

UPORABA ULTRAZVOČNE METODE ZA OCENO VEZANJA MATERIALOV S CEMENTNIM VEZIVOM

THE USE OF ULTRASONIC METHOD TO ESTIMATE THE SETTING TIME OF CEMENT BASED MATERIALS

dr. Gregor Trtnik, univ. dipl. inž. grad.

Inštitut za gradbene materiale IGMAT, d. d.
Polje 351 c, 1000 Ljubljana

Znanstveni članek

UDK: 620.179.16:691.54

Povzetek | V prispevku je prikazana možnost uporabe dveh različnih neporušnih ultrazvočnih (UZ) metod za oceno začetka vezanja različnih materialov s cementnim vezivom. V primeru betonskih mešanic je bila uporabljena metoda prehoda vzdolžnih UZ-valov, v primeru čistih cementnih past pa metoda prehoda vzdolžnih UZ-valov, metoda odboja strižnih UZ-valov in kombinacija obeh uporabljenih UZ-metod. Pokazano je, da lahko ob pravilni interpretaciji rezultatov z obema metodama korektno ocenimo začetek vezanja različnih materialov s cementnim vezivom. Tako v primeru betonskih mešanic kot v primeru čistih cementnih past začetni čas vezanja poljubne mešanice zadovoljivo ocenimo s časom pojava prve prevojne točke na krivulji hitrosti prehoda vzdolžnih UZ-valov (v_p) s časom, v primeru čistih cementnih past pa lahko začetek vezanja ocenimo tudi s časom, pri katerem začne vrednost strižnega odbojnega koeficienta (dr) intenzivno naraščati, oz. s koncem prvega območja na ustreznih diagramih v_p - dr . Prikazana je ponovljivost obeh metod in statistična analiza zanesljivosti ocene začetka vezanja cementnih past z metodo prehoda vzdolžnih UZ-valov.

Summary | In this paper, the possibility of using two different ultrasonic (US) methods to estimate the initial setting time of different cement based materials is briefly discussed. In the case of different concrete mixtures, an ultrasonic wave transmission method (USWT) is analyzed and in the case of pure cement pastes, both the USWT and an ultrasonic wave reflection (USWR) methods as well as their combination are discussed. It was found out that in the case of the USWT method, the initial setting time of an arbitrary concrete and cement paste mixtures can be estimated very accurately from the time of the first inflection point of the corresponding velocity (v_p) – time curve. In the case of pure cement pastes, the initial setting time can be also estimated by the time, when the shear wave reflection coefficient (dr) starts to increase rapidly. As an addition, the end of the first phase of the corresponding v_p - dr curve can be used to define the initial setting process of cement pastes. Reproducibility of both methods is shown and statistical analysis of the estimation of the initial setting time of cement pastes with the ultrasonic wave transmission method is discussed.

1 • UVOD

V zadnjem obdobju je opazen nagel razvoj različnih akustičnih tehnik za spremljanje procesa formiranja strukture različnih materialov s cementnim vezivom. V primeru ultrazvočnih (UZ) metod se največkrat uporabljajo vzdolžni in strižni UZ-valovi, številni raziskovalci pa poizkušajo korelirati hitrost vzdolžnih in strižnih UZ-valov z različnimi fizikalnimi lastnostmi materialov s cementnim vezivom.

Ker je poleg tlačne trdnosti čas začetka vezanja ena najpomembnejših karakteristik materialov s cementnim vezivom, se v zadnjem času številni raziskovalci ukvarjajo tudi z možnostjo ocene začetka vezanja materialov z različnimi UZ-tehnikami. Tako je (Chotard, 2001) predlagal določitev pomembnih karakterističnih točk v fazi hidratacijskega procesa s presečiščem treh tangent na krivuljo hitrosti prehoda vzdolžnih UZ-valov (v_p) s časom. ((Reinhardt,

2003 in, 2004), (Voigt, 2005)) so čas začetka vezanja betona povezovali z maksimumom odvoda krivulje hitrosti v_p skozi betone, čas konca vezanja pa naj bi sovpadal s časom, pri katerem hitrost v_p preseže vrednost 1500 m/s. (Lee, 2004) je kot začetek vezanja običajnih betonov predlagal čas, ko hitrost v_p doseže vrednost med 800 in 900 m/s, v primeru betonov visokih trdnosti pa naj bi ta interval znašal med 920 in 1070 m/s.

(Valič, 1998) je analiziral možnost uporabe metode odboja strižnih UZ-valov (USWR) za oceno začetka in konca časa vezanja dveh različnih cementnih past in ugotovil, da je s primernim umerjanjem instrumenta USWR za vsako cementno pasto posebej možno zadovoljivo oceniti začetni in končni čas vezanja cementne paste. Podobne študije je izvajal tudi (Rapoport, 2000), pri čemer je začetni čas vezanja poskušal povezati s časom, pri

katerem začne vrednost strižnega odbojnega koeficienta padati. Pokazal je, da obstaja linearna povezava med začetnim časom vezanja, določenim na osnovi merjenja temperature, in časom začetka padanja vrednosti odbojnega koeficienta. Študija korelacije metod USWT in USWR za analizo začetka vezanja materialov s cementnim vezivom v literaturi še ni bila obravnavana, praktično vsi raziskovalci pa poudarjajo tako pomembnost nadaljnjih raziskav pri določanju začetka in konca vezanja materialov s cementnim vezivom z različnimi UZ-metodami npr. (Robeyst, 2008) kot tudi pomembnost študije zanesljivosti ocene začetka vezanja z UZ-metodami.

V članku je prikazana možnost uporabe dveh različnih UZ-metod za oceno začetka vezanja različnih materialov s cementnim vezivom, pri čemer je podrobneje prikazana študija zanesljivosti ocene začetka vezanja cementnih past z metodo USWT. Prikazani so rezultati večletnega eksperimentalnega dela, ki je potekalo na Inštitutu za gradbene materiale IGMAT, d. d.

