

Universiteit Gent
Faculteit Ingenieurswetenschappen



Vakgroep
Bouwkundige Constructies
Voorzitter: prof. dr. ir. L. Taerwe

**CONTROLE VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR VAN BETON IN
VERHARDE TOESTAND DOOR MIDDEL VAN
FLUORESCENTIEMICROSCOPIE**

Jan Braeckman

Promotoren: prof. dr. ir. G. De Schutter en prof. dr. P. Jacobs
Scriptiebegeleiders: dr. ir. V. Boel en lic. S. De Buck

Scriptie ingediend tot het behalen van de academische graad van
burgerlijk bouwkundig ingenieur

Academiejaar 2006 – 2007

Universiteit Gent
Faculteit Ingenieurswetenschappen



Vakgroep
Bouwkundige Constructies
Voorzitter: prof. dr. ir. L. Taerwe

**CONTROLE VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR VAN BETON IN
VERHARDE TOESTAND DOOR MIDDEL VAN
FLUORESCENTIEMICROSCOPIE**

Jan Braeckman

Promotoren: prof. dr. ir. G. De Schutter en prof. dr. P. Jacobs
Scriptiebegeleiders: dr. ir. V. Boel en lic. S. De Buck

Scriptie ingediend tot het behalen van de academische graad van
burgerlijk bouwkundig ingenieur

Academiejaar 2006 – 2007

Voorwoord

Tijdens mijn opleiding burgerlijk bouwkundig ingenieur werd ik overgoten met syllabi over sterkte- en stabiliteitsberekeningen. Als eindwerk wou ik een alternatief thema aansnijden dat toch enkele raakpunten vertoont met het reeds geziene curriculum. De combinatie van de vakdomeinen betontechnologie en geologie in het microscopisch onderzoek van beton sprak mij ten zeerste aan. In de lessen van prof. dr. ir. Geert De Schutter en prof. dr. Patric Jacobs kwam dit thema enkele malen aan bod. Het is door hen dat ik dit interessante onderwerp heb leren kennen en de mogelijkheid heb gekregen het domein van de petrografie in de praktijk toe te passen. Ik wil mijn beide promotoren dan ook bedanken omdat ik dankzij hen voor dit onderwerp gekozen heb. Eveneens prof. dr. ir. Luc Taerwe wil ik mijn dank betuigen voor de mogelijkheid om in zijn laboratorium onderzoek te verrichten.

Mijn oprechte dank gaat uit naar mijn begeleidsters dr. ir. Veerle Boel en lic. Sandra De Buck. Bij hen kon ik steeds terecht met problemen en vragen. Zij hebben er ook voor gezorgd dat de zoektocht naar een laboratorium voor het vervaardigen van kwalitatieve slijpplaatjes tot een goed einde is gekomen. Bij deze wil ik niet alleen de mensen van het Deense laboratorium G.M. Idorn Consult, Ramboll bedanken voor de zorg waarmee de slijpplaatjes vervaardigd werden, maar ook de mensen van het laboratorium Magnel voor het vervaardigen, beproeven en verzagen van de betonkubussen.

Verder wil ik ook mijn naaste familie bedanken voor de steun en leuke tussendoortjes tijdens moeilijke momenten: mijn ouders om er steeds voor me te zijn, mijn broer Tom en zus Inge voor de gezellige babbels. Ook mijn vriendin Ann-Sofie wil ik bedanken voor de steun en hulp tijdens het schrijven van dit eindwerk.

TOELATING TOT BRUIKLEEN

De auteur geeft de toelating deze scriptie voor consultatie beschikbaar te stellen en delen van de scriptie te kopiëren voor persoonlijk gebruik.

Elk ander gebruik valt onder de beperkingen van het auteursrecht, in het bijzonder met betrekking tot de verplichting de bron uitdrukkelijk te vermelden bij het aanhalen van resultaten uit deze scriptie.

Heusden, 09-06-2007,

Overzicht

CONTROLE VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR VAN BETON IN VERHARDE TOESTAND DOOR MIDDEL VAN FLUORESCENTIEMICROSCOPIE

Jan Braeckman

Scriptie ingediend tot het behalen van de academische graad van
burgerlijk bouwkundig ingenieur

Academiejaar 2006 – 2007

Promotoren: prof. dr. ir. G. De Schutter en prof. dr. P. Jacobs

Scriptiebegeleiders: dr. ir. V. Boel en lic. S. De Buck

Faculteit Ingenieurswetenschappen

Universiteit Gent

Vakgroep Bouwkundige Constructies

Voorzitter: prof. dr. ir. L. Taerwe

SAMENVATTING

De Noord-Europese landen ontwikkelden in de jaren negentig een methode om door middel van fluorescentiemicroscopie de water/cement-factor (W/C) van verhard beton te bepalen. De methode wordt daar reeds enkele jaren in kwaliteitscontrole- en schadeanalyseprogramma's toegepast. In dit eindwerk wordt een proefprogramma opgesteld om met behulp van de fluorescentiemicroscopie de W/C na verharding te controleren.

De methode steunt op het feit dat de capillaire porositeit van verhard beton evenredig is met de W/C. In hoofdstuk 2 wordt dieper ingegaan op deze relatie aan de hand van een empirisch model opgesteld door Powers en Brownyard. Meer algemeen wordt de poriënstructuur van beton in verharde toestand besproken.

De capillaire porositeit van beton kan na verharding gekwantificeerd worden door middel van fluorescentiemicroscopie. Alle capillaire poriën van een micrometer dun betonnen plaatje (slijpplaatje) worden opgevuld met een fluorescerende epoxy, die oplicht bij UV-belichting. In hoofdstuk 3 wordt deze techniek in detail besproken. Door het meten van die fluorescentie

kan de W/C van een betonmonster met ongekende W/C geschat worden door vergelijking met betonmonsters met gekende W/C, zogenaamde referentiemonsters. De samenstelling van de monsters gebruikt in dit eindwerk wordt besproken in hoofdstuk 4.

In hoofdstuk 5 wordt de fluorescentiemicroscopie in de praktijk toegepast aan de hand van de vervaardigde referentiemonsters. Zowel een manuele methode als een methode waarbij gebruikgemaakt wordt van beeldanalysetechnieken, de zogenaamde semi-automatische methode, worden toegepast. Deze laatste methode legt een verband tussen de fluorescentie en W/C van de verschillende betonmonsters. Toepassing van die methode geeft aan dat de fluorescentiemicroscopie ter controle van de W/C van verhard beton heel nauwkeurig en goed reproduceerbaar is. De nauwkeurigheid is afhankelijk van de W/C en is gelegen tussen $\pm 0,01$ en $\pm 0,03$.

In hoofdstuk 6 ten slotte wordt de wijziging van enkele betonparameters en de overgangszone tussen granulaat en cementmatrix besproken. Het cementgehalte, het cementtype en de toevoeging van vliegias en kalksteenmeel blijken uit het onderzoek een belangrijke invloed te hebben op de fluorescentie-intensiteit. Hieruit kan worden besloten dat de methode beter geschikt is voor kwaliteitscontrole dan voor shadeanalyse van verhard beton aangezien in het eerste geval de betonsamenstelling doorgaans goed gekend is. De methode vereist dus een groot aantal referentiemonsters met goed gekende eigenschappen. Het voorliggende werk hoopt hieraan een bijdrage toe te leveren.

Trefwoorden: water/cement-factor, capillaire porositeit, fluorescentiemicroscopie, slijpplaatjes, beeldanalysetechnieken.

Extended abstract

Control of the water-cement ratio of hardened concrete using fluorescence microscopy

Jan Braeckman

Supervisors: prof. dr. ir. G. De Schutter, prof. dr. P. Jacobs

Abstract This article discusses the technique of the fluorescence microscopy to determine the water-cement ratio of hardened concrete. Therefore a testing program was mounted to study and examine the method. The main results of the testing program are outlined and discussed in this overview article.

Keywords Capillary porosity, fluorescence, thin section

I. INTRODUCTION

The water-cement ratio (W/C) of concrete is an important parameter in concrete technology that determines properties like strength and durability. The term invariably appears in specifications and numerous standards. It represents the ratio of the mass of water to the mass of cementitious materials.

In practice it is not easy to determine the W/C after the concrete is hardened. There is a need for a precise method for determination of the W/C in hardened concrete both for quality control in young concrete and in the autopsy of deteriorated concrete. A possible method is the microscopic investigation of thin sections in fluorescent light mode. This method will be studied and examined in this paper.

II. PRINCIPLE

Thin sections of concrete are micrometer thin specimens that can be viewed under an optical microscope. During preparation of the thin sections the capillary pores in the cement paste are filled with fluorescent epoxy by impregnating the specimen in vacuum. The thin sections can then be analyzed under a microscope in fluorescent light mode. The intensity of fluorescence of the cement paste viewed through the eyepiece of the microscope is a function of the capillary porosity. The capillary porosity is a function of the W/C and the degree of hydration. The W/C can therefore be estimated by comparing the fluorescence of the thin sections of the test sample with the fluorescence of a thin section of a reference sample.

The comparison of the fluorescence or green tone can be made by the human eye under the microscope. This method is the so called manual method. When the green tone of the cement paste is high, the human eye sometimes fails to

distinguish the intensity differences. Therefore a faster and more operator independent method was developed, the semi-automatic method. This method uses image analysis techniques. The operator takes with a digital camera, mounted on the microscope, pictures of different zones of the thin sections. The camera is connected to a computer that transforms the images to a histogram that expresses the amount of the different colors. The mean green tone of the cement paste can be measured by eliminating the thresholds of the aggregates (black) and air voids (light green) out of the histogram. Therefore the image analysis programs *Imagetool* and *W/C check* can be used.

The semi-automatic method makes it possible to set a relation between the measured mean green tone of a thin section and the W/C of that section. This relation can be made for thin sections with different W/C to result in a calibration curve of fluorescence versus W/C.

Both methods, manual and semi-automatic, require an initial microscopic quality check of the preparation of the thin sections and an examination of the condition of the concrete. When looking at the overall condition of the concrete, areas which can cause errors in the W/C estimation are located and marked so that they can be avoided during the W/C estimation.

III. TESTING PROGRAM

A. Concrete mixes

To verify the fluorescence method eight concrete mixes were made in the W/C range 0,35 – 0,70. All the mixes in this range contain 350 kg Portland cement per cubic meter concrete and no admixtures. Superplasticizers were added if necessary. After 28 days of hardening in the moisture room samples were sawn out from concrete cubes and thin sections were fabricated conform the principles described in the Nordtest Method [1]. From the mixes with W/C equal to 0,35 and 0,70 six thin sections were fabricated while from the other mixes only three thin sections were made.

Beside these reference mixes, four other mixes were fabricated to investigate the influence of some parameters. In a first mix the cement content was reduced to 300 kg Portland cement per cubic meter concrete. Secondly the cement type was changed into CEM III/A 42,5 LA in stead of CEM I 52,5 N. A third factor that is investigated is the addition of fine powders. One mix contained a certain amount

J. Braeckman is student at the Department of Structural Engineering, Ghent University (UGent), Ghent, Belgium. E-mail: Jan.Braeckman@UGent.be .

of fly ash while another mix contained the same amount of limestone. From each mix two thin sections were manufactured in the same matter as for the reference samples.

B. Measuring the green tone

The green tone of the cement paste was measured with the image analysis program *W/C check*. This program is especially developed by the consulting bureau Concrete Experts International for the determination of the W/C of concrete. The green tone is measured in twelve zones per thin sections. For each thin section the mean green tone and the dispersion of the green tone is calculated. The mean value is representative for the W/C of the thin section, while the dispersion gives an indication of the homogeneity of the cement paste.

The green tone is measured by two magnifications of the microscope: 10x and 40x. The magnification 40x makes it possible to zoom in between the aggregates of the concrete. The magnification 10x gives a larger image of the thin section, consequently more cement paste of the concrete will be viewed.

IV. RESULTS

The calibration curve of the reference samples is plotted for both magnifications (10x and 40x) in figure 1. The fluorescence is measured over three thin sections per W/C. These measurements are presented for each series even as the mean value of the three measurements. The calibration curve is based on the mean value.

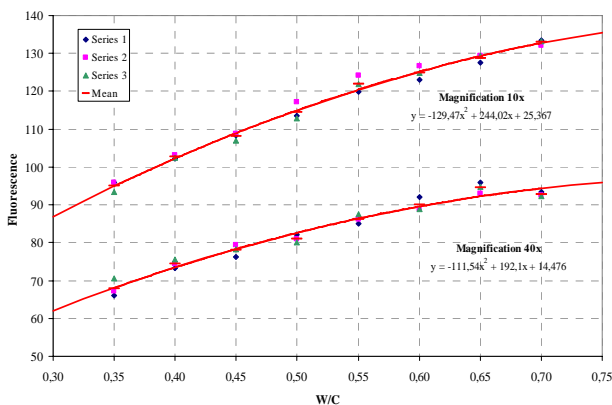


Figure 1 Calibration curves of the reference samples.

Both curves smooth by higher values of the W/C. This corresponds with the fact that the change in capillary porosity is more pronounced at lower W/C than at higher W/C (Powers [1]). The curve for magnification 40x gives the best results for low values of the W/C while the curve for magnification 10x gives better results for high values of the W/C.

The accuracy of the semi-automatic method was checked by low and by high values of W/C. If three thin sections are available, the accuracy is $\pm 0,01$ for W/C less than or equal to 0,50 while for W/C greater than 0,50 the accuracy is $\pm 0,03$.

The results of the parameter study are sketched in figure 2. As reference the calibration curves of the reference samples are plotted in the same figure.

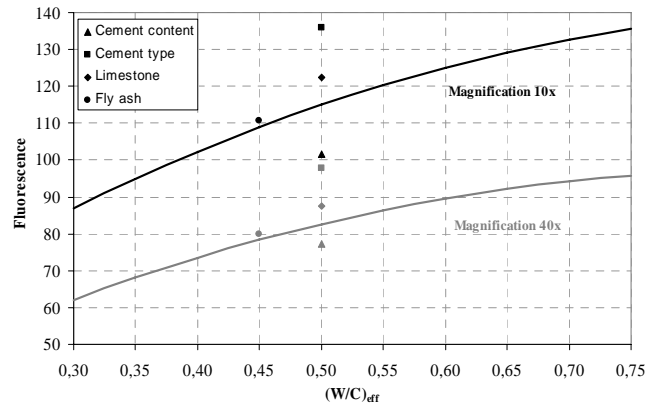


Figure 2 Influence of the parameters

The four parameters have an important influence on the mean fluorescence. Only the point of the sample fly ash corresponds near to the calibration curve of the reference samples if the effective water-cement ratio $(W/C)_{eff}$ is represented in the abscissa.

Fluorescence microscopy makes it also possible to determine the interfacial transition zone (ITZ) between aggregates and cement paste. The structure and thickness of the ITZ is function of the W/C and concrete type. Studies of the reference samples showed that the thickness of the ITZ decreases from 50 to 20 μm as the W/C increases from 0,35 to 0,55.

V. DISCUSSION AND CONCLUSION

The accuracy that can be reached with the fluorescence technique for determination of the W/C is high. It is important to notice that this high accuracy can only be reached if the analysis is done over a significant number of thin sections of the tested concrete that needs to have similar properties as the reference samples.

The results of the parameter study confirm this. The composed calibration curves of the reference samples are only representative for concrete based on 350 kg Portland cement per cubic meter concrete without admixtures. It is difficult to predict the influence of the parameters if no reference samples are available with the same properties as the tested samples.

The method needs reference samples with varying parameters in a certain W/C range to predict the W/C of samples with unknown W/C. It is important to know the parameters of the tested concrete to use the correct calibration curves. Therefore the method suits better for quality control of hardened concrete than for the analysis of deteriorated concrete because the composition of the mix is generally known by quality control.

REFERENCES

- [1] Nordtest Method (1991), Concrete, hardened: Water-cement ratio, NT BUILD 361.
- [2] Powers T., Brownyard L. (1946-1947), Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste (nine parts), Journal of the American Concrete Institute, Vol. 43

Inhoudstafel

Voorwoord

Overzicht

Extended abstract

Inhoudstafel

Symbolenlijst

Hoofdstuk 1: Probleemstelling en doelstellingen	1
1 PROBLEEMSTELLING	1
1.1 DEFINITIE VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR	1
1.2 GEBRUIK VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR	1
1.3 BEPALING VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR	2
1.4 TOEPASSING	3
2 DOELSTELLINGEN	3
Hoofdstuk 2: Poriënstructuur van verhard beton	5
1 INLEIDING	5
2 HYDRATATIE VAN CEMENT	5
2.1 HYDRATATIEPROCES	5
2.2 HYDRATATIEREACTIES	6
2.2.1 <i>Portlandcement</i>	6
2.2.2 <i>Hoogovencement</i>	6
2.2.3 <i>Puzzolane toevoegingen</i>	7
2.3 HYDRATATIEGRAAD	7
3 VORMING PORIËNSTRUCTUUR	7
4 CAPILLAIRE POROSITEIT	9
4.1 VERHARDE CEMENTPASTA	9
4.2 BETON	12

Hoofdstuk 3: Fluorescentiemicroscopie	13
1 INLEIDING	13
2 NORDTEST METHOD	13
3 PRINCIPES FLUORESCENTIEMICROSCOPIE	13
3.1 BETON	13
3.1.1 <i>Oorsprong</i>	13
3.1.2 <i>Vervaardiging</i>	14
3.1.3 <i>Fluorescente epoxy</i>	16
3.2 FLUORESCENTIEMICROSCOOP	16
3.2.1 <i>Algemeen</i>	16
3.2.2 <i>Fluorescerende mode</i>	18
3.3 BEPALING WATER/CEMENT-FACTOR	19
4 ALTERNATIEVE METHODES	19
4.1 CHEMISCHE METHODE	20
4.1.1 <i>Cementgehalte</i>	20
4.1.2 <i>Watergehalte</i>	21
4.1.3 <i>Toepassing</i>	21
4.2 FYSISCH METHODE	22
Hoofdstuk 4: Mengselsamenstellingen	23
1 INLEIDING	23
2 AANGEWENDE MATERIALEN	23
2.1 GRANULATEN	23
2.2 CEMENT	24
2.3 SUPERPLASTIFICEERDER	25
2.4 VULSTOFFEN	25
2.4.1 <i>Kalksteenmeel</i>	25
2.4.2 <i>Vliegass</i>	26
3 MENGELINGEN BETON	26
3.1 MENGPROCEDURE	26
3.2 SAMENSTELLING REFERENTIEMENGELINGEN	27
3.3 PARAMETERSTUDIE	29
3.4 AANTAL SLIJPPLAATJES PER MENGELING	30

4	RELATIE DRUKSTERKTE – W/C	31
5	CAPILLAIRE POROSITEIT MENGELINGEN	33
	Hoofdstuk 5: Bepaling van de water/cement-factor	34
1	INLEIDING	34
2	KWALITEITSCONTROLE VAN DE SLIJPLAATJES	34
2.1	DIKTE VAN HET SLIJPLAATJE	34
2.2	BESCHADIGING TIJDENS PREPARATIE	35
2.3	CARBONATATIE	35
2.4	UITLOGING	36
2.5	CONCLUSIES	36
3	METEN VAN DE FLUORESCENTIE-INTENSITEIT	37
3.1	MANUELE METHODE	38
3.1.1	<i>Algemeen</i>	38
3.1.2	<i>Toepassing</i>	38
3.1.3	<i>Conclusies</i>	40
3.2	SEMI-AUTOMATISCHE METHODE	41
3.2.1	<i>Algemeen</i>	41
3.2.2	<i>Digitale camera</i>	42
3.2.3	<i>UTHSCSA Imagetool</i>	43
3.2.4	<i>W/C check</i>	45
3.2.5	<i>Conclusies</i>	47
4	CALIBRATIECURVE	48
4.1	ALGEMEEN	48
4.2	AANTAL ZONES	48
4.3	VERGROTINGSFACTOR	51
4.4	AANTAL SLIJPLAATJES	53
4.5	CUT-OFF THRESHOLD	57
5	NAUWKEURIGHEID EN REPRODUCEERBAARHEID	58
6	AANBEVELINGEN	61
	Hoofdstuk 6: Parameterstudie	62
1	INLEIDING	62
2	INVLOED ONDERZOCHE PARAMETERS	62

2.1	CEMENTGEHALTE	63
2.2	CEMENTTYPE	66
2.3	VLIEGAS	68
2.4	KALKSTEENMEEL	69
3	INVLOED OVERIGE PARAMETERS	71
3.1	OUDERDOM	71
3.2	GRANULATEN	72
3.3	LUCHTGEHALTE	72
3.4	SUPERPLASTIFICEERDER	73
4	OVERGANGSZONE GRANULAAT – CEMENTMATRIX	73
4.1	ALGEMEEN	73
4.2	REFERENTIEMONSTERS	74
4.2.1	<i>Dikte van de ITZ</i>	74
4.2.2	<i>Capillaire porositeit van de ITZ</i>	75
4.3	MONSTERS PARAMETERSTUDIE	77
4.3.1	<i>Dikte van de ITZ</i>	77
4.3.2	<i>Capillaire porositeit van de ITZ</i>	77
5	CONCLUSIES	78
	Hoofdstuk 7: Algemeen besluit	81
	Bijlagen	83
	<i>Bijlage A: Referentiemonsters reeks 1 (vergroting 10x)</i>	84
	<i>Bijlage B: Manuele methode</i>	86
	<i>Bijlage C: Gedigitaliseerde slijpplaatjes referentiemonsters</i>	88
	<i>Bijlage D: Gemeten fluorescentie referentiemonsters</i>	98
	<i>Bijlage E: Gemeten fluorescentie parameterstudie</i>	110
	<i>Bijlage F: Gedigitaliseerde slijpplaatjes parameterstudie</i>	114
	<i>Bijlage G: Parameterstudie (vergroting 10x)</i>	117
	Referentielijst	118

Symbolenlijst

α	hydratatiegraad	-
α_u	ultieme hydratatiegraad	-
C	massa cement	kg
f_c	druksterkte	N/mm ²
$f_{ccub,28}$	kubusdruksterkte na 28 dagen	N/mm ²
G	massa grind	kg
$\Phi_{cap,beton}$	capillaire porositeit beton	-
$\Phi_{cap,pasta}$	capillaire porositeit cementpasta	-
M_g	fijnheidsmodulus grind	-
M_{Iz}	fijnheidsmodulus ideale zeefkromme	-
M_z	fijnheidsmodulus zand	-
ρ_{beton}	massadichtheid beton	kg/m ³
ρ_c	massadichtheid cement	kg/m ³
ρ_g	massadichtheid grind	kg/m ³
ρ_t	massadichtheid toevoegingen	kg/m ³
ρ_w	massadichtheid water	kg/m ³
ρ_z	massadichtheid zand	kg/m ³
T	massa toevoegingen	kg
T_h	hoogste cut-off threshold	-
T_l	laagste cut-off threshold	-
V_c	volume cement	m ³
V_g	volume grind	m ³
V_{gc}	volume gevormde capillaire holten	m ³
V_{gw}	volume gelwater	m ³
V_l	volume lucht	m ³
V_{nhc}	volume niet-gehydrateerd cement	m ³
V_{vhp}	volume vaste hydratatieproducten	m ³
V_{vw}	volume vrij water	m ³
V_w	volume aanmaakwater	m ³
V_z	volume zand	m ³
W	massa water	kg
W/C	water/cement-factor	-
$(W/C)_{eff}$	effectieve water/cement-factor	-
Z	massa zand	kg

Hoofdstuk 1:

Probleemstelling en doelstellingen

1 PROBLEEMSTELLING

1.1 DEFINITIE VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR [1]

Eén van de belangrijkste parameters in de betontechnologie is de water/cement-factor, afgekort W/C. Die factor stelt de verhouding van de massa water tot de massa cement voor in een betonmengeling. Onder water moeten alle vloeibare bestanddelen worden verstaan, dus ook vloeibare additieven, zoals superplastificeerders, dragen voor een zeker percentage bij tot de teller van de W/C. Van deze hoeveelheid water mag de hoeveelheid water geabsorbeerd door de granulaten niet in beschouwing worden genomen. Bij de massa cement moeten alle hydraulische bestanddelen in rekening worden gebracht. Dit zijn alle bestanddelen die de eigenschap hebben met water een binding aan te gaan en daardoor te verstenen, maar dan zo, dat de daardoor ontstane verbinding niet meer in water oplost. Dus ook vulstoffen, zoals vliegas en silica fume, dragen voor een zeker aandeel bij tot de noemer van de W/C. Men spreekt dan van een effectieve water/cement-factor $(W/C)_{\text{eff}}$.

1.2 GEBRUIK VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR

De W/C bepaalt de twee belangrijkste eigenschappen van verhard beton: sterkte en duurzaamheid. In alle wetmatigheden voor de druksterkte van beton verschijnt de W/C als basisveranderlijke. De meest bekende betrekking die een verband legt tussen de druksterkte f_c en de W/C is deze van Feret:

$$f_c = K_1 \frac{1}{\left(1 + K_2 \frac{W}{C}\right)^2} \quad (1.1)$$

De sterkte daalt met de W/C. Deze vaststelling werd destijds kernachtig uitgedrukt door Professor Magnel: *water is vergif voor beton* [2].

Duurzaamheid is de eigenschap van materialen en elementen om te weerstaan aan ernstige aantastingsverschijnselen met als resultaat dat een afname van de initiële eigenschappen binnen aanvaardbare grenzen gehouden wordt [3]. Een duurzaam beton vereist onder meer

een dichte structuur als bescherming tegen fysische en chemische aantasting van buiten uit. Cruciaal daarin is het gedrag van beton ten aanzien van water, gassen en andere stoffen. Dat gedrag wordt grotendeels bepaald door de kenmerken van de poriënstructuur. Een beton met een lage W/C heeft doorgaans een dichte structuur, waardoor de kans op aantasting van buiten uit vermindert.

In de norm NBN EN 206-1 [4] worden zogenaamde milieuklassen gedefinieerd. De definitie van de milieuklassen gaat uit van de aantastingsmechanismen waaraan beton onderhevig kan zijn. In de norm NBN B15-001 [5] wordt uitgegaan van omgevingsklassen. Deze ‘omgevingen’ komen in België veel voor en zijn voor de Belgische betonpraktijk vaak van toepassing. Voor elke omgevingsklasse bepaalt de norm de relevante milieuklassen. Voor een uitgebreide beschrijving van de milieu- en omgevingsklassen wordt verwezen naar de respectievelijke normen.

Voor de verschillende milieuklassen en omgevingsklassen gelden duurzaamheidseisen, vermeld in de normatieve bijlage F van de Belgische norm. Om de duurzaamheidseisen te bepalen wordt er gebruikgemaakt van het concept betontype. Een betontype is een specifieke combinatie van eisen voor enkele elementaire betonparameters zoals de W/C. Een betontype wordt aangeduid met het symbool T, gevolgd door een getal tussen haakjes dat verwijst naar de maximaal toelaatbare W/C. Er zijn tien betontypes vastgelegd (zie tabel 1.1). De meest voorkomende types zijn T(0,50), T(0,45) en T(0,55).

Aanduiding	T(1,50)	T(1,00)	T(0,65)	T(0,60)	T(0,55)	T(0,55)A	T(0,50)	T(0,50)A	T(0,45)	T(0,45)A
Maximale water-cementfactor	1,50	1,00	0,65	0,60	0,55	0,55	0,50	0,50	0,45	0,45
Minimaal cementgehalte	-	-	260	280	300	300	320	320	340	340
Minimale druksterkte-klasse	C8/10	C12/15	C16/20	C20/25	C25/30	C20/25	C30/37	C25/30	C35/45	C30/37
Minimum luchtgehalte (%) van vers beton voor nominale D_{max} :										
20 of 32 mm						4		4		4
16 mm						5		5		5
8 mm						6		6		6

Tabel 1.1: Betontypes [6]

Voor elk beton is het nodig om naargelang de omgeving waarin het is gesitueerd, alle toepasselijke milieuklassen uit te kiezen. Het beton moet dan beantwoorden aan alle eisen in relatie tot de uitgekozen milieuklassen. Het beton zal hieraan voldoen als het beantwoordt aan alle aanvullende eisen van de geselecteerde milieuklassen en aan het betontype van de geselecteerde milieuklassen met de laagste maximaal toelaatbare W/C [6].

1.3 BEPALING VAN DE WATER/CEMENT-FACTOR

De W/C is dus een belangrijke parameter die verschijnt in talrijke normatieve documenten ter bepaling van de betonsamenstelling. In de praktijk is het evenwel niet evident om de W/C na

verharding van het beton te controleren. Een mogelijke methode is de microscopische analyse van dunne betonnen plaatjes, zogenaamde slijpplaatjes, met behulp van fluorescerend licht.

De capillaire poriën van de betonnen plaatjes worden gevuld met een fluorescerende epoxy die fluorescerend oplicht bij UV-belichting. Afhankelijk van de hoeveelheid capillaire poriën kan zo een verschillende fluorescentie-intensiteit, kortweg fluorescentie, van de cementpasta worden waargenomen doorheen het oculair van de microscoop. Door een kwantificering van de capillaire porositeit kan dan, na vergelijking met referentiemonsters, de W/C goed geschat worden. Deze methode staat bekend als de fluorescentietechniek, en wordt in dit eindwerk besproken en geanalyseerd.

1.4 TOEPASSING

Kennis van de W/C van beton na verharding kan noodzakelijk zijn bij kwaliteitscontrole of schadeanalyse van betonnen constructies. In [7] worden twee voorbeelden gegeven. Tijdens de constructie van het betonnen wegdek van de Kopenhaagse luchthaven werd de W/C gecontroleerd in 43 betonkernen. De met de fluorescentietechniek bepaalde W/C (0,35) week 0,02 af van de voorgeschreven W/C (0,37) van de mengeling. Een tweede voorbeeld is de analyse van 522 slijpplaatjes van 127 betonnen voorgespannen spoorwegdwarsliggers, verricht door het consulting- en ingenieursbureau G.M. Idorn Consult. Deze dwarsliggers waren reeds enkele jaren in gebruik vooraleer de W/C met behulp van fluorescentiemicroscopie werd bepaald. De fluorescentietechniek gaf een gemiddelde W/C van 0,42. Deze week 0,02 af van de maximale W/C (0,44) voorgeschreven in de productiefiches.

In bovenstaande voorbeelden is de geschatte W/C kleiner dan de voorgeschreven W/C. De afwijking is dus positief. In vele gevallen wordt er echter een controle van de W/C aangevraagd indien vermoed wordt dat de W/C te hoog is. Dit komt vooral voor bij schadegevallen van betonnen constructies waarbij grote afwijkingen tussen de geschatte en voorgeschreven W/C worden vastgesteld.

2 DOELSTELLINGEN

In dit eindwerk wordt de fluorescentietechniek bestudeerd en toegepast. Hiertoe werden een aantal referentiebetons op basis van portlandcement vervaardigd, waaruit dan na verharding slijpplaatjes ontnomen werden. Met behulp van de fluorescentiemicroscoop werd de W/C nagegaan. Verschillende invloedsfactoren zoals de vergrotingsfactor van de microscoop, het aantal zones per slijpplaatje en het aantal slijpplaatjes per mengeling worden onderzocht. Ook de nauwkeurigheid en reproduceerbaarheid van de methode worden ingeschat. De invloed van

een aantal belangrijke betonparameters zoals cementgehalte, cementtype en vulstoffen wordt eveneens nagegaan. Hiertoe werd vooraf een globaal proefprogramma opgesteld.

De eerstvolgende twee hoofdstukken behandelen onder de vorm van een literatuurstudie de poriënstructuur van verhard beton (hoofdstuk 2) en de methodiek van de fluorescentietechniek (hoofdstuk 3). Een overzicht van de materialen en betonsamenstellingen die gebruikt werden in het experimentele gedeelte, komt aan bod in hoofdstuk 4. Het experimentele gedeelte is neergeschreven in de hoofdstukken 5 en 6. Hoofdstuk 5 handelt over de bepaling van de W/C van de referentiemonsters op basis van portlandcement en zonder vulstoffen. Hoofdstuk 6 bespreekt de invloed van de onderzochte parameters cementgehalte, cementtype en vulstoffen. Tot slot van deze thesis bevat hoofdstuk 7 een algemeen besluit en enkele kritische bemerkingen.

Hoofdstuk 2:

Poriënstructuur van verhard beton

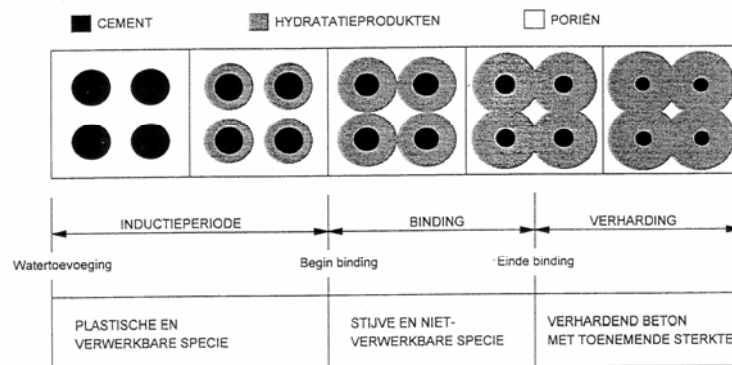
1 INLEIDING

De capillaire porositeit van verharde cementpasta kan worden geschreven in functie van de massa's en volumemassa's van cement en water, en de hydratatiegraad van de cementpasta. In dit hoofdstuk worden eerst algemeen het hydratatieproces en de hydratatiereacties van cement besproken. Om vervolgens meer inzicht te krijgen in de poriënstructuur van beton wordt op basis van literatuurgegevens nader ingegaan op de poriënstructuur van verharde cementpasta. Er zijn reeds vele classificaties van de poriënstructuur voorgesteld door verschillende onderzoekers (Powers [8], Feldman [9], Jennings [10]). De meest bekende en aanvaarde is deze van Powers [8] en zal dan ook kort worden toegelicht in onderhavig hoofdstuk.

2 HYDRATATIE VAN CEMENT

2.1 HYDRATATIEPROCES

Wanneer cement in contact komt met water, begint de hydratatiereactie. De verschillende klinkermineralen van het cement reageren met water, en worden omgevormd tot nieuwe verbindingen die de uiteindelijke eigenschappen van het materiaal beton zullen bepalen. Er wordt een skelet van vaste hydratatieproducten opgebouwd. Langsheen de rand van de cementkorrels treedt een binnen- en buitenwaartse groei van de hydratatieproducten op. Na verloop van tijd raken de expanderende korrels elkaar en ontstaat er een doorlopende of percolerende structuur van hydratatieproducten. Dit is schematisch voorgesteld in figuur 2.1 [11].



Figuur 2.1: Schematische voorstelling van het hydratatieproces [11]

2.2 HYDRATATIEREACTIES

In het overzicht hierna worden de belangrijkste hydratatiereacties kort toegelicht. In de tekst wordt gebruikgemaakt van de verkorte notaties uit de cementchemie.

2.2.1 *Portlandcement*

De verschillende oxydes van portlandklinker komen in het cement voor onder de vorm van volgende hoofdcomponenten:

- C_3S of $3CaO.SiO_2$ (tricalciumsilicaat of aliet)
- C_2S of $2CaO.SiO_2$ (dicalciumsilicaat of beliet)
- C_3A of $3CaO.Al_2O_3$ (tricalciumaluminaat)
- C_4AF of $4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$ (tetracalciumaluminoferriet of celiet)

De silicaten C_3S en C_2S zijn de belangrijkste componenten. Ze reageren met water en vormen calciumsilicaathydraten CSH, calciumhydroxide ($Ca(OH)_2$ of kortweg CH) en warmte.



Aangezien de chemische samenstelling van de calciumsilicaathydraten varieert met de W/C, de temperatuur en de hydratatiegraad, noteert men meestal symbolisch CSH. Het uiteindelijke reactieproduct is weinig kristallijn en eerder op te vatten als een poreuze stof met gelachtige eigenschappen. Het aandeel CSH neemt ongeveer 50 tot 60 % in van het totaal volume vaste stoffen in de verharde cementsteen, terwijl het aandeel CH slechts 20 tot 25 % bedraagt. Het CH zorgt voor het sterk alkalisch karakter van de poriënvloeistof, en zal onder andere reageren met het koolzuur (CO_2) uit de lucht en calciumcarbonaat vormen (carbonatatie) [2].

Voor een beschrijving van de hydratatiereactie van de overige componenten (C_3A en C_4AF) wordt verwezen naar [2].

2.2.2 *Hoogovencement*

Bij hoogovencement kan de fijngemalen hoogovenslak hydrateren door de bij de hydratatie van de portlandklinker gevormde CH. Men zegt dat de hydratatie van de slak gebeurt met portlandactivering. Door de reactie van de hoogovenslak worden calciumsilicaathydraten gevormd die bijdragen tot de sterkte van het verhard beton. De hydratatiereacties van hoogovencement zijn over het algemeen ingewikkelder en minder goed gekend dan bij zuiver portlandcement [2].

2.2.3 *Puzzolane toevoegingen*

Soms worden in het beton puzzolane materialen toegevoegd, zoals vliegassen en silica fume. Deze materialen dragen bij tot de sterkteontwikkeling door de vorming van calciumsilicaathydraten. De puzzolanische reactie verbruikt calciumhydroxide en is hieronder schematisch weergegeven. Deze reactie verloopt traag [2].



Toevoegingen die niet puzzolaan zijn, zoals kalksteenfiller reageren praktisch niet met water en worden inert genoemd. Ze vormen een aanvulling op het inerte korrel skelet. Inerte toevoegingen kunnen niet als vervanger voor cement worden ingezet [11]. Ze hebben wel een zekere invloed op de hydratatie. Zo werd in [12] een extra hydratatiepiek tijdens de hydratatiereactie vastgesteld bij toevoeging van kalksteenmeel.

2.3 HYDRATATIEGRAAD

De hydratatiegraad $\alpha(t)$ wordt gedefinieerd als de verhouding tussen de op dat tijdstip reeds gehydrateerde hoeveelheid cement en de hoeveelheid cement die oorspronkelijk in het mengsel aanwezig is. De hydratatiegraad varieert tussen nul (verse cementpasta) en één (volledige hydratatie). Volledige hydratatie treedt in de praktijk nooit op. Afhankelijk van de W/C zal het hydratatieproces eindigen op verschillende hydratatiegraden. Volgens Mill kan de ultieme hydratatiegraad α_u waarbij de reactie stilvalt, theoretisch benaderend berekend worden met onderstaande formule [13].

$$\alpha_u = \frac{1,031 W/C}{0,194 + W/C} \quad (2.4)$$

Bovenstaande formule is enkel geldig voor portlandcement. De hydratatiegraad is een fundamentele parameter voor de beschrijving van de eigenschappen van verhard beton. De hydratatiegraad bepaalt immers de hoeveelheid gehydrateerd cement, die op zijn beurt een maat is voor de structuurvorming.

3 VORMING PORIËNSTRUCTUUR

Verse cementpasta is een plastisch netwerk van cementdeeltjes in water, doch eenmaal de binding is ingetreden blijft het schijnbare volume ongeveer constant. Tijdens hydratatie bestaat de cementpasta uit gehydrateerd cement of cementgel, niet-gehydrateerd cement en capillaire poriën. Doordat de vaste hydratatieproducten minder ruimte innemen dan het gereageerde water en cement, ontstaan er capillaire holten. Het resterende capillaire water en de gevormde capillaire holten vormen samen de capillaire poriën. Ze kunnen afhankelijk van

de hoeveelheid aanmaakwater geheel of gedeeltelijk gevuld zijn met water (capillair water). De grootteorde van de capillaire poriën bedraagt enkele μm [14].

Naast de capillaire poriën bestaan er ook interstitiële holten, gelporiën genaamd. Deze poriën zijn veel kleiner dan de capillaire: minder dan 2 tot 3 nm in nominale diameter. Ze zijn gevuld met gelwater, dat deels bestaat uit water dat fysisch geadsorbeerd is aan het oppervlak van de vaste hydratatieproducten en uit een mono-moleculaire waterfilm die gebonden is tussen de vlakke kristallisatieproducten (interlayer-water) [14].

Een laatste soort holten zijn de luchtholten. Er kan een onderscheid gemaakt worden tussen ingebrachte, ingesloten, en door water gevormde holten. In tegenstelling tot de onregelmatige capillaire holten zijn de ingebrachte luchtholten sferisch van vorm. Ze ontstaan tijdens het mengproces bij inneming van een luchtbelvormer en hebben tot doel de vorstbestendigheid van het beton te vergroten. Ingesloten luchtholten daarentegen kunnen zowel bolvormig als onregelmatig zijn, en zijn groter dan de ingebrachte luchtholten. Holten gevormd door water zijn onregelmatige holten en ontstaan doordat het bleedingwater door granulaten of reeds verharde cementpasta verhinderd wordt naar het oppervlak te stijgen. Evenals de ingesloten luchtholten zijn ze groter dan de ingebrachte luchtholten. De grens kan arbitrair op 1 mm gelegd worden [15].

Een overzicht van de typische afmetingen van zowel de calciumsilicaathydraten [16] als bovenstaande besproken poriën [17] wordt weergegeven in tabel 2.1.

	Afmeting	Omschrijving
Gelporiën	< 0,5 nm	'interlayer' microporiën
	0,5 - 2,5 nm	microporiën
Gelporiën en capillaire poriën	2,5 - 10 nm	kleine capillairen
Capillaire poriën	10 - 50 nm	medium capillairen
	0,05 - 10 μm	grote capillairen
Luchtholten	0,005 - 1,0 nm	ingebrachte luchtholten
	0,010 mm - groot	ingesloten luchtholten
Hydratatie producten	0,5 - 5 μm	C-S-H

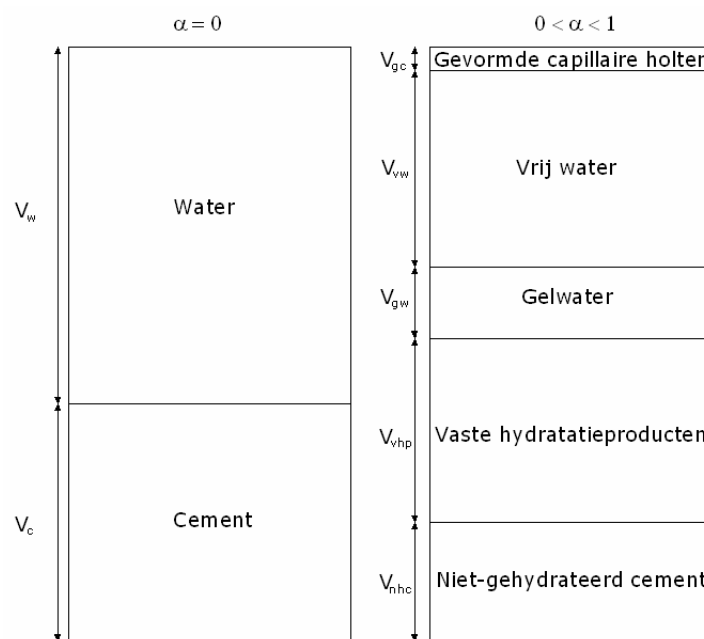
Tabel 2.1: Typische afmetingen van CSH [16] en poriën [17]

4 CAPILLAIRE POROSITEIT

4.1 VERHARDE CEMENTPASTA

De totale hoeveelheid capillaire poriën of capillaire porositeit kan worden berekend met een empirisch model ontwikkeld door Powers en Brownyard [8]. Dit model werd opgesteld voor portlandcement. Er wordt verondersteld dat er voldoende water voor hydratatie aanwezig is en dat er geen lucht wordt ingesloten. Bijgevolg wordt met eventuele luchtholten geen rekening gehouden.

Tijdens de hydratatie ($0 < \alpha < 1$) kunnen dan volgende fasen onderscheiden worden (zie figuur 2.2): gevormde capillaire holten V_{gc} , vrij water V_{vw} , gelwater V_{gw} , vaste hydratatieproducten V_{vhp} en niet-gehydrateerd cement V_{nhc} .



Figuur 2.2: Volumetrische opbouw van cementpasta

Bij volledige hydratatie en indien juist de gepaste hoeveelheid water toegevoegd werd nodig voor hydratatie bedraagt het volume gevormde capillaire holten 18,5 % van het oorspronkelijke volume cement. Zo kan met C de beginmassa cement en ρ_c de massadichtheid van cement geschreven worden:

$$V_{gc} = \frac{0,185 \alpha C}{\rho_c} \quad (2.5)$$

Volgens Powers wordt ongeveer 0,23 g water chemisch gebonden bij hydratatie van 1 g cement. Het volume vaste hydratatieproducten wordt bekomen als de som van het

gehydrateerd cement en het chemisch gebonden water verminderd met het volume capillaire holten.

$$V_{vhp} = \frac{0,815 \alpha C}{\rho_c} + \frac{0,23 \alpha C}{\rho_w} \quad (2.6)$$

Het volume gelwater bedraagt 28 % van het volume cementgel, dat op zich bestaat uit het volume vaste hydratatieproducten en gelwater.

$$V_{gw} = \frac{0,317 \alpha C}{\rho_c} + \frac{0,089 \alpha C}{\rho_w} \quad (2.7)$$

Het volume vrij water dat ook aanleiding geeft tot de vorming van de capillaire poriën kan worden bekomen als het verschil van het volume aanmaakwater en het gebonden water en gelwater.

$$V_{vw} = \frac{W - 0,319 \alpha C}{\rho_w} - \frac{0,317 \alpha C}{\rho_c} \quad (2.8)$$

Het volume niet-gehydrateerd cement is eenvoudigweg:

$$V_{nhc} = \frac{(1 - \alpha) C}{\rho_c} \quad (2.9)$$

De capillaire poriën bestaan uit het vrije water en de gevormde capillaire holten. Het totaal volume capillaire poriën kan dus als volgt geschreven worden.

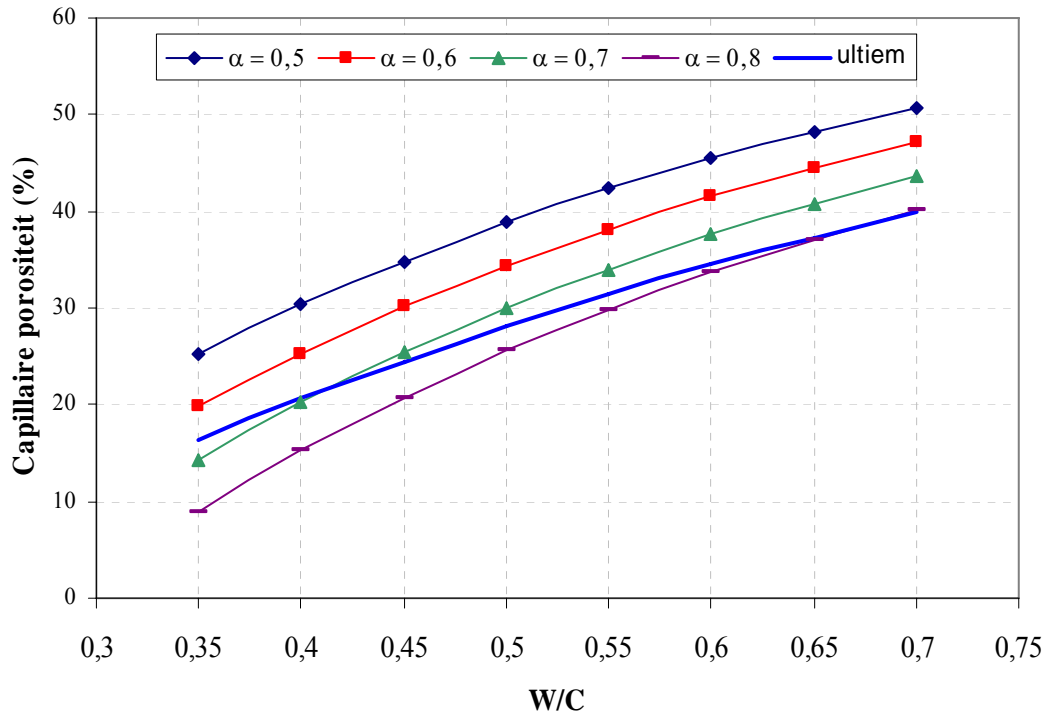
$$V_{cap} = \frac{W - 0,319 \alpha C}{\rho_w} - \frac{0,132 \alpha C}{\rho_c} \quad (2.10)$$

Na deling door de som van de initiële volumes cement en water wordt de uitdrukking voor de capillaire porositeit van de cementpasta $\varphi_{cap,pasta}$:

$$\varphi_{cap,pasta} = \frac{\frac{W - 0,319 \alpha C}{\rho_w} - \frac{0,132 \alpha C}{\rho_c}}{\frac{W}{\rho_w} + \frac{C}{\rho_c}} \quad (2.11)$$

In formule (2.11) stelt W de beginmassa water, C de beginmassa cement, α de hydratatiegraad, ρ_w de massadichtheid van water en ρ_c de massadichtheid van cement voor

Het bovenstaande verband tussen de capillaire porositeit en de W/C is voor verschillende hydratatiegraden grafisch voorgesteld in figuur 2.3 ($\rho_c = 3100 \text{ kg/m}^3$).



