

**Aleksandra Pełczyńska**

**Cyprian Pełczyński**

Stachema Polska Sp. z o.o.

## **Kształtowanie właściwości reologicznych zapraw cementowych na podstawie modyfikacji składu domieszki chemicznej z wykorzystaniem reometru rotacyjnego.**

Shaping the rheological properties of cement mortars on the basis of modifying the composition of the chemical admixture using a rotational rheometer.

### **Streszczenie**

Spoiwa niskoemisyjne stosowane w technologii betonu stawiają przed producentami domieszek chemicznych nowe wyzwanie, bowiem zmiana składu oraz proporcji spoiw niskoemisyjnych w stosunku do dotychczas stosowanych cementów staje się przyczyną braku kompatybilności domieszki ze spoiwem. Niesie to za sobą szereg konsekwencji w postaci m.in. braku odpowiedniej reologii mieszanki betonowej oraz jej utrzymania w czasie.

W poniższym artykule przedstawiono proces optymalnego doboru składu domieszki chemicznej w oparciu o badanie właściwości reologicznych z wykorzystaniem reometru rotacyjnego. Dzięki takiemu podejściu możliwe się śledzenie w sposób ciągły wpływu danego rodzaju i składu domieszki upłynniającej na bazie polikarboksyeterów na kształtowanie właściwości reologicznych zapraw cementowych rozumianych, jako efekt upłynnienia zaprawy i utrzymania jej konsystencji w czasie.

Celem prowadzonych prac jest określenie wpływu odmiennych składników i proporcji surowców PCE użytych do opracowania składu domieszki upłynniającej, przy stałej umownej zawartości suchej substancji, na zachowanie właściwości reologicznych badanych zapraw. Opracowane składy domieszek, które w pełni spełnią założenia projektowanego efektu upłynnienia oraz utrzymania konsystencji zaprawy w czasie poddano próbnie korelacji z wynikami otrzymanymi na mieszankach betonowych.

Prezentowany w pracy sposób projektowania składu domieszek chemicznych, wykorzystujący możliwości badawcze reometru rotacyjnego stanowi ciekawy przykład podejścia do aktualnego problemu kompatybilności w układzie domieszka – spoiwo niskoemisyjne.

## **Abstract**

Low-emission binders used in concrete technology pose a new challenge to producers of chemical admixtures, because a change in the composition and proportions of low-emission binders in relation to the cements used so far becomes the cause of the incompatibility of the admixture with the binder. This has a number of consequences, including: lack of proper rheology of the concrete mix and its maintenance over time.

The article below presents the process of optimal selection of the composition of the chemical admixture based on the study of rheological properties using a rotational rheometer. Thanks to this approach, it is possible to continuously track the influence of a given type and composition of the polycarboxyethers-based fluidizing admixture on the formation of the rheological properties of cement mortars, understood as the plasticising effect of mortar and maintaining its consistency over time.

The aim of the conducted work is to determine the impact of different components and proportions of PCE raw materials used to develop the composition of the super plasticizing admixture, with a constant conventional dry material content, on the preservation of the rheological properties of the tested mortars. The compositions of admixtures developed that fully meet the assumptions of the designed plasticizing effect and maintaining the consistency of the mortar over time were subjected to a test correlation with the results obtained on concrete mixes.

The method of designing the composition of chemical admixtures presented in the work, using the research capabilities of a rotational rheometer, is an interesting example of an approach to the current problem of compatibility in the system of admixture - low-emission binder.

## 1. Wprowadzenie

Analiza zmian właściwości mieszanki betonowej w procesach technologicznych takich, jak: mieszanie, transport, układanie czy zagęszczanie wskazuje, że mają one charakter reologiczny [1]. Okazuje się zatem, że problem urabialności w technologii betonu powinien być rozpatrywany w ujęciu reologicznym.

Reologia to dziedzina nauki, która zajmuje się badaniem i opisem zachowania materiałów pod działaniem obciążeń, z uwzględnieniem wpływu czasu.

Do obiektywnej oceny zachowania reologicznego zapraw konieczne jest zastosowanie odpowiedniego sprzętu badawczego. Przykładem takiego urządzenia jest reometr rotacyjnych o nazwie VISKOMAT NT przedstawiony na zdjęciu Fot. 1. Urządzenie to pozwala w sposób ciągły w realnym czasie śledzić zmiany reologii zaprawy rozumiane jako efekt jej upłynnienia i utrzymania konsystencji w czasie.