2 • METODE PREISKAV

2.1 Metoda prehoda vzdolžnih uz-valov (USWT)

Metoda USWT temelji na principu merjenja časa prehoda vzdolžnih UZ-valov od oddajne do sprejemne sonde oz. hitrosti v_p skozi preizkušance. V ta namen sta bila uporabljena dva komercialno dostopna instrumenta proizvajalcev Proceq in Pundit s frekvencama delovanja 20 oz. 40 kHz in premerom sond 25 oz. 51 mm. Bistvenega pomena je bila modifikacija omenjenih instrumentov v smislu avtomatskega zajemanja podatkov o času prehoda v vnaprej izbranih časovnih intervalih in razvoj ustreznega računalniškega programa za shranjevanje podatkov v datoteko tipa ASCII. Dimenzije preizkušancev so v primeru cementnih past znašale 70/70/70 mm, v primeru betonskih mešanic pa 80/80/80 mm. Podrobnejši opis uporabljene metode USWT je prikazan v literaturi (Trtnik, 2008).

2.2 Metoda odboja strižnih uz-valov (USWR)

Na stiku dveh materialov z različnimi akustičnimi lastnostmi (akustična impedanca) se del UZ-valovanja odbije nazaj v vmesni material, del pa generira naprej v testni medij. S časom se akustična impedanca

cementne paste povečuje, s tem pa se manjša delež odbitega UZ-valovanja. Metoda odboja strižnih UZ-valov deluje na principu merjenja strižnega odbojnega koeficienta dr , ki predstavlja razmerje med celotnim (generiranim) strižnim valovanjem in deležem odbitega strižnega valovanja. Uporabljeni merilni instrument (USWR-4) je razvil Valič s sodelavci (Valič, 2000). Instrument je sestavljen iz štirih UZ-sond iz zelo čistega kremenca, katerih nasprotni stranici sta popolnoma vzporedni in zelo gladki. Sama merilna sonda je pravokotne oblike s prerezom 13×16 mm in dolžino $L = 62$ mm. Zgornji del sonde je pravokotnega ali okroglega prereza. Na spodnji strani sonde je nameščena merilna glava z aluminijastim ohišjem cilindrične oblike premera 30 mm in dolžine 40 mm, ki vsebuje t.i. generator strižnega ultrazvočnega valovanja PZE in deluje kot oddajnik in sprejemnik hkrati. Na zgornjo stran ustrezno namestimo poseben teflonski kalup, ki je lahko okroglega ali pravokotnega prereza. Merilna oziroma stična površina med vzorcem cementne paste (testni material) in kremenčevu merilno glavo (pomožni material) znaša približno 2 cm^2 , sama količina testnega vzorca pa okrog 10 g. Instrument deluje na principu merjenja velikosti prvega in drugega

povratnega odmeva strižnega ultrazvočnega valovanja. Podrobnejši opis uporabljenega instrumenta in same metode USWR je prikazan v literaturi (Valič, 2000).

2.3 standardne metode določitve začetka vezanja

2.3.1 Določanje časa vezanja cementne paste z metodo Vicata

Standardna metoda za določanje časa vezanja cementne paste je opisana v standardu (SIST EN 196-3, 2005) in temelji na globini prodora posebne jeklene igle v cementno pasto. Cementno pasto standardne konsistence neposredno po zamešanju namestimo v cilindrično oblikovane gumijaste kalupe višine $(40,00 \pm 0,20) \text{ mm}$ z notranjim premerom $(75,00 \pm 10) \text{ mm}$. V enakomernih časovnih intervalih merimo globino prodora igle v cementno pasto, pri čemer je začetek vezanja cementne paste definiran s časovnim intervalom $t_{z,v,i}$, katerega spodnjo in zgornjo mejo določata časa, pri katerima znaša razdalja med spodnjo površino vzorca in koncem Vicatove igle d_v 3 mm ($t_{dv=3}$) oziroma 9 mm ($t_{dv=9}$). Za določitev končnega časa vezanja $t_{k,v}$ cementne paste celoten preizkušanec obrnemo in s posebno iglo merimo globino prodora glave igle v cementno pasto. Končni čas vezanja je definiran kot čas, pri katerem je prodor manjši od 1 mm.

3.2.2 Določanje časa vezanja betona z metodo prodora

Standardna metoda za določanje časa vezanja betonskih mešanic je opisana v standardu (ASTM C 403-88, 1988). V skladu s standardom začetni in končni čas vezanja

določamo na betonskih mešanicah z maksimalnim zrnom agregata 4 mm, pri čemer je začetni čas t_{zP} definiran kot čas, pri katerem napetost, potrebna za prodor posebne igle v betonsko mešanico do globine 25 mm, znaša 3,5 N/mm². Končni čas vezanja t_{KP} je defini-

ran kot čas, pri katerem ta napetost znaša 27,6 N/mm². Instrument vsebuje 6 igel, ki se med seboj razlikujejo po velikosti površine krožnega prereza (645, 323, 161, 65, 32 in 16 mm²). Čas prodora do predpisane globine mora v skladu s standardom znašati 10 ± 2 s.

3 • UPORABLJENI MATERIALI

3.1 Cementne paste

V raziskavo smo vključili 20 cementnih mešanic, ki so se med seboj razlikovale v vrsti uporabljene cementa (TC), vodo/cementnem razmerju (v/c), finosti mletja cementa (SP), količini minerala C₃A v cementnem klinkerju (C3A) in temperaturi okolice, kateri je bila cementna pasta izpostavljena v času hidratacijskega procesa (To). Preglednica 1 prikazuje karakteristike vseh uporabljenih cementnih past. Za ugotavljanje vpliva finosti mletja cementa smo uporabili cementa CEM I 42,5N in CEM I 52,5R,

katerih kemijska sestava je podobna, bistveno se razlikujeta le v finosti mletja cementa.

