# OŠETROVANIE ČERSTVÉHO BETÓNU – 10. VNÚTORNÉ OŠETROVANIE A ELEKTRICKÉ CHARAKTERISTIKY BETÓNU CONCRETE CURING – 10. INTERNAL CURING AND ELECTRICAL CHARACTERISTICS OF CONCRETE

#### Peter Briatka, Peter Makýš

Vo viacerých článkoch tohto cyklu sme sa venovali vnútornému ošetrovaniu (IC). Väčšina z nich sa v rámci vnútorného ošetrovania zamerala na použitie ľahkého kameniva (LWA). V článkoch sa popísal princíp fungovania IC [32, 33], spôsob návrhu [34, 35] a charakteristiky LWA determinujúce jeho vhodnosť pre IC [37]. Neskôr sa pristúpilo k rôznemu overovaniu pôsobenia IC v maltách a betónoch [36, 38, 39]. V tomto pokračovaní cyklu dokumentujeme pôsobenie IC vo vzorkách mált pomocou merania elektrických charakteristík, ktoré sú primárne ovplyvnené vlhkosťou cementového tmelu (množstvom pórového roztoku) a koncentráciami iónov. In several of the previous papers of this series, we were dealing with internal curing (IC). Most of them, within the frame of internal curing, were focused on use of lightweight aggregate (LWA). In the papers, there was described a principle of IC [32, 33], a designing procedure [34, 35] and LWA characteristics determining its fitness for IC [37]. Later, we proceed with various verifying of IC action in mortars and concretes [36, 38, 39]. In this episode of the series, we document an action of IC in mortar samples by measuring of electrical characteristics which are primarily affected by moisture of the cement paste (amount of pore solution) and ions' concentrations.

Meranie elektrických charakteristík sa navrhlo ako metóda hodnotenia účinnosti IC použitím LWA. Metóda mala poskytnúť kvalitatívny obraz o priebehu i stave hydratácie a súvisiacich reologických vlastnostiach – zrelosť betónu, stupeň hydratácie, množstvo pórového roztoku a celková vlhkosť cementového tmelu. Vychádzalo sa z predpokladu priameho vplyvu IC na dostupnosť vlhkosti pre priebeh hydratácie a tým aj množstvo pórového roztoku.

Zjednodušený predpokladaný priebeh meraných elektrických charakteristík zachytáva obr. 1. V prvých hodinách veku, po rozpustení povrchu zŕn cementu za vzniku pórového roztoku, keď dochádza k pozvoľnému vyzrážaniu CSH gélu, sa odpor cementového tmelu ustáli a zostáva určitú dobu (počas tuhnutia) konštantný. Postupne, ako cementový tmel tuhne a tvrdne (s klesajúcou koncentráciou vodivostných iónov v pórovom roztoku), sa elektrický odpor zvyšuje. Zvyšo-



vanie elektrického odporu je dané vytváraním pevných väzieb, čo súvisí so zmenou stavu fyzikálne viazanej (voľnej) vody na vodu chemicky viazanú. Zmena množstva fyzikálne viazanej vody v cementovom tmele (napr. formou vnútorného ošetrovania) sa predpokladane mala prejaviť na elektrických charakteristikách cementového tmelu – napr.: elektrický odpor, rezistivita alebo konduktivita.

# **TEORETICKÉ ZÁKLADY**

Známymi elektrickými charakteristikami, ktorých vzťah k dynamickému systému cementu reagujúceho s vodou je kvalitatívne popísaný, sú merný elektrický odpor (rezistivita)  $\rho$  [ $\Omega$ m] a jeho obrátená hodnota, merná elektrická vodivosť (konduktivita)  $\sigma$  [S/m]. Tieto charakteristiky možno za istých okolností, ak sa dodržia presné postupy skúšok a skúšky tak budú reprodukovateľné, pretransformovať do absolútneho vyjadrenia napríklad elektrického odporu *R* [ $\Omega$ ].

Teóriou elektrických charakteristík cementového tmelu, ich meraním a vyhodnocovaním sa v rôznych výskumných úlohách a vedeckých článkoch venovalo viacero autorov [9, 10, 11, 12]. Aj ich pričinením je dnes známe, že s rastúcim vekom cementového tmelu (rastúcim stupňom hydratácie  $\alpha$ ) dochádza ku znižovaniu pórovitosti, a tým k poklesu elektrickej vodivosti [10].

Princíp merania elektrickej vodivosti spočíva v meraní prechádzajúceho prúdu / [A] cez cementový tmel, do ktorého sú umiestnené dve kovové elektródy pripojené na zdroj konštantného napätia U [V]. Dve elektródy prútového tvaru (vždy rovnakej dĺžky) sú umiestnené vždy v rovnakej vzájomnej vzdialenosti. Prechádzajúci elektrický prúd sa v čase mení, čo indikuje zmenu vodivosti (konduktivity) cementového tmelu. Aktuálna konduktivita o [S/m] cementového tmelu sa vypočíta podľa vzťahu (1), kde l [m] je vzdialenosť elektród a A [m<sup>2</sup>] je plocha, cez ktorú medzi elektródami preteká elektrický prúd. Vzhľadom na to, že elektródy majú tvar líniových vodičov a stanovenie efektívnej plochy A sa potýka s problémami nerovnomernej intenzity elektrického toku a rozmernosti prostredia, pristupuje sa ku zjednodušeniu vzťahu. Tým je nahradenie prvého zlomku konštantou. Táto konštanta G [m] sa získa kalibrovaním meracej sústavy na prostredí (látke) so známou konduktivitou. Takouto látkou je napr. voda s teplotou 18 °C, ktorej konduktivitu je možné jednoducho odvodiť, podľa vzťahu (2), zo známej rezistivity 2,27.10<sup>5</sup>  $\Omega$ m [16]. Dosadením  $\sigma_{W}$  a nameraných hodnôt napätia U = 14,04 V a priemerného prúdu / 8,23 mA do vzťahu (1) sa získa konštanta  $G = 7,51.10^{-3} m.$ 

