Invloed van luchtgehalte op microstructuur en reologische eigenschappen van traditionele en zelfverdichtende mortel

Michiel Deneckere

Promotoren: prof. dr. ir. Geert De Schutter, dr. ir. Veerle Boel Begeleider: Jeroen Dils

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde

Ingenieurswetenschappen en Architectuur, Instituut permanente vorming van de faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur (IVPV), Vakgroep Bouwkundige Constructies Voorzitter: prof. dr. ir. Luc Taerwe Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur Academiejaar 2011-2012



Invloed van luchtgehalte op microstructuur en reologische eigenschappen van traditionele en zelfverdichtende mortel

Michiel Deneckere

Promotoren: prof. dr. ir. Geert De Schutter, dr. ir. Veerle Boel Begeleider: Jeroen Dils

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde

Ingenieurswetenschappen en Architectuur, Instituut permanente vorming van de faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur (IVPV), Vakgroep Bouwkundige Constructies Voorzitter: prof. dr. ir. Luc Taerwe Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur Academiejaar 2011-2012



Dankwoord

Graag een woordje dank voor alle mensen die hebben bijgedragen tot de totstandkoming van deze scriptie. Zonder hun hulp was deze scriptie niet mogelijk geweest.

Vooreerst wil ik mijn promotors oprecht bedanken, ir. Jeroen Dils voor zijn dagelijkse steun en het nalezen van de teksten, Prof. dr. ir. Geert De Schutter en dr. ir. Veerle Boel voor het telkens opnieuw op het goede spoor zetten van dit onderzoek.

Mijn dank gaat ook uit naar het volledige team medewerkers van het Laboratorium Magnel. Zij zorgden voor de technische begeleiding en aangename werksfeer.

Dank ook voor prof. dr. ir. Salima Aggoun en de doctoraatstudenten te Cergy die mij hielpen tijdens mijn Erasmusuitwisseling.

Tot slot wil ik mijn ouders, mijn broer Maarten en vrienden bedanken. Zij hebben mij voortdurend aangemoedigd, niet alleen bij deze thesis, maar ook gedurende mijn volledige opleiding.

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.

Deneckere Michiel

Invloed van luchtgehalte op microstructuur en reologische eigenschappen van traditionele en zelfverdichtende mortel

door

Michiel Deneckere

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde.

Academiejaar 2011-2012

Promotoren: prof. dr. ir. Geert De Schutter, dr. ir. Veerle Boel Begeleider: ir. Jeroen Dils

Samenvatting

Deze scriptie bestudeert de invloed van het luchtgehalte op de microstructuur en de reologische eigenschappen van traditionele en zelfverdichtende mortel. Er worden testen uitgevoerd op pasta en op mortel. Enerzijds wordt het luchtgehalte gevarieerd door het vacuümmengen: door deze mengprocedure onder lage druk wordt minder lucht ingesloten tussen de specie. Om grote luchtgehaltes te verkrijgen wordt luchtbelvormer toegevoegd. De resultaten tonen inderdaad dat vacuümmengen voor een daling van het luchtgehalte zorgt en dat toevoeging van luchtbelvormer het luchtgehalte doet stijgen. Toenemend luchtgehalte doet de vloeigrens en de plastische viscositeit stijgen. Dit stijgend luchtgehalte zorgt ook voor een daling in verwerkbaarheid en tangentiële viscositeit bij zelfverdichtende mortel. Daarentegen worden inverse relaties bekomen bij de pasta en conventionele mortel. Het vacuümmengen zorgt ook voor een kleine stijging van de vloeigrens en de viscositeit. De resultaten kunnen verklaard worden door de volgende mechanismen: de vorming van bellenbruggen tussen de cementdeeltes wanneer surfactantionen aanwezig zijn, de vervorming van de bellen door schuifspanning en de werking van de bellen als inwendige smering.

Er zijn ook testen uitgevoerd om de sterkte van de verharde mortel te bepalen. Vacuümmengen zorgt bij de zelfverdichtende mortels voor geen significant verschil, bij de traditionele mortels is er wel een stijging van de sterkte. Toevoeging van luchtbelvormer zorgt bij beide mortels voor een daling van de sterkte. Ten slotte wordt de microstructuur van de mortel bekeken: vacuümmengen zorgt voor een kleine stijging in porositeit en kritische diameter. Toevoeging van luchtbelvormer zorgt voor een significante stijging in porositeit en kritische diameter.

Trefwoorden

Reologie, cementgebonden materialen, luchtgehalte, vacuüm, microstructuur.

The influence of air content on the microstructure and the rheological properties of vibrated and selfconsolidating mortar

Michiel Deneckere

Supervisor(s): prof. dr. ir. Geert De Schutter, prof. dr. ir. Veerle Boel, ir. Jeroen Dils

Abstract: The main goal of this research is to study the effects of the air content on workability and rheological parameters of cement paste and mortar. The air content is modified using a vacuum mixer and the addition of air-entraining agents. Vacuum mixing causes a decrease in air content where the air-entraining agents increase the air content. With increasing air content, the yield stress and the plastic viscosity increase. The increasing air content also causes a decrease in workability and tangential viscosity for self-compacting mortar, inverse relations are found for paste and vibrated mortar. The results can be explained by the following effects: the formation of bubble bridges between the cement particles, the opposition to the flow by non deformed bubbles and the mechanism of air bubbles as internal bearings, reducing internal friction.

Keywords: air content, air entrainment, rheology, workability, cement , vacuum.

I. INTRODUCTION

It has been observed by researchers that the air content has an influence on the workability and the rheological properties of paste and mortar. Rheology is defined as the study of the flow of matter. At present, most research neglects the influence of non-linear behavior and uses the linear Bingham model for paste and mortar. For this research a non-linear model is necessary and is provided by the modified Bingham model [1].

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \cdot \dot{\gamma} + c \cdot \dot{\gamma}^2 \tag{1}$$

 τ_0 : the yield stress

 μ_p : the plastic viscosity (Pa.s); c: a 2nd order parameter (Pa.s²).

The yield stress must be exceeded in order to initiate flow, the (plastic) viscosity is the resistance to increase the flow velocity. The factor c/μ gives the intensity of the non-linear behavior. Negative values correspond with shear thinning and positive values with shear thickening.

Parameters that affect the rheological parameters include the amount of the coarse and the fine aggregates, the watercement ratio (w/c) and the incorporation of chemical admixtures who disperse the cement particles (water-reducing admixtures).

This research determines the effects of entrained air on yield stress, plastic viscosity, tangential viscosity and the factor c/μ . The tests are performed on cement paste and mortar. Two manipulations of the air content are used: vacuum mixing and

the addition of air-entraining agents. By lowering the pressure during mixing, less air is entrapped by the mortar which causes a reduction in the air content of the fresh mortar.

Air-entraining agents act by reducing the surface tension at the water-air interface. Bubbles are produced by agitation and are stabilized by the air-entraining agent through the reduction in surface tension. The addition of these agents increases the air content of the fresh paste and mortar.

It is known that entrained air increases slump and that slump shows a negative correlation with yield stress, so at this stage it is expected that entrained air would decrease both yield stress and viscosity. This research reveals quite different effects. The explanations provide some understanding of the microstructure of the fresh paste and mortar [2].

II. MATERIAL AND EXPERIMENTAL METHODS

A. Material

The materials used are CEM I 52,5N both for the cement paste and the mortar, a superplasticizer GLENIUM® 51 con.35%; an air-entraining agent Micro air®; limestone filler Omya betocarb® and a Rhinesand 0/4. The composition of the tested paste and mortar is shown in Table II-1 and Table II-2. The composition of the mortar is derived from the equivalent concrete composition [3].

Table II-1: composition of tested paste

	VP 0,5	VP 0,4	SCP 0,5
CEM I 52,5 N (kg/m ³)	1215,69	1383,93	1209,98
filler(kg/m ³)			406,34
water (kg/m ³)	607,84	553,57	609,68
SP (kg/m ³)			8,67
water/cement	0,5	0,4	0,5
water/binder	0,5	0,4	0,375

Table II-2: composition of tested mortar

	VM 0,5	VM 0,4	SCM 0,4	SCM 0,46
Sand 0/4 (kg/m ³)	1451,43	1461,76	1297,65	1225,46
CEM I 52,5 N (kg/m ³)	548,57	620,59	523 <i>,</i> 82	502,89
filler(kg/m ³)	0	0	349,12	383 <i>,</i> 95
water (kg/m ³)	274,29	248,24	209,41	230,37
SP (ml/m³)	571,43	1764,71	1029,41	721,71
water/cement	0,5	0,4	0,4	0,46
water/binder	0,5	0,4	0,24	0,259

Ghent University (UGent), Department of Structural Engineering, Magnel Laboratory for Concrete Research, Belgium. Michiel.Deneckere@UGent.be

B. Equipment

The tests on cement paste have taken place in the laboratory in Cergy-Pontoise, France. A Braun Powerblend mixer® has been used to mix the compositions and the rheological parameters have been determined by using a Thermo Haake RS 150 rheometer. The tests on mortar have been performed in Zwijnaarde, Belgium. The Magnel laboratory is equipped with an Eirich R02/VAC intensive vacuum mixer. It gives the possibility to reduce the internal pressure during mixing to a minimum of 50 Pa. An Anton Paar MCR 52 is available for the rheological research.

C. Experimental methods

1) Mixing procedure

The pastes are mixed 25 seconds at an average speed and 25 seconds at maximum speed (Braun Powerblend). For vibrated mortar there is a 15 second dry mixing, followed by a 45 second intensive mixing at modified pressure. For self-compacting mortar the 45 second intensive mixing is replaced by 40 seconds intensive mixing at atmospheric pressure followed by 70 seconds intensive mixing at modified pressure.

2) Workability tests

The workability of the cement paste is tested by measuring the slump flow. In case of the vibrational mortar, the slump test and the flow table test [EN 12350-5] are examined. For the self-compacting mortar the slumpflow test and the Vfunnel test are performed.

3) Rheological tests

During the research of rheological parameters performed on paste, a cylindrical spindle with rough surface is used. A profile of shear rate is needed as input, it is composed of a constant preshearing at 100/s followed by decreasing steps.

The research on mortars is performed by a vane spindle. The shear rate profile is similar to that for paste except the maximum rate is decreased to 40/s. This lower value is more similar to the common use of mortars.

Air-entraining agents are used to increase the air content of the paste. In this contribution, the dosage of agent is given with respect to cement weight. A maximum of 0,66 % is used.

For the mortars, next to the air-entraining agent also vacuum mixing is used to obtain low air contents. Mixing happens at atmospheric, semi-vacuum (500 Pa) and vacuum (50 Pa) pressure.

During each test, the air content of the composition is measured by the pressure method [EN 12350-7]. For the mortar, only SCM was tested in the reometer.

III. RESULTS AND DISCUSSION

A. Transformation formulas

The rheometer gives the measured torque (T) and rotational speed (N) corresponding to the decreasing steps of the input shear rate profile. To determine the rheological parameters, the info has to be transformed into shear stress and shear rate. There are many formulas to perform this transformation, some taking into account non-linear behavior and the formation of a plug. A comparison of the results shows that the effect of a plug flow can be neglected and that the Reiner-Riwlin point to point equations gives the best results, given in formulas (2)&(3).

$$\tau = \frac{\frac{(R_0^2 + R_i^2)}{(R_0^2 R_i^2)}T}{(R_0^2 R_i^2)}$$
(2)

$$\dot{\gamma} = \frac{(R_0^2 + R_i^2)}{R_0^2 - R_i^2} 2\pi N \tag{3}$$

With R_0 the radius of the container, R_i the radius of the vane, h the height of the vane, N the rotational speed in rps and T the torque in Nm.

For the paste, the transformation is performed using other coaxial methods. The equations (2)&(3) cannot be used because no info of torque and shear rate is filed. For the mortar, the Reiner-Riwlin point to point equations are used [4].

B. Air content

The measurements of the air content of the fresh mortar prove that the vacuum mixing causes a significant decrease in air content. Adding air-entraining agent increases the air content.

C. Workability

When adding air-entraining agent, the vibrated pastes show a decrease in workability. The same effect can be seen for self-compacting mortar, where the workability decreases with increasing air content (Figure III-1). This can be explained by an increase in yield stress (Figure III-3).

It is found that there is a different behavior for the vibrated mortar, where an increase in workability is established. This is shown in Figure III-2. The bubbles work as internal bearings and reduce internal friction.



Figure III-1: slumpflow in function of air content (SCM 0,4)



Figure III-2: slumpflow in function of air content (VM 0,5)

D. Rheological properties

1) Pastes

The results show an increase in yield stress, plastic viscosity and tangential viscosity (at 50/s) when adding air-entraining agent (both VP and SCP). These effects can be explained by following mechanisms [1][2]:

- The formation of bubble bridges between the cement particles, due to the surfactant ions in the air-entraining agents.(1)
- Deformations of the air bubbles due to shear stresses (capillary number), undistorted bubbles oppose to the flow.(2)
- With yield stress the bubbles act as internal bearings and reduce internal friction.(3)

At low shear rates, the bubbles are held spherical due to the low capillary number. They oppose to the flow (mechanism 2) and together with the bubble bridges (mechanism 1) they cause the increase in yield stress and viscosity. At a shear rate of 50/s the bubbles have to deform and a decrease in tangential viscosity is expected. An increase in tangential viscosity is seen meaning that the bubbles have not deformed significantly.

The paste also shows a constant, negative factor c/μ . Which corresponds with a shear thinning behavior, this can also be explained by mechanism 2 where the bubbles deform when the shear rate increases. This causes a reduction in viscosity.

2) Mortar

The same mechanisms as described for paste can be used. When adding air-entraining agents, the yield stress and the plastic viscosity also increase, visible in Figure III-3 for SCM 0,4.



Figure III-3: Reograph (SCM 0,4)

The factor c/μ is positive (vacuum mixed and atmospheric mixed) and diminishes when adding air-entraining agent to a negative value (Figure III-4). This can be explained by the entrained air which is incorporated due to the agents. These bubbles are deformable and cause shear thinning behavior. Without these agents only less deformable bubbles are entrapped. The flocculation of the cement particles dominates and causes shear thickening behavior [4].



Figure III-4: c/μ in function of the air content (SCM 0,4)

For the SCM 0,46 mix a slight increase in yield stress and plastic viscosity is observed by reducing the pressure during mixing. In this situation, no bubble bridges can be formed due to the absence of air-entraining agents. The number of entrapped air bubbles are small, as a result they do not oppose to the flow. Lower air content means a denser mortar and this causes an increase in viscosity and yield stress.

This time the tangential viscosity (at 20/s) decreases with increasing air content. This shows that the bubbles are deformed by the shear rate and work as a fluid in the fresh mortar. Adding more bubbles diminishes the viscosity.

E. Strength mortar

Tests to determine the influence of air content on the flexural strength, compression strength and density of the mortar show a significant decrease in strength when adding air-entraining agent (Figure III-5). For the vibrated mortar, the vacuum mixing causes an increase in strength. This proves the fact that the vacuum avoids the incorporation of air bubbles. This effect does not occur for the self-compacting mortars. The greater part of the incorporated air is repelled out of the mortar due to the self-compacting behavior. This explains why there is little difference for the hardened mortar between vacuum mixing and mixing at atmospheric pressure.



Figure III-5: compression strength (SCM 0,46)

F. Analysis of the microstructure

The Magnel laboratory is equipped with a mercury intrusion porosimeter. The microstructure is described by the parameters total porosity and critical diameter [5]. The total porosity is the percentage mercury that has infiltrated in the mortar in relation to the total volume mortar. The most frequent pore determines the critical diameter.

The results show a slight increase in total porosity and critical diameter with vacuum mixing (Table III-1). Addition of air-entraining agents causes a significant growth in critical diameter and total porosity.

		50 Pa	0%	0,66%
SCM 0.4	total porosity (%)	12,09	10,54	27,17
	critical diameter (μm)	0,035	0,030	0,043
CVM 0.5	total porosity (%)	16,39	15,45	27,50
	critical diameter (μm)	0,039	0,025	0,471

Table III-1: results analysis microstructure

IV. CONCLUSION

Following conclusions are obtained from the results and the analysis:

The air content in fresh paste and mortar decreases by using vacuum mixing, the addition of air-entraining agents increases the air content.