Figuur 2.3: Relatie tussen capillariteit en W/C gebaseerd op Powers

Uit bovenstaande grafiek kan worden opgemerkt dat voor eenzelfde hydratatiegraad de verandering van de capillaire porositeit met de W/C meer uitgesproken is bij lage W/C dan bij hoge W/C. Voor eenzelfde W/C neemt de capillaire porositeit af bij toenemende hydratatiegraad. De hydratatiegraad waarbij de reactie stilvalt, kan worden berekend met de formule van Mill [13] volgens formule (2.4). Door dit verband kan de hydratatiegraad geëlimineerd worden uit formule (2.11) en is de ultieme capillaire porositeit enkel functie van de W/C bij gegeven massadichtheid. Deze relatie is in lichtblauwe trek weergegeven in figuur 2.3. In tabel 2.2 is voor enkele W/C de waarde van α_u weergegeven.

W/C	α_u	W/C	α_u	W/C	α_u	W/C	α_u
0,35	0,66	0,45	0,72	0,55	0,76	0,65	0,79
0,40	0,69	0,50	0,74	0,60	0,78	0,70	0,81

Tabel 2.2: Waarden ultieme hydratatiegraad volgens Mill

4.2 BETON

Om uiteindelijk tot de capillaire porositeit van beton te komen moet het volume capillaire poriën gedeeld worden door het totale volume beton. Zo wordt de capillaire porositeit van beton $\varphi_{cap,beton}$ door formule (2.12) gegeven.

$$\varphi_{cap,beton} = \frac{W - 0,319 \alpha C - 0,132 \alpha C}{\frac{W}{\rho_w} + \frac{C}{\rho_c} + \frac{T}{\rho_t} + \frac{G}{\rho_g} + \frac{Z}{\rho_z}} \quad (2.12)$$

In bovenstaande formule staat T voor de massa van de eventuele toevoegingen, G voor de massa van het grind en Z voor de massa van het zand.

Indien er lucht aanwezig is in het vers beton, dan moet dit ook in rekening worden gebracht in het totale volume beton. Zo wordt met V_l gelijk aan het volume lucht de formule voor de capillaire porositeit van beton $\varphi_{cap,beton}$:

$$\varphi_{cap,beton} = \frac{W - 0,319 \alpha C - 0,132 \alpha C}{\frac{W}{\rho_w} + \frac{C}{\rho_c} + \frac{T}{\rho_t} + \frac{G}{\rho_g} + \frac{Z}{\rho_z} + V_l} \quad (2.13)$$

Hoofdstuk 3:

Fluorescentiemicroscopie

1 INLEIDING

De optische microscoop is uitgegroeid tot een belangrijk hulpmiddel in het petrografisch onderzoek van aangetast beton. Door uitbreiding van de traditionele optische microscopie tot de fluorescentiemicroscopie kan eveneens de W/C van verhard beton bepaald worden. In dit hoofdstuk worden de principes van deze methode uiteengezet. Deze principes zijn gebaseerd op de jarenlange ervaringen uit de Noord-Europese landen, die de zogenaamde Nordtest method [18] ontwikkelden. De slijpplaatjes gebruikt in onderhavig eindwerk werden door het Deense consultingbureau G.M. Idorn Consult, Ramboll vervaardigd. Enkele alternatieve methodes ter bepaling van de W/C van verhard beton komen aan het einde van dit hoofdstuk aan bod.

2 NORDTEST METHOD [18]

De Nordtest method, meer bepaald het deel NT BUILD 361, beschrijft hoe de W/C van verhard beton kan worden geschat aan de hand van de microscopische analyse van slijpplaatjes. Deze methode werd ontwikkeld door de Scandinavische landen (Noorwegen, Zweden en Denemarken) en Finland. Ze wordt daar uitgebreid aangewend in kwaliteitscontrole- en schadeanalyseprogramma's. In Europa en Amerika werd de methode tot voor kort enkel op experimentele basis toegepast [19].

De methode is toepasbaar voor goed gehydrateerde betonmonsters op basis van portlandcement met of zonder hulpstoffen zoals plastificeerders en luchtbelvormers. Voor een uitgebreide beschrijving van de methode verwijzen we naar [18]. Hieronder worden de belangrijkste principes van de methode besproken.

3 PRINCIPES FLUORESCENTIEMICROSCOPIE

3.1 BETON

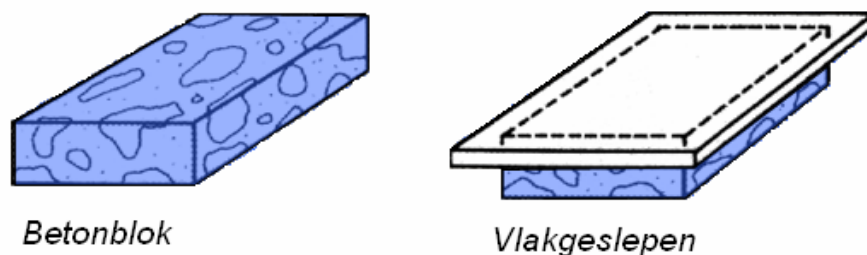
3.1.1 Oorsprong

Slijpplaatjes werden oorspronkelijk in de geologie gebruikt. Het is een zeer dun plakje van een gesteente dat onder de microscoop kan worden bekeken. De mineralen van het gesteente

kunnen nauwkeurig gedetermineerd worden als de dikte van het plaatje voldoende klein gemaakt wordt (enkele μm). Beton kan worden beschouwd als een conglomeraat, zodat de uitbreiding van deze techniek naar de betontechnologie slechts een kleine stap is.

3.1.2 Vervaardiging

In dit deel wordt de preparatietechniek van de slijpplaatjes beschreven, voorgeschreven zoals in [18]. Een betonnen monster wordt op de correcte afmetingen gezaagd met een diamantzaag, om vervolgens gelijmd te worden op een glazen werkplaatje. De vrije zijde wordt vlakgeslepen tot een dikte van ongeveer 10 mm (zie figuur 3.1).



Figuur 3.1: Betonmonster

Daarna wordt het monster gedroogd in alcohol of in een droogkamer bij 30–40 °C om het vrije water volledig te verwijderen. Opdat er geen luchtballen ingesloten zouden worden, plaatst men het monster in een vacuümkamer. De fluorescente epoxy kan dan toegevoegd worden en indringen in de poriën van het beton, zodat het poreuze beton samenhangend blijft bij verdere behandeling van het betonmonster. Om de W/C nauwkeurig te kunnen bepalen is het belangrijk dat deze epoxy gelijkmatig en over voldoende dikte geïmpregneerd wordt. De impregnatiediepte is afhankelijk van de capillaire porositeit van de cementpasta en dus ook van de W/C. Tabel 3.1 geeft dit verband weer [20].

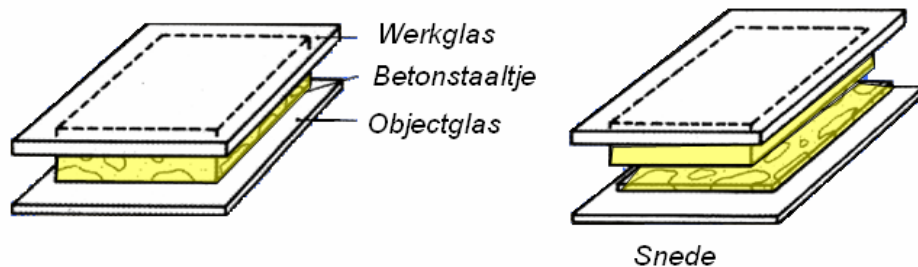
W/C	Impregnatie- diepte (mm)
0,35	0,035
0,40	0,15
0,45	0,25
0,50	0,50
0,55	0,8
0,60	1,0
0,70	1,8

Tabel 3.1: W/C versus impregnatiediepte [20]

Nadat de epoxy voldoende is uitgehard, wordt het monster verder gepolijst. Dit gebeurt in twee stappen. Eerst wordt het monster vlakgeslepen totdat een perfect vlak oppervlak wordt

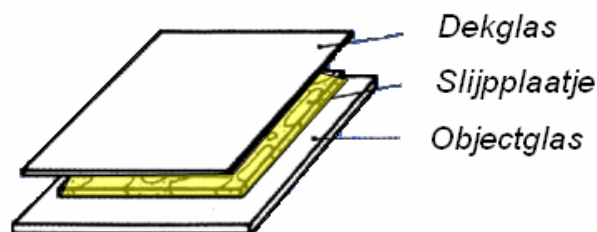
bekomen. Vervolgens wordt het oppervlak gepolijst totdat een voldoende glad oppervlak ontstaat.

Het gepolijste oppervlak wordt gekleefd op een objectglas. Daarna wordt het monster ongeveer 1 mm boven dit glazen plaatje gezaagd (zie figuur 3.2).



Figuur 3.2: Geïmpregneerd betonmonster

Het bovenste oppervlak van het slijpplaatje wordt dan vlakgeslepen tot een dikte van ongeveer 0,05 mm. Vervolgens wordt dit oppervlak gepolijst tot een finale dikte van 0,020 of 0,025 mm. Bij dit herpolijsten is het belangrijk dat overbodige epoxy op het oppervlak van het monster verwijderd wordt zodat geen schijnbare poriën in rekening gebracht worden. Finaal wordt een dekglas op dit gepolijste oppervlak gekleefd (zie figuur 3.3).



Figuur 3.3: Betonnen slijpplaatje

Voor de bepaling van de W/C is het van uitermate belang dat de dikte van het slijpplaatje uniform is over de volledige oppervlakte. Vermindering van de dikte geeft aanleiding tot vermindering van de hoeveelheid fluorescerende epoxy en geeft dus een donkerder fluorescerend beeld in het oculair. Als het slijpplaatje op sommige plaatsen dikker is dan op andere geeft dit aanleiding tot een schijnbare W/C die groter is dan de echte W/C. Daarom is het van belang de uniformiteit van de dikte van het slijpplaatje te controleren. De interferentiekleur van kwarts is hiervoor een goede indicator. Wordt het slijpplaatje in gekruist gepolariseerd doorvallend licht bekeken, dan moeten de kwartsmineralen een witte tot grijze kleur hebben bij een dikte van 20 μm . Een gele kleur wijst op een te grote dikte (30 μm) terwijl een donkergrijze kleur een te geringe dikte aangeeft (10 μm) [21].

3.1.3 *Fluorescente epoxy*

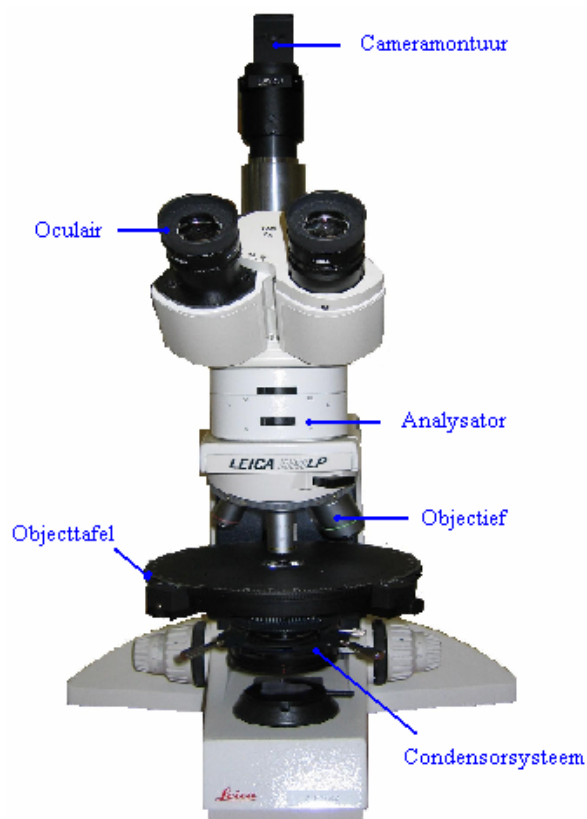
Zoals eerder vermeld, worden de betonmonsters geïmpregneerd met een fluorescerende epoxy. Het is belangrijk dat bij het maken van dit fluorescerend hars telkens de juiste concentraties van de componenten gebruikt worden. Te weinig of te veel kleurstof geeft immers aanleiding tot een verschil in fluorescentie waardoor de waarde van de W/C respectievelijk lager of hoger wordt ingeschat dan de werkelijke waarde.

De fluorescente epoxy bestaat uit een epoxy hars, een verharder en een fluorescente kleurstof. De mixprocedure omvat twee stappen. Eerst wordt 98,72 g hars gemengd met 1,28 g fluorescente kleurstof. De oplossing wordt gedurende 24 uren geroerd. Opdat de fluorescentie niet verloren gaat, wordt het bekomen fluorescerende hars bewaard in een donkere ruimte tot gebruik. Juist vóór gebruik wordt die 100 g hars dan gemengd met 28 g verharder. De zo bekomen mengeling bevat 1 % (g/g) fluorescerende kleurstof [20].

3.2 FLUORESCENTIEMICROSCOOP

3.2.1 *Algemeen*

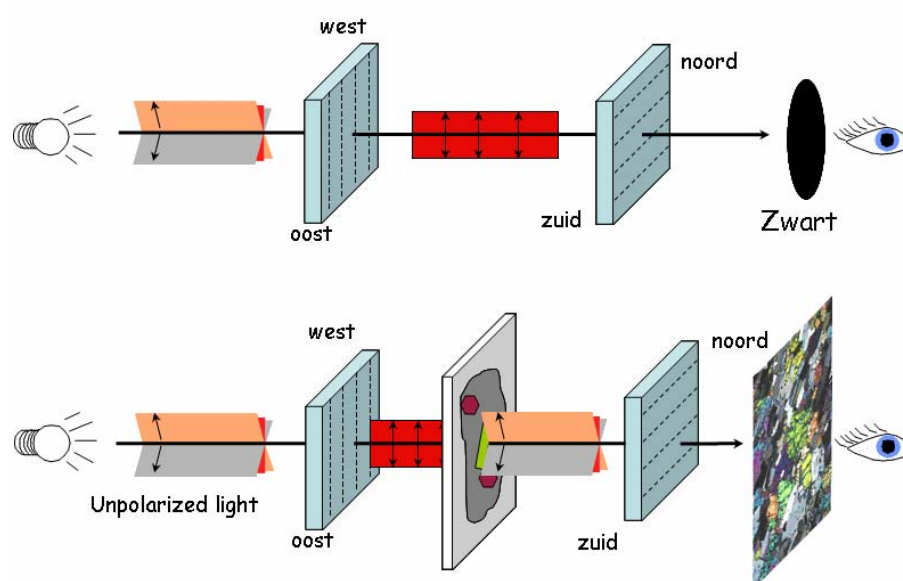
De fluorescentiemicroscopie is een uitbreiding van de gewone optische microscoop die veel in de petrografie gehanteerd wordt. In figuur 3.4 is een foto van de gebruikte polarisatiemicroscop Leica DMLP weergegeven.



Figuur 3.4: *Polarisatiemicroscop Leica DMLP*

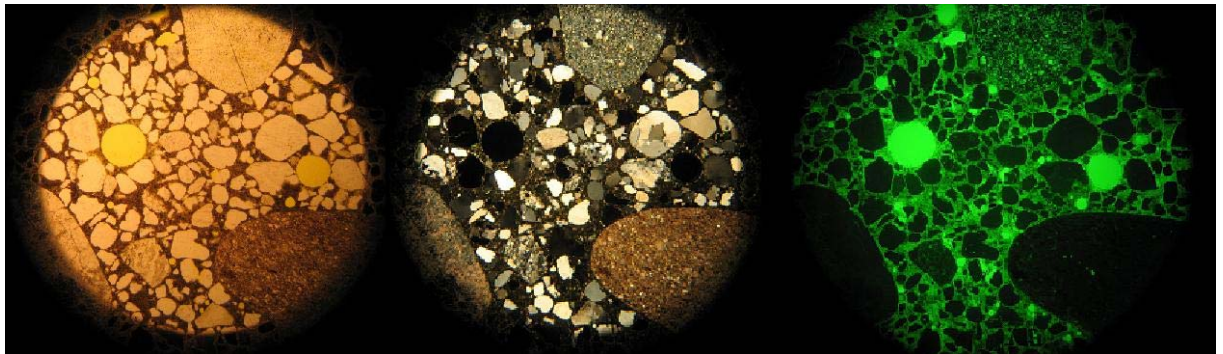
Het doorvallend licht wordt verwezenlijkt door een halogeenlamp van 100 W waarvan de lichtintensiteit kan worden geregeld. Dit licht valt via het condensorsysteem in op het slijpplaatje, dat op de roterende objecttafel kan worden gelegd. Het condensorsysteem is voorzien van een lenzensysteem en polarisator. Deze polarisator is vaak een Nicolprisma en zorgt ervoor dat het licht gepolariseerd wordt in één enkel vlak. Bij deze mode van de microscoop spreekt men van vlak gepolariseerd doorvallend licht [17].

Vervolgens bereikt het licht het objectief. Het objectief zorgt voor de vergroting van het beeld. De gebruikte microscoop vertoont een draaiend neusstuk met vijf verschillende vergrotingen: 2,5x – 5x – 10x – 20x – 40x. Net boven het objectief bevindt zich het oculair. Hierin wordt het beeld van het te analyseren monster waargenomen. Het oculair bevat een analysator die door middel van een schuifknop in- of uitgeschakeld kan worden. Deze analysator werkt eveneens als polarisator, maar is 90° gedraaid ten opzichte van de polarisator in het condensorsysteem. Is de analysator ingeschakeld dan spreekt men van gekruist gepolariseerd doorvallend licht en dan wordt er geen licht doorgelaten indien er zich geen slijpplaatje op de objecttafel bevindt. Als er zich wel een slijpplaatje in het lichtpad van de microscoop bevindt, dan zorgen de mineralen van het plaatje voor een heroriëntatie van het gepolariseerd licht en wordt er wel licht waargenomen doorheen het oculair (zie figuur 3.5) [22]. Tegelijkertijd treedt er een vertraging op van enkele lichtstralen ten opzichte van andere. De kleur van het waargenomen licht is karakteriserend voor de mineralen. Dit gedrag noemt men de dubbelbreking van mineralen en is typisch voor kristallijne vaste stoffen. De waargenomen kleuren worden interferentiekleuren genoemd. Zo kunnen in beton de grijze kwartsmineralen en de paarsroze mineralen van Ca(OH)_2 waargenomen worden in gekruist gepolariseerd doorvallend licht.



Figuur 3.5: Werking polarisator – analysator [22]

Een derde en laatste mode is het fluorescerend doorvallend licht. Hiervoor moeten de gepaste filters in het lichtpad worden aangebracht en wordt de analysator uitgeschakeld. Deze specifieke mode wordt beschreven in de volgende paragraaf. Een beeld van de drie verschillende modes (vlak gepolariseerd, gekruist gepolariseerd en fluorescerend) is weergegeven in figuur 3.6.

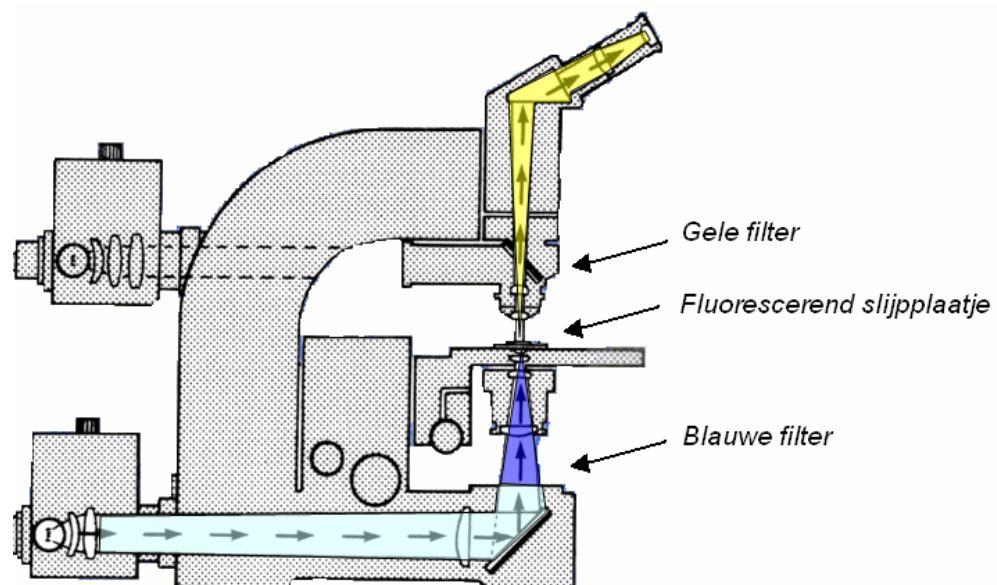


Figuur 3.6: Vlak gepolariseerd – gekruist gepolariseerd – fluorescerend licht (vergroting 2.5x)

Ten slotte is de microscoop bovenaan voorzien van een montuur om een digitale camera aan te bevestigen. Dit is belangrijk om foto's te nemen en te analyseren met behulp van de computer.

3.2.2 Fluorescerende mode

De aanpassingen aan een standaard petrografische microscoop om gebruik te kunnen maken van de fluorescentietechniek zijn gering. In figuur 3.7 wordt de fluorescentiemicroscoop schematisch weergegeven.



Figuur 3.7: Schets fluorescentiemicroscoop [20]

Ten eerste is er een monochromatische lichtbron nodig om de fluorescentie in het slijpplaatje te genereren. Dit monochromatisch licht ontstaat door gewoon licht door een blauwe excitatiefilter te sturen vooraleer het lichtpad het slijpplaatje bereikt. Deze filter zorgt voor de doorgang van het licht met een golflengte van ongeveer 350 nm (ultraviolet licht). Ten gevolge van de sterke absorptie van het licht door de UV-filter is het nodig een krachtige lichtbron te gebruiken van ongeveer 100 W (maximum intensiteit) [21].

Vervolgens wordt de fluorescerende kleurstof in het slijpplaatje geëxciteerd door het UV-licht en zendt geel licht uit met een piekintensiteit van ongeveer 530 nm. De gele filter in het lichtpad boven het slijpplaatje absorbeert licht met een golflengte gelegen tussen 510 en 530 nm. Hierdoor wordt het overbodige UV-licht weggefilterd. Zo geeft het resulterende beeld in het oculair enkel het uitgezonden licht van de fluorescerende kleurstof weer [21].

3.3 BEPALING WATER/CEMENT-FACTOR

Door impregnatie van slijpplaatjes met fluorescente epoxy dringt deze epoxy in de capillaire poriën van de cementpasta. Zo'n slijpplaatje kan dan geanalyseerd worden met een microscoop voorzien van de juiste filters, zoals hierboven besproken. Afhankelijk van de hoeveelheid capillaire poriën heeft de cementpasta een licht- tot donkergroene kleur. Luchtholten hebben grotere afmetingen dan de capillaire poriën en laten het fluorescerende licht volledig door. Ze vertonen een duidelijk afgebakende lichtgroene kleur terwijl granulaten geen licht doorlaten en dus een zwarte kleur vertonen. De uiterst rechtse foto van figuur 3.6 geeft hier een goed beeld van.

De waargenomen fluorescentie-intensiteit van de cementpasta is dus een maat voor de hoeveelheid capillaire poriën of capillaire porositeit. Zoals in hoofdstuk 2 beschreven werd, is die capillaire porositeit een functie van de W/C. Hieruit volgt dat de W/C geschat kan worden door de fluorescentie-intensiteit van slijpplaatjes van beton met ongekende W/C te vergelijken met die van slijpplaatjes met gekende W/C, zogenaamde referentiemonsters.

In het onderzoeksdeel van dit werk wordt beschreven en besproken hoe de W/C van verhard beton met de fluorescentietechniek bepaald kan worden. De nauwkeurigheid en reproduceerbaarheid zullen besproken worden aan de hand van een aantal referentiemonsters waarvan de samenstelling in hoofdstuk 4 is weergegeven.

4 ALTERNATIEVE METHODES

Naast de vermelde fluorescentietechniek zijn er enkele alternatieve methodes ter bepaling van de W/C. Dit zijn indirecte methodes die de teller en de noemer van de verhouding W/C

afzonderlijk bepalen. In de literatuur wordt een onderscheid gemaakt tussen de chemische en fysische methode. Deze worden kort toegelicht.

4.1 CHEMISCHE METHODE

4.1.1 Cementgehalte

In de Britse Standaarden [23] wordt het cementgehalte geschat door de hoeveelheid calciumoxide en oplosbaar siliciumdioxide, de twee hoofdbestanddelen van cement, te bepalen. Voor een uitvoerige beschrijving van de methode wordt verwezen naar [23]. Hieronder worden enkel de principes geschetst.

Om het oplosbaar SiO_2 te bepalen wordt een hoeveelheid poedervormig monster gemengd met een zuur. Vervolgens wordt dit mengsel meermaals gefilterd. De neerslag wordt gegloeid totdat de massa constant blijft. De hoeveelheid oplosbaar SiO_2 is dan gelijk aan de verhouding van de massa van het gegloeide residu tot de massa van het oorspronkelijke poedervormige monster. Het CaO wordt door middel van titratie bepaald.

De precisie van deze methode is laag, vooral bij monsters met een laag cementgehalte. In [23] wordt de reproduceerbaarheid tussen de 50 en 60 kg/m^3 geschat. Het cementgehalte bedraagt doorgaans 250 tot 350 kg/m^3 zodat een fout van $\pm 50 \text{ kg/m}^3$ een grote onder- of overschatting van het cementgehalte oplevert.

In [3] wordt het cementgehalte eveneens bepaald aan de hand van een poedervormig monster. Het monster wordt gedroogd bij 105 °C, grondig gemengd en vervolgens in twee gedeeltes: deel A en deel B. Aan de hand van monsterdeel A wordt de hoeveelheid chemisch gebonden water, het zogenaamde gloeiverlies, bepaald. Dit wordt gedaan door een monster in een oven te gloeien bij 975 °C. Het monster wordt gewogen vóór (M_x) en na (M_y) het gloeien. Het massaverschil ($M_x - M_y$) bepaalt de hoeveelheid chemisch gebonden water. Het gloeiverlies in percent is gelijk aan:

$$\frac{100 \cdot (M_x - M_y)}{M_x} \quad (3.1)$$

Aan de hand van het monsterdeel B wordt het gehalte aan in zuur onoplosbare bestanddelen, het zogenaamde gehalte onoplosbaar materiaal, gedetermineerd. Het gehalte aan in zuur onoplosbare bestanddelen bestaat over het algemeen enkel uit het toeslagmateriaal. Het gehalte onoplosbaar materiaal is gelijk aan:

$$\frac{100 \cdot M_v}{M_t} \quad (3.2)$$

In formule (3.2) stelt M_t de massa van het oorspronkelijke monster voor, M_v is de massa van wat achterblijft na oplossing van het monster in verdund zoutzuur.

Het cementgehalte, in percent ten opzichte van de hoeveelheid beton, is dan gelijk aan 100 verminderd met het percentage gloeiverlies en het percentage onoplosbare delen.

4.1.2 Watergehalte

Het watergehalte wordt zowel in [23] als in [3] bepaald als de som van het chemisch gebonden water in de verharde cementpasta en het volume capillaire poriën. Voor een gedetailleerde beschrijving van de methode wordt verwezen naar [23]. Hieronder worden enkel de principes weergegeven.

De capillaire porositeit wordt bepaald door een betonnen monster onder te dompelen in een vloeibare oplossing. Wanneer het monster verzadigd is, wordt het gewogen. Het massaverschil tussen het droge en verzadigde monster bepaalt de hoeveelheid geabsorbeerde oplossing en het volume capillaire poriën. De hoeveelheid chemisch gebonden water wordt bepaald zoals beschreven bij de bepaling van het gloeiverlies in 4.1.1.

In [23] staan enkele beperkingen geformuleerd bij de bepaling van het watergehalte. Het beton mag niet fysisch of chemisch beschadigd zijn. De methode is niet toepasbaar bij slecht verdicht beton of beton waarin luchtholtes zijn ingebracht. Het beton mag ook niet ouder zijn dan vijf jaar.

4.1.3 Toepassing

In het toepassingsvoorbeeld uit [3] wordt uitgegaan van een hydratatiegraad van 100 %. Meestal is dit percentage geringer zoals in hoofdstuk 2 werd besproken. Stel dat het cementgehalte 320 kg/m³ bedraagt, de schijnbare porositeit 16 % en het luchtgehalte van de betonspecie 2 %. Het chemisch gebonden water bedraagt ongeveer 25 % van het cementgehalte bij portlandcement, terwijl de poriën ontstaan door chemische krimp ongeveer 25 % van de hoeveelheid chemisch gebonden water bedragen. De teller van de W/C volgt dan uit de schijnbare porositeit verminderd met het luchtgehalte en de poriën ontstaan door chemische krimp, en vermeerderd met de hoeveelheid chemisch gebonden water. De getalwaarden zijn samengevat in tabel 3.2.

Cementgehalte	320	kg/m ³
Poriën	160	liter
Lucht	20	liter
Chemisch gebonden water	80	liter
Chemische krimp	20	liter
Aanmaakwater	200	liter
W/C	0,625	-

Tabel 3.2: Toepassingsvoorbeeld

De precisie van deze methode is laag. Volgens [24] wijkt de zo berekende waarde van de W/C $\pm 0,1$ af van de werkelijke waarde. In de praktijk moet volgens [17] met de resultaten van deze methode omzichtig omgesprongen worden, zelfs als de testen door ervaren technici worden uitgevoerd.

4.2 FYSISCHE METHODE

Het water- en cementgehalte kunnen ook bepaald worden aan de hand van de ‘linear-traverse’ methode en de ‘modified point-count’ methode. Deze methodes laten een microscopische bepaling van de volumetrische samenstelling van de betonmonsters toe. De methodes staan beschreven in ASTM C457 [25].

Het volume granulaten en holten die lucht of verdampbaar water bevatten wordt bepaald. Er wordt verondersteld dat het overblijvende volume gehydrateerd cement is. In de veronderstelling dat het gehydrateerde cement een vaste hoeveelheid niet-verdampbaar water bevat, kan de originele hoeveelheid cement berekend worden. Het cementgehalte kan zo tot op 10 % bepaald worden. De methode maakt geen onderscheid tussen luchtholtes en holtes die oorspronkelijk gevuld waren met water. De originele hoeveelheid water kan dus slechts benaderend bepaald worden en zal steeds een minimale waarde zijn.

Hoofdstuk 4:

Mengselsamenstellingen

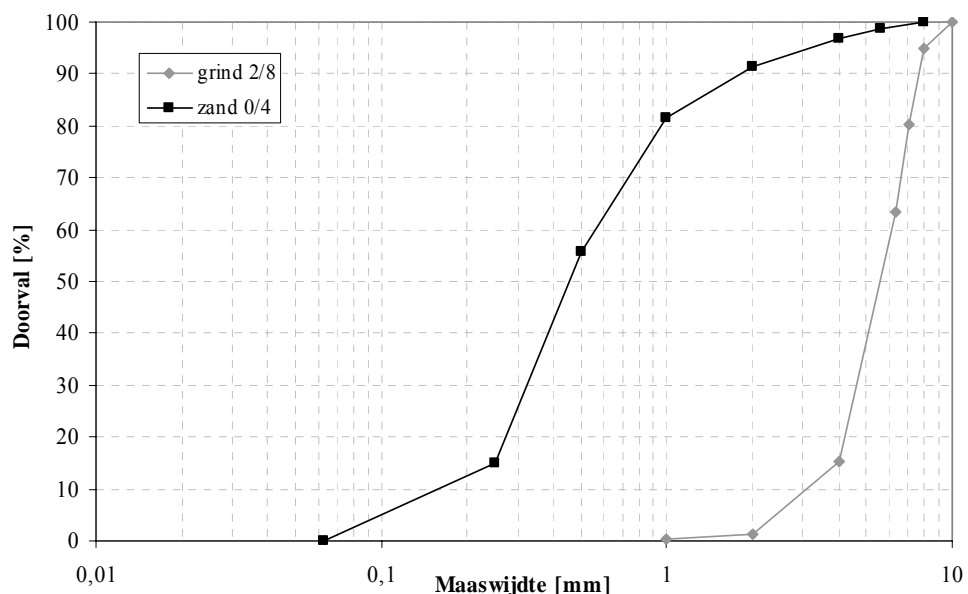
1 INLEIDING

In dit hoofdstuk wordt een overzicht gegeven van de aangewende materialen en de samenstelling van de betonmengelingen gehanteerd in dit eindwerk. Zowel de referentiemengelingen als de mengelingen om de invloed van enkele parameters na te gaan komen aan bod. In de Nordtest method [18] zijn aanbevelingen neergeschreven over de te gebruiken materialen en samenstelling van de mengelingen voor bepaling van de W/C door middel van fluorescentiemicroscopie. Deze aanbevelingen werden aangewend als referentie voor de samenstelling van de verschillende referentiemonsters. Van al deze mengelingen wordt de beproefde druksterkte besproken, alsook de capillaire porositeit aan de hand van de formules opgesteld in hoofdstuk 2.

2 AANGEWENDE MATERIALEN

2.1 GRANULATEN

In [18] wordt voorgeschreven dat de granulaten van de referentiemonsters een maximale grootte van 8 mm mogen hebben. De zeefcurve van de gebruikte granulaten is weergegeven in figuur 4.1.



Figuur 4.1: Zeefcurve granulaten

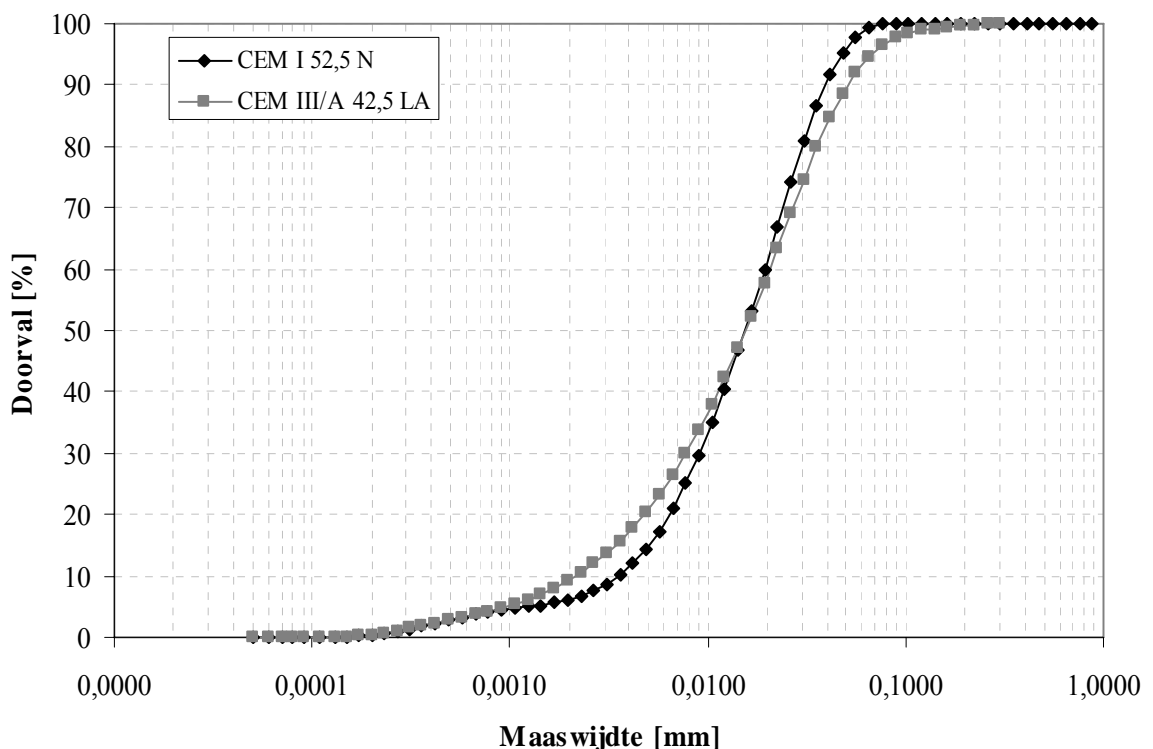
Te grote granulaten zouden door de geringe afmetingen van de slijpplaatjes (45 x 30 mm) de groenkleur van de cementpasta te veel verdringen. Daarom werd voor de fijne granulaten een zand 0/4 en voor de grove granulaten een grind 2/8 gekozen.

De fijnheidsmodulus van de zeefcurve van het zand M_z bedraagt 2,55 terwijl het grind een fijnheidsmodulus $M_g = 5,83$ heeft. Als absolute volumemassa werd zowel voor het zand als het grind de gebruikelijke waarde van 2650 kg/m^3 aangenomen.

2.2 CEMENT

Voor de referentiemonsters werd gebruikgemaakt van portlandcement CEM I 52,5 N. Bij één mengeling werd het portlandcement vervangen door hoogovencement CEM III/A 42,5 LA om de invloed van het cementtype op de capillaire porositeit na te gaan. De korrelverdelingsdiagrammen van beide cementsoorten zijn weergegeven in figuur 4.2.

De absolute volumemassa van het portlandcement en het hoogovencement bedraagt respectievelijk 3100 kg/m^3 en 2950 kg/m^3 . De specifieke oppervlakte van het gebruikte hoogovencement is groter dan die van het portlandcement, en bedraagt respectievelijk $415 \text{ m}^2/\text{kg}$ en $345 \text{ m}^2/\text{kg}$. Deze waarden werden met de methode van Blaine bepaald.



Figuur 4.2: Korrelverdeling cement

2.3 SUPERPLASTIFICEERDER

Superplastificeerders zijn hulpstoffen die, voor een gegeven betonmengeling, toelaten het watergehalte sterk te verminderen zonder de verwerkbaarheid te wijzigen of die, bij een gelijk blijvend watergehalte, tot een belangrijke verhoging van de verwerkbaarheid leiden of nog tot beide uitwerkingen samen aanleiding geven [11].

Bij het vervaardigen van de referentiemonsters met lage W/C (0,35 – 0,40 – 0,45) bleek het nodig de superplastificeerder Glenium 51 con.35% toe te voegen om een goede verwerkbaarheid te bekomen. Het is een hulpstof op basis van een chemische keten van gemodificeerde polycarboxylethers. Deze polymeren met lange zijketens zorgen voor een elektrostatisch dispersiemechanisme van de cementdeeltjes en dus een verhoging van de verwerkbaarheid. Daarnaast geven de lange zijketens, door hun plaatsinname, aanleiding tot ruimtelijke afstotingen wanneer de deeltjes naar elkaar toe komen. Zo verkrijgt men een vloeibaar beton met een sterk gereduceerd watergehalte [11].

Het toevoegen van superplastificeerder werd zoveel mogelijk vermeden omdat die vloeibare bestanddelen zorgen voor een wijziging van het watergehalte en dus van ook de W/C. Deze invloed wordt besproken in hoofdstuk 6.

2.4 VULSTOFFEN

Vulstoffen of fillers worden aan beton toegevoegd om bepaalde eigenschappen van het verse of verharde beton te verbeteren. Er wordt een onderscheid gemaakt tussen type I fillers en type II fillers. Type I fillers zijn inerte materialen die een aanvulling vormen op het inerte skelet. Type II fillers hebben puzzolane of latent hydraulische eigenschappen, en kunnen worden ingezet als gedeeltelijke vervanging van cement. Om de invloed van beide types filler na te gaan, werd bij één mengeling kalksteenmeel (type I) en bij een andere mengeling vliegas (type II) toegevoegd.

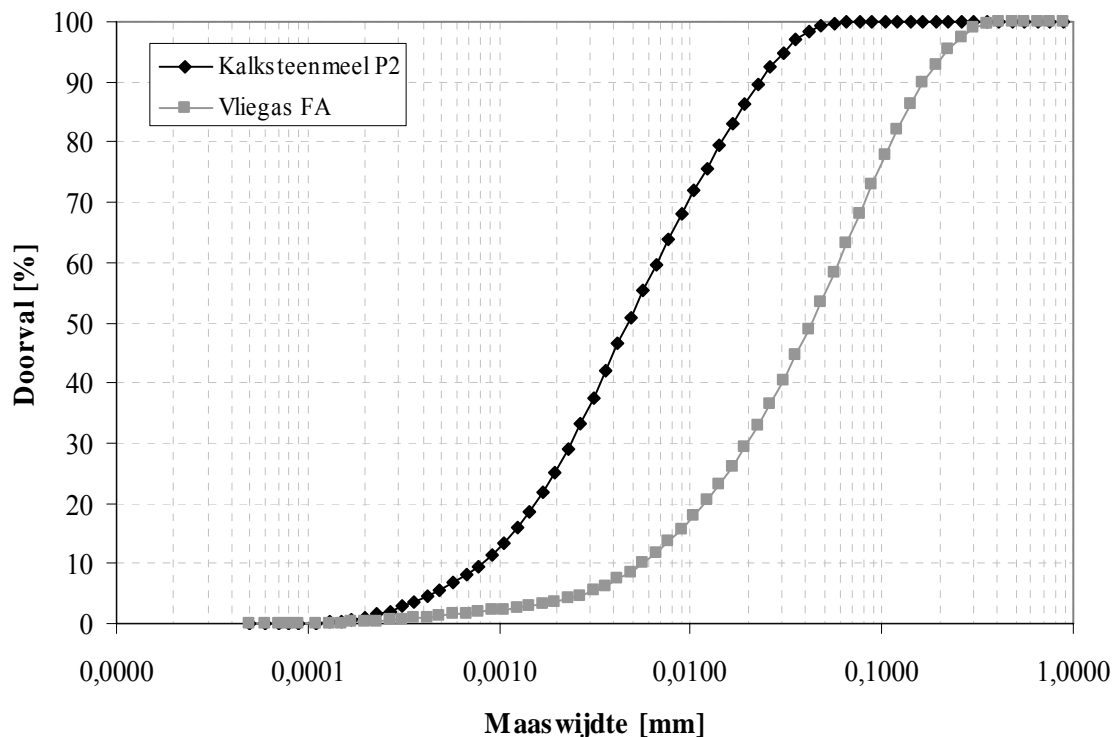
2.4.1 Kalksteenmeel

Kalksteenmeel wordt gebruikt om de hoeveelheid fijn materiaal in een betonmengsel aan te vullen. Door het zeer fijne aandeel geeft het een goede aansluiting op de korrelbouw van het cement, waardoor een zeer dichte cementsteen gevormd wordt. Kalksteenmeel ontstaat door het mechanisch bewerken van kalksteen. Er bestaan verscheidene types kalksteenmeel. In dit werk werd gebruikgemaakt van Betocarb P2. Het korrelverdelingsdiagram is opgenomen in figuur 4.3. De fijnheid van het materiaal is vergelijkbaar met de fijnheid van cement. De absolute volumemassa bedraagt 2650 kg/m³ en het gehalte CaCO₃ is 97,3 %.

2.4.2 Vliegias

Door de verbranding van poederkool in de ovens van elektriciteitscentrales ontstaan rookgassen waaruit vliegias met elektrostatische afscheidingsystemen kan worden verwijderd. Het is een fijn poeder dat hoofdzakelijk uit glasachtige holle bolvormige deeltjes bestaat en dat puzzolane eigenschappen bezit. Dit wil zeggen dat het op zichzelf geen hydraulische eigenschappen bezit, doch in aanwezigheid van vocht zal het reageren met $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en bestanddelen vormen die wel hydraulische eigenschappen vertonen. Het $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dat ontstaat door de hydratatie van het cement fungeert dus als activator van de puzzolane reactie.

Het korrelverdelingsdiagram is eveneens opgenomen in figuur 4.3. Hieruit blijkt dat het vliegias een grover korrelskelet heeft dan het gebruikte kalksteenmeel. De absolute volumemassa bedraagt 2260 kg/m^3 .



Figuur 4.3: Korrelverdeling vulstoffen

3 MENGELINGEN BETON

3.1 MENGPROCEDURE

De mengelingen werden vervaardigd in een tegenstroommenger met een capaciteit van 50 l. Steeds werd dezelfde procedure gehanteerd. Het zand, grind en cement werden in de mixer gebracht en gedurende één minuut droog gemengd. Vervolgens werd de geschikte hoeveelheid water toegevoegd, waarna het geheel gedurende drie minuten werd gemengd.

Tijdens het mengen werd de consistentie van het beton visueel gecontroleerd. De beschikbare verdichtingsmiddelen vereisen immers een minimale vloeibaarheid van het beton. Bij vrij droog beton werd superplastificeerder toegevoegd totdat de gewenste consistentie bekomen werd. Bij toevoeging van superplastificeerder werd het mengsel nog gedurende twee minuten gemengd.

3.2 SAMENSTELLING REFERENTIEMENGELINGEN

Voor de referentiemonsters werden acht mengelingen vervaardigd met een W/C gaande van 0,35 tot 0,70 met telkens een tussenstap van 0,05. De tussenstap 0,05 is gebaseerd op de aanbevelingen voor referentiemengelingen beschreven in [18] en komt overeen met de grootteorde van de te verwachten nauwkeurigheid van de fluorescentietechniek. Deze nauwkeurigheid wordt besproken in hoofdstuk 5.

In [18] wordt eveneens aanbevolen dat de cementpasta ongeveer 30 % van het totaalvolume beton bedraagt. Opdat het volume cementpasta 30 % bedraagt, is er voor 1 m³ beton 445 kg cement nodig bij een W/C van 0,35, terwijl bij een W/C van 0,70 er slechts 290 kg cement vereist is. Om de invloed van een variërend cementgehalte uit te sluiten wordt voor alle referentiemonsters een cementgehalte van 350 kg aangehouden in het bereik 0,35 – 0,70, zodat ongeveer voldaan is aan bovenstaande aanbeveling. Het effect van een gewijzigd cementgehalte komt in hoofdstuk 6 aan bod.

De mengverhouding van de beide granulaten (zand 0/4 en grind 2/8) werd zo bepaald dat de resulterende zeefkromme zo goed mogelijk een gekozen ideale zeefkromme benadert. Dit werd gedaan door een granulometrische karakteristiek, namelijk de fijnheidsmodulus, te berekenen zowel voor de beschikbare zeefkromme van de gebruikte materialen als voor de ideale zeefkromme. De mengverhouding wordt verkregen door de fijnheidsmodulus van de resulterende zeefkromme van het inerte skelet gelijk te stellen aan deze van de ideale zeefkromme.

Om rekening te houden met het cement in de totale zeefkromme van het vaste skelet, werd de ideale zeefkromme volgens Bolomey met $A = 12$ vooropgesteld. De waarde voor A stemt overeen met een zeer vloeibaar beton. Dit werd gedaan om ook bij lage W/C zo weinig mogelijk gebruik te moeten maken van superplastificeerder. Aangezien D , de maasopening overeenstemmend met de grootste korrels, overeenstemt met 8 mm, zijn de ordinaten y van de kromme volledig gekend (zie formule (4.1)) en kan de fijnheidsmodulus M_{iz} van de ideale zeefkromme berekend worden. Deze bedraagt 3,42.