$$\sigma = \frac{l}{A} \cdot \frac{l}{U} = G \cdot \frac{l}{U} = 7,51.10^{-3} \cdot \frac{l}{U} \qquad [S/m] \tag{1}$$

$$\sigma_W = \frac{1}{\rho_W} = 4,405.10^{-6}$$
 [S/m] (2)

Vo vzorke je z hľadiska konduktivity rozhodujúca zložka tuhnúci a tvrdnúci cementový tmel (kamenivo sa v čase nemení). V cementovom tmele prispieva k toku elektrického prúdu zásadne len pórový roztok [10]. Elektrický prúd sa v cementovom tmele prenáša prostredníctvom iónov. Je preto zrejmé, že vodivosť cementového tmelu je nelineárnou funkciou koncentrácie iónov c, ich nábojom z a ekvivalentnou iónovou vodivosťou  $\lambda$ , podľa vzťahu (3) [9,10].

$$\boldsymbol{\sigma} = f \sum_{i} \left( c_{j}, \left| \boldsymbol{z}_{j} \right|, \boldsymbol{\lambda}_{j} \right) \qquad [S/m] \tag{3}$$

Ekvivalentná iónová vodivosť λ je funkciu teploty a narastá o cca 1,5 až 2,5 % s každým kladným 1 °C teploty pórového roztoku, čo s najväčšou pravdepodobnosťou súvisí s klesajúcou viskozitou [17]. lóny prítomné v pórovom roztoku sa dajú predpokladať z chemického zloženia portlandského cementu (6C<sub>3</sub>S, 2C<sub>2</sub>S, 2C<sub>3</sub>A a C<sub>4</sub>AF) a reakcií prebiehajúcich počas hydratácie – vzniku CSH gélu, vzťah (4) a (5), kde H označuje H<sub>2</sub>O a CH značí Ca(OH)<sub>2</sub>.

$$3C_3S + 6H \rightarrow C_3S_2H_3 + 3CH \tag{4}$$

$$2C_3S + 4H \to C_3S_2H_3 + CH \tag{5}$$

Hydratácia cementu sa môže rozdeliť do piatich fáz (obr. 2) - predindukcia (II), indukcia (I), akcelerácia (III), spomalenie (IV) a difúzia (V) [18,19]. Predindukcia sa začína prakticky ihneď po zmiešaní cementu s vodou a trvá niekoľko málo desiatok minút pokiaľ sa vápenaté (Ca) a hydroxidové ióny rozpúšťajú v roztoku. V indukčnej (latentnej) fáze dochádza k pozvoľnému vyzrážaniu CSH gélu, zatiaľ čo koncentrácia Ca<sup>2+</sup> a OH<sup>-</sup> pomaly rastie. Na začiatku akceleračnej fázy dosiahne Ca2+ úplnú saturáciu a začínajú prvé reakcie hydratácie – kryštalizácia Ca(OH)<sub>2</sub> a ukladanie CSH gélu v póroch. Počas formovania štruktúry sa znižuje pórovitosť a klesá množstvo dostupnej vody, čo vedie k spomaleniu hydratácie (fáza IV), a ktoré za určitých okolností môže viesť až k jej zastaveniu. V bežných podmienkach fáza III začína cca 3 h po zamiešaní a fáza V nastupuje cca po 24 h. Identifikovateľnosť rozhrania medzi fázou III a IV je závislá od vodného súčiniteľa.

Z uvedeného je zrejmé, že pre vodivosť cementového tmelu sú rozhodujúce ióny Ca<sup>2+</sup> a OH<sup>-</sup> (najmä OH<sup>-</sup>) [9]. V pórovom roztoku však možno nájsť aj ióny Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> a SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>. Koncentrácie iónov Ca2+ a SO42- so začiatkom hydratácie pomaly klesajú, zatiaľ čo koncentrácie Na+, K+ a OH- pomaly stúpajú [20 až 23]. Obzvlášť vo veku viac ako 24 h sa vďaka vysokému podielu iónov K+ tieto významne podieľajú na cel-

40 35 1.2 Konduktivita [S/m] [cplota [°C] 30 25 0.4 IV v 111 20 0.0 05 10 15 20 Čas [h]

kovej vodivosti cementového tmelu, a to i napriek približne tretinovej ekvivalentnej vodivosti v porovnaní s OH<sup>-</sup> [9]. Koncentrácie hlavných vodivostných iónov v pórovom roztoku, v CSH géle a neskôr v cementovom kameni nie sú konštantné [23]. Rozhodne preto nie je možné predpokladať, že vodivosť systému na báze cementu bude konštantná.

