

STANOVENÍ DOB TUHNUTÍ CEMENTOVÉ KAŠE POMOCÍ ULTRAZVUKOVÉ IMPULSOVÉ METODY

DETERMINATION OF SETTING TIMES OF A CEMENT PASTE USING ULTRASONIC PULSE METHOD

TEXT Petr Misák, Barbara Kucharczyková, Dalibor Kocáb, Václav Skotal

Sledováním počátečních fází tuhnutí a tvrdnutí cementových kompozitů se zabývá celá řada zkušebních metod. Nejznámější a nejpoužívanější je tzv. Vicatova metoda. Asi největší nevýhodou této metody je její invazivní charakter, který může způsobovat vysokou variabilitu výsledků zkoušek. Cílem tohoto článku je ukázat možnosti využití ultrazvukové impulsové metody pro stanovení dob tuhnutí cementové kaše. Je zde navržen inovativní způsob vyhodnocení, který je založen na souběžném sledování vývoje vnitřní teploty a rychlosti šíření ultrazvukového impulsu v materiálu.

There are several methods for determination of the setting and early hardening in the cementitious composites. The most common method is using the Vicat apparatus. The major disadvantage of this method is its invasive character, which can cause high variability of test results. The aim of this paper is to show the possibilities of using ultrasonic pulse method for determination of setting times of a cement paste. The innovative evaluation method, which is based on the simultaneous monitoring of the internal temperature and the ultrasonic pulse velocity propagation in the material is presented in the paper.

Proces tuhnutí a tvrdnutí pojiv je komplexní proces ovlivněný vnitřními chemickými a fyzikálními procesy a vnějšími podmínkami vytvrzování. Doba tuhnutí cementu (resp. cementové kaše) významným způsobem ovlivňuje vlastnosti nejen čerstvého betonu (např. zpracovatelnost), ale i ztvrdlého betonu (vývoj smrštění, pevnostních a elastických vlastností apod.). Je známo, že doby tuhnutí cementu (pojiva) jsou odlišné od dob tuhnutí a tvrdnutí výsledných produktů, jakými jsou malty a betony [1]. Rozdíly v chování během tuhnutí a tvrdnutí můžeme sledovat také mezi maltou vyrobenou přímým smícháním jednotlivých složek a maltou připravenou proséváním čerstvého betonu [2].

V oblasti stavebního zkušebnictví existuje několik standardizovaných metod pro stanovení doby tuhnutí pojiv, malt a betonů, viz [3] až [6]. Všechny tyto metody jsou založené na sledování hloubky průniku penetrační jehly (zkoušení pojiv),

příp. na odporu proti vniku penetračního válečku (zkoušení malt a betonů). Velkou nevýhodou těchto metod je jejich invazivní charakter a také fakt, že nelze použít jednu a tutéž metodu pro všechny tři typy zmíněných materiálů. Kromě odlišných rozměrů penetračních nástrojů (jehla vs. váleček) se metody liší také velikostí zkušebního tělesa.

Nejpoužívanější metoda pro stanovení doby tuhnutí cementu, která je současně normativně zakotvená, je pomocí Vicatova přístroje (ČSN EN 196-3 [3]). Za dobu tuhnutí je zde považován časový úsek, po němž penetrační jehla vnikne do stanovené hloubky cementové kaše normální hustoty. Širší diskuzi lze nalézt např. v článku [7]. Historické kořeny této metody sahají až k počátkům cementu jako stavebního materiálu, tedy do 19. století. Této metodě rozhodně nelze upřít její přímocharost a jednoduchost. Pro potřeby 21. století se však stále více jeví jako

nedostačující, a to především s ohledem na vysokou variabilitu výsledků. Tato variabilita může být, mimo jiné, způsobena již zmiňovaným invazivním charakterem. Výslednou hodnotu počátku či konce tuhnutí mohou bezesporu ovlivňovat také lokální nehomogenity ve sledovaném vzorku. Z tohoto a dalších důvodů se jeví jako vhodné hledat jiné metody, které dokáží posoudit sledovaný vzorek materiálu více „objemově“. Lze konstatovat, že citlivost takových metod na lokální nehomogenity v materiálu je minimalizována.