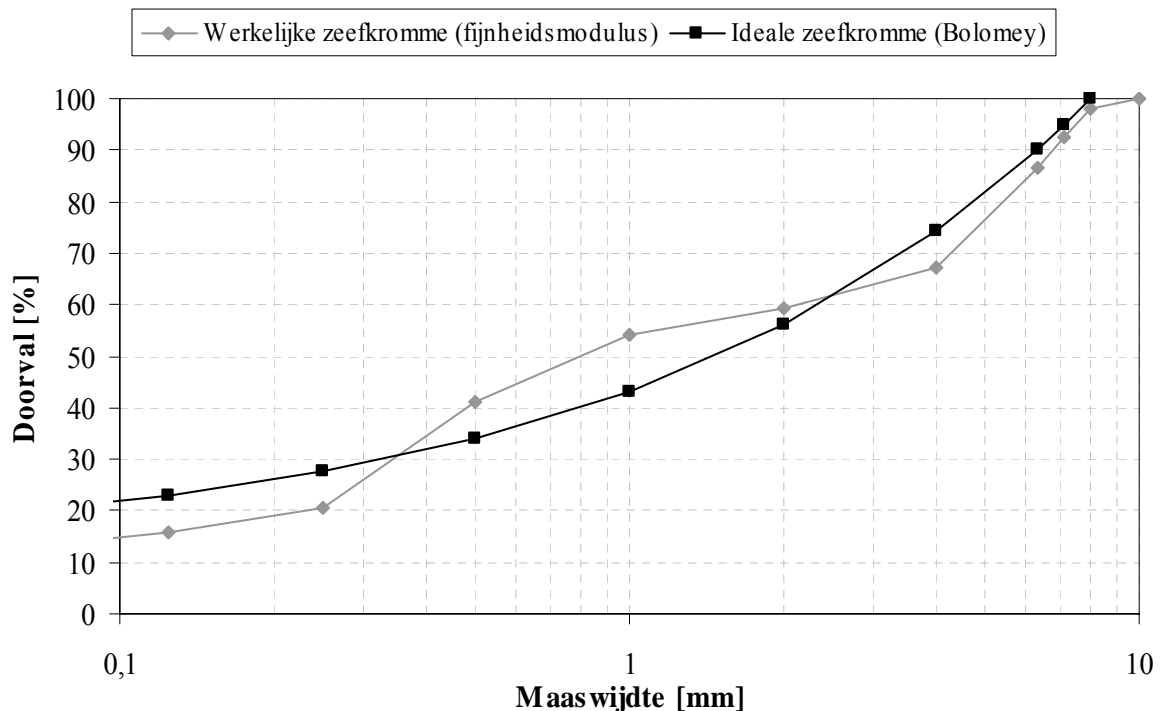
$$y = A + (100 - A) \sqrt{\frac{d}{D}} \quad (4.1)$$

De volumes zand $0/4 V_z$ en grind $2/8 V_g$ volgen dan uit onderstaand stelsel.

$$\begin{aligned} V_z + V_g + V_c &= 1 - V_w - V_l \\ M_z \cdot V_z + M_g \cdot V_g &= M_{iz} \cdot (1 - V_w - V_l) \end{aligned} \quad (4.2)$$

In bovenstaand stelsel staat V_l voor het volume lucht (2 %), V_w voor het volume water, V_c voor het volume cement, M_z voor de fijnheidsmodulus van zand, M_g voor de fijnheidsmodulus van grind en M_{iz} voor de fijnheidsmodulus van de ideale zeefkromme.

Indien het cementgehalte C , gelijk aan 350 kg, in het stelsel (4.2) wordt gesubstitueerd, kan voor elke W/C de granulometrische samenstelling van elk referentiemonster bepaald worden. In figuur 4.4 is bij wijze van voorbeeld de werkelijke en ideale zeefkromme van het vaste skelet voor een referentiemengeling met W/C gelijk aan 0,35 voorgesteld. Tabel 4.1 en 4.2 bevatten de volledige samenstelling van alle referentiemengelingen. Naast de samenstelling zijn ook de volumemassa van het beton ρ_{beton} en de druksterkte $f_{\text{ccub}150,28}$ vermeld. De druksterkte werd bepaald op drie kubussen met zijde 150 mm na bewaring gedurende 28 dagen bij 20 °C en meer dan 90 % R.V..



Figuur 4.4: Zeefkrommes vast skelet (W/C = 0,35)

	SL35	SL40	SL45	SL50
CEM I 52,5 N [kg/m ³]	350	350	350	350
Zand 0/4 [kg/m ³]	974	943	913	882
Grind 2/8 [kg/m ³]	999	983	968	952
Superplastificeerder [l/m ³]	6,0	3,0	0,5	0,0
Water [l/m ³]	122,5	140,0	157,5	175,0
W/C [-]	0,35	0,40	0,45	0,50
ρ_{beton} [kg/m ³]	2330	2330	2280	2280
$f_{\text{ccub150,28}}$ [N/mm ²]	73,4	74,4	55,9	50,8

Tabel 4.1: Samenstelling referentiemengelingen (W/C = 0,35 – 0,50)

	SL55	SL60	SL65	SL70
CEM I 52,5 N [kg/m ³]	350	350	350	350
Zand 0/4 [kg/m ³]	851	820	790	759
Grind 2/8 [kg/m ³]	937	921	905	890
Superplastificeerder [l/m ³]	0,0	0,0	0,0	0,0
Water [l/m ³]	192,5	210,0	227,5	245,0
W/C [-]	0,55	0,60	0,65	0,70
ρ_{beton} [kg/m ³]	2230	2240	2270	2260
$f_{\text{ccub150,28}}$ [N/mm ²]	42,1	37,3	33,7	31,5

Tabel 4.2: Samenstelling referentiemengelingen (W/C = 0,55 – 0,70)

3.3 PARAMETERSTUDIE

Uitgaande van de samenstelling van de referentiemengeling SL50 werden een aantal parameters gewijzigd om de invloed hiervan na te gaan. In een eerste mengeling CG werd het cementgehalte van 350 kg verminderd tot 300 kg. Tijdens het mengen bleek het noodzakelijk superplastificeerder toe te voegen om een voldoende vloeibare consistentie te verkrijgen. Zoals uit tabel 4.1 kan worden opgemerkt was dit bij het referentiemengsel SL50 niet nodig. Bij een vaste W/C neemt de verwerkbaarheid immers af naarmate de granulaat/cementverhouding toeneemt, aangezien de hoeveelheid beschikbaar water voor het bevochtigen van de granulaten afneemt.

Een tweede parameter die onderzocht wordt, is het cementtype. Daarvoor werd in de plaats van portlandcement CEM I 52,5 N hoogovencement CEM III/A 42,5 LA aangewend. Bij de mengeling CT was het opnieuw nodig superplastificeerder toe te voegen, weliswaar minder dan bij de mengeling CG. Een verklaring hiervoor kan de grotere specifieke oppervlakte van hoogovencement zijn. Hoe groter de specifieke oppervlakte, hoe groter het aantal fijne korrels in een bepaald volume en hoe meer water er vereist is, aangezien alle in het beton verwerkte korrels met water moeten omhuld zijn.

In een derde en vierde mengeling wordt de invloed van vulstoffen onderzocht. In de mengeling VL wordt de invloed van vliegashager onderzocht. Zoals eerder besproken heeft vliegashager puzzolane eigenschappen zodat het gedeeltelijk als vervanger kan dienen voor het bindmiddel cement. Deze vervanging wordt in rekening gebracht met het concept k-factor. Zo komt men tot een effectieve W/C-factor:

$$(W/C)_{\text{eff}} = \frac{W}{C + k \cdot VL} \quad (4.3)$$

De k-factor is afhankelijk van het gebruikte cementtype. Volgens NBN B15-001 is k gelijk aan 0,4 voor CEM I $\geq 42,5$. Bovendien moet de verhouding VL/C kleiner zijn dan of gelijk zijn aan 0,33 voor CEM I. Rekening houdend met deze twee eisen kan voor de referentiemengeling SL50 de hoeveelheid vliegashager bepaald worden zodat $(W/C)_{\text{eff}}$ gelijk is aan 0,45. Op die manier valt er een duidelijk verschil te verwachten tussen de referentiemengeling SL50 en VL.

In een laatste mengeling KM wordt de invloed van kalksteenmeel onderzocht. De hoeveelheid kalksteenmeel wordt gelijk genomen aan de hoeveelheid vliegashager in de mengeling VL. Zo kan de puzzolaniteit van vliegashager vergeleken worden met het inert veronderstelde kalksteenmeel. In tabel 4.3 worden de samenstelling, volumemassa en druksterkte $f_{\text{ccub150,28}}$ van alle mengelingen van de parameterstudie weergegeven.

	CG	CT	VL	KM
CEM I 52,5 N [kg/m ³]	300	0	350	350
CEM III/A 42,5 LA [kg/m ³]	0	350	0	0
Zand 0/4 [kg/m ³]	1158	1006	831	861
Grind 2/8 [kg/m ³]	785	812	889	876
Kalksteenmeel [kg/m ³]	0	0	0	97
Vliegashager [kg/m ³]	0	0	97	0
Superplastificeerder [l/m ³]	3,3	1,3	0,0	0,0
Water [l/m ³]	150,0	175,0	175,0	175,0
W/C [-]	0,50	0,50	0,50	0,50
$(W/C)_{\text{eff}}$ [-]	0,50	0,50	0,45	0,50
ρ_{beton} [kg/m ³]	2330	2320	2320	2340
$f_{\text{ccub150,28}}$ [N/mm ²]	41,9	56,0	58,2	53,7

Tabel 4.3: Samenstelling beton voor variatie parameters

3.4 AANTAL SLIJPLAATJES PER MENGELING

Van elke mengeling werden zes betonkubussen vervaardigd. Drie daarvan werden beproefd onder de drukpers. Uit de overige kubussen werden blokjes van 45 x 55 x 20 mm gezaagd.

Uit elk blokje werd dan een slijpplaatje vervaardigd zoals beschreven in hoofdstuk 2. De afmetingen van zo'n slijpplaatje bedragen 30 x 45 x 0,025 mm.

Afhankelijk van het aantal slijpplaatjes per mengeling werden één of meerdere blokjes uit één kubus gehaald. Er werd steeds op gelet dat de blokjes ver genoeg van de betonrand ontnomen werden. De belangrijkste parameters van alle mengelingen en het aantal slijpplaatjes per mengeling zijn samengevat in tabel 4.4.

	$(W/C)_{\text{eff}}$	Cement	Vulstoffen	# Slijpplaatjes
SL35	0,35	CEM I 52,5 N	Geen	6
SL40	0,40	CEM I 52,5 N	Geen	3
SL45	0,45	CEM I 52,5 N	Geen	3
SL50	0,50	CEM I 52,5 N	Geen	3
SL55	0,55	CEM I 52,5 N	Geen	3
SL60	0,60	CEM I 52,5 N	Geen	3
SL65	0,65	CEM I 52,5 N	Geen	3
SL70	0,70	CEM I 52,5 N	Geen	6
CG	0,50	CEM I 52,5 N	Geen	2
CT	0,50	CEM III/A 42,5 LA	Geen	2
VL	0,45	CEM I 52,5 N	Vliegas	2
KM	0,50	CEM I 52,5 N	Kalksteenmeel	2

Tabel 4.4: Aantal slijpplaatjes per mengeling

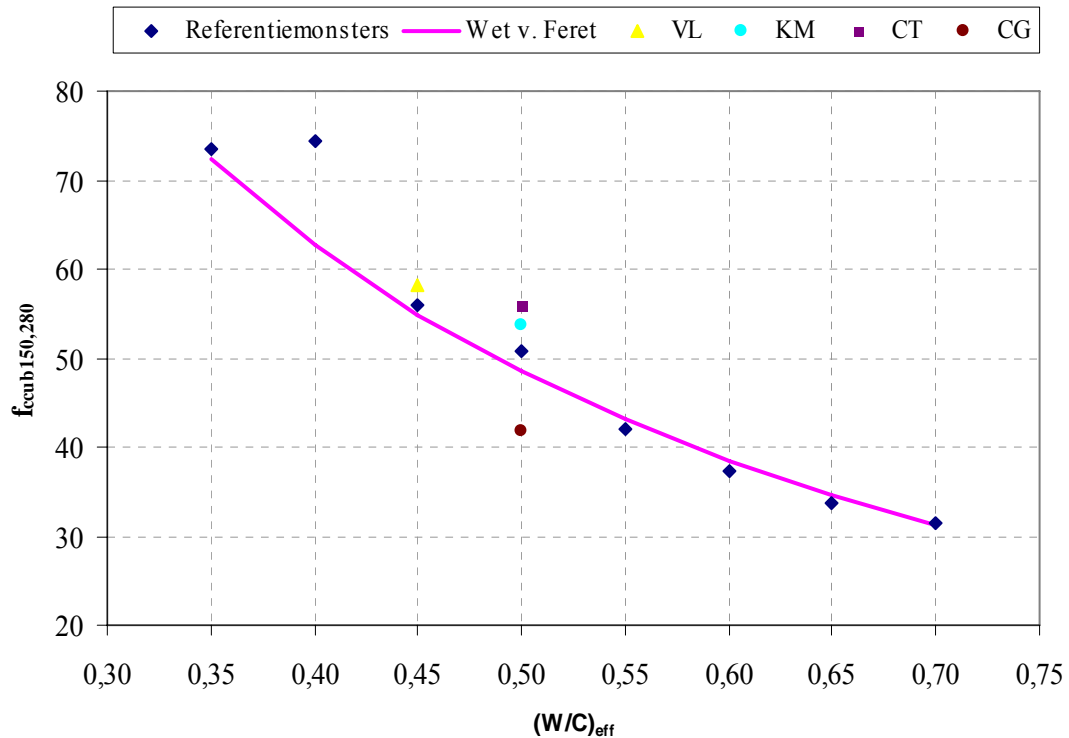
4 RELATIE DRUKSTERKTE – W/C

Verschillende onderzoekers hebben in wetenschappelijke studies verbanden gelegd tussen de druksterkte van het beton, de kwaliteit van het cement, de W/C en andere kenmerken van beton. De meest bekende wet is deze van Feret:

$$f_{ccub} = K_1 \frac{1}{\left(1 + K_2 \frac{W}{C}\right)^2} \quad (4.4)$$

Voor portlandcement is $K_2 = 3,1$ terwijl voor hoogovencement $K_2 = 2,95$. De waarde van K_1 moet worden bepaald via drukproeven voor de toegepaste combinatie van cement, toevoegsels en granulaten, en is ook enkel toepasbaar voor de onderzochte combinatie [11].

Zetten we de druksterkte $f_{ccub150,28}$ van de beproefde betonkubussen uit in functie van $(W/C)_{\text{eff}}$ dan vinden we de grafiek uit figuur 4.5. In de abscis staat de effectieve W/C om rekening te houden met de latent hydraulische eigenschappen van vliegas.



Figuur 4.5: Druksterkte op 28 dagen ouderdom in functie van de W/C

Voor de referentiemonsters werd de best passende kromme volgens formule (4.4) gezocht. Deze kromme komt overeen met $K_2 = 3,1$ (portlandcement) en $K_1 = 315$. De druksterkte bij W/C gelijk aan 0,40 vertoont een beduidend hogere waarde dan verwacht wordt volgens de wet van Feret. De druksterkte van de mengeling VL ligt dicht bij de verwachte waarde voor $(W/C)_{\text{eff}} = 0,45$. Merk op dat door het langzame karakter van de puzzolanische reactie de ontwikkeling van de sterkte trager verloopt bij een beton op basis van vliegas. De sterkteontwikkeling op hogere ouderdom van het mengsel VL zal meer uitgesproken zijn dan bij een beton op basis van zuiver cement.

Toevoeging van kalksteenmeel heeft een gunstig effect op de druksterkte. De puzzolaniteit van vliegas heeft een grotere invloed op de druksterkte dan het vuleffect van het kalksteenmeel. De toename bij KM is nochtans behoorlijk in vergelijking met de referentiemengeling. In de mengeling CT werd gebruikgemaakt van hoogovencement zodat $K_2 = 2,95$. De waarde van K_1 bedraagt dan 343 op basis van de beproefde druksterkte. Bij hoogovencement draagt de hydratatie van de slakken en het MgO bij tot de sterkteontwikkeling, zodat de druksterkte van CT boven de getekende kromme van Feret gelegen is (zie figuur 4.5). De mengeling CG heeft een kleiner cementgehalte dan de referentiemonsters. Dat de druksterkte kleiner is dan die van het overeenstemmende referentiemonster is dus niet verrassend.

5 CAPILLAIRE POROSITEIT MENGELINGEN

Aan de hand van de formules opgesteld in hoofdstuk 2 kan de capillaire porositeit van alle mengelingen berekend worden. Door het wandeffect zullen minder of geen granulaten voorkomen aan de rand van het beton. De met formule (2.12) berekende capillaire porositeit komt dus overeen met een waarde in de kern van het beton waaruit ook de proefstukken ontnomen werden om de slijpplaatjes te vervaardigen.

Het beton werd gedurende 28 dagen bij 20°C en meer dan 90 % R.V. bewaard. Hiermee wordt uitdroging van het beton zoveel mogelijk voorkomen en hydratatie zoveel mogelijk bevorderd. We kunnen dus aannemen dat de hydratatiegraad in formule (2.12) de ultieme hydratatiegraad volgens Mill benadert. Deze hydratatiegraad is afhankelijk van de $(W/C)_{\text{eff}}$.

Vliegas zal ook hydrateren, waardoor een deel van het water verbruikt wordt en vaste hydratatieproducten gevormd worden. De capillaire porositeit van het beton zal dus dalen. Om hiermee rekening te houden moet bij de samenstelling met vliegas de oorspronkelijke hoeveelheid cement C in de teller van formule (2.12) vervangen worden door $C + 0,4 \cdot VL$.

In tabel 4.5 is de theoretisch capillaire porositeit bij ultieme hydratatiegraad van de verschillende samenstellingen weergegeven.

	α_u	$\Phi_{\text{cap,beton}} [\%]$
SL35	0,66	3,9
SL40	0,69	5,3
SL45	0,72	6,8
SL50	0,74	8,3
SL55	0,76	9,8
SL60	0,78	11,4
SL65	0,79	13,0
SL70	0,81	14,6
CG	0,74	7,1
CT	0,74	8,2
VL	0,72	7,5
KM	0,74	8,3

Tabel 4.5: Theoretische capillaire porositeit samenstellingen

Bemerk dat het verschil tussen de theoretische capillaire porositeit van de mengelingen van de parameterstudie en die van SL50 daalt in de volgorde CG – VL – CT – KM. In de veronderstelling dat de formules afgeleid in hoofdstuk 2 geldig blijven, kunnen we hieruit besluiten dat het cementgehalte en vliegastoevoeging een grotere invloed zullen hebben dan het cementtype en de toevoeging van kalksteenmeel.

Hoofdstuk 5:

Bepaling van de water/cement-factor

1 INLEIDING

Zoals in hoofdstuk 3 uitgelegd werd, is de fluorescentie-intensiteit van een slijpplaatje een maat voor de W/C van verhard beton. In dit hoofdstuk wordt een proefprogramma opgesteld om de fluorescentietechniek toe te passen, en wordt een verband gelegd tussen de fluorescentie-intensiteit en de W/C. Die fluorescentie-intensiteit kan op verschillende manieren bepaald of gemeten worden. De werkwijze, nauwkeurigheid en reproduceerbaarheid van de meetmethodes worden in dit hoofdstuk besproken en onderling vergeleken.

2 KWALITEITSCONTROLE VAN DE SLIJPPLAATJES

Alvorens over te gaan tot de bepaling van de fluorescentie-intensiteit van de slijpplaatjes moet de degelijkheid van de slijpplaatjes nagegaan worden. Voor de bepaling van de W/C zijn volgende criteria belangrijk:

- Dikte van het slijpplaatje
- Beschadiging tijdens preparatie
- Carbonatatie
- Uitloging

Deze controle wordt verricht in vlak gepolariseerd, gekruist gepolariseerd en fluorescerend licht, en bij een zo klein mogelijke vergroting, in dit geval 2,5x. In hoofdstuk 3 werd beschreven hoe eenvoudig kan worden gewisseld tussen de verschillende modes.

2.1 DIKTE VAN HET SLIJPPLAATJE

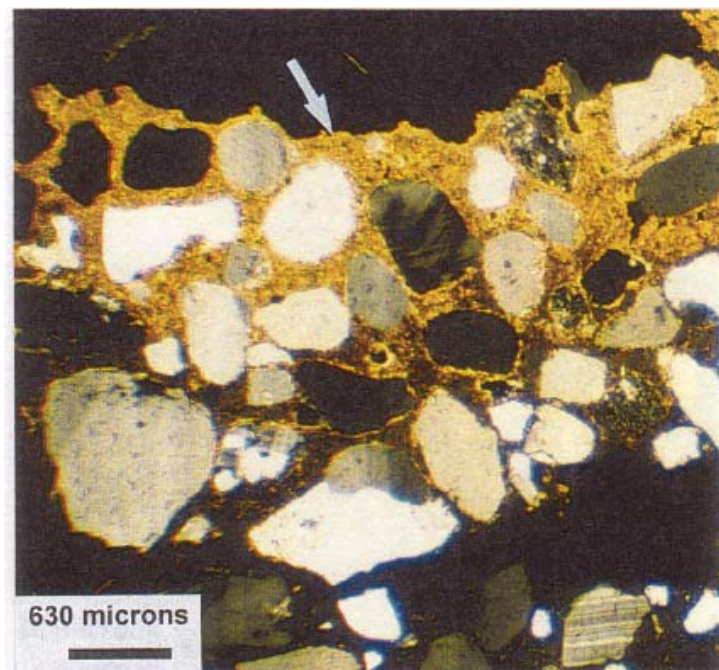
In hoofdstuk 3 werd reeds gewezen op het belang van de uniformiteit van de dikte van de slijpplaatjes. Voor de bepaling van de W/C van beton met ongekende W/C is het ook belangrijk dat in de toekomst de slijpplaatjes dezelfde dikte hebben als die van de referentiemonsters. De dikte van de slijpplaatjes bedraagt 0,025 mm. Die dikte kan worden gecontroleerd in gekruist gepolariseerd licht. In gekruist gepolariseerd licht varieert de interferentiekleur bij correcte dikte van wit tot zwart wanneer het slijpplaatje wordt geroteerd. De kwartskorrels van de gebruikte slijpplaatjes vertoonden telkens deze kleur.

2.2 BESCHADIGING TIJDENS PREPARATIE

Door de geringe dikte en de poreusheid van de betonnen monsters is de preparatie van de slijpplaatjes een delicate opdracht. Tijdens het polijsten moet de kracht op het betonnen plaatje gecontroleerd worden zodat er geen beschadiging ontstaat. Beschadiging onder de vorm van scheuren die ontstaan zijn tijdens preparatie, kunnen worden opgemerkt tijdens het onderzoek van het slijpplaatje onder fluorescerend licht. Scheuren die gevuld zijn met epoxy en dus fluoresceren zijn ontstaan vóór preparatie, terwijl scheuren die niet fluorescerend oplichten niet gevuld zijn met epoxy en dus ontstaan zijn tijdens preparatie. Dit wijst op beschadiging van het slijpplaatje en mogelijke aantasting van de poriënstructuur van het beton zodat zulke zones vermeden moeten worden. Bij de gebruikte slijpplaatjes werden geen scheuren zonder epoxy opgemerkt.

2.3 CARBONATATIE

Carbonatatie is het proces waarbij de alkalische bestanddelen (NaOH , KOH , Ca(OH)_2) in het beton reageren met het koolzuur CO_2 uit de lucht. De reactie verloopt snel maar enkel in waterig milieu. Gecarbonateerd beton komt hoofdzakelijk voor aan het oppervlak van betonnen elementen. Zones die gecarbonateerd zijn, worden het best herkend in gekruist gepolariseerd licht. In die mode kunnen de interferentiekleuren van calciet CaCO_3 waargenomen worden (zie figuur 5.1). De grens tussen gecarbonateerd en niet-gecarbonateerd beton is doorgaans scherp, hoewel soms een overgangszone van verschillende interferentiekleuren kan worden waargenomen [26].



Figuur 5.1: Gecarbonateerde cementpasta in gekruist gepolariseerd licht [26]

Carbonatatie geeft aanleiding tot een verandering van de capillaire porositeit en kan dus ook in fluorescerend licht als een verandering in fluorescentie worden waargenomen. Gecarbonateerde zones moeten dus gemeden worden in de bepaling van de W/C aangezien ze aanleiding geven tot een schijnbare capillaire porositeit die groter of kleiner kan zijn dan de werkelijke [27]. In de gebruikte slijpplaatjes werden geen gecarbonateerde zones waargenomen. Dit strookt met de verwachtingen aangezien de slijpplaatjes ontnomen werden in het centrum van de betonkernen en de betonkernen ingepakt werden in plasticfolie bij transport. Hierdoor werd de blootstelling aan de lucht en dus ook de kans op carbonatatie geminimaliseerd.

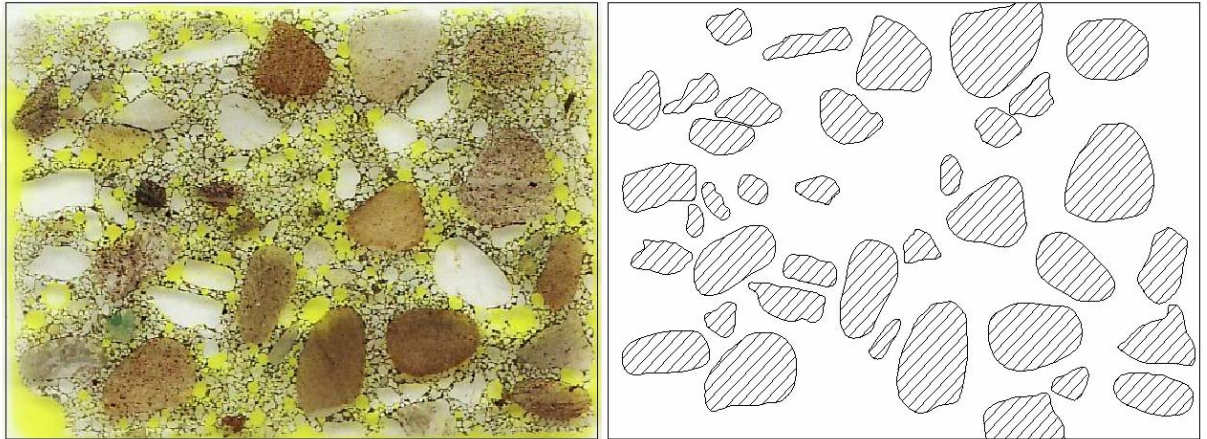
2.4 UITLOGING

Net zoals carbonatatie geeft uitloging aanleiding tot een verandering van de microstructuur en capillaire porositeit van de cementpasta. Uitgeleogde zones moeten worden vermeden bij bepaling van de W/C aangezien ze aanleiding geven tot een vermindering van de capillaire porositeit. Alkali-silicareacties en aantasting door zuren zijn twee belangrijke processen die uitloging van beton veroorzaken. Bij alkali-silicareactie komt een vermindering van CH voor rond de reactieve granulaten en langs scheuren die de typische alkali-silicagel bevatten. De gel is niet-kristallijn en heeft een zwarte kleur in gekruist gepolariseerd licht [26].

Zuren zorgen ervoor dat de cementgel wordt omgezet in verbindingen die minder samenhang vertonen en eventueel worden uitgeleogd waardoor het beton zijn sterkte verliest. Bij aantasting door zuren verschijnt vanaf het oppervlak van het beton een zwarte zone met variërende diepte in gekruist gepolariseerd licht [26]. In de onderzochte slijpplaatjes werden geen uitgeleogde zones waargenomen.

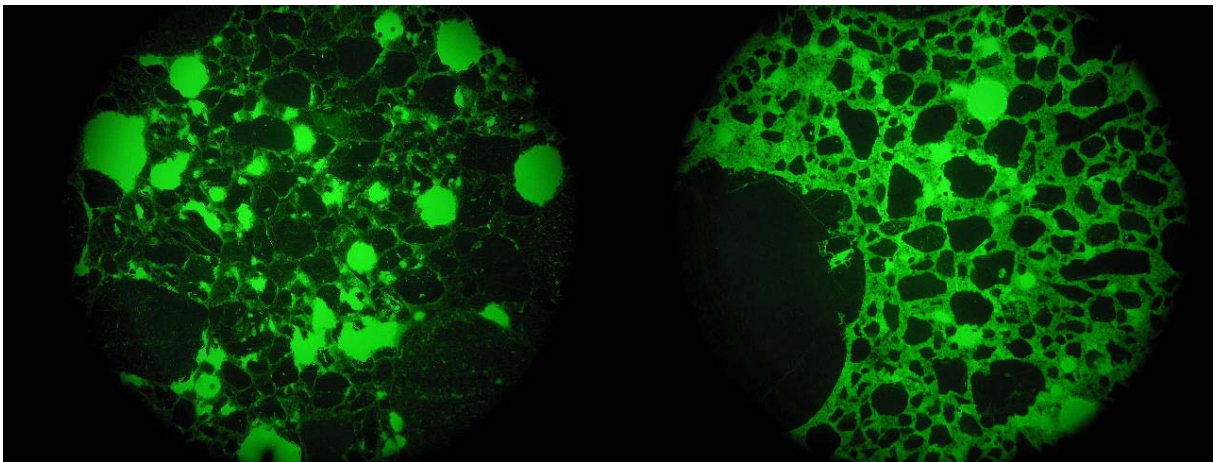
2.5 CONCLUSIES

Bovenstaande criteria zijn bepalend voor correcte bepaling van de W/C. Zones met niet-uniforme dikte, beschadigde en gecarbonateerde zones moeten zoveel mogelijk gemeden worden bij bepaling van de W/C. Ook zones met veel luchtholtes en scheuren moeten gemeden worden omdat de grote hoeveelheid fluorescerende kleurstof in deze gebieden de cementpasta overbelicht. Om zulke zones te markeren en verder onderzoek te vergemakkelijken werd van elk slijpplaatje een schets gemaakt. Een voorbeeld van het originele slijpplaatje en van het gedigitaliseerde slijpplaatje is weergegeven in figuur 5.2. In het gedigitaliseerde slijpplaatje zijn de grove granulaten gearceerd weergegeven. De digitalisatie werd verricht met het CAD-programma *Autodesk AutoCAD*.



Figuur 5.2: Origineel en gedigitaliseerd slijpplaatje (W/C = 0,35)

Dit vooronderzoek gaf ook een eerste idee van de homogeniteit van de cementpasta en verdeling van de luchtholtes. Bij lage W/C viel op dat de fluorescentie-intensiteit van de cementmatrix uniformer is dan bij hoge W/C. Mengsels met lage W/C hebben dus een homogenere samenstelling dan mengsels met hoge W/C (zie figuur 5.3). Bij hoog watergehalte vergroot immers de kans op segregatie van de betonspecie waardoor de homogeniteit vermindert.



Figuur 5.3: SL35 (links) en SL70 (rechts) bij vergroting 2,5x

Bij lage W/C valt ook op dat de mengelingen meer kleine verspreide luchtholtes hebben dan mengsels met hoge W/C (zie figuur 5.3). Bij lage W/C ontstaat immers een dichtere cementpasta waardoor de luchtbelletjes moeilijker kunnen ontsnappen tijdens verdichting.

3 METEN VAN DE FLUORESCENTIE-INTENSITEIT

De twee meest gebruikelijke methodes om de fluorescentie-intensiteit te meten zijn de manuele en semi-automatische methode. Bij de manuele methode wordt de groene kleur van de cementmatrix visueel doorheen de microscoop vergeleken met die van de

referentiemonsters. De semi-automatische methode maakt gebruik van beeldanalysetechnieken. De operator bepaalt zelf welke zones van het slijpplaatje geanalyseerd worden met behulp van de computer.

3.1 MANUELE METHODE

3.1.1 *Algemeen*

Bij de manuele methode wordt het slijpplaatje doorlopen onder de microscoop in de fluorescerende mode. De groene fluorescerende kleur van de cementmatrix van het slijpplaatje met ongekende W/C wordt vergeleken met de groene kleur van de referentiemonsters. Er wordt getracht een zo goed mogelijke overeenkomst te vinden tussen de kleur van de cementmatrix van het slijpplaatje met ongekende W/C en die van de referentiemonsters met gekende W/C. Het referentiemonster met de beste overeenkomst bepaalt de W/C van het slijpplaatje.

3.1.2 *Toepassing*

Er werden referentiemonsters gemaakt in een W/C-bereik van 0,35 tot 0,70 met telkens een tussenstap van 0,05. Van elke W/C werden drie slijpplaatjes vervaardigd. Van deze drie reeksen werd één reeks als referentie aangeduid. Om de manuele methode te testen werd een tweede en derde reeks met deze eerste reeks (referentie) vergeleken. De W/C van de tweede en derde reeks is gekend uit de samenstelling van de monsters. De gekende W/C werd afgedekt tijdens analyse om beïnvloeding van de resultaten te vermijden. Hieronder worden de aanbevelingen en resultaten weergegeven. In bijlage A is een fotoreeks van de referentiemonsters opgenomen waarin duidelijk het verschil in groene kleur van de cementmatrix te zien is bij de verschillende W/C. De foto's werden genomen bij een vergrotingsfactor van 10x.

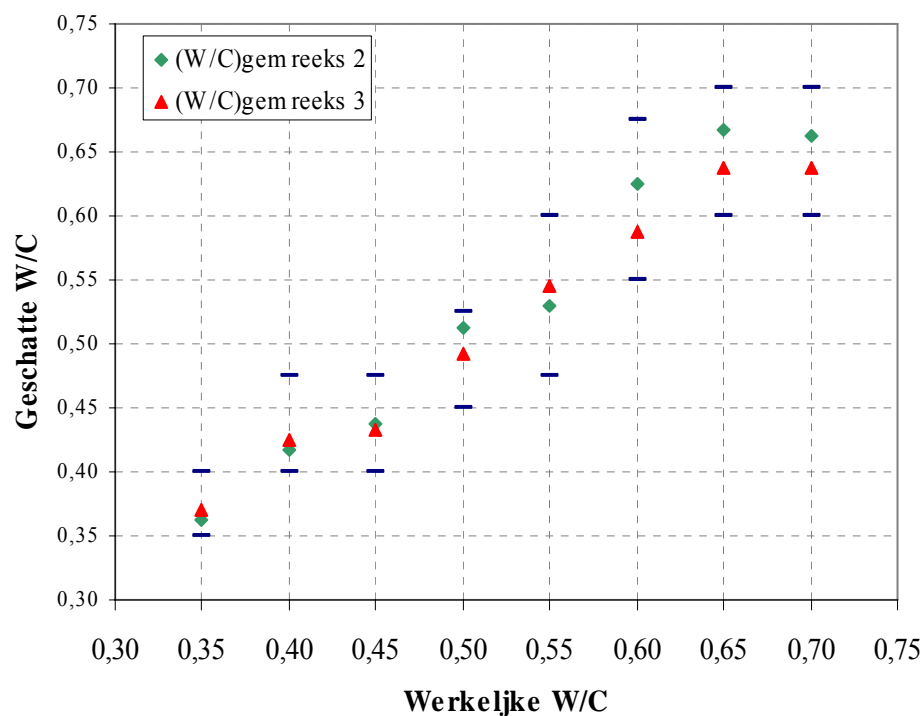
De vergrotingsfactor wordt bij de eerste analyse best niet te groot genomen om een goed globaal beeld van het slijpplaatje te hebben en zo de groenintensiteit, gemiddeld gezien over het gehele slijpplaatje, te vergelijken met die van de referentiemonsters. Zo ontstaat een eerste idee van de range waartussen de W/C van het slijpplaatje zich bevindt. Een vergrotingsfactor van 2,5x is het meest geschikt hiertoe. De bekomen resultaten voor reeks 2 en reeks 3 en hun gemiddelde zijn weergegeven in tabel 5.1.

	Reeks 2		Reeks 3		Gemiddeld	
$(W/C)_{\text{werk}}$	$(W/C)_{\text{min}}$	$(W/C)_{\text{max}}$	$(W/C)_{\text{min}}$	$(W/C)_{\text{max}}$	$(W/C)_{\text{min}}$	$(W/C)_{\text{max}}$
0,35	0,35	0,40	0,35	0,40	0,35	0,40
0,40	0,40	0,45	0,40	0,50	0,40	0,48
0,45	0,40	0,50	0,40	0,45	0,40	0,48
0,50	0,45	0,55	0,45	0,50	0,45	0,53
0,55	0,50	0,65	0,45	0,55	0,48	0,60
0,60	0,55	0,70	0,55	0,65	0,55	0,68
0,65	0,60	0,70	0,60	0,70	0,60	0,70
0,70	0,60	0,70	0,60	0,70	0,60	0,70

Tabel 5.1: Manuele methode bij vergroting 2,5x

Uit bovenstaande tabel blijkt dat het verschil tussen de maximale en minimale W/C waartussen de werkelijke W/C gelegen is, stijgt bij grotere W/C. Het is dus moeilijker de W/C te schatten bij hoge W/C dan bij lage W/C.

Vervolgens kan bij een grotere vergrotingsfactor (10x) de fluorescentiekleur van de cementpasta in een twaalfstal zones vergeleken worden met die van de geselecteerde referentiemonsters bij dezelfde vergrotingsfactor. Het gemiddelde van deze 12 zones bepaalt de W/C van het slijpplaatje. De resultaten zijn voor beide reeksen voorgesteld in figuur 5.4. De grafiek geeft ook de variatie van de gemiddelde $(W/C)_{\text{min}}$ en $(W/C)_{\text{max}}$ uit tabel 5.1 weer (blauwe streepjes). De uitgebreide tabellen zijn opgenomen in bijlage B.

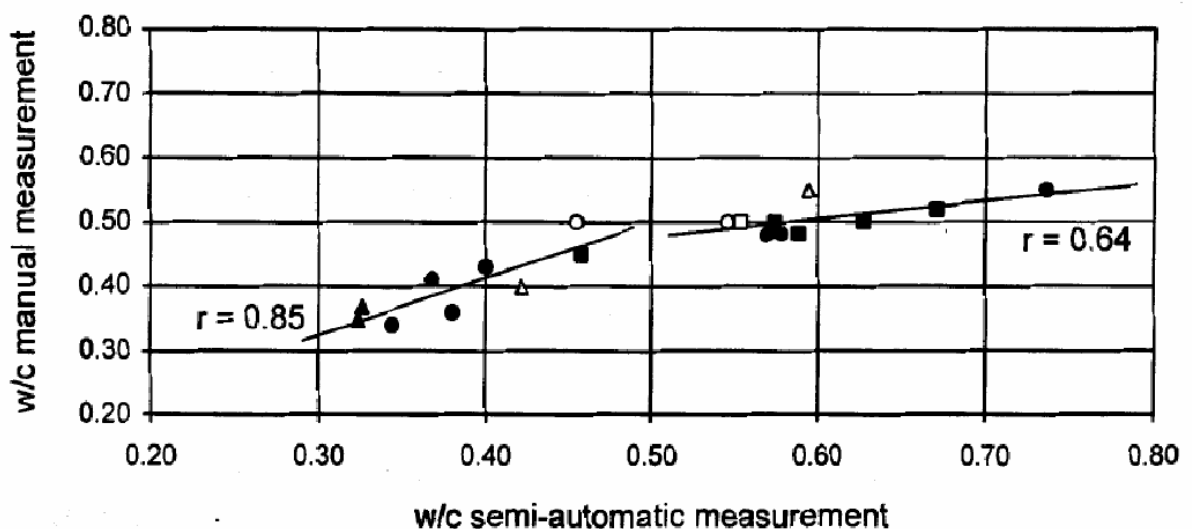


Figuur 5.4: Manuele methode bij vergroting 10x

Uit figuur 5.4 valt op te merken dat het verschil in geschatte $(W/C)_{gem}$ tussen reeks 2 en reeks 3 groter is bij grote W/C. De geschatte W/C is bij hoge W/C enkel representatief voor het slijpplaatje en niet voor de hele mengeling. Mengsels met hoge W/C zijn zoals reeds opgemerkt minder homogeen dan mengsels met lage W/C. Uit figuur 5.4 kan eveneens besloten worden dat de methode nauwkeuriger is bij lage W/C dan bij hoge W/C. Voor W/C kleiner dan of gelijk aan 0,50 bedraagt de nauwkeurigheid $\pm 0,02$, terwijl bij W/C groter dan 0,50 de nauwkeurigheid $\pm 0,04$ bedraagt.

3.1.3 Conclusies

We kunnen besluiten dat de manuele methode vrij behoorlijk toepasbaar is bij lage W/C. Bij hoge W/C is het verschil in capillaire porositeit kleiner zoals werd opgemerkt in figuur 2.3. Het verschil in fluorescentie-intensiteit is dus ook veel minder goed zichtbaar. Bij deze hoge W/C doet men beter een beroep op de semi-automatische methode, waarbij de fluorescentie digitaal gemeten wordt met behulp van een computer die veel gevoeliger is dan het menselijk oog. Dit staat ook voorgeschreven in [28] waaruit figuur 5.5 ontleend is.



Figuur 5.5: Correlatie tussen de manuele en semi-automatische methode [28]

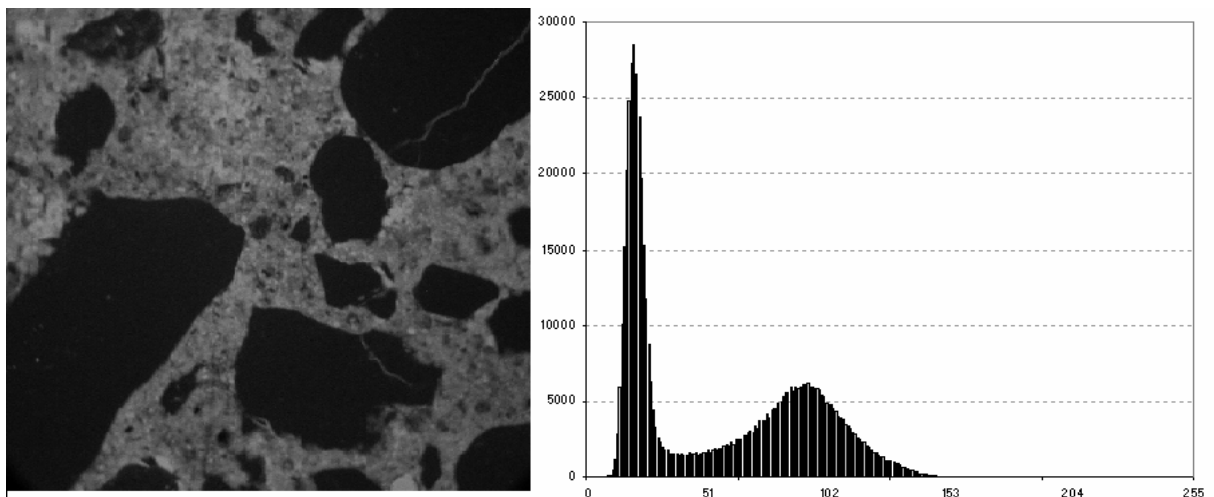
Uit deze grafiek is duidelijk op te merken dat er een goede correlatie is tussen de manuele en semi-automatische methode voor W/C lager dan 0,5. Bij hogere W/C doet men beter een beroep op de semi-automatische methode die hieronder beschreven en uitvoerig toegepast wordt.

3.2 SEMI-AUTOMATISCHE METHODE

3.2.1 Algemeen

De manuele methode is subjectief en operatorafhankelijk. De nauwkeurigheid van deze methode wordt grotendeels bepaald door de ervaring van de operator. Een betere, snellere en meer objectieve methode is de semi-automatische.

Bij de semi-automatische methode wordt een digitale camera op de microscoop gemonteerd. Zo kunnen foto's genomen worden van bepaalde zones van het slijpplaatje bij de gewenste vergrotingsfactor. De camera is rechtstreeks verbonden met een computer waarmee de beelden verwerkt kunnen worden. De verwerking gebeurt aan de hand van een histogram van de genomen beelden. Zo'n histogram geeft het aandeel weer van de verschillende kleurintensiteiten die voorkomen in een beeld. In figuur 5.6 is een foto met bijbehorend histogram weergegeven. De foto werd geanalyseerd met het beeldanalyseprogramma *Imagetool* en daarom eerst omgezet in grijswaarden (zie 3.2.3). Het histogram vertoont twee pieken. De eerste piek stemt overeen met het grote aandeel van de donkere kleuren van de granulaten. De piek is smal aangezien er weinig spreiding zit op de kleur van de granulaten. De tweede piek komt overeen met de meest voorkomende grijsintensiteit van de cementmatrix. Deze piek is breder dan de eerste piek doordat er meer spreiding zit op de grijsintensiteit van de cementmatrix. De threshold 0 in het histogram stemt dus overeen met zwart, terwijl 255 overeenstemt met wit. De tussengelegen waarden gaan van donkergrijs tot lichtgrijs.



Figuur 5.6: Slijpplaatje met bijbehorend histogram

Aan de hand van deze histogrammen is het mogelijk de gemiddelde fluorescentie-intensiteit van de cementpasta van de verschillende slijpplaatjes te meten en een calibratiecurve op te stellen die het verband legt tussen de fluorescentie-intensiteit en de bijhorende W/C. Deze

calibratiecurve kan dan gebruikt worden om de W/C te bepalen van betonmonsters met ongekende W/C.

Er bestaan verschillende softwareprogramma's voor analyse van de beelden. Zo is er het basisprogramma *UTHSCSA Imagetool* en het speciaal voor bepaling van de W/C in Denemarken ontwikkelde programma *W/C check*. Beide programma's worden respectievelijk in de delen 3.2.3 en 3.2.4 besproken.

3.2.2 Digitale camera

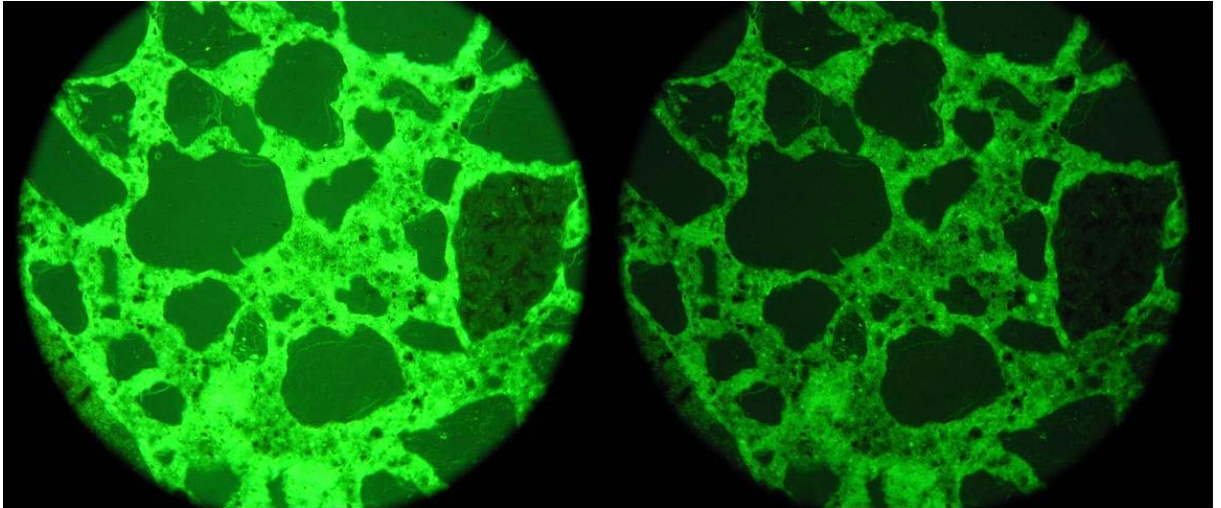
Het lijkt op het eerste gezicht onbelangrijk, maar de instellingen van de digitale camera moeten telkens dezelfde zijn opdat vergelijking tussen de verschillende beelden zinvol is. De foto's werden telkens via het programma *ZoomBrowser EX* naar de harde schijf van de computer weggeschreven. Dit programma laat toe de instellingen van de camera tijdens het nemen van de foto's aan te passen, zodanig dat de gemaakte beelden zo goed mogelijk overeenkomen met het beeld waargenomen door het oculair. De instellingen die gebruikt werden, zijn samengevat in tabel 5.2.