Zaradi relativno podobne kemijske sestave smo omenjena dva cementa zmešali v razmerju 50/50 in tako dobili tretjo vrsto cementa za ugotavljanje vpliva finosti mletja cementa na potek hidratacije (oznaka CF3). V tem primeru je finost mletja cementa znašala 3490 cm²/g, vsebnost minerala C₃A pa 7,10 %. Podobno smo za ugotavljanje vpliva deleža C₃A uporabili cementa CEM I 42,5 N in CEM I 42,5 N SR, ki smo ju prav tako zmešali v razmerju 50/50

in tako dobili tretji tip cementa za potrebe ugotavljanja vpliva deleža C₃A. V tem primeru je delež minerala C₃A znašal 4,80 %, finost mletja pa 2805 cm²/g (oznaka CC3A3).

3.2 Betonske mešanice

V skladu s standardno metodo prodora se začetni čas vezanja betona določa na betonskih mešanicah z maksimalnim agregatnim zrnom 4 mm. Preglednica 2 prikazuje karakteristike in oznake betonskih mešanic z maksimalnim agregatnim zrnom 4 mm, pri čemer so se mešanice razlikovale glede na količino agregata v betonu (KA), vrsto agregata (MA), tip cementa (TC) in velikost vodo/cementnega razmerja (v/c).

oznaka	TC	v/c	To (°C)	SP (cm ² /g)	C3A (%)
C1030	CEM II/A-S 42,5R	0,30	21	4260	10,4
C1035	CEM II/A-S 42,5R	0,35	21	4260	10,4
C1040	CEM II/A-S 42,5R	0,40	21	4260	10,4
C1050, CT21, OSN	CEM II/A-S 42,5R	0,50	21	4260	10,4
C1060	CEM II/A-S 42,5R	0,60	21	4260	10,4
C1065	CEM II/A-S 42,5R	0,65	21	4260	10,4
C2, CF1, CC3A1	CEM I 42,5N	0,50	21	2640	7,2
C3, CC3A2	CEM I 42,5N SR	0,50	21	3130	2,3
C4, CF2	CEM I 52,5R	0,50	21	4310	6,9
CT11	CEM II/A-S 42,5R	0,50	11	4260	10,4
CT26	CEM II/A-S 42,5R	0,50	26	4260	10,4
CT32	CEM II/A-S 42,5R	0,50	32	4260	10,4
CT11060	CEM II/A-S 42,5R	0,60	11	4260	10,4
CT26060	CEM II/A-S 42,5R	0,60	26	4260	10,4
CT32060	CEM II/A-S 42,5R	0,60	32	4260	10,4
CF3	CEM I 42,5N + + CEM I 52,5R	0,50 0,50	21 21	3490	7,1
CC3A3	CEM I 42,5N + + CEM I 42,4N SR	0,50 0,50	21 21	2800	4,8
C2040	CEM I 42,5N	0,40	21	2640	7,2
C3040	CEM I 42,5N SR	0,40	21	3130	2,3
C4040	CEM I 52,5R	0,40	21	4310	6,9

Preglednica 1 • Karakteristike uporabljenih cementnih past

oznaka	TC	v/c	KA (kg/m ³)	MA
B4CA054	CEM II/A-S 42,5R	0,54	1850	apnenec
B4C1048	CEM II/A-S 42,5R	0,48	1850	apnenec
B4C1065	CEM II/A-S 42,5R	0,65	1850	apnenec
B4C1KA2	CEM II/A-S 42,5R	0,54	1500	apnenec
B4C1KA3	CEM II/A-S 42,5R	0,54	2130	apnenec
B4C2054	CEM I 42,5N	0,54	1850	apnenec
B4C3054	CEM I 42,5N SR	0,54	1850	apnenec
B4C4054	CEM I 52,5R	0,54	1850	apnenec
B4C1MA2	CEM II/A-S 42,5R	0,54	1850	kvarcit karbonat

Preglednica 2 • Karakteristike uporabljenih betonskih mešanic

4 • REZULTATI PREISKAV

4.1 Značilna oblika krivulj v_p - t in dr - t

Slika 1 prikazuje značilno obliko krivulj v_p - t in dr - t in njihovih odvodov za cementne paste v prvih 24 urah. Razvidno je, da obe fizikalni količini v začetnem obdobju hidratacijskega procesa intenzivno naraščata, se pa oblika obeh krivulj precej razlikuje. Medtem ko sta na krivulji v_p - t opazni dve izraziti prevojni točki (PT1, PT2), je na krivulji dr - t opazna le ena prevojna točka (DR). Nadalje opazimo, da se vrednost strižnega odbojnega koeficienta dr za razliko od vrednosti hitrosti v_p v prvi fazi hidratacijskega procesa ne spreminja bistveno. To je posledica različne fizikalne narave obeh tipov UZ-valov, saj je znano, da se strižni UZ-valovi skozi tekočino ne prenašajo. Opazimo, da lahko na osnovi oblike krivulj in njihovih odvodov obe krivulji razdelimo v pet obdobj, kar sovпада z razdelitvijo hidratacijskega procesa glede na ugotovitve drugih avtorjev ((Schindler, 2002), (Van Breugel, 1991)). Analiza vpliva posameznih obravnavanih parametrov sestave cementnih past in pogojev

okolja je pokazala, da tako metoda USWT kot tudi USWR pravilno upoštevata vpliv posameznih parametrov na razvoj hidratacijskega procesa oziroma formiranja strukture cementnih past med hidratacijskim procesom (Trtnik, 2009).

4.2 Diagrami v_p - dr

Slika 2 prikazuje neposredno primerjavo med vrednostmi v_p in dr v določenem času za cementno pasto C1035, pri čemer so označene tudi vse omenjene prevojne točke. Izkaže se, da je oblika krivulje v_p - dr podobna za vse cementne paste, ni pa enolična, kar nakazuje, da sta oba tipa ultrazvočnega valovanja različno občutljiva na posamezne parametre sestave cementnih past in pogojev okolja (Trtnik, 2009). V vseh primerih je zvezo v_p - dr možno zadovoljivo aproksimirati z enostavnim trilinearnim diagramom (slika 2b).

