

Kielce, dn. 02.01.2023 r.

Prof. dr hab. inż. Zdzisława Owsiak
Wydział Budownictwa i Architektury
Politechnika Świętokrzyska
Al. 1000-lecia P.P. 7
25-314 Kielce

RECENZJA

rozprawy doktorskiej

mgr inż. Anety ANTOLIK

pt.: „WPŁYW ŚRODKÓW ODLADZAJĄCYCH NA MIKROSTRUKTURĘ I
ZAGROŻENIE WYSTĄPIENIEM REAKCJI ALKALICZNEJ KRUSZYWA
GRANITOWEGO W BETONIE NAWIERZCHNIOWYM”

1. Podstawa formalna recenzji i jej przedmiot

Recenzja została opracowana na podstawie pisma Sekretarza Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk prof. dr hab. inż. Zbigniewa Ranachowskiego z dnia 02 listopada 2022 roku, w którym zgodnie z decyzją Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki PAN zostałam powołana na recenzenta rozprawy doktorskiej w postępowaniu w sprawie nadania stopnia doktora mgr inż. Anecie Antolik.

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska mgr inż. Anety Antolik pt.: „Wpływ środków odladzających na mikrostrukturę i zagrożenie wystąpieniem reakcji alkalicznej kruszywa granitowego w betonie nawierzchniowym”, opracowana pod opieką promotora dr hab. inż. Darii Józwiak – Niedźwiedzkiej i promotora pomocniczego dr inż. Mariusza Dąbrowskiego.

Tekst rozprawy jest zawarty w 9 rozdziałach, zajmujących wraz z rysunkami, tablicami i spisem bibliograficznym 159 stron. Zamieszczono również 10 załączników na 63 stronach. Opracowanie zostało przedstawione w postaci starannie wykonanego, oprawionego wydruku.

2. Ocena rozprawy doktorskiej

2.1. Celowość wyboru tematu pracy

W pracy doktorskiej został podjęty bardzo istotny problem dotyczący określenia reaktywności z alkaliami kruszyw ze skał magmowych stosowanych w nawierzchniach drogowych i lotniskowych. Praca doktorska mgr inż. Anety Antolik obejmuje ważne zagadnienie dotyczące także wpływu środków stosowanych do usuwania lodu na przebieg reakcji kruszywa granitowego z alkaliami w betonie stosowanym w nawierzchniach drogowych.

W celu potwierdzenia przyjętych metod badań materiałów odpowiedzialnych za trwałość betonu ze względu na reakcję alkalia – kruszywo Doktorantka przeprowadziła również analizę mikrostruktury i ocenę stopnia uszkodzenia betonu pobranego z nawierzchni drogowych.

2.2. Prawdliwość tytułu i sformułowania tez

Tytuł jest w istotnym stopniu odpowiedni do przedmiotu i treści rozprawy.

Doktorantka sformułowała następujące tezy badawcze:

- „- kruszywo granitowe z krajowych złóż o ustalonej przydatności na podstawie zerowego stopnia reaktywności jest podatne na reakcję alkaliczno – krzemionkową, w szczególności w obecności środków odladzających jako zewnętrznego źródła alkaliów;
- zawartość kwarcu zdeformowanego w kruszywie granitowym z krajowych złóż wpływa decydująco na jego podatność na reakcję z alkaliczno – krzemionkową;
- istnieje zależność wielkości ekspansji betonu z kruszywem granitowym w badaniu symulowanych warunków eksploatacyjnych od składu produktów ASR w spękanych ziarnach kruszywa.”

Uwagi do sformułowania tez:

Pierwsza teza wskazuje, że kruszywa granitowe ze złóż krajowych o zerowym stopniu reaktywności są podatne na reakcję z alkaliami. Jeżeli tak sformułowana teza zostanie udowodniona w realizowanej pracy doktorskiej może być przyczyną wyeliminowania wszystkich kruszyw granitowych z zastosowania do betonu nawierzchniowego.

Wydaje się, że sformułowanie tezy: „kruszywa granitowe ze złóż krajowych ... mogą być podatne na reakcję z alkaliami” byłoby właściwe.