Flash	Off
Photo effect	Effect Off
White Balance	Auto
ISO Speed	100
Exposure Compensation	-1 2/3
Flash Exposure Compensation	0

Tabel 5.2: Instellingen camera

Een factor die een belangrijke invloed heeft op de groenintensiteit van de gemaakte beelden is de exposure compensation. Door de lichtinval op het slijpplaatje ontstaat bij het nemen van de foto's een overbelicht beeld zonder exposure compensation. In figuur 5.7 is het verschil weergegeven tussen een beeld zonder en een beeld met de gebruikte exposure compensation. De exposure compensation werd aangepast totdat de beste overeenkomst te zien was tussen de kleuren waargenomen door de microscoop en de kleuren van de gemaakte foto.

Bij het maken van de foto's werden de externe lichtbronnen zoveel als mogelijk uitgeschakeld om beïnvloeding van de fluorescentie te vermijden.



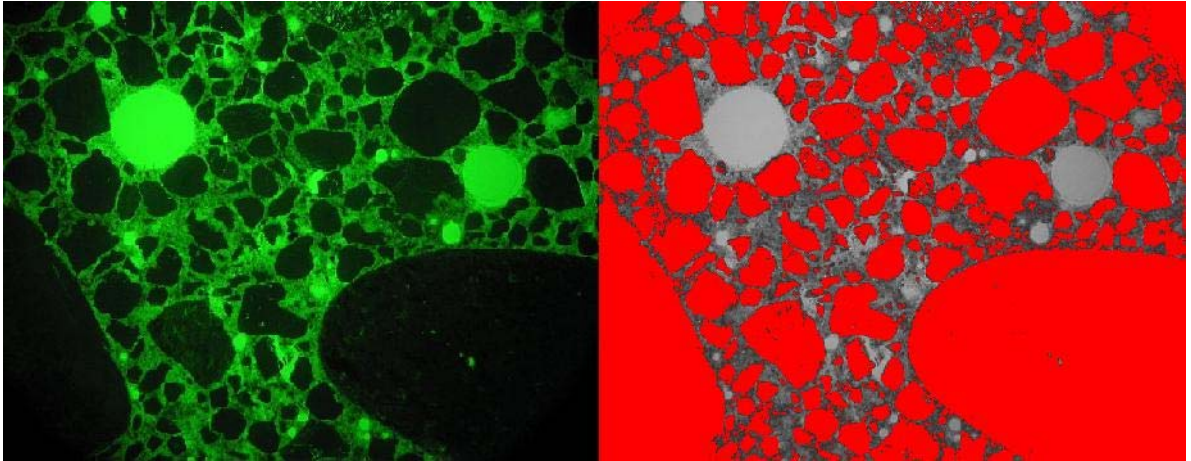
Figuur 5.7: Beeld van SL50 zonder (links) en met (rechts) exposure compensation

3.2.3 UTHSCSA Imagetool

Imagetool is een gratis beschikbaar beeldverwerking- en beeldanalyseprogramma (<http://ddsdx.uthscsa.edu/dig/itdesc.html>). Een nadeel is dat enkel van beelden in grijswaarden of beelden omgevormd tot rode tinten (separate colors) een histogram kan worden opgevraagd. De foto's verkregen in fluorescerende mode moeten dus telkens geconverteerd worden naar grijswaarden of rode tinten. Hierdoor ontstaat een minder goed contrast tussen de verschillende kleuren en dus ook een vervaging van de informatie van het beeld. Het contrast blijft het grootst als de beelden worden omgevormd tot grijswaarden. Voor verdere analyse werd er enkel gebruikgemaakt van die grijsbeelden.

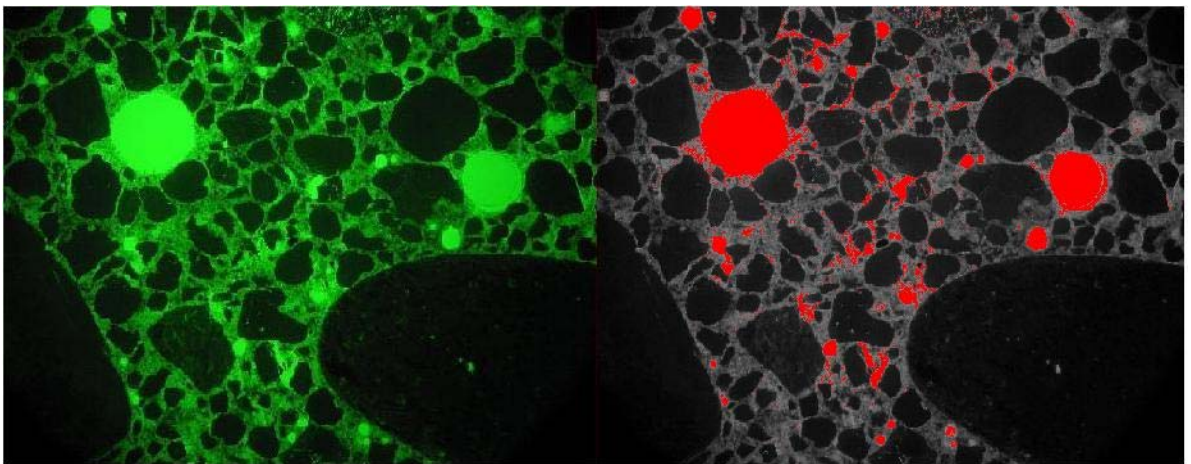
Van elk histogram wordt de gemiddelde grijswaarde berekend. Dat gemiddelde wordt berekend over het hele histogram, terwijl men enkel geïnteresseerd is in de grijswaarden van de cementmatrix. De donkere tinten van de granulaten en de lichte tinten van de holten moeten dus geëlimineerd worden zodat enkel van de tinten die typerend zijn voor de cementpasta een gemiddelde wordt berekend. Dat gemiddelde is bepalend voor de capillaire porositeit en dus ook voor de W/C van het slijpplaatje.

Imagetool beschikt over een functie om een bepaalde range van grijsintensiteiten af te bakenen in het histogram. Deze grijskleuren worden rood weergegeven in het beeld van het slijpplaatje. Zo is het mogelijk de laagste cut-off threshold te bepalen waarbij alle granulaten rood gekleurd worden. In figuur 5.8 werd dit gedaan voor een slijpplaatje met W/C gelijk aan 0,35. De cut-off threshold T_1 bedraagt in dit geval 46.



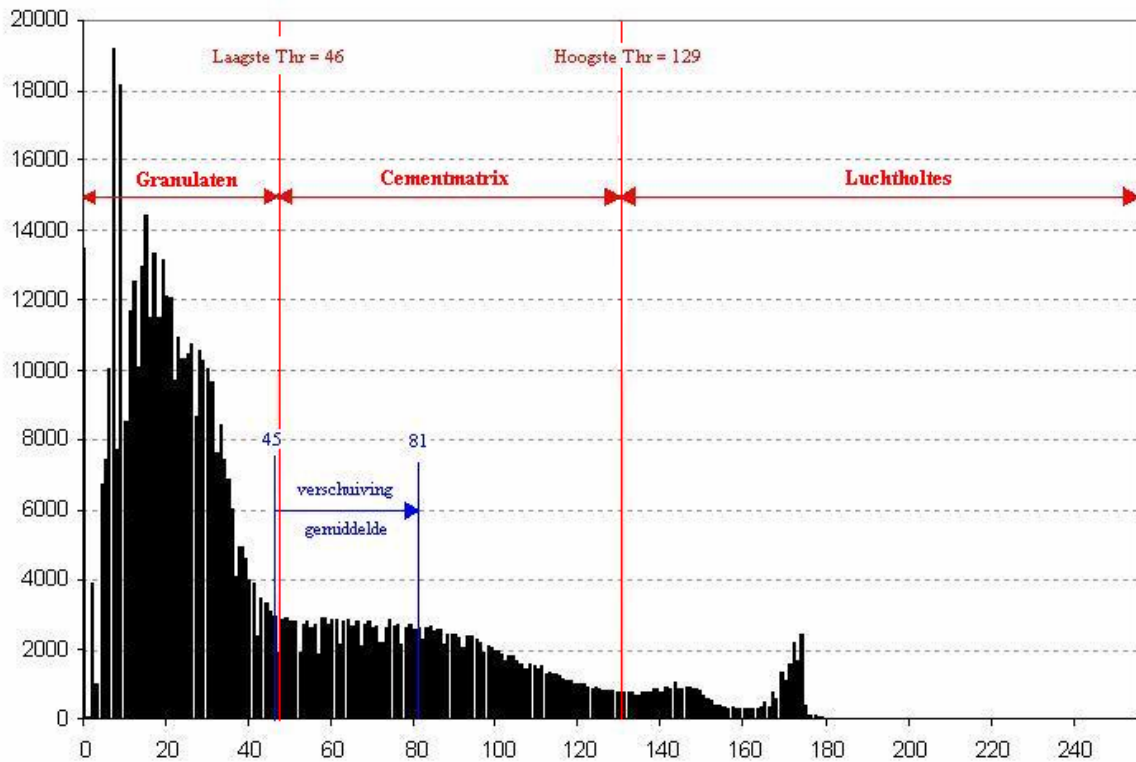
Figuur 5.8: Eliminatie van de granulaten ($T_1 = 46$)

Hetzelfde principe kan worden toegepast voor de luchtholtes. Hieruit volgt de hoogste cut-off threshold T_h . Bij een waarde van 129 worden de zones zoals afgebeeld in figuur 5.9 afgebakend. De range van thresholds tussen 46 en 129 bepaalt dus de grijsintensiteit van de cementmatrix.



Figuur 5.9: Eliminatie van de luchtholtes ($T_h = 129$)

Imagetool beschikt niet over een functie om de gemiddelde grijsintensiteit van een bepaalde range thresholds te bepalen. Een voordeel is wel dat de bekomen histogrammen geëxporteerd kunnen worden naar *Excel* om daar verder verwerkt te worden. Het histogram van bovenstaand slijpplaatje is weergegeven in figuur 5.10. Zo kan via een omweg de gemiddelde grijsintensiteit bepaald worden in een bepaald interval van thresholds. Zonder eliminatie van granulaten en luchtholtes zou de gemiddelde grijswaarde 45 bedragen. Met eliminatie van de thresholds kleiner dan 45 en groter dan 129 wordt de gemiddelde grijswaarde 81. De kleur van granulaten en luchtholtes heeft dus een belangrijke invloed op de gemiddelde waarde. Dit is schematisch weergegeven in figuur 5.10.

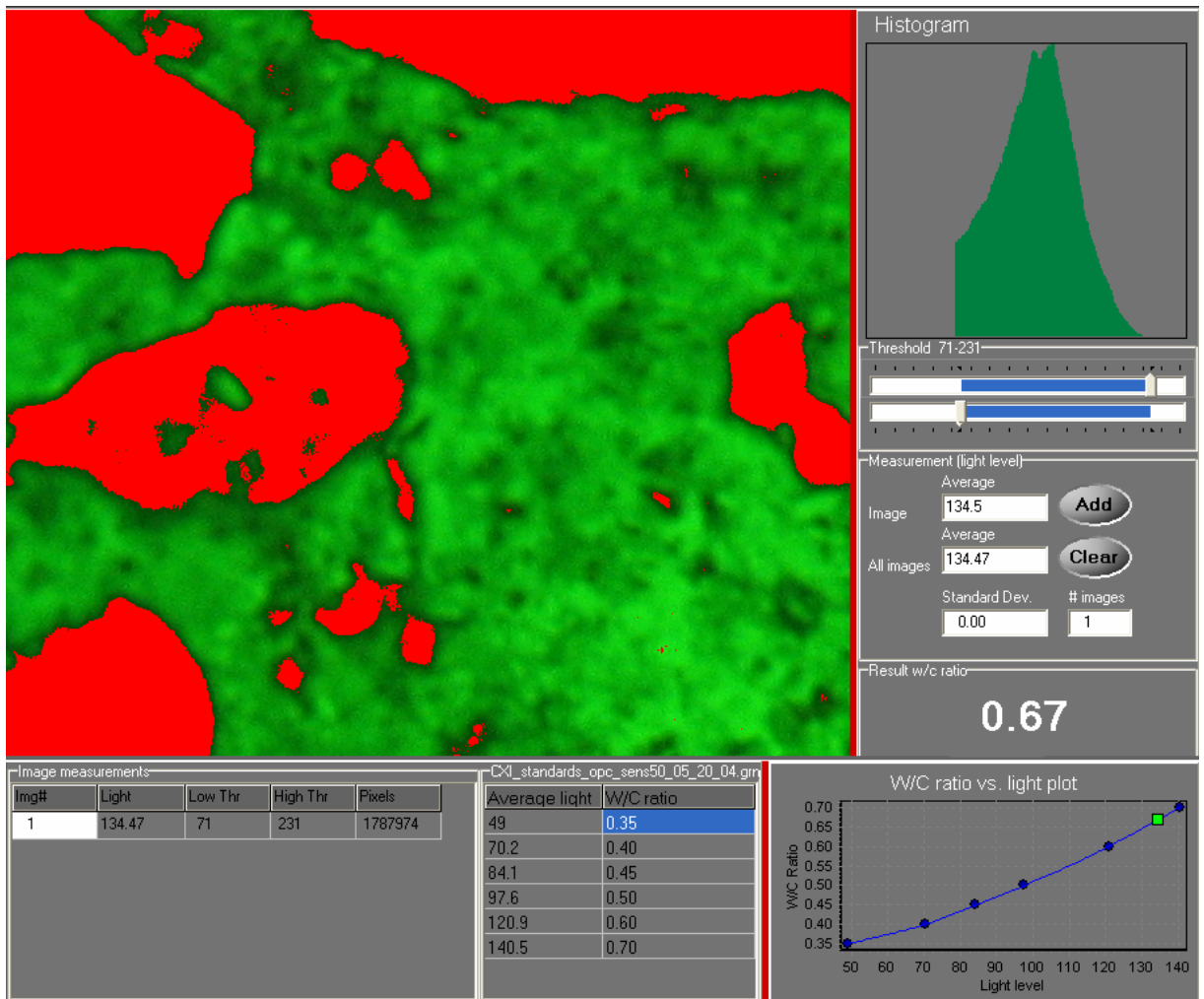


Figuur 5.10: Histogram SL35

3.2.4 W/C check

Een ander beeldanalyseprogramma speciaal ontworpen voor de bepaling van de W/C is *W/C check*. Het werd ontwikkeld door het Deense consultingbureau Concrete Experts International (CXI). Het programma is gebaseerd op de meer dan 25 jaar succesvolle ervaring bij de bepaling van de W/C van verhard beton met behulp van de fluorescentietechniek.

Het werkingsprincipe is gelijkaardig aan dat van *Imagetool*. Het grote voordeel van *W/C check* is dat het specifiek voor de bepaling van de W/C ontwikkeld is en dus minder omwegen vereist zijn om de W/C te bepalen. Zo moeten de beelden niet omgezet worden in grijswaarden om het histogram te bepalen. De beelden kunnen zelfs rechtstreeks via de digitale camera door het programma geïmporteerd worden. Een screenshot van de interface is weergegeven in figuur 5.11.



Figuur 5.11: Interface W/C Check

De waarde van de cut-off thresholds kan interactief door middel van schuifbalken ingesteld worden tot het gewenste beeld bekomen wordt. De gemiddelde groenintensiteit van het waargenomen beeld wordt dan berekend tussen de aangeduide grenzen van het histogram. Door te klikken op de knop *Add* (rechts bovenaan) wordt de meting toegevoegd aan het venster *Image measurements* (links onderaan). Daar staat ook de laagste en hoogste threshold van elke zone vermeld alsook het aantal pixels waarover de gemiddelde groenintensiteit gemeten is.

Zo kan de groenintensiteit van een aantal zones van elk slijpplaatje gemeten worden. Het gemiddelde en de standaardafwijking van de groenintensiteit van die zones komen terecht bij *All images* in het venster *measurement (light level)*. Op basis van dat gemiddelde wordt de W/C berekend. Dat gebeurt aan de hand van een calibratiecurve die geschetst is rechts onderaan. Die curve moet worden opgesteld aan de hand van enkele referentiemonsters waarvan de W/C gekend is. Op die manier wordt er een verband gelegd tussen de gemiddelde

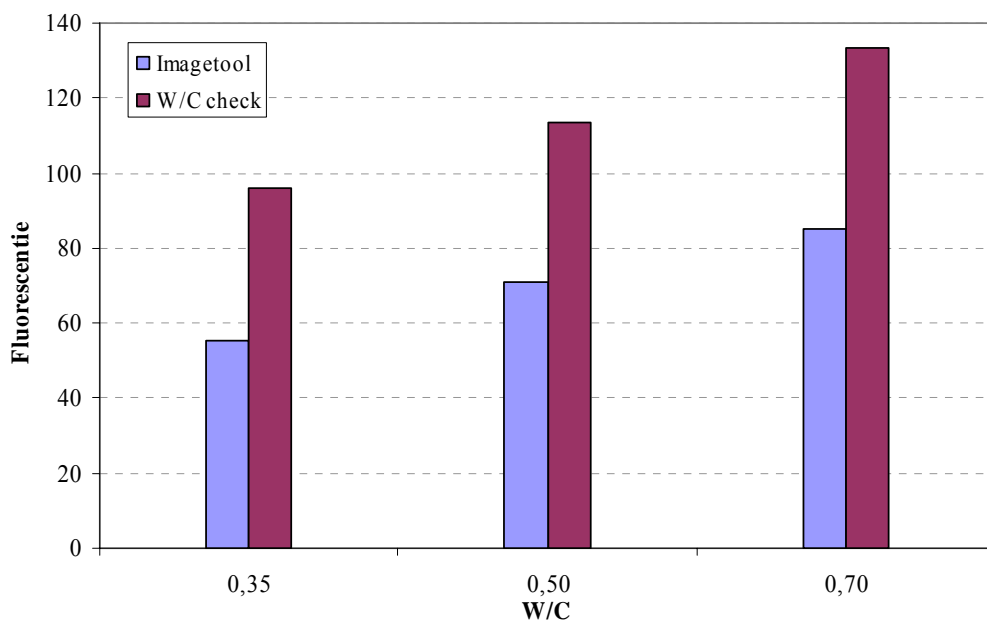
groenintensiteit van die monsters en de gekende W/C. Het opstellen van de calibratiecurve wordt besproken in paragraaf 4.

Op basis van de ingevoerde calibratiecurve en de gemeten groenintensiteit kan dan de W/C van een slijpplaatje met ongekende W/C bepaald worden. Dit punt wordt in het groen uitgetekend op de calibratiecurve en de resulterende W/C komt terecht in het venster *result W/C ratio*.

3.2.5 Conclusies

Toepassing van de semi-automatische methode vereist vooraf opgestelde calibratiecurven. Deze worden in paragraaf 4 besproken met behulp van het programma *W/C check*. Onze voorkeur gaat uit naar *W/C check* omwille van de gebruiksvriendelijkheid. *Imagetool* is meer geschikt om het principe van de beeldanalyse en -verwerking bij bepaling van de W/C te begrijpen en te leren toepassen. Eénmaal die principes onder de knie gekregen zijn, is de interface van *W/C check* gemakkelijk te interpreteren.

Dit wil niet zeggen dat *Imagetool* niet kan worden gebruikt als beeldanalyseprogramma bij de bepaling van de W/C. Om de resultaten van beide programma's te vergelijken worden van drie slijpplaatjes van reeks 1 (SL35, SL50 en SL70) twaalf foto's genomen. Deze foto's worden enerzijds verwerkt met *Imagetool* en anderzijds met *W/C check*. De gemiddelde fluorescentie van beide analyses is in figuur 5.12 weergegeven.



Figuur 5.12: *Imagetool* versus *W/C check*

De fluorescentie-intensiteit bij analyse met *Imagetool* ligt beduidend lager dan die bij analyse met *W/C check*. Het verschil in fluorescentie tussen *Imagetool* en *W/C check* blijft ongeveer gelijk bij de verschillende W/C. Dit verschil kan worden verklaard door de omvorming van de groengekleurde beelden tot beelden in grijswaarden. Hierdoor gaat bij gebruik van *Imagetool* een deel van de intensiteit verloren.

Met *Imagetool* zal het dus ook mogelijk zijn calibratiecurven op te stellen die dezelfde vorm hebben als de calibratiecurven opgesteld met *W/C check*. Deze curven zullen enkel over een zekere afstand volgens de Y-richting verschoven zijn. Bovendien is te verwachten dat de nauwkeurigheid en reproduceerbaarheid bij *Imagetool* kleiner zal zijn dan bij *W/C check* omwille van de vervaging van de beelden. Door die vervaging is de instelling van de cut-off threshold moeilijker dan bij *W/C check*.

4 CALIBRATIECURVE

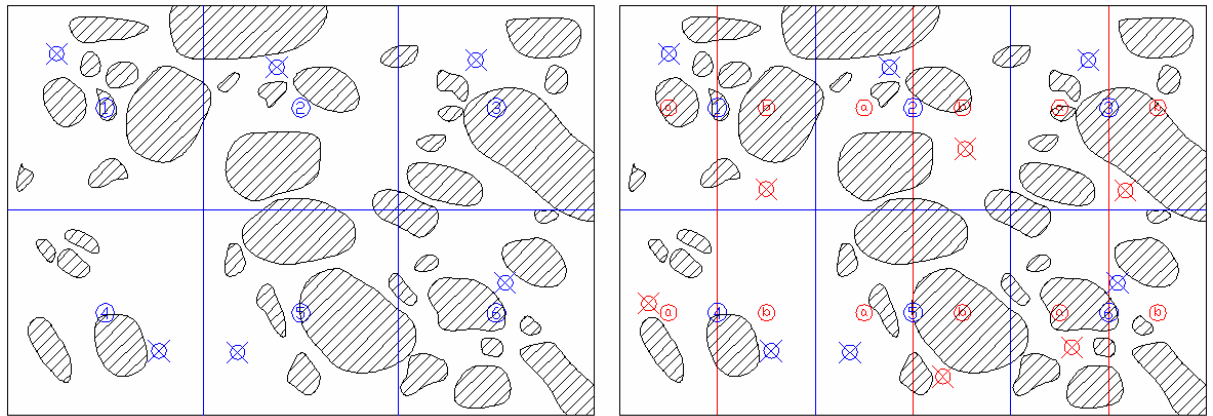
4.1 ALGEMEEN

Van elke referentiemengeling zijn drie slijpplaatjes vervaardigd. Van deze slijpplaatjes werd in een aantal zones de fluorescentie-intensiteit gemeten met behulp van het programma *W/C check*. De principes van deze meetmethode werden voor een bepaalde W/C uitvoerig toegelicht in vorige paragraaf. Nu is het de bedoeling tot een curve te komen die het verband legt tussen de W/C en de fluorescentie-intensiteit, de zogenaamde calibratiecurve. De vorm van de kromme uit figuur 2.3 in gedachten kan worden verwacht dat de calibratiecurve een kwadratisch verloop heeft.

De invloed van het aantal zones per slijpplaatje, het aantal slijpplaatjes per mengeling, de vergrotingsfactor en de waarde van de cut-off thresholds hebben hierbij een belangrijke invloed op de calibratiecurve. Deze invloedsfactoren worden stap voor stap besproken om uiteindelijk tot de meest geschikte calibratiecurve te komen.

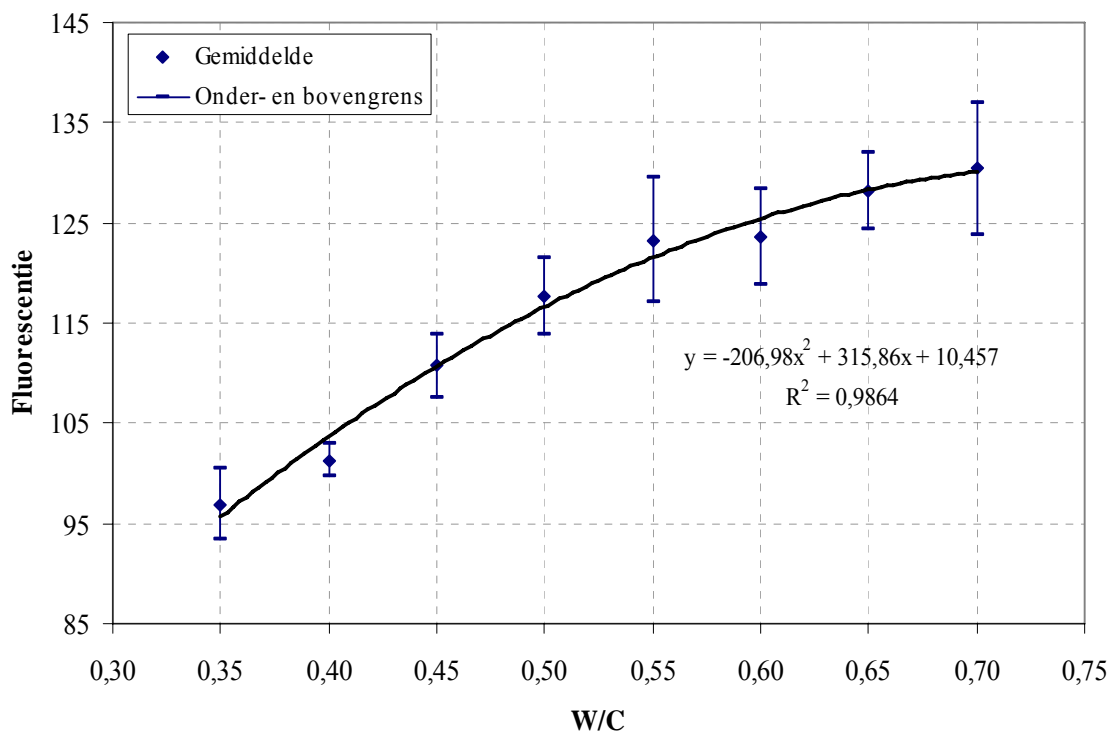
4.2 AANTAL ZONES

Elk slijpplaatje wordt opgedeeld in 6 zones. Deze verdeling in zones gebeurt gemakkelijk door een raster van 15 x 15 mm te tekenen op het gedigitaliseerde slijpplaatje. Om een idee te krijgen van de gemiddelde groenintensiteit van het slijpplaatje wordt in een bepaald deel van elke zone de fluorescentie gemeten. Deze posities worden aangeduid op het gedigitaliseerde slijpplaatje om het nodige overzicht in het onderzoek te bewaren. Bovendien kunnen de resultaten achteraf teruggevonden en gecontroleerd worden bij twijfel. Een voorbeeld van deze opdeling in zones is weergegeven in het linkerdeel van figuur 5.13.



Figuur 5.13: Opdeling in zes (links) en twaalf (rechts) zones van SL70 (reeks 2)

In elk punt werd de groenintensiteit van de cementpasta gemeten bij een vergrotingsfactor van 10x. De gemiddelde fluorescentie μ over de zes zones in functie van de W/C wordt voor elk slijpplaatje van reeks 2 weergegeven in figuur 5.14. De grenzen $\mu \pm \sigma$ zijn eveneens voorgesteld (σ = standaarddeviatie). Deze geven een idee van de maximale en minimale groenintensiteit gemeten over het slijpplaatje. Is σ groot dan zit er een grote spreiding op de gemeten fluorescentie en is de cementmatrix minder homogeen dan bij slijpplaatjes waarvoor σ klein is.

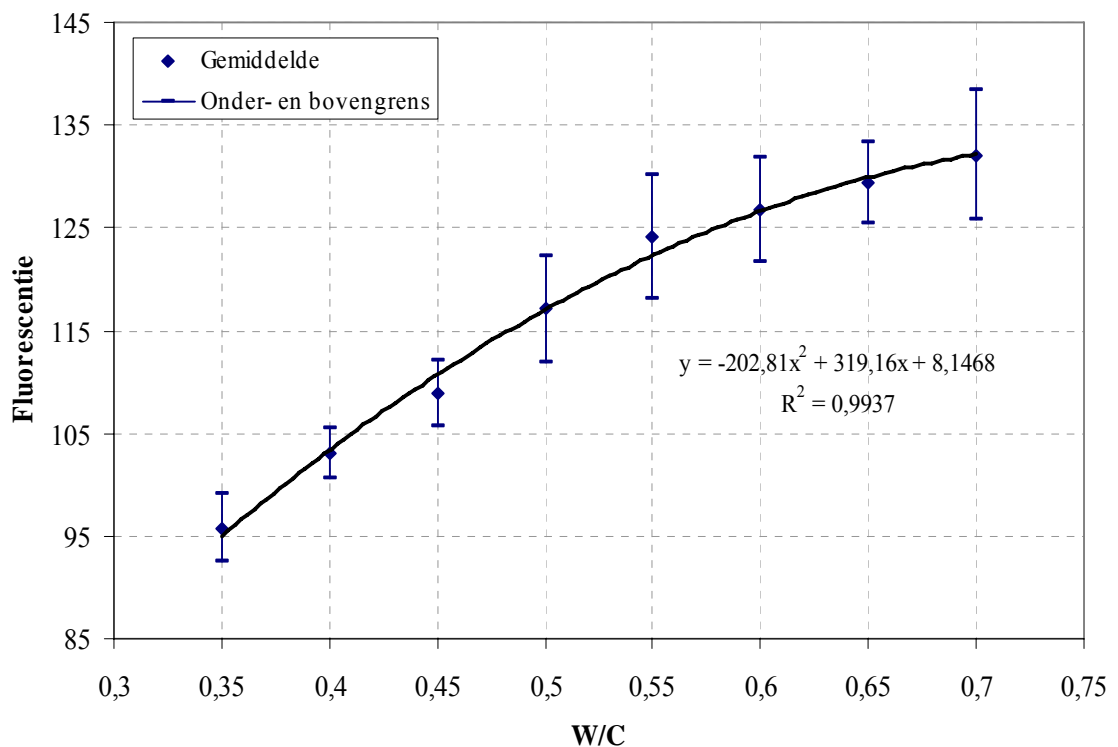


Figuur 5.14: Fluorescentie versus W/C voor reeks 2 in 6 zones (vergroting 10x)

De trendlijn van de gemiddelde fluorescentie is in zwarte trek voorgesteld in figuur 5.14. De kwadratische vorm van de kromme stemt goed overeen met de te verwachten vorm van de

theoretisch opgestelde kromme die een verband legt tussen de capillaire porositeit en de W/C (zie figuur 2.3).

Om te weten of de standaardafwijking representatief is en niet beïnvloed wordt door een gebrek aan meetpunten wordt het aantal zones waarover de fluorescentie gemeten wordt verdubbeld. De verdere opdeling in zones en bijkomende meetpunten worden in het rood aangeduid op de gedigitaliseerde slijpplaatjes. Een schets van een slijpplaatje met het raster van 7,5 x 15 mm en de positie van de meetpunten is voorgesteld in de rechterhelft van figuur 5.13. De zones en posities van de meetpunten van de overige slijpplaatjes zijn terug te vinden in bijlage C. De grafiek die dan bekomen wordt, is in figuur 5.15 weergegeven.

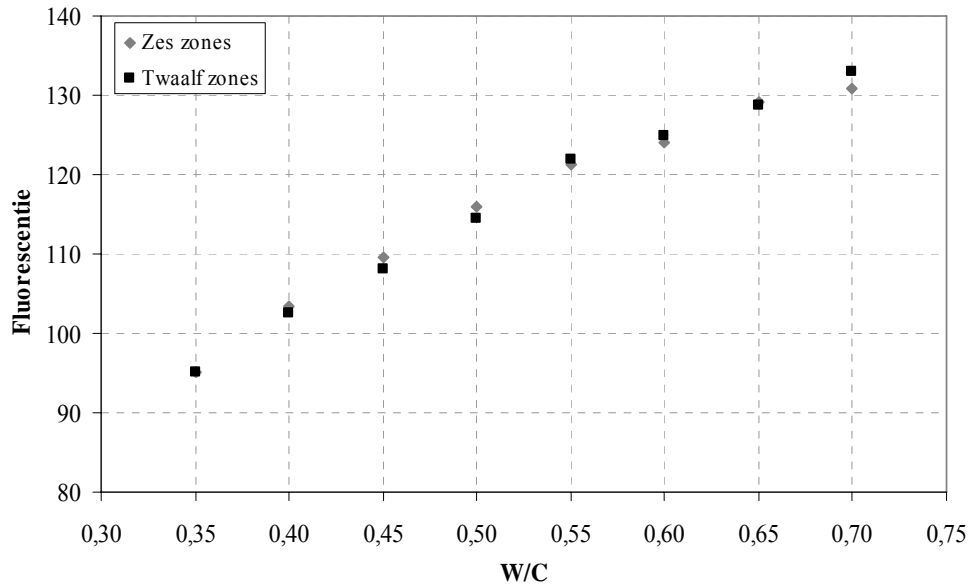


Figuur 5.15: Fluorescentie versus W/C voor reeks 2 in 12 zones (vergroting 10x)

Bij twaalf zones zijn de standaardafwijking, onder- en bovengrens minder onderhevig aan schommelingen dan bij zes zones. Voor W/C groter dan of gelijk aan 0,5 is de standaardafwijking groter dan bij W/C kleiner dan 0,5. Deze vaststelling staft de visuele waarnemingen van een minder homogene cementpasta bij hoge W/C. Voor reeks 1 en reeks 3 kunnen dezelfde conclusies getrokken worden. De gemeten fluorescentie in elke zone, gemiddelde fluorescentie en standaardafwijking van de drie reeksen zijn in tabelvorm terug te vinden in bijlage D.

Het verschil tussen de gemiddelde fluorescentie over zes of twaalf zones is gering. Dit wordt gestaafd in de grafiek van figuur 5.16 die de gemiddelde fluorescentie van de drie reeksen

slijpplaatjes over zes en twaalf zones weergeeft. Het grootste verschil treedt op bij hoge W/C. Dit stemt overeen met de minst homogene mengsels.

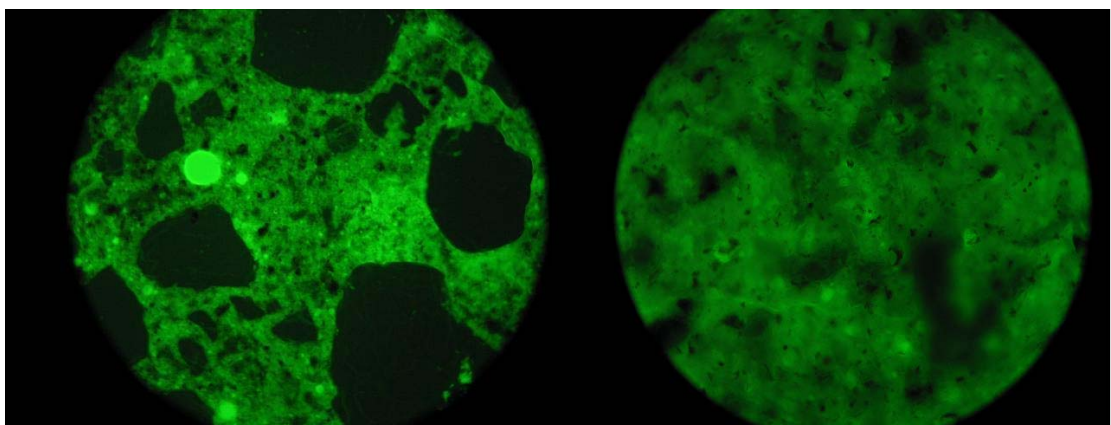


Figuur 5.16: Gemiddelde fluorescentie versus W/C voor drie reeksen (vergroting 10x)

In [18] wordt aanbevolen tien zones per slijpplaatje te onderzoeken, terwijl [29] aanraadt twaalf zones te onderzoeken. In wat volgt wordt telkens de gemiddelde fluorescentie over twaalf zones per slijpplaatje beschouwd.

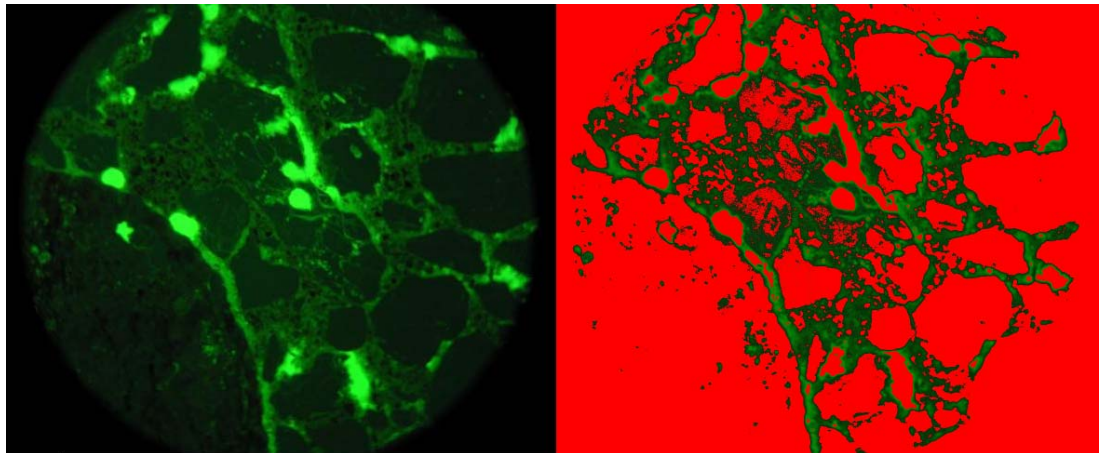
4.3 VERGROTINGSFACTOR

Er worden twee vergrotingsfactoren onderzocht: 10x en 40x. Het typerende beeld dat bekomen wordt bij beide vergrotingsfactoren is voorgesteld in figuur 5.17. Bij 10x wordt een groter gedeelte van het slijpplaatje weergegeven dan bij 40x. Er zijn dus meer granulaten en luchtholtes die de fluorescentie-intensiteit van de cementmatrix verstoren. Bij 40x wordt er tussen de grove granulaten naar de cementmatrix gekeken. De storende invloed van granulaten en luchtholtes is veel geringer.



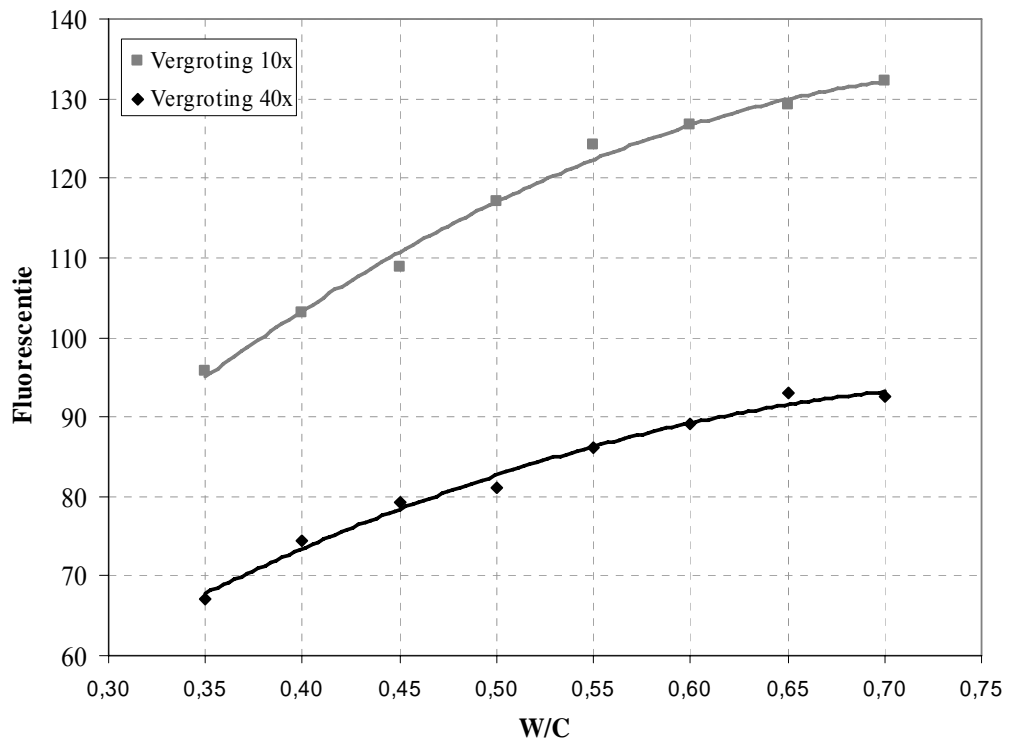
Figuur 5.17: Vergroting 10x (links) en 40x (rechts) van SL55

Bij een lage W/C is de cementmatrix soms zo donker dat het moeilijk is een eenduidige laagste cut-off threshold te vinden die alle granulaten elimineert. Dit wordt geïllustreerd in figuur 5.18. Sommige granulaten zijn niet volledig roodgekleurd en dus niet volledig geëlimineerd uit het histogram. Indien ze wel volledig geëlimineerd zouden worden, zou een groot deel van de cementmatrix niet in rekening worden gebracht. Bij een lage W/C is het dus beter gebruik te maken van de vergrotingsfactor 40x om bij beeldanalyse zo weinig mogelijk hinder te hebben van de granulaten.



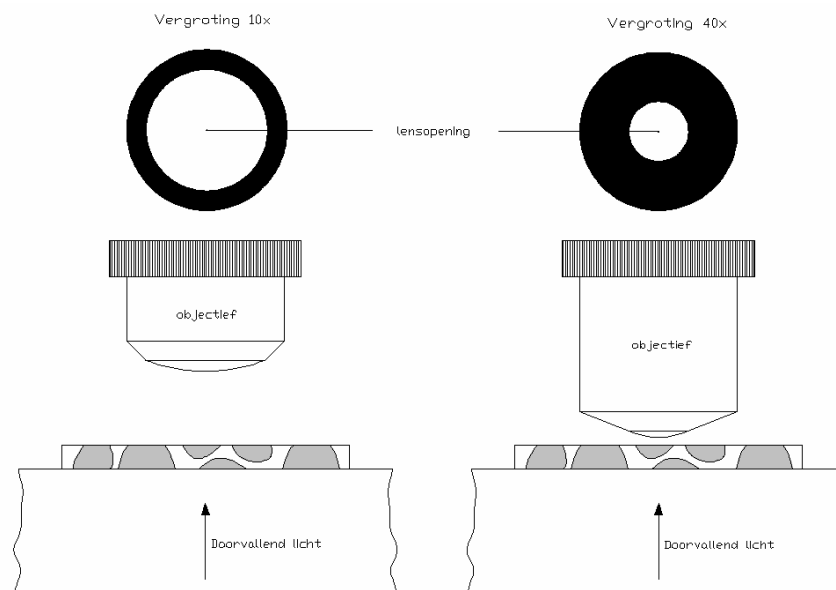
Figuur 5.18: Moeilijke eliminatie van granulaten bij SL35 (vergroting 10x)

De grafiek die bekomen werd voor de slijpplaatjes van reeks 2 is in figuur 5.19 weergegeven. Zowel bij 10x als bij 40x heeft de kromme de te verwachten kwadratische vorm.



Figuur 5.19: Fluorescentie versus W/C voor reeks 2

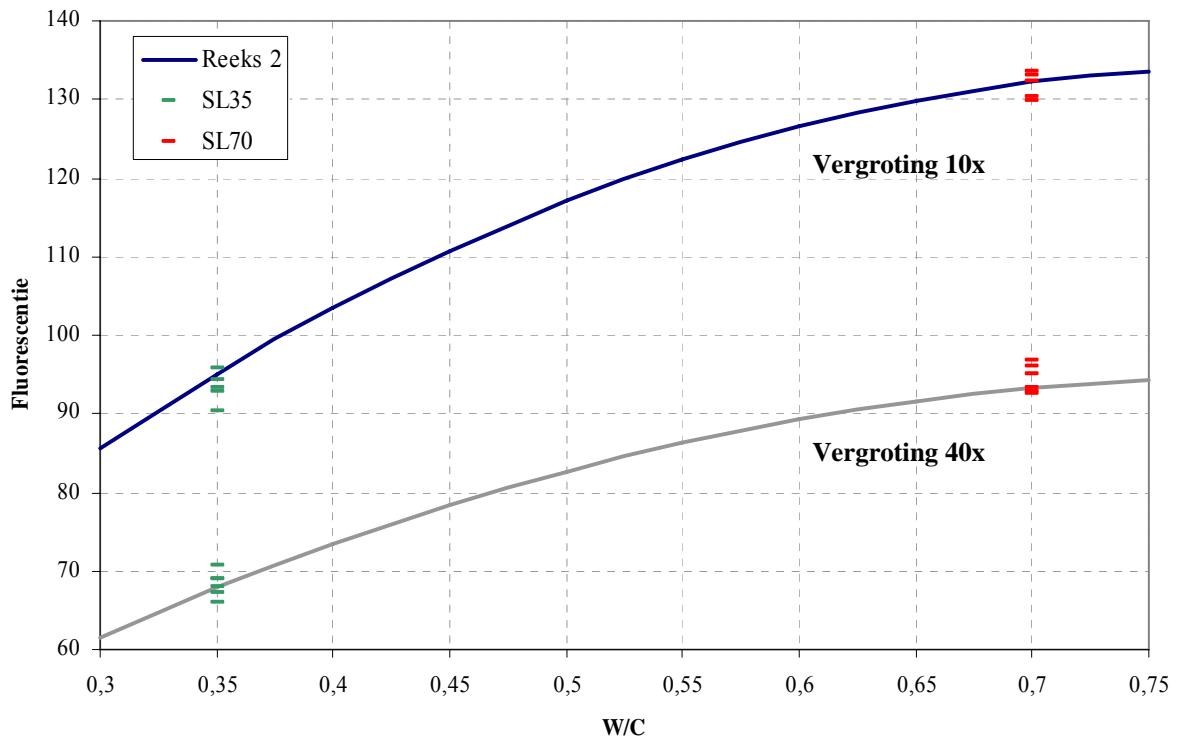
De kromme behorend bij vergrotingsfactor 10x ligt hoger dan de kromme bij vergrotingsfactor 40x. Het is dus uitermate belangrijk te vermelden bij welke vergrotingsfactor de calibratiecurve opgesteld is. De reden van deze verschuiving in fluorescentie tussen vergroting 10x en 40x is gekoppeld aan de positie van het objectief ten opzichte van het slijpplaatje en de lensopening van het objectief. Dit is schematisch voorgesteld in figuur 5.20. Bij vergroting 10x is de afstand tussen objectief en slijpplaatje, en de lensopening groter dan bij 40x. Hierdoor zal bij vergroting 10x meer licht het objectief bereiken en zal de waargenomen fluorescentie door een objectief van 10x groter zijn dan door een objectief van 40x.