Cílem tohoto článku je prezentovat možnosti využití ultrazvukové (UZ) impulsové metody pro kontinuální sledování procesu tuhnutí a tvrdnutí cementové pasty přístrojem Vikasonic. Přístroj Vikasonic není jediný, který využívá ultrazvukovou impulsovou metodu pro sledování cementových kompozitů v rané fázi tuhnutí a tvrdnutí. Zmiňujeme jej především proto, že se na trhu objevil relativně nedávno a jeho dostupnost je tedy snadná. A ačkoli je v článku často zmiňován, cílem článku je především ukázat obecné možnosti použití ultrazvukové impulsové metody při sledování chování čerstvé cementové kaše.

Velkou výhodou této metody je nedestruktivní a neinvazivní charakter a také možnost stejným způsobem sledovat chování pojiv, malt i betonů. Výrobce uvádí, že touto metodou lze stanovit mimo jiné i doby tuhnutí cementové kaše [8], a to hledáním korelace s výsledky dle [3]. Dále uvádí, že pro každý cement je možné vytvořit převodní vztah z výsledků UZ zkoušek na vzdálenost jehly od podložky dle [3] a na jeho základě pak stanovit doby tuhnutí. Tvorba takového vztahu však může být ovlivněna celou řadou faktorů. Jedním z nich je rozdílná citlivost obou metod. Zatímco UZ metoda umožňuje sledovat změny v materiálu téměř bezprostředně po smíchání cementu s vodou, metoda dle [3] započne vykazovat výraznější změny výstupu až s blížícím se počátkem tuhnutí. Navíc pomocí UZ měření můžeme sledovat vývoj zrání materiálu i po uplynutí konce tuhnutí, což je metodou dle [3] téměř nemožné. Jak ukazují experimentální data, hledání převodního vztahu mezi těmito metodami nemusí vést ke kžýzenému výstupu, tedy

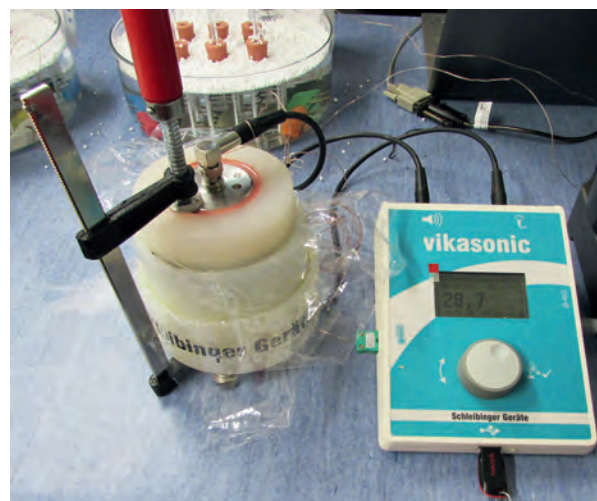
nalezení počátku a konce tuhnutí cementové kaše. Jedním z cílů tohoto článku je ukázat nový způsob pro vyhodnocení dob tuhnutí na základě vypočtené rychlosti šíření UZ impulsů materiálem a naměřeného průběhu vnitřní teploty zkušebního tělesa. Nejedná se tedy o nalezení převodního vztahu, ale o přímé určení dob tuhnutí pomocí UZ metody bez nutnosti současného měření dle [3].

Ultrazvuková impulsová metoda a přístroj Vikasonic

Princip měření přístrojem Vikasonic spočívá ve sledování doby průchodu UZ impulsu materiálem, ze které je následně stanovena rychlost šíření UZ vln materiálem. Přístroj se skládá ze dvou ultrazvukových sond (vysílač a přijímač) upevněných v horní a dolní části měřicí komory tvaru Vicatova prstence, snímače teploty a datové ústředny. Výška Vicatova prstence definuje měřicí základnu. UZ sondy s frekvencí 54 kHz jsou schopny vysílat a přijímat ultrazvukové impulsy v rozsahu 6 až 120 impulsů/min. V experimentu popisovaném v tomto článku byla použita frekvence měření 60 impulsů/min. V průběhu měření je vysílač impulsů umístěn na horní a přijímač na dolní straně Vicatova prstence. Aby se zabránilo ztrátě kontaktu měřících sond s povrchem zkoumaného materiálu v průběhu měření, je vhodné sondy zajistit prostřednictvím svorky. Výrobce přístroje také doporučuje použití separační fólie a běžného separačního prostředku, a to z důvodu ochrany sond před poškozením při kontaktu s materiálem v čerstvém stavu a proti poškození sond při vyjímání vzorku po ukončení měření. Přístroj Vikasonic v průběhu měření je znázorněn na obr. 1. Průběžně měřené hodnoty jsou znázorněny na displeji přístroje a zaznamenávány v datovém formátu na USB flash disk.