Szczególną rolę w kształtowaniu urabialności odgrywają superplastyfikatory. Są to domieszki chemiczne, których podstawowym efektem działania jest deflokulacja zaczynu cementowego i zwiększenie ilości wody wolnej w mieszance, a w konsekwencji korzystna modyfikacja jej właściwości reologicznych.

Fot. 1. Reometr rotacyjny VISKOMAT NT.



## 2. Program badawczy

### 2.1. Założenia

Za szczególnie istotny problem uważa się brak kompatybilności w układzie spoiwo - domieszka chemiczna. Skuteczność domieszek upłynniających w dużej mierze zależy od składu mineralicznego cementu. Na potrzeby badań prezentowanych w niniejszym artykule zbadano wpływ odmiennych składników i proporcji surowców PCE użytych do opracowania składu domieszki upłynniającej na zachowanie właściwości reologicznych zapraw cementowych oraz mieszanek betonowych.

## 2.2. Materiały i metody badań

W pierwszym etapie projektu badawczego wykonano testy na zaprawach cementowych, których celem było porównanie wpływu składu domieszki upłynniającej o stałej zawartości suchej substancji na właściwości reologiczne zapraw cementowych. Do opracowania składu domieszki chemicznej wykorzystano surowce PCE o różnej charakterystyce działania deklarowane przez producenta. Do wykonano zapraw zastosowano:

- cement wieloskładnikowy CEM V/A (S-V) 42,5N wg PN-197-1 [2];
  - dwa różne piaski o uziarnieniu 0/1,6 mm:
    - referencyjny (LAB) - nadziarno w ilości 5%;
    - badany (R&D) – nadziarno w ilości %.
  - domieszki do betonu:
    - domieszka referencyjna – uniwersalna domieszka PCE o stężeniu 20%;
    - trzy domieszki R&D (R&D1, R&D2, R&D3) o stężeniu 18%, zawierające odmienne proporcję surowców PCE o różnej charakterystyce działania wg. producenta.
- woda zarobowa, stosunek w/c=0,45 (const.)

W drugim etapie projektu badawczego wykonano mieszanki betonowe, do wykonania których zastosowano:

- cement CEM V/A (S-V) 42,5N wg. PN-197-1 [2]
- piasek frakcji 0/2 mm
- żwir frakcji 2/8 mm
- żwir frakcji 8/16
- domieszki upłynniające PCE o różnej charakterystyce działania

Tab. 1. Składy mieszanek betonowych.

	1	2	3	4
	Zawartość, kg/m <sup>3</sup>			
CEM V/A (S-V) 42,5N	320			
Piasek (0/2 mm)	715			
Żwir (2/8 mm)	470			
Żwir (8/16 mm)	660			
Superplastyfikator referencyjny	2,24	-	-	-
Superplastyfikator R&D1	-	2,8	-	-
Superplastyfikator R&D2	-	-	2,8	-
Superplastyfikator R&D3	-	-	-	2,8
Domieszka napowietrzająca	-	-	-	-
Woda	165			
w/c efektywne	0,48			
Projektowana zaw. powietrza, %	2,5			
Projektowana gęstość, kg/m <sup>3</sup>	2335			
Projektowana klasa konsystencji	S4			

W pierwszym etapie projektu badawczego określono właściwości reologiczne badanych zapraw cementowych z zastosowaniem reometru rotacyjnego Viskomat NT. Dla każdej wykonanej zaprawy po zakończeniu pomiaru na reometrze rotacyjnym zbadano konsystencję na stoliku rozplýwu oraz właściwości mechaniczne: wytrzymałość na zginanie i wytrzymałość na ściskanie [2].

W drugim etapie projektu badawczego wykonano mieszanki betonowe. Dla wykonanych mieszanek zbadano:

- konsystencję metodą opadu stożka wg PN-EN 12350-2 [3] po 5, 30, 60, 90 minutach od wymieszania składników;
- zawartość powietrza metodą ciśnieniową zgodnie z normą PN-EN 12350-7 [4]
- gęstość objętościową betonu zgodnie z normą PN-EN 12350-6 [5];
- wytrzymałość na ściskanie zgodnie z normą PN-EN 12390-3 [6] po 2, 7, 28, 56 i 90 dniach.