Zistilo sa, že vodivosť cementového tmelu ovplyvňujú dva činitele. Prvým je množstvo pórového roztoku (dané voľnou, resp. zámesovou vodou). Druhým je koncentrácia vodivostných iónov (napr. OH<sup>-</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup> alebo K<sup>+</sup>) [12]. Elektrická vodivosť tekutej fázy (pórového roztoku) sa v závislosti od koncentrácie iónov mení v rozsahu cca 1 až 20 S/m. Elektrická vodivosť betónu (teda systému s pevnou i tekutou fázou) je daná najmä zastúpením tekutej fázy v systéme a nadobúda hodnoty, ktoré klesajú rádovo k 1.10<sup>-9</sup> S/m, zatiaľ čo (pre porovnanie) konduktivita vzduchu sa pohybuje v okolí 1.10<sup>-15</sup> S/m [24, 25]. Aktuálny stav resp. zmeny v elektrickej vodivosti tuhnúceho a tvrdnúceho cementového tmelu formálne popisuje vzťah (6). Tento je modifikáciou závislosti konduktivity betónu od konduktivity pórového roztoku, pričom rešpektuje zmenu pomerov objemu tekutej a pevnej fázy, čiže stav či stupeň hydratácie. Vo vzťahu vystupuje konduktivita betónu  $\sigma$  [S/m], konduktivita pórového roztoku  $\sigma_{\rm PS}$  [S/m], objemový podiel množstva pórového roztoku  $\varphi_{\rm PS}$  [-] a parameter zohľadňujúci prepojenie, efektívnu dĺžku a veľkosť pórov (kapilár) v cementovom tmele  $\beta$  [-] [12, 26, 27].

$$\sigma = \sigma_{PS} \cdot \varphi_{PS} \cdot \beta \qquad [S/m] \qquad (6)$$

Vnútorné ošetrovanie koncentráciu vodivostných iónov neovplyvní pretože nezvyšuje vodný súčiniteľ a pôsobiť nezačne skôr, ako dôjde k poklesu relatívnej vlhkosti (RH). Absolútne množstvo pórového roztoku taktiež neovplyvní, no zabezpečí vodu potrebnú pre hydratáciu, a teda saturáciu pórov po dlhšiu dobu, čím teda mení  $\varphi_{\rm PS}$ , vzťah (6). Na základe výsledkov merania desorpcie [37] sa predikovala účinnosť (efekt zvýšenej vodivosti) v závislosti od w/c (ovplyvňuje čas zvýšenej intenzity samovysychania), a to rádovo vo veku 18 h.

#### POUŽITÉ MATERIÁLY

Pre skúšky sa použil portlandský cement CEM I 42,5 N s mernou hmotnosťou 3 077 kg/m3. Chemické zmrašťovanie použitého cementu bolo 7 % a jemnosť stanovená podľa Blaina 344,77 m<sup>2</sup>/kg. Začiatok tuhnutia sa podľa STN

Obr. 1 Predpokladaný vývoj elektrického odporu cementového tmelu v čase | Fig. 1 Anticipated development of electrical resistance of the cement paste in time



Obr. 2 Teplotné a vodivostné správanie cementového tmelu pri teplote 25 °C [10] Fig. 2 Thermal and conductivity behaviour of cement paste at 25 °C [10]

# MATERIÁLY A TECHNOLOGIE 📕 MATERIALS AND TECHNOLOGY

Obr. 3 Sada skúšobných telies Fig. 3 Set of testing specimens Obr. 4 Schéma zapojenia a meranie elektrických charakteristík cementového tmelu Fig. 4 Circuit diagram and measurement of electrical characteristics of cement paste



EN 1015-9 stanovil 185,3 min, pričom koniec tuhnutia sa zistil v 254,6 min. Ako plastifikačná prísada (WRA) sa použil superplastifikátor Berament HT2 s účinnou látkou na báze polykarboxylátu.

Ako hutné kamenivo sa použilo prírodné ťažené kamenivo frakcie 0/4 s mernou hmotnosťou a ostatnými vlastnosťami podľa tab. 1. Ako ľahké kamenivo sa s ohľadom na predchádzajúce výskumné úlohy a skúšky použilo LWA s obchodným názvom Liapor, a to vo frakciách 0/4 (M) a 0/1 (D), dávkované vo vzájomnom pomere 3 : 1. Všetky podstatné vlastnosti LWA sú uvedené v tab. 1.

# RECEPTÚRY

Vzorky na meranie elektrických charakteristík tuhnúceho a tvrdnúceho cementového tmelu sa vyrobili s a bez vnútorného ošetrovania (IC). Vzorky bez IC sa označili ako referenčné a obsahovali 0 % LWA. Vzorky s IC sa líšili hmotnostnou dávkou LWA (4; 7; 10 a 13,2 %). Horná medzná dávka 13,2 % sa stanovila na základe návrhu vnútorného ošetrovania [33] ako dávka postačujúca na dokonalé IC tzv. uzavretého systému (sealed system) pri w/c = 0,36. Vzorky sa navzájom líšili aj vodným súčiniteľom w/c (0,3; 0,36 a 0,42) zabezpečujúcimi dosiahnutie stupňa hydratácie  $\alpha$  (0,83; 1 a 1). V každom variante w/c sa použili všetky uvedené dávky LWA, a teda každý variant obsahoval päť vzoriek. Presná receptúra pre každú zámes je uvedená v tab. 2. Jedným z východísk overovania účinnosti IC ľahkým kamenivom pri rôznych w/c bol predpoklad výraznejšieho prejavu vplyvu IC na vodivosť cementového tmelu vo vzorkách, u ktorých sa očakával významný nedostatok voľnej vody na hydratáciu – t.j.  $w/c \leq 0.36$  (obzvlášť 0.3). Nedostatok voľnej vody (spôsobujúci nízku vodivosť cementového tmelu) mal byť nahradený vodou postupne sa uvoľňujúcou z LWA, čo sa malo prejaviť zvýšením konduktivity (resp. znížením elektrického odporu) cementového tmelu v čase účinnosti IC.