4.3 Ocena začetka vezanja cementne paste

Začetni čas vezanja posameznih cementnih past t_{zV} je bil najprej določen v skladu s

standardno Vicatovo metodo. Pričakovano je bil čas t_{zV} krajši v primeru nižjega razmerja v/c , večje finosti mletja cementa, večje količine minerala C_3A v cementnem klinkerju, višje temperature okolice in v primeru uporabe cementa CEM I 52,5 R. V nadaljevanju je bila opravljena korelacija med prodorom Vicatove igle (dV) s časom ter krivuljami v_p - t , dr - t in v_p - dr .

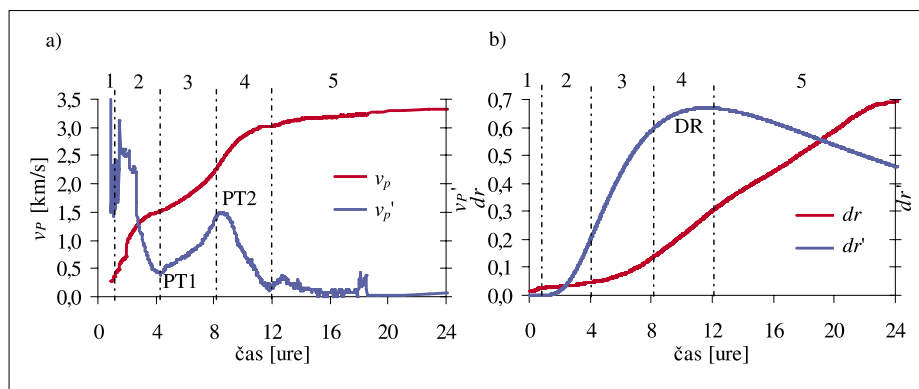
4.3.1 Metoda USWT

Slika 3 prikazuje vpliv razmerja v/c , temperature okolice, vrste cementa, finosti mletja cementa in deleža minerala C_3A v sestavi portlandsko cementnega klinkerja na časovni interval začetka vezanja t_{zV} , čas pojava prve prevojne točke na krivulji v_p - t t_{PT1} in čas t_v pri katerem hitrost prehoda vzdolžnih UZ-valov doseže vrednost hitrosti skozi vodo ($v_p = 1430$ m/s). Vidno je, da časa t_{PT1} in t_v zelo dobro sovpadata s časovnim intervalom t_{zV} . Vrednosti posameznih omenjenih karakterističnih točk so prikazane v preglednici 3, pri čemer oznake $v_{p,3}$, $v_{p,9}$ in $v_{p,PT1}$ predstavljajo vrednosti hitrosti prehoda vzdolžnih UZ-valov skozi cementne paste pri časih $t_{dV} = 3$, $t_{dV} = 9$ in t_{PT1} .

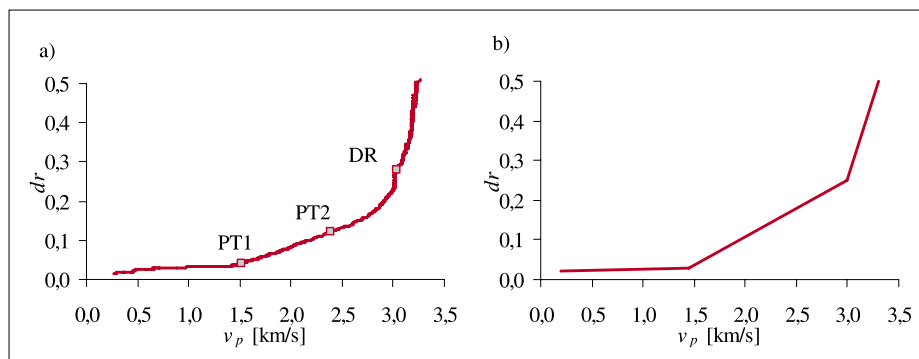
Na osnovi prikazanih ugotovitev lahko torej začetek vezanja poljubne cementne paste definiramo s časom pojava prve prevojne točke na krivulji v_p - t . Alternativno lahko začetek vezanja poljubne cementne paste zadovoljivo ocenimo s časom, pri katerem vrednost hitrosti prehoda vzdolžnih UZ-valov doseže vrednost hitrosti v_p skozi vodo (1430 m/s).