Současně se sledováním doby průchodu UZ impulsu je také možné zaznamenávat i teplotu uvnitř zkušebního vzorku teplotním čidlem zavedeným horní částí měřicí komory. Experimenty ukázaly, že současné sledování teploty je pro vyhodnocení výstupů tohoto měření stěžejní. Průběh teploty může napovědět mnohé o probíhajících chemických reakcích uvnitř materiálu, které bezesporu souvisí s ranou fází procesů tuhnutí a tvrdnutí.

Jedním z kroků postupu měření je také stanovení tzv. mrtvého času, což je čas, který vystihuje ztráty vzniklé dobou průchodu akustickým vazebným prostředkem a případné časové ztráty související s konstrukcí použitých sond. Kalibraci přístroje je možné provést s použitím etalonu, který je k přístroji dodáván. Tato kalibrace provedená před započítáním měření však může být zkreslena nepřesnostmi způsobenými plněním a konečným uzavřením měřicí komory.



1 Přístroj Vikasonic
1 Vikasonic apparatus

Autoři používají pro stanovení mrtvého času jiný UZ přístroj s názvem Pundit. Jednou z motivací pro použití jiného přístroje je frekvence použitých UZ sond. Přístroj Vikasonic má sondy s frekvencí 54 kHz, což je frekvence vhodná pro stanovení doby průchodu a potažmo rychlosti prostupu UZ impulsů v čerstvé cementové kaši. V průběhu tuhnutí a tvrdnutí materiálu však vhodnost použití těchto sond klesá a lze konstatovat, že vzhledem k délce měřicí základny (výška Vicatova prstence je 40 mm) jsou po uplynutí doby tuhnutí vhodnější sondy s vyšší frekvencí [9]. Doporučujeme tedy následující postup: bezprostředně po ukončení měření provést zjištění doby průchodu na již ztvrdlém zkušebním tělese přístrojem Pundit, příp. jiným UZ přístrojem s frekvencí sond alespoň 150 kHz. Následně od takto zjištěné doby průchodu odečíst poslední zjištěnou hod-

Tab. 1 Porovnání výsledků zkoušek a údajů v technických listech výrobce cementu
Tab. 1 Comparison of test results and data in the technical data sheet of a cement producer

Cement	Charakteristika [min]	Technický list výrobce [11], [12]	Vicat	Vikasonic
CEM I 42,5 R	počátek tuhnutí	183	228 až 236	187
	konec tuhnutí	242	374	272
CEM I 52,5 R	počátek tuhnutí	143	124 až 144	157
	konec tuhnutí	196	222	230

notu přístrojem Vikasonic. Takto vyjádřenou odchylku, kterou můžeme oprávněně nazývat mrtvým časem, poté odečteme od všech zjištěných hodnot doby průchodu UZ impulsu. Tento způsob předpokládá, že hodnota mrtvého času je v celém průběhu měření konstantní, což nemusí být pravda. V současné chvíli se však tento postup jeví jako nejlepší dostupná technika.