W przypadku drugiej tezy, bardziej trafne sformułowanie to: „o podatności kruszywa granitowego na reakcje z alkaliami decyduje zawartość kwarcu zdeformowanego”.

Uwaga do trzeciej tezy dotyczy sformułowania: „w badaniu symulowanych warunków eksploatacyjnych”, raczej badanie w symulowanych warunkach eksploatacyjnych.

2.3. Ogólna charakterystyka pracy

Część badawcza pracy doktorskiej została poprzedzona częścią literaturową zawierającą opis mechanizmu reakcji kruszyw z alkaliom i w betonie oraz warunków jej przebiegu. Przedstawiono również wpływ składu produktów reakcji na ich właściwości ekspansywne oraz scharakteryzowano beton nawierzchniowy z uwagi na reaktywność kruszyw z alkaliom i. Kolejne rozdziały obejmują opis podatności kruszywa granitowego na reakcje z alkaliom i w betonie oraz wpływ środków odladzających na przebieg tej reakcji w betonie nawierzchniowym. Doktorantka w podsumowaniu części literaturowej starała się uzasadnić założony program badań.

W części doświadczalnej Autorka scharakteryzowała zastosowane w badaniach materiały oraz zamieściła składy zapraw i betonów. Zamieściła również program badań podzielony na cztery etapy oraz opisała zastosowane metody badań obejmujące analizę składu fazowego i mikrostruktury z uwzględnieniem warunków pomiaru i zastosowanej preparatyki. Opisano również metody badań fizycznych mieszanki betonowej i mechanicznych betonu, a także metody badań reaktywności kruszywa z alkaliom i. Doktorantka szczegółowo opisała zastosowane metody badań oraz wyjaśniła przyjęty sposób postępowania. Na podkreślenie zasługuje opis analizy petrograficznej zastosowanej do oznaczenia zawartości ilościowej minerałów reaktywnych w kruszywie granitowym. Należy zwrócić uwagę na zastosowane metody mikroskopowe do oznaczania stopnia spękania betonu w wyniku reakcji alkaliów z kruszywem. Opisano także metodę mikroskopową zastosowaną do oznaczenia defektów mikrostruktury pozwalającą na oszacowanie wskaźnika uszkodzeń spowodowanych reakcją alkalia – kruszywo oraz jako autorską metodę ilościowej oceny spękania betonu z zastosowaniem cyfrowej analizy obrazu.

Poszczególne podrozdziały części badawczej obejmują:

- wyniki badań reaktywności alkalicznej kruszywa granitowego obejmujące oznaczenie składu mineralnego kruszywa metodą dyfrakcji rentgenowskiej i analizy petrograficznej wraz z ilościowym oznaczeniem minerałów reaktywnych z alkaliom i, oznaczenie podatności kruszywa na reakcję z alkaliom i z zastosowaniem różnych metod normowych oraz procedury pozwalającej na odtworzenie warunków eksploatacyjnych dla betonów nawierzchniowych;

- wyniki badań wpływu środków odladzających na spękania betonu i skład produktów reakcji obejmujące mikrostrukturę zapraw i betonów przechowywanych w symulowanych warunkach eksploatacyjnych oraz morfologię i skład pierwiastkowy produktów reakcji alkalia-krzemionka;
- ocenę jednoczesnego wpływu zawartości kwarcu zdeformowanego i środków odladzających na ekspansję w następstwie reakcji alkalia – krzemionka obejmującą ocenę zależności ekspansji od zawartości minerałów reaktywnych z alkaliami w zaprawach i betonach przechowywanych roztworach odtwarzających sole odladzające oraz analizę zależności ekspansji od składu pierwiastkowego produktów reakcji alkalia – krzemionka;
- wyniki oceny zawartości reaktywnych składników w betonie z eksploatowanych nawierzchni drogowych oraz analizę ich mikrostruktury wraz ze stopniem zniszczenia stosując wskaźnik oceny uszkodzeń.

Każdy rozdział zawiera podsumowanie, a ostatnim rozdziałem w pracy są wnioski końcowe.