### **3. Badania zapraw cementowych**

#### **3.1. Określenie właściwości reologicznych zapraw cementowych za pomocą reometru rotacyjnego**

W celu porównania działania domieszek na właściwości reologiczne zapraw wykonano zaprawy cementowe z użyciem domieszek znacznie redukujących ilość wody w dozowaniu:

- a) domieszka referencyjna na poziomie 0,7% masy cementu;
- b) trzy domieszki R&D (R&D1, R&D2, R&D3) na poziomie 0,8% masy cementu.

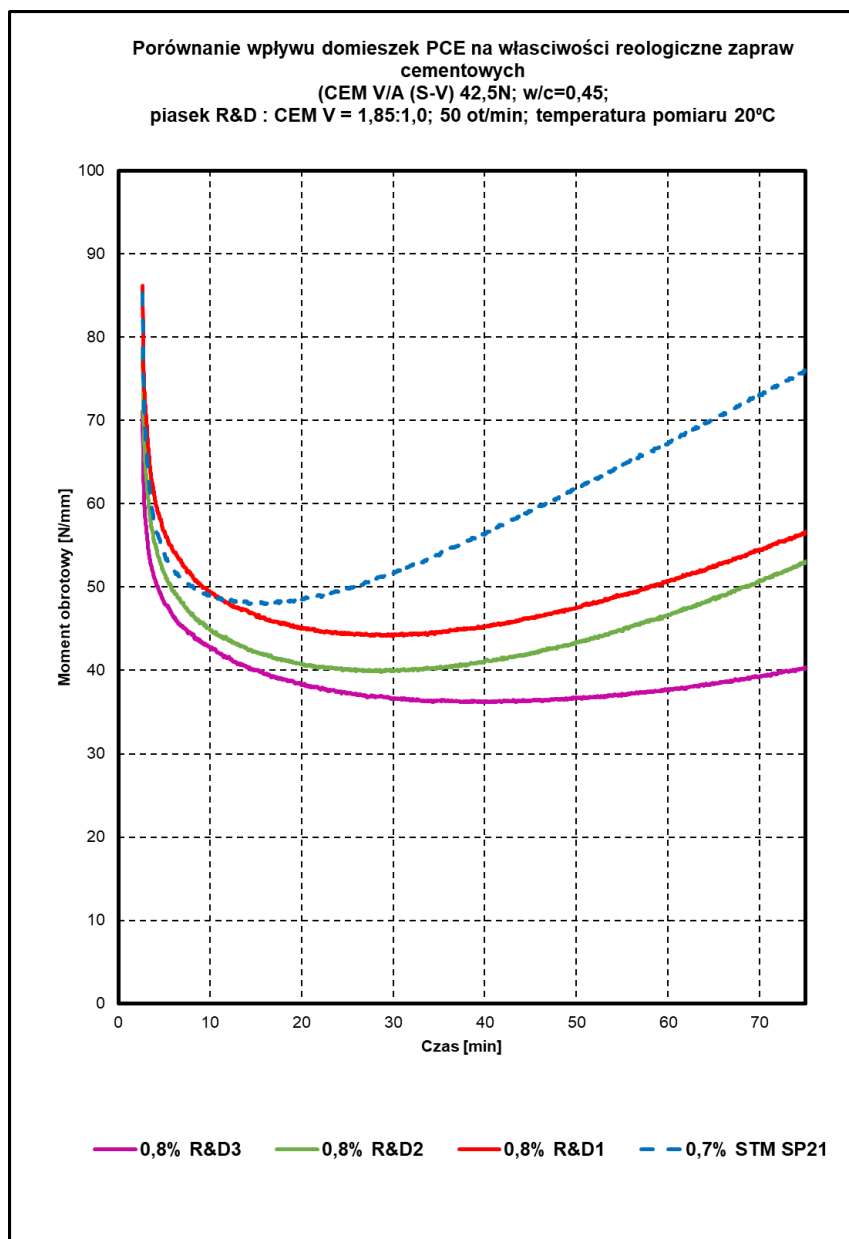
Pomiary prowadzono w warunkach stałej prędkości obrotowej sondy „WINDOW” (50 obr/min), w temperaturze układu 20°C przez 75 minut. Wyniki przedstawiono na Rys. 1.

