rezultaty otrzymane w wyniku analizy właściwości zaczynów i zapraw wykonanych z cementów popiołowo – żużlowych. Wyniki dotyczą głównie ciepła hydratacji, wytrzymałości na ściskanie oraz konsystencji zapraw. Pani Synowiec opisuje w tym rozdziale także odporność korozyjną cementów wieloskładnikowych, bogato zdobiąc podrozdział 6.3. zdjęciami potwierdzającymi przeprowadzone badania.

Rozdział 7 rozprawy to w opinii Recenzenta jeden z jej największych walorów. Autorka pokusiła się o sięgnięcie do obszaru wiedzy znacznie wykraczającego poza dyscyplinę w jakiej wszczęto przewód doktorski. Wykorzystała bowiem wiedzę z zakresu matematyki i nowoczesnego podejmowania decyzji. Proces decyzyjny wyboru optymalnego składu cementu oparła o analizę wielokryterialną, która choć rodzi pewne pytania i ma elementy dyskusyjne (przedstawione w punkcie 4 recenzji) to jest wykorzystana właściwie i nadaje pracy element nowatorski.

Kolejny ósmy rozdział rozprawy to podanie właściwości betonów wykonanych ze spoiw o najkorzystniejszym składzie (próbki cementu o symbolach W40+S20 i W40+S40). Omówiono tu cech betonów wykonanych na dwóch podstawowych recepturach R1 i R2, odnosząc się zarówno do mieszanek wykonanych z popiołów lotnych wapiennych jak i krzemionkowych. Próbkę referencyjną ponadto stanowił beton na cemencie hutniczym CEM III/A. Co istotne, Autorka określiła obszary stosowania cementów popiołowo – żużlowych w budownictwie, biorąc pod uwagę zarówno potrzebę spełnienia wymagań jakościowych w zakresie właściwości mechanicznych jak i odporności elementów budowli na działanie środowisk korozyjnych. Pani mgr inż. Katarzyna Synowiec podjęła się także pewnego istotnego podsumowania i w tabeli 75 podała zakres stosowania cementów popiołowo – żużlowych ze względu na klasy ekspozycji betonu.

Część eksperymentalną wieńczy obszerne podsumowanie zawierające propozycję rozszerzenia normy PN-EN 197-1 o nowe składy cementów wieloskładnikowych.

Całość pracy dopełniają wyciągnięte wnioski podane w 14 punktach.

Nadmienić należy, że objęcie całego zgromadzonego materiału badawczego jest możliwe dzięki niemal wzorowej stronie graficznej części doświadczalnej tej pracy. Czytelnik z łatwością się po niej porusza, szczególnie dzięki przejrzystości i zastosowaniu konsekwencji kolorystycznej.

3. Ocena rozprawy

Temat podjęty przez Autorkę rozprawy doktorskiej jest niewątpliwie aktualny i ze względów techniczno – ekonomiczno – środowiskowych wart dogłębnej analizy. Autorka podjęła się trudnego i szerokiego zakresu badawczego mającego na celu określenie właściwości cementów zawierających poza klinkierem i granulowanym żużlem wielkopieczowym także popioły lotne wapienne. Ten ostatni składnik niechętnie stosowany jest w technologii cementu oraz betonu przede wszystkim ze względu na dużą zmienność składu chemicznego i właściwości fizycznych. Udowodnienie, iż zastosowanie popiołów lotnych wapiennych w kompozycji z klinkierem i granulowanym żużlem wielkopieczowym da efekt synergii i wpłynie pozytywnie na kształtowanie się cech matryc z ich udziałem, Pani mgr inż. Katarzyna Synowiec wzięła sobie za cel główny pracy doktorskiej. By go osiągnąć Autorka zrealizowała bardzo rozbudowany program badawczy, który oparła o szeroką gamę składów cementów zawierających poza klinkierem granulowany żużel wielkopieczowy jak i popiół lotny wapienny. Otrzymane rezultaty na tych cementach porównywała do cementów o podobnych składach, lecz zawierających popiół lotny krzemionkowy. Podejmowała zadania mające na celu określenie właściwości fizyko – mechanicznych kompozytów oraz ukazujących ich odporność na działanie czynników korozyjnych. Uzyskała w ten sposób tak szeroką paletę rezultatów i zapewne mając świadomość skomplikowanego procesu decyzyjnego związanego z wyborem składu cementu, który byłby, jak to nazwała na stronie 163 rozprawy „najkorzystniejszy”, posłużyła się metodami matematycznymi ułatwiającymi wybór takiego właśnie składu. Na marginesie dla Recenzenta rozprawy nie jest jednak jasne, co oznaczać miało zawarte w celu analizy wielokryterialnej określenie „najkorzystniejszy”. Uwaga ta mająca charakter dyskusyjny została zawarta w punkcie 4 recenzji. Autorka wykazała się umiejętnością formułowania zadania badawczego, precyzowania tematu, stawiania celu i określania tezy pracy. Rozprawa dowodzi, że Pani Synowiec stawiała sobie pytania i poszukiwała na nie odpowiedzi. Posłużyła się także właściwymi metodami naukowymi przy realizacji zadań badawczych, choć są to metody znane i w pracy trudno szukać jakiegoś oryginalnego podejścia badawczego, czy też modyfikacji dostępnych metod na potrzeby realizacji tej pracy.