Na pozytywną ocenę zasługuje zamieszczenie w załącznikach częściowych wyników badań zawierających dane tabelaryzowane, wykresy oraz obrazy mikrostruktury.

2.4. Ocena merytoryczna pracy

Studium literatury zawarte w pracy świadczy o szczegółowym zapoznaniu się Doktorantki ze stanem badań krajowych i zagranicznych w rozpatrywanym zagadnieniu. Literatura cytowana w pracy obejmuje 187 prac, trafnie dobranych, z których ponad 80% zostało opublikowane w ostatnim dwudziestoleciu oraz 26 norm i zaleceń technicznych. Studium literatury zawiera istotne i wyczerpujące informacje dotyczące mechanizmu reakcji, roli jonów wapnia, a także zależności pęczniejących właściwości produktów reakcji alkaliów z krzemionką od ich składu i formy występowania. Autorka zamieściła również dane literaturowe dotyczące przyczyn i przypadków reaktywności kruszyw granitowych z alkaliami, a biorąc pod uwagę możliwość stosowania tych kruszyw do nawierzchni drogowych czy lotniskowych przeanalizowała także wpływ środków stosowanych do usuwania lodu na przebieg reakcji alkalia – kruszywo.

Podsumowując zamieszczone w przeglądzie literatury zagadnienia Doktorantka sformułowała problemy, które są nie w pełni rozwiązane, a ustalony na tej podstawie program części badawczej pracy miał posłużyć do ich wyjaśnienia.

Podstawowym celem realizowanej pracy było: „określenie podatności powszechnie stosowanych w nawierzchniach betonowych kruszyw ze skał magmowych głębinowych na reakcję z alkaliami oraz analiza wpływu środków

stosowanych do usuwania lodu na przebieg tej reakcji w betonie z kruszywem granitowym”.

Pani mgr inż. Aneta Antolik konsekwentnie realizowała w części doświadczalnej postawiony cel pracy. Część badawcza pracy została prawidłowo zaplanowana i zrealizowana przez Doktorantkę.

Doktorantka w oparciu o wyniki badań własnych obejmujące skład chemiczny, mineralny i ziarnowy scharakteryzowała zastosowane kruszywa. Dla cementów oznaczyła skład chemiczny i właściwości fizyczne. Obliczyła również składy zapraw i mieszanek betonowych zastosowane do wykonania prób do badań ekspansji, a także badań według procedury GDDKiA.

Na podkreślenie zasługuje oznaczenie metodą ilościowej analizy obrazu zawartości zdeformowanego kwarcu, który w dalszych etapach pracy był rozważany jako składnik kruszywa odpowiedzialny za reakcję alkalia – krzemionka.

Określona metodami normowymi potencjalna reaktywność kruszyw z alkalią, zarówno metodą przyspieszoną na próbkach zapraw jak i długoterminową na próbkach betonów wykazała dobrą korelację z zawartością zdeformowanego kwarcu w granicie. Przy zawartościach zdeformowanego kwarcu przekraczających 3% ekspansja przekraczała wartość graniczną dla poszczególnych metod.

Zastosowanie w metodzie przyspieszonej roztworów stosowanych do usuwania lodu spowodowało kilkukrotne zwiększenie ekspansji próbek w porównaniu do normowej wartości granicznej, szczególnie w przypadku stężonego mrówczanu potasu. Zaobserwowane zjawisko nadmiernej ekspansji w przypadku zastosowania mrówczanu potasu i sodu do usuwania lodu może stwarzać duże zagrożenie w warunkach rzeczywistych eksploatacji nawierzchni drogowych.

Przeprowadzenie badań przez Doktorantkę według procedury badawczej GDDKiA należy uznać za bardzo słuszne, gdyż metoda ta z założenia służy do określenia potencjalnej reaktywności mieszaniny kruszyw mineralnych w betonie w warunkach cyklicznego oddziaływania temperatury i dostępu alkaliów z zewnętrznego środowiska. Dodatkowo badania te zostały wykonywane na próbkach betonów, co lepiej odzwierciedla rzeczywiste warunki eksploatacji.