Každá samostatná vzorka pozostávala z 8 skúšobných telies. Pre tri sady (varianty *w/c*) a päť možných dávok LWA to činí pätnásť vzoriek, z ktorých každá je reprezentovaná 8 skúšobnými telesami. Celkovo sa teda vyrobilo sto dvadsať skúšobných telies (obr. 3).

#### VÝROBA A KONDICIOVANIE VZORIEK

Pred samotnou výrobou vzoriek sa vykonali pomocné a prípravné procesy. Jedným z nich bola príprava hutného kameniva sušením po dobu  $24 \pm 2$  h pri teplote  $110 \pm 5$  °C (podľa STN EN 1097-6). Vysušené hutné kamenivo sa uloži-

Tab. 1 Vlastnosti použitého hutného a ľahkého kameniva I Tab. 1 Characteristics of used aggregate

and lightweight aggregate

Vlastnosť	Hutné kamenivo	Ľahké kamenivo LWA						
Kamenivo	0/4	0/4 (M)	0/1 (D)					
Merná hmotnosť [kg/m <sup>3</sup> ]	2510	1070	1700					
Sypná hmotnosť [kg/m³]	1630	410	610					
Nasiakavosť [%]	1,8	7,73	4,8					
Medzerovitosť [%]	35,06	61,68	54,12					
Tvarový index [%]								

Pozn.: Tabuľka 1 obsahuje aj kolonku "Tvarový index", ktorý sa ale pre frakcie 0/4 nestanovuje. Tabuľka je prispôsobená prípadnému použitiu aj hrubších frakcií.

Pozn. redakce: tab. 1 a 2 jsou v [38], uvádíme zde pro pohodlí čtenářů Tab. 2Použité receptúryTab. 2Used proportionings

Vhodný	Zložka	Použitá receptúra [kg/m <sup>3</sup> ]				
súčiniteľ (w/c)		Referenčný	4 % LWA	7 % LWA	10 % LWA	13,2 % LWA
0,30	Cement	492,782	485,522	422,404	392,352	360,369
	Voda	184,191	163,549	153,454	143,26	132,276
	Kamenivo 0/4	1705,792	1628,372	1562,750	1490,71	1406,857
	WRA	1,891	1,739	1,625	1,511	1,389
	LWA 0/4 (M)	0,000	46,376	83,464	122,508	166,293
	LWA 0/ (D)	0,000	24,561	44,202	64,88	88,068
0,36	Cement	449,014	412,321	384,872	357,484	328,337
	Voda	198,643	176,341	165,394	154,439	142,461
	Kamenivo 0/4	1706,850	1629,304	1563,588	1491,455	1407,505
	WRA	1,725	1,587	1,483	1,379	1,268
	LWA 0/4 (M)	0,000	46,403	83,509	122,57	166,370
	LWA 0/ (D)	0,000	24,575	44,226	64,912	88,108
0,42	Cement	412,459	378,746	353,526	328,366	301,289
	Voda	210,770	187,072	175,411	163,653	151,005
	Kamenivo 0/4	1707,637	1629,997	1564,211	1491,01	1407,988
	WRA	1,586	1,459	1,363	1,268	1,166
	LWA 0/4 (M)	0,000	46,423	83,542	122,615	166,427
	LWA 0/ (D)	0,000	24,585	44,243	64,936	88,139



lo v plastových uzatvárateľných nádobách tak, aby nedošlo k absorpcii vzdušnej vlhkosti. V prípade výroby vzoriek s IC sa 24 ± 2 h pred miešaním do uzatvárateľnej plastovej nádoby pripravila dávka LWA (v danom pomere) spolu s celkovou dávkou zámesovej a ošetrovacej vody.

Miešanie sa vykonávalo v počítačom riadenej maltárskej miešačke (STN EN 196-1) s užitočným objemom 2,5 dm<sup>3</sup>. Zložky sa dávkovali vždy v rovnakom poradí. Ako prvé sa nadávkovali voda a cement. V prípade nenulovej dávky LWA sa namiesto zámesovej vody pridalo SLWA aj s dekantovanou vodou, do ktorej sa pridala WRA. Po 30 s miešania sa pridalo hutné kamenivo.

Zámes sa po miešaní naplnila do pripravených uzatvárateľných valcových foriem (objemu 33,20 cm<sup>3</sup>) a v závislosti od konzistencie (vyplývajúcej z pomeru objemu kameniva a cementového tmelu) sa zhutnila buď poklepom o podložku alebo ubíjaním. Po zhutnení sa formy uzavreli (sealed system) a cez uzáver sa do cementového tmelu zaviedli (do hĺbky 30 mm) kovové elektródy vo vzájomnej vzdialenosti 23 mm.