4.3.2 Metoda USWR

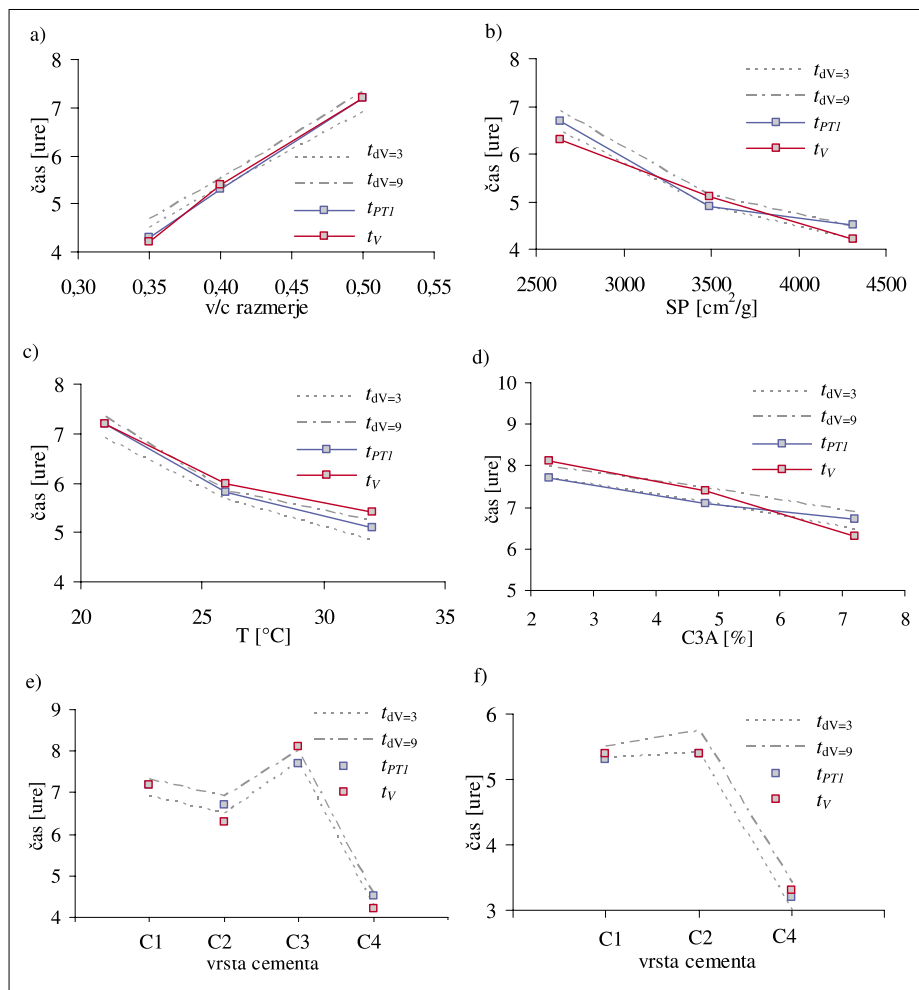
V nadaljevanju je bila analizirana možnost ocene začetka vezanja poljubne cementne paste z metodo odboja strižnih UZ-valov. Ker je v splošnem opazna hipna sprememba oziroma skok vrednosti koeficienta dr na samem začetku merjenja, je bil pri korelaciji med d_v - t in dr - t uporabljen relativni potek krivulje dr - t . Preglednica 4 prikazuje karakteristične podatke za vse analizirane cementne paste. Podobno kot v primeru korelacije d_v - t in v_p - t tudi v tem primeru oznaki dr_3 in dr_9 pomenita vrednosti strižnega odbojnega koeficienta dr pri časih $t_{dV} = 3$ in $t_{dV} = 9$. Povprečna vrednost strižnega odbojnega koeficienta dr_3 za vse analizirane cementne paste je znašala $dr_3 = 0,0452$, povprečna vrednost strižnega odbojnega koeficienta dr_9 pa $dr_9 = 0,0513$. Opazimo lahko, da se je z višanjem temperature okolice, ki ji je bila cementna pasta izpostavljena med procesom hidratacije, vred-



Slika 1 • Tipični obliki krivulj v_p - t (a) in dr - t (b) in njihovih odvodov



Slika 2 • Tipična oblika krivulje v_p - dr (a) in poenostavljen diagram zveze v_p - dr (b)



Slika 3 • Vpliv obravnavanih parametrov na vrednosti t_{zv} , t_{PT} in t_V : a) vpliv razmerja v/c, b) vpliv finosti mletja cementa, c) vpliv temperature okolice, d) vpliv deleža C_3A , e) vpliv vrste cementa (v/c = 0,50), f) vpliv vrste cementa (v/c = 0,40)

oznaka mešanice	karakteristične točke (ure)				vrednost v_p (m/s)		
	$t_{dV=3}$	$t_{dV=9}$	t_{PT}	t_V	v_{p3}	v_{p9}	$v_{p,PT9}$
C1035	4,5	4,7	4,3	4,2	1510	1520	1490
C1040	5,3	5,5	5,3	5,4	1420	1435	1420
C1050, C1, CT21	6,9	7,3	7,2	7,2	1390	1450	1430
C2, CF1, CC3A1	6,5	6,9	6,7	6,3	1498	1550	1520
C3, CC3A2	7,8	8,0	7,7	8,1	1380	1410	1370
C4, CF2	4,3	4,5	4,5	4,2	1450	1454	1450
CT26	5,7	5,8	5,8	6,0	1320	1350	1320
CT32	4,8	5,3	5,1	5,4	1280	1390	1350
CF3	4,9	5,2	4,9	5,1	1400	1450	1400
CC3A3	7,2	7,5	7,1	7,4	1380	1440	1370
C2040	5,4	5,8	5,4	5,4	1440	1480	1440
C4040	3,0	3,4	3,2	3,3	1350	1480	1410

Preglednica 3 • Karakteristični podatki za analizirane cementne paste – metoda USWT

nost strižnega odbojnega koeficienta dr_3 in dr_9 povečevala. V skladu z rezultati, prikazanimi v preglednici 4, lahko začetni čas vezanja cementne paste približno ocenimo kot čas, pri katerem sprememba vrednosti strižnega odbojnega koeficienta dr znaša med 0,0350 in 0,0650.

oznaka mešanice	začetni čas vezanja (ure)		vrednost dr	
	$t_{dV=3}$	$t_{dV=9}$	dr_3	dr_9
C1030	3,0	3,3	0,040	0,042
C1035	4,5	4,7	0,044	0,045
C1040	5,3	5,5	0,032	0,036
C1050	6,9	7,3	0,035	0,040
C1060	8,3	9,0	0,049	0,057
C1065	8,7	9,6	0,044	0,054
C2	6,5	6,9	0,065	0,075
C3	7,8	8,0	0,036	0,038
C4	4,3	4,5	0,040	0,046
CT11	8,5	9,2	0,033	0,035
CT26	5,7	5,8	0,065	0,068
CT32	4,8	5,3	0,066	0,083
CT11060	9,5	10,8	0,030	0,039
CT26060	6,8	7,2	0,057	0,065
CT32060	5,5	5,7	0,055	0,065
CF3	4,9	5,2	0,047	0,052
CC3A3	7,2	7,5	0,056	0,061
C2040	5,4	5,8	0,043	0,044
C3040	6,6	6,9	0,040	0,044
C4040	3,0	3,4	0,032	0,042

Preglednica 4 • Karakteristični podatki za analizirane cementne paste – metoda USWR