Wartościową część pracy stanowią wyniki badań mikrostruktury zapraw i betonów przechowywanych w roztworach soli stosowanych do usuwania lodu lub porównawczo w wodzie destylowanej w podwyższonej temperaturze. Badania mikrostruktury zapraw i betonów wykazały wyraźny wpływ środka odladzającego na obecność żelu krzemianu sodowo-potasowo-wapniowego oraz spękania w matrycy cementowej i kruszywie. Ilość spękań w matrycy cementowej i kruszywie

była proporcjonalne do ekspansji próbek w warunkach oddziaływania soli do usuwania lodu.

Jako duży wkład Doktorantki w rozwój dziedziny uznaje analizę składu chemicznego żelu w zależności od jego umiejscowienia oraz zastosowanego roztworu soli odladzającej. Wyniki badań składu żelu potwierdziły większą zawartość wapnia i mniejszą zawartość krzemionki w żelu zgromadzonym w porach w zaczynie cementowym w porównaniu do żelu wypełniającego rysy w kruszywie. Nie zaobserwowano wpływu rodzaju kruszywa na skład żelu.

Doktorantka dokonała również oceny jednoczesnego wpływu zawartości kwarcu zdeformowanego w kruszywie i rodzaju soli odladzającej na ekspansję wywołaną reakcją alkaliów z krzemionką w betonie. Analiza wyników przeprowadzonych badań pozwoliła na wyznaczenie granicznej zawartości kwarcu zdeformowanego wynoszącej 2,1% w kruszywie granitowym odpornym na reakcję alkalia-krzemionka. Zaproponowane ilościowe oznaczenie zawartości kwarcu zdeformowanego w kruszywie granitowym jest dobrym narzędziem do wstępnej oceny potencjalnej reaktywności kruszywa z alkaliami w betonie.

Mgr inż. Aneta Antolik wykazała się bardzo dobrą znajomością interpretacji uzyskanych wyników badań dotyczących wpływu zawartości kwarcu zdeformowanego na reaktywność kruszyw granitowych z alkaliami w betonie.

Na uwagę zasługuje również analiza składu chemicznego żelu będącego produktem reakcji alkaliów z krzemionką. Doktorantka wykazała różnice zawartości wapnia i alkaliów w żelu w zależności od jego umiejscowienia (ziarna kruszywa lub pory w zaczynie cementowym), a także w zależności od zastosowanego roztworu soli odladzającej i jego stężenia.

Metody ilościowej analizy mikrostruktury stosowane do oceny uszkodzeń prób laboratoryjnych Doktorantka zastosowała do oceny zniszczeń betonu z nawierzchni drogowej spowodowanych reakcją alkalia – krzemionka. Doktorantka zaobserwowała w próbkach pobranych z uszkodzonych nawierzchni drogowych obecność żelu krzemianu sodowo-potasowo-wapniowego, zlokalizowanego głównie w spękaniach ziaren kruszywa, a także migrującego przez rysy w zaczynie cementowym oraz występującego w porach powietrznych. Stwierdzono także zróżnicowanie składu chemicznego żelu, podobnie jak to miało miejsce w przypadku badań prób laboratoryjnych. Dodatkowo dla betonów z uszkodzonych konstrukcji drogowych wyznaczono wskaźnik uszkodzeń, co pozwoliło potwierdzić że reakcja alkalia – krzemionka miała znaczący wpływ na degradację nawierzchni autostrady.

Przeprowadzone przez Doktorantkę badania nie tylko na próbach laboratoryjnych, ale także na odwiertach pobranych z eksploatowanych nawierzchni drogowych i zgodność uzyskanych wyników potwierdzają słuszność przyjętego kierunku badań.

Czy Pani Doktorantka może wyjaśnić w jaki sposób rozróżniała obserwowany żel jako amorficzny lub krystaliczny.

2.5. Uwagi:

Nieprawidłowo oznaczono wymiary sit zamieszczone na wykresie na rys. 3.1.