Vzorky sa po dobu 72 h uchovávali v prostredí s teplotou 20 ± 2 °C, pričom sa priebežne vykonávalo meranie elektrických charakteristík (pretekajúceho elektrického prúdu /).

### EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

Meranie elektrických charakteristík sa vykonávalo na skúšobných telesách utesnených proti strate vlhkosti do prostredia (sealed system) a uchovávaných v prostredí s teplotou 20 ± 2 °C. Dôležitou podmienkou merania bolo použitie striedavého prúdu, aby sa predišlo elektrolýze pórového roztoku na elektródach. Prístup použitím striedavého prúdu sa nahradil použitím usmerneného prúdu, no pretekajúceho iba v krátkom čase počas merania. Ako zdroj napätia cca 14 V sa použil transformátor. Prúd pretekajúci vzorkami sa v čase výrazne menil a hodnoty sa rádovo pohybovali v mA.

Intervaly medzi meraniami sa menili. Počas prvých 10 až 12 h veku boli približne 30 min. Vo veku 12 až 16 h s používali intervaly merania 60 min a ďalej sa predlžovali. Meranie vo veku nad 24 h sa vykonávalo v intervaloch 4 až 6 h.

Meranie elektrických parametrov sa vykonávalo vždy rovnakým spôsobom za použitia jedinej aparatúry, čím sa vylúčil vplyv vnútorného odporu vodičov a zdroja. Meranie má komparatívny charakter. Pripúšťa sa chyba spôsobená meraním svorkového napätia  $U_{\rm S}$ , ktoré sa (za splnenia vyššie uvedených podmienok merania) pre zjednodušenie považuje za napätie elektromotorické  $U_{\rm E}$  akoby bol zdroj nezaťažený.

Elektrický odpor *R* [ $\Omega$ ] cementového tmelu sa stanovil numericky (podľa vzťahu (7)) z meranej veličiny – jednosmerného elektrického prúdu *I* [mA] prechádzajúceho vzorkou medzi dvomi susednými elektródami vzdialenými *d* [mm] pri zapojení obvodu s konštantným svorkovým napätím  $U_{\rm S}$  v čase *t*. Princíp merania elektrického prúdu prechádzajúceho vzorkou zachytáva obr. 4. Z meraných hodnôt svorkového napätia  $U_{\rm S}$  a prúdu *I* [mA] sa podľa vzťahu (7) vypočítal priemerný elektrický odpor každej skúšobnej vzorky. Pomocou vzťahov (1) a (2) sa z priemerných hodnôt  $U_{\rm S}$  a *I* v čase *t* vypočítala konduktivita  $\sigma$  (elektrická vodivosť) vzoriek.

$$R(d,t) = \frac{\sum_{i=1}^{n=3} \left( \frac{U_{\rm S}}{I_i(d,t) \cdot 10^3} \right)}{n}$$
 [Ω] (7)

R alternativa, kterou oceníte DRŽITEL CERTIFIKÁTU ČSN EN ISO 9001 A 14001 **Tmelení**, PRUŽNÉ TMELY PRO TĚSNĚNÍ **PROSTUPŮ A DILATACÍ** TMELY NA BÁZI MS POLYMERŮ těsnění, **LEPÍCÍ TMELY** NÁHRADA SILIKONŮ injektáže PRŮTAŽNOST AŽ 300 % **OBCHODNĚ-TECHNICKÁ KANCELÁŘ** vww.betosan.cz Na Dolinách 23 tel./fax: 241 431 212 147 00 Praha 4 e-mail: praha@betosan.cz



# INTERPRETÁCIA VÝSLEDKOV

#### Konduktivita

Časový priebeh vypočítanej vodivosti jednotlivých vzoriek s hmotnostnou náhradou frakcie 0/4 hutného kameniva LWA 0; 4; 7; 10 a 13,2 % zachytávajú obr. 5 až 9 (v tomto poradí). Obrázky zachytávajú aj vplyv vodného súčiniteľa (0,3; 0,36 a 0,42) na elektrickú vodivosť vzoriek. Ako doplnková informácia je v obrázkoch prezentovaný začiatok tuhnutia cementového tmelu s príslušným vodným súčinitieľom, ktorý orientačne vymedzuje nástup tzv. akceleračnej fázy kedy saturácia pórového roztoku Ca<sup>2+</sup> dosiahla maximum a začínajú sa formovať prvé väzby (kryštalizácia) za vzniku Ca(OH)<sub>2</sub> a poklesu množstva pórového roztoku (voľnej vody). Prezentovaním elektrickej vodivosti sa pri pevnej mierke presnejšie zobrazuje mladší vek vzoriek.