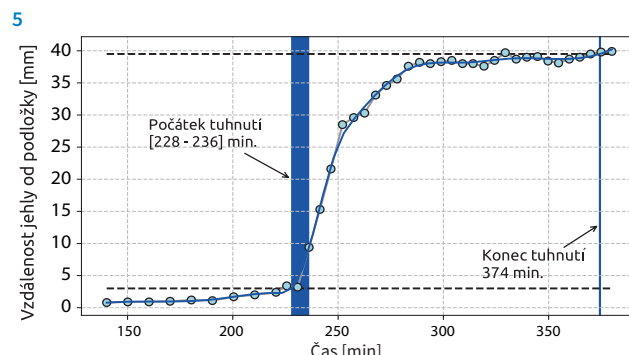
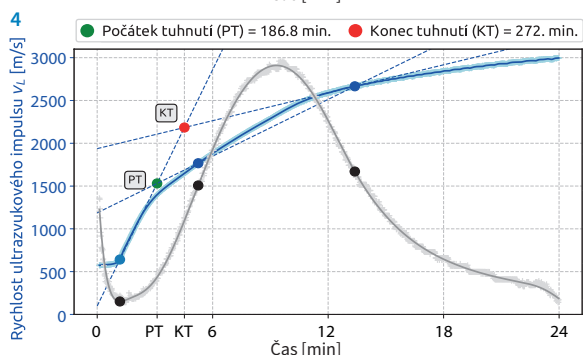
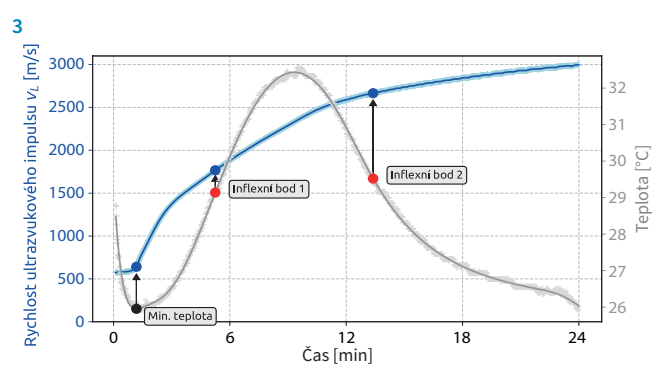
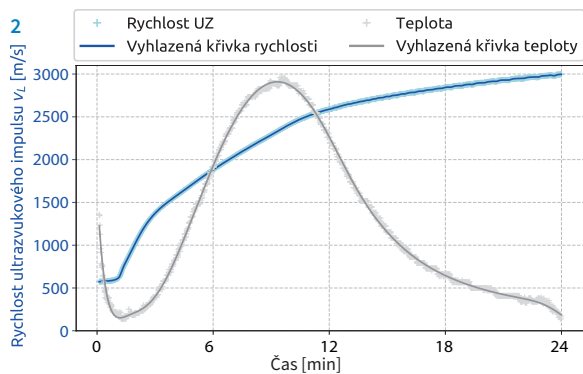
Postup vyhodnocení dob tuhnutí cementové kaše přístrojem Vikasonic

Na obr. 2 je znázorněn výstup z měření přístrojem Vikasonic, při němž byla zkoušena cementová pasta normální konzistence připravená podle ČSN EN 196-3 [3]. Vzhledem k lepším možnostem pozdějšího zpracování byla zjištěná data průběhu rychlosti UZ impulsů a teploty vyhlazena prostřednictvím vhodné sestaveného kubického splínu. Stanovení dob tuhnutí cementové kaše normální konzistence přístrojem Vikasonic vychází z kombinace teplotních změn

uvnitř materiálu a z průběhu rychlosti UZ impulsů v čase. Vyhodnocení je založeno na přenesení důležitých bodů teplotní křivky na křivku rychlosti UZ impulsů (obr. 3). Významnými body na teplotní křivce v průběhu prvních 24 h zrání jsou minimum a dva inflexní body, tedy body s nulovou druhou derivací, ve kterých křivka přechází z konvexního charakteru na konkávní či naopak. Vyhlazení záznamu teploty pomocí splínu umožňuje snazší hledání těchto bodů využitím průběhů derivací křivky. Přenesené body mají stejnou časovou značku (osa) jako na teplotní křivce.