4.3.3 Kombinacija USWT – USWR

S slike 2 je razvidno, da lahko posamezne krivulje v_p - dr smiselno razdelimo na tri območja (Trtnik, 2009). Prva točka na krivuljah v_p - dr predstavlja vrednost hitrosti prehoda vzdolžnih UZ-valov in strižnega odbojnega koeficienta pri začetnem času vezanja t_{zv} , določenem s standardno Vicatovo metodo. Čas t_{zv} je določen v skladu z enačbo:

$$t_{zv} = \frac{t_{dV=3} + t_{dV=9}}{2}. \quad (1)$$

Izkaže se, da ta točka v vseh primerih dobro sovпада s koncem prvega območja na krivuljah $v_p \cdot dr$ (Trtnik, 2009). S kombinacijo metode prehoda vzdolžnih ultrazvočnih valov in metode odboja strižnih ultrazvočnih valov lahko torej začetek vezanja poljubne cementne paste enostavno definiramo s koncem prvega linearnega območja na krivulji $v_p \cdot dr$, ki sovпада s časoma t_{PTI} in t_v ter s časom, pri katerem začne vrednost strižnega odbojnega koeficienta dr intenzivno naraščati.

4.4 Ocena začetka vezanja betonske mešanice

Začetni čas vezanja posameznih betonskih mešanic $t_{z,p}$ je bil najprej določen v skladu s standardno metodo prodora. Pričakovano je bil čas $t_{z,p}$ krajši v primeru nižjega razmerja v/c in v primeru uporabe cementa CEM I 52,5 R. Količina in vrsta agregata v betonu nista bistveno vplivali na čas $t_{z,p}$. V nadaljevanju je bila opravljena korelacija med prodorom igle (d_p) s časom ter krivuljami $v_p \cdot t$.

oznaka mešanice	karakteristične točke (ure)		$v_{p,BZ}$ (m/s)
	$t_{z,p}$	$t_{p,TB}$	
B4C1054	4,6	4,7	910
B4C1048	4,2	4,1	1106
B4C1065	5,3	5,4	1065
B4C2054	5,6	5,6	780
B4C3054	5,7	5,8	930
B4C4054	2,6	2,7	1080
B4C1KA2	5,1	5,0	850
B4C1KA3	4,8	4,9	1130
B4C1AG2	4,7	4,8	930

Preglednica 5 • Karakteristični podatki za analizirane betonske mešanice – metoda USWT

Izkaže se, da začne hitrost v_p naraščati približno takrat, ko se pri betonskih mešanicah začne pojavljati odpornost proti prodoru igle v betonsko strukturo ((Robeyst s sodelavci, 2008), (Trtnik, 2009)). Preglednica 5 prikazuje čase karakterističnih točk in vrednosti hitrosti prehoda v_p pri času začetka vezanja ($v_{p,BZ}$) betonskih mešanic. Z oznako $t_{p,TB}$ je označen čas pojava prve prevojne točke na krivulji $v_p \cdot t$ v primeru betonskih mešanic. Podobno kot v primeru čistih cementnih past tudi v primeru betonskih mešanic začetni čas vezanja betona $t_{z,p}$ precej dobro sovпада s časom prevojne točke $t_{p,TB}$ na krivulji $v_p \cdot t$. Povprečna vrednost hitrosti $v_{p,BZ}$ znaša $v_{p,BZ}' = 976$ m/s, kar se zelo dobro ujema z ugotovitvami nekaterih drugih raziskovalcev ((Reinhardt in Grosse, 2003, 2004), (Lee s sodelavci, 2004), (Voigt s sodelavci, 2005), (Robeyst s sodelavci, 2008)), ki so opravili prve poskuse korelacije vezanja betona s hitrostjo prehoda vzdolžnih UZ-valov skozi beton.

5 • ANALIZA PONOVLJIVOSTI UPORABLJENIH UZ-METOD IN ZANESLJIVOSTI OCENE ZAČETKA VEZANJA CEMENTNIH PAST

5.1 Metoda USWR

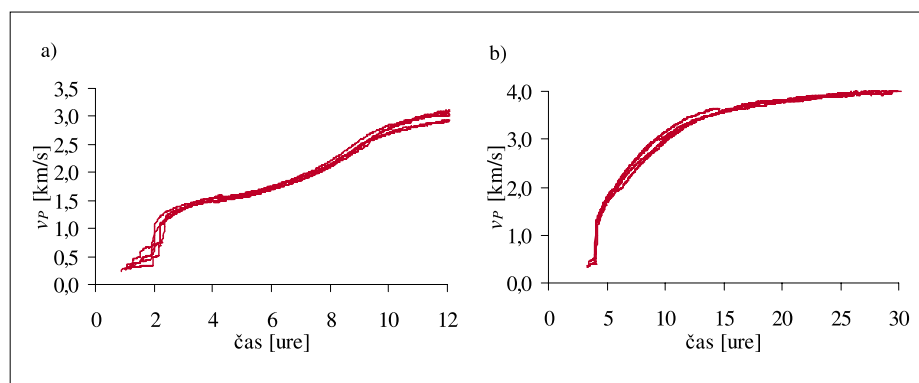
Natančnost in zanesljivost instrumenta USWR-4 je predstavil (Valič, 2000). Med testiranjem je instrument izmeril približno 10^8 vrednosti brez napake, odstopanja merjenja odbojnega koeficienta dr pa so bila manjša od 0,5 %, in so se povečevala z manjšanjem vrednosti dr . Stabilnost instrumenta je bila izmerjena s 24-urnim merjenjem odbojnega koeficienta dr_{zrak} na stiku med merilno sondo in zrakom. Pri tem so bila odstopanja manjša od 0,2 %/24 h. Vpliv temperature merilne sonde na točnost meritev je bil določen z merjenjem odbojnega koeficienta dr_{zrak} pri različnih temperaturah okolice (20–60 °C) in je znašal $-0,2 \text{ \%}/^{\circ}\text{C}$.