Figuur 5.20: Positie objectief ten opzicht van slijpplaatje

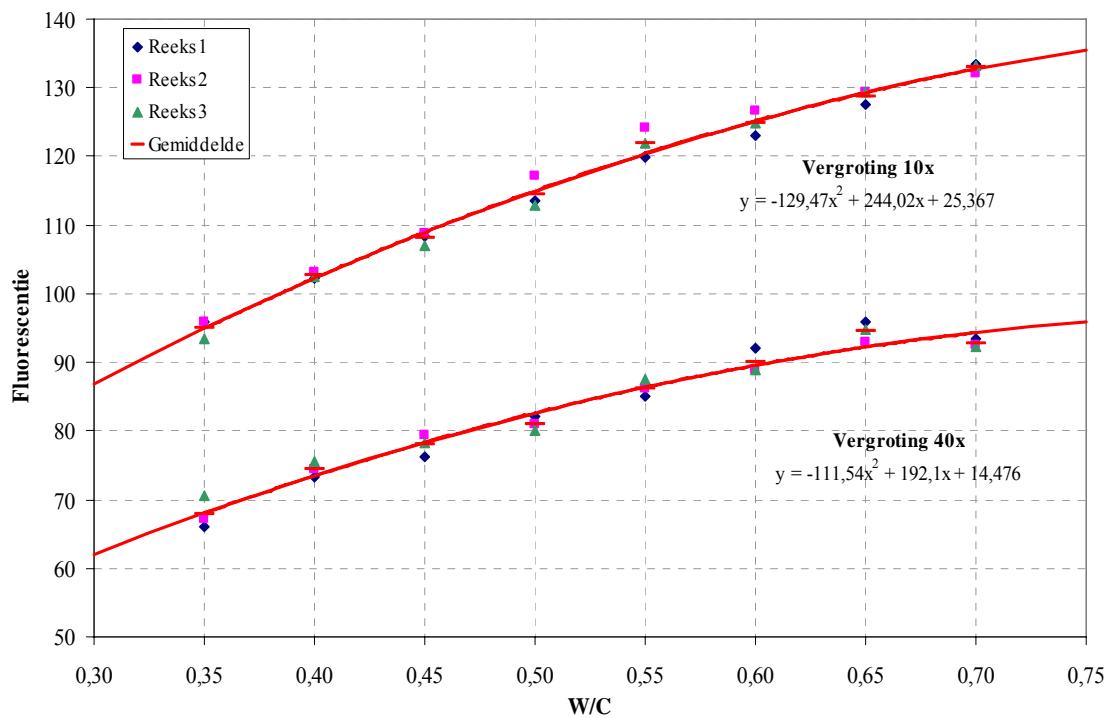
4.4 AANTAL SLIJPPLAATJES

Van de referentiemengelingen SL35 en SL70 zijn telkens zes slijpplaatjes vervaardigd. Van elk slijpplaatje werd in twaalf zones de fluorescentie gemeten bij een vergrotingsfactor van 10x en 40x. De gemiddelde waarde van elk slijpplaatje is weergegeven in figuur 5.21. Uit de grafiek kan worden opgemaakt dat er een zekere spreiding zit op de fluorescentie-intensiteit van de slijpplaatjes van eenzelfde mengeling. Zowel voor SL35 als SL70 bedraagt het verschil tussen de minimale en maximale fluorescentie ongeveer vijf eenheden. Gebruikmakend van reeks 2 als referentiecurve geeft dit aanleiding tot een variatie in W/C van 0,65 tot 0,75 voor SL70 bij vergroting 10x, en van 0,33 tot 0,37 voor SL35 bij vergroting 40x. De invloed is het grootst bij grote W/C omwille van het afvlakken van de curve.



Figuur 5.21: SL35 – SL70 (vergroting 10x)

Hieruit blijkt dat één slijpplaatje niet representatief is voor een volledige mengeling. Van elke mengeling werden daarom drie slijpplaatjes vervaardigd. Zo kan per mengeling de gemiddelde fluorescentie van de drie slijpplaatjes bepaald worden. In de grafiek van figuur 5.22 is de gemiddelde fluorescentie van elke reeks en het gemiddelde van de drie reeksen voor beide vergrotingsfactoren weergegeven. Op basis van het gemiddelde van de drie reeksen werd de best passende kromme gezocht. De vergelijking is weergegeven in de grafiek. De vorm van beide curven komt goed overeen met deze van figuur 5.19. Bij vergrotingsfactor 40x wijkt het punt voor W/C gelijk aan 0,65 meer van de kromme af dan de andere punten. Bij grote W/C wordt dan ook de vergrotingsfactor 10x aangeraden omwille van de minder homogene cementpasta.



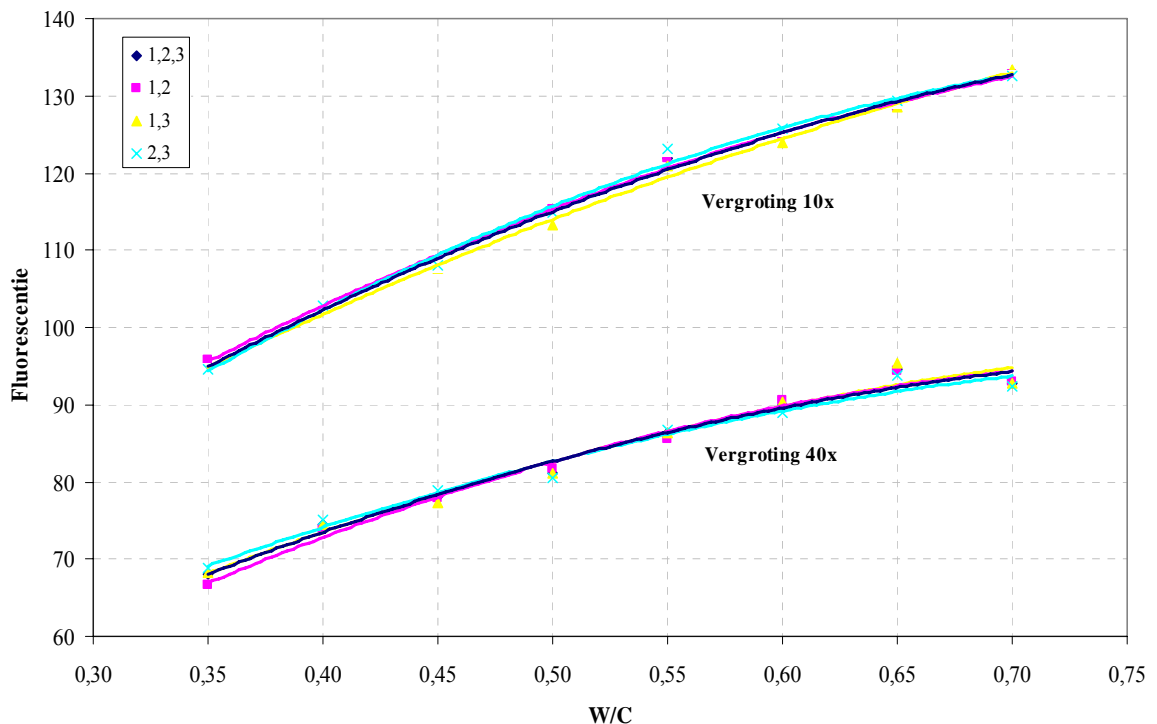
Figuur 5.22: Calibratiecurven op basis van drie slijpplaatjes per mengeling

In tabel 5.3 is op basis van de calibratiecurven van figuur 5.22 de te verwachten W/C weergegeven indien de gemiddelde fluorescentie gekend is. Voor tussengelegen waarden kan lineair geïnterpoleerd worden. Deze tabel en bovenstaande curven zijn enkel geldig voor beton op basis van portlandcement en zonder vulstoffen. De invloed van enkele betonparameters wordt in het volgende hoofdstuk besproken.

Vergroting 10x		Vergroting 40x	
Fluorescentie	W/C	Fluorescentie	W/C
80	0,26	55	0,25
85	0,29	60	0,28
90	0,32	65	0,32
95	0,35	70	0,37
100	0,38	75	0,42
105	0,42	80	0,47
110	0,46	85	0,53
115	0,50	90	0,61
120	0,55	95	0,72
125	0,60		
130	0,66		
135	0,74		

Tabel 5.3: Calibratietabel voor beton op basis van portlandcement en zonder vulstoffen

Naast de kromme op basis van drie slijpplaatjes per mengeling, kunnen ook de verschillende krommes op basis van twee slijpplaatjes per mengeling bekeken worden. Deze vergelijking is voorgesteld in figuur 5.23. Het verschil is over het algemeen klein. Het grootste verschil treedt op aan de uiterste W/C bij vergroting 40x. Bij lage W/C komen veel luchtholtes voor en is het moeilijker goede zones te vinden voor bepaling van de W/C. Bij hoge W/C is de cementpasta minder homogeen zodat daar een grotere variatie in fluorescentie verwacht kan worden. Bij vergrotingsfactor 10x is die variatie kleiner.



Figuur 5.23: Verschil tussen twee en drie slijpplaatjes per mengeling

Als de calibratiecurve op basis van drie slijpplaatjes als referentiecurve gebruikt wordt, dan kan de afwijking van de gemiddelde fluorescentie van drie, twee en één slijpplaatje(s) ten opzichte van de calibratiecurve, uitgedrukt in $\Delta W/C$, berekend worden. Deze is weergegeven in tabel 5.4.

W/C	Vergroting 40x			Vergroting 10x		
	$\Delta W/C$ (3)	$\Delta W/C$ (2)	$\Delta W/C$ (1)	$\Delta W/C$ (3)	$\Delta W/C$ (2)	$\Delta W/C$ (1)
0,35	0,001	0,012	0,023	0,001	0,006	0,010
0,40	0,010	0,015	0,022	0,003	0,004	0,006
0,45	0,004	0,011	0,021	0,007	0,010	0,015
0,50	0,019	0,025	0,032	0,005	0,016	0,019
0,55	0,002	0,011	0,018	0,015	0,026	0,038
0,60	0,007	0,017	0,046	0,004	0,014	0,024
0,65	0,057	0,084	0,105	0,008	0,012	0,023
0,70	0,039	0,046	0,049	0,001	0,008	0,012

Tabel 5.4: Afwijking drie, twee, één slijpplaatje(s) ten opzichte van calibratiecurve

Het verschil tussen drie ($\Delta W/C$ (3)) en twee ($\Delta W/C$ (2)) slijpplaatjes blijft beperkt tot $\pm 0,01$. Tussen drie slijpplaatjes en één slijpplaatje bestaat reeds een significant verschil. Er kan dus besloten worden dat minimum twee, best drie slijpplaatjes per mengeling vereist zijn om een representatief beeld te hebben van de volledige mengeling.

4.5 CUT-OFF THRESHOLD

Het instellen van de cut-off thresholds gebeurt interactief door de operator en is subjectief. De ene operator ziet bepaalde kleurintensiteiten als granulaat of luchtholte, terwijl de andere dat als cementmatrix interpreteert. Vooral bij de uiterste W/C is er discussie mogelijk. Bij lage W/C is het kleurverschil tussen granulaten en cementmatrix gering (zie figuur 5.18), terwijl bij hoge W/C het verschil in kleur tussen luchtholtes en cementmatrix klein is. Inzoomen op de cementpasta (vergrotingsfactor 40x) waarbij zoveel mogelijk tussen de granulaten en luchtholtes gekeken wordt, lost dit probleem gedeeltelijk op.

Bij elke foto werden de thresholds aangepast totdat het beste beeld van de cementmatrix verkregen werd. De laagste en hoogste cut-off threshold werden telkens genoteerd. Tabel 5.5 geeft de gemiddelden weer per mengeling. De waarden van deze tabel kunnen worden gebruikt als richtwaarden bij bepaling van de W/C indien de grootteorde van de W/C gekend is via de manuele methode.

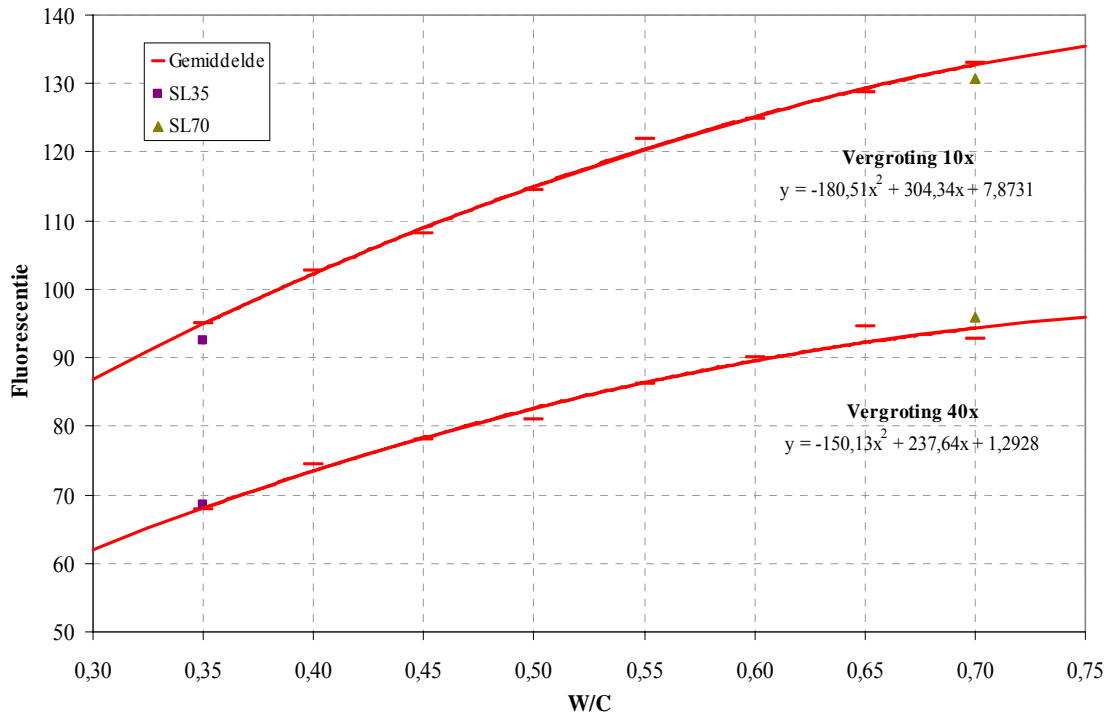
W/C	Vergroting 10x		Vergroting 40x	
	Laagste Thr	Hoogste Thr	Laagste Thr	Hoogste Thr
0,35	60	171	42	122
0,40	64	169	42	133
0,45	66	169	42	141
0,50	67	189	43	142
0,55	68	192	43	149
0,60	69	197	47	153
0,65	73	198	49	163
0,70	76	200	51	162

Tabel 5.5: Richtwaarden thresholds

Opvallend is de stijgende trend van zowel de laagste als de hoogste threshold. Dit is logisch aangezien bij stijgende W/C de fluorescentie toeneemt. Indien bij hoge W/C dezelfde hoogste threshold als bij lage W/C zou worden aangehouden, zou een groot gedeelte van de groenintensiteit uit het histogram geëlimineerd worden dat representatief is voor de groenintensiteit van de cementmatrix. Indien daarentegen bij hoge W/C dezelfde laagste threshold als bij lage W/C wordt aangehouden, beïnvloedt de donkere kleur van de granulaten te veel de groenintensiteit van de cementmatrix.

5 NAUWKEURIGHEID EN REPRODUCEERBAARHEID

Van de mengelingen SL35 en SL70 zijn zes slijpplaatjes beschikbaar. Drie daarvan werden als referentiemonsters gebruikt voor het opstellen van de calibratiecurve. De overige drie kunnen worden gebruikt om de nauwkeurigheid van de semi-automatische methode op basis van de opgestelde calibratiecurven na te gaan. Zetten we deze punten uit op de calibratiecurven dan bekommen we figuur 5.24.



Figuur 5.24: Nauwkeurigheid

Zoals verwacht ligt het punt van SL35 het dichtst bij de kromme behorend bij vergrotingsfactor 40x, terwijl het punt SL70 dichterbij de kromme van vergroting 10x ligt. Het verschil tussen vergroting 10x en vergroting 40x is meer uitgesproken bij SL35 dan bij SL70. De W/C berekend op basis van bovenstaande calibratiecurven is weergegeven in tabel 5.6.

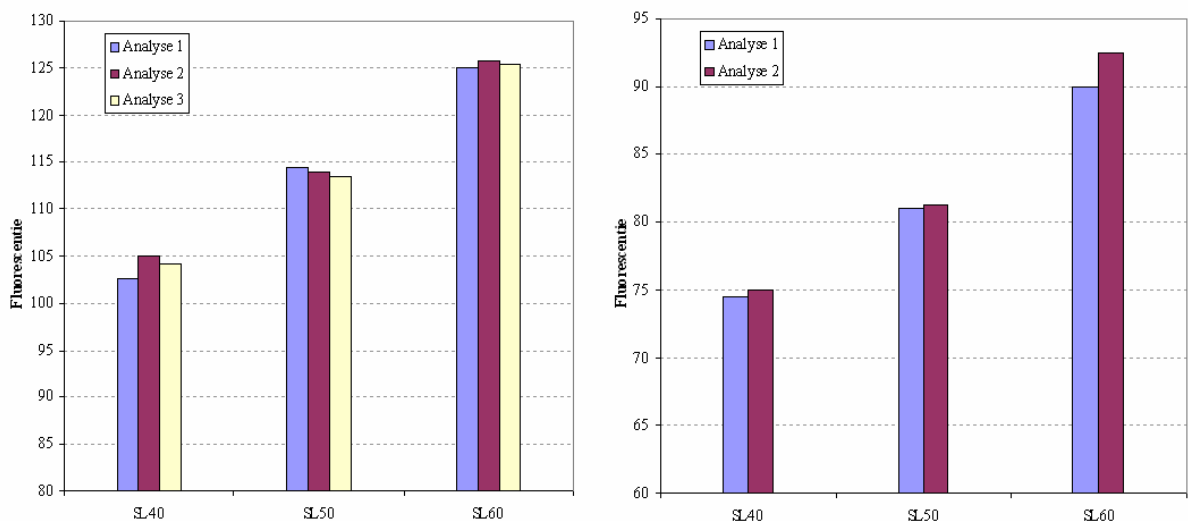
	Vergroting 10x		Vergroting 40x	
	Fluorescentie	W/C	Fluorescentie	W/C
SL35	92,49	0,33	68,56	0,35
SL70	130,58	0,67	95,96	0,76

Tabel 5.6: Nauwkeurigheid SL35 en SL70

De nauwkeurigheid bij lage W/C (vergroting 40x) bedraagt $\pm 0,01$ terwijl bij hoge W/C (vergroting 10x) de nauwkeurigheid kleiner is en $\pm 0,03$ bedraagt. Dat de nauwkeurigheid

kleiner is bij hoge W/C is niet verrassend aangezien de calibratiecurve minder steil is bij hoge W/C en dus een klein verschil in fluorescentie aanleiding geeft tot een groot verschil in W/C.

Om de reproduceerbaarheid na te gaan werd de fluorescentie-intensiteit van SL40, SL50 en SL60 opnieuw gemeten in twaalf verschillende zones per slijpplaatje. Deze analyse werd tweemaal achtereenvolgens na elkaar uitgevoerd bij een vergrotingsfactor van 10x. De gemiddelde fluorescentie van deze twee analyses (analyse 2 en 3) is weergegeven in de grafiek van figuur 5.25. Als referentie (analyse 1) wordt de fluorescentie waarmee de calibratiecurve werd opgesteld bij de respectievelijke W/C (vergroting 10x) weergegeven. Deze analyse werd een aantal weken vóór de laatste twee analyses uitgevoerd. Bij vergroting 40x werd slechts één bijkomende analyse uitgevoerd (analyse 2). Analyse 1 stelt nog steeds de fluorescentie van de calibratiecurve voor maar dan bij vergroting 40x.



Figuur 5.25: Reproduceerbaarheid bij vergroting 10x (links) en vergroting 40x (rechts)

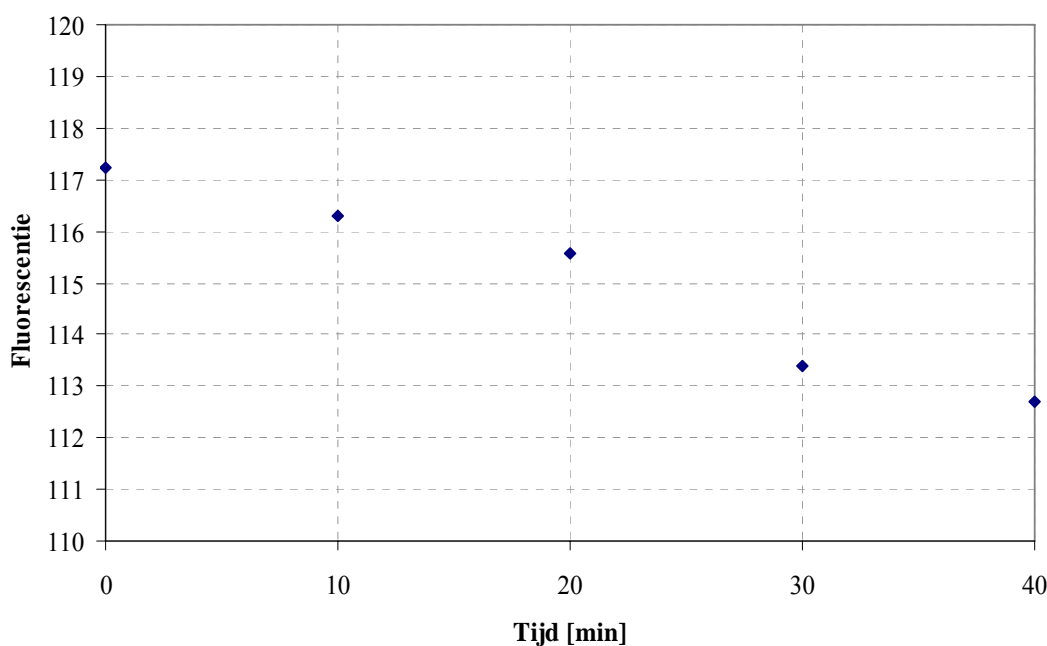
Het verschil tussen de drie analyses is bij vergroting 10x het grootst bij SL40, terwijl bij vergroting 40x het verschil het grootst is bij SL60. Dit stemt overeen met de bemerking dat de vergrotingsfactor 10x enkel bestemd is voor betonmengelingen met hoge W/C en de factor 40x voor beton met lage W/C. Voor W/C kleiner dan 0,50 moet gebruikgemaakt worden van de resultaten bij vergroting 40x, terwijl bij W/C groter dan 0,50 de resultaten bij vergroting 10x betrouwbaarder zijn. Voor mengelingen met W/C in de buurt van 0,50 zijn beide vergrotingsfactoren representatief.

De te verwachten W/C, berekend aan de hand van de gemeten fluorescentie en calibratietabel 5.3, is weergegeven in tabel 5.7. Het verschil in W/C tussen de verschillende analyses bedraagt maximaal 0,01 zodat de methode als voldoende reproduceerbaar kan worden beschouwd.

	Vergroting 10x			Vergroting 40x	
	Analyse 1	Analyse 2	Analyse 3	Analyse 1	Analyse 2
SL40	0,40	0,42	0,41	0,41	0,41
SL50	0,50	0,49	0,49	0,48	0,48
SL60	0,60	0,61	0,60	0,61	0,66

Tabel 5.7: Berekende W/C op basis van de gemeten fluorescentie

De fluorescentie van de derde analyse ligt steeds lager dan die van de tweede analyse. Dit kan het gevolg zijn van de vermindering in fluorescentie-intensiteit door de langdurige belichting van de monsters aangezien beide monsters na elkaar geanalyseerd werden. Het is dus beter een zekere tijd te wachten vooraleer de slijpplaatjes opnieuw geanalyseerd worden. Dit staat ook voorgeschreven in [28]. De fluorescentie-intensiteit neemt af bij langdurige belichting. Het is daarom van uiterst belang dat de monsters steeds op een donkere plek bewaard worden en niet langer belicht worden dan noodzakelijk. Tijdens onderzoek van de slijpplaatjes werd hier steeds rekening mee gehouden. De afname in fluorescentie-intensiteit is ook duidelijk te merken in de grafiek van figuur 5.26 die de gemiddelde fluorescentie van een bepaalde zone van SL55 in functie van de tijd weergeeft.



Figuur 5.26: Afname fluorescentie met de tijd

Een getrainde operator kan een slijpplaatje in twintig minuten analyseren. De afname blijft in die tijdspanne beperkt zoals kan worden gezien in de grafiek van figuur 5.26. Bovendien werd bij het opstellen van bovenstaande grafiek steeds dezelfde zone belicht, terwijl bij analyse het volledige slijpplaatje doorlopen wordt en verschillende zones afwisselend belicht worden. Bovenstaande grafiek geeft enkel een kwalitatief beeld weer van de afname.

6 AANBEVELINGEN

Van elke mengeling worden minstens twee, best drie slijpplaatjes voorzien. Elk slijpplaatje wordt vooraf onderworpen aan een kwaliteitscontrole zoals beschreven in paragraaf 2. Bijzonderheden worden aangeduid op een eerste elementaire schets van het slijpplaatje.

Vervolgens kan met de manuele methode een eerste idee gevormd worden van de range waarin de W/C van het te analyseren slijpplaatje gelegen is. Rekening houdend met de subjectiviteit van deze methode kan de W/C tot op $\pm 0,05$ geschat worden.

Elk slijpplaatje kan vervolgens opgedeeld worden in twaalf zones. Van elk slijpplaatje wordt met behulp van het beeldanalyseprogramma *W/C check* de gemiddelde fluorescentie bepaald over twaalf goed verdeelde meetpunten. De cut-off thresholds worden door de operator zo ingesteld dat enkel de cementpasta overblijft. Aanbevelingen zijn weergegeven in tabel 5.5 en kunnen worden gehanteerd op basis van de met de manuele methode geschatte W/C.

Voor betonmengelingen op basis van portlandcement zonder vulstoffen kunnen de krommes uit figuur 5.22 als calibratiecurven gebruikt worden. Deze calibratiecurven werden ingevoerd in het programma *W/C check* zodat bij analyse van betonmonsters met ongekende W/C deze curven eenvoudig kunnen worden opgeroepen bij de gewenste vergrotingsfactor. De vergrotingsfactor 40x wordt aangeraden bij betonmonsters met een W/C kleiner dan 0,50, terwijl er een voorkeur is voor de kromme met vergrotingsfactor 10x voor monsters met een W/C groter dan of gelijk aan 0,50. In het geval drie slijpplaatjes beschikbaar zijn, bedraagt de nauwkeurigheid $\pm 0,01$ bij monsters met een W/C kleiner dan of gelijk aan 0,50, terwijl voor monsters met W/C groter dan 0,50 de nauwkeurigheid kleiner is en $\pm 0,03$ bedraagt.

Hoofdstuk 6:

Parameterstudie

1 INLEIDING

In dit hoofdstuk worden de resultaten van de betonmonsters vervaardigd voor parameterstudie besproken. De parameters die onderzocht werden zijn cementgehalte, cementtype, vliegastoevoeging en toevoeging van kalksteenmeel. De invloed van enkele overige parameters zal kwalitatief op basis van literatuurgegevens en theoretische benaderingen besproken worden. In dit hoofdstuk wordt ook de invloed van de microstructuur in de buurt van de granulaten, die beter bekend staat als de *interfacial transition zone*, onderzocht.

2 INVLOED ONDERZOCHE PARAMETERS

Uitgaande van de referentiemengeling SL50 op basis van portlandcement werden enkele parameters gewijzigd. De referentiemengeling SL50 werd gekozen omwille van de intermediaire W/C van 0,50 in het bereik 0,35 – 0,70. Zowel de vergrotingsfactor 40x als 10x gaven bij W/C gelijk aan 0,50 betrouwbare resultaten voor de referentiemonsters op basis van portlandcement. Voor de volledigheid worden de belangrijkste parameters van de referentiemengeling SL50 en van de mengelingen van de parameterstudie CG, CT, VL en KM in tabel 6.1 nogmaals weergegeven.

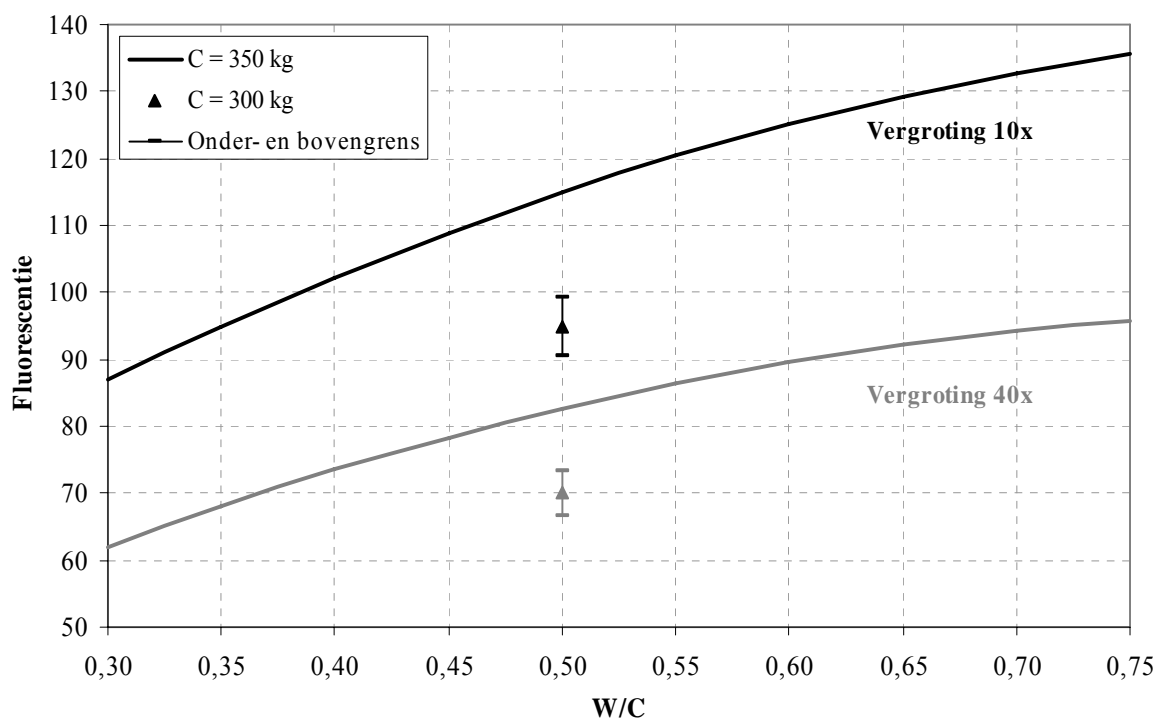
	SL50	CG	CT	VL	KM
CEM I 52,5 N [kg/m ³]	350	300	0	350	350
CEM III/A 42,5 LA [kg/m ³]	0	0	350	0	0
Zand 0/4 [kg/m ³]	1034	1158	1006	831	861
Grind 2/8 [kg/m ³]	801	785	812	889	876
Kalksteenmeel [kg/m ³]	0	0	0	0	97
Vliegas [kg/m ³]	0	0	0	97	0
Superplastificeerder [l/m ³]	0,0	3,3	1,3	0,0	0,0
Water [l/m ³]	175,0	150,0	175,0	175,0	175,0
Pastavolume [%]	28,8	24,7	29,4	30,5	28,8
$\varphi_{\text{cap, beton}}$ [%]	8,3	7,1	8,2	7,5	8,3
W/C [-]	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
$(W/C)_{\text{eff}}$ [-]	0,50	0,50	0,50	0,45	0,50
ρ_{beton} [kg/m ³]	2280	2330	2320	2320	2340
$f_{\text{ccub150,28}}$ [N/mm ²]	50,8	41,9	56,0	58,2	53,7

Tabel 6.1: Samenstelling mengsels parameterstudie

Voor de keuze van de samenstelling van de mengelingen wordt verwezen naar hoofdstuk 4. Van elke mengeling werden twee slijpplaatjes vervaardigd aangezien het verschil tussen drie en twee slijpplaatjes beperkt is zoals werd opgemerkt in tabel 5.4. Elk slijpplaatje werd eerst onderworpen aan een kwaliteitscontrole zoals beschreven in hoofdstuk 5. Vervolgens werd in twaalf zones van elk slijpplaatje de fluorescentie gemeten en verwerkt met het beeldanalyseprogramma *W/C check*. Uitgebreide tabellen met de gemeten fluorescentie per zone zijn terug te vinden in bijlage E. Een figuur van de gedigitaliseerde slijpplaatjes met de plaatsen waar de fluorescentie gemeten is, is terug te vinden in bijlage F. In bijlage G is telkens een typerend beeld van de groenintensiteit van de monsters voor parameterstudie terug te vinden. Deze beelden kunnen worden vergeleken met de foto's van bijlage A die de typerende groenintensiteit van de referentiemonsters weergeven. De resultaten worden hieronder per invloedsfactor besproken.

2.1 CEMENTGEHALTE

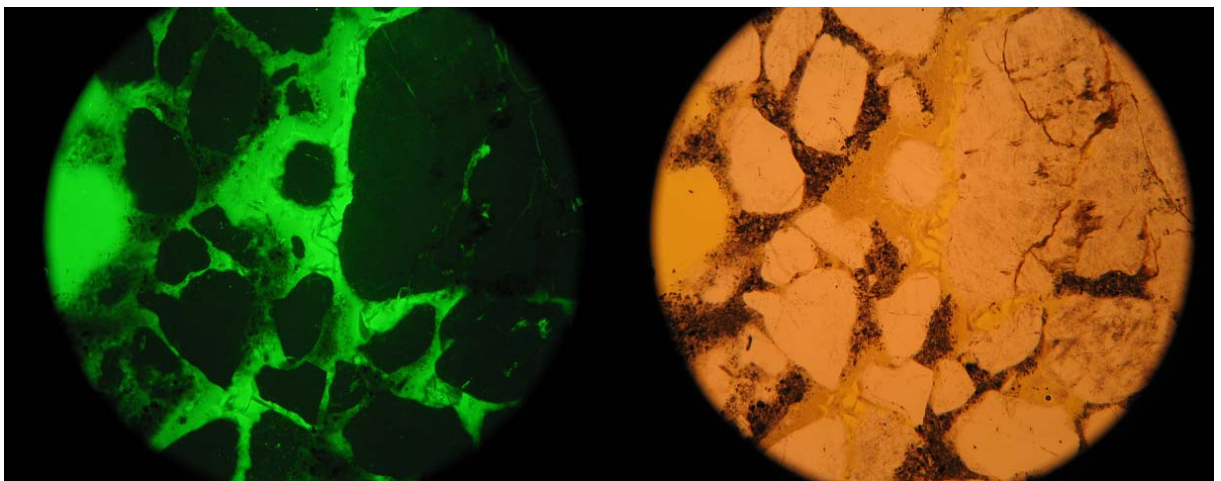
In de mengeling CG werd het cementgehalte van 350 kg tot 300 kg per m³ beton vermindert ten opzichte van de referentiemengeling SL50. Alle overige parameters bleven gelijk. Tijdens de kwaliteitscontrole bleken er rond de granulaten van de monsters veel luchtholtes te zitten. Vergeleken met de referentiemonsters met een cementgehalte van 350 kg vertoonde de groenintensiteit van de slijpplaatjes CG veel gelijkenis met die van de slijpplaatjes SL35. De gemiddelde groenintensiteit en onder- en bovengrens van de groenintensiteit van beide slijpplaatjes CG zijn weergegeven in figuur 6.1. Als referentie werden de calibratiecurven opgesteld in hoofdstuk 5 (C = 350 kg) ook voorgesteld in de grafiek.



Figuur 6.1: Invloed cementgehalte

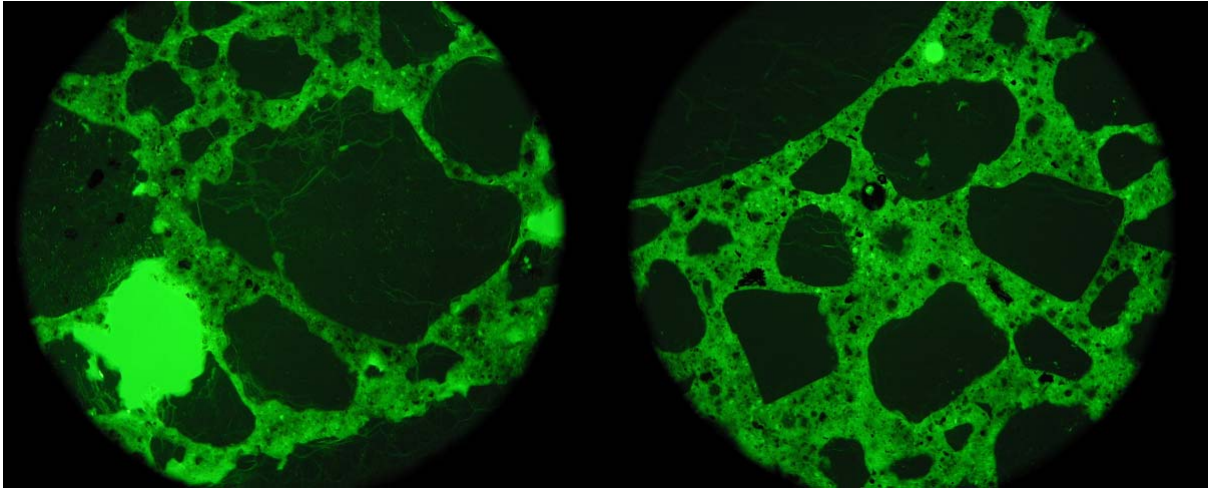
Op basis van de referentiecurven zou de W/C van CG bij vergroting 40x 0,37 en bij vergroting 10x 0,35 bedragen, terwijl de werkelijke W/C gelijk is aan 0,50. Op basis van de theoretisch berekende capillaire porositeit (zie tabel 4.5) zou worden verwacht dat de fluorescentie eerder overeenstemt met de fluorescentie behorend bij een W/C gelijk aan 0,47 volgens de getekende curven.

Zoals reeds opgemerkt werd, kwamen meer luchtholtes voor bij de monsters CT in vergelijking met de monsters SL50. Op sommige plaatsen was de aanhechting tussen cementpasta en granulaten bijna onbestaande. In figuur 6.2 wordt hier een voorbeeld van gegeven. Ter vergelijking is een beeld van de mengeling SL50 in het linkerdeel van figuur 6.3 voorgesteld.



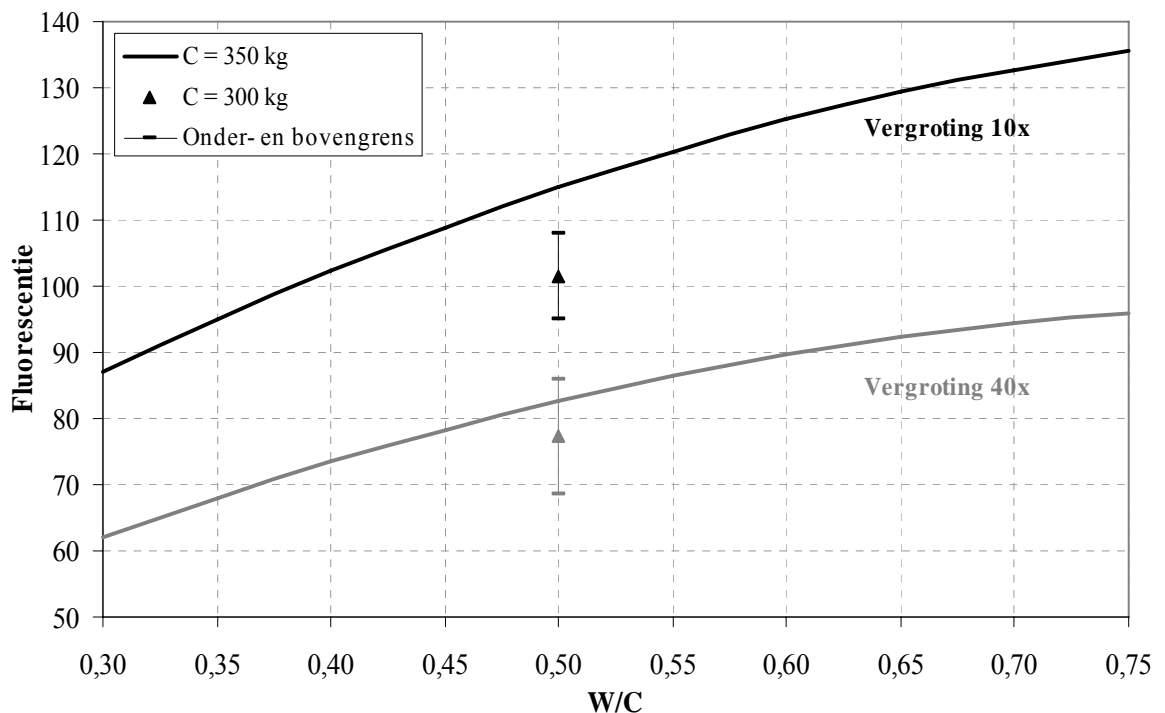
Figuur 6.2: Cementpasta in de buurt van granulaten bij CT in fluorescerend (links) en gewoon doorvallend licht (rechts)

Op basis van het fluorescerend beeld lijkt het granulaat in het midden van de linkerfiguur niet omringd te zijn met cementpasta. Als het gebied echter in gewoon doorvallend licht bekeken wordt, valt de zeer poreuze cementsteen rondom de granulaten op (rechterdeel figuur 6.2). In de literatuur staat deze overgangszone bekend als de ITZ, *interfacial transition zone*. Deze zone is belangrijk met betrekking tot de uiteindelijke eigenschappen van het beton. Dit is te wijten aan het feit dat de overgangszone poreuzer is, rijker aan CH en gevoeliger is aan microscheuren dan de rest van de cementmatrix. De mengeling SL50 vertoont eveneens een poreuzere cementsteen in de buurt van de grove granulaten, doch dit effect is kleiner en de overgang is minder bruusk dan bij CG. Bij de mengelingen op basis van kalksteenmeel (KM) en vliegias (VL) kwam deze overgangszone bijna niet voor (zie figuur 6.3). In paragraaf 4 wordt dieper ingegaan op deze overgangszone.



Figuur 6.3: Cementpasta in de buurt van granulaten bij SL50 (links) en VL (rechts)

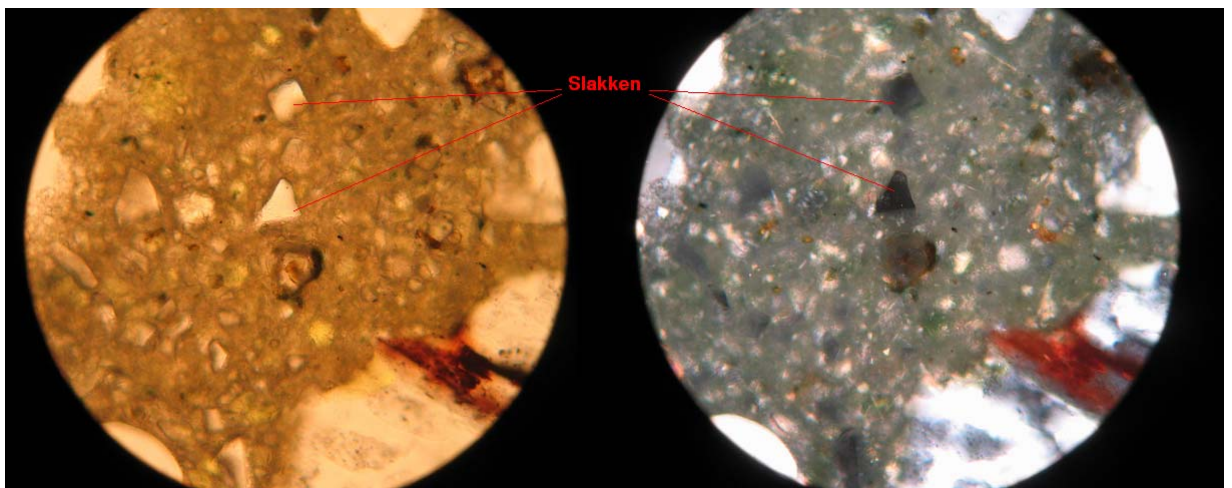
Het ontstaan van deze zeer poreuze zones bij de mengeling CG is waarschijnlijk het gevolg van een slechte verdichting. Deze zones werden bij de analyse van figuur 6.1 niet in rekening gebracht. Indien wel rekening gehouden wordt met deze poreuze zones, dan stijgt de fluorescentie meer naar de te verwachten fluorescentie op basis van de theoretische capillaire porositeit. Op basis van de calibratiecurven zou de W/C van CG 0,39 bedragen bij vergroting 10x en 0,44 bij vergroting 40x (zie figuur 6.4). Bemerkt dat door het in rekening brengen van de poreuze zones rondom de granulaten de standaarddeviatie gestegen is. Dit toont nogmaals aan dat de standaarddeviatie een maat is voor de homogeniteit van het mengsel.



Figuur 6.4: Invloed cementgehalte

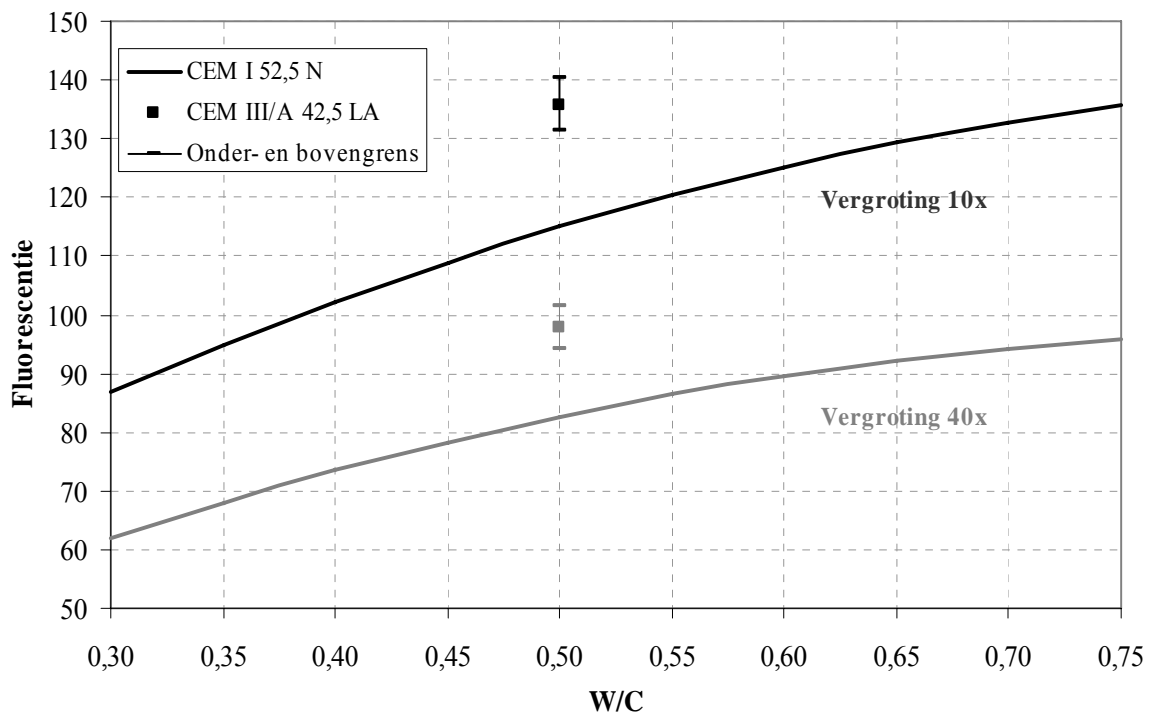
2.2 CEMENTTYPE

De invloed van het cementtype werd nagegaan door in de mengeling SL50 het portlandcement CEM I 52,5 N te vervangen door hoogovencement CEM III/A 42,5 LA. Het verschil tussen portland- en hoogovencement kan worden opgemerkt aan de hand van de deels ongehydrateerde cementkorrels in de cementpasta. Hoogovencement bevat slakken die in vlak gepolariseerd licht waargenomen worden als smalle, hoekige witte deeltjes. In gekruist gepolariseerd licht komen ze voor als zwarte deeltjes onafhankelijk van de hoek van de draaiende objecttafel (geen interferentiekleuren). In beide cementtypes zijn de typische grofkorrelige alietdeeltjes en clusters (bruine druiventrosachtige structuur) van belietdeeltjes te herkennen [26]. In figuur 6.5 is een typisch beeld in vlak en gekruist gepolariseerd licht van de cementmatrix van hoogovencement weergegeven.