Vyhodnocení počátku (PT) a konce tuhnutí (KT) cementové kaše normální konzistence spočívá v hledání průniků tečen a dalších důležitých přímk v grafu na obr. 3. Vyhodnocení je znázorněno na obr. 4. Zde je patrné, že počátek tuhnutí se určí jako časová souřadnice (hodnota na ose) bodu, který vznikne průnikem tečny ke křivce průběhu změny rychlosti UZ impulsu v přeneseném bodě minimální teploty a přímkou vedené

- 2 Výstup měření přístrojem Vikasonic – CEM I 42,5 R 3 Důležité body na křivce teploty a jejich přenesení – CEM I 42,5 R
- 4 Vyhodnocení počátku (PT) a konce tuhnutí (KT) – CEM I 42,5 R 5 Záznam zkoušky Vicatovým přístrojem CEM I 42,5 R
- 2 Vikasonic measurement – CEM I 42,5 R
- 3 Important points on the temperature curve and their transfer – CEM I 42,5 R
- 4 Evaluation of initial setting time (IST) and final setting time (FST) – CEM I 42,5 R
- 5 Vicat method - CEM I 42,5 R



přenesenými inflexními body (inflexní bod 1 a 2 na obr. 3). Konec tuhnutí se dále určí jako průnik tečny vedené přeneseným bodem minimální teploty a tečny vedené přeneseným inflexním bodem 2. Proložení naměřených dat kubickým splinem zjednodušuje určení těchto tečen, podobně jako v případě hledání významných bodů u teplotní křivky. Tento způsob vyhodnocení se může na první pohled zdát složitý, ale při vhodném softwarovém zpracování je možné jej plně automatizovat. V dalších částech ukážeme porovnání výsledků zkoušek vyhodnocených prostřednictvím přístroje Vikasonic a klasickou metodou Vicatovým přístrojem dle ČSN EN 196-3 [3].

Počátek a konec tuhnutí – Vikasonic vs. Vicat

Porovnání výsledků těchto metod si ukážeme na jednoduchém pilotním experimentu, který byl proveden ve velmi malém rozsahu (počtu měření), a proto na tento článek bude navazovat další, kde již bude provedeno porovnání více materiálů s větším počtem stanovení. Posuzovány byly dva cementy, a to CEM I 42,5 R a CEM I 52,5 R. Cement byl odebrán v cementárně Mokrá. Na obr. 5 je znázorněn záznam a vyhodnocení zkoušky Vicatovým přístrojem dle [3] stejně cementové kaše jako na obr. 1 až 4. Vzhledem k tomu, že

norma [3] uvádí jako počátek tuhnutí okamžik, kdy vzdálenost penetrační jehly od podložky je v intervalu (6 ± 3) mm, je na obr. 5 počátek tuhnutí znázorněn intervalově. I v tomto případě bylo pro vyhodnocení použito proložení dat kubickým splinem. Hodnoty dob počátku a konce tuhnutí byly vyhodnoceny z proložené křivky a nikoli přímo z naměřených dat.

V tab. 1 je uvedeno porovnání získaných výsledků zkoušek s údaji uvedenými v technickém listu výrobce cementu. V případě cementu CEM I 42,5 R se získaná hodnota doby počátku tuhnutí UZ metodou příliš neliší od údaje v technickém listu. Metoda dle [3] však ukázala významně odlišné výstupy. Zde je nutné podotknout, že údaje v technickém listu jsou tvořeny vyhodnocením větší sady měření a v našem případě se jedná pouze o jedno stanovení, které mohlo být ovlivněno statistickou odchylkou. V případě cementu CEM I 52,5 R se již odchylky posuzovaných údajů pohybují v rámci odůvodněně přiřaditelné nejistoty měření.

Z obr. 4 je patrné, že průběh rychlosti UZ impulsu mezi počátkem a koncem tuhnutí je téměř lineární. Je tedy zřejmé, že kombinací výstupů obou metod dostaneme křivku, která nebude mít tvar příliš odlišný od tvaru křivky v grafu na obr. 5. Na základě vlastních

zkušeností se jeví jako nezbytné využít pro vyhodnocení dob tuhnutí souběžně měření teploty uvnitř zkoumaného materiálu a počátek a konec tuhnutí stanovovat přímo UZ metodou, a to postupem popsaným v tomto článku. Princip využití vývoje vnitřní teploty materiálu během zrání pro stanovení dob tuhnutí je inspirován doporučením ASTM [10] a doporučením společnosti Calmetrix, kdy se doba tuhnutí stanoví jako doba dosažení poloviny vzestupné části hlavního hydratačního vrcholu křivky tepelného toku stanovené pomocí izotermické kalorimetrie.