In vibrated paste and the self-compacting mortar workability decreases with growing air content. The opposite is observed for the vibrated mortar.

The increase of air content causes a higher yield stress and plastic viscosity for the paste (VP & SCP) and the mortar (VM & SCM). The effects are explained by the formation of bubble bridges and the spherical shape of the bubbles which oppose to the flow.

The ratio c/μ is constant negative for paste. For mortar it goes from a positive value to a negative value. This behavior can be explained by the deformability of the entrained air bubbles which act as a fluid.

The tangential viscosity at a rate of 20/s decreases as the air content increases for the self-compacting mortar. This is caused by the shear rate which causes a deformation of the bubbles.

For SCM 0,46 vacuum mixing causes a slight increase in viscosity and yield stress.

The vacuum mixing does not influence the air content of the hardened self-compacting mortar. The strength and the microstructure show no significant difference. This can be explained by the self-compacting behavior which repels the entrapped air. Vacuum mixing causes a significant increase in strength for vibrated mortar. The addition of air-entraining agents causes for all mortar a decrease in strength and a growing porosity.

V. REFERENCES

- [1] D. Feys, interaction between rheological properties and pumping of SCC, Gent: Universiteit Gent, 2009.
- [2] Jiang and Struble, "Effects of Air entrainment on rheology," *ACI materials journal*, no. 101, pp. 448-456, 2004.
- [3] Schwartzentruber and Catherine, "La méthode du mortier de béton équivalent-un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés," *Materials and structures*, vol. 33, no. 8, pp. 470-486, 1999.
- [4] Feys, Verhoeven and G. De Schutter, "Why is selfcompacting concrete shear thickening?," *Cement and concrete research*, vol. 6, no. 39, pp. 510 - 523, 2008.
- [5] V. Boel, Transportgedrag van potentieel schadelijke agentia in zelfverdichtend beton in relatie met het uiteindelijke duurzaamheidsgedrag, Gent: Universiteit Gent, 2006.

Inhoud

Hoofdstuk 1:	Inleiding1
Hoofdstuk 2:	Literatuurstudie 2
2.1 Luc	htgehalte 2
2.1.1	Algemeen 2
2.1.2	Mechanisme luchtbelvorming4
2.1.3	Invloed reologie op luchtbelvorming
2.2 Vor	st-dooi weerstand
2.2.1	Schadeverschijnselen
2.2.2	Mechanisme weerstand luchtbellen11
2.3 Rec	logie14
2.3.1	Theoretisch model14
2.3.2	Niet-lineair gedrag17
2.3.3	Tijdsafhankelijk niet-lineair gedrag19
2.4 Toe	passen op beton
2.5 Effe	ect luchtbelvorming op reologie22
2.6 Zeli	verdichtende mortel
Hoofdstuk 3:	Transformatieformules29
3.1 Bes	preking transformatieformules29
3.1.1	Transformatieformules van de reometer29
3.1.2	Coaxiale transformatieformules29
3.1.3	Reiner-Riwlin vergelijkingen
3.2 Ove	erzicht onderzochte transformatieformules
3.3 Ver	gelijking tussen de verschillende modellen35
3.3.1	Keuze lineair-kwadratisch35
3.3.2	Resultaten
3.4 Cor	clusie
Hoofdstuk 4:	Onderzoek op cementpasta
4.1 Inle	iding
4.2 Uit	usting
4.2.1	Algemeen
4.2.2	Reometer RS 150
4.3 Aar	gewende materialen40

	4.3.1	Bindmiddel	40
	4.3.2	Waterreducerende hulpstof	41
	4.3.3	Luchtbelvormer	41
	4.3.4	Kalksteenmeel (Filler)	41
4.	4 Т	raditionele cementpasta	42
	4.4.1	Samenstelling	42
	4.4.2	Werkwijze	42
	4.4.3	Bekomen resultaten	45
4.	5 Z	Zelfverdichtende pasta	50
	4.5.1	Samenstelling	50
	4.5.2	Werkwijze	50
	4.5.3	Resultaten	52
4.	6 ۱	/erband tussen resultaten voor zelfverdichtende en traditioneel pasta voor w/c= 0,5	55
4.	7 E	Besluit onderzoek op pasta's	56
Hoo	fdstuk	5: Experimenteel onderzoek op mortelniveau	58
5.	1 I	nleiding	58
5.	2 ι	Jitrusting	58
	5.2.1	Eirich-Intensiefmenger	58
5.	3 A	Aangewende materialen	59
	5.3.1	Zand	59
	5.3.2	Overige	60
5.	4 C	Onderzoek verwerkbaarheid	61
	5.4.1	Inleiding	61
	5.4.2	Mengprocedure bij traditionele mortels	61
	5.4.3	Proeven bij traditionele mortels	61
	5.4.4	Mengprocedure bij zelfverdichtende mortels	63
	5.4.5	Proeven bij zelfverdichtende mortels	63
	5.4.6	Traditionele mortel w/c= 0,5	64
	5.4.7	Traditionele mortels w/c= 0,4	68
	5.4.8	Zelfverdichtende mortel w/c= 0,4	69
	5.4.9	Zelfverdichtende mortel w/c= 0,46	73
	5.4.10) Besluit verwerkbaarheid	77
5.	5 F	Reologisch onderzoek	79
	5.5.1	Uitrusting	79

5.5	.2 Traditionel mortel w/c= 0.5	80
5.5	.3 Traditionele mortel w/c=0.4	81
5.5	.4 Problemen aangelegd profiel snelheidsgradiënt	84
5.5	.5 Resultaten reologisch onderzoek zelfverdichtende mortel w/c= 0.4	87
5.5	.6 Resultaten reologisch onderzoek zelfverdichtende mortel w/c= 0,49	91
5.5	.7 Resultaten reologisch onderzoek zelfverdichtende mortel w/c= 0,46	93
5.5	.8 Besluit reologisch onderzoek	96
Hoofdst	uk 6: Sterkteproeven	
6.1	Algemeen	
6.2	Buigproef	
6.3	Drukproef	99
6.4	Resultaten	
6.4	.1 Traditionele mortel w/c= 0,5	
6.4	.2 Zelfverdichtende mortel w/c= 0,4	102
6.4	.3 Zelfverdichtende mortel w/c= 0,46	
6.5	Conclusie sterkte verharde mortel	
6.6	Controle segregatie	104
Hoofdst	uk 7: Studie van de microstructuur	106
7.1	Inleiding	106
7.2	Principe	106
7.3	Parameters	
7.4	Gebruikte porosimeter	
7.5	Uitvoering	
7.5	.1 Methode	
7.5		
	.2 Problemen	111
7.6	.2 Problemen Resultaten	
7.6 7.6	.2 Problemen Resultaten .1 Zelfverdichtende mortel w/c= 0.4	111
7.6 7.6 7.6	 .2 Problemen Resultaten .1 Zelfverdichtende mortel w/c= 0.4 .2 Traditionele mortel w/c= 0.5 	111
7.6 7.6 7.6 7.7	 .2 Problemen Resultaten .1 Zelfverdichtende mortel w/c= 0.4 .2 Traditionele mortel w/c= 0.5 Conclusie onderzoek microstructuur 	111
7.6 7.6 7.6 7.7 Hoofdst	 .2 Problemen Resultaten .1 Zelfverdichtende mortel w/c= 0.4 .2 Traditionele mortel w/c= 0.5 Conclusie onderzoek microstructuur uk 8: Algemeen besluit 	
7.6 7.6 7.6 7.7 Hoofdst	 .2 Problemen	
7.6 7.6 7.6 7.7 Hoofdstr E	 .2 Problemen	
7.6 7.6 7.6 7.7 Hoofdstr E	 .2 Problemen Resultaten .1 Zelfverdichtende mortel w/c= 0.4 .2 Traditionele mortel w/c= 0.5 .2 Conclusie onderzoek microstructuur .4 Algemeen besluit .5 Algemeen besluit .6 Bijlage A: Analyse per mengdag .7 Bibliografie .7 Dverzicht figuren 	

Overzicht gebruikte symbolen en afkortingen

Symbolen

- a= een factor die afhangt van de viscositeit van water(kg/m.s)
- b= de breedte van de balk (mm)
- c = een 2^{de} orde parameter in het *modified Bingham* model (Pa.s²)
- Ca = capillair getal (-)
- D = diameter (m)
- d = de hoogte van de balk (mm)
- d' = de diameter van de capillair (μm)
- F = de kracht waarbij de balk breekt (N)
- G = vloeikoppel in Reiner-Riwlin vergelijkingen (Nm)
- h = hoogte (m)
- H = viscositeitsparameter in Reiner-Riwlin vergelijkingen (Nm.s)
- K = consistentiefactor in Herschel-Bulkley model (Pa.sⁿ)
- K' = de specifieke of intrinsieke permeabiliteit van de pasta (m²)

I = lengte (m);

- l' = tussenafstand tussen de steunpunten (mm)
- n = consistentie-index in Herschel-Bulkley model (-)
- N = rotatiesnelheid (rotaties per seconde)
- $P = de druk (N/m^2)$
- r = straal (m)
- R² = de coëfficiënt van determinatie (-)
- R = de snelheid van koeling (°C/s)
- Re = Reynolds getal (-)
- s = de verzadiginsgraad van de cementpasta (%)
- S = de slumpwaarde (mm)
- t = tijd (s)
- T = koppel (Nm)

u = de hoeveelheid water in kg per kg cement die bevriest wanneer de temperatuur met 1°C daalt (kg/kg°C)

- v = snelheid (m/s)
- x = afstand (m)
- $\dot{\gamma}$ = de snelheidsgradiënt (1/s)
- γ = de oppervlaktespanning van kwik (N/m)
- η = de viscositeit (Pa.s)
- η_p = de plastische viscositeit (Pa.s)
- τ_0 = de vloeispanning (Pa)
- τ = spanning (Pa)
- Ω = rotatiesnelheid (rad/s)
- σ_f = de buigtreksterkte van het beton (N/mm²)

- θ = de contacthoek van de kwik (°)
- Γ = de oppervlaktespanning (N/m).

Afkortingen

AE = luchtbelvormer

C = cement

CVM = traditionele mortel

CVP = traditionele pasta

P = poeder (= cement + vulstof)

SCM = zelfverdichtend mortel

SCP = zelfverdichtende pasta

SP = superplastificeerder

W/P = verhouding massa water op massa poeder

W/C = verhouding massa water op massa cement

W = water

Hoofdstuk 1: Inleiding

Het luchtgehalte in verse en verharde mortel is belangrijk om een voldoende weerstand tegen vorstdooi cycli te garanderen. De inwendige luchtbellen zorgen ervoor dat de interne spanningen gereduceerd worden. Het hoofddoel van deze scriptie is het bestuderen van de invloed van dit luchtgehalte op verschillende eigenschappen van vers en verhard mortel.

Luchtbelvormers worden gebruikt om lucht toe te voegen aan de specie en zorgen voor een stabilisering van de bellen. Daarnaast wordt ook lucht in de specie ingesloten tijdens het mengen en verpompen. In deze studie worden ook minimale luchtgehaltes bekeken die verkregen worden door de specie te mengen onder lage druk. Dit vacuümmengen heeft een zeer compacte specie als resultaat.

De invloed van dit luchtgehalte op de verwerkbaarheid en de reologische eigenschappen wordt onderzocht. De reologie wordt vooral bepaald door de vloeigrens en de viscositeit. Deze parameters zijn belangrijk bij het verpompen van de specie omdat ze de weerstand tegen stroming uitdrukken. Een toepassing hiervan is het geval van hoogbouw waar de specie ver moet worden gepompt. Ook zijn de parameters karakteristiek voor de grote vloeibaarheid van zelfverdichtende specie. Hierdoor kan het beton veel sneller gegoten worden en is geen trillingsenergie meer nodig, wat de productiviteit en het rendement verhoogt.

Het onderzoek wordt opgesplitst in twee delen. Tijdens de Erasmusuitwisseling te Cergy-Pontoise worden testen uitgevoerd op de cementpasta's. In het laboratorium Magnel wordt gewerkt met mortels. Er worden traditionele en zelfverdichtende mengelingen opgesteld voor zowel de pasta als de mortel.

Tot slot wordt ook de invloed bekeken van het vacuümmengen en de toevoeging van luchtbelvormer op de sterkte van de verharde mortels. Hierbij wordt getracht een verband te leggen met de microstructuur. Deze microstructuur wordt ook experimenteel bepaald.

Hoofdstuk 2: Literatuurstudie

2.1 Luchtgehalte

2.1.1 Algemeen

Het luchtgehalte is de hoeveelheid lucht in vers of verhard beton, uitgedrukt in percentage (verhouding van volumes).

Deze hoeveelheid lucht aanwezig in een betonmengsel is een belangrijke eigenschap voor zijn duurzaamheid, meer specifiek voor de weerstand tegen vorst-dooi cycli. Deze stijgt met het stijgend luchtgehalte. Een grotere hoeveelheid lucht zorgt eveneens voor een betere verwerkbaarheid [1], deze trend wordt in dit eindwerk onderzocht.

Verhard beton bevat kleine poriën die het gevolg zijn van het verlies van het inwendige water. Voor een standaard beton is een massa water tot cement verhouding van ongeveer 0,25 nodig om alle cementdeeltjes te laten hydrateren. Bij praktisch gebruik van beton is deze verhouding vaak veel groter met waarden variërend tussen 0,46 en 0,6. Dit betekent dat een gedeelte water overblijft na de hydratatiereacties, een deel van het water verdwijnt uit het beton en vormt holten. Dit kan gebeuren door bleeding, in dat geval stijgt een deel het water naar het oppervlak omdat het de laagste dichtheid heeft. Een andere manier dat luchtbellen gevormd worden is door het insluiten van lucht tijdens de bewegingen in de menger.

Na verharding van het beton functioneren de gevormde holten als een soort kleine expansievaatjes. Bij vorst bevriest het binnengedrongen water en neemt hierdoor 9% meer volume in wat inwendige spanningen veroorzaakt. Opeenvolgende cycli van vorst-dooi zorgen voor continue inwendige belastingen en door deze cumulatieve schade kan zich een breuk voordoen. Bij voldoende aanwezige luchtbellen zorgen deze voor een netwerk van holten in het verhard beton en vangen zo de inwendige spanningen op. Dit principe zorgt voor voldoende vorst-dooi weerstand.

Rond het jaar 1930 stelde men vast dat beton gemaakt uit cement gefabriceerd door een bepaalde producent, een betere vorst-dooi weerstand leverde dan wanneer men een gelijkaardig cement van een andere producent gebruikte [1]. Uit onderzoek bleek dat in de eerste soort cement, specifieke hulpstoffen zorgden voor extra luchtbellen. Deze stoffen ontstonden in de samenstelling tijdens het uitgraven van de klinker. Men merkte op dat deze stoffen de oorzaak waren van chemische luchtinvoer en eveneens van een toegenomen vorstweerstand. Door gebruik van analoge substanties kan het luchtgehalte beter beheerst worden. Dit was een belangrijke evolutie omdat voor het eerst de vorst-dooi weerstand kon verhoogd worden.

Deze producten noemt men nu luchtbelvormers. Deze stabiliseren de inwendige gevormde luchtbellen waardoor deze langer blijven bestaan. Figuur 2.1 toont het effect van de luchtbelvormer.



Figuur 2.1: verschil mortel zonder (links) en met luchtbelvormer (rechts)

Een groot nadeel van dit stijgend luchtgehalte is een verlies aan sterkte. Dit is logisch aangezien het beton minder compact wordt doordat de weerstandbiedende hydratatieproducten worden vervangen door luchtholten. Bij zwakkere betonsoorten resulteert dit per procent extra luchtgehalte tot een benaderde daling in druksterkte van 6 % [2]. Bij sterkere betonsoorten is deze daling kleiner.

De luchtbellen vormen zich tijdens de mengprocedure. De schuifspanning, uitgeoefend door de bladen van de mixer, verdelen de lucht in een fijn systeem van inwendige bellen [3]. Deze hebben grote moeite om zich in het mengsel te handhaven, inbreng van luchtbelvormer stabiliseert deze luchtbellen.