Zaprawa cementowa wykonana z zastosowaniem domieszki referencyjnej w ilości 0,7% masy cementu charakteryzuje się bardzo krótkim czasem utrzymania konsystencji zaprawy w czasie. Widać, że krzywa reologiczna dla tej zaprawy (oznaczona niebieską linią przerywaną) po około 20 minutach trwania pomiaru wykazuje gwałtowny przebieg wznoszący.

Kolejne wykreślone krzywe reologiczne: czerwona, zielona i fioletowa odpowiadają zaprawom wykonanym z dodatkiem 0,8% masy cementu opracowanych składów domieszek: R&D1, R&D2, R&D3.

Najlepsze rezultaty otrzymano dla zaprawy wykonanej z zastosowaniem domieszki R&D3, bowiem oprócz poprawy efektu upłynnienia, poprawie ulega utrzymanie właściwości roboczych zaprawy w czasie, co na wykresie reologicznym widoczne jest jako zbliżony do poziomego przebieg krzywej fioletowej.

Rys.1. Porównanie właściwości reologicznych zapraw, wykonanych z zastosowaniem cementu CEM V/A (S-V) 42,5N.



Dla każdej z wykonanych zapraw oznaczono konsystencję na stoliku rozplýwu oraz zaformowano próbki 40x40x160mm w celu oznaczenia wytrzymałości na zginanie oraz ściskanie. Wyniki przedstawiono w Tab.2.

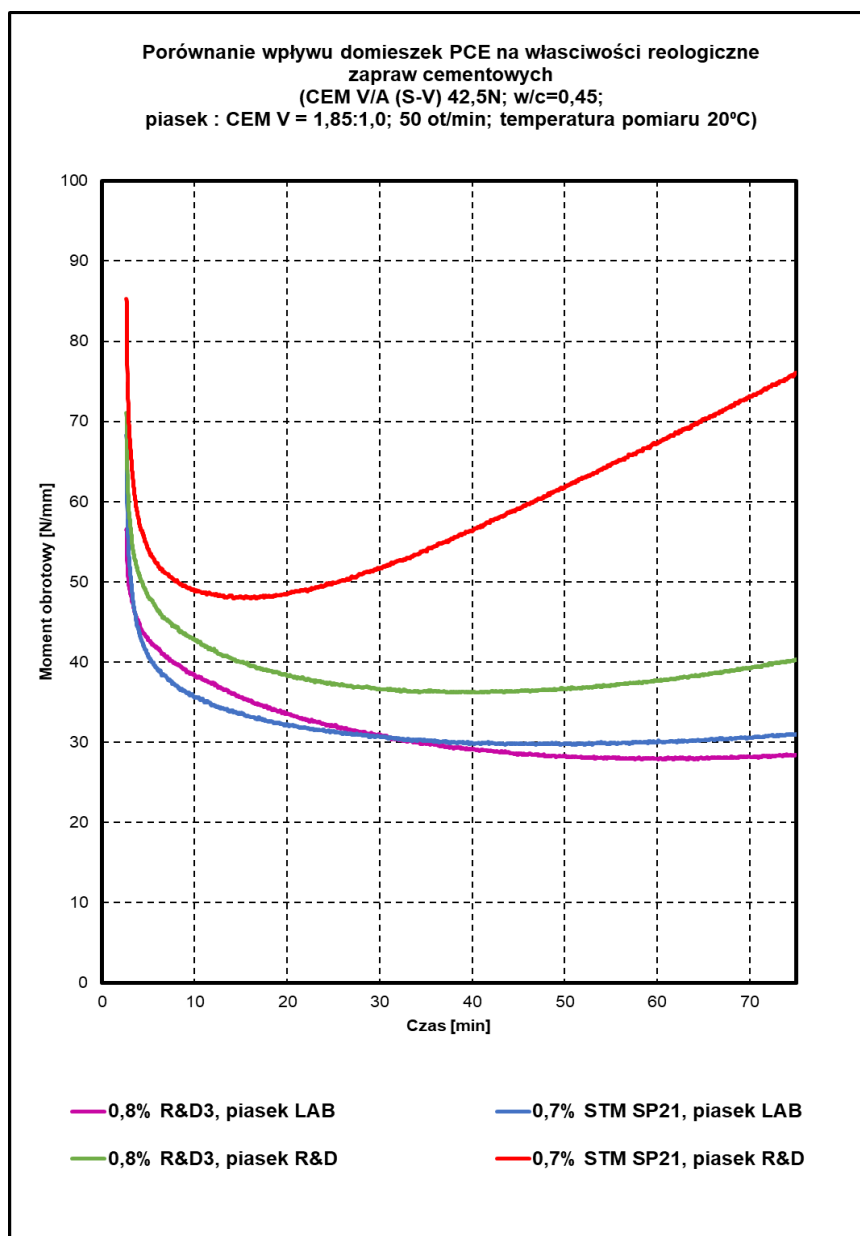
Tab. 2. Zestawienie wyników zapraw cementowych