Figuur 6.5: Cementmatrix van CT in vlak gepolariseerd (links) en gekruist gepolariseerd (rechts) licht

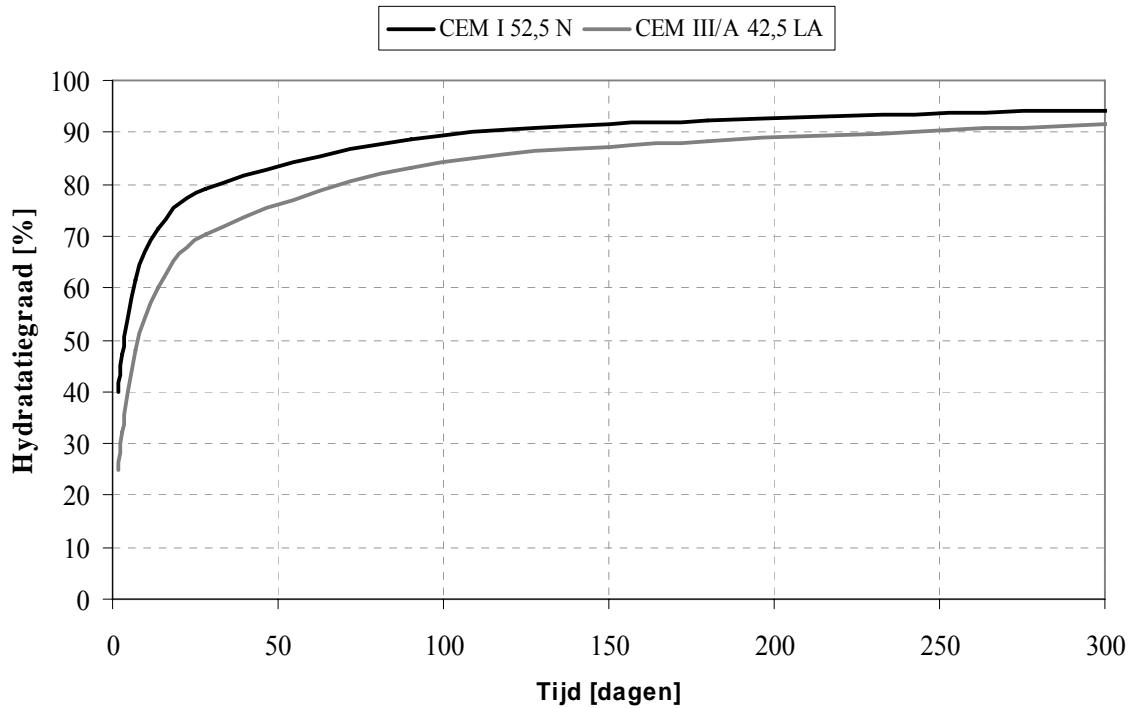
De gemiddelde fluorescentie van de slijpplaatjes CT is voorgesteld in de grafiek van figuur 6.6. Als referentie werden de in hoofdstuk 5 opgestelde calibratiecurven (portlandcement) ook voorgesteld. De gemiddelde fluorescentie van CT ligt beduidend hoger dan die van de referentiemonsters SL50.



Figuur 6.6: Invloed cementtype

De theoretisch berekende capillaire porositeit van CT ligt lager dan die van SL50 (zie tabel 6.1) zodat zou worden verwacht dat de gemiddelde fluorescentie van CT ook lager ligt dan die van SL50. De in hoofdstuk 2 opgestelde formule voor de capillaire porositeit van beton is echter gebaseerd op een empirisch model opgesteld voor portlandcement. Bovendien verloopt de hydratatiereactie van hoogovencement trager dan die van portlandcement zodat bij CT de ultieme hydratatiegraad waarschijnlijk nog niet bereikt is.

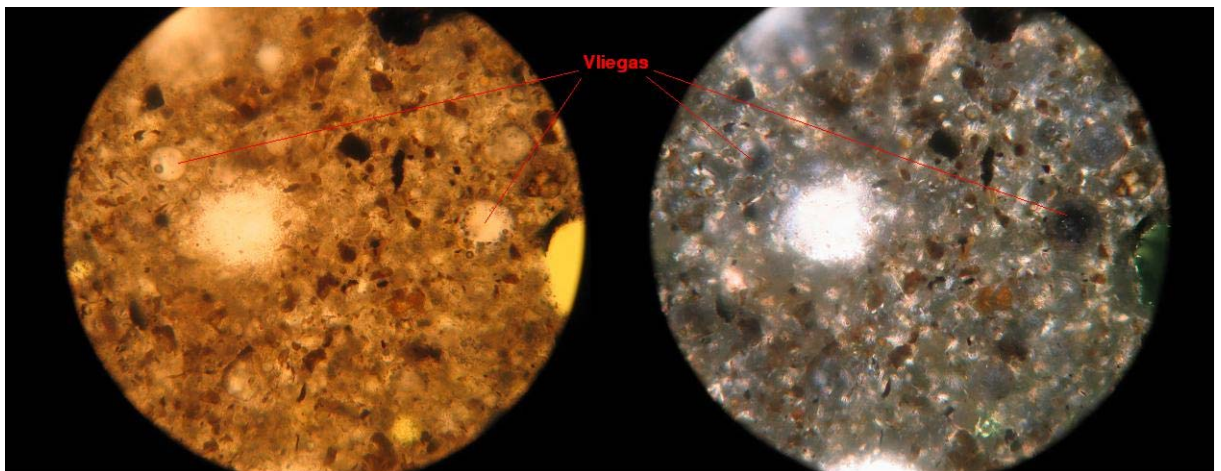
De hydratatiegraad kan benaderend bepaald worden als de verhouding van de reeds ontwikkelde sterkte tot de eindsterkte na volledige hydratatie. De druksterkte op een bepaald ogenblik t kan uit de druksterkte op 28 dagen berekend worden aan de hand van de ouderdomscoëfficiënten waarvoor waarden voorgeschreven zijn in [2] in functie van het cementtype. Zo wordt een theoretisch verloop van de hydratatiegraad zoals in figuur 6.7 bekomen. In werkelijkheid kent de hydratatiegraad een maximale en ultieme waarde. De hydratatiegraad van CEM III/A 42,5 LA is steeds kleiner dan deze van CEM I 52,5 N, zodat uit figuur 2.3 volgt dat de capillaire porositeit van hoogovencement groter zal zijn dan deze van portlandcement. Dit verklaart de hogere ligging van het punt CT in figuur 6.6.



Figuur 6.7: Verloop van de hydratatiegraad in functie van de tijd

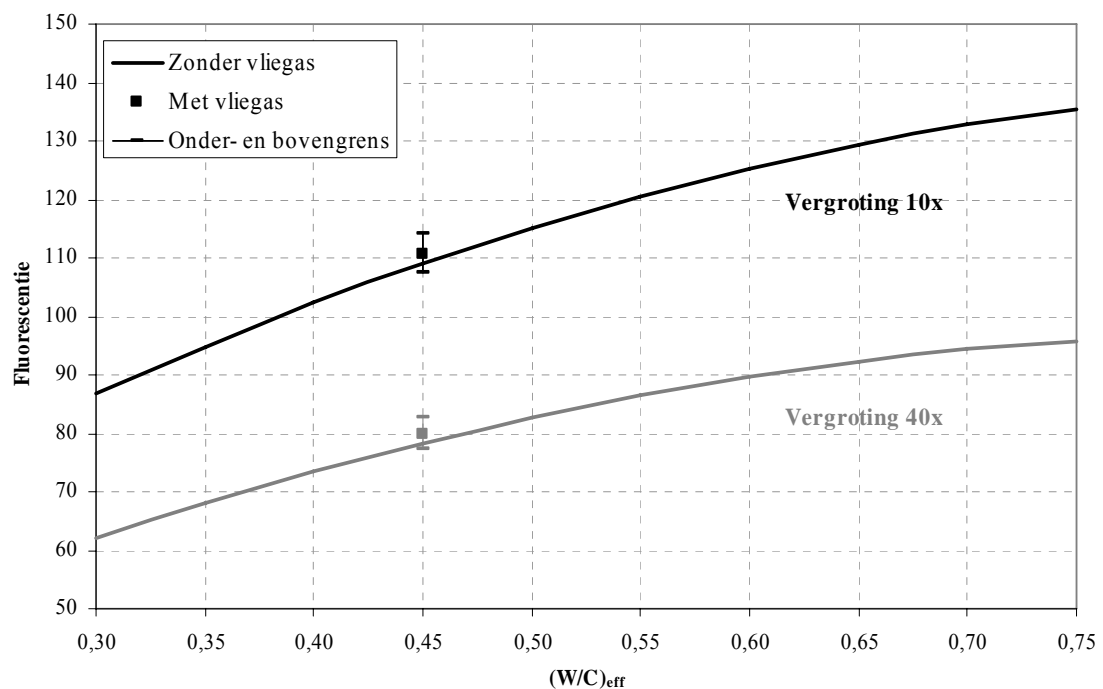
2.3 VLEGAS

In de mengeling VL werd vliegas toegevoegd zodat de $(W/C)_{\text{eff}}$ gelijk is aan 0,45. Alle overige parameters bleven dezelfde ten opzichte van de mengeling SL50. Vliegas bestaat doorgaans uit ronde deeltjes die in verschillende kleuren van wit tot zwart voorkomen afhankelijk van de samenstelling van het vliegas. De meeste deeltjes zijn glasachtig en zijn witgekleurd in vlak gepolariseerd licht, en zwartgekleurd in gekruist gepolariseerd licht. Sommige vliegasen bevatten een grote hoeveelheid koolstof die als smalle, onregelmatige, zwarte deeltjes voorkomen in vlak gepolariseerd licht [26]. In figuur 6.8 is een typisch beeld van de cementmatrix van het monster VL weergegeven.



Figuur 6.8: Cementmatrix van VL in vlak gepolariseerd (links) en gekruist gepolariseerd (rechts) licht

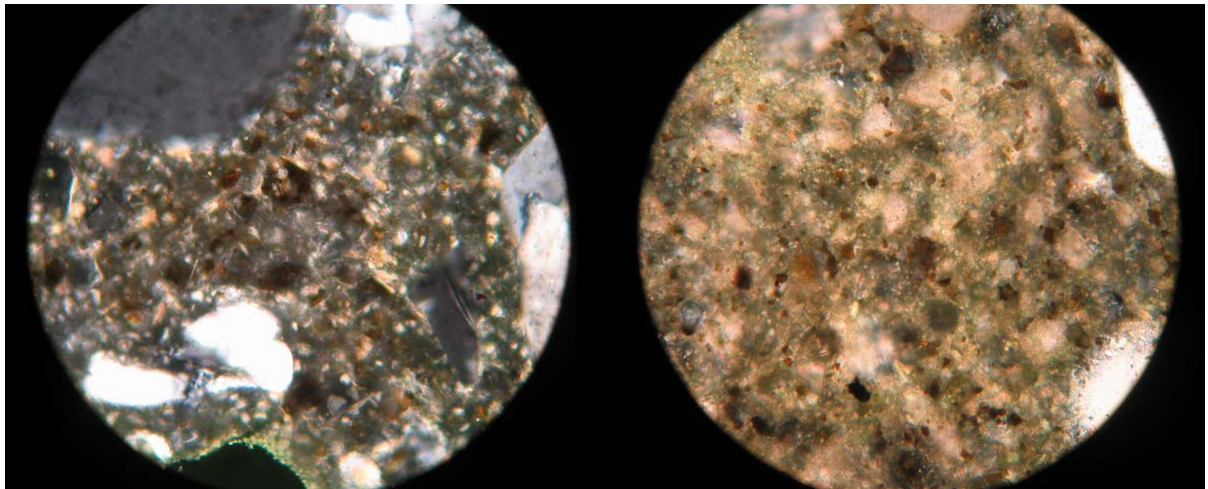
De gemiddelde fluorescentie van de slijpplaatjes VL is weergegeven in de grafiek van figuur 6.9. Om rekening te houden met de puzzolanische eigenschappen van vliegas staat in de abscis van figuur 6.9 de effectieve W/C uitgedrukt. Op basis van de referentiecurven zonder vliegas zou de effectieve W/C van de monsters VL gelijk zijn aan 0,47. De gemiddelde fluorescentie van VL ligt dus dicht bij de te verwachten fluorescentie van de calibratiecurven bij $(W/C)_{\text{eff}}$ gelijk aan 0,45. Dat de gemiddelde fluorescentie van VL iets hoger ligt, kan worden verklaard door het trage karakter van de puzzolanische reactie. De slijpplaatjes VL werden zoals alle andere slijpplaatjes na 28 dagen vervaardigd. De fluorescentie van VL zal dichterbij die van de referentiecurven liggen indien de hydratatiereactie langer dan 28 dagen duurt.



Figuur 6.9: Invloed vliegas

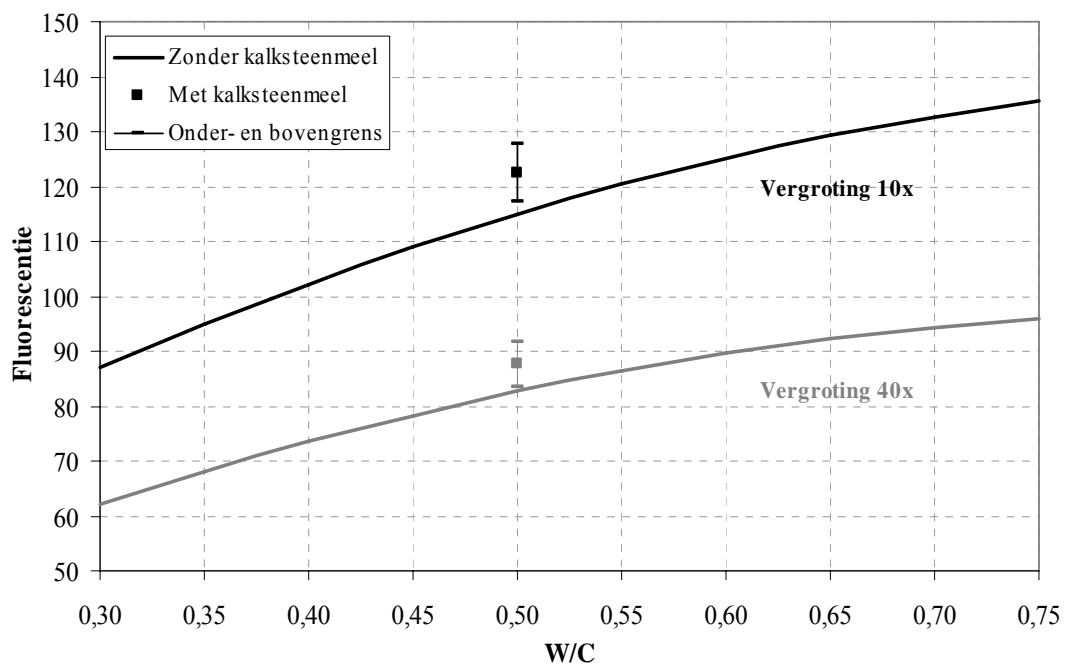
2.4 KALKSTEENMEEL

In de mengeling KM werd de hoeveelheid vliegas uit de mengeling VL door dezelfde hoeveelheid kalksteenmeel vervangen. Zo kan het inert zijn van het kalksteenmeel vergeleken worden met de puzzolaniteit van het vliegas. In figuur 6.10 wordt de cementmatrix van een monster met en zonder kalksteenmeel in gekruist gepolariseerd licht vergeleken. Indien kalksteenmeel aanwezig is, vertoont de cementmatrix een lichtbruine kleur afkomstig van het CaCO_3 .



Figuur 6.10: Cementmatrix zonder (links) en met (rechts) kalksteenmeel in gekruist gepolariseerd licht

De gemiddelde fluorescentie van de monsters KM ligt hoger dan die van de referentiecurven zonder kalksteenmeel en dus ook hoger dan de monsters op basis van vlieg-as (zie figuur 6.11). Dit laatste was te verwachten aangezien kalksteenmeel geen latent hydraulische eigenschappen heeft zoals vlieg-as en dus niet bijdraagt tot de vorming van calciumsilicaathydraten.



Figuur 6.11: Invloed kalksteenmeel

Op basis van de theoretisch berekende capillaire porositeit zou worden verwacht dat de fluorescentie van KM dicht bij die van de referentiecurven bij W/C gelijk aan 0,50 zou liggen (zie tabel 6.1). Op basis van de fluorescentie voorgesteld in figuur 6.11 zou de W/C gelijk zijn aan 0,57, terwijl de werkelijke W/C gelijk is aan 0,50. Het kalksteenmeel zorgt dus in dit geval voor een grotere hoeveelheid capillaire poriën.

Het verschil tussen de mengeling KM en SL50 is dat 4 volume% (absoluut volume) van de granulaten vervangen werd door kalksteenmeel. De hoeveelheid KM bedraagt slechts 25 volume% van de hoeveelheid cement. Dit kalksteenmeel heeft een gelijkaardige fijnheid als het cement, maar is veel fijner dan de granulaten. Door het fijnere korrelskelet is de mengeling KM meer verwerkbaar en dus ook beter te verdichten dan de mengeling SL50. Vandaar dat kalksteenmeel veel gebruikt wordt in zelfverdichtend beton. Hierdoor komen er minder luchtholtes voor in de monsters van de mengeling KM dan in die van SL50. Bij de monsters KM is er dus meer ruimte voor ontwikkeling van de cementmatrix dan bij de monsters SL50. Aangezien de hoeveelheid cement en water bij beide gelijk is, zal de capillaire porositeit en dus ook de gemiddelde fluorescentie van KM hoger zijn dan die van SL50.

3 INVLOED OVERIGE PARAMETERS

In deze paragraaf worden enkele parameters besproken waarvan vermoed wordt dat ze eveneens een invloed hebben op de capillaire porositeit en dus ook op de fluorescentie van de slijpplaatjes. Deze invloed wordt besproken aan de hand van literatuurgegevens en theoretische beschouwingen. Wegens het beperkte tijdsbestek was het niet mogelijk deze parameters na te gaan in de praktijk.

3.1 OUDERDOM

Hoe ouder het beton, hoe meer cement gehydrateerd is en hoe groter de hydratatiegraad. Een stijging van de hydratatiegraad geeft aanleiding tot een daling van de capillaire porositeit (zie figuur 2.3) en dus ook tot een daling van de fluorescentie. In de praktijk bestaat er echter een ultieme hydratatiegraad waarna de hydratatiereactie stilvalt. Vanaf dat tijdstip kan worden aangenomen dat er geen verandering in de capillaire porositeit meer optreedt. De hydratatiegraad op een bepaald tijdstip is eveneens afhankelijk van het cementtype zoals blijkt uit figuur 6.7.

De hydratatiegraad van een monster kan kwalitatief bepaald worden uit de grootte van de niet-gehydrateerde cementkorrels. Hoe groter die cementkorrels, hoe kleiner de hydratatiegraad. Hoewel de specifieke oppervlakte van CEM III/A 42,5 LA groter is dan die van CEM I 52,5 N waren de cementkorrels van de mengeling SL50 over het algemeen kleiner dan die van de mengeling CT. Dit wijst erop dat de hydratatiegraad van CT op 28 dagen kleiner is dan die van SL50 (zie figuur 6.7).

Het is dus van belang steeds de ouderdom van de referentiemonsters te noteren en te weten wat de ouderdom van de te onderzoeken monsters is opdat vergelijking zinvol is. Deze vaststelling wordt ook bevestigd in [19]. In [18] staat geschreven dat de hydratatiegraad van

de te onderzoeken betonmonsters en de referentiemonsters van dezelfde grootteorde moet zijn. De cementmatrix van de monsters gebruikt in onderhavig eindwerk werd op 28 dagen gefixeerd door behandeling met epoxy tijdens vervaardiging van de slijpplaatjes.

3.2 GRANULATEN

De granulaten hebben ook een invloed op de capillaire porositeit en groenintensiteit van de cementmatrix. Sommige granulaten absorberen meer water dan andere. Het zijn vooral de grove granulaten die water absorberen en hierdoor het watergehalte dat bruikbaar is voor hydratatie verminderen. Zo ontstaat een dichtere en donkerdere cementsteen bij zeer poreuze granulaten in vergelijking met minder poreuze granulaten bij dezelfde W/C.

In de testresultaten van het MTU (Michigan Technological University) wordt gewezen op het belang van het gebruik van dezelfde granulaten voor de referentiemonsters als voor het beton dat onderzocht wordt. Het fluorescerende licht van de omringende cementpasta zorgt ervoor dat de granulaten niet volledig zwart verschijnen maar ook een zekere fluorescentie afgeven. De groenintensiteit van de cementpasta wordt dus beïnvloed door de granulaten [19].

Deze opmerking geldt in extremis ook voor het kalksteenmeel. De quasi-inerte kalksteenmeelkorrels verschenen niet volledig zwart in fluorescerende mode zodat deze ook een zekere invloed hebben op de fluorescentie van de cementpasta.

3.3 LUCHTGEHALTE

Luchtbellen zorgen ervoor dat er minder plaats overblijft tussen het korrelskelet voor de vorming van de cementsteen. Een monster met een hoger luchtgehalte bij dezelfde W/C zal dus een kleinere capillaire porositeit en donkerdere groenintensiteit vertonen. Dit blijkt ook uit formule voor de capillaire porositeit van beton. Als het luchtgehalte V_1 stijgt wordt de noemer van formule (2.13) groter en zal de capillaire porositeit dalen.

Luchtbellen kunnen kunstmatig ingebracht worden door middel van luchtbelvormer om de vorstbestendigheid en verwerkbaarheid te verbeteren. Nabehandeling van het beton om bleeding te vermijden zorgt daarentegen voor een verminderd luchtgehalte. Ook vulstoffen hebben een zekere invloed op het luchtgehalte zoals besproken werd in 2.4.

Het luchtgehalte kan worden bepaald volgens de standaard testmethode voor de microscopische bepaling van luchtholtes in verhard beton. Voor een uitvoerige beschrijving van deze methode wordt verwezen naar ASTM C457 [25].

3.4 SUPERPLASTIFICEERDER

Zoals in hoofdstuk 1 vermeld werd, dragen de vloeibare bestanddelen van superplastificeerders ook bij tot de teller van de W/C. Het droge stofgehalte van de gebruikte superplastificeerder bedraagt 35 % zodat slechts 65 % bijdraagt tot het watergehalte van de mengeling. In tabel 6.2 wordt voor de mengelingen waarbij superplastificeerder gebruikt is, de waarde van de W/C zonder superplastificeerder vergeleken met de waarde van de W/C waarbij wel rekening wordt gehouden met het watergehalte van de superplastificeerder.

	SL35	SL40	SL45	CG	CT
Cement [kg/m ³]	350	350	350	300	350
Water [l/m ³]	122,5	140,0	157,5	150,0	175,0
Superplastificeerder [l/m ³]	6,0	3,0	0,5	3,3	1,3
(W/C) _{zonder} [-]	0,35	0,40	0,45	0,50	0,50
(W/C) _{met} [-]	0,36	0,41	0,45	0,51	0,50

Tabel 6.2: Invloed superplastificeerder

Het verschil in W/C bedraagt maximaal 0,01. Dit verschil komt bij lage W/C overeen met de te verwachten nauwkeurigheid van de methode. Indien dus meer superplastificeerder gebruikt wordt dan in de referentiemengelingen moet hiermee wel rekening worden gehouden.

4 OVERGANGSZONE GRANULAAT – CEMENTMATRIX

4.1 ALGEMEEN

In deel 2.1 van dit hoofdstuk werd reeds gewezen op het belang van de overgangszone tussen granulaat en cementpasta die beter bekendstaat als de *interfacial transition zone*, kortweg ITZ. Door het wandeffect zullen minder cementkorrels voorkomen aan de rand van de granulaten. Hierdoor ontstaat in de buurt van de granulaten een overgangszone met een grotere porositeit dan die in de massa van de cementmatrix.

In een studie uitgevoerd door Diamond en Huang [30] werd geconcludeerd dat de vorming van de ITZ hoofdzakelijk het gevolg is van bleeding rondom de granulaten. Volgens [30] zal de microstructuur van de ITZ niet veel verschillen van deze van de cementmatrix als de grondstoffen van het beton op een geschikte manier worden gemengd zodat er geen bleeding optreedt.

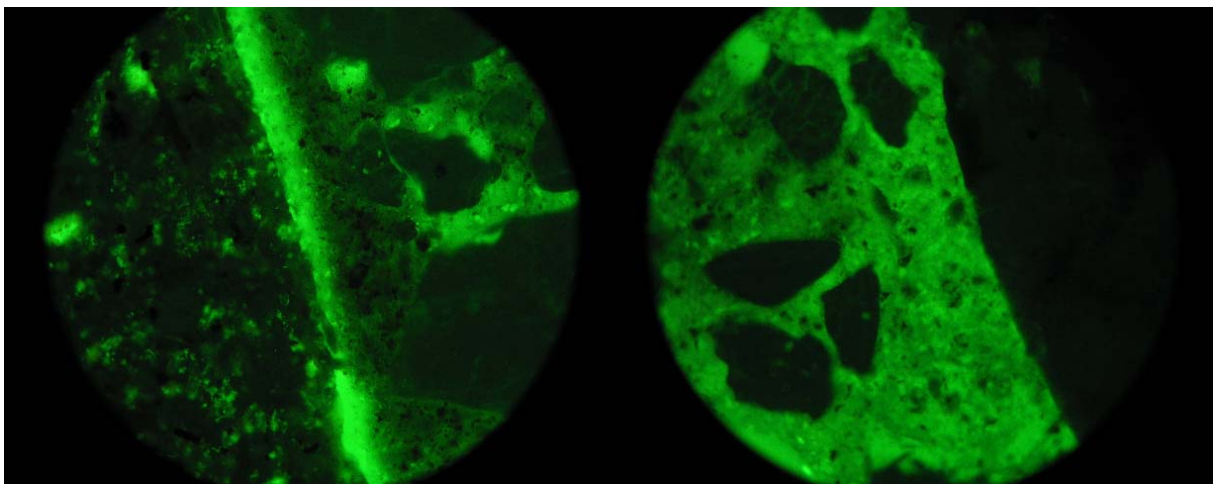
In dit deel wordt de invloed van deze zone nader onderzocht aan de hand van de slijpplaatjes vervaardigd voor dit eindwerk. In [31] wordt gewezen op het belang van de grootte van de granulaten, W/C en ouderdom op de microstructuur van de ITZ. De microstructuur werd daar gekarakteriseerd aan de hand van beelden verkregen door middel van elektronenmicroscopie (SEM). De dikte van de ITZ is van de grootteorde 10–50 μm zodat SEM met een vergroting

van 100x de ideale techniek is om deze zone te onderzoeken [31]. Ook met de fluorescentietechniek kan deze overgangszone goed worden waargenomen. Hieronder wordt de ITZ onderzocht voor de referentiemonsters en de monsters van de parameterstudie met behulp van de fluorescentiemicroscopie.

4.2 REFERENTIEMONSTERS

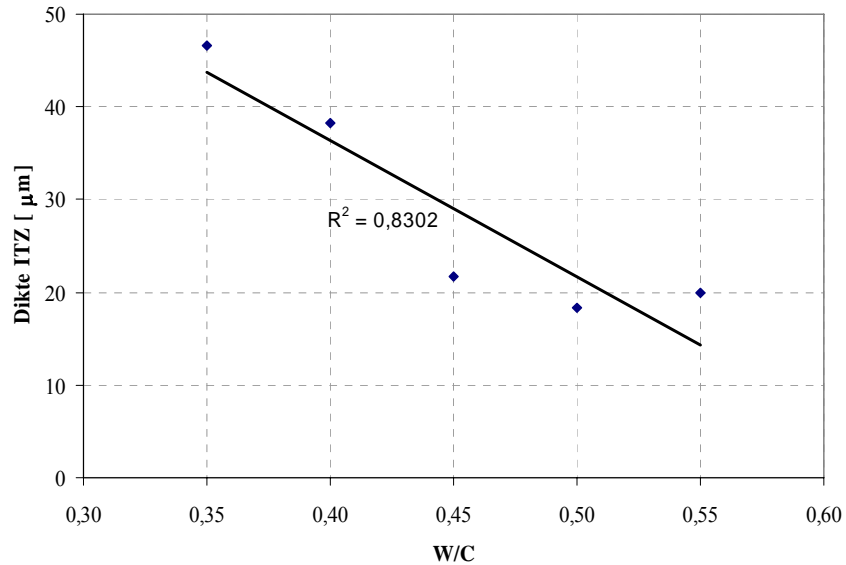
4.2.1 Dikte van de ITZ

Met behulp van de fluorescentiemicroscopie kan de dikte van deze overgangszone onderzocht worden. Bij analyse van de slijpplaatjes van de referentiemonsters was de ITZ het best op te merken bij de grofste granulaten van de betonmonsters met de laagste W/C. Bij de fijne granulaten (in dit geval zand 0/4) was er praktisch geen verschil in fluorescentie waar te nemen. In figuur 6.12 is een typerend beeld (vergroting 20x) van de cementmatrix in de buurt van de grofste granulaten bij W/C gelijk aan 0,35 en 0,65 voorgesteld. Bij W/C gelijk aan 0,65 is er bijna geen verschil waar te nemen tussen de kleur van de cementmatrix in de buurt van de granulaten en de kleur van de cementmatrix in de massa. Bij lage W/C is er een bruske overgang in de capillaire porositeit in de buurt van het granulaat, terwijl bij hoge W/C de overgang geleidelijker verloopt. De omvang en structuur van de ITZ is dus afhankelijk van de hoeveelheid water die aanwezig is.



Figuur 6.12: Cementmatrix in de buurt van granulaat bij SL35 (links) en SL65 (rechts)

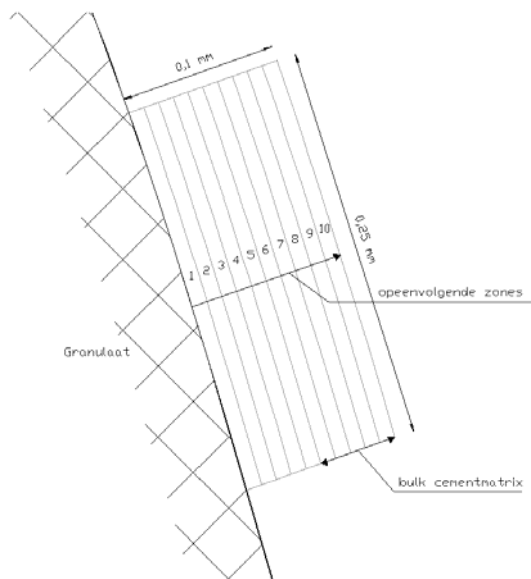
De dikte van de ITZ werd in de buurt van de grofste granulaten visueel opgemeten in een drietal beelden per W/C in het bereik 0,35 tot 0,55. De resultaten zijn voorgesteld in figuur 6.13. Hieruit blijkt dat de dikte van de ITZ daalt bij stijgende W/C. Dit resultaat wordt ook bevestigd in een onderzoek van Zheng et al. [32] waar de microstructuur van de ITZ gekarakteriseerd wordt op een statistische manier.



Figuur 6.13: Dikte van de ITZ

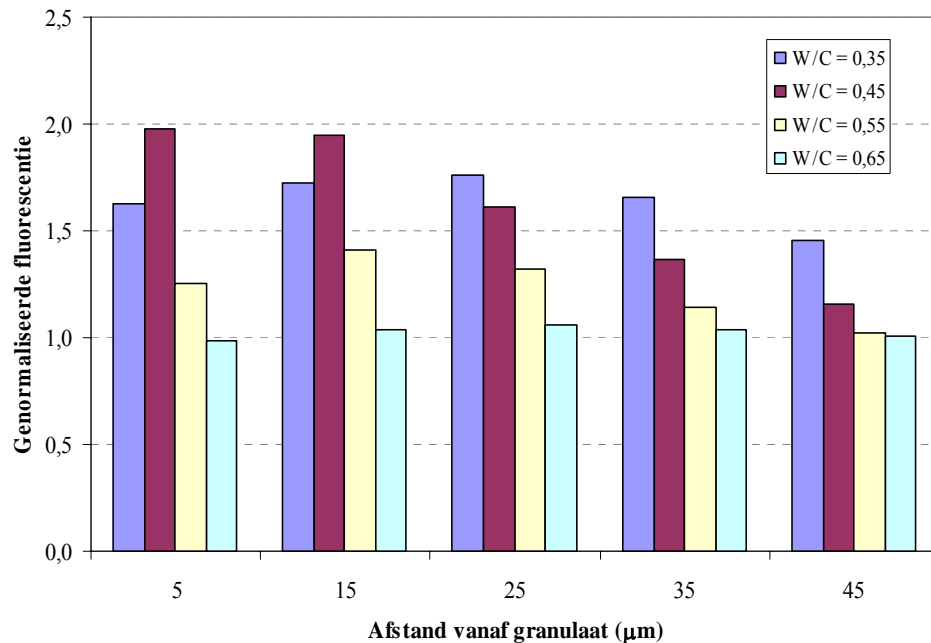
4.2.2 Capillaire porositeit van de ITZ

Om bovenstaande vaststelling te staven werden per W/C twee beelden genomen in de buurt van een grof granulaat bij een vergroting van 20x. Van elk beeld werd de zone in de buurt van het granulaat opgedeeld in tien opeenvolgende zones van 10 x 250 μm, vertrekkend van het granulaat. In elke zone werd de fluorescentie gemeten om zo een idee te krijgen van de variatie in capillaire porositeit in de buurt van het granulaat bij de verschillende W/C. Van de laatste vijf zones (vanaf 50 μm verwijderd van het granulaat) werd de gemiddelde fluorescentie berekend. Aangezien de maximale dikte van de ITZ een grootteorde heeft van 50 μm wordt dit gemiddelde beschouwd als de fluorescentie van de cementmatrix buiten de ITZ. De werkwijze is geschetst in figuur 6.14.



Figuur 6.14: Bepaling van de ITZ

De fluorescentie van een bepaalde zone in de ITZ gedeeld door de fluorescentie van de cementmatrix in de massa wordt de genormaliseerde fluorescentie genoemd. Deze is voor enkele W/C voorgesteld in de grafiek van figuur 6.15 in functie van de afstand vanaf het granulaat. Voor deze afstand werd telkens het midden van een zone genomen.



Figuur 6.15: Variatie van de genormaliseerde fluorescentie voor verschillende W/C

De grafiek van figuur 6.15 toont aan dat er bij lage W/C een groter verschil in fluorescentie is tussen de overgangszone en de cementmatrix dan bij hoge W/C. De ITZ is dus duidelijker op te merken bij lage W/C dan bij hoge W/C. Merk op dat de fluorescentie van de eerste zone meestal kleiner is dan de fluorescentie van de volgende zone, terwijl bij het granulaat juist de meest poreuze zone zou worden verwacht. Dit toont aan dat de granulaten een zekere invloed hebben op de fluorescentie van de cementmatrix. Bij W/C gelijk aan 0,65 is de genormaliseerde fluorescentie gelijk aan de eenheid onafhankelijk van de afstand vanaf het granulaat. Bij hoge W/C werden minder luchtholtes door bleeding rondom de granulaten vastgesteld dan bij lage W/C. Dit is een mogelijke verklaring voor het praktisch ontbreken van de ITZ bij hoge W/C, en staft de bemerking van Diamond en Huang dat bleeding een belangrijke invloed heeft op de vorming van de ITZ [30].

Figuur 6.15 geeft eveneens een idee over de dikte van de ITZ. De ITZ eindigt waar de genormaliseerde fluorescentie de eenheid benadert. Hoe groter de W/C, hoe kleiner de afstand vanaf het granulaat waarvoor de genormaliseerde fluorescentie de eenheid bereikt. Dit toont nogmaals aan dat de dikte van de ITZ kleiner wordt als de W/C stijgt.

4.3 MONSTERS PARAMETERSTUDIE

4.3.1 Dikte van de ITZ

In deel 2.1 van dit hoofdstuk werd reeds gewezen op de opmerkelijk grotere omvang van de dikte van de ITZ bij de monsters CG in vergelijking met de overige monsters. Deze ITZ had een belangrijke invloed op de fluorescentie van het gehele slijpplaatje.

Net zoals voor de referentiemonsters werd de ITZ visueel opgemeten in een drietal beelden per monster van de parameterstudie. De resultaten zijn weergegeven in tabel 6.3. Ter vergelijking werd de dikte van de ITZ van SL50 weergegeven. De dikte van de ITZ van CG heeft een beduidend hogere waarde dan de overige monsters zoals reeds werd opgemerkt in deel 2.1. De dikte van de ITZ van KM en VL is klein.

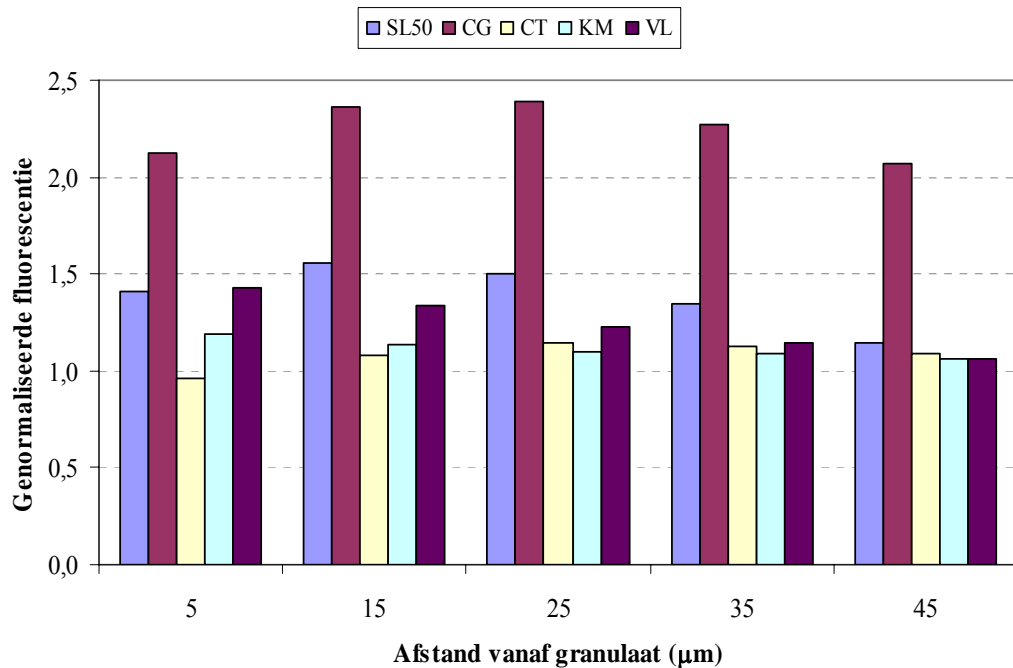
	Dikte ITZ (μm)
SL50	18
CG	73
CT	15
KM	8
VL	12

Tabel 6.3: Dikte ITZ parameterstudie

4.3.2 Capillaire porositeit van de ITZ

Op gelijkaardige wijze als voor de referentiemonsters kan de variatie in capillaire porositeit in de overgangszone bepaald worden. Voor CG is de dikte van de ITZ groter dan $50 \mu\text{m}$ zodat de fluorescentie van de cementmatrix in de massa uitgemiddeld wordt vanaf de 8^e zone. Voor de overige mengelingen wordt dezelfde werkwijze als in hoofdstuk 5 toegepast. De op die manier bekomen resultaten zijn voorgesteld in figuur 6.16. Als referentie werd het verloop van SL50 weergegeven.

De genormaliseerde fluorescentie van CG is beduidend groter dan die van de overige monsters. Dit komt doordat de fluorescentie in de buurt van de granulaten veel hoger is dan die in de massa van de cementmatrix zoals aangetoond in het linkerdeel van figuur 6.2. Bij de monsters CT en KM is de variatie in genormaliseerde fluorescentie klein en nagenoeg gelijk aan de eenheid. De genormaliseerde fluorescentie van VL streeft sneller naar de eenheid dan die van SL50.

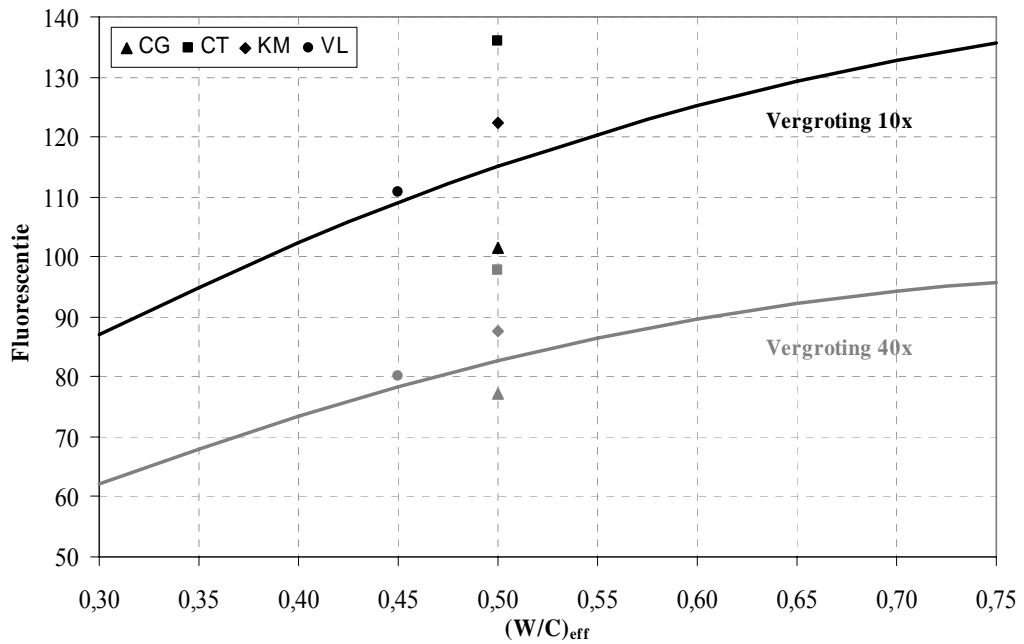


Figuur 6.16: Variatie van de genormaliseerde fluorescentie voor parameterstudie

Bij de mengelingen CT, KM en VL verschilt de overgangszone minder van de rest van de cementmatrix ten opzichte van de mengelingen SL50 en CG. Dit kan te wijten zijn aan de grotere fractie fijne deeltjes die voor een smerend effect zorgen, waardoor de vermelde mengelingen beter verwerkbaar zijn en de ITZ smaller en minder poreus is. De mengelingen CT, KM en VL vertoonden weinig tot geen luchtholten rondom de granulaten ontstaan door bleeding. Hieruit blijkt dat de omvang en structuur van de ITZ afhankelijk is van het type beton.

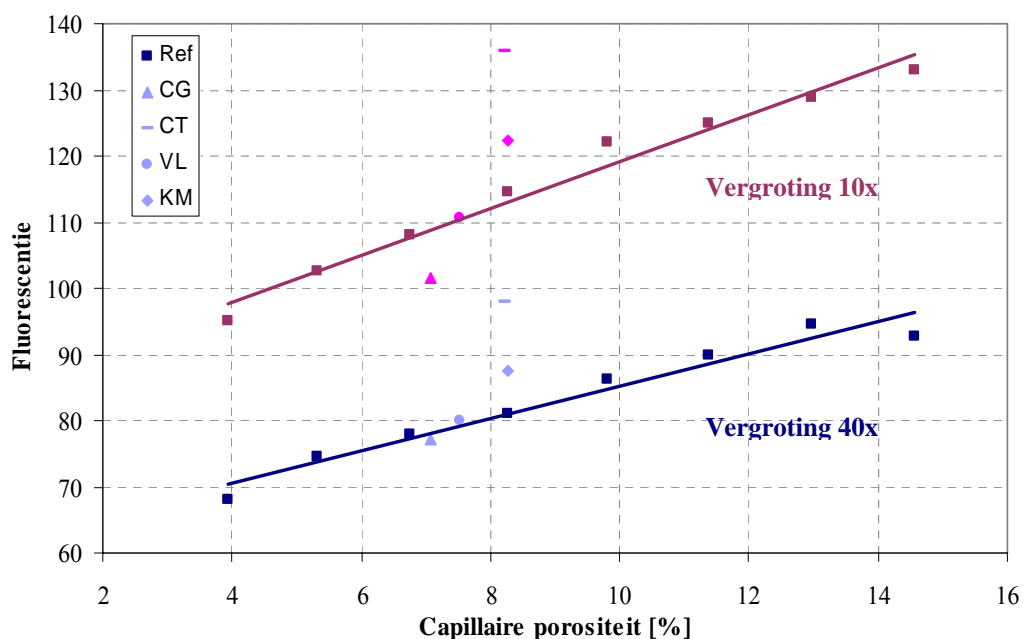
5 CONCLUSIES

In figuur 6.17 wordt de invloed van alle onderzochte parameters samen met de referentiecurven op basis van portlandcement in één grafiek geschetst. Op basis van de theoretisch berekende capillaire porositeit werd op het einde van hoofdstuk 4 besloten dat het cementgehalte en de vliegastoevoeging de grootste invloed hebben. Uit figuur 6.17 blijkt dat de vier parameters een belangrijke invloed hebben op de fluorescentie.



Figuur 6.17: Invloed onderzochte parameters

In figuur 6.18 wordt het verband getoond tussen de theoretisch berekende capillaire porositeit $\varphi_{\text{cap,beton}}$ en de gemeten fluorescentie zowel voor de referentiemonsters als voor de monsters van de parameterstudie. Voor de referentiemonsters is er zoals verwacht een uitgesproken lineair verband tussen $\varphi_{\text{cap,beton}}$ en de fluorescentie. De monsters VL en CG sluiten mooi aan bij de rechte behorend bij vergroting 40x. Zowel KM als CT wijken meer af van de rechte dan zou worden verwacht op basis van de theoretisch berekende capillaire porositeit. Het verschil tussen de theoretisch berekende capillaire porositeit en de gemeten capillaire porositeit heeft verschillende redenen.



Figuur 6.18: Verband tussen de theoretisch berekende capillaire porositeit en fluorescentie

Ten eerste is er het empirische karakter van de formule waarmee de capillaire porositeit berekend werd. Er is enige voorzichtigheid geboden indien het door Powers [8] voor portlandcement opgestelde model gebruikt wordt voor hoogovencement of andere cementtypes.

Ten tweede werd verondersteld dat de ultieme hydratatiegraad bereikt is, terwijl bij hoogovencement en vliegastoevoeging de hydratatiereactie trager verloopt dan bij portlandcement. De formule voor de ultieme hydratatiegraad is bovendien enkel toepasbaar voor de mengelingen op basis van CEM I 52,5 N. In deze formule wordt geen rekening gehouden met het gebruik van een ander cementtype of van een cement met een hogere of lagere fijnheid. Door een hogere of lagere fijnheid van het cement zal de hydratatiegraad een hogere of lagere waarde bereiken. De fijnheid en het cementtype kunnen in rekening gebracht worden door het invoeren van een correctiefactor. In [27] en [33] wordt aanbevolen de waarde van de ultieme hydratatiegraad volgens Mill te verhogen met 5 % voor CEM III 42,5 LA.

Een laatste reden is het variërende luchtgehalte. Er werd verondersteld dat het luchtgehalte bij elke mengeling dezelfde is. In werkelijkheid is dit niet zo. Mengsels met lage W/C en zonder fillers zijn moeilijker te verdichten, en zullen meer luchtholtes vertonen.

Het is dus van belang de invloed van de parameters nauwgezet na te gaan alvorens conclusies te trekken op basis van theoretische beschouwingen. Dit bewijst dat de calibratiecurven opgesteld in hoofdstuk 5 enkel toepasbaar zijn voor beton op basis van portlandcement, zonder vulstoffen en met een cementgehalte van 350 kg per m³ beton.

Hoofdstuk 7:

Algemeen besluit

Microscopische analyse van slijpplaatjes onder fluorescerend licht laat toe de W/C van verhard beton in te schatten door een kwantificering van de capillaire porositeit. De capillaire poriën worden gevuld met een fluorescente epoxy zodat deze bij UV-belichting oplichten. De fluorescentie-intensiteit van de cementmatrix is een maat voor de hoeveelheid capillaire poriën en dus ook voor de W/C van het betonmonster.

De gemiddelde fluorescentie-intensiteit of kortweg fluorescentie kan worden vergeleken met die van referentiemonsters met gekende W/C of rechtstreeks gemeten worden aan de hand van een histogram van enkele typerende beelden van de cementmatrix. Deze laatste methode staat bekend als de semi-automatische methode en vereist calibratiecurven om de W/C te bepalen.

Deze calibratiecurven leggen een verband tussen de W/C en de fluorescentie van het slijpplaatje. Om zulke curven op te stellen zijn referentiemonsters vereist met gekende W/C. Voor betonmonsters op basis van 350 kg portlandcement per m³ beton en zonder vulstoffen werd een calibratiecurve opgesteld. De kromme heeft een kwadratische vorm die minder steil wordt bij hoge waarden van de W/C. Het is belangrijk bij de calibratiecurve te vermelden welke vergrotingsfactor gebruikt werd tijdens het meten van de fluorescentie. De vergrotingsfactor 10x gaf goede resultaten voor een W/C groter dan of gelijk aan 0,50, terwijl de vergroting 40x het best gebruikt wordt bij mengelingen met een W/C kleiner dan 0,50.