De ontstane luchtholten zijn homogeen verdeeld over het beton, dit is het "luchtholtensysteem" [3]. De Amerikaanse onderzoeker Powers toonde aan dat de verdeling in grootte van de holten een grotere invloed heeft dan het volume lucht zelf [1]. Hij introduceerde de termen "afstandsfactor" (spacing factor) en het specifieke oppervlak van de holten (specific surface).

De "afstandsfactor" is de gemiddelde grootste afstand tussen een punt in de betonmatrix naar de naastgelegen porie. Het is een maat voor de afstand dat water moet afleggen om een holte tegen te komen, voorgesteld in Figuur 2.2. Tijdens vorstcycli probeert het water zich te verplaatsen om de inwendige druk te laten afnemen, hierbij speelt deze afstand een groot belang. Een kleinere "afstandsfactor" betekent een snellere verlaging van de druk en dus een betere weerstand. Figuur 2.3 toont een de relatie tussen de afstandsfactor en het luchtgehalte na een groot aantal proeven [4].



De specifieke oppervlakte is een maat voor het aantal holten en hun grootte per volume lucht. Een groot specifiek oppervlakte wijst op een talrijker aantal kleine poriën. Een verdeling van luchtgehalte in meer kleinere holten zorgt voor een betere weerstand tegen vorst. De holten in vers beton zijn microscopisch klein en hebben voornamelijk een diameter tussen 10 micrometer en 1 millimeter [7].

2.1.2 Mechanisme luchtbelvorming

2.1.2.1 Algemeen

De vorming van luchtbellen in beton is een zeer complex proces. Het wordt door vele factoren beïnvloed:

- het mengproces;
- de samenstelling van het beton;
- de soorten granulaten;
- het type cement;
- de w/c-factor;
- dosering van luchtbelvormer.

Hierdoor is het moeilijk om samenstellingen te maken die een zeker luchtgehalte garanderen. Het verschil van beton met of zonder luchtbelvormer is vooral merkbaar in de grootte en de tussenafstanden van de luchtbellen die ontstaan tijdens het mengen.

De inwendige lucht heeft een verschillende herkomst [8]:

- Lucht aanwezig in intergranulaire ruimtes van cement en aggregaten.
- Lucht aanwezig in cement en aggregaten maar naar buiten gedreven door het binnendringen van water. Dit door hydraulische en capillaire zuiging.
- Lucht opgelost in het mengwater.
- Lucht die binnendringt tijdens mengen en plaatsing.

Het grootste deel van deze luchtbellen verspreidt zich homogeen over het mengsel en vormen bij uitharding holten. Mielenz spreekt over 2 uiterste types bellen [8]:

 Natuurlijke, ingesloten ('entrapped') luchtbellen: deze zijn volledig ingesloten tussen de aggregaten, enkel de druk van het bovenliggend water wordt op deze deeltjes uitgeoefend. De holten van dit type hebben een diameter groter dan 1 mm en zijn onregelmatig in vorm. De vorm wordt bepaald door de omliggende aggregaten. Ze ondervinden enkel de waterdruk omdat de massa van het bovenliggende betonpakket gedragen wordt door de granulaten. Deze bellen dragen niet bij tot verbetering in verwerkbaarheid omdat ze niet kunnen gereduceerd worden in volume.

 Meegevoerde, ingebrachte ('entrained') bellen: deze ontstaan na toevoeging van luchtbelvormer. Ze worden omgeven door betonspecie bestaande uit fijne aggregaten en cement. Ze ondervinden een druk van het ganse bovenliggend beton. De bellen van dit type komen in het beton door insluiting tussen de aggregaten, door adhesie van de cement deeltjes en door de viscositeit van de cementpasta. Deze bellen hebben een typische diameter tussen 10 en 1000 micrometer, de deeltjes zijn sferisch doordat ze onderhevig zijn aan de hydrostatische druk van de omliggende cementpasta, water en fijne aggregaten. Ze vergroten de verwerkbaarheid van het vers beton omdat ze de onderlinge afstand tussen de aggregaatdeeltjes vergroten. Hierdoor is er minder wrijving en kunnen de deeltjes bij lasten gemakkelijker bewegen ten opzichte van elkaar.

Luchtbellen in vers beton zijn onstabiel, dit komt doordat de oppervlaktes tussen deze lucht en de cementmatrix vrije energie bevat. Thermodynamisch wordt de vrije energie tegengewerkt en dus wordt het contactoppervlak verkleind. Elke luchtbel heeft dus een typische levensduur ('persistence'). Indien een beton traag uithardt zullen er minder kleine bellen overblijven. Het zijn net deze kleine bellen die voor de beste weerstand zorgen [9].

Er is veel onderzoek uitgevoerd naar de werking van de luchtbelvormers [1]. Deze bestaan uit een mengeling van surfactanten, wat een samenvoeging is van het Engels voor oppervlakte-actieve stoffen (surface active agents). De surfactanten zijn amfifiele verbindingen. Ze hebben een gedeelte dat sterk aangetrokken is tot water, dit noemt het hydrofiele hoofd. De rest heeft weinig aantrek tot water en noemt de hydrofobe staart. Hun structuur is schematisch voorgesteld in Figuur 2.4. Het hydrofiele stuk is oplosbaar in water, het andere stuk niet.



Figuur 2.4: chemische structuur surfactant [1]

De werking van de surfactanten werd meer in detail bekeken door de onderzoekers Du en Folliard, ze maakten een onderscheid naar het milieu waar de stoffen mee in contact komen [1]:

2.1.2.2 Surfactanten aan oppervlak van vaste stoffen

Eerst wordt het gedrag bekeken aan oppervlakken van vaste stoffen. De werking aan de oppervlakken van de granulaten wordt verwaarloosd omdat de meeste actie aan het cementoppervlak gebeurd. Portlandcement bevat als hoofdcomponenten C₃S, C₂S, C₃A en C₄AF. Door aanwezigheid van deze reactieve moleculen bevatten de oppervlakken ladingen en een grote oppervlakte-energie.

De oppervlaktespanning, gedefinieerd door de negentiende-eeuwse Amerikaanse natuurkundige Josiah Willard Gibbs, is de hoeveelheid reversibele arbeid per oppervlakte die nodig is om een oppervlak elastisch te bewegen [10]. Een gelijkaardige term is de "vrije oppervlakte-energie", wat de hoeveelheid energie per oppervlakte-eenheid voorstelt die nodig is om een nieuw oppervlak te

vormen. Het is een maat voor de verstoring van de intermoleculaire bindingen bij aanmaak van een oppervlak. Deze energie veroorzaakt een oppervlaktespanning bij vloeistoffen. Ter illustratie Figuur 2.5: het is door dit verschijnsel dat sommige insecten op het water kunnen lopen.



Figuur 2.5: fysische gevolg van de oppervlaktespanning veroorzaakt door oppervlakte-energie [11]

Oppervlakken moeten intrinsiek energetisch gunstiger zijn dan het omgevende materiaal, anders zou er een drijvende kracht deze oppervlakten verstoren.

De reactieve, polaire hoofden van de surfactantmoleculen worden aangetrokken tot de oppervlakken van de vaste stoffen. Daar worden ze geabsorbeerd of geadsorbeerd aan het cement of aan de hydratatieproducten. Hierdoor vermindert de vrije energie van het oppervlak, wat thermodynamisch veel stabieler is.

2.1.2.3 Surfactanten in vloeibare fase

De surfactanten zijn deels oplosbaar in water. Dit zorgt voor schuimvorming en bij grote hoeveelheden ontstaan er micelles. Een micelle is een groep surfactantmoleculen met typische vorm verspreid in een vloeistof. De hydrofiele hoofden richten zich naar het omgevende oplosmiddel, de hydrofobe staarten richten zich naar het midden. Micelles zijn quasi-cirkelvormig en zijn gelijkaardig aan kristallen.

Bij een stelselmatige verhoging van het gehalte toegevoegde surfactanten wordt een hoeveelheid bekomen waarbij de concentratie surfactant in de mengeling constant blijft. De extra toegevoegde stof wordt dan omgevormd tot micelles. Deze micelles verlagen de oppervlaktespanning niet, dit in tegenstelling tot de stabiliserende werking van de surfactantmoleculen (Figuur 2.6). Dit verschijnsel kan verklaren waarom er een maximale dosage van luchtbelvormer bestaat. Extra toevoeging zal geen merkbare veranderingen geven.



Figuur 2.6: evolutie oppervlaktespanning met toenemende concentratie surfactant [1]

2.1.2.4 Surfactanten aan water en lucht oppervlakken

In vloeibare fase zijn de surfactantmoleculen willekeurig georiënteerd. Maar aan het water en de lucht oppervlakken verplaatsen ze zich naar het wateroppervlak. Daarbij richt de hydrofiele groep zich naar het water dat de luchtbel omringt. Op deze manier wordt de nefaste interactie tussen de hydrofobe staart en het water vermeden. Door deze gunstige schikking, zichtbaar in Figuur 2.7, wordt de vrije energie van het systeem verlaagd. Wanneer de staart en het water elkaar terug benaderen, zal de energie stijgen. De elektrische aan- en afstotingskrachten stabiliseren de luchtbellen in de cementpasta waardoor een stabiele schikking wordt gevormd met een lagere oppervlaktespanning.



Figuur 2.7: orientatie en plaatsing surfactanten aan water-lucht oppervlak [1]

2.1.2.5 Totaal gehalte surfactanten in het verse beton

Het totaal ingebrachte gehalte surfactanten kan opgesplitst worden naargelang hun locatie in het beton.

$$A = A_s + A_l + A_b$$

Met A de hoeveelheid gebruikte surfactanten, A_s de hoeveelheid geabsorbeerd aan de vaste oppervlakken, A_l de hoeveelheid in vloeibare fase en A_b de hoeveelheid aan het lucht-vloeistof oppervlak.

De hydratatie van het cement zorgt voor een continue wijziging van deze hoeveelheden, daardoor veranderen de chemische eigenschappen van het mengsel. Vooral de hoeveelheid A_b draagt bij tot stabilisering van de gevormde luchtbellen, de invloed van de andere contactplaatsen is gering. De

hoeveelheid A₁ zorgt ervoor dat de twee andere hoeveelheden zich in een transiënt evenwicht bevinden en is dus ook eveneens van groot belang.

2.1.3 Invloed reologie op luchtbelvorming

Er wordt ook gekeken naar de invloed van de reologie (van pasta) op de luchtbelvorming [1]. De vloeigrens van de cementpasta is een barrière tegen het ontsnappen van kleine inwendige bellen. Door de opdrijvende kracht worden de bellen naar boven gestuwd als deze kracht groter is dan de vloeigrens.

De viscositeit en de diameter van de bellen beïnvloeden de snelheid waarmee de bellen stijgend in de specie. Deze snelheid wordt besproken met de wet van Stokes, een hoge viscositeit en kleine diameters zorgen voor een verlaging van de snelheid. Een hoge viscositeit zorgt ook voor een dempende werking van de pasta op de luchtbellen tegen schokken door uitwendige invloeden. Het zorgt ook voor het verminderen van botsingen tussen luchtbellen omdat de viscositeit als een barrière gaat werken.

Uit dit voorgaande blijkt dat het luchtholtensysteem zal afhangen van de reologische eigenschappen van de specie (w/c factor, gehalte superplastificeerder,..). Bijvoorbeeld wordt zelfverdichtend mortel getypeerd door een lage vloeigrens, hierdoor zullen de deeltjes gemakkelijk uitgeperst worden. Uit eigen uitgevoerde proeven zal blijken dat de reologische eigenschappen zelf ook beïnvloed worden door de verdeling van de luchtholten en hun grootte.

2.2 Vorst-dooi weerstand

Praktisch wordt luchtbelvormer toegevoegd aan een betonmengsel om een voldoende weerstand tegen vorst- dooi cycli te verkrijgen. In Figuur 2.8 is deze destructieve werking duidelijk zichtbaar.



Figuur 2.8: vorst-dooi schade bij beton [3]

2.2.1 Schadeverschijnselen

Algemeen worden 2 types schadegevallen bij vorst-dooi cycli waargenomen [4]. Het beton kan inwendig barsten of het betonoppervlak kan afschilferen (surface scaling). Dit laatste proces gebeurt vooral bij aanwezigheid van dooizouten, het mechanisme hierachter is een stuk ingewikkelder dan dat bij het inwendig barsten.

2.2.1.1 Inwendig barsten

De onderzoekers Powers en Helmuth ontwikkelden een theorie gebruik makend van een hydraulische en een osmotische druk. Een hydraulische druk wordt veroorzaakt door het gewicht van een vloeistof en bij een osmotische druk is het concentratieverschil de drijvende kracht. Deze theorie dient voornamelijk om de invloed van de dooizouten te bestuderen. Andere onderzoekers gebruiken gelijkaardige concepten die de schadegevallen beschrijven tijdens vorst-dooi cycli. De bevindingen uit deze theorieën komen overeen met deze uit de praktijk, maar vaak zijn ze niet in staat bepaalde verschijnselen te verklaren. Vaak worden de duur en de minimale temperatuur verwaarloosd, maar deze hebben wel een invloed. Ze geven wel een goed idee over het nut van luchtbelvorming bij het voorkomen van schade.

Het is van groot belang dat een goede inwendige structuur van luchtholten is voorzien, deze zal inwendig barsten en afschilfering voorkomen. Uit verschillende testen volgt een kritische waarde voor de afstandsfactor van de luchtholten [4]. Bij grotere waarden werkt het luchtholtensysteem onvoldoende tegen de schadelijke inwerking van vorst-dooi cycli. Figuur 2.9 toont dat bij een afstandsfactor groter dan 400 µm de weerstand drastisch daalt.



Figuur 2.9: voorstelling kritische afstandsfactor[4]

Het feit dat er voor elk betonmengsel een kritische afstandsfactor bestaat, duidt aan dat de afstand van een punt in het beton tot de dichtstbijzijnde luchtholte de meest belangrijke invloedsfactor is voor vorst-dooi weerstand. Soms wordt de afstandsfactor vervangen door een andere index. Een voorbeeld van dergelijke index is de stroomlengte ontwikkeld door Philleo. Deze variabele zorgt voor minder spreiding op de kritische waarde. De omschakeling naar een praktisch hanteerbare afstandsfactor is moeilijk aangezien deze van verschillende factoren afhangt. Door vele testen werd wel aangetoond dat 200 µm kan gebruikt worden als ontwerpwaarde.

2.2.1.2 Afschilfering door dooizouten

De kennis van de werking achter deze vorm van schade is nog onvoldoende. Bepaalde aspecten zijn wel al gekend, bijvoorbeeld dat het zich enkel voordoet bij aanwezigheid van dooizouten. Het is een fysisch proces aan het oppervlak waarbij een progressieve afbraak van dunne laagjes cementpasta en mortel gebeurt. Eerst wordt het eerste laagje aangevallen, als dit volledig afgebroken is volgt het tweede laagje. Het proces is ingewikkelder dan het inwendige barsten van beton, dit omdat het vooral de buitenste betonlaag aanvalt waarvan de samenstelling minder goed gekend is.



Figuur 2.10: schematische voorstelling variatie samenstelling met afstand tot betonoppervlak [4]

Figuur 2.10 toont dat de oppervlaktelaag vooral bestaat uit cementpasta, de concentratie grovere deeltjes stijgt als men dieper het beton ingaat. Cementpasta is poreuzer dan het gemiddelde betonmengsel, hierdoor is het veel kwetsbaarder voor vorst-dooi cycli. Het betonoppervlak is

onderhevig aan bevochtiging en droging, waardoor microscheurtjes ontstaan die de poriënstructuur van het gehydrateerde cement verandert. Hierdoor kan er meer water in het beton binnendringen en is de schade groter door de expansie van het water.

De invloed van de zouten is ook een complex probleem. Zouten passen het thermodynamische evenwicht in de cementpasta aan. De concentratie van zouten varieert met de afstand tot het oppervlak. Dit zorgt dus voor verschillende vriestemperaturen en verschillende waarden van druk, waardoor het beton aan het oppervlak zal afschilferen.

Het wordt duidelijk uit de proefnemingen dat deze afschilfering tegengewerkt wordt door ingebrachte lucht. Het bepalen van een kritische afstandsfactor is net als bij het inwendig barsten moeilijk, maar opnieuw is 200 μ m een goede benadering voor de kritische afstandsfactor bij verschillende betonmengsels.