Z priebehu konduktivity možno najmä pri nižších dávkach LWA (nižšia náhrada hutného kameniva frakcie 0/4) jasne identifikovať prvé tri fázy hydratácie utesneného (sealed) systému. V počiatku akceleračnej fázy, keď sa začínajú vytvárať prvé väzby a voľná voda prechádza do formy pevných chemických väzieb vo vznikajúcich kryštáloch, je možné pozorovať pokles konduktivity spôsobený prevažne úbytkom množstva pórového roztoku. Z dôvodu neoptimalizovanej čiary zrnitosti pre jemné frakcie (malty) sa so zvyšujúcou dávkou LWA (dôsledok zmeneného pomeru kamenivo / cementový tmel, obr. 10) mení ako celková hutnosť, tak aj objemová hmotnosť kompozitu. V cementovom tmele

Citované a súvisiace dokumenty:

- [1] STN EN 196-3: 2009 Metódy skúšania cementu.
- Časť 3: Stanovenie času tuhnutia a objemovej stálosti [2] STN EN 197-1: 2007 Cement. Časť 1: Zloženie, špecifikácie
- a kritériá na preukazovanie zhody cementov na všeobecné použitie
- [3] STN EN 1015-10: 2007 Metódy skúšania mált na murovanie. Časť 10: Stanovenie objemovej hmotnosti zatvrdnutej malty
- [4] STN EN 1015-11: 2007 Metódy skúšania mált na murovanie. Časť 11: Stanovenie pevnosti zatvrdnutej malty v ťahu pri ohybe a v tlaku
- [5] STN EN 13139 2004 Kamenivo do malty
- [6] STN EN 196-1: 2005 Metódy skúšania cementu.
- Časť 1: Stanovenie pevnosti
- [7] STN 73 1315: 1989 Stanovenie objemovej hmotnosti, hustoty a pórovitosti betónu
- [8] STN EN 12390-7: 2009 Skúšanie zatvrdnutého betónu.
   Časť 7: Objemová hmotnosť zatvrdnutého betónu
- [9] Snyder K., Feng X., Keen B., Mason T.: Estimating the Electrical Conductivity of Cement Paste Pore Solutions from OH<sup>-</sup>, K<sup>+</sup> and Na<sup>+</sup> Concentrations, Cement and Concrete Research, Vol. 33, No. 6., 2003, pp:793-798
- [10] Backe K., Lile O., Lymov S.: Characterizing Curing Cement Slurries by Electrical Conductivity, Society of Petroleum Engineers, Drilling & Completion, 2001, pp:201–207
- [11] Ridha S., Irawan S., Ariwahjoedi B., Jasamai M: Conductivity Dispersion Characteristic of Oilwell Cement Slurry during Early Hydration, International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS, Vol. 10, No. 6, 2010, pp:129–132
- [12] Rajabipour F, Sant G., Weiss J.: Development of Electrical Conductivity-Based Sensors for Health Monitoring of Concrete Materials, in: TRB 2007 Annual Meeting CD-ROM, Transportation Research Board, Indianapolis, 2007, p:16
- [13] Kusák I., Luňák M., Topolář L., Pazdera L., Bílek V.: Sledování hydratace betonu impedanční spektroskopií, Proceedings: 37. mezinárodní konference: Defektoskopie 7.–9.11. 2007, Praha, 2007, pp:123-128
- [14] Bentz D.: Influence of water-to-cement on hydration kinetics: Simple models based on spatial considerations. Cement and Concrete Research, Vol. 36, No. 2, 2006, pp:238–244

Obr. 5 Elektrická vodivosť referenčných vzoriek s rôznymi vodnými súčiniteľmi Fig. 5 Electrical conductivity of reference samples with various water-cement ratios

Obr. 6 Elektrická vodivosť vzoriek s LWA 4 % s rôznymi vodnými súčiniteľmi I Fig. 6 Electrical conductivity of samples with 4 % of LWA and various water-cement ratios

"Obr. 7 Elektrická vodivosť vzoriek s LWA 7 % s rôznymi vodnými súčiniteľmi ■ Fig. 7 Electrical conductivity of samples with 7 % of LWA and various water-cement ratios

Obr. 8 Elektrická vodivosť vzoriek s LWA 10 % s rôznymi vodnými súčiniteľmi I Fig. 8 Electrical conductivity of samples with 10 % of LWA and various water-cement ratios

Obr. 9 Elektrická vodivosť vzoriek s LWA 13,2 % s rôznymi vodnými súčiniteľmi I Fig. 9 Electrical conductivity of samples with 13,2 % of LWA and various water-cement ratios

Obr. 10 Zmeny pomeru kameniva a cementového tmelu pri zvyšovaní dávky LWA I Fig. 10 Changes in aggregate to cement paste ratio within increasing LWA dosage

sa vytvorili makropóry, ktoré znížili absolútne hodnoty konduktivity vzoriek.

Výsledky desorpcie vlhkosti z SLWA [37] indikovali, že LWA bude ako IC účinkovať v neskoršom veku vzoriek. Predpoklad sa potvrdil, čo sa dokumentuje vzhľadom na referenčné vzorky (obr. 5). Účinnosť IC použitím skúmaného LWA je logicky nepriamo úmerná vodnému súčiniteľu. Vzhľadom na utesnený (sealed) systém je zrejmé, že vzorky vysychajú len chemicky (spotreba vody na hydratáciu), a preto je začiatok účinkovania IC determinovaný práve vodným súčiniteľom. S rastúcim vodným súčiniteľom sa začiatok pôsobe-