Oznaczenie receptury	Dozowanie domieszki [%]	F <sub>c</sub> (dni)"	Konsystencja [mm]	Masa próbki [g]	Gęstość [kg/m <sup>3</sup> ]	F <sub>z</sub> [MPa]	F <sub>s</sub> [MPa]
Domieszka referencyjna	0,7	7	94	581,79	2273	7,6	38,4
R&D1	0,8	7	111	591,17	2309	7,2	37,3

R&D2	0,8	7	115	591,41	2310	7,4	36,1
R&D3	0,8	7	126	587,33	2294	7,1	36,9

Wyniki podane w Tab. 2, zgodnie z oczekiwaniami, stanowią potwierdzenie wpływu zastosowanej domieszki na właściwości reologiczne zapraw, zmierzonych za pomocą stolika rozpliwowego. Na podstawie uzyskanych wyników stwierdza się, że właściwości mechaniczne zapraw dla każdej z zastosowanych domieszek R&D są nieznacznie niższe od wytrzymałości uzyskanych dla zaprawy wykonanej z zastosowaniem domieszki referencyjnej.

Rys.2. Porównanie właściwości reologicznych zapraw, wykonanych z zastosowaniem dwóch różnych piasków (0/1,6mm).



W kolejnym etapie prac z wykorzystaniem reometru rotacyjnego określono, jak zmiana piasku wpływa na właściwości reologiczne zapraw cementowych. Do badań wykorzystano dwa piaski pochodzące z różnych źródeł. Wyniki przedstawiono na Rys.2.

Właściwości reologiczne zapraw wykonanych na piasku referencyjnym (LAB) przy zastosowaniu obu domieszek: 0,7% domieszki referencyjnej oraz 0,8% R&D3 (krzywa niebieska i fioletowa) są zbliżone.

Różnica w przebiegu krzywych reologicznych wyraźnie widoczna jest przy zmianie piasku na piasek R&D (krzywe zielona i czerwona). Szczególnie zaznacza się tutaj różnica w utrzymaniu konsystencji zaprawy w czasie na korzyść zastosowania domieszki R&D3.

## 4. Badania mieszanek betonowych

### 4.1. Konsystencja

Badane mieszanki betonowe osiągnęły założone klasy konsystencji S4. Konsystencja była badana po 5, 30, 60 oraz 90 minutach od momentu wymieszania składników z wodą (Tab.3).

Tab. 3. Zestawienie wyników pomiaru konsystencji mieszanek betonowych

Czas badania (od wymieszania składników), min	Nr mieszanki betonowej wg tab. 1			
	1	2	3	4
	Opad stożka, mm			
5	200	200	205	205
30	160	180	185	200
60	120	150	160	190
90	90	130	135	170
Początkowa klasa konsystencji wg PN-EN 206	S4			

### 4.2. Zawartość powietrza, gęstość objętościowa

Zawartość powietrza w mieszankach betonowych wyznaczono metodą ciśnieniową. Jednocześnie wyznaczono gęstość objętościową mieszanek. Zawartość powietrza i gęstość objętościową mierzono po 5 oraz 90 minutach od momentu wymieszania wszystkich składników z wodą (Tab. 4.)