Do niewątpliwych osiągnięć Pani mgr inż. Katarzyny Synowiec należą:

1. Dogłębna analiza stanu wiedzy związanego z tematem rozprawy.
2. Stworzenie niezwykle rozbudowanego programu badawczego uwzględniającego wykonanie próbek na kilkunastu składach cementów.
3. Wykorzystanie bogatego wachlarza metod badawczych przy ocenie właściwości zaczynów, zapraw i betonów wytworzonych z cementów popiołowo – żużlowych o niskiej zawartości klinkieru.
4. Oryginalne wykorzystanie narzędzi matematycznych (szczególnie analizy wielokryterialnej) w celu wyboru optymalnego składu cementu wieloskładnikowego o niskiej zawartości klinkieru.
5. Propozycja zakresu rozszerzenia normy PN-EN 197-1 o analizowane w pracy składach cementów popiołowo – żużlowych.
6. Określenie zakresu stosowania cementów popiołowo – żużlowych ze względu na klasy ekspozycji betonu.

Praca ma charakter kompleksowy. Jest obszerna, ale jak na opis tak szerokiego programu badawczego i tak wydaje się syntetyczna. Rozprawa jest klarowna i napisana dobrym językiem, a jej strona estetyczna jest na wysokim poziomie. Niemal nie znajduje się w niej literówek czy błędów stylistycznych, które w naturalny sposób obniżałyby jej walory.

4. Uwagi krytyczne i dyskusyjne

Poniżej przedstawione zostały uchybienia, uwagi krytyczne lub dyskusyjne, które nasuwają się po analizie tekstu rozprawy przedstawionej do recenzji.