Naast luchtgehalte speelt de w/c-factor ook een rol. Deze parameter bepaalt de porositeit van de cementpasta en andere betoneigenschappen. De afschilfering stijgt met stijgende w/c-factor, dit is logisch aangezien hierdoor de porositeit zal verhogen. Sommige mengsels met zeer lage w/c-factor hebben geen nood aan toevoeging van lucht om aan vorst-dooi cycli te weerstaan, een voorbeeld hiervan zijn de UHPC mengsels.

2.2.1.3 Invloed luchtbelvormer

Een manier om de weerstand van het beton te manipuleren is zorgen voor een goed verdeeld systeem van luchtporiën. Dit zowel tegen het inwendig barsten als tegen de afschilfering aan het oppervlak. Zoals eerder besproken is de werking van de luchtbelvormers complex. Het stabiliseert de luchtbellen in het beton zodat een continue verdeling van luchtholten bekomen wordt.

Vooral bij beton onderhevig aan vorst-dooi cycli moet de ontwerper hieraan voldoende aandacht schenken. Bij het ontwerp kan als eenvoudigste manipulatie de dosering van de luchtbelvormer aangepast worden, aangezien deze waarde de afstandsfactor van de luchtbellen in het beton bepaalt. Er is echter een grote spreiding op de waarde van de afstandsfactor die kan bekomen worden bij een zekere dosering luchtbelvormer. Om er zeker van te zijn dat een voldoende afstandsfactor wordt voorzien moet dus de strengste en dus grootste waarde gekozen worden. De dosering van het luchtgehalte mag ook niet te groot zijn aangezien dit de druksterkte negatief beïnvloedt. Hier kunnen zich dus mogelijks problemen voordoen. Zorgen voor voldoende weerstand tegen vorst kan de sterkte van het beton te veel aantasten.

2.2.2 Mechanisme weerstand luchtbellen

Volgens Powers zijn er 3 klassen poriën [9]:

- De gelporiën: deze zijn zeer fijn en bevinden zich in een dichte pakking van hydratatieproducten. Het inwendige water bevriest onder standaard invloeden.
- De capillaire poriën: deze zijn onder andere de restanten van ruimtes in de verse specie gevuld met water. De poriën die ontstaan door de volumevermindering door vorming van de hydratatieproducten behoren ook tot deze categorie. Deze zijn groter dan de gelporiën. Tussen de verschillende capillaire poriën zitten er lagen hydratatieproducten. Deze lagen bevatten de eerder vermelde gelporiën. Het water kan zich vrij verplaatsten tussen de 2

soorten poriën. Doordat de capillaire poriën ingesloten zijn bevriest het water bij een temperatuur onder 0°C. Hoe kleiner de porie, hoe lager de vriestemperatuur.

 Luchtbellen ('luchtholten'): bij betonsoorten waar lucht wordt ingesloten tijdens het mengen, bestaat naast de 2 vorige klassen nog een type poriën die veel groter zijn. Dit zijn luchtbellen met een meer sferische vorm dan de capillaire en de gelporiën. Ze zijn gescheiden van de andere poriën door hydratatieproducten. Tot deze groep behoren zowel de ingesloten ('entrapped') als de ingebrachte ('entrained') bellen.

In Figuur 2.11 is een schematische voorstelling gegeven van de gelporiën (tussen de zwarte deeltjes), de capillaire poriën (aangeduid met de letter c) en de luchtbellen (wit vlak aan linkerkant).



Figuur 2.11:schematische afbeelding poriën aan rand van luchtbel [12]

Powers gebruikt deze klassen poriën om het gunstige effect van luchtbelvorming te verklaren. Hij gaat ervan uit dat in een verzadigd beton enkel de capillaire en de gelporiën verzadigd zijn.

Bij het bevriezen van het water in een capillaire porie, wordt het volume ijs groter dan de bel zelf. De overvloed aan water wordt uit de bel geperst. Het verplaatst zich via het continue netwerk van gelporiën naar de dichtstbijzijnde luchtbellen of buitenoppervlakken van het beton. Doordat er kracht op het water uitgeoefend wordt ontstaat er druk op de wanden waar het water stroomt. Als deze druk groter is dan de sterkte van het betonmonster zal het inwendig barsten.

Powers heeft een formule ontwikkeld voor de hydraulische druk op deze wanden:

$$P = a \left(1,09 - \frac{1}{s}\right) \frac{uR}{K} \left(\frac{L^3}{r_b} + \frac{3L^2}{2}\right)$$
(2.1)

Met:

- P: de hydraulische druk (Pa);
- a: een factor die afhangt van de viscositeit van water (kg/m.s);
- s: de verzadiginsgraad van de cementpasta (%);
- u: de hoeveelheid water in kg per kg cement die bevriest wanneer de temperatuur met 1°C daalt (kg/kg°C);
- R: de snelheid van koeling (°C/s);
- K: de specifieke of intrinsieke permeabiliteit van de pasta (m²);

- r_{b:} de gemiddelde straal van de luchtbellen (m);
- L: een afstandsfactor volgens Powers (m).

Het betonmonster breekt als P groter is dan de sterkte van het beton tegen barsten. P stijgt met stijgende afstandsfactor L, dit verklaart de gunstige werking van luchtbelvormers.

Helmuth, een medewerker van Powers, onderzocht sommige aannames van het mechanisme van verzadigde hydraulische druk. De overtuiging dat de luchtbellen leeg zijn, blijkt niet te kloppen. In verzadigde pasta's zijn ongeveer 36 % van de holten gevuld met water in de eerste 24 uur. Helmuth toont ook aan dat de ijsvorming zich niet homogeen door het beton voordoet. Hij stelt dat een stijging van vriessnelheid de expansie vermindert. Dit is in tegenspraak met het model van Powers dat een snellere breuk bij snellere bevriezing voorspelt.

2.3 Reologie

2.3.1 Theoretisch model

Reologie is de studie van de stromingseigenschappen van materialen. Het begrip werd voor het eerst gebruikt door Eugene Bingham, professor aan het Lafayette College in de Amerikaanse staat Pennsylvania [13]. Reologie is een zeer ruim begrip dat in vele wetenschappen toegepast wordt zoals chemie, sterkteleer, hydraulica,...

Aan de basis liggen de wetten van Hooke en Newton. Hierbij is er een afschuiving tussen 2 parallelle platen met een viskeuze vloeistof ertussen (Figuur 2.12).



Figuur 2.12: afbeelding afschuiving parallelle platen[13]

Aan beide platen wordt met een kracht F getrokken waardoor een schuifspanning $\tau_{yx} = \frac{F}{A}$ op de vloeistof aangrijpt. De bovenste plaat beweegt met een snelheid v_x ten opzichte van de onderste plaat. Hierdoor ontstaat er een verschil in beweging van parallelle lagen vloeistof, deze hebben een verschillende snelheid en vormen een snelheidsgradiënt. Voor perfecte viskeuze materialen bekomt Newton volgende lineaire relatie bij deze afschuiving:

$$\pi_{yx} = \eta \, \frac{dv_x}{dy} = \eta \, \dot{\gamma} \tag{2.2}$$

Met τ_{yx} de schuifspanning, η de viscositeit en $\frac{dv_x}{dy}$ de snelheidsgradiënt. De gedefinieerde viscositeit stelt de weerstand tegen toename in stromingssnelheid voor. Deze vormt een belangrijk begrip in de reologie. Als deze constant blijft noemt men de vloeistof Newtoniaans.

Sommige materialen tonen een niet-lineair verband tussen schuifspanning en snelheidsgradiënt. De viscositeit is dan niet langer constant voor verschillende snelheidsgradiënten. Het verschijnsel dat de schijnbare viscositeit daalt met stijgende snelheidsgradiënt noemt shear thinning en de curve buigt naar beneden (Figuur 2.13). In het omgekeerd geval, wanneer de schijnbare viscositeit stijgt met stijgende snelheidsgradiënt, wordt van shear thickening gesproken. Deze verschijnselen worden beschreven met volgend model (power-law model):

$$\tau = m \dot{\gamma}^n \tag{2.3}$$

met m de consistentiefactor (Pa.sⁿ) en n de consistentie-index(-). Shear thinning gebeurt bij n> 1 en shear thickening bij n<1.

Bij vele materialen moet eerst een voldoende spanning aangebracht worden om vloeien te verkrijgen, deze spanning is de vloeigrens. Deze wordt uitgedrukt door een extra term in het voorgaand model toe te voegen, hierdoor wordt het Herschel-Bulkley model bekomen.

$$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n \tag{2.4}$$

Met τ_0 de vloeigrens (Pa), K de consistentiefactor (Pa.sⁿ).

Een materiaal met een lineaire relatie tussen schuifspanning en snelheidsgradiënt en een zekere vloeispanning voldoet aan het gesimplificeerde Bingham model:

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \dot{\gamma} \tag{2.5}$$

Met μ_p de plastische viscositeit (Pa.s).

In Figuur 2.13 zijn deze modellen visueel voorgesteld.



Figuur 2.13: overzicht verschillend modellen [14]

2.3.1.1 Soorten Viscositeit

Het is belangrijk een onderscheid te maken tussen drie types viscositeit [14], deze zijn voorgesteld in Figuur 2.14:

- Schijnbare viscositeit (apparent viscosity): er kan een rechte getrokken worden tussen een zeker punt van de bekomen curve (schuifspanning in functie van de snelheidsgradiënt) en de oorsprong. De helling van deze rechte komt overeen met de schijnbare viscositeit, het is de verhouding van de schuifspanning en de snelheidsgradiënt in dat punt.
- Tangentiële viscositeit: dit is de helling van de curve in dat punt zelf en wordt bekomen uit de eerste afgeleide van de curve.
- Plastische viscositeit: komt overeen met de helling bij een snelheidsgradiënt gelijk aan 0.
 Deze is voornamelijk bruikbaar bij het lineaire Bingham model, hierbij komt deze overeen met de tangentiële viscositeit van alle punten op de curve.



Figuur 2.14: verschillende soorten viscositeit [14]

2.3.1.2 Nadelen Herschel-Bulkley model

Het gedrag van de cementpasta en mortel wordt het best benaderd door het niet-lineaire Herschel-Bulkley model, de eigen bekomen resultaten tonen deze conclusie aan. Dit model kan zowel de shear thinning als shear thickening beschrijven. Het uitgebreid model bevat echter nadelen [15]:

- De consistentiefactor K heeft als dimensie Pa.sⁿ. Deze hangt af van de parameter n die zelf een materiaalkarakteristiek is. Dit betekent dat de consistentiefactor geen fysische betekenis heeft, de parameter viscositeit in het Bingham model heeft dit wel. Het is dus uiterst ingewikkeld om deze coëfficiënt, bekomen uit testen, te interpreteren.
- Ook vormen er zich problemen met de benaderde helling bij kleine waarden van de snelheidsgradiënt. De eerste afgeleide heeft de volgende vorm: $\frac{d\tau}{d\dot{\gamma}} = n.K.\dot{\gamma}^{n-1}$. Naderen naar 0 bij shear thickening (n>1) zorgt voor een helling gelijk aan 0, de raaklijn is hier horizontaal. Analoog wordt bij shear thinning de helling oneindig groot, met andere woorden is er een verticale raaklijn. Door dit effect zal het model de vloeigrens altijd onderschatten bij shear thinning en overschatten bij shear thickening.

Yahia en Khayat hebben verscheidene modellen onderzocht, ze bekeken vooral het effect op de vloeigrens [16] en bemerken dat door het gebruik van de 2^{de}-graads Taylorontwikkeling van het Herschel-Buckley model, voorgaande nadelen vermeden kunnen worden. Zo ontstaat het modified Bingham model:

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \cdot \dot{\gamma} + c \cdot \dot{\gamma}^2 \tag{2.6}$$

Met:

 μ_p : de plastische viscositeit (Pa.s); c: een 2^{de} orde parameter (Pa.s²).

Bij dit model zijn de parameters niet afhankelijk van andere materiaaleigenschappen. De eerder gedefinieerde parameter viscositeit μ komt terug in de vergelijking. De fysische betekenis van de 2^{de} orde parameter c is nog niet gekend maar heeft wel een constante dimensie. Door de lineaire term in dit gemodificeerd model wordt het probleem van verkeerd schatten van de vloeigrens vermeden.

De intensiteit van shear thickening wordt in het Herschel-Bulkley model beschreven door de parameter n, in de gemodificeerde Bingham versie wordt dit de verhouding c/μ [15]. Een andere belangrijke parameter is de kritieke waarde voor de afschuifspanning, dit is de waarde vanaf dewelke shear thickening wordt waargenomen [14].

2.3.2 Niet-lineair gedrag

De viscositeit van niet-Newtoniaanse vloeistoffen is niet langer constant. Deze hangt af van de aangelegde snelheidsgradiënt, in dit geval wordt de schijnbare viscositeit gebruikt.

Zoals eerder vermeld zijn er verschillende niet-lineaire verbanden mogelijk:

- Shear thinning
- Shear thickening

2.3.2.1 Shear thinning

Deze vloeistoffen worden soms ook pseudo-elastische vloeistoffen genoemd. Ze worden getypeerd door een dalende viscositeit als de snelheidsgradiënt verhoogt. Het gedrag wordt veroorzaakt door verschillende eigenschappen [17]:

- De oriëntatie van de niet-sferische deeltjes in de stroomrichting, zichtbaar in Figuur 2.15;
- Het uitrekken van polymeerkettingen in de stroomrichting, of zelfs breuk van deze kettingen;
- De vervorming van sferische druppels tot ellipsvormige druppels in een emulsie, voorgesteld in Figuur 2.16;
- Het breken van de aggregaten door de hoge snelheidsgradiënt;



Figuur 2.15: invloed oriëntatie van niet-sferische deeltjes op viscositeit [18]



Figuur 2.16: invloed vervorming druppels op viscositeit

Een praktische toepassing van shear thinning zijn de ketchup flessen met spuitdop. Ketchup is een pseudo-elastische vloeistof. Door een kracht te geven wordt de vloeistof versneld aan de smalle dop en wordt dus een hoge snelheidsgradiënt verkregen, hierdoor daalt de viscositeit en gaat de vloeistof makkelijk uit de fles. In tegenstelling hiermee gaat het uitgieten van een pot met ketchup een stuk minder vlot.

2.3.2.2 Shear thickening

Dit gedrag wordt ook wel dilatatie genoemd. In dit geval zal de viscositeit stijgen als de snelheidsgradiënt verhoogt.

Cementgebonden materialen gedragen zich als een suspensie; dit is een mengeling van vaste deeltjes in een vloeibaar medium. De deeltjes zijn gesuspendeerd in het suspensiemateriaal. Er zijn twee mechanismen die het shear thickening gedrag kunnen verklaren [19]:

- Clustervorming: hierbij hangt het dilaterend gedrag af van de interparticulaire krachten. Zolang de Van der Waalskrachten domineren blijven de gesuspendeerde deeltjes in geordende lagen. Wanneer een afschuiving aangrijpt, beginnen de deeltjes samen te klitten. Dit proces noemt flocculatie en de deeltjes blijven niet langer in suspensie maar beginnen zich als vaste deeltjes te gedragen. Deze clusters doen de stromingsweerstand toenemen [14]. De vorming van clusters heeft vooral effect op de kleinere deeltjes. In het geval van shear thinning gebeurt onder andere het omgekeerde, waar de samengeklitte aggregaten gebroken worden.
- De inertiekrachten tussen de deeltjes: dit is het gevolg van de hoeveelheid traagheidskracht inwerkend op een vaste korrel, deze is niet meer verwaarloosbaar ten opzichte van de viskeuze krachten. Het Reynolds getal geeft de relatieve invloed van de inertiekrachten ten opzichte van de viskeuze krachten:

$$Re_p = \frac{(\rho_s \cdot \dot{\gamma} \cdot a^2)}{n_c}$$

Met Re_p = Reynolds getal van een deeltje (-); ρ_s de dichtheid van de suspensievloeistof (kg/m³); $\dot{\gamma}$ de aangebrachte gradiënt (1/s); a de straal van het deeltje (m); η_s de schijnbare viscositeit van het suspensiemedium (Pa.s);

Dit Reynoldsnummer stijgt met het kwadraat van de straal van de deeltjes, de inertiekrachten grijpen dus vooral aan op de grote deeltjes.