De fluorescentie gemeten over één slijpplaatje is enkel representatief voor dat slijpplaatje en niet voor de gehele mengeling. Voor een mengeling van 40 liter bleef het verschil in W/C tussen twee en drie slijpplaatjes per mengeling beperkt tot $\pm 0,01$. Er worden dus minimum twee, best drie slijpplaatjes per mengeling voorzien. De nauwkeurigheid bij drie slijpplaatjes bedraagt $\pm 0,01$ bij W/C kleiner dan of gelijk aan 0,50, en $\pm 0,03$ bij W/C groter dan 0,50. Het verschil in nauwkeurigheid is te wijten aan het afvlakken van de calibratiecurve.

In [7] spreekt men van een nauwkeurigheid van $\pm 0,03$ terwijl de nauwkeurigheid volgens [28] $\pm 0,01$ bedraagt. Beide bronnen formuleren geen beperkingen op het W/C-bereik waarin deze nauwkeurigheid geldig is, terwijl het kleurverschil van de cementpasta in fluorescerend licht kleiner is bij hoge W/C zodat ook een kleinere nauwkeurigheid verwacht kan worden bij

deze hoge waarden. Deze opmerking wordt ook gemaakt door Neville in [19] waarin de gevaren bij het gebruik van fluorescentiemicroscopie voor de bepaling van de W/C van verhard beton worden besproken.

Een belangrijke bemerking is dat deze nauwkeurigheid enkel bereikt kan worden indien referentiemonsters beschikbaar zijn met gelijkaardige materialen en eigenschappen als die van de monsters waarvan de W/C moet worden bepaald. Voor het cementgehalte, het cementtype en de aanwezigheid van vulstoffen werd bewezen dat zij een belangrijke invloed hebben op de fluorescentie en de opgestelde calibratiecurven niet zomaar kunnen worden overgenomen. Ook van de hydratatiegraad, het luchtgehalte, de bewaringsomstandigheden en het type gebruikte granulaten kan worden verwacht dat zij een belangrijke invloed op de capillaire porositeit hebben.

De eigenschappen en de geschiedenis van verhard beton met ongekende W/C moeten dus goed gekend zijn en zo goed mogelijk overeenkomen met die van de referentiemonsters opdat bepaling van de W/C door middel van fluorescentiemicroscopie zinvol is. In dat opzicht is de fluorescentietechniek uitermate geschikt voor kwaliteitscontrole van verhard beton. De gebruikte materialen, ouderdom en bewaringsomstandigheden zijn goed gekend, zodat gelijkaardige referentiemonsters kunnen worden gefabriceerd om een geschikte calibratiecurve op te stellen. Bij analyse van beton dat reeds een aantal jaren in gebruik is, is de situatie anders. In dat geval is het beton in de loop der jaren blootgesteld aan verschillende invloeden waardoor de microstructuur gewijzigd of zelfs beschadigd kan zijn. In vele gevallen zijn ook geen gegevens beschikbaar over het cementgehalte, cementtype, bewaringsomstandigheden e.d. zodat het moeilijker is gelijkaardige referentiemonsters te vervaardigen.

In dit eindwerk werd aangetoond dat controle van de W/C van verhard beton door middel van fluorescentiemicroscopie mogelijk is indien de geschikte referentiemonsters beschikbaar zijn. De methode vereist referentiemonsters met variërende parameters in een bepaald W/C-bereik om van monsters met ongekende W/C en ongekende samenstelling de W/C met een voldoende nauwkeurigheid in te schatten.

Bijlagen

Bijlage A: Referentiemonsters reeks 1 (vergroting 10x)

Bijlage B: Manuele methode

Bijlage C: Gedigitaliseerde slijpplaatjes referentiemonsters

Bijlage D: Gemeten fluorescentie referentiemonsters

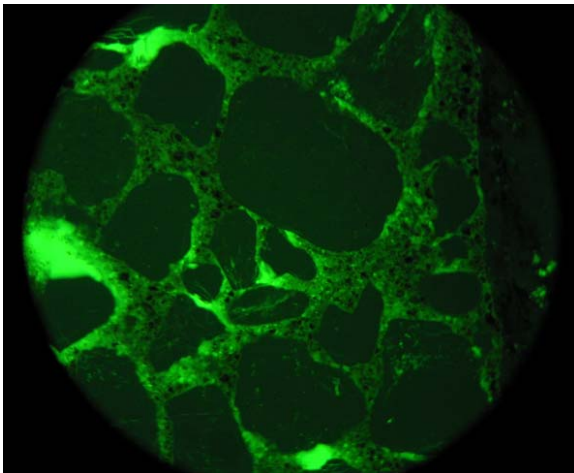
Bijlage E: Gemeten fluorescentie parameterstudie

Bijlage F: Gedigitaliseerde slijpplaatjes parameterstudie

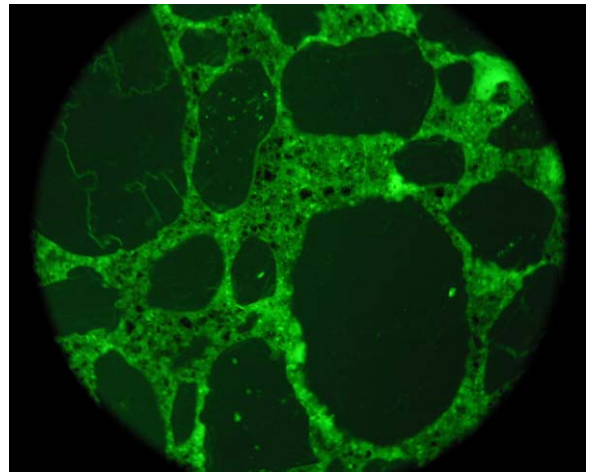
Bijlage G: Parameterstudie (vergroting 10x)

Bijlage A: Referentiemonsters reeks 1 (vergroting 10x)

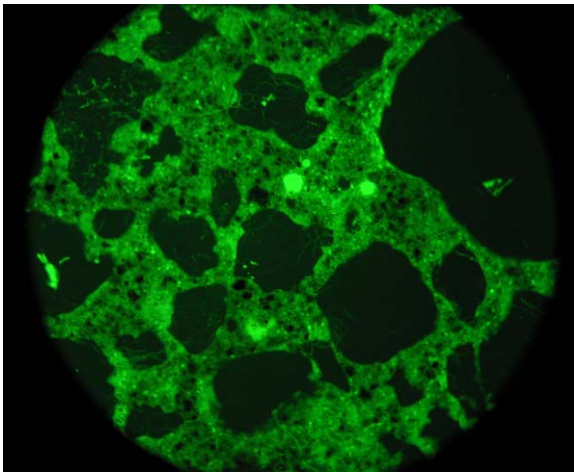
SL 35



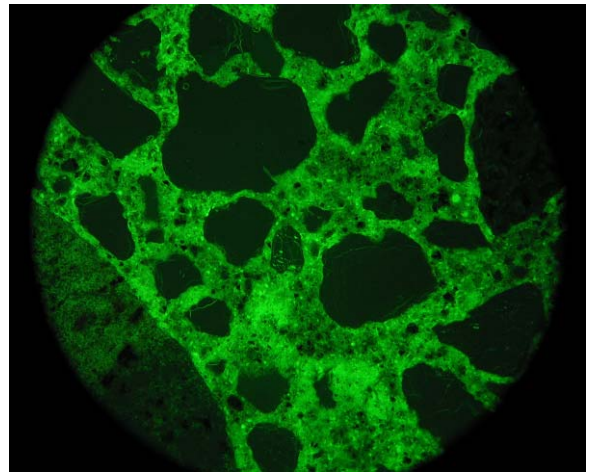
SL 40



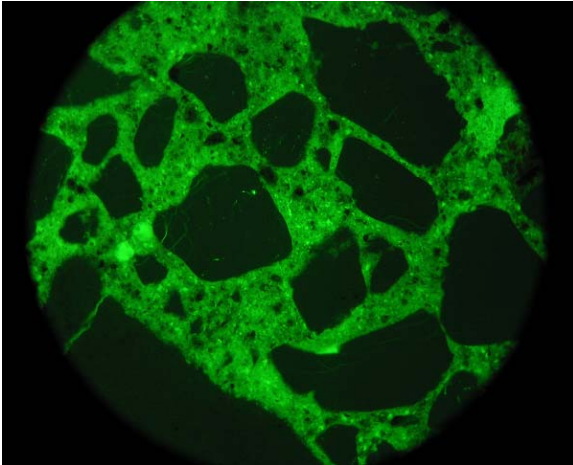
SL 45



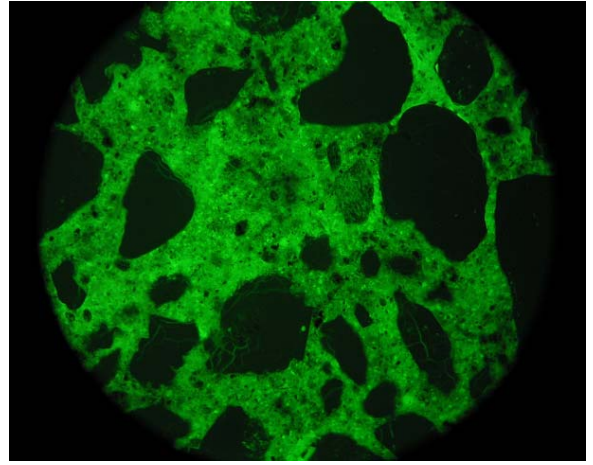
SL 50



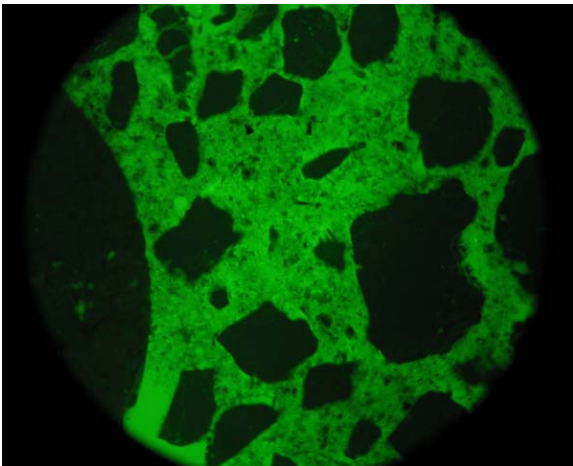
SL 55



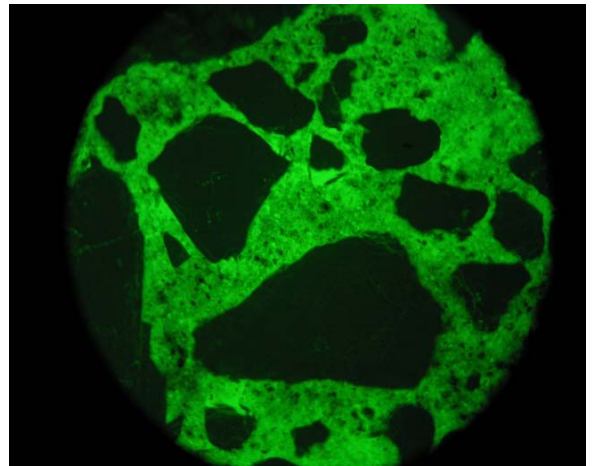
SL 60



SL 65



SL 70



Bijlage B: Manuele methode

REEKS 2

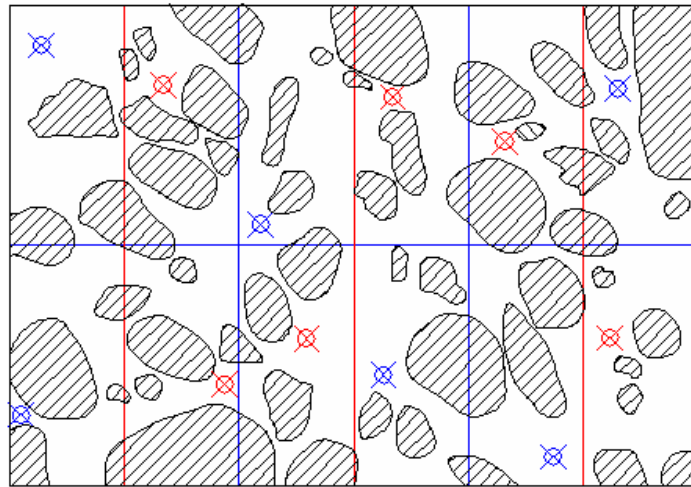
Slijpplaatje 1		Slijpplaatje 2		Slijpplaatje 3		Slijpplaatje 4	
Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x	
(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}
0,45	0,55	0,55	0,70	0,35	0,40	0,40	0,45
Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x	
Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C
1	0,50	1	0,55	1	0,35	1	0,40
2	0,55	2	0,60	2	0,35	2	0,40
3	0,50	3	0,60	3	0,40	3	0,45
4	0,50	4	0,55	4	0,35	4	0,40
5	0,55	5	0,60	5	0,35	5	0,45
6	0,55	6	0,60	6	0,35	6	0,40
7	0,50	7	0,70	7	0,40	7	0,45
8	0,45	8	0,65	8	0,35	8	0,45
9	0,55	9	0,65	9	0,35	9	0,40
10	0,50	10	0,65	10	0,35	10	0,40
11	0,45	11	0,70	11	0,40	11	0,40
12	0,55	12	0,65	12	0,35	12	0,40
Gemiddeld	0,513	Gemiddeld	0,625	Gemiddeld	0,363	Gemiddeld	0,417
(W/C) _{werk}	0,50	(W/C) _{werk}	0,60	(W/C) _{werk}	0,35	(W/C) _{werk}	0,40
Slijpplaatje 5		Slijpplaatje 6		Slijpplaatje 7		Slijpplaatje 8	
Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x	
(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}
0,50	0,65	0,60	0,70	0,40	0,50	0,60	0,70
Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x	
Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C
1	0,50	1	0,65	1	0,40	1	0,60
2	0,55	2	0,60	2	0,40	2	0,65
3	0,55	3	0,70	3	0,40	3	0,70
4	0,60	4	0,70	4	0,45	4	0,60
5	0,50	5	0,70	5	0,45	5	0,65
6	0,50	6	0,70	6	0,50	6	0,70
7	0,55	7	0,60	7	0,45	7	0,70
8	0,50	8	0,65	8	0,45	8	0,65
9	0,50	9	0,60	9	0,50	9	0,70
10	0,55	10	0,65	10	0,40	10	0,70
11	0,50	11	0,70	11	0,45	11	0,70
12	0,55	12	0,70	12	0,40	12	0,65
Gemiddeld	0,529	Gemiddeld	0,663	Gemiddeld	0,438	Gemiddeld	0,667
(W/C) _{werk}	0,55	(W/C) _{werk}	0,70	(W/C) _{werk}	0,45	(W/C) _{werk}	0,65

REEKS 3

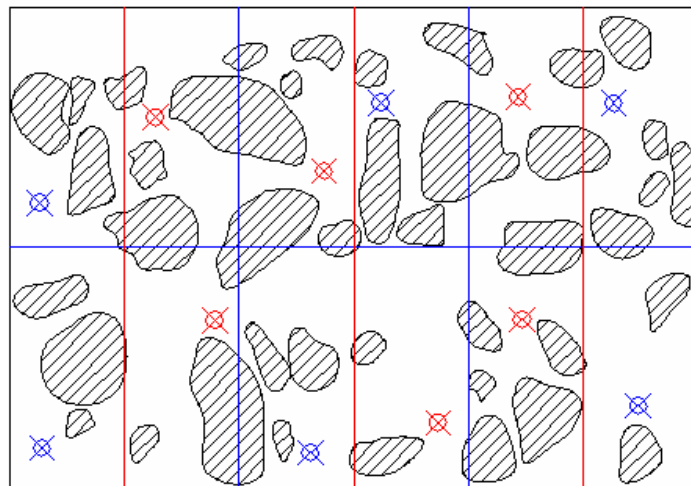
Slijpplaatje 1		Slijpplaatje 2		Slijpplaatje 3		Slijpplaatje 4	
Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x	
(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}
0,45	0,55	0,45	0,50	0,35	0,40	0,40	0,45
Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x	
Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C
1	0,55	1	0,50	1	0,35	1	0,40
2	0,55	2	0,50	2	0,40	2	0,45
3	0,55	3	0,50	3	0,35	3	0,40
4	0,55	4	0,50	4	0,40	4	0,45
5	0,55	5	0,50	5	0,40	5	0,45
6	0,55	6	0,50	6	0,35	6	0,45
7	0,50	7	0,45	7	0,35	7	0,45
8	0,55	8	0,50	8	0,35	8	0,40
9	0,55	9	0,50	9	0,40	9	0,40
10	0,55	10	0,50	10	0,40	10	0,45
11	0,55	11	0,45	11	0,35	11	0,45
12	0,55	12	0,50	12	0,35	12	0,45
Gemiddeld	0,546	Gemiddeld	0,492	Gemiddeld	0,371	Gemiddeld	0,433
(W/C) _{werk}	0,55	(W/C) _{werk}	0,60	(W/C) _{werk}	0,35	(W/C) _{werk}	0,45
Slijpplaatje 5		Slijpplaatje 6		Slijpplaatje 7		Slijpplaatje 8	
Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x		Vergroting 2,5x	
(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}	(W/C) _{min}	(W/C) _{max}
0,60	0,70	0,55	0,65	0,40	0,50	0,60	0,70
Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x		Vergroting 10x	
Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C	Zone	W/C
1	0,65	1	0,55	1	0,40	1	0,60
2	0,60	2	0,55	2	0,45	2	0,65
3	0,70	3	0,55	3	0,40	3	0,60
4	0,60	4	0,65	4	0,40	4	0,65
5	0,70	5	0,60	5	0,45	5	0,70
6	0,60	6	0,60	6	0,50	6	0,60
7	0,60	7	0,55	7	0,45	7	0,60
8	0,70	8	0,60	8	0,40	8	0,70
9	0,60	9	0,65	9	0,40	9	0,60
10	0,65	10	0,55	10	0,40	10	0,60
11	0,60	11	0,55	11	0,45	11	0,65
12	0,65	12	0,65	12	0,40	12	0,70
Gemiddeld	0,638	Gemiddeld	0,5875	Gemiddeld	0,425	Gemiddeld	0,638
(W/C) _{werk}	0,70	(W/C) _{werk}	0,60	(W/C) _{werk}	0,40	(W/C) _{werk}	0,65

Bijlage C: Gedigitaliseerde slijpplaatjes referentiemonsters

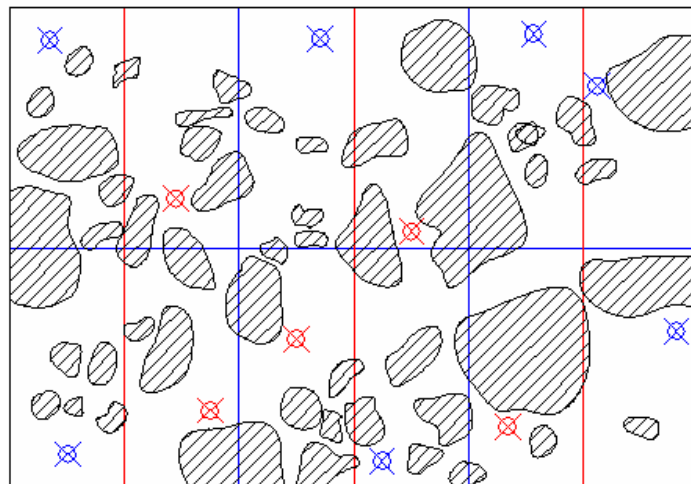
SL35 (1)



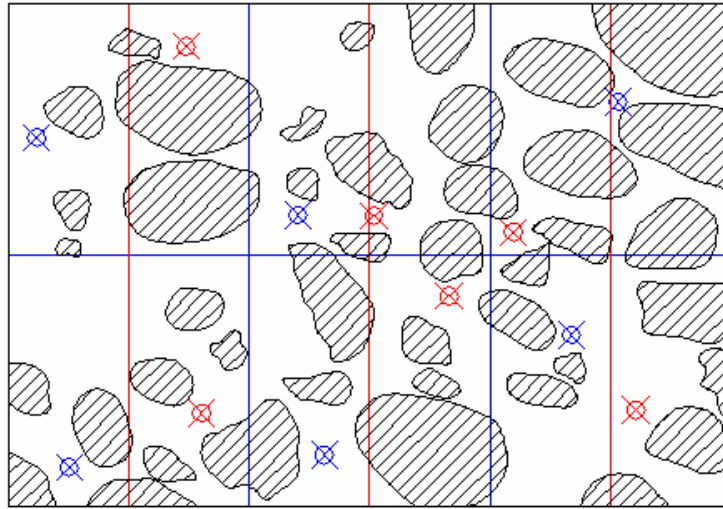
SL35 (2)



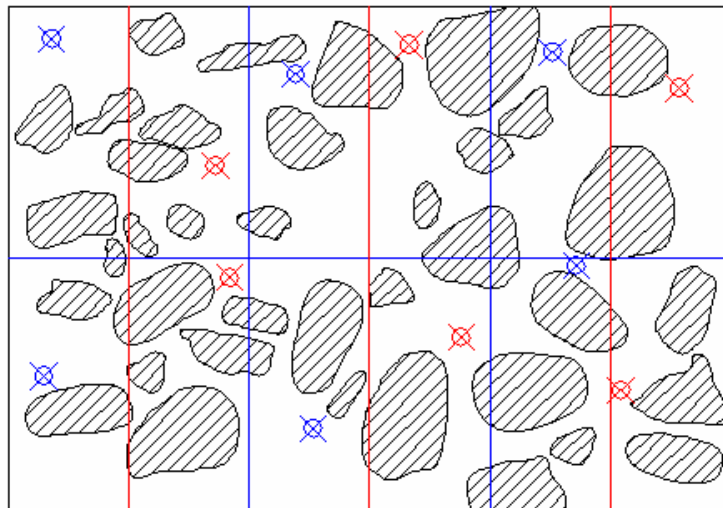
SL35 (3)



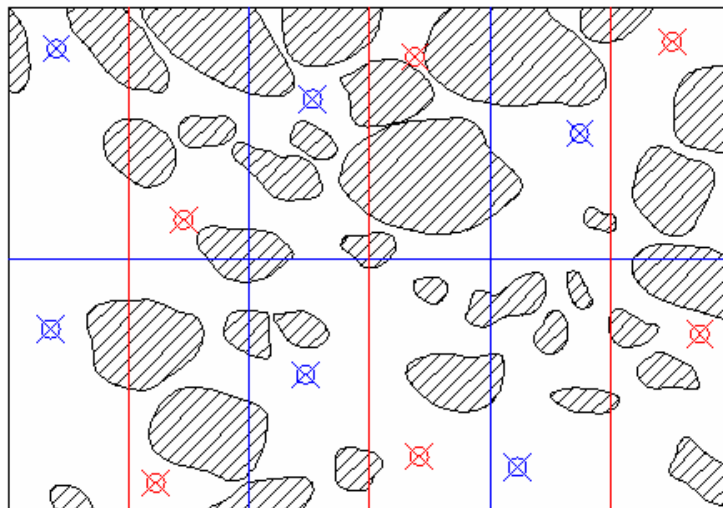
SL35 (4)



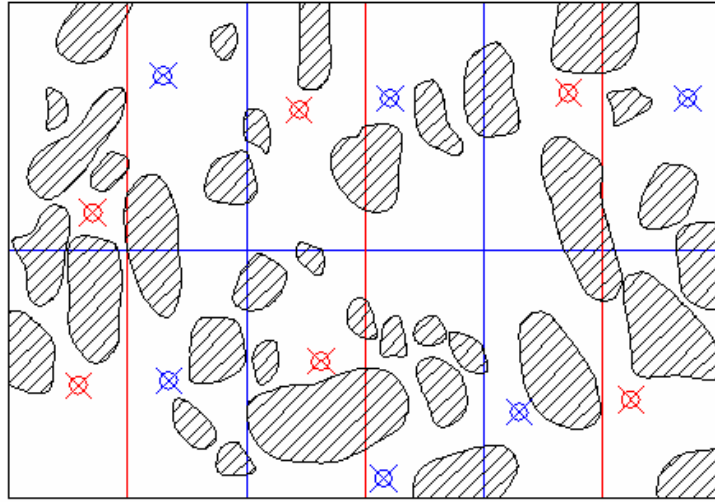
SL35 (5)



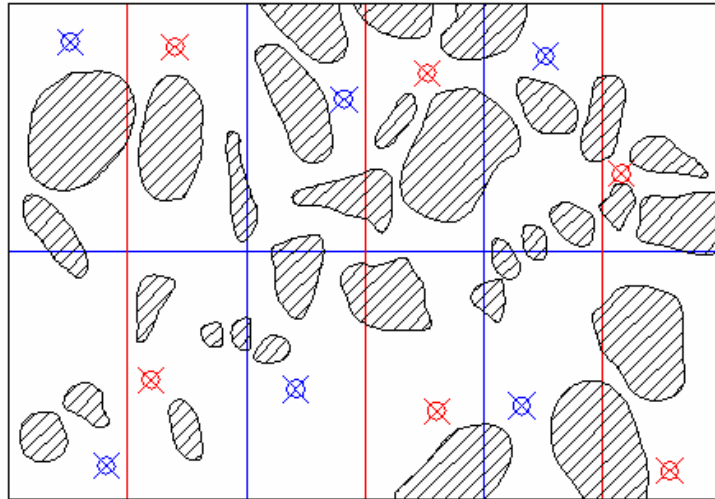
SL35 (6)



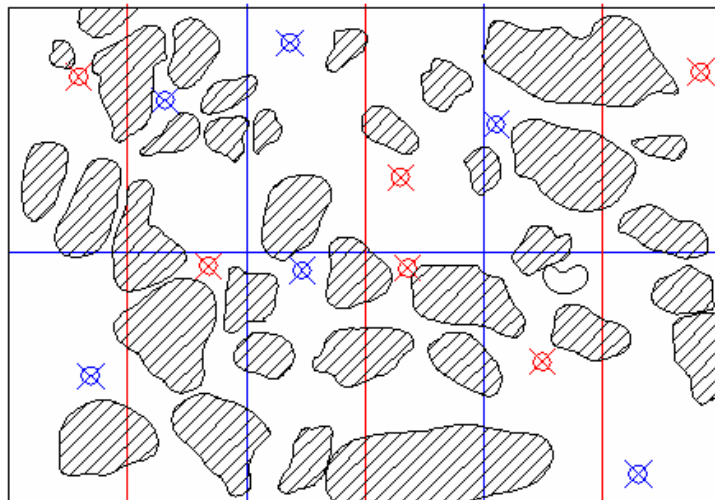
SL40 (1)



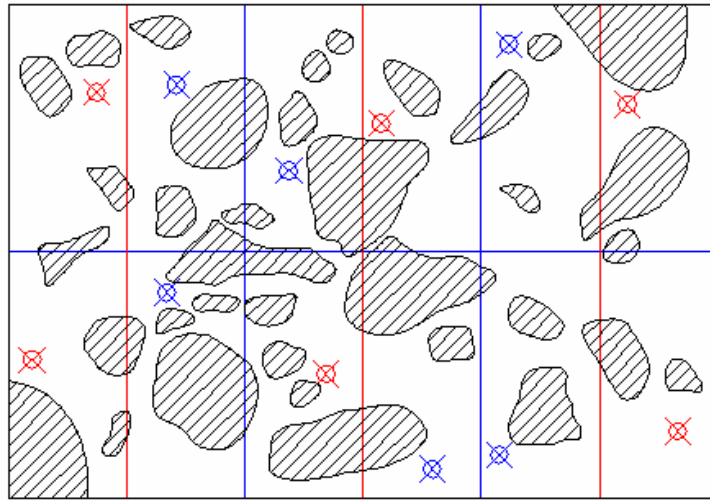
SL40 (2)



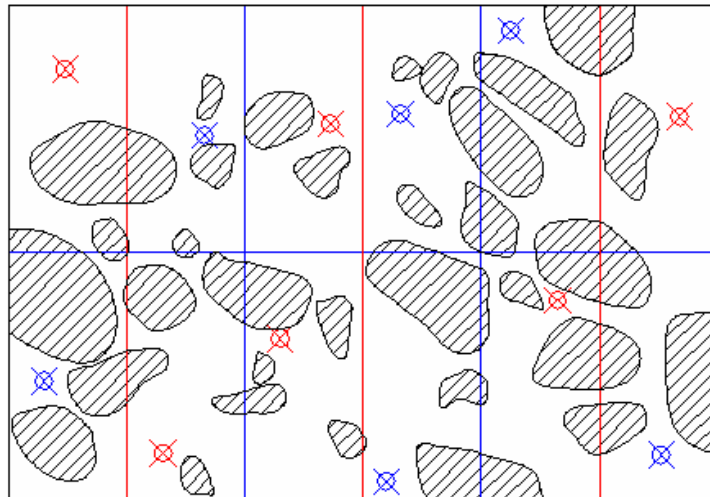
SL40 (3)



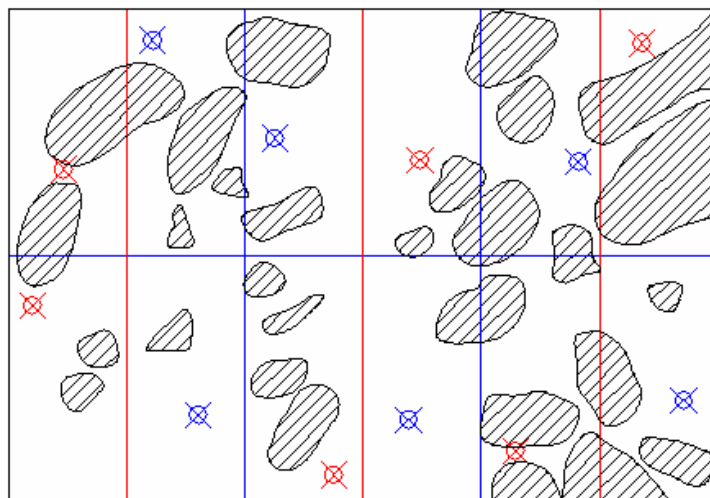
SL45 (1)



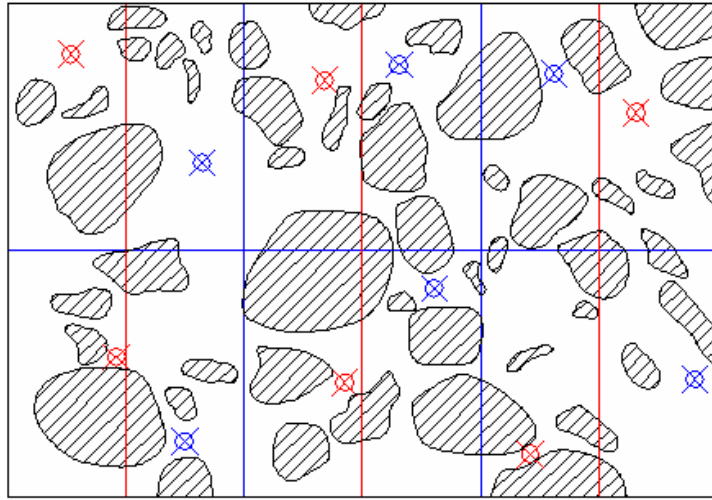
SL45 (2)



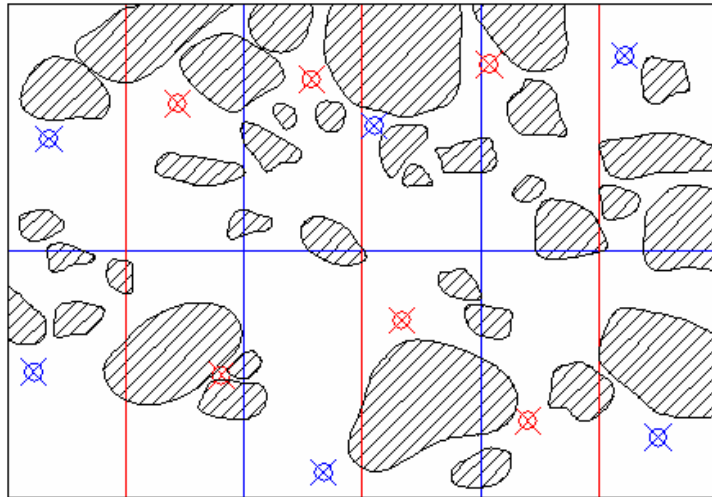
SL45 (3)



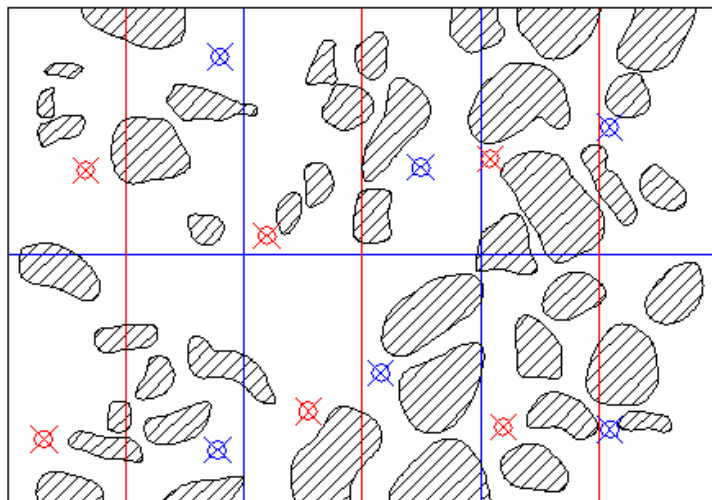
SL50 (1)



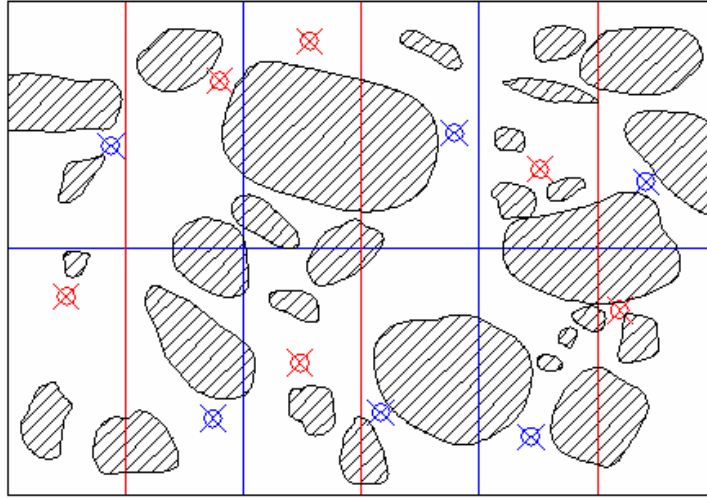
SL50 (2)



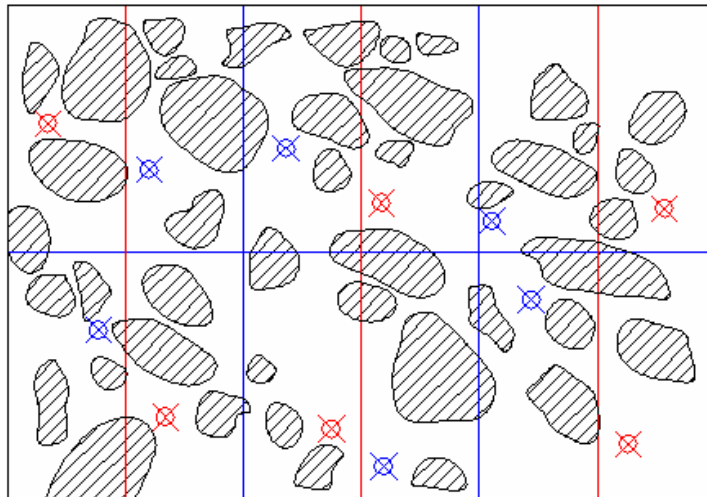
SL50 (3)



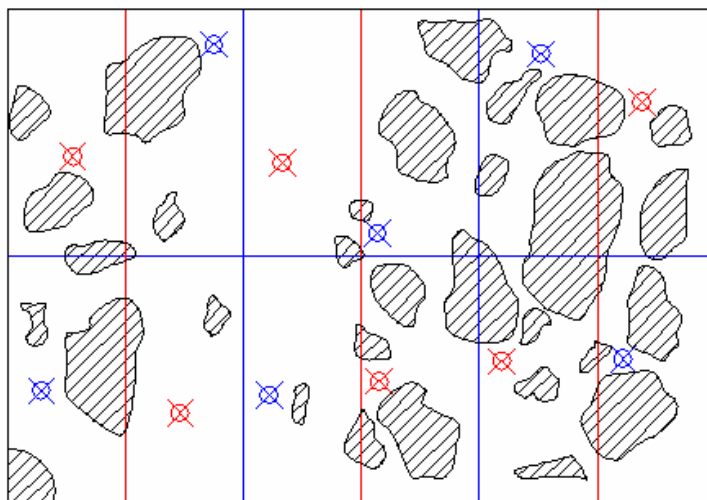
SL55 (1)



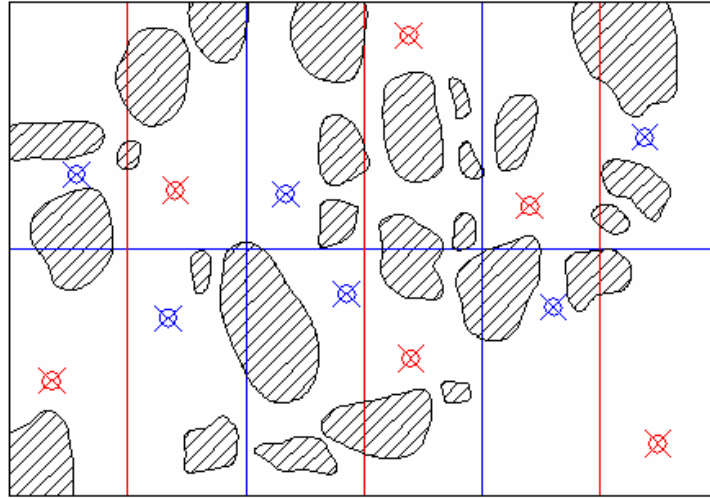
SL55 (2)



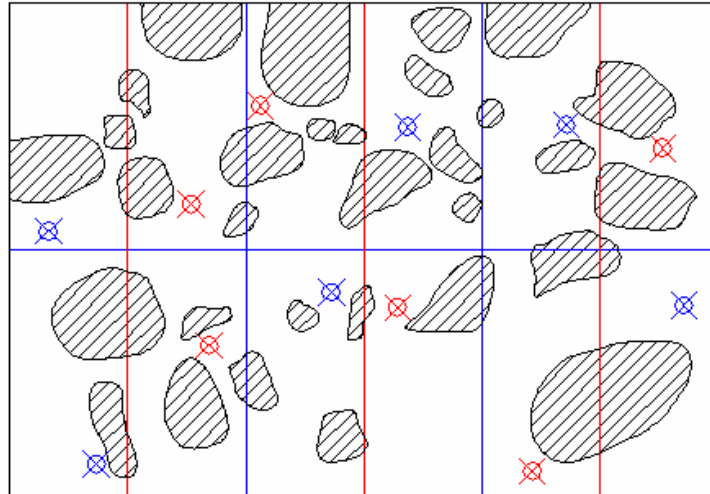
SL55 (3)



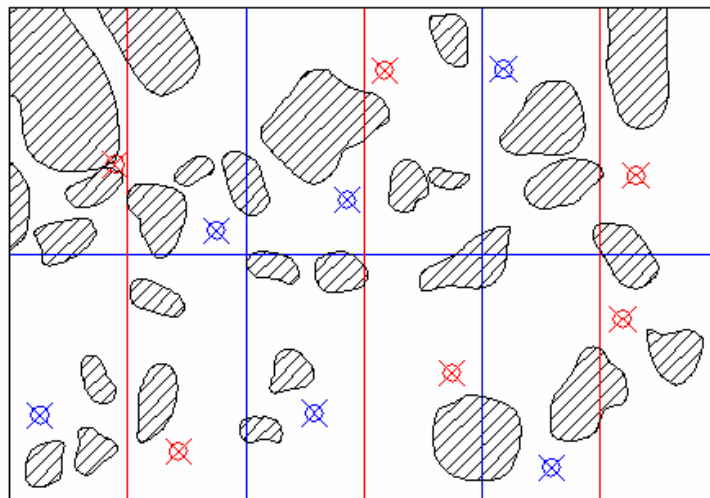
SL60 (1)



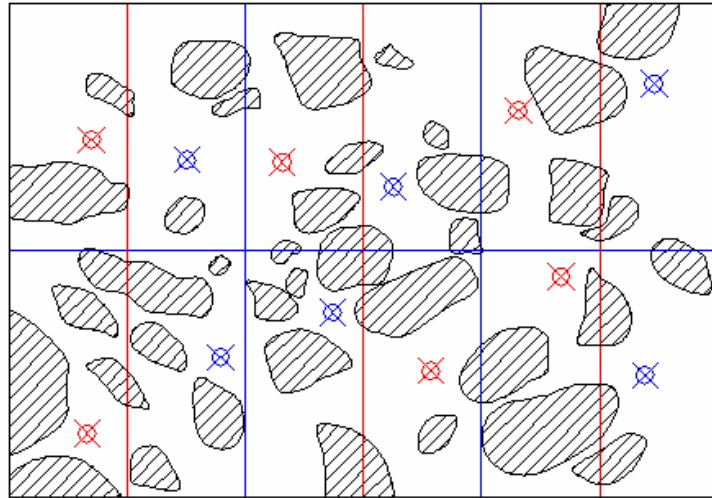
SL60 (2)



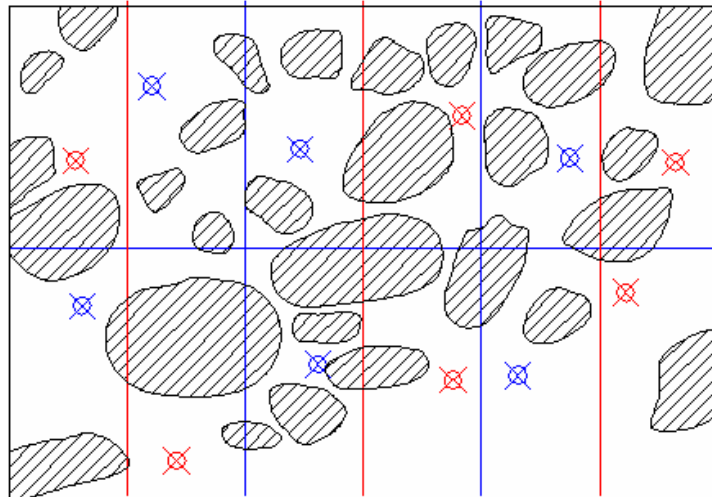
SL60 (3)



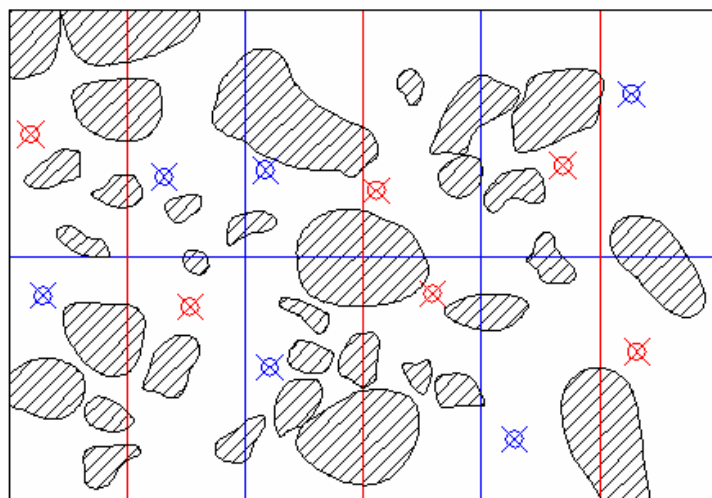
SL65 (1)



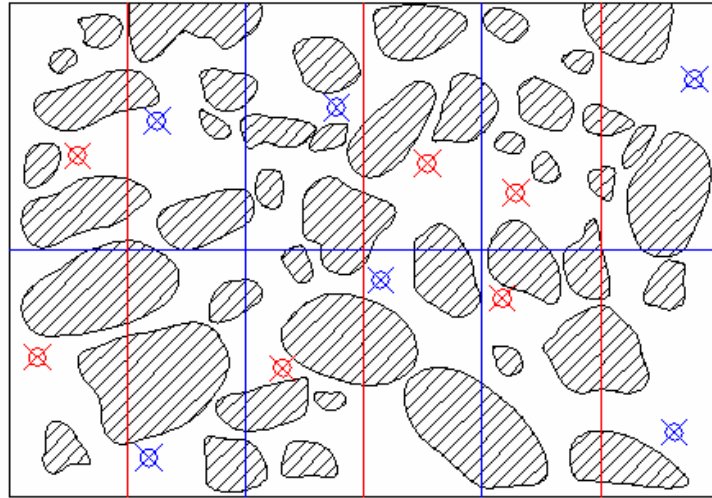
SL65 (2)



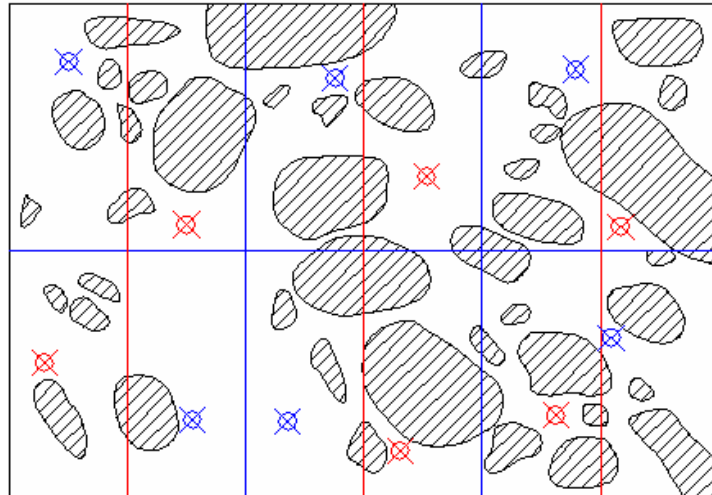
SL65 (3)



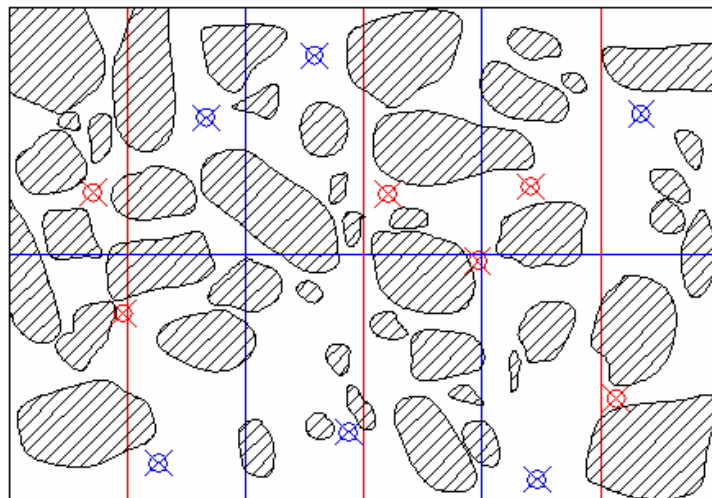
SL70 (1)



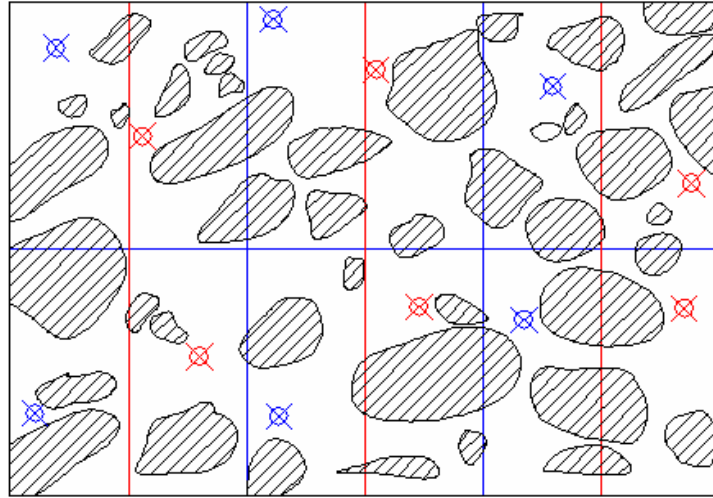
SL70 (2)