Tab. 4. Zestawienie wyników pomiaru zawartości powietrza i gęstości objętościowej mieszanek betonowych

Czas badania (od wymieszania składników), min	Nr mieszanki betonowej wg tab. 1							
	1		2		3		4	
	A[%]	d [kg/m <sup>3</sup> ]	A[%]	d [kg/m <sup>3</sup> ]	A[%]	d [kg/m <sup>3</sup> ]	A[%]	d [kg/m <sup>3</sup> ]
5	2,4	2338	2,5	2335	2,3	2340	2,1	2346
90	3,8	2315	3,0	2326	2,7	2339	2,2	2344



W przypadku oznaczeń zawartości powietrza oraz gęstości objętościowej mieszanek betonowych stwierdza się wyraźne różnice w wynikach mierzonych parametrów dla poszczególnych mieszanek. Różnice te wynikać mogą z różnicy konsystencji mieszanek, po 90 minutach. Znaczny spadek konsystencji mieszanek w czasie mógł mieć wpływ na mało efektywne zagęszczenie mieszanki podczas wykonywania pomiarów.

## 5. Badania betonu stwardniałego

### 5.1. Wytrzymałość na ściskanie

Badanie wytrzymałości na ściskanie wykonanie zgodnie z PN-EN 12390-3. Z każdego betonu pobrano serię próbek 8 próbek (150 x 150 x 150 mm) do oznaczenia wytrzymałości na ściskanie po 2, 7, 28, 56 oraz 90 dniach twardnienia. Wyniki średnie przedstawiono w tabeli 5.

Tab. 5. Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie

Wiek próbek (dni)	Nr mieszanki betonowej wg tabl. 1			
	1	2	3	4
	Wytrzymałość średnia, MPa			
2	13,6	13,3	12,2	12,7
7	25,4	24,0	22,8	25,0
28	39,9	41,6	41,0	41,0
56	47,3	48,8	45,7	45,0
90	49,8	50,9	51,0	52,0

Wczesna wytrzymałość betonów wykonanych z zastosowaniem domieszek, które pozwoliły na lepsze utrzymanie właściwości roboczych mieszanek w czasie są nieznacznie niższe od wytrzymałości betonu wykonanego z zastosowaniem domieszki referencyjnej. Wraz z późniejszym wiekiem próbek ta tendencja się odwraca.

## 6. Podsumowanie i wnioski

W artykule przedstawiono wyniki programu badawczego realizowanego przez Stachema Polska Sp. z o.o. Celem prac była optymalizacja składu domieszki w kontekście kompatybilności ze spoiwem, zawierającym dużą część składników nieklinkierowych w składzie. W pracach laboratoryjnych wykorzystano reometr rotacyjny Viskomat NT, dzięki któremu przy niedużym nakładzie materiałowym udało się w sposób efektywny dobrać skład domieszki PCE, aby uzyskać optymalne zachowanie właściwości roboczych zaprawy cementowej, a w konsekwencji mieszanki betonowej w czasie. Podczas prac podjęto również próbę oceny korelacji wyników uzyskanych za pomocą reometru rotacyjnego oraz klasycznych metod oceny konsystencji mieszanki betonowej - opadu stożka Abramsa. Na podstawie uzyskanych wyników sformułowano następujące wnioski:

- skład domieszki chemicznej determinuje właściwości reologiczne zaprawy cementowej – istnieje możliwość modyfikacji składu w kierunku osiągnięcia założonych celów;
- badania z zastosowaniem reometru rotacyjnego pozwalają w prosty sposób ocenić i pomóc zmodyfikować kompatybilność układu spoiwo – domieszka chemiczna;

- ocena zachowania właściwości reologicznych zaprawy cementowej przybliży zachowanie reologii mieszanki betonowej

## **7. Literatura**

[1] Powers T.C.: The Properties of Fresh Concrete. John Wiley Sons Inc., New York 1968

[2] PN-EN 197-1: 2012 Cement -- Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku

[3] PN-EN 12350-2:2019-07 Badania mieszanki betonowej -- Część 2: Badanie konsystencji metodą opadu stożka

[4] PN-EN 12350-7:2019-08 Badania mieszanki betonowej -- Część 7: Badanie zawartości powietrza -- Metody ciśnieniowe

[5] PN-EN 12350-6:2019-08 Badania mieszanki betonowej -- Część 6: Gęstość

[6] PN-EN 12390-3:2019-07 Badania betonu -- Część 3: Wytrzymałość na ściskanie próbek do badań