- [15] Sant G., Rajabipour F., Fishman P., Lura P., Weiss J.: Electrical Conductivity Measurements in Cement Paste at Early Ages. In International Conference on Advanced Testing of Fresh Cementitious Materials, Stuttgart, Germany, 2006
- [16] Mikulčák J., Klimeš B., Široký J., Šůla V., Zemánek F.: Matematicko fyzikálne a chemické tabuľky pre stredné školy, Slovenské pedagogické nakladateľstvo, Bratislava, 1989, p:232
- [17] Prentice G.: Electrochemical Engineering Principles, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1991, p:21
  [18] Perez-Pena M., Roy D., Tamás F.: Influence of Chemical
- [16] Perez-Peria M., Roy D., Tamas P.: Initiative of Chemical Composition and inorganic Admixtures on the Electrical Conductivity of Hydrating Cement Pastes, Journal of Materials Research, Vol. 4, No. 1, 1989, p. 215
   [19] Michaux M., Nelson E., Vidick B.: Chemistry and Characterization
- [19] Michaux M., Nelson E., Vidick B.: Chemistry and Characterization of Portland Cement, Well Cementing, Elsevier Science Publisher, Amsterdam, 1990
- [20] Christensen B. et al.: Impedance Spectroscopy of Hydrating Cement-Based Materials: Measurement, Interpretation, and Application, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 77, No. 11, 1994
- [21] Michaux M., Fletcher P., Vidick B.: Evolution at Early Hydration Times of the Chemical Composition of Liquid Phase of Oil-Well Cement Pastes With and Without Additives, Part I, Additive Free Cement Pastes, Cement and Concrete Research, Vol. 19, No. 3, 1989, p: 443
- [22] Vidick B., Fletcher P., Michaux M.: Evolution at Early Hydration Times of the Chemical Composition of Liquid Phase of Oil-Well Cement Pastes With and Without Additives, Part II, Cement Pastes Containing Additives, Cement and Concrete Research, Vol. 19, No. 4, 1989, p: 567
- [23] Lothenbach B.: Modeling pore solutions in the cement-water system, Materials Day held in EMPA on January 24, 2003. p:17
- [24] Rajabipour F.: Insitu Electrical Sensing and Material Health Monitoring in Concrete Structures, PhD. Dissertation Thesis, Purdue University, West Lafayette, Indiana, 2006
- [25] Rajabipour F., Weiss J.: Electrical Conductivity of Drying Cement Paste, Materials and Structures, submitted for publication (2006)
- [26] Garboczi E. J.: Permeability, Diffusivity, and Microstructural Parameters: A Critical Review, Cement and Concrete Research, Vol. 20, No. 4, 1990, pp: 591–601
- [27] Christensen B. J., Coverdale R., Olson R., Ford S., Garboczi E.,



nia IC oddiaľuje, ako to je zrejmé z porovnania obr. 5 a 6 (w/c 0,3 – cca 6. hodina; w/c 0,36 – cca 18. hodina a w/c 0,42 – cca 48. hodina). V priebehu konduktivity vzoriek s w/c 0,36 a 0,42 možno pozorovať relatívne malé rozdiely. Vysvetľuje to Powers-ov fázový model hydratácie, kedy pre úplnú hydratáciu cementu je potrebných 0,36 g vody na 1 g cementu. Pri prekročení tohto pomeru sa dosahuje maximálny stupeň hydratácie rovný 1 bez ohľadu na ďalšie zvyšovanie pomeru.

Potvrdila sa účinnosť IC pomocou skúšaného LWA, a to najmä v neskoršom veku. Najvyššia hodnota konduktivity sa zaznamenala v 72 h vo vzorke s dávkou LWA 7 % (obr. 7),

Jennings H., Mason T.: Impedance Spectroscopy of Hydrating Cement-based Materials: Measurement, Interpretation, and Application, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 77, No. 11, 1994, pp: 2789–2802

- [28] Briatka P., Makýš P.: Nepriame meranie účinnosti vnútorného ošetrovania, Proceedings: Príprava, navrhovanie a realizácia inžinierskych stavieb, Coneco, 31.3.2011, Bratislava, 2011
- [29] Schießl A., Weiss W. J., Shane J.D., Berke N.S., Mason T. O., Shah S. P.: Assessing the moisture profile of drying concrete using impedance spectroscopy, Concrete Science and Engineering, Vol. 2, June 2000, USA, 2000, pp. 106–116.
- [30] Briatka P., Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu – 1. Strata vody z betónu, Beton TKS, Vol. 10, No. 1, Beton TKS, Praha, 2010
- [31] Briatka P., Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu
   2. Superabsorpčné polyméry, Beton TKS, Vol. 10, No. 2, Beton TKS, Praha, 2010
- [32] Briatka P., Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu
   3. Nasiaknuté ľahké kamenivo, Beton TKS, Vol. 10, No. 3, Beton TKS, Praha, 2010
- [33] Briatka P, Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu – 4. Konvenčný návrh ošetrovania pomocou ľahkého kameniva, Beton TKS, Vol. 10, No. 6, Beton TKS, Praha, 2010, pp:40–43
- [34] Briatka P., Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu
   5. Návrh receptúry čerstvého betónu s vnútorným ošetrovaním, Beton TKS, Vol. 11, No. 5, Beton TKS, Praha, 2011, pp: 36–42
- [35] Briatka P., Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu
   6. Odparovanie vody, konvencia a skutočnosť, Beton TKS, Vol. 12, No. 6, Beton TKS, Praha, 2012
- [36] Briatka P., Janotka I., Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu 7 DTA, TG a DSC overenie pôsobenia vnútorného ošetrovania, Beton TKS, Vol. 13, No. 1, Beton TKS, Praha, 2013
- [37] Briatka P., Makýš P.: Možno účinne použiť pórovité kamenivo na vnútorné ošetrovanie betónu?, Beton TKS, Vol. 11, No. 4, Beton TKS, Praha, 2011
- [38] Briatka P., Makyś P.: Ošetrovanie čerstvého betónu – 8. Malty s vnútorným ošetrovaním – pevnosti a objemové zmeny, Beton TKS, Vol. 13, No. 2, Beton TKS, Praha, 2013
- [39] Briatka P., Makýš P.: Ošetrovanie čerstvého betónu
   9. Metódy ošetrovania a vplyv na mechanické vlastnosti, Beton TKS, Vol. 13, No. 3, Beton TKS, Praha, 2013