Ponovljivost merjenja strižnega odbojnega koeficienta $dr(t)$ je bila določena z večkratnimi merjenji odbojnega koeficienta pri enakih mešanicah in enakih pogojih okolice. Posamezne krivulje $dr \cdot t$ so bile v vseh primerih praktično identične.

5.2 Metoda USWT

Slika 4 prikazuje razvoj hitrosti prehoda vzdolžnih UZ-valov s časom skozi 7 enakih

cementnih past (slika 4a) in 4 enake betonske mešanice z maksimalnim zrnom agregata 4 mm (slika 4b). Razvidno je, da je potek krivulj $v_p \cdot t$ precej podoben. V primeru cementnih past so nekoliko večja odstopanja opazna le na samem začetku merjenja, kar je po vsej verjetnosti posledica malenkostnih razlik pri namestitvi samih merilnih sond in dejstva, da je metoda USWT zelo občutljiva na vrednosti v_p na samem začetku merjenja (Robeyst s sodelavci, 2008).



Slika 4 • Ponovljivost metode USWT v primeru cementnih past (a) in betonskih mešanic (b)

5.3 Zanesljivost ocene začetka vezanja cementnih past z metodo USWT

5.3.1 Splošno

Za kontrolo zanesljivosti ocene začetka vezanja poljubne cementne paste z metodo USWT so bile meritve za določene cementne paste izvedene večkrat. Poleg sedmih ponovitev na cementni pasti C1035 (poglavje 5.2) so bile po štiri ponovitve opravljene še na cementnih pastah C2 in C4. Cementni pasti C2 in C4 sta bili izbrani na osnovi časa začetka vezanja $t_{z,v}$ določenega s standardno Vicatovo metodo, pri čemer je čas $t_{z,v}$ za cementno pasto C4 precej podoben času $t_{z,v}$ za cementno pasto C1035, čas $t_{z,v}$ za cementno pasto C2 pa

precej daljši od časa t_{zv} cementne paste C1035 (preglednica 3). Preglednica 6 prikazuje karakteristične vrednosti za vse cementne paste, uporabljene v okviru analize zanesljivosti določitve začetnega časa vezanja na osnovi metode USWT.

oznaka mešanice	t_{pT} (ure)	t_v (ure)
C1035/1	4,3	4,2
C1035/2	4,2	4,1
C1035/3	4,3	3,8
C1035/4	4,3	4,1
C1035/5	4,5	4,2
C1035/6	4,5	4,1
C1035/7	4,4	4,1
C2/1	6,6	6,4
C2/2	6,9	6,2
C2/3	6,7	6,3
C2/4	6,9	6,3
C3/1	4,5	4,2
C3/2	4,5	4,2
C3/3	4,4	4,2
C3/4	4,5	4,4

Preglednica 6 • Analiza natančnosti metode prehoda vzdolžnih UZ-valov za oceno začetka vezanja cementnih past

5.3.2 Analiza variance

Statistična analiza zanesljivosti ocene začetnega časa vezanja z metodo USWT je bila izvedena z analizo variance. Z analizo variance ugotavljamo, kako ena ali več spremenljivk oziroma faktorjev (sestava cementne paste) vpliva na slučajno spremenljivko (časa t_{pT} in t_v). Vzorec smiselno razvrstimo v razrede in definiramo ničelno in alternativno domnevo. V tem primeru sta bili ničelna (H_0) in alternativna (H_1) domneva definirani kot:

H_0 : $\alpha_i = 0$ za vse $i = 1 \dots \alpha$ – struktura cementne paste ne vpliva na začetni čas vezanja;

H_1 : $\alpha_i \neq 0$ za vsaj en $i = 1 \dots \alpha$ – struktura cementne paste vpliva na začetni čas vezanja.

Rezultat analize variance je preglednica ANOVA, ničelno domnevo pa preizkusimo s statistiko F , ki se porazdeljuje po porazdelitvi F . Podrobnejši opis postopka analize variance je prikazan v (Turk, 2008).

5.3.3 Rezultati analize variance

Analiza variance je bila izvedena za spremenljivki t_{pT} in t_v , pri čemer sta bila pri vsaki spremenljivki uporabljena po dva primera vzorca. V prvem primeru je bila opravljena analiza za celoten vzorec spremenljivk t_{pT} in t_v v drugem

primeru pa le za vzorec spremenljivk t_{pT} in t_v za pasti C1035 in C4, katerih vrednosti so si precej podobne, kar predstavlja najbolj neugodno izbiro vzorca.

Preglednica 7 predstavlja preglednico ANOVA za celoten vzorec vrednosti t_{pT} iz preglednice 6, pri čemer je bila kritična vrednost statistike F (F_{krit}) določena za 1 % tveganja in znaša $F_{krit} = 6,9266$. Statistika F je v tem primeru znašala $F = 653,9061$ in je torej bistveno večja od vrednosti F_{krit} , kar pomeni, da ničelno hipotezo zavrnemo in trdimo, da je vpliv faktorja na spremenljivko t_{pT} statistično značilen s tveganjem, ki je bistveno nižje od 1 %, oziroma da struktura cementne paste statistično značilno vpliva na čas vezanja t_{pT} .

V primeru, ko je bila analiza variance opravljena le za cementne paste iz vzorcev C1035 in C4, je vrednost statistike F večja od vrednosti F_{krit} za stopnjo tveganja 9 %, kar pomeni, da je bil v tem primeru vpliv strukture cementne paste na spremenljivko t_{pT} statistično značilen s tveganjem 9 %.