Uit de experimenten kan besloten worden dat shear thickening vooral wordt veroorzaak door de vorming van clusters [14].

De vloeistof gebruikt in de tractiecontrole van een auto is een voorbeeld van een shear thickening vloeistof. Deze dient voor de krachtenoverbrenging tussen voor- en achterwielen. Als bij een auto de wielen van een as beginnen te slippen, vergroot de snelheidsgradiënt. Hierdoor wordt de vloeistof viskeuzer waardoor meer krachten naar het ander stel wielen worden overgebracht, om het slippen te verhelpen [13].

2.3.3 Tijdsafhankelijk niet-lineair gedrag

2.3.3.1 Thixotropie

Een definitie is de geleidelijke daling van de viscositeit bij een constante schuifspanning. Na het opheffen van de schuifspanning keert de beginviscositeit terug, het proces is dus reversibel.

In suspensies van vaste deeltjes in water, zoals bij cementgebonden materialen, zijn er grote interacties tussen deze deeltjes. De deeltjes hebben de neiging om samen te klitten (flocculatie), dit is een gevolg van de willekeurige Brownse bewegingen. Schuifspanningen breken deze structuur af (thixotrope breakdown), wanneer geen spanning wordt uitgeoefend herstelt en versterkt de structuur zich (thixotrope buildup). Beide processen duren een zekere tijd en zijn reversibel. Tijdens het afbreken oriënteren de deeltjes zich volgens de stroomrichting, hierdoor zal de viscositeit dalen.

Voor vele thixotrope materialen is er een snelle afbraak van de structuur door aanleg van grote snelheidsgradiënten, de heropbouw duurt een stuk trager aangezien het proces wordt aangestuwd door diffusie en temperatuur geïnduceerde bewegingen. In Figuur 2.17 worden beide processen voorgesteld. De dikste lijn toont het theoretisch te verwachten verloop en de dunnere lijn stelt de werkelijk opgemeten resultaten voor [20]. Het verschil wordt veroorzaakt door thixotroop gedrag dat een soort 'vertraging' in de materie teweegbrengt. Roussel toonde aan dat deze vertraging, in het geval van cementpasta's, afhangt van de aangebrachte schuifspanning en de eerdere belastingsgeschiedenis van de vloeistof [20].



Figuur 2.17: voorstelling van buildup (a) en breakdown (b)

Thixotropie kan fysisch eenvoudig uitgelegd worden. Door de interacties tussen de deeltjes wordt een potentiaalput gevormd, voorgesteld in Figuur 2.18(a). Er is dus een evenwichtspositie met minimale energie wat overeenkomt met het samenklitten (flocculatie en coagulatie) van de deeltjes. Als de energieverandering ΔE van het systeem te klein is zal het deeltje binnen de put blijven (b). Wanneer de externe krachten stoppen keert het deeltje terug naar zijn oorspronkelijke positie. Als de toegevoegde energie wel groot genoeg is, zal het deeltje de potentiaalput verlaten en verdwijnen de gevormde clusters (c).

In het geval van thixotrope materialen verandert de diepte van de potentiaalput ($\Delta E'$) met de tijd (d). Deze variatie wordt veroorzaakt door Brownse beweging en door mogelijke evoluties in colloïdale interacties. Als $\Delta E'$ stijgt dan zullen de deeltjes moeilijker de cluster verlaten. Als het deeltje ontsnapt, vindt de put wel opnieuw zijn originele diepte terug.



Figuur 2.18: fysische uitleg thixotropie[20]

Volgens de 'Particle flow interaction theory' [21] zijn er vier types bindingen tussen de cementdeeltjes. Tabel 2.1 toont de verschillende mogelijkheden.

	Verbinding door streven naar minimale potentiële energie	Verbinding veroorzaakt door hydratatiereacties	
De bindingen kunnen terug breken	Reversibel samengeklitte deeltjes	Reversibel verbonden deeltjes	
De bindingen kunnen niet meer breken	Permanente samengeklitte deeltjes	Permanent verbonden deeltjes	

Tabel 2.1: verschillende bindingen

Thixotropie ontstaat door de vorming van de reversibele bindingen die terug kunnen breken. Structural breakdown is een ander proces en wordt veroorzaakt door de chemisch gevormde permanente bindingen die niet kunnen verbroken worden. Structural breakdown mag dus niet verward worden met thixotrope breakdown en thixotrope rebuild.

Volgende test toont het thixotroop gedrag aan: de schuifspanning wordt lineair opgedreven naar een maximum en daarna lineair verminderd naar het minimum. Een resultaat van een test is hieronder voorgesteld in Figuur 2.19. De schuifweerstand voor de stijgende tak is groter dan deze voor de dalende tak. De oppervlakte van deze hysteresislus is een maat voor de hoeveelheid energie nodig om de structuur af te breken. Het is geen materiaaleigenschap aangezien deze oppervlakte afhangt van het verloop van de ingevoerde snelheidsgradiënt, bijvoorbeeld zal een hoger maximum zorgen voor een groter oppervlakte.





2.4 Toepassen op beton

Cementpasta is een suspensie van cementdeeltjes in water [21]. Beton zelf is niet echt een suspensie. Het is een driefasensysteem dat zowel lucht, water en vaste deeltjes bevat. De vaste deeltjes in een suspensie zijn solide en zullen zich dus niet vervormen. De aanwezige luchtbellen zijn wel vervormbaar en zullen daardoor de reologische eigenschappen van het mengsel beïnvloeden.

Schuifspanningen proberen de luchtbellen te vervormen volgens de stroomrichting. De oppervlaktespanning van de luchtbel verzet zich tegen deze vervorming van de bel en wil deze bol houden. Het capillair getal duidt het relatieve belang tussen deze twee krachten aan [22]:

$$Ca = \frac{a \cdot \dot{\gamma} \cdot \eta_s}{\Gamma}$$
(2.7)

Met

- Ca = het capillair getal (-);
- a = de straal van het niet vervormde deeltje (m);
- *γ* = de snelheidsgradiënt (1/s);
- η_s = de schijnbare viscositeit (Pa.s);
- Γ = de oppervlaktespanning (N/m).

Wanneer het capillair getal groter is dan 1, domineert de schuifspanning en zal de luchtbel zich volgens de stroming vervormen. Dit zorgt voor een vermindering van de weerstand tegen het vloeien waardoor de schijnbare viscositeit zal dalen. Bij lage capillaire getallen kleiner dan 1 blijft de bel de ronde vorm behouden door het domineren van de oppervlaktespanning. De weerstand tegen stroming blijft hoog en de viscositeit stijgt [23].

2.5 Effect luchtbelvorming op reologie

Volgens de onderzoekers Jiang en Struble gedraagt vers betonpasta zich als een plastische vloeistof volgens het lineaire Bingham model [7]. Er zijn verschillende parameters die de vloeigrens beïnvloeden: zo zal de gradering van het granulaat, de w/c-factor en de toevoeging van minerale stoffen een belangrijke invloed hebben. Uit eigen uitgevoerde testen blijkt echter dat de resultaten afwijken van dit lineaire gedrag tussen spanning en snelheidsgradiënt.

Dit eindwerk gaat de invloed na van de luchtbellen op zowel de vloeigrens als op de plastische viscositeit. Algemeen wordt gesteld dat de gemeten zetmaat (slump) evenredig is met de vloeigrens [24]. Er is geen correlatie met de plastische viscositeit.

Dr. Ing. Jon E. Wallevik bekomt volgende relatie:

$$\tau_0 = 714 - 473\log\left(\frac{S}{10}\right) \tag{2.8}$$

Met

- τ_0 de vloeigrens (Pa)
- *S* de slumpwaarde (mm)


Figuur 2.20: opgemeten verband tussen slump en vloeigrens [24]

Struble en Jiang hebben testen uitgevoerd op traditionele en zelfverdichtende cementpasta. Zoals eerder vermeld hangt het luchtgehalte af van de agitatie tijdens mengen. Ze stelden vast dat de granulaten zorgden voor de meeste agitatie waardoor de luchtgehalten bij cementpasta's veel lager lagen [7].

Eerst wordt de invloed bekeken van de toegevoegde luchtbelvormer op het luchtgehalte van de pasta. Uit de resultaten, voorgesteld in Figuur 2.21, blijkt dat het luchtgehalte toeneemt naarmate men luchtbelvormer toevoegt. Deze stijging vlakt echter af bij een hoog gehalte luchtbelvormer. Men stelt vast dat er een maximale luchtgehalte is bij een zekere w/c-factor. Deze verzadigingswaarde is hoger bij hogere w/c-factoren.



Figuur 2.21: luchtgehalte in functie van toegevoegde luchtbelvormer [7]

Daarna wordt de invloed van het luchtgehalte op de reologische parameters onderzocht. De lineaire Bingham interpolatie wordt toegepast waardoor de viscositeit overal overeen komt met de tangentiële viscositeit. Belangrijk is volgende waarneming, voorgesteld in Figuur 2.22: bij een toenemend luchtgehalte stijgt de vloeigrens lineair en daalt de plastische viscositeit eveneens lineair. Deze bemerkingen komen niet overeen met het feit dat slump negatief gecorreleerd is met de vloeigrens. De slump neemt volgens hun resultaten toe met stijgend luchtgehalte. Men had dus een daling in vloeigrens verwacht met stijgend luchtgehalte, wat dus niet het geval is.



De hellingen van deze lineaire verbanden zijn afhankelijk van de w/c-factor. Als de w/c-factor stijgt dan daalt de helling van het verband tussen vloeigrens en luchtgehalte. Dit betekent dat de vloeigrens minder gevoelig wordt voor veranderingen in luchtgehalte. Ook de daling van plastische viscositeit met een stijgend luchtgehalte wordt verminderd met stijgende w/c-factor, de helling wordt minder negatief als w/c stijgt.

De daling in plastische viscositeit met een stijgende luchtgehalte betekent dat de materie meer vloeibaar wordt. Dit is vrij logisch door de grote vervormbaarheid van de luchtbellen. Indien men deze redenering zou aanhouden voor de vloeigrens, zou deze ook moeten dalen. Dit komt niet overeen met de realiteit. Een mogelijke verklaring voor het effect van luchtinbreng op de viscositeit wordt gegeven door een theorie van Edmeades en Hewlett (1999) waar de luchtbellen zich binden met de cementdeeltjes via zogenaamde "bellenbruggen" [7].

Als cement hydrateert, wordt deze positief geladen door adsorptie van calciumionen. Met anionische surfactanten, zijn de luchtbellen meestal negatief geladen. Aangezien de cementdeeltjes kleiner zijn dan de luchtbellen ontstaat een soort coating van cementdeeltjes op de luchtbellen, dit wordt schematisch voorgesteld in Figuur 2.23. Deze vormen 'bellenbruggen' tussen de cementdeeltjes wat hun onderlinge connectie verbetert. Om de vloeistof te laten vloeien moeten deze 'bruggen' eerst verbroken worden, hierdoor stijgt de vloeigrens. Eenmaal dit gebeurd is, werken de luchtbellen als een soort vloeistof waardoor de viscositeit daalt.



Figuur 2.23: schematische voorstelling vorming bellenbruggen[7]

Bij mengelingen met een hoog gehalte aan plastificeerder werd door Struble en Jiang zowel een stijging van de vloeigrens als van de plastische viscositeit waargenomen bij stijgend luchtgehalte. Dit kan verklaard worden doordat de plastische viscositeit net als de vloeigrens bepaald wordt bij kleine snelheidsgradiënten. Dit is omdat de vloeigrens het starten van de beweging bepaalt en de plastische viscositeit deze is bij de aanvang van beweging. Bij deze lage snelheidsgradiënten spelen de gevormde 'bellenbruggen' een grote rol. In het geval met veel superplastificeerder gaan deze bindingen domineren op de werking van de bellen als inwendige smering waardoor de plastische viscositeit verhoogt.

Een andere verklaring van het effect van de luchtbellen op de reologie wordt bekomen door dr. Ir. Feys gebruik makend van het capillair getal [14]. Zoals eerder vermeld vervormen de bellen bij hoge waarden van dit getal waardoor er minder weerstand is, bij lage waarden blijven de bellen rond en hinderen deze de beweging in de suspensie.

Als er nu onderzoek wordt gedaan op de plastische viscositeit en de vloeigrens wordt er gewerkt bij lage snelheidsgradiënten. Deze lage snelheidsgradiënten brengen lage schuifspanningen (laag capillair getal) waardoor de oppervlaktespanningen zullen domineren. Daardoor vervormen de bellen niet en zullen deze de stroming tegenwerken. Dit fenomeen kan verklaren waarom de vloeigrens en de plastische viscositeit stijgen met toenemend luchtgehalte. Bij de tangentiële viscositeit is er reeds een hogere snelheidsgradiënt en dus hoger capillair getal. De bellen gaan zich vervormen waardoor deze de beweging veel minder hinderen. De tangentiële viscositeit zal hierdoor dalen met toenemend luchtgehalte.

De werking van de bellenbruggen en de invloed van het capillair getal verklaren dezelfde stijging bij de vloeigrens en de viscositeit bij zelfverdichtende pasta's en mortels.

Er wordt dus geconcludeerd dat er een competitie is tussen verschillende mechanismen:

- Zonder schuifspanningen ontstaan er bindingen tussen de cementdeeltjes en verhogen zo de vloeigrens (bellenbruggen). Deze bruggen worden enkel gevormd bij aanwezigheid van surfactantionen (luchtbelvormer). (1)
- De vervormbaarheid van de luchtbellen door de schuifspanningen, bepaald door het capillair getal. Bellen die hun vorm behouden zullen de stroming hinderen, vervormde bellen verminderen de weerstand tegen stroming. (2)
- Met schuifspanning reageren de deeltjes als vloeistof en werken als kleine interne lagers waardoor de viscositeit daalt. (3)

Volgens de resultaten in de literatuur domineren effect (1) en (3) bij traditionele mortels waardoor de plastische viscositeit daalt en de vloeigrens stijgt met toename van luchtgehalte. Bij de zelfverdichtende mortels domineren effect (1) en (2) waardoor de vloeigrens en de plastische viscositeit stijgen en de tangentiële viscositeit zal dalen.

De trends uit de literatuur worden samengevat in Tabel 2.2.

Jiang & Struble [7] 'vorming bellenbruggen/ inwendige smering'	Feys [14] 'effect vervorming bellen/ capillair getal'
 Stijgende verwerkbaarheid 	 Stijgende vloeigrens (zelfverdichtend)
 Stijgende vloeigrens 	 Dalende tangentiële viscositeit
Dalende plastische viscositeit	(zelfverdichtend)
(traditioneel)	 Shear thinning (traditioneel)
 Stijgende plastische viscositeit (zelfverdichtend) 	• Shear thickening (zelfverdichtend)

Tabel 2.2: trends uit de literatuur

2.6 Zelfverdichtende mortel

Een zelfverdichtende mortel heeft geen nood aan verdichtingenergie. Voor de uitleg van de zelfverdichtende mortel wordt de link gelegd naar het zelfverdichtend beton. Deze heeft typische voordelen tegenover een traditionele beton [25]:

- Door het vermijden van de verdichting stijgt de productiesnelheid en verlagen de kosten.
- Minder hinder en klachten tijdens plaatsing, trillingen veroorzaken geluidsoverlast en fysisch ongemak bij de arbeiders.

De eigenschappen van de zelfverdichtende mortel zijn wel gevoeliger aan wijzigingen in samenstelling. Door een gewijzigd vochtgehalte van de granulaten kan al een belangrijke verandering van de vloeibaarheid optreden. De samenstellingen van zelfverdichtend beton zijn gebaseerd op de Japanse methode ontwikkeld door Okamura [26]. Het mengselontwerp heeft volgende eigenschappen:

- Het toevoegen van fijne bestandsdelen zorgt voor een meer optimale korrelverdeling. Deze fijne bestandsdelen noemt men de vulstoffen. De vulstof en het bindmiddel samen geeft men het begrip poeder.
- Het toevoegen van poeder zorgt voor een lagere W/P verhouding wat een grotere viscositeit aan de pasta geeft en dus de segregatieweerstand van het beton verhoogt.
- Superplastificeerder wordt toegevoegd om voldoende vloeibaarheid te garanderen. Deze additief zorgt voor een elektrostatische afstoting tussen de deeltjes waardoor de inwendige wrijving in de specie vermindert.