1. W ocenie Recenzenta niefortunnie został sformułowany tytuł rozprawy. Mianowicie mylące jest określenie „Kształtowanie właściwości cementów.....”, które powinno być zastąpione sformułowaniem „Kształtowanie się właściwości cementów...”. Pominięcie słowa „się” w tytule daje mylne wrażenie, że praca będzie dotyczyła kształtowania właściwości cementów poprzez chociażby suplementację domieszkami chemicznymi, czy zmianę w/c mieszanek. Zresztą sam cel rozprawy wskazuje na to, że w rozprawie Autorka określa jedynie właściwości cementów wieloskładnikowych, a nie próbuje je kształtować.
2. W części literaturowej niejednokrotnie zdarza się Autorce bezkrytycznie przekopiować za cytowanymi źródłami literaturowymi tabele bądź rysunki, których jakość merytoryczna pozostawia pewne wątpliwości. I tak:
 - a. rys. 10. str. 24 – co oznaczają na wykresie skróty A-1, A'-1, B-1, B-3 itd.?
 - b. rys.15. str. 29, rys. 16. str.30, rys. 21. str. 39 – tytuły rysunków nie odnoszą się do kompozytów cementowych, a jedynie do cementowo – żuźlowych, podczas gdy krzywe wykreślone na wykresach dotyczą także kompozytów cementowych;
 - c. rys. 17. str. 32 – tytuł rysunku mylnie wskazuje na wykreślenie krzywych w funkcji czasu, podczas gdy na wykresie są one wykreślane w funkcji udziałów żuźla;
 - d. rys. 27. str. 48 – co oznaczają na wykresie skróty F i F'?
 - e. rys. 15. str. 29 i rys. 28-31. str. 50-51 – przedstawiono na osi Y „Przepływ ciepła”, który na rysunku 15 ma wymiar [mW], a na rysunkach 28-31 [mW/g]. Która jednostka jest w tym przypadku właściwa?
 - f. rys. 15. str. 29 i rys. 28-31. str. 50-51 oraz rys. 59. str. 78 – proszę o ustalenie poprawnej nomenklatury opisującej to samo zjawisko nazywane w tytule wykresów kinetyką wydzielania ciepła, które to raz na wykresach (oś Y) opisywane jest jako „przepływ ciepła”, a raz jako „szybkość wydzielania ciepła”;
 - g. tabela 10, str. 62 – raz popiół lotny wapienny podano jako W a raz jako C, a popiół lotny krzemionkowy raz jako V a raz jako F;
 - h. rys. 46. str. 64 – co Autorka rozumie pod opisem osi Y – „współczynnik karbonatyzacji”?
 - i. rys. 47 i 48 str. 66, a także legenda do wzoru 15 str. 105 – ta sama wielkość dotycząca przepuszczalności jonów chlorkowych wyrażona w [C] za każdym przytoczonym razem opisywana jest inaczej. Proszę sprecyzować, który opis jest właściwy;
 - j. w całej pracy (a szczególnie w części literaturowej) np. na str. 84, 90, 91 Autorka mylnie nazywa cement „popiołowo – żuźlowym (S-W)”, podczas gdy przy takim oznaczeniu powinna stosować nazwę cementów „żuźlowo – popiołowe (S-W)” lub zmienić kolejność symboli. Nazewnictwo i symbole wymagają tu konsekwencji;
 - k. rys. 68. str. 87 i rys. 73. str. 91 – proszę o wyjaśnienie jakie kryterium oznaczono na wykresach, według jakich normatywów?