Závěr

Cílem tohoto článku bylo ukázat možnosti použití ultrazvukové impulsové metody při stanovení počátku a konce tuhnutí cementové kaše. Velkou výhodou UZ metody je její neinvazivní charakter, který by se mimo jiné měl projevit sníženou variabilitou výsledků zkoušek. Na základě provedeného experimentu se ultrazvuková impulsová metoda jeví jako použitelná pro zkoumání počátečních fází tuhnutí a tvrdnutí cementové kaše. Nejen podle našeho názoru může ultrazvuková impulsová metoda vhodně posloužit jako doplnění, příp. jako náhrada metody ČSN EN 196-3 [3]. Vzhledem k neinvazivnímu charakteru zkoušení je navíc možné tuto metodu ve stejné konfiguraci použít i na další běžně používané cementové i jiné kompozity, jako jsou malty a betony s maximálním zrnem kameniva 8 mm.

Příspěvek vznikl za podpory projektu GAČR – GA17-14302S.



Ing. Petr Misák, Ph.D.
Fakulta stavební VUT
petr.misak@vutbr.cz



Ing. Barbara Kucharczykova, Ph.D.
Fakulta stavební VUT
barbara.kucharczykova@vutbr.cz



Ing. Dalibor Kocáb, Ph.D.
Fakulta stavební VUT
dalibor.kocab@vutbr.cz



Ing. Václav Skotal
Českomoravský cement, a.s.
vaclav.skotal@cmcem.cz

*Článek byl posouzen odborným lektorem.
The article was reviewed.*

Reference:

- [1] NEVILLE, A. M. *Properties of concrete*. 5th ed. New York: Pearson, 2011. ISBN 978-0-273-75580-7.
- [2] LEE, CH. H., HOVER, K. C., LEE, A. Difference in Setting Behavior between Prepared and Sieved Mortars in the ASTM C403 Time of Setting Test. *Journal of Testing and Evaluation* [online]. 2015, Vol. 43, Issue 4. ISSN 00903973. DOI:10.1520/JTE20130301.
- [3] ČSN EN 196-3. *Metody zkoušení cementu – Část 3: Stanovení dob tuhnutí a objemové stálosti*. Praha: ÚNMZ, 2017.
- [4] ČSN 73 1332. *Stanovení tuhnutí betonu*. 1. vyd. Praha: Úřad pro normalizaci a měření, 1986.
- [5] ASTM C403 / C403M-16. *Standard Test Method for Time of Setting of Concrete Mixtures by Penetration Resistance*. 1. vyd. West Conshohocken, PA, USA: ASTM International, 2016.
- [6] ASTM C191-13. *Standard Test Methods for Time of Setting of Hydraulic Cement by Vicat Needle*. 1. vyd. West Conshohocken, PA, USA: ASTM International, 2013.
- [7] SLEIMAN, H., PERROT, A., AMZIANE, S. A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test. *Cement and Concrete Research* [online]. 2010, Vol. 40, Issue 5, pp. 681–686. ISSN 00088846. DOI: 10.1016/j.cemconres.2009.12.001.
- [8] Ultrasonic Setting Measurement. Vikasonic – Measuring the Early Setting and Hardening with Ultrasonic Waves. *Schleibinger.com* [online]. [cit. 2019-09-16]. Dostupné z: schleibinger.com/cmsimple/en/?Setting_and_Maturity:Ultrasonic_Setting_Measurement
- [9] KOCÁB, D., MISÁK, P., JINDROVÁ, B., ALEXA, M., VYMAZAL, T. Analýza vlivu frekvence použitých sond při ultrazvukovém měření rovnoměrnosti betonu. In: *Konference Speciální betony 2018 – sborník příspěvků* [online]. 2018. Dostupné z: sekurkon.cz/kurz/10104/soubory
- [10] C09 COMMITTEE. *Practice for Measuring Hydration Kinetics of Hydraulic Cementitious Mixtures Using Isothermal Calorimetry* [online]. B.m.: ASTM International. nedatováno [cit. 2019-10-09]. DOI:10.1520/C1679-14.
- [11] *Technický list ČMC – CEM I 42,5 R*. Březen 2019.
- [12] *Technický list ČMC – CEM I 52,5 R*. Březen 2019.