Zelfverdichtende beton heeft ook typische reologische eisen [25]. De specie moet een lage vloeigrens hebben en een voldoende hoge viscositeit. De lage vloeigrens zorgt voor voldoende vloeibaarheid, de eis voor de viscositeit garandeert weerstand tegen ontmenging (segregatie). Het is de vloeibaarheid van de SCM die zorgt dat de specie zelf verdicht onder invloed van de zwaartekracht zonder nood aan externe trillingen.

Zowel de vloeigrens en de viscositeit hebben beide ook een bovengrens om voldoende verwerkbaarheid van de specie te garanderen. Alle eisen samen bakenen een definitiegebied af voor de reologische parameters van SCC, deze staat voorgesteld in Figuur 2.24.



Figuur 2.24: grenzen reologische parameters SCC [25]

De segregatieweerstand is een eigenschap van een verse mortel of beton om zijn originele, homogene verdeling van bestandsdelen te kunnen behouden tijdens verdichten, transport en plaatsing. De verschillende bestandsdelen hebben verschillende vormen en dichtheden waardoor er een natuurlijke neiging is om zich te ontmengen. Deze weerstand wordt ook vaak de stabiliteit van het mengsel genoemd.

Segregatie kan zich voor doen in verschillende vormen [5]:

- De grovere deeltjes scheiden zich af of bezinken ten opzichte van de rest van de mortelmatrix;
- De mortelpasta scheidt zich af van de andere componenten;
- Water heeft de laagste dichtheid en kan zich ontmengen en naar de bovenkant verplaatsen, dit noemt 'bleeding'.

Er is een verschil in gedrag tussen traditioneel en zelfverdichtende mortel als er een schuifspanning op aangrijpt. Als een kracht aangrijpt op een zijde van traditioneel beton, zal deze kant beginnen te bewegen. Er wordt dan pasta van het stationaire naar het mobiele deel gezogen zodat de grote deeltjes vlot kunnen bewegen. De extra pasta zorgt voor een grotere afstand tussen de deeltjes waardoor er minder wrijving is (Figuur 2.25). Dit fenomeen verklaart de benaming dilatatie voor shear thickening gedrag.

Bij zelfverdichtend beton is er ongeveer 25 tot 35 % meer matrix (pasta en vulstof) aanwezig in de specie. Door deze matrix is al voldoende afstand tussen de deeltjes waardoor tijdens afschuiving geen pasta meer wordt verplaatst. Hierdoor ontstaat bijna geen volumeverandering tijdens afschuiving (Figuur 2.26).





Figuur 2.25: traditioneel beton met 28% matrix voor en na afschuiving

Figuur 2.26: zelfverdichtend beton met 36% matrix, voor en na afschuiving



In Figuur 2.27 worden de effecten van de additieven op de reologische parameters geïllustreerd [27].

Figuur 2.27: effect additieven op reologische parameters[27]

- Stijging van luchtgehalte zou vooral voor een daling in plastische viscositeit zorgen;
- Water laat zowel de vloeigrens als de viscositeit dalen;
- Superplastificeerder zorgt voor een daling in vloeigrens maar heeft geen invloed op de viscositeit.

Hoofdstuk 3:Transformatieformules

3.1 Bespreking transformatieformules

In het labo Magnel wordt gebruik gemaakt van de Anton Paar MCR 52 reometer, het laboratorium te Cergy is uitgerust met een réostress RS 150 reometer. Om de reologie van de specie te bestuderen wordt de snelheidsgradiënt van de spindel gecontroleerd (*control rate*). De spindel begint te bewegen aan een specifieke rotatiesnelheid, het nodige koppel voor deze beweging wordt geregistreerd. Voor reologisch onderzoek moeten deze grootheden omgezet worden naar schuifspanning en snelheidsgradiënt. De wijze waarop deze transformatie verloopt is niet eenduidig en kunnen dus invloed hebben op de uiteindelijke reologische parameters. In dit hoofdstuk worden enkele methoden en hun berekeningswijzen beschreven waarmee deze transformatie kan worden uitgevoerd. In het geval van een reometer met concentrische cilinders wordt deze transformatie van T(N) naar $\tau(\dot{\gamma})$ vaak het 'Couette inverse probleem' genoemd [28].

3.1.1 Transformatieformules van de reometer

De reometer kan deze transformatie automatisch uitvoeren. Er wordt dan gebruik gemaakt van volgende formules (Anton Paar MCR 52):

$$T(Nm) \cdot 55000 = \tau(Pa) \tag{3.1}$$

$$\Omega\left(\frac{rad}{s}\right) \cdot 10 = \dot{\gamma}(1/s) \tag{3.2}$$

Met T het koppel en Ω de rotatiesnelheid.

Deze formules, bekomen na correspondentie met de firma Anton Paar, zijn specifiek voor de gebruikte spindel met loodrechte roerbladen. Deze methode verklaart niet hoe deze formules worden afgeleid, waarschijnlijk is het toestel geijkt door middel van vloeistoffen met gekende viscositeit (1500 mPa.s). Na toepassen van deze transformatieformules kunnen de curven worden benaderd. De *Bingham, modified Bingham* en *Herschel-Bulkley* interpolaties kunnen hierop toegepast worden.

3.1.2 Coaxiale transformatieformules

In de literatuur is er sprake van volgende methode [29]. De gebruikte formules zijn afgeleid voor coaxiale cilinders, vertrekkend van het Couette inverse probleem:

$$T(Nm) \cdot \frac{1}{2\pi R_i^2 h} = \tau(Pa) \tag{3.3}$$

$$\Omega (rad/s) \cdot \frac{2}{R_i^2 \left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_0^2}\right)} = \dot{\gamma}(1/s)$$
(3.4)

Met :

• h de hoogte van de vinnen (m);

- R_i de straal van het vinnen (m);
- R₀ de straal van de container (m).

Uitrekenen zorgt voor volgende coëfficiënten:

$$\frac{1}{2\pi R_i^2 h} = 17520$$
$$\frac{2}{R_i^2 \left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_0^2}\right)} = 2,5$$

Het opzetstuk gebruikt in het labo Magnel bestaat uit 2 loodrechte roerbladen ('vane'), er is dus niet echt sprake van coaxiale cilinders. Aangezien er geen formules te vinden zijn specifiek voor deze spindel wordt deze als een cilinder benaderd. De beweging tussen de straal van de vane en de straal van de cilinder is uiteindelijk vrij gelijkaardig in beide gevallen [30]. Maar deze benadering zal wel een fout induceren, het is moeilijk om de grootte van deze fout te schatten.

De consistentie-index n van het *Herschel-Bulkley* model wordt gelijk gesteld aan 1 om de formules in deze vorm te verkrijgen [29]. Er wordt dus uitgegaan van lineair gedrag voordat de transformatie naar schuifspanning en snelheidsgradiënt wordt uitgevoerd. Uit het gekregen verband tussen deze laatste twee grootheden mag dus enkel een lineaire interpolatie uitgevoerd worden om de reologische parameters vloeigrens en viscositeit te bepalen.

In het hoofdstuk Onderzoek op cementpasta, maakt het softwarepakket gebruik van deze formules voor de transformatie. Het niet-lineair *modified Bingham model* wordt toegepast na deze lineaire transformatie. Dit is de enige mogelijkheid aangezien geen gegevens van opgemeten koppel in functie van snelheid beschikbaar zijn.

3.1.3 Reiner-Riwlin vergelijkingen

3.1.3.1 Directe transformatie

Gebaseerd op het Couette inverse probleem bij coaxiale cilinders zijn volgende formules opgesteld [28]. Deze zijn enkel uitgewerkt voor het *Bingham* model en het *Herschel-Bulkley* model.

De interpolatiemodellen worden eerst toegepast op de verkregen curves van het koppel in functie van de rotatiesnelheid. De verkregen parameters worden dan getransformeerd naar de reologische parameters die het verband uitdrukken tussen de schuifspanning en de snelheidsgradiënt.

Bingham model

De verkregen punten (T=f(N)) worden volgens dit lineaire model benaderd:

$$T = G_B + H_B N \tag{3.5}$$

Met:

- N de rotatiesnelheid in rps;
- G_B de vloeiweerstand (Nm);
- H_B de viscositeitsfactor (Nm.s).

De vloeigrens en viscositeit worden dan als volgt berekend:

$$\tau_{0,B} = \frac{\frac{G_B}{4\pi h} \left(\frac{1}{{R_i}^2} - \frac{1}{R_0^2}\right)}{\ln\left(\frac{R_0}{R_i}\right)}$$
(3.6)

$$\mu = \frac{H_B}{8\pi^2 h} \left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_0^2}\right)$$
(3.7)

Herschel-Bulkley model

Analoog met het *Bingham* model worden de gegevens nu volgens het *Herschel-Bulkley model* benaderd. Hiermee kan ook het niet-lineaire gedrag gemodelleerd worden.

$$T = G_{HB} + H_{HB} N^J \tag{3.8}$$

Met:

- G_{HB} de vloeiweerstand (Nm);
- H_{HB} de viscositeitsfactor (Nm.s^J);
- J de indexfactor (-).

Omzetten naar vloeigrens, consistentiefactor K en de consistentie index n gebeurt via:

$$\tau_{0,HB} = \frac{\frac{G_{HB}}{4\pi h} \left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_0^2}\right)}{\ln\left(\frac{R_0}{R_i}\right)}$$
(3.9)
$$K = \frac{H_{HB}}{2^{2n+1}\pi^{n+1}h} n^n \left(\frac{1}{\frac{2}{R_i^n}} - \frac{1}{\frac{2}{R_0^n}}\right)^n$$
(3.10)

De formules voor de omzetting bij de vloeigrens zijn dezelfde bij beide modellen. Dit komt omdat de schuifspanning op een vloeistof enkel afhangt van de geometrie van de reometer en niet van de aard van de vloeistof zelf [28].

Een groot nadeel van deze methode is dat de *modified Bingham interpolatie* niet mogelijk is, hiervoor bestaat geen *Reiner-Riwlin* omzetting van deze vorm.

3.1.3.2 Transformatieformules rekening houdend met plugflow

In voorgaande methodes wordt geen rekening gehouden met plugflow. Een plug is een statische toestand van de specie waar de snelheidsgradiënt $\dot{\gamma}$ gelijk aan 0 wordt. Een gedeelte van het materiaal vloeit niet en fungeert als een star lichaam. Een plug ontstaat als de aangrijpende schuifspanning, op een zekere afstand r van het centrum, kleiner wordt dan de vloeigrens van de specie. De initiële bindingen worden niet meer gebroken en de materie begint niet te bewegen.

Gedurende de testen daalt de rotatiesnelheid stapsgewijs. De plug zal beginnen aan de buitenste rand en zal zich voortzetten naar de binnenrand naarmate de rotatiesnelheid daalt. Zie Figuur 3.1 voor een SCM 0,46 met 0,66 % luchtbelvormer.



Figuur 3.1: evolutie straal plug (SCM 0,46 met 0,66 % luchtbelvormer)

Er wordt gebruik gemaakt van een Excel bestand beschikbaar gesteld door dr. Ir. Dimitri Feys. Deze werd opgesteld in het kader van zijn doctoraat. De berekeningen gaan uit van volgende transformatieformules[31]:

$$\tau = \frac{T}{2\pi R_i^2 H} \tag{3.11}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{2}{R_i^2} \left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_p^2} \right)^{-1} \left(\Omega + \frac{\tau_0}{\mu} \ln\left(\frac{R_p}{R_i}\right) \right) - \frac{\tau_0}{\mu}$$
(3.12)

Met:

- τ (Pa) de schuifspanning ter hoogte van de inwendige cilinder, dus aan de buitenste randen van de schoepen;
- $\dot{\gamma}$ (1/s) de snelheidsgradiënt ter hoogte van de inwendige cilinder;
- R_p (m) komt overeen met de afstand tot het centrum waar de plugflow begint. Deze is eenvoudig te halen uit:

$$R_p = \sqrt{\frac{T}{2\pi L \tau_0}}$$
(3.13)

• μ_p de plastische viscositeit in Pa.s.

De formule voor de snelheidsgradiënt is afgeleid uit de *Reiner-Riwlin* vergelijking. Deze werd in het doctoraat van Jon Elvar Wallevik aangepast aan het lineaire *Bingham model* (n=1) [31]. De transformatieformule bevat al de te zoeken reologische parameters vloeigrens en plastische viscositeit. Er zal dus iteratief te werk worden gegaan om deze te bepalen. Er wordt gerekend met een startwaarde voor de vloeigrens en de plastische viscositeit, de twee nieuwe waarden die worden verkregen dienen als beginwaarden voor de volgende berekening. Dit schema is voorgesteld in Figuur 3.2. De definitieve reologische parameters kunnen bepaald worden door te eisen dat de begin- en eindwaarden zeer dicht bij elkaar moeten liggen



Figuur 3.2: schematische voorstelling iteratieve berekening

Zoals reeds aangehaald kunnen via deze methode enkel de reologische parameters bepaald worden volgens het lineaire *Bingham* model.

3.1.3.3 Punt naar punt transformatie

De eerder aangehaalde *Reiner-Riwlin* transformatieformules uit sectie 3.1.3.1 hangen af van het reologisch model. Bovendien is er geen mogelijkheid tot gebruik van het *modified Bingham* model terwijl deze een stuk handiger is dan het *Herschel-Bulkley* model (zie sectie 2.3.1.2). Daarom wordt geopteerd om elk punt in de curve T(N) om te zetten naar $\tau(\dot{\gamma})$ [32], deze formules zijn onafhankelijk van het reologisch model en het *modified Bingham* model kan worden toegepast:

τ

$$=\frac{\frac{(R_0^2 + R_i^2)}{(R_0^2 R_i^2)}T}{4\pi h}$$
(3.14)

$$\dot{\gamma} = \frac{(R_0^2 + R_i^2)}{R_0^2 - R_i^2} 2\pi N$$
(3.15)

In beide formules wordt een lineair snelheidsprofiel verondersteld tussen de coaxiale cilinders [28]. Deze veronderstelling gaat enkel op als de opening voldoende klein is (R_i/R_0 >0,99).

Bij de spindel in het laboratorium Magnel is deze verhouding 0,43; bij deze te Cergy 0,72. In een onderzoek van dr. ir. Feys [33] wordt vermeld dat bij een verhouding R_i/R_0 = 0,69 slechts een kleine fout wordt geïnduceerd bij het gebruik van deze formules. Deze veronderstelling wordt in deze scriptie overgenomen voor beide spindels.



Figuur 3.3: overzicht transformatieformules

3.3 Vergelijking tussen de verschillende modellen

3.3.1 Keuze lineair-kwadratisch

Zoals voorgaand schema aantoont (Figuur 3.3) zijn de meeste methoden enkel bruikbaar met het lineaire Bingham model, dit doordat de transformatieformules zelf uitgaan van lineair gedrag.

Bij de uitgevoerde testen wordt een lineaire interpolatie toegepast. Indien de resultaten een negatieve waarde van de vloeigrens of een lage coëfficiënt van determinatie (R²) tonen, wordt overgestapt naar een niet-lineair interpolatie. In de literatuur doet dit probleem zich ook voor [19]. De coëfficiënt van determinatie geeft een indicatie voor de fout tussen de interpolatie en de werkelijke waarden, een coëfficiënt gelijk aan 1 komt overeen met een goede benadering.

In Figuur 3.4 zijn de opgemeten schuifspanningen in functie van snelheidsgradiënt voorgesteld voor een meting van een SCM 0,46; gemengd aan een luchtdruk van 50 Pa. Het shear thickening gedrag is duidelijk zichtbaar, de lineaire interpolatie is ook getekend. Rechts is het verloop bij kleine snelheidsgradiënten voorgesteld, de lineaire benadering zal de verticale as snijden bij een negatieve waarde. De coëfficiënt van determinatie (R²) is bijna gelijk aan 1 wat betekent dat er een goede correlatie is tussen de punten en de benadering.