Podobna analiza je bila opravljena tudi za spremenljivko t_v , pri čemer je bil v primeru analize celotnega vzorca vrednosti t_v iz preglednice 6 vpliv strukture cementne paste na čas t_v statistično značilen s tveganjem, manjšim od 1 %, v primeru analize vrednosti za vzorca C1035 in C4 pa s tveganjem 7 %.

vir odstopanj	vsota kvadratov	prostostne stopnje	povprečni kvadrati	statistika F
A	16,5812	2	8,2906	653,9061
E	0,1521	12	0,0127	
T	16,7333	14		

Preglednica 7 • Preglednica ANOVA – celoten vzorec t_{pT}

6 • SKLEP

V prispevku je prikazana možnost uporabe metode prehoda vzdolžnih UZ-valov in metode odboja strižnih UZ-valov za oceno začetka vezanja materialov s cementnim vezivom. Začetek vezanja poljubne cementne paste lahko dovolj zanesljivo ocenimo s časom, ki pripada prvi prevojni točki na krivulji časovnega naraščanja hitrosti prehoda vzdolžnih UZ-valov skozi cementno pasto. Ta čas se pojavi približno takrat, ko vrednost hitrosti v_p doseže vrednost hitrosti v_p skozi vodo (1430 m/s). Tako lahko začetni čas vezanja poljubne cementne paste enostavno

ocenimo kot čas, pri katerem hitrost prehoda vzdolžnih UZ-valov znaša med 1400 m/s in 1450 m/s. Tako metoda prehoda vzdolžnih UZ-valov kot metoda odboja strižnih UZ-valov sta pokazali veliko stopnjo ponovljivosti, kar je pomembna karakteristika vsake uporabne eksperimentalne metode. Statistična analiza zanesljivosti ocene začetka vezanja poljubne cementne paste na osnovi časov t_{pT} in t_v je bila izvedena z analizo variance. Rezultati so pokazali, da je vpliv strukture cementne paste na časa t_{pT} in t_v statistično značilen s tveganjem, ki je nižje od 1 %.

V skladu z rezultati, prikazanimi v tem članku, lahko začetni čas vezanja poljubne cementne paste približno ocenimo kot čas, pri katerem velikost spremembe strižnega odbojnega koeficienta dr znaša med 0,035 in 0,0650, oziroma s časom, pri katerem začne vrednost dr intenzivno naraščati.

Pri uporabi kombinirane UZ-metode (USWT – USWR) lahko začetek vezanja poljubne cementne paste ocenimo s koncem prvega linearne območja na krivulji v_p-dr .

Analiza uporabe metode prehoda vzdolžnih UZ-valov za oceno vezanja različnih betonskih mešanic je pokazala, da lahko, podobno kot v primeru čistih cementnih past, tudi začetek vezanja betona dobro ocenimo s časom pojava prve prevojne točke na krivulji v_p-t .

7 • ZAHVALA

Ta članek je del raziskovalnega projekta, št. 3211-05-000556, ki ga je finančno podpiralo Ministrstvo za visoko šolstvo, znanost in tehnologijo Republike Slovenije. Za podporo se iskreno zahvaljujem.

8 • LITERATURA

- ASTM C 403-88, standard test method for Time of Setting of Concrete Mixtures by Penetration Resistance, American society for testing and materials, 1988.
- Chotard, T., Gimet-Brert, N., Smith, A., Fargeto, D., Bonnet, J. P., Gault, C., Application of ultrasonic testing to describe the hydration of calcium aluminate cement at the early age. *Cement and Concrete Research*, letnik 31, 3, str. 405–412, 2001.
- Grosse, C. U., Reinhardt, H. W., New developments in quality control of concrete using ultrasound, *International Symposium on Non-Destructive testing in Civil Engineering*, Berlin, september, 2003.
- Lee, H. K., Lee, K. M., Kim, Y. H., Yim, H., Bae, D. B., Ultrasonic in-situ monitoring of setting process of high-performance concrete, *Cement and Concrete Research*, letnik 34, 4, str. 631–640, 2004.
- Rapoport, J. R., Popovics, J. S., Subramaniam, K. V., Shah, S. P., Using ultrasound to monitor stiffening process of concrete with admixtures, *ACI Materials Journal*, letnik 97, 6, str. 675–683, 2000.
- Reinhardt, H. W., Grosse, C. U., Continuous monitoring of setting and hardening of mortar and concrete, *Construction and Building Materials*, letnik 18, 3, str. 145–154, 2004.
- Robeyst, N., Gruyaert, E., Grosse, C. U., De Belie, N., Monitoring the setting of concrete containing blast-furnace slag by measuring the ultrasonic p-wave velocity, *Cement and Concrete Research*, letnik 38, 10, str. 1169–1176, 2008.
- Schindler, A. K., Dossey, T., McCullough, B. F., Temperature control during construction to improve the long term performance of portland cement concrete pavements, Texas Department of Transportation, Research project No. 0-1700-2, Austin, The University of Texas at Austin, 2002.
- SIST EN 196-3: 2005, Metode preskušanja cementa – 3. del, Določanje časa vezanja in prostorninske obstojnosti, april, 2005.
- Trtnik, G., Uporaba ultrazvočne metode za analizo vezanja in strjevanja betona, *Doktorska disertacija*, Ljubljana, 2009.
- Trtnik, G., Turk, G., Kavčič, F., Bokan-Bosiljkov, V., Possibilities of using the ultrasonic wave transmission method to estimate initial setting time of cement paste, *Cement and Concrete Research*, letnik 38, 11, str. 1336–1342, 2008.
- Turk, G., Verjetnostni račun in statistika, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo, Ljubljana, 2008.
- Valič, M. I., Hydration of cementitious materials by pulse echo USWR. Method, apparatus and application examples, *Cement and Concrete Research*, letnik 30, 10, str. 1633–1640, 2000.
- Valič, M. I., Stepišnik, J., Gabrijelčič, M., Vuk, T., Reščič, L., Setting time measurements of portland cements with pulsed USWR method, *Kovine, Zlitrine, Tehnologije*, letnik 33, 1-2: 83–86, 1998.
- Van Breugel, K., Simulation of hydration and formation of structure of hardening cement-based materials, *Doktorska disertacija*, Tehnična univerza Delft, Delft, 1991.
- Voigt, T., Grosse, C. U., Sun, Z., Shah, S. P., Reinhardt, H. W., Comparison of ultrasonic wave transmission and reflection measurements with P- and S-waves on early age mortar and concrete, *Materials and Structures*, letnik 38, str. 729–738, 2005.