Obr. 11 Závislosť objemovej hmotnosti od dávky LWA Fig. 11 Dependence of bulk density on LWA dosage

Obr. 12 Zmeny pomerného objemu cementového tmelu v závislosti od dávky LWA a porovnanie zmeny objemovej hmotnosti vzoriek s w/c = 0.36 Fig. 12 Changes in relative volume of cement paste in dependence on LWA dosage and comparison of bulk density changes of samples with w/c = 0.36

a to bez výrazného zníženia konduktivity v počiatočnom veku (čerstvá zmes), t.j. nedochádza k radikálnej zmene spracovateľnosti vyplývajúcej zo zmeny pomeru množstva cementového tmelu a kameniva. Optimalizované vnútorné ošetrovanie použitím skúšaného LWA (Liapor 0/4 (M) : 0/1 (D) – 75 % : 25 %) by sa malo využívať preferujúc nižšie dávky. Väčší dôraz na znižovanie dávky LWA sa požaduje pri betónoch s nižším vodným súčiniteľom (menej ako 0,36). Zabezpečenie potrebného množstva ošetrovacej vody v betóne je preto nevyhnutné riešiť nosičom (materiálom na IC) s vyššou kapacitou (nasiakavosťou). Na základe zisteného sa v ďalších pokračovaniach cyklu pracuje s obmedzeným rozsahom dávok LWA 0 % (referenčné) a 7 %.

# Objemová hmotnosť

Priemerná objemová hmotnosť  $\rho_V$  [kg/m<sup>3</sup>] sa stanovila numericky zo stredných hodnôt meraného objemu V [cm<sup>3</sup>] a hmotnosti m [g]. Pre skúšobné telesá tvaru valca (obr. 4) sa použil postup podľa STN 73 1315. Výsledky merania objemovej hmotnosti v závislosti od dávky LWA a vodného súčiniteľa zachytáva obr. 11. Pokles objemovej hmotnosti vzoriek s rastúcou dávkou LWA sa predpokladal, pretože časť hutného kameniva frakcie 0/4 mm s mernou hmotnosťou 2 510 kg/m<sup>3</sup> sa nahrádza zmesou LWA s mernou hmotnosťou 1 228 kg/m<sup>3</sup>. Pokles objemovej hmotnosti s rastúcim vodným súčiniteľom je spôsobený, už viackrát spomínanou, zmenou pomeru cementového tmelu a kameniva.

#### ZÁVER

Riešením tejto čiastkovej úlohy overenia účinnosti IC použitím LWA prostredníctvom merania elektrických charakteristík cementového tmelu je možné vyvodiť parciálne kvalitatívne závery.

Ako to dokumentujú najmä obrázky 5, 7 a 9, časový priebeh konduktivity vzoriek sa najmä u betónov s nižším vodným súčiniteľom (≤ 0,36) zvýšil, čo je dôkazom zásobovania pórového systému vodou z IC. Zistenie je v súlade s navrhovaným účelom použitia IC pre vysokohodnotné alebo vysokopevnostné betóny (nízky *w/c*). Účinnosť, z hľadiska času, sa prejavuje v závislosti od doby, kedy začína betón trpieť tzv. samovysychaním. Tento čas je podmienený vodným súčiniteľom a desorpčnou schopnosťou LWA. IC v betónoch s nízkym *w/c* začína pôsobiť už po cca 6 h, zatiaľ čo v betónoch s relatívne vysokým *w/c* (0,42) začína pôsobiť až po cca 48 h.

Z pohľadu vplyvu dávky LWA na účinnosť IC je potrebné poznamenať, že zmena pomeru objemu cementového tmelu k objemu kameniva, po pridaní LWA, sa pri vyšších dávkach LWA prejavila na pórovitosti vzoriek, čo viedlo ku skresleniu výsledkov hodnotiaceho parametra. Možno však usudzovať, že pre vnútorné ošetrovanie sú vhodné skôr menšie dávky LWA, t.j. do cca 10 % hmotnosti frakcie 0/4 hutného kameniva (v závislosti od pomeru miešania frakcií LWA). V prípade použitia LWA s vhodnejšou pórovou štruktúrou a zrnitosťou sa odporúčaná horná hranica môže zvýšiť.

#### Poďakovanie

Publikované informácie sú čiastkovými závermi dizertačnej práce "Ošetrovanie plošných betónových konštrukcií proti strate vlhkosti", ktorú materiálne podporili STU v Bratislave, TSÚS Bratislava, LIAS Vintířov, PCLA Ladce a BASF.

Ing. Peter Briatka, PhD. TSÚS Studená 3, 821 04 Bratislava e-mail: briatka@tsus.sk briatka.p@gmail.com



Doc. Ing. Peter Makýš, PhD. Stavebná fakulta STU Radlinského 11, 813 68 Bratislava