3. Badania własne opisane w pracy prowadzone były przy użyciu popiołu lotnego wapiennego zmielonego do powierzchni właściwej $4700 \text{ cm}^2/\text{g}$. To właśnie cementy wieloskładnikowe z dodatkiem tego popiołu okazały się najkorzystniejsze i dalsze badania prowadzono na betonach wytworzonych z tych cementów. Proszę jednak o wyjaśnienie skąd przyjęto właśnie taką powierzchnię właściwą? Czy Autorka ma doświadczenie z popiołami lotnymi wapiennymi domielonymi do niższych powierzchni właściwych? Mielenie popiołu do tak wysokich powierzchni w praktyce inżynierskiej oznacza znaczną energochłonność procesu, co może skutkować obniżeniem ekonomii wykorzystania cementów z dodatkiem mielonego popiołu typu W.
4. W części doświadczalnej na wykresach przedstawiane są punkty pomiarowe połączone krzywą, która nie jest opisana żadnym równaniem. Dotyczy to m.in. rysunków 84, 85, 91, 102, 103, 104, 105, 110, 129, 130. Na wykresach prezentowanych na rysunku 84 przedstawiono jedynie współczynniki dopasowania R^2 , ale trudno odczytać do których krzywych one są przypisane. Po współczynniku R^2 zapisanym kolorem żółtym można wnosić jak dalece niedopasowane są wyznaczone krzywe do prezentowanych punktów pomiarowych (wartości $R^2 = 0,1647$ i $0,1596$). Połączenie punktów pomiarowych krzywą o niskim współczynniku dopasowania mija się z celem i jest mylące dla czytelnika. Nie można bowiem z całą pewnością stwierdzić, że np. przy 25% zawartości popiołu lotnego V początek czasu wiązania zaczynu przypadnie w 370 minucie (jak wynikałoby z odczytu na wykresie – rys. 84a). Proszę zatem o wskazanie sensu łączenia punktów pomiarowych krzywą na wskazanych wykresach.
5. Rys. 91b. str. 137 – brak legendy dla punktów oznaczonych jako niebieskie romby.
6. Rozdział 7 – str. 163 – podano cel analizy wielokryterialnej, lecz w ocenie Recenzenta jest on mało precyzyjny. Co oznacza „wybór najkorzystniejszego składu cementu”. Pod jakim kątem dokonywano analizy? Do jakich zastosowań cementu? Czy ustalając cele analizy brano pod uwagę konkretne zastosowania, co zaowocowało najwyższymi ważnościami kryteriów K12 (przepuszczalność Cl^- po 90 dniach) i K14 (karbonatyzacja po 90 dniach) (macierz - tabela 56)?
7. Tabela 55. str. 164 – w zbiorze kryteriów analizy wielokryterialnej przyjęto jako stymulantę parametr gęstości cementów. Czy jest to kryterium potrzebne w tej analizie biorąc pod uwagę nieznaczne różnice gęstości cementów podane w tabelach 41-43?
8. Tabela 55. str. 164 – czy rzeczywiście początek czasu wiązania ma zawsze charakter stymulacyjny?
9. Zdaniem Recenzenta tworząc zbiór kryteriów (tabela 55. str. 164) pominięto niezwykle ważną właściwość zapraw jaką jest odporność na korozję siarczanową. Dlaczego?
10. Strona 165 – proszę o przywołanie źródeł literaturowych, zgodnie z którymi dokonano kodowania według Neumana – Morgensterna i podano wzory 21 i 22.
11. Proszę określić celowość badań właściwości betonów zaprojektowanych zgodnie z recepturą R2. Uzyskano bowiem betony o zdecydowanie gorszych parametrach niż przy zastosowaniu receptury R1 (więcej cementu, niższe w/c). Czy wniosek zaprezentowany w pierwszym zdaniu na stronie 176 nie był znany w chwili projektowania mieszanki R2?
12. Rysunki 123 – 128 – jednostka powinna być podana przy opisie osi X (Czas [dni]), a nie przy wartościach podanych na osi odciętych.
13. Tabela 74 str. 187 – Autorka podając właściwości cementu W40+S40 zapisała, iż charakteryzuje się on wysoką odpornością na środowisko siarczanowe. W pracy (szczególnie

w podrozdziale 6.3.3.) nie sposób znaleźć wyników badań potwierdzających to twierdzenie i dotyczących tego właśnie cementu.

14. Tabela 75 str. 190 - na jakiej podstawie oceniono przydatność cementu W40+ S20 i W40+ S40 do zastosowań w klasie ekspozycji XA3?

Przedstawione uwagi krytyczne i dyskusyjne mają stać się przyczynkiem do dyskusji, a nie umniejszają w żaden sposób zaprezentowanych osiągnięć Pani mgr inż. Katarzyny Synowiec dotyczących właściwości cementów wieloskładnikowych o obniżonej zawartości klinkieru portlandzkiego.


5. Podsumowanie i wniosek końcowy

Recenzowana rozprawa doktorska Pani mgr inż. Katarzyny Synowiec pt. „Kształtowanie właściwości cementów popiołowo – żuźlowych o niskiej zawartości klinkieru portlandzkiego” stanowi, moim zdaniem, wartościowe osiągnięcie naukowo – badawcze, o istotnym znaczeniu w aspekcie aplikacyjnym.

Stworzony przez Autorkę program badawczy, zamysł realizacyjny, otrzymane efekty i wyniki, przekonująca analiza osiągniętych rezultatów dają obraz dojrzałej postawy Pani mgr inż. K. Synowiec jako samodzielnego badacza.

Wyciągnięte wnioski na podstawie przeprowadzonych eksperymentów zostały sformułowane poprawnie i potwierdzają osiągnięcie zadeklarowanego na wstępie celu rozprawy.

Na podstawie przeprowadzonej analizy, stwierdzam że przedłożona mi do recenzji praca doktorska spełnia wymagania obowiązującej Ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2003 nr 65 poz. 595 z późn. zmianami). Tym samym wnioskuję o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Wydziału Budownictwa Politechniki Śląskiej.



Opole, 18.08.2016