W oparciu o zamieszczone na rys. 5.1 do 5.3 rentgenogramy zastosowanych kruszyw Doktorantka stwierdza, że główną fazą w granitach jest kwarc, a wiadomym jest że kwarc w granitach stanowi nieco ponad 30% obok skaleni, plagioklazów, biotyту. Krzemionka oznaczona metodą chemiczną pochodzi nie tylko z kwarcu (według analizy chemicznej krzemionka stanowi ponad 70%), ale także z innych minerałów skałotwórczych.

Jakościowych wyników badań składu fazowego metodą dyfrakcji rentgenowskiej nie można interpretować w odniesieniu do zawartości poszczególnych minerałów (strona 63).

Do ilościowego oznaczenia składu mineralnego kruszyw mogły posłużyć wykonane badania petrograficzne.

3. Znaczenie uzyskanych wyników badań

Na podkreślenie zasługuje przeprowadzona przez Doktorantkę wielowątkowa analiza przebiegu reakcji alkaliów z krzemionką z uwzględnieniem reaktywnego minerału w kruszywie i roli roztworu soli stosowanej do usuwania lodu.

W pracy dokonano także oceny uszkodzeń spowodowanych tą reakcją w betonach pobranych z konstrukcji nawierzchni drogowej.

Przeprowadzone badania pozwoliły Doktorantce wykazać, że składnikiem kruszywa odpowiedzialnym za uszkodzenia spowodowane reakcją alkaliów z kruszywem w betonie jest kwarc zdeformowany oraz ustalić zawartość graniczną poniżej której nie występuje uszkodzenie mikrostruktury betonu.

Wartościową część pracy stanowi odniesienie wyników badań do wyników opublikowanych w cytowanej w pracy literaturze np. odnośnie składu żelu czy stopnia jego wykształcenie.

4. Uwagi redakcyjne

Rozprawa została napisana poprawnie, z jednej strony szczegółowo opisane procedury, właściwości materiałów oraz wyniki badań są bardzo pozytywnie odbierane, jednak taki sposób opisu powoduje, że tekst traci przejrzystość. Wyłączenie niektórych danych z tekstu i zamieszczenie w formie tabelarycznej (np. rodzaje zastosowanych kruszyw – str.37; założenia do projektowania składu betonu – str. 41; itp.) pozwoliło by na lepszą przejrzystość zamieszczonych informacji.

Przy staranności wykazanej przy redagowaniu rozprawy, w tekście występują przypadkowe pomyłki dotyczące głównie błędów literowych. Uchybienia te nie mają znaczenia dla oceny tekstu rozprawy.

5. Ocena rozprawy i wniosek końcowy

Rozprawę doktorską mgr inż. Anety Antolik pt. „Wpływ środków odladzających na mikrostrukturę i zagrożenie wystąpieniem reakcji alkalicznej kruszywa granitowego w betonie nawierzchniowym” przedstawiającą oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, oceniam jednoznacznie pozytywnie. Rozprawa ma dużą wartość poznawczą i co bardzo ważne również praktyczną.

Uzyskane wyniki badań są spójne i stanowią klarowne potwierdzenie tez rozprawy.

Za podstawowe zalety tej rozprawy uważam:

- tematykę o dużym znaczeniu dla trwałości betonu ze względu na korozję wewnętrzną spowodowaną reakcją alkaliów z krzemionką;
- określenie wpływu kwarcu zdeformowanego zawartego w kruszywie na uszkodzenia betonu wywołane reakcją alkalia - krzemionka;
- zrealizowany z dużą starannością szeroki program badań doświadczalnych;

Autorka wykazała, że dobrze radzi sobie z warsztatem badawczym, a sposób prezentacji i interpretacji uzyskanych wyników badań stwarza perspektywę podejmowania nowych wyzwań naukowych.

Stwierdzam, że rozprawa mgr inż. Anety Antolik pt.: „Wpływ środków odladzających na mikrostrukturę i zagrożenie wystąpieniem reakcji alkalicznej kruszywa granitowego w betonie nawierzchniowym” zawiera rozwiązanie problemu naukowego i w pełni spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim zgodnie z art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce i uzasadnia wniosek o jej przyjęcie i dopuszczenie do publicznej obrony przed Radą Naukową Instytutu Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk.