Bij de iteratieve berekening waar rekening wordt gehouden met plugflow komen er ook problemen voor bij shear thickening gedrag. De negatieve vloeigrens kan niet worden verwerkt met de file. Het heeft geen nut te spreken over een negatieve vloeigrens aangezien deze geen fysisch betekenis heeft. Het is een positieve, nodige kracht om de materie te doen vloeien.



Figuur 3.4: schuifspanning - snelheidsgradient SCM 0,4 50 Pa (links) met detail (rechts)

3.3.2 Resultaten

De verschillende methoden worden uitgewerkt en voorgesteld in Figuur 3.5 en Figuur 3.6. De nummering komt overeen met deze in Figuur 3.3.



Figuur 3.5: vloeigrens volgens verschillende methode SCM 0,4



Figuur 3.6: plastische viscositeit volgens verschillende methoden SCM 0,4

Figuur 3.5 toont de verkregen vloeigrenzen voor de verschillende transformatiemethodes. Er zijn geen negatieve vloeigrenzen bekomen en dus zijn alle methoden mogelijk. Het betreft testen op zelfverdichtend mortel w/c= 0,4 bij de referentiemengeling (geen luchtbelvormer en onder atmosfeerdruk gemengd) en 0,66 % toegevoegde luchtbelvormer. De bekomen waarden bij alle lineaire methoden komen vrij goed overeen. Het verschil tussen de *Reiner-Riwlin* methode en de methode rekening houdend met plug flow is klein. Het storend effect van de plug flow heeft dus een kleine invloed op de bekomen reologische parameters, deze conclusie komt ook voor in de literatuur [34]. Daarom wordt in later onderzoek de plug flow verwaarloosd.

Enkel de getalwaarden bij de transformatieformules van de reometer wijken af. Dit kon op voorhand voorspeld worden aangezien de reometer niet gekalibreerd is voor cementgebonden materialen. Hierdoor zorgen de bijgeleverde transformatieformules voor grote fouten.

Bij de niet-lineaire modellen wijken de resultaten via de transformatieformules van de reometer opnieuw af van de rest. De bekomen waarden via de punt-punt transformatie met *modified Bingham* zijn gelijkaardig aan deze via *Reiner Riwlin* met het *Herschel-Bulkley* model.

Figuur 3.6 vergelijkt de bekomen plastische viscositeiten. Merk op dat voor het *Herschel-Bulkley* model deze viscositeit de consistentiefactor K (Pa.sⁿ) voorstelt. De trends zijn gelijkaardig als bij de vloeigrens, het verschil door gebruik te maken van de transformatieformules van de reometer zelf is echter een stuk kleiner.

Gelijkaardige trends zijn zichtbaar bij de resultaten van de zelfverdichtende mortel w/c= 0,46.

3.4 Conclusie

In de literatuur wordt een groot aantal transformatiemethodes beschreven om de rotatiesnelheid en het koppel om te zetten in bijhorende snelheidsgradiënt en schuifspanning. Bij sommige methoden werd reeds uitgegaan van een lineair model. Figuur 3.3 toont een schematische voorstelling van deze methodes. Uit de vergelijking van de verschillende modellen en hun interpolaties wordt besloten dat de Reiner-Riwlin punt tot punt transformatie de meeste voordelen biedt. Het is de enige betrouwbare methode waarmee het kwadratische *modified Bingham* model kan toegepast worden. De kleine verhouding R_i/R₀ induceert wel een fout omdat een lineair snelheidsprofiel tussen de randen wordt verondersteld.

De transformatieformules van de reometer geven te grote fouten voor cementgebonden materialen. Het grootste deel van de gevonden transformatieformules werkt enkel voor lineaire modellen, maar deze geven fouten bij dilatant en pseudo-elastisch gedrag wat bij de uitgevoerde proeven het geval was. Ook volgt uit de resultaten dat het verwaarlozen van het effect van de plug weinig invloed heeft op de resultaten.

De ideale oplossing voor later onderzoek is een iteratief programma gelijkaardig aan deze gebruikt in sectie 3.1.3.2. Deze moet aangepast worden voor het *modified Bingham model*. Hierbij zijn geen aannames van het snelheidsprofiel tussen de cilinders meer nodig en kan het gehele profiel $\tau(\dot{\gamma})$ getekend worden. Bovendien kan dan rekening gehouden worden met plugflow.

Hoofdstuk 4: Onderzoek op cementpasta

4.1 Inleiding

Voor deze studie zijn de proefnemingen op cementpasta's gebeurd in het laboratorium van de Franse universiteit te Cergy-Pontoise nabij Parijs (Figuur 4.1). Dit in het kader van een Erasmusuitwisseling. Het onderzoek werd begeleid door Professor Dr. Ir. Aggoun en enkele doctoraatstudenten.



Figuur 4.1: faculteit génie civil, université de Cergy-Pontoise

4.2 Uitrusting

4.2.1 Algemeen

In het laboratorium wordt gebruik gemaakt van volgend materieel:



Figuur 4.2: RS 150 reometer



Figuur 4.3: PowerBlend mixer

Thermo Haake réostress RS 150 viscometer

Een reometer aangedreven door luchtdruk (2,5 bar). Het toestel laat een spoel draaien in de specie die zich in een metalen container bevindt. Volgende spindels zijn mogelijk:

- Ruwe cilinder;
- Getande cilinder;
- Vinnen (roerbladen).

De begeleidende software was rheoWin.

Braun PowerBlend mixer

Een standaard huishoud blender, die gebruikt wordt om de pasta's te mengen.

Deze bevat een 525 watt motor en heeft vijf snelheidsstanden.

4.2.2 Reometer RS 150

4.2.2.1 Werking

Voor de werking van de reometer wordt verwezen naar het hoofdstuk transformatieformules.

4.2.2.2 Cilinder sensor systemen

De spindel die gebruikt wordt voor de reometer is de ruwe cilinder (Z31). Deze draait in een metalen container (Z43) waarin de specie zich bevindt. De metingen hiermee zijn overeenkomstig DIN 53018. Deze sensoren hebben een zeer klein voorvlak waardoor ze uiterst geschikt zijn voor exacte metingen, dit type spindel wordt aangeraden voor vloeistoffen met gemiddelde viscositeit [35].

Geometrie

De sensor systemen voldoen aan de afmetingen volgens DIN 53018. Deze schrijven de waarden voor in Tabel 4.1 [35]:



Tabel 4.1: geometrische kenmerken opzetstuk Z31

Coëfficiënten

De software van de reometer voert de transformatie van T(N) naar $\tau(\dot{\gamma})$ automatisch uit, hierbij wordt gebruik gemaakt van de coaxiale formules uit het hoofdstuk transformatieformules. Volgende transformatiecoëfficiënten worden bekomen:

$$\frac{1}{2\pi h R_i^2} = 11702,43 \ m^{-3} \tag{4.1}$$

$$\frac{2 \cdot R_0^2}{R_0^2 - R_i^2} = 4,211625$$
(4.2)

Zoals eerder besloten in het sectie 3.4 biedt *de Reiner-Riwlin punt-punt transformatie* meer voordelen tegenover deze coaxiale transformatie. Maar deze is praktisch niet toepasbaar aangezien geen info meer beschikbaar is van het koppel in functie van de rotatiesnelheid. Enkel bestanden met schuifspanning in functie van de snelheidsgradiënt werden mee naar België gebracht.

4.3 Aangewende materialen

Een cementpasta bestaat uit fijn cement en water. In het geval van zelfverdichtende pasta moeten ook de hulpstof (superplastificeerder) en vulstof (kalksteenmeel) worden toegevoegd.

4.3.1 Bindmiddel

Er wordt gebruik gemaakt van CEM I 52,5 N hoogperformant cement. Het is een Portlandcement dat als enig hoofdbestanddeel Portlandklinker (K) bevat [36]. Het klinkergehalte bedraagt minstens 95% en heeft een korrelverdelingsdiagram voorgesteld in Figuur 4.4. De chemische samenstelling werd onderzocht door de externe firma Geos, het resultaat staat in Tabel 4.2. De fysische en mechanische eigenschappen zijn terug te vinden in Tabel 4.3.



Figuur 4.4: korrelverdelingsdiagram CEM I 52,5 N en kalksteenmeel

Stof	Concentratie (%)
SiO ₂	18,50
Al ₂ O ₃	5,94
Fe ₂ O ₃	4,15
CaO	62,91
MgO	0,97
Na ₂ O	0,46
K ₂ O	0,69
Na-equivalent	0,91
Gloeiverlies	1,35
Sulfaatgehalte (SO3)	3,28
Onoplosbare rest	0,64
CO ₂	0,47
Onzuiver silica	18,80

Tabel 4.2: chemische samenstelling portlandcement CEM I 52,5 N

	CEM I 52,5N
Druksterkte (N/mm ²)	
2d	34,3
7d	58,14
28d	71,17
Treksterkte (N/mm²)	
2d	6,33
7d	7,94
28d	8,50
Specifieke oppervlakte (m ² /kg)	3959
Absolute volumemassa (kg/m ³)	3092

Tabel 4.3: fysische en mechanische eigenschappen van de aangewende cementsoort

4.3.2 Waterreducerende hulpstof

Deze hulpstoffen laten toe om voor eenzelfde verwerkbaarheid het watergehalte van beton te verminderen of bij eenzelfde watergehalte de verwerkbaarheid te verhogen. De stoffen zorgen voor een afstoting van de solide deeltjes waardoor de vloeibaarheid verhoogt [37].

Er wordt gebruik gemaakt van GLENIUM 51 con.35%. Het is een superplastificeerder van een nieuwe generatie op basis van een chemische keten van gemodificeerde polycarboxylic ethers. Het product is ontwikkeld voor de prefabindustrie, in voor- en nagespannen beton [38].

4.3.3 Luchtbelvormer

Zoals besproken in de literatuurstudie zorgt deze voor een groot aantal kleine luchtbellen in de specie die gelijkmatig verdeeld zijn en na verharding blijven bestaan.

Er wordt gebruik gemaakt van de Micro air luchtbelvormer geleverd door BASF.

4.3.4 Kalksteenmeel (Filler)

De vulstoffen zijn zeer fijne stoffen die aan zelfverdichtend beton worden toegevoegd met de bedoeling het zijn specifieke eigenschappen te bezorgen [39]. Vaak is de vulstof fijner dan het cement. Ze leveren volgende voordelen op:

- Controle van de sterkte;
- Reduceren van hydratatiewarmte;
- Verbeterde stabiliteit en reologische eigenschappen.

Voor onze testen dient kalksteenmeel als vulstof, deze is van het type Omya betocarb[®]. Kalksteenmeel is een quasi inerte stof wanneer deze enkel bij cement wordt gevoegd. Het korrelverdelingsdiagram wordt ook voorgesteld in Figuur 4.4.

4.4 Traditionele cementpasta

4.4.1 Samenstelling

Er worden samenstellingen opgemaakt met 2 verschillende water/cement-verhoudingen: 0,4 en 0,5 (Tabel 4.4). De dosering luchtbelvormer is gebaseerd op de voorgeschreven waardes in de handleiding. Deze wordt uitgedrukt in percentage van de toegevoegde massa cement. Initieel is 0,22 procent luchtbelvormer de maximale waarde, de resultaten blijken weinig te verschillen met deze van de referentiemengeling (0 %). Hierdoor wordt deze maximum dosage aangepast naar 0,66 procent.

Mengelingen	w/c	Luchtbelvormer	Luchtbelvormer	Water	Cement
		(%)	(g)	(g)	(g)
1 (referentie)		0	0		
2	0,5	0,22	1	225	450
3		0,44	2		
4		0,66	3		
1 (referentie)		0	0		
2	0,4	0,22	1	190	450
3		0,44	2	180	450
4		0,66	3		

Tabel 4.4: samenstellingen geteste cementpasta CVP

4.4.2 Werkwijze

De volgende mengprocedure wordt gebruikt:

- Het afwegen van de componenten: water, cement en luchtbelvormer;
- Toevoegen van de luchtbelvormer bij de hoeveelheid water;
- Het water als eerste in de menger brengen;
- De afgewogen hoeveelheid cement bijvoegen, en terwijl langzaam roeren;
- Het deksel op de menger zetten;
- 25 seconden mengen op normale snelheid (stand 2 op de draaiknop);
- Daarna even manueel roeren om grote klonters te vermijden;
- 25 seconden mengen op maximale snelheid (stand 5);

Deze mengsnelheden zijn door de doctoraatstudenten te Cergy-Pontoise aangeraden. De verschillende toestellen worden hierna op een consequente wijze bevochtigd, zodat elke test onder dezelfde vochtige omstandigheden gebeurd.

Slumpflow

De eerste test betreft het opmeten van de slumpflow. Hiervoor wordt de cementpasta in de Haegermanconus gegoten, deze is voorgesteld in Figuur 4.5. Deze conus wordt loodrecht naar boven geheven. De specie vloeit en spreidt zich uit, als de beweging stopt wordt de diameter van de 'taart' opgemeten in 2 loodrechte richtingen. Het gemiddelde hiervan is de slumpflow-waarde.



Figuur 4.5: slumpflow test met miniconus (Haegermanconus) [40]

Reometer

In wat volgt wordt gebruik gemaakt van de RS 150 reometer. De maatbeker wordt gevuld met specie en geplaatst onder de reometer. Als opzetstuk wordt de ruwe cilinder (Z31) gekozen. Van groot belang is de juiste hoeveelheid cementpasta in de maatbeker, zodat de cilinder volledig in de pasta dringt maar er ook geen hoeveelheid boven de cilinder uitkomt. Het toestel rekent met de totale oppervlakte van de cilinder, te veel specie zorgt voor storende krachten aan de bovenzijde. Dit zou de opgemeten schuifspanningen ongewenst verhogen.

Zoals eerder vermeld is de reometer van het *Control Rate*-type, er moet een verloop van de snelheidsgradiënt ingevoerd worden. De bijhorende spanningen worden dan opgemeten.

Thixotropie is al besproken in sectie 2.3.3.1, het is een verandering van viscositeit met de tijd. Dit kan vermeden worden door de snelheidsgradiënt stelselmatig af te bouwen na een periode van voldoende preshearing. Daarnaast zorgt de geleidelijke vorming van bindingen door de hydratatiereacties voor een verlies in verwerkbaarheid. Hierdoor is er een permanente stijging van vloeigrens en plastische viscositeit. Dit effect kan niet vermeden worden door een aanpassing van de snelheidsgradiënt. Het is dus van groot belang dat alle uitgevoerde stappen goed worden gechronometreerd en dat deze tijdsverdeling telkens wordt toegepast.

Het aangelegde profiel ziet er als volgt uit:

- Lineair opdrijven van de gradiënt tot 100/s, in een tijdspanne van 30 seconden;
- Dit maximum wordt aangehouden tot de opgemeten spanning naar een constante nadert, dit betekent dat voldoende afbraak van de structuur is gebeurd en dat de preshearing afgelopen is;
- Daarna daalt de gradiënt stapsgewijs, per stap wordt de snelheidsgradiënt 10 seconden constant gehouden;
- Eerst wordt stapsgewijs gedaald van 100/s naar 20/s in stappen van 10/s;
- Daarna wordt gedaald tot 0/s in stappen van 3,33/s;

Het profiel is voorgesteld in Figuur 4.6.



Figuur 4.6: opgemeten snelheidsgradiënt corresponderend met ingegeven profiel

In de dalende tak moet de schuifspanning per stap naderen naar een waarde. Het zijn deze eindwaarden in functie van de aangelegde snelheidsgradiënt die de reologie van de materie zullen bepalen. De gebruikte reometer geeft direct deze eindwaarden, daardoor is het moeilijk uit te maken of dit daadwerkelijk een evenwichtswaarde is.

Het niet-lineair gedrag doet zich vooral voor bij lage snelheidsgradiënten, door de trappen te verkleinen naar het einde toe kan dit gedrag beter worden opgemeten. Ook worden de vloeigrens en de plastische viscositeit bepaald bij deze lage snelheidsgradiënten.

Voor de verwerking van de gegevens worden de automatisch uitgevoerde transformatieformules van de reometer gebruikt uit sectie 4.2.2.1. Het zijn de coaxiale transformatieformules. Op Figuur 4.7 is het verloop van de opgemeten spanningen voorgesteld, overeenstemmend met vorig aangelegd profiel. In het begin stijgt de spanning lineair daarna is tijdens de preshearing de thixotrope breakdown duidelijk zichtbaar (van 30 tot 100 seconden): de spanning daalt tot een evenwichtswaarde. Hierna wordt de dalende tak van de snelheidsgradiënt ingezet.