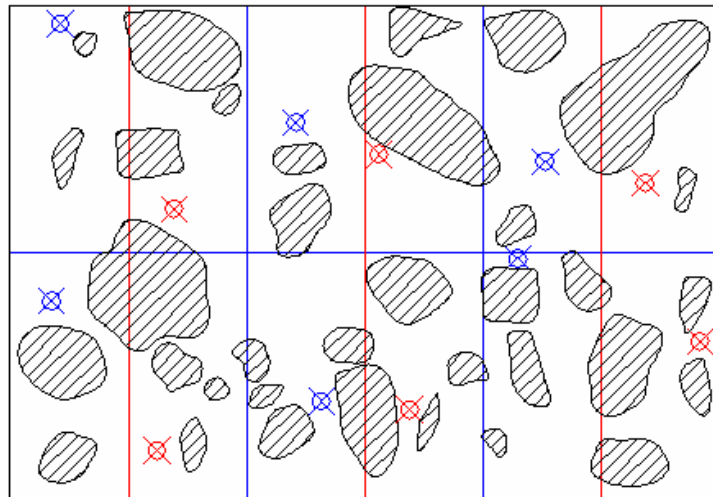
SL70 (3)



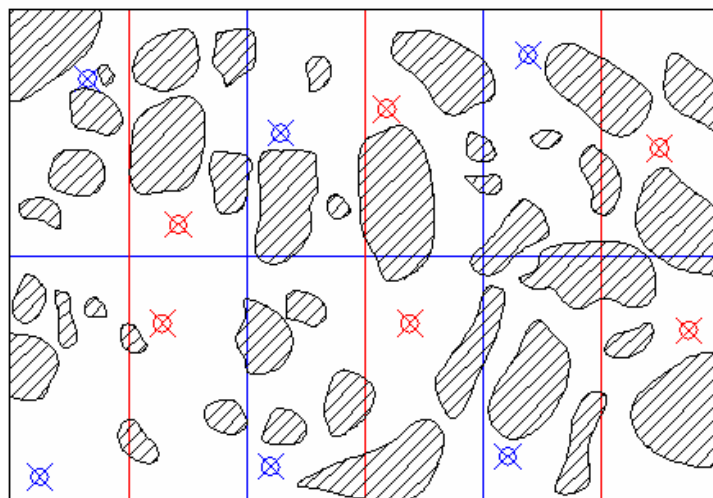
SL70 (4)



SL70 (5)



SL70 (6)



Bijlage D: Gemeten fluorescentie referentiemonsters

REEKS 1 VERGROTING 10x

W/C		0,35	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	91,56	62	180
2	95,52	59	162
3	94,59	62	180
4	92,55	59	162
5	95,31	59	161
6	103,72	62	180
7	92,40	62	180
8	93,67	59	177
9	95,98	59	177
10	98,81	62	180
11	100,94	62	180
12	95,34	59	161
	Gemiddelde:	61	173
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	95,54	95,87
	St. Dev. (Fluo)	3,93	3,47

W/C		0,40	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	107,32	68	160
2	97,12	62	163
3	103,71	68	160
4	99,90	62	163
5	106,12	68	160
6	101,40	62	163
7	102,55	68	160
8	102,31	66	163
9	105,41	68	160
10	101,07	66	163
11	94,95	62	163
12	106,26	68	160
	Gemiddelde:	66	162
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	102,60	102,34
	St. Dev. (Fluo)	3,53	3,61

W/C		0,45	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	109,45	66	167
2	107,76	68	166
3	107,51	68	166
4	115,64	66	167
5	107,71	68	166
6	105,35	66	167
7	104,88	66	167
8	109,75	68	166
9	112,00	66	167
10	107,53	68	166
11	109,80	68	166
12	102,22	66	167
		67	167
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	108,90	108,30
	St. Dev.	3,24	3,32

W/C		0,50	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	120,67	65	202
2	103,84	65	184
3	118,67	65	202
4	105,32	65	199
5	120,91	65	199
6	112,51	65	202
7	120,55	65	202
8	107,74	70	179
9	115,81	65	202
10	111,45	65	178
11	116,35	65	202
12	109,59	65	183
		65	195
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	113,65	113,62
	St. Dev.	7,00	5,84

REEKS 1 VERGROTING 10x

W/C 0,55			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	123,95	74	185
2	116,63	69	200
3	124,96	69	200
4	119,78	64	185
5	118,87	69	199
6	120,58	62	207
7	125,67	71	195
8	116,71	55	185
9	118,52	81	200
10	120,37	55	185
11	118,77	55	185
12	112,93	69	200
	Gemiddelde:	66	194
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	120,80	119,81
	St. Dev. (Fluo)	2,87	3,53

W/C 0,60			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	125,15	62	207
2	115,04	70	201
3	121,68	62	207
4	125,07	70	201
5	124,81	70	201
6	126,46	62	207
7	124,14	64	208
8	122,54	62	207
9	123,77	62	207
10	122,95	64	201
11	123,24	62	207
12	122,08	70	201
	Gemiddelde:	65	205
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	123,04	123,08
	St. Dev. (Fluo)	3,86	2,77

W/C 0,65			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	129,48	72	202
2	126,38	71	191
3	127,99	72	208
4	135,29	71	191
5	128,56	90	197
6	126,90	71	191
7	128,60	72	193
8	124,16	62	207
9	131,24	62	187
10	122,52	72	199
11	125,32	72	214
12	124,78	62	191
		71	198
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	129,10	127,60
	St. Dev.	2,95	3,30

W/C 0,70			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	140,46	79	200
2	137,76	71	214
3	137,05	71	211
4	136,12	77	200
5	129,74	81	196
6	123,72	71	211
7	140,69	76	202
8	132,13	71	189
9	135,39	75	200
10	133,49	71	209
11	134,81	79	199
12	121,28	71	187
		74	202
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	134,14	133,55
	St. Dev.	5,68	5,80

REEKS 1 VERGROTING 40x

W/C 0,35			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	68,79	46	118
2	68,90	45	107
3	58,07	40	118
4	72,73	40	124
5	65,35	43	124
6	71,86	48	118
7	59,94	42	118
8	66,95	46	118
9	65,90	42	118
10	69,01	44	118
11	68,39	44	118
12	64,68	42	118
Gemiddelde:		44	118
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		67,61666667	66,71
St. Dev. (Fluo)		4,89	4,15

W/C 0,40			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	71,99	44	126
2	75,99	44	126
3	76,12	44	126
4	74,53	44	126
5	69,61	44	126
6	70,04	43	126
7	74,53	43	126
8	78,08	53	124
9	73,41	43	126
10	72,88	49	124
11	78,26	44	126
12	74,57	43	126
Gemiddelde:		45	126
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		73,05	74,17
St. Dev. (Fluo)		2,65	2,65

W/C 0,45			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	76,43	42	134
2	77,95	40	140
3	76,05	40	140
4	75,68	37	134
5	77,59	40	140
6	77,25	37	134
7	79,50	42	141
8	77,83	37	140
9	79,17	44	146
10	76,47	40	140
11	77,84	40	140
12	69,88	38	134
Gemiddelde:		40	139
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		76,83	76,80
St. Dev. (Fluo)		0,83	2,37

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	82,68	43	144
2	87,76	43	144
3	80,67	43	144
4	79,01	43	140
5	77,66	43	140
6	83,09	43	144
7	85,52	43	144
8	83,23	43	144
9	86,06	43	144
10	83,08	43	144
11	75,01	43	144
12	75,25	43	144
Gemiddelde:		43	143
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		81,81	81,59
St. Dev. (Fluo)		3,27	3,96

REEKS 1 VERGROTING 40x

W/C 0,55			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	89,57	44	118
2	87,61	44	144
3	86,42	44	144
4	82,19	44	137
5	88,36	44	137
6	85,44	44	138
7	90,70	44	136
8	81,71	45	132
9	82,27	44	136
10	86,58	45	141
11	85,25	44	141
12	92,48	44	140
Gemiddelde:		44	137
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		86,60	86,55
St. Dev. (Fluo)		2,37	3,29

W/C 0,60			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	92,81	51	152
2	96,66	51	153
3	96,07	51	152
4	91,98	51	153
5	98,82	51	152
6	92,29	51	152
7	91,73	51	152
8	92,58	44	152
9	91,19	44	152
10	92,07	51	152
11	87,32	51	152
12	97,80	51	153
Gemiddelde:		50	152
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		94,77	93,44
St. Dev. (Fluo)		2,56	3,12

W/C 0,65			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	88,68	52	145
2	92,43	52	140
3	102,18	52	145
4	100,44	55	140
5	84,09	47	145
6	101,91	59	149
7	94,46	59	149
8	86,33	46	169
9	102,85	52	169
10	92,46	57	145
11	90,24	57	145
12	91,56	52	148
Gemiddelde:		53	149
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		94,96	93,97
St. Dev. (Fluo)		7,01	6,19

W/C 0,70			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	98,05	51	155
2	101,83	51	155
3	95,70	51	155
4	94,07	51	155
5	91,48	51	155
6	87,62	51	155
7	101,36	51	155
8	92,36	51	155
9	86,16	51	155
10	84,52	51	155
11	103,11	51	155
12	98,24	51	155
Gemiddelde:		51	155
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		94,79	94,54
St. Dev. (Fluo)		4,54	6,01

REEKS 2 VERGROTING 10x

W/C 0,35			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	95,66	62	179
2	90,77	59	170
3	94,80	59	170
4	103,50	62	179
5	98,87	59	164
6	96,94	62	179
7	92,38	62	179
8	92,50	59	162
9	98,69	62	179
10	94,81	59	170
11	96,53	59	170
12	94,15	62	179
	Gemiddelde:	61	173
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	96,76	95,80
	St. Dev. (fluo)	3,89	3,31

W/C 0,40			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	101,41	62	165
2	105,54	66	171
3	103,36	62	177
4	102,95	66	171
5	99,95	60	180
6	102,85	66	171
7	100,71	62	165
8	105,90	66	176
9	98,92	62	165
10	104,62	66	171
11	103,39	62	165
12	107,40	66	171
	Gemiddelde:	64	172
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	102,68	103,08
	St. Dev. (fluo)	1,72	2,43

W/C 0,45			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	105,64	68	166
2	113,12	66	167
3	109,55	68	166
4	111,61	66	167
5	105,98	66	167
6	109,71	68	166
7	112,95	66	167
8	105,98	68	166
9	106,71	68	166
10	113,91	66	167
11	104,42	68	166
12	106,79	66	167
	Gemiddelde:	67	167
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	109,27	108,86
	St. Dev. (fluo)	2,73	3,22

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	118,07	69	181
2	118,33	70	190
3	117,84	70	190
4	115,09	69	190
4	111,88	70	190
6	121,28	70	182
7	123,17	75	191
8	128,27	70	193
9	111,84	69	181
10	114,19	70	190
11	108,29	70	190
12	116,71	69	181
	Gemiddelde:	70	187
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	117,08	117,08
	St. Dev. (fluo)	2,94	5,22

REEKS 2 VERGROTING 10x

W/C		0,55	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	132,23	71	196
2	131,46	74	188
3	119,84	74	188
4	128,39	71	196
5	128,87	80	181
6	117,41	71	211
7	126,78	71	202
8	123,76	71	196
9	130,46	71	196
10	113,73	66	186
11	118,82	63	188
12	118,14	71	196
	Gemiddelde:	71	194
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	126,3666667	124,16
	St. Dev. (fluo)	5,68	6,08

W/C		0,60	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	122,25	70	195
2	129,54	72	195
3	130,03	72	193
4	117,76	70	195
5	132,71	70	195
6	127,51	72	193
7	119,85	70	201
8	135,19	72	195
9	125,09	70	201
10	125,50	72	195
11	131,34	72	195
12	123,97	70	195
	Gemiddelde:	71	196
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	126,63	126,73
	St. Dev. (fluo)	5,09	5,06

W/C		0,65	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	136,18	73	193
2	131,40	73	199
3	123,91	73	199
4	130,65	73	193
5	131,38	73	184
6	129,25	73	193
7	133,16	73	207
8	133,19	73	187
9	123,81	73	185
10	128,92	73	189
11	125,83	73	185
12	124,31	73	189
	Gemiddelde:	73	192
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	130,46	129,33
	St. Dev. (fluo)	3,63	3,92

W/C		0,70	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	139,80	82	196
2	144,19	78	200
3	137,04	82	193
4	132,01	78	190
5	133,29	82	186
6	130,68	78	190
7	126,81	84	200
8	123,95	68	196
9	125,00	68	196
10	137,79	84	200
11	131,24	80	200
12	123,52	68	196
	Gemiddelde:	78	195
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	136,17	132,11
	St. Dev. (fluo)	4,73	6,36

REEKS 2 VERGROTING 40x

W/C 0,35			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	62,73	42	114
2	67,21	40	121
3	68,38	40	121
4	69,27	46	114
5	67,59	40	121
6	70,21	41	114
7	68,27	44	114
8	70,63	38	133
9	67,81	44	114
10	64,66	40	133
11	72,51	40	121
12	56,90	34	114
	Gemiddelde:	41	118
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	67,57	67,18
	St. Dev. (fluo)	2,38	3,97

W/C 0,40			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	73,91	41	141
2	75,60	41	146
3	73,96	41	125
4	77,07	41	146
5	71,34	41	125
6	79,58	41	146
7	70,16	41	114
8	75,40	40	136
9	71,87	41	114
10	74,99	41	136
11	75,18	41	141
12	73,78	41	136
	Gemiddelde:	41	134
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	75,24	74,40
	St. Dev. (fluo)	2,61	2,45

W/C 0,45			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	72,47	41	146
2	82,81	34	140
3	80,57	41	136
4	87,74	43	142
5	77,41	43	142
6	75,68	41	136
7	77,36	41	140
8	79,93	42	146
9	77,04	37	146
10	80,19	43	140
11	81,04	48	146
12	80,14	43	140
	Gemiddelde:	41	142
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	79,45	79,37
	St. Dev. (fluo)	4,97	3,68

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	89,79	42	140
2	83,10	41	143
3	82,10	41	143
4	79,82	42	140
5	77,51	41	143
6	80,87	42	140
7	78,73	41	140
8	85,10	41	136
9	78,67	45	140
10	80,97	41	136
11	71,30	41	136
12	84,69	49	140
	Gemiddelde:	42	140
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	82,20	81,05
	St. Dev. (fluo)	3,83	4,39

REEKS 2 VERGROTING 40x

W/C 0,55			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	87,86	41	146
2	86,39	41	143
3	88,11	41	143
4	88,37	41	144
5	90,66	45	142
6	77,50	41	144
7	84,76	41	148
8	89,52	41	136
9	82,16	41	153
10	87,41	41	148
11	88,05	41	148
12	82,12	41	153
	Gemiddelde:	41	146
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	86,48	86,08
	St. Dev. (fluo)	4,21	3,62

W/C 0,60			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	88,16	54	155
2	92,61	44	146
3	92,14	44	146
4	94,01	46	149
5	89,66	52	149
6	88,85	44	146
7	80,40	51	155
8	90,81	41	149
9	88,21	51	155
10	86,92	41	149
11	84,63	44	146
12	91,68	51	155
	Gemiddelde:	47	150
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	90,91	89,01
	St. Dev. (fluo)	2,14	3,62

W/C 0,65			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	102,07	46	174
2	89,59	53	159
3	92,99	52	173
4	93,62	46	167
5	93,76	52	173
6	91,02	46	167
7	81,28	44	140
8	93,91	44	151
9	89,99	44	159
10	92,58	46	151
11	99,94	52	159
12	94,19	46	174
	Gemiddelde:	48	162
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	93,84	92,91
	St. Dev. (fluo)	3,97	4,96

W/C 0,70			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	98,46	52	149
2	86,06	49	174
3	96,52	52	149
4	92,05	49	174
5	89,75	52	149
6	88,50	49	166
7	86,76	46	167
8	98,42	52	163
9	92,80	52	163
10	95,86	46	167
11	89,37	46	167
12	96,00	52	154
	Gemiddelde:	50	162
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	91,89	92,55
	St. Dev. (fluo)	4,37	4,27

REEKS 3 VERGROTING 10x

W/C 0,35			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	96,37	55	166
2	95,63	59	166
3	95,74	55	166
4	94,75	59	166
5	96,05	59	166
6	92,57	55	166
7	88,38	55	166
8	93,80	59	164
9	94,14	59	166
10	87,12	55	166
11	98,94	59	166
12	86,78	55	166
		57	166
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	95,19	93,36
	St. Dev.	1,27	3,75

W/C 0,40			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	100,30	65	159
2	107,11	65	167
3	99,93	59	167
4	104,59	65	159
5	100,60	59	167
6	96,04	65	156
7	106,08	65	171
8	104,94	65	167
9	104,85	65	167
10	102,67	65	159
11	100,53	65	159
12	101,77	59	167
		64	164
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	101,43	102,45
	St. Dev.	3,55	3,04

W/C 0,45			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	103,46	68	178
2	108,36	58	180
3	115,66	58	182
4	111,45	68	177
5	114,21	70	182
6	103,57	68	176
7	109,68	68	176
8	111,27	66	182
9	104,35	68	174
10	105,93	63	182
11	94,24	68	175
12	102,70	58	182
		65	179
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	109,45	107,07
	St. Dev.	4,78	5,68

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	111,53	69	184
2	107,36	63	189
3	112,32	69	184
4	107,02	58	189
5	107,16	69	184
6	109,52	56	198
7	117,77	69	184
8	124,88	74	189
9	114,21	69	184
10	112,54	57	189
11	114,35	69	184
12	115,49	57	189
		65	187
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	109,15	112,85
	St. Dev.	2,14	4,91

REEKS 3 VERGROTING 10x

W/C 0,55			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	121,18	66	196
2	121,72	63	188
3	122,42	66	192
4	112,28	63	188
5	122,41	73	188
6	126,77	66	188
7	113,92	63	191
8	124,11	71	190
9	123,05	63	191
10	121,38	66	188
11	124,12	66	194
12	129,42	63	188
		66	188
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	121,13	121,90
	St. Dev.	4,35	4,56

W/C 0,60			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	125,09	72	193
2	120,18	70	191
3	126,06	70	191
4	119,50	72	193
5	123,29	70	191
6	121,81	72	193
7	127,79	70	191
8	128,11	72	193
9	125,52	70	191
10	131,79	72	193
11	125,05	70	191
12	124,49	72	193
		71	192
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	122,66	124,89
	St. Dev.	2,41	3,31

W/C 0,65			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	132,59	67	212
2	129,95	67	212
3	128,94	67	212
4	134,91	79	204
5	130,17	79	204
6	144,24	78	212
7	127,42	60	191
8	123,52	75	195
9	121,40	60	191
10	128,04	79	195
11	122,62	79	204
12	127,88	79	215
		72	204
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	133,47	129,31
	St. Dev.	5,21	5,88

W/C 0,70			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	138,40	82	198
2	124,30	81	204
3	136,03	62	204
4	141,66	87	193
5	142,37	87	210
6	124,89	81	204
7	136,19	91	204
8	130,55	66	204
9	133,94	66	204
10	133,64	82	204
11	136,81	66	204
12	133,12	82	201
		78	203
		6 zones	12 zones
	Gemiddelde	134,61	134,33
	St. Dev.	7,38	5,43

REEKS 3 VERGROTING 40x

W/C 0,35			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	71,52	43	132
2	76,75	46	129
3	72,45	43	132
4	65,42	36	129
5	67,39	37	129
6	72,19	43	126
7	66,48	43	132
8	75,24	43	129
9	73,26	44	129
10	68,35	43	132
11	70,99	46	129
12	67,51	43	132
Gemiddelde:		43	130
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		70,95	70,63
St. Dev. (fluo)		3,67	3,44

W/C 0,40			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	76,75	43	147
2	76,93	41	133
3	75,35	41	133
4	70,11	43	147
5	75,84	41	133
6	72,56	43	147
7	73,17	41	133
8	75,20	40	140
9	74,51	41	133
10	77,55	40	140
11	82,97	43	147
12	76,73	41	133
Gemiddelde:		42	139
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		74,59	75,64
St. Dev. (fluo)		2,47	3,02

W/C 0,45			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	81,95	43	149
2	78,16	45	142
3	85,08	45	142
4	82,77	43	138
5	73,15	45	142
6	74,89	43	138
7	83,10	43	151
8	75,38	45	142
9	71,22	41	130
10	73,66	45	142
11	82,32	43	149
12	78,15	45	142
Gemiddelde:		44	142
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		79,33	78,32
St. Dev. (fluo)		4,30	4,44

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	80,37	42	144
2	76,12	45	142
3	79,92	42	144
4	81,24	45	142
5	80,22	42	144
6	75,73	45	142
7	79,24	42	140
8	77,47	45	142
9	83,02	42	140
10	82,30	45	142
11	82,11	42	144
12	82,23	45	142
Gemiddelde:		44	142
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		78,93	80,00
St. Dev. (fluo)		2,17	2,34

REEKS 3 VERGROTING 40x

W/C		0,55	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	88,00	44	155
2	87,65	45	160
3	86,52	44	155
4	85,15	45	160
5	87,22	45	158
6	85,07	44	155
7	84,86	45	142
8	89,49	44	155
9	86,72	45	147
10	85,59	44	155
11	87,88	44	155
12	96,32	45	160
	Gemiddelde:	45	155
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	86,60	87,54
	St. Dev. (fluo)	1,15	2,97

W/C		0,60	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	81,67	44	155
2	85,36	45	160
3	88,57	45	160
4	79,75	44	153
5	89,52	45	160
6	89,18	44	153
7	90,09	45	158
8	88,90	44	155
9	94,85	45	162
10	93,25	44	155
11	95,82	45	166
12	89,34	44	155
	Gemiddelde:	45	158
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	85,68	88,86
	St. Dev. (fluo)	3,80	4,59

W/C		0,65	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	93,40	46	177
2	99,74	53	177
3	96,58	53	170
4	93,91	44	177
5	101,69	44	177
6	98,67	53	170
7	103,06	41	175
8	91,67	44	177
9	97,46	41	177
10	89,76	44	175
11	84,34	44	177
12	87,35	44	177
	Gemiddelde:	46	176
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	97,33	94,80
	St. Dev. (fluo)	3,01	5,54

W/C		0,70	
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	92,95	48	170
2	94,08	57	170
3	100,17	57	170
4	94,38	48	170
5	87,54	48	170
6	85,95	57	170
7	92,25	48	170
8	94,86	53	170
9	95,81	53	170
10	92,13	48	170
11	90,30	57	170
12	86,58	48	170
	Gemiddelde:	52	170
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	92,51	92,25
	St. Dev. (fluo)	4,70	3,96

Bijlage E: Gemeten fluorescentie parameterstudie

CEMENTGEHALTE							
REEKS 1 VERGROTING 40x				REEKS 2 VERGROTING 40x			
W/C 0,50				W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr	Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	94,35	60	179	1	70,84	37	179
2	83,74	40	179	2	67,91	37	179
3	75,20	42	179	3	93,20	57	179
4	83,87	53	179	4	74,24	34	179
5	72,11	44	179	5	69,47	42	179
6	76,63	40	179	6	79,50	42	179
7	79,62	46	188	7	75,62	47	179
8	69,02	38	179	8	70,46	33	179
9	67,43	45	179	9	78,74	49	179
10	74,04	34	179	10	83,26	51	179
11	83,07	41	179	11	72,16	40	179
12	96,45	60	179	12	62,38	31	179
	Gemiddelde:	45	180		Gemiddelde:	42	179
		6 zones	12 zones			6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	80,98	79,63		Gem. Fluo.	75,86	74,82
	St. Dev. (Fluo)	7,37	8,78		St. Dev. (Fluo)	8,62	7,75
REEKS 1 VERGROTING 10x				REEKS 2 VERGROTING 10x			
W/C 0,50				W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr	Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	112,66	42	225	1	100,83	57	225
2	100,92	58	225	2	96,39	48	225
3	101,27	43	225	3	106,60	71	225
4	105,62	51	225	4	112,65	52	225
5	96,50	74	225	5	108,36	56	225
6	108,75	57	225	6	101,36	56	225
7	101,94	60	225	7	109,82	55	225
8	101,47	58	225	8	98,92	47	225
9	94,51	52	225	9	91,31	58	225
10	108,51	58	225	10	102,84	51	225
11	94,96	64	225	11	95,87	51	225
12	87,53	47	225	12	96,28	57	225
	Gemiddelde:	55	225		Gemiddelde:	55	225
		6 zones	12 zones			6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	104,29	101,22		Gem. Fluo.	105,14	101,77
	St. Dev. (Fluo)	5,37	6,80		St. Dev. (Fluo)	5,35	6,22

CEMENTTYPE

REEKS 1 VERGROTING 40x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	98,08	57	159
2	103,14	57	159
3	96,83	57	159
4	103,94	57	156
5	95,72	57	153
6	100,74	57	153
7	93,41	49	148
8	98,77	49	159
9	108,07	57	159
10	97,68	57	159
11	96,54	57	159
12	99,02	57	159
	Gemiddelde:	56	157
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	99,74	99,33
	St. Dev. (Fluo)	3,10	3,88

REEKS 2 VERGROTING 40x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	93,02	57	153
2	96,04	57	153
3	99,49	57	153
4	96,50	57	153
5	92,64	57	153
6	98,60	57	153
7	97,13	57	153
8	97,80	57	153
9	93,38	57	153
10	99,96	57	153
11	95,87	57	153
12	95,95	57	153
	Gemiddelde:	57	153
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	96,05	96,37
	St. Dev. (Fluo)	2,56	2,32

REEKS 1 VERGROTING 10x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	134,15	71	191
2	141,03	71	197
3	146,15	71	197
4	138,08	71	197
5	130,70	71	197
6	134,93	71	197
7	135,22	73	200
8	136,57	76	200
9	134,38	76	200
10	137,43	79	200
11	139,80	79	191
12	130,58	79	191
	Gemiddelde:	74	197
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	137,51	136,59
	St. Dev. (Fluo)	5,03	4,19

REEKS 2 VERGROTING 10x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	134,80	77	213
2	141,68	77	195
3	133,34	77	195
4	135,50	77	195
5	131,07	86	195
6	132,31	75	202
7	139,45	78	205
8	135,34	78	199
9	125,94	78	199
10	141,70	78	206
11	130,62	78	211
12	139,32	78	213
	Gemiddelde:	78	202
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	134,78	135,09
	St. Dev. (Fluo)	3,42	4,61

VLIEGAS

REEKS 1 VERGROTING 40x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	80,00	41	141
2	81,64	41	141
3	77,78	41	141
4	80,15	41	141
5	76,93	41	141
6	79,53	41	141
7	80,85	41	141
8	78,49	41	141
9	83,40	41	141
10	82,62	41	141
11	85,67	41	141
12	84,08	41	141
Gemiddelde:		41	141
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		79,34	80,93
St. Dev. (Fluo)		1,56	2,54

REEKS 2 VERGROTING 40x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	80,12	41	141
2	79,46	41	141
3	81,84	41	141
4	77,62	41	141
5	75,97	41	141
6	84,01	41	141
7	77,22	41	141
8	79,30	41	141
9	77,62	41	141
10	80,38	41	141
11	76,37	41	141
12	78,91	41	141
Gemiddelde:		41	141
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		79,84	79,07
St. Dev. (Fluo)		2,63	2,23

REEKS 1 VERGROTING 10x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	111,40	64	165
2	108,90	64	165
3	112,45	64	165
4	108,75	64	165
5	110,53	64	165
6	105,06	64	165
7	108,88	62	184
8	114,37	62	171
9	112,14	64	178
10	113,31	64	173
11	116,94	64	173
12	114,44	64	173
Gemiddelde:		64	170
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		109,52	111,43
St. Dev. (Fluo)		2,38	3,09

REEKS 2 VERGROTING 10x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	111,09	64	171
2	114,36	64	171
3	112,78	59	171
4	108,16	59	171
5	106,01	59	171
6	115,97	59	171
7	106,94	64	171
8	106,05	64	171
9	107,52	64	171
10	111,22	64	171
11	107,86	64	171
12	113,12	64	171
Gemiddelde:		62	171
		6 zones	12 zones
Gem. Fluo.		111,40	110,09
St. Dev. (Fluo)		3,44	3,29

KALKSTEENMEEL

REEKS 1 VERGROTING 40x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	86,43	40	140
2	94,68	40	140
3	85,97	40	140
4	85,86	40	140
5	88,38	40	140
6	85,43	40	140
7	85,48	40	140
8	89,34	40	140
9	84,41	40	140
10	92,56	40	140
11	86,05	40	140
12	87,39	40	140
	Gemiddelde:	40	140
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	87,79	87,67
	St. Dev. (Fluo)	3,22	2,99

REEKS 2 VERGROTING 40x

W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	95,12	40	140
2	88,30	40	140
3	85,57	40	140
4	86,37	40	140
5	89,39	40	140
6	83,19	40	140
7	91,74	40	140
8	94,12	40	140
9	88,35	40	140
10	83,02	40	140
11	88,69	40	140
12	75,95	40	140
	Gemiddelde:	40	140
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	87,99	87,48
	St. Dev. (Fluo)	3,75	5,03

REEKS 1 VERGROTING 10x

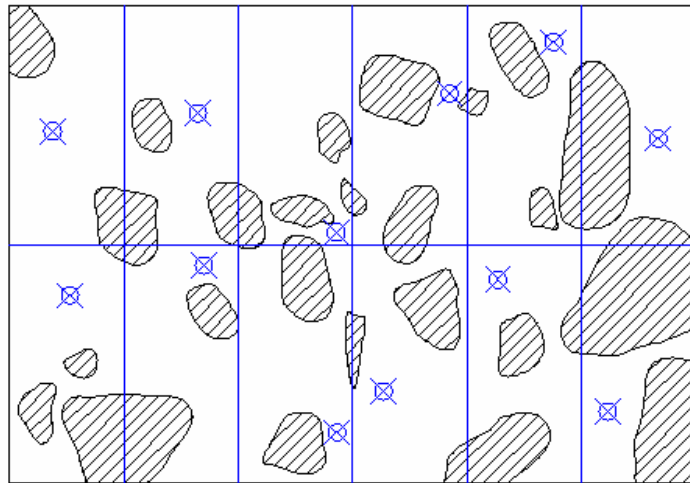
W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	122,39	60	208
2	125,78	60	208
3	121,06	60	208
4	116,94	60	208
5	123,16	60	208
6	127,16	60	208
7	129,88	60	208
8	129,04	60	208
9	122,55	60	208
10	124,30	60	208
11	125,32	60	208
12	118,18	60	208
	Gemiddelde:	60	208
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	122,75	123,81
	St. Dev. (Fluo)	3,31	3,79

REEKS 2 VERGROTING 10x

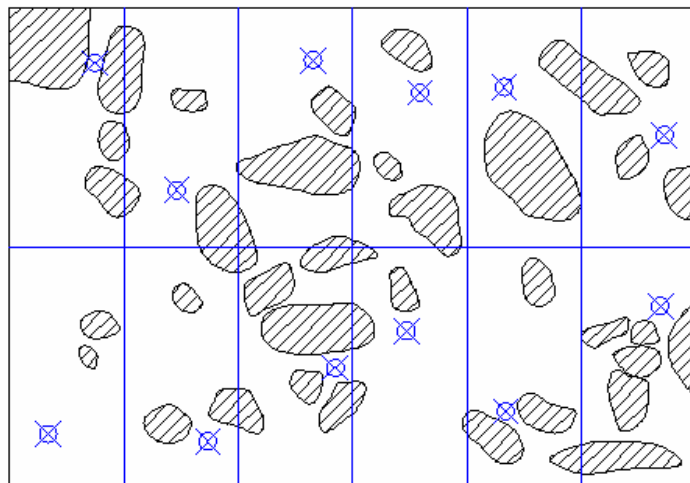
W/C 0,50			
Beeld	Fluorescentie	Laagste Thr	Hoogste Thr
1	128,13	60	198
2	118,89	60	198
3	126,54	60	191
4	124,61	60	191
5	124,67	60	201
6	117,67	60	201
7	125,39	60	208
8	120,96	60	208
9	115,12	60	208
10	126,70	60	208
11	117,58	60	198
12	105,42	60	198
	Gemiddelde:	60	201
		6 zones	12 zones
	Gem. Fluo.	123,42	120,97
	St. Dev. (Fluo)	3,84	6,22

Bijlage F: Gedigitaliseerde slijpplaatjes parameterstudie

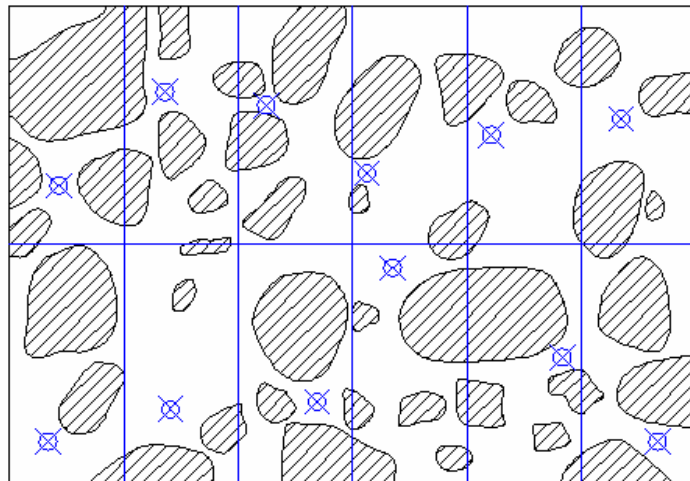
CG (1)



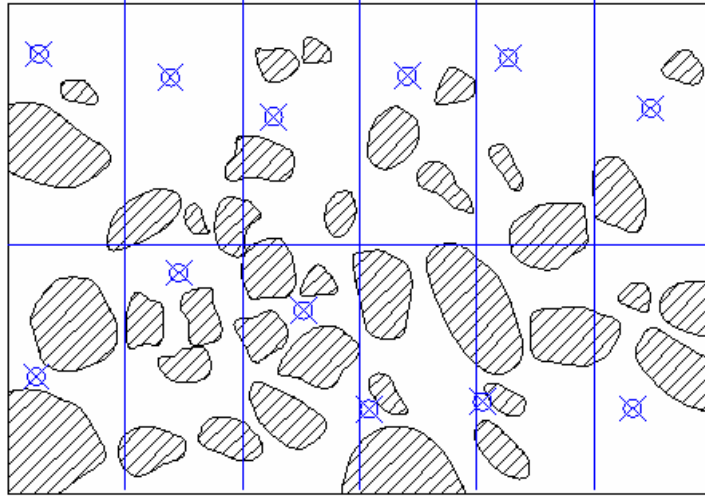
CG (2)



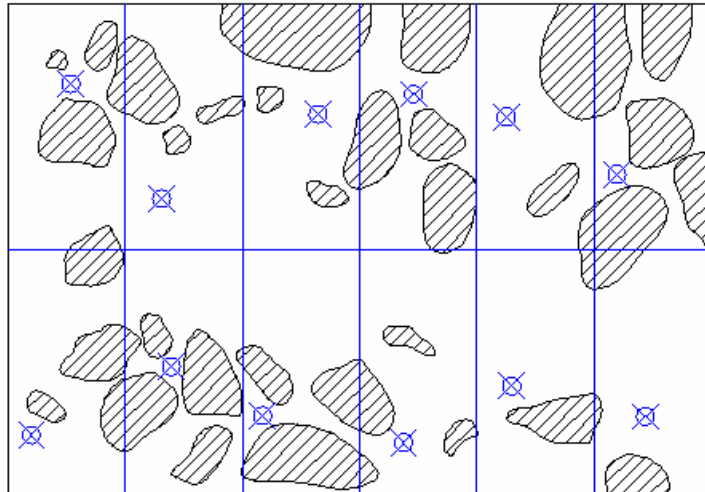
CT (1)



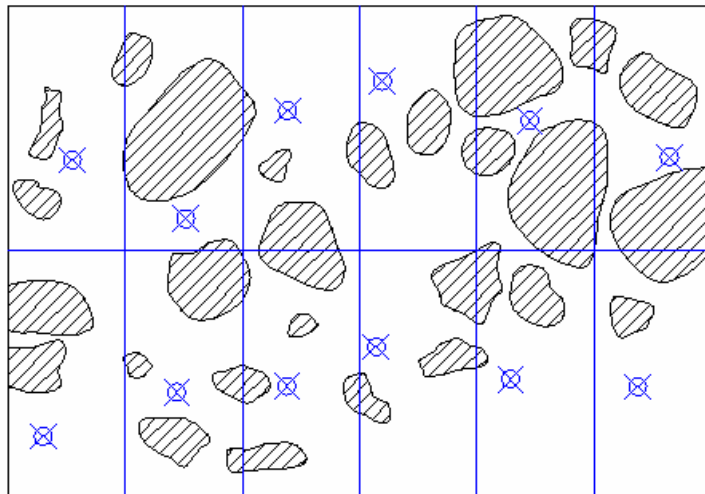
CT (2)



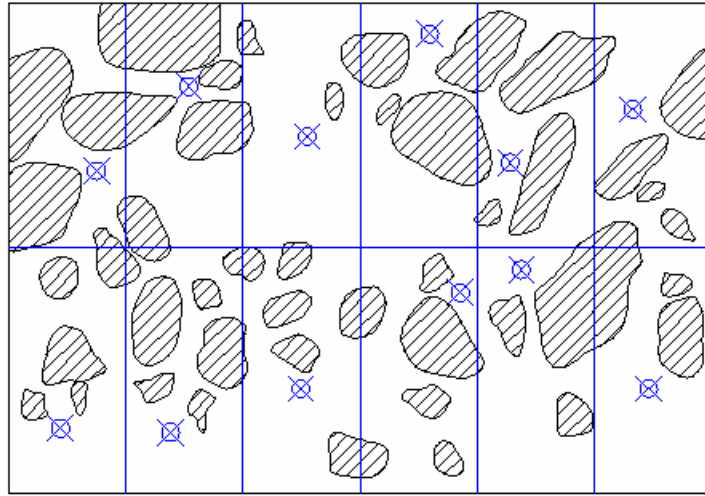
KM (1)



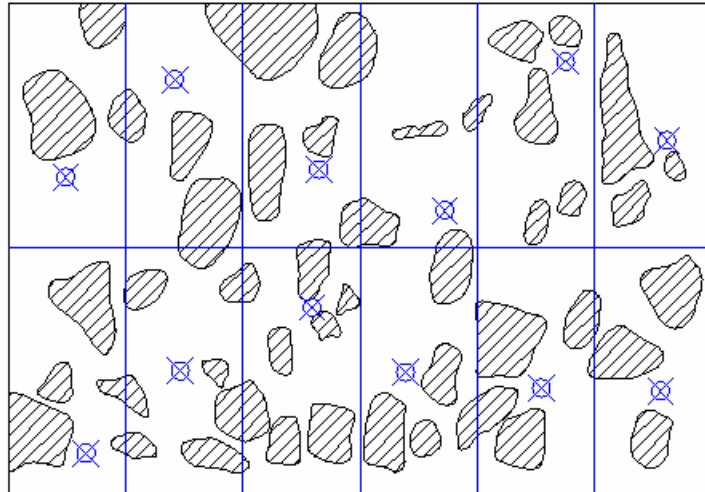
KM (2)



VL (1)

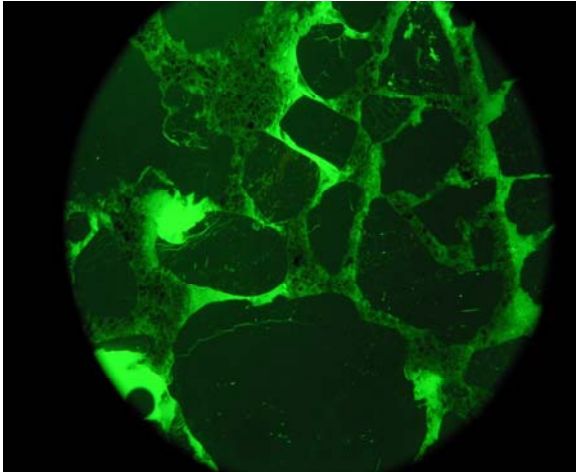


VL (2)

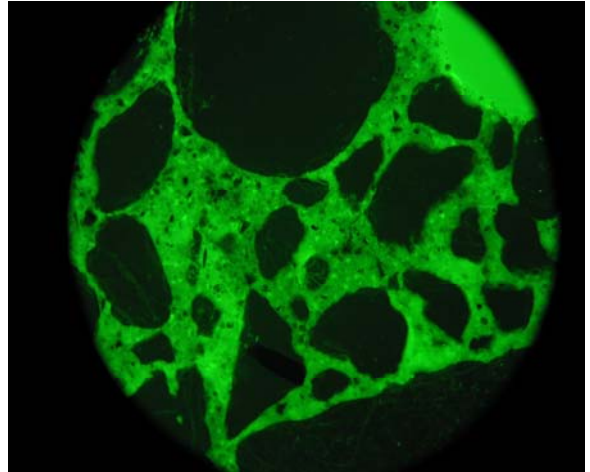


Bijlage G: Parameterstudie (vergroting 10x)

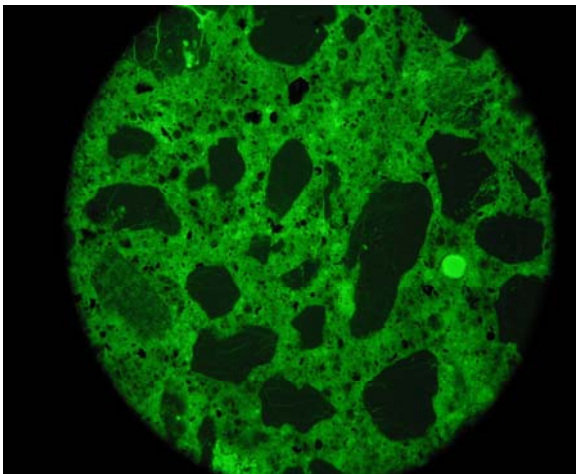
Cementgehalte (CG)



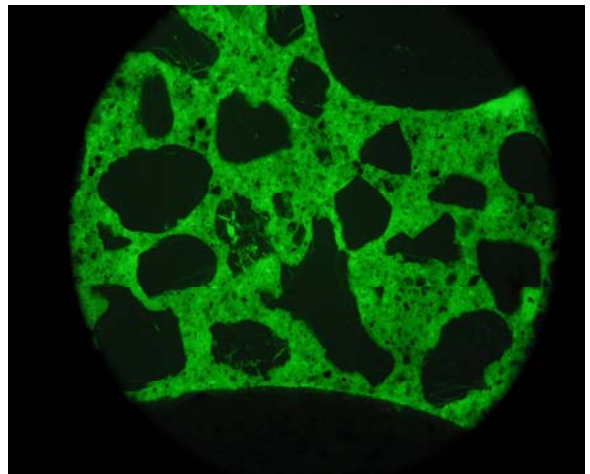
Cementtype (CT)



Vliegias (VL)



Kalksteenmeel (KM)



Referentielijst

- [1] Neville A.M. (1999), How Useful is the Water-Cement Ratio?, Concrete International, Vol. 21, p 69-70.
- [2] Taerwe L. (1997), Betontechnologie, cursus Universiteit Gent.
- [3] CUR/Betonvereniging-publicatie 172 (1998), Duurzaamheid en onderhoud van betonconstructies, Stichting CUR, Gouda.
- [4] NBN EN 206-1 (2001), Beton – Deel I: Specificaties, eigenschappen, vervaardiging en conformiteit.
- [5] NBN B15-001 (2004), Aanvulling op NBN EN 206-1.
- [6] Taerwe L. (2003), De nieuwe Europese norm voor beton, Bouwkroniek Betondag 16/10/03.
- [7] Jakobsen U.H., Laugesen P. and Thaulow N. (2000), Determination of water to cement ratio in hardened concrete by optical fluorescence microscopy, ACI Symposium Volume: “Water-Cement ratio and other Durability Parameters: Techniques for determination”, SP 191.
- [8] Powers T., Brownyard L. (1946-1947), Studies of the physical properties of hardened Portland cement paste (nine parts), Journal of the American Concrete Institute, Vol. 43.
- [9] Feldman R.F. and Sereda P.J. (1970), A new model of hydrated cement and its practical implications, Eng. J. Can., Vol. 53, p 53-59.
- [10] Jennings H. (2004), Colloid model of C-S-H and implications to the problem of creep and shrinkage, Materials and Structures, Vol. 37, No. 265, p 59-70.
- [11] Belgische Betongroepering (2006), Betontechnologie, 4^{de} herziene druk, Brussel.
- [12] Poppe A.-M. (2004), Invloed van vulstoffen op hydratatie en eigenschappen van zelfverdichtend beton, doctoraatsproefschrift, Universiteit Gent.

- [13] Van Breughel K. (1991), Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement based materials, doctoraatsthesis, TU Delft.
- [14] Neville A.M. (1995), Properties of Concrete, fourth edition, Essex, Longman, UK.
- [15] US FHA (1997), Petrographic methods of examining hardened concrete: a petrographic manual, U.S. Department of Transportation, Federal Highway Administration, www.tfhrc.gov/pavement/pccp/petro/chaptr06.htm.
- [16] Mehta P.M., Monteiro P.J.M. (2001), Concrete microstructure, properties and materials, 2nd Edition, University of California.
- [17] St. John D.A., Poole A.B. and Sims I. (1998), Concrete Petrography – A handbook of investigative techniques, Arnold London, Sydney, Auckland.
- [18] Nordtest Method (1991), Concrete, hardened: Water-cement ratio, NT BUILD 361.
- [19] Neville A. (2003), How closely can we determine the water-cement ratio of hardened concrete?, Materials and Structures, Vol.36, p 311-318.
- [20] Jakobsen U. H. (2002), Fluorescence petrography of concrete, Training Course Concrete Experts International.
- [21] Roy D.M., Grutzeck M.W., Scheetz B.E. (1993), Concrete Microscopy, SHRP-C-662.
- [22] Jane Selverstone (2003), Optical mineralogy in a nutshell, Optical Mineralogy short course, University of New Mexico.
- [23] BS 1881: Part 124 (1988), Testing concrete, Methods for analysis of hardened concrete.
- [24] Concrete Society Technical Report (1989), Analysis of hardened concrete, Vol. 32.
- [25] ASTM C457 (1998), Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete.

- [26] Jakobsen U.H., Johansen V. and Thaulow N. (1997), Optical Microscopy - A Primary Tool in Concrete Examination. Proceedings of the 19th ICMA Conference on Cement Microscopy, Illinois, USA, p 282-296.
- [27] Audenaert K. (2006), Transportmechanismen in zelfverdichtend beton in relatie met carbonatatie en chloridepenetratie, doctoraatsthesis, Universiteit Gent.
- [28] Jakobsen U.H., Johansen V. and Thaulow N. (1995), Estimating the capillary porosity of cement by fluorescence microscopy and image analysis, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 370, p 227-236.
- [29] Belgische Betongroepering (1992), Beton onder de microscoop, Studiedag 14/05/92.
- [30] Diamond S., Huang J. (2001), The ITZ in concrete – A different view based on image analysis and SEM observations, Cement Concrete Composites 23, p 179-188.
- [31] Elsharief A., Cohen M.D. and Olek J. (2002), Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone, Cement and Concrete Research 33, p 1837-1849.
- [32] Zheng J.J., Li C. Q. and Zhou X. Z. (2005), Thickness of interfacial transition zone and cement content profiles around aggregates, Magazine of Concrete Research, Vol. 57, No.7, p 397-406.
- [33] Boel V. (2007), Microstructuur van zelfverdichtend beton in relatie met gaspermeabiliteit en duurzaamheidsaspecten, doctoraatsthesis, Universiteit Gent.