Figuur 4.7: voorstelling opgemeten spanning in functie van de tijd (SCP 0,5-0,66% luchtbelvormer)

Om de reologische parameters te kunnen bepalen, worden de eindspanningen van de stappen uit de dalende tak voorgesteld in functie van de snelheidsgradiënt. Een voorbeeld staat op Figuur 4.8.





Interpolatiemethode

De bekomen curven worden geïnterpoleerd volgens het *modified Bingham model*, zoals in de literatuurstudie vermeld is dit het meest nauwkeurige model dat ons fysisch te interpreteren parameters geeft. Enkel de punten met een snelheidsgradiënt lager dan 70/s worden bekeken, dit is een eigen keuze. In praktisch gebruik van mortels en pasta zal de snelheidsgradiënt zelden hoger zijn dan deze 70/s en daarom wordt het onderzoek beperkt tot kleinere waarden.

De interpolatie geeft ons de vloeigrens, de plastische viscositeit en de verhouding c/μ .

4.4.3 Bekomen resultaten

In deze paragraaf worden de resultaten grafisch voorgesteld. De geteste samenstellingen staan voorgesteld in sectie 4.4.1.

T-toets

De trends worden getest op hun significantie, hiervoor wordt gebruik gemaakt van de T-Toets. Deze methode berekent de kans dat het gemiddelde van een steekproef overeenkomt met gemiddelde van een andere steekproef. Indien deze kans kleiner is dan 5 % wordt er gesproken van een significant verschil tussen de steekproeven en is er dus een trend.

4.4.3.1 w/c ratio gelijk aan 0,5

De bekomen resultaten staan in Figuur 4.9, het gemiddelde wordt voorgesteld samen met de standaardafwijking. Het is belangrijk om hierbij een lijst te geven met het aantal uitgevoerde metingen, deze staan in Tabel 4.5. Bij mengelingen met uiteenlopende resultaten wordt nog een extra mengeling uitgevoerd. Dit is het geval bij 0,22 % en 0,44 % toegevoegde luchtbelvormer.

Toegevoegd luchtbelvormer (% van massa cement)	Aantal uitgevoerde metingen
0	2
0,044	2



Figuur 4.9: resultaten CVP w/c= 0,5

In de resultaten van de slumpflow dalen de waarden met stijgend gehalte luchtbelvormer. Ook zijn de standaardafwijkingen klein genoeg om te kunnen spreken van een trend. De waarden van de vloeigrens stijgen wanneer meer luchtbelvormer wordt toegevoegd. Dit komt overeen met de bevinding uit de literatuurstudie. De luchtbelvormer zorgt voor een binding tussen de cementdeeltjes, de zogenaamde 'bellenbruggen'. Deze extra connecties moeten eerst verbroken worden alvorens de specie begint te vloeien.

Bij de metingen op plastische viscositeit wordt een stijgende trend vastgesteld. De toegevoegde luchtbelvormer zorgt er namelijk voor dat meer kracht nodig is om de vloeistof te doen versnellen. Bij de geraadpleegde literatuur ziet men het omgekeerde effect, de plastische viscositeit daalt in dat geval [7]. De waarnemingen kunnen verklaard worden doordat de 'bellenbruggen' ook bij beweging (dynamisch gedrag) een rol beginnen te spelen. Enerzijds werken de inwendige luchtbellen als kleine lagers, die de beweging kunnen vereenvoudigen. Dit zou een daling in viscositeit moeten teweegbrengen. Bij deze metingen was de extra cohesie door de 'bellenbruggen' de dominante factor en zal de viscositeit dus stijgen. Daarnaast kan het zijn dat de oppervlaktespanningen domineren op de schuifspanningen waardoor de bellen rond blijven, dit wordt uitgedrukt met het capillaire getal [14]. De bellen hinderen dan de beweging en zorgen voor een stijging van de vloeigrens en de plastische viscositeit.

De bekomen waarden van $\frac{c}{\mu}$ zijn allemaal negatief, wat volgens de theorie rond de *modified Bingham* interpolatie overeenkomt met shear thinning gedrag. Dit is ook zichtbaar in de verkregen curves van τ in functie van $\dot{\gamma}$ (Figuur 4.8), waar er een duidelijke daling in schijnbare viscositeit is met stijgende snelheidsgradiënt. In de literatuur werd ook shear thinning gedrag bekomen bij onderzoek op traditionele pasta's [19].

Ook wordt de tangentiële viscositeit voorgesteld bij een snelheidsgradiënt van 50/s. Deze viscositeit wordt gehaald uit de eerste afgeleide van het *modified Bingham model*, namelijk $\mu + 2c\dot{\gamma}$. Er kunnen geen significante trends uit de resultaten gehaald worden, de waarden liggen rond de 0,05 Pas.

4.4.3.2 Water-cement ratio gelijk aan 0,4

Net als bij w/c gelijk aan 0,5 varieert het aantal metingen. Mengelingen met uiteenlopende resultaten zijn opnieuw uitgevoerd om de standaarafwijking te minimaliseren. Het aantal proeven wordt weergegeven in Tabel 4.6, de resultaten staan in Figuur 4.10.

Toegevoegd luchtbelvormer (% van massa cement)	Aantal uitgevoerde metingen	
0	2	
0,22	4	
0,44	3	
0,66	2	
Tabel 4.6: aantal uitgevoerde testen		









Er is een duidelijke daling in de slumpflow als het gehalte luchtbelvormer stijgt, deze gaat van ongeveer 20,5 cm bij de referentie naar 18,5 cm bij 0,66 % toegevoegde luchtbelvormer. Daarnaast wordt een daling van de vloeigrens opgemerkt tussen de 2 uiterste waarden van toegevoegde luchtbelvormer. De tussenliggende waarden fluctueren rond deze trend. Deze daling is dus weinig significant.

Bij de opgemeten plastische viscositeit is er geen significante trend zichtbaar. De c/μ waarden liggen rond de -0,01 s; er is dus opnieuw shear thinning gedrag.

Opnieuw wordt de tangentiële viscositeit voorgesteld bij 50/s. Er is een stijging van deze viscositeit met toenemend gehalte luchtbelvormer, van 0,03 naar 0,09 Pa.s.

4.4.3.3 Verbanden tussen resultaten w/c = 0.4 en w/c = 0.5

In beide gevallen is er een duidelijke daling van de slumpflow wanneer luchtbelvormer wordt toegevoegd. Bij w/c gelijk aan 0,5 ligt de slumpflowwaarde, bij testen zonder luchtbelvormer; rond de 28 cm. Bij een gehalte toegevoegde luchtbelvormer van 0,66 % wordt deze waarde 25,5 cm. Bij een w/c factor gelijk aan 0,4 evolueert de slumpflow van 20,5 cm naar 18,5 cm. De waarden liggen hoger bij de hoogste w/c factor, dit is logisch aangezien deze het meest vloeibaar is en de specie dus makkelijker en verder zal vloeien. De daling in slumpflow zelf is in beide gevallen ongeveer gelijk aan 2 cm.

De vloeigrens stijgt bij een w/c gehalte gelijk aan 0,5; de waarden gaan van ongeveer 7 Pa naar 9 Pa. Bij w/c gelijk aan 0,4 is er geen significante trend zichtbaar. Deze waarden liggen tussen de 30 en de 40 Pa. Door de daling van het watergehalte wordt de specie solider en moeilijker in beweging te krijgen. De hogere waarden bij w/c gelijk aan 0,4 zijn dus logisch.

Er is hier al opgemerkt dat grondige conclusies moeilijk kunnen gemaakt worden door het beperkt aantal metingen.

Bij w/c= 0,5 liggen de opgemeten waarden van de plastische viscositeit tussen 0,15 en 0,25 Pa.s. Er is een significante stijging met toevoeging van luchtbelvormer. Bij de mengelingen met minder toegevoegd water variëren de waarden tussen 0,9 en 1 Pa.s, er kunnen geen trends uit de resultaten gehaald worden. Opnieuw kunnen de hogere waarden verklaard worden door het meer solide worden als gevolg van het minder toegevoegd water.

In de geraadpleegde literatuur wordt vermeld dat een hoger watergehalte de invloed van de luchtbelvormer vermindert [7], doordat er een kleinere fractie cement aanwezig is waarop het kan inwerken. Dit effect is weinig zichtbaar in onze metingen, maar kan misschien beter zichtbaar worden bij w/c-factoren die nog meer verschillen.

In beide gevallen zijn de $\frac{c}{\mu}$ waarden negatief. De waarden zijn ongeveer constant en bedragen -0,008 s bij w/c gelijk aan 0,5 en -0,01 s bij w/c gelijk aan 0,4. Volgens deze waarden zou het shear-thinning gedrag meer uitgesproken moeten zijn bij de mengelingen met minst toegevoegd water, maar het verschil is wel vrij klein.

Er is ook gekeken naar de tangentiële viscositeit bij een gradiënt van 50/s. Bij w/c= 0,5 is er geen significante trend, bij w/c= 0,4 is er een stijging als luchtbelvormer wordt toegevoegd.

4.5 Zelfverdichtende pasta

4.5.1 Samenstelling

Volgende samenstellingen worden vooropgesteld (Tabel 4.7). Deze zijn bekomen door de het gewicht cement in de samenstelling van de traditionele pasta om te zetten in $\frac{3}{4}$ cement en $\frac{1}{4}$ filler.

Mengelingen	w/c	luchtbelvormer (% van cement)	Water (g)	Cement (g)	Filler (g)
1		0	225	337,5	112,5
2	0 5	0,22			
3	0,5	0,44			
4		0,66			
6		0			
7	0.4	0,22	180	337,5	112,5
8	0,4	0,44			
9		0,66			

Tabel 4.7: vooropgestelde samenstellingen zelfverdichtende pasta

4.5.2 Werkwijze

In het begin dient op experimentele wijze het nodige gehalte plastificeerder bepaald te worden. Deze wordt verkregen door het opzoeken van het saturatiepunt met behulp van de Marsh cone [41]. Deze conus is een trechter met nauw uiteinde (Figuur 4.11). Het is de bedoeling de specie op een vast tijdstip in de conus te gieten tot het aangeduide niveau. De tijd die de specie nodig heeft om volledig door de opening te stromen wordt opgemeten.

Het saturatiepunt is het gehalte plastificeerder waarbij extra toevoeging geen significante verandering in doorstroomtijd meer teweegbrengt. Bij optimaal gebruik van de plastificeerder wordt een dosage toegevoegd gelijk aan dit saturatiegehalte. Hiermee wordt de maximale vloeibaarheid verkregen door toevoeging van dat type waterreducerende hulpmiddel. Indien men dit gehalte zou overschrijden, blijft de verwerkbaarheid dezelfde maar kan zich segregatie voordoen.



Figuur 4.11: geometrie marsh cone [41]

De verschillende metingen geven volgende resultaten:



Het saturatiegehalte ligt dus rond 0,8 % van de massa cement. In de proeven wordt verder gewerkt met 0,7 % plastificeerder om segregatie te vermijden. Dit gehalte plastificeerder wordt constant gehouden en er worden mengelingen met variërend gehalte luchtbelvormer getest. De resultaten worden geïnterpoleerd volgens het *Herschel-Bulkley model*.



Dit resulteert in volgende resultaten:



Het valt direct op dat negatieve waarden voor de consistentiefactor K zijn verkregen. Normaal gezien zijn deze altijd strikt positief. De gekregen resultaten kunnen dus fysisch niet kloppen. Deze zijn te verklaren door de grote problemen die zich hebben voorgedaan bij de initieel verkregen samenstellingen van zelfverdichtende pasta. Het gehalte aan water blijkt te groot waardoor de

negatieve werking van segregatie is bevorderd. Deze ontmenging van de verschillende componenten kan de bekomen resultaten verklaren. Het originele idee om de dosering cement te vervangen door $\frac{3}{4}$ cement en $\frac{1}{4}$ vulstof (filler) is fysisch niet bruikbaar. Door deze transformatie wordt de verhouding water/bindmiddel constant gehouden, zowel het cement als de vulstof behoren tot het bindmiddel.

Bij de stabiliteit van de pasta om segregatie te voorkomen zijn volgende regels belangrijk:

- De water/cement-factor bepaalt hoofdzakelijke de sterkte bij de verharde mortel (Wet van Feret);
- De reologie van de verse mortel en pasta hangt eerder af van de verhouding water/poeder, de kalksteenmeel zorgt voor een grotere viscositeit en verzekert dus een grotere draagkracht van de pasta.

Er wordt gekozen om de verhouding water/cement te behouden, dit resulteert in een lagere verhouding water/bindmiddel waardoor een pasta verkregen wordt die meer draagkracht heeft om componenten samen te houden.

Een nieuwe samenstelling wordt vooropgesteld waar de w/c-verhoudingen van bij de traditionele pasta behouden blijven. Door tijdsgebrek te Cergy is enkel de w/c-factor 0,5 overgehouden. De testen voor de saturatiewaarde van superplastificeerder zijn niet opnieuw uitgevoerd. Een gehalte plastificeerder van 0,7 % van de massa cement wordt gebruikt. De verhouding filler/cement blijft $\frac{1}{3}$.

Mengelingen	w/c	luchtbelvormer (% van cement)	Water (g)	Cement (g)	Filler (g)
1		0			
2	0.5	0,22	100.0	227 5	112 5
3	0,5	0,44	168,8	337,5	112,5
4		0,66			

Tabel 4.8: samenstellingen zelf-verdichtende pasta

De werkwijze gebruikt voor de traditionele pasta blijft behouden. Er is wel overgestapt naar het betere *modified Bingham model* om de bekomen waarden te interpoleren.

holo Acoutaten	
Toegevoegd luchtbelvormer (% van massa cement)	Aantal uitgevoerde metingen
0	2
0,22	2
0,44	2
0,66	2

4.5.3 Resultaten

Tabel 4.9: aantal uitgevoerde resultaten

Na de metingen zijn volgende resultaten verkregen:



Figuur 4.13: resultaten SCP 0,5

De slumpflow blijft zo goed als constant rond een waarde van 25 cm. Bij de vloeigrens is er een duidelijke stijgende trend naarmate het gehalte luchtbelvormer stijgt. In het begin is er een daling van 0 % naar 0,22 % luchtbelvormer, deze daling is niet significant. De waarden liggen tussen 4 en 8 Pa.

Ook de plastische viscositeit stijgt met toenemend gehalte luchtbelvormer. Deze gaat van 0,1 Pa.s bij 0 % luchtbelvormer tot 0,25 Pa.s bij 0,66 % toegevoegde luchtbelvormer. De verhouding $\frac{c}{\mu}$ is negatief en blijft ongeveer constant rond -0,0065 s. Er is opnieuw sprake van shear thinning dit in tegenstelling met de literatuur waar wordt gesproken over het tegengestelde shear thickening gedrag bij zelfverdichtende beton [19].

De stijging van de vloeigrens en de plastische viscositeit kan net als bij de traditionele pasta verklaard worden door de vorming van de 'bellenbruggen' en het niet vervormen van de bellen door het domineren van de oppervlaktespanning op de schuifspanningen.

De bekomen resultaten tonen een stijging van de tangentiële viscositeit na toevoeging van luchtbelvormer, dit komt niet overeen met de resultaten in de literatuurstudie. Door de hoge snelheidsgradiënt (50/s) wordt normaal een groot capillair getal verkregen, de bellen gaan zich dus vervormen. Dit zou de beweging van de specie vereenvoudigen wat de tangentiële viscositeit doet dalen.

4.6 Verband tussen resultaten voor zelfverdichtende en traditioneel pasta voor w/c= 0,5

Bij traditionele pasta is een duidelijke daling in slumpflow zichtbaar als men het gehalte luchtbelvormer laat toenemen. Bij onze zelfverdichtende pasta is de slumpflow constant rond de 26 cm.

In beide gevallen wordt er een stijging in vloeigrens bekomen met toenemende luchtbelvormer. Hetzelfde kan gezegd worden over het gedrag van de plastische viscositeit, dat in beide gevallen stijgt. De opgemeten waarden van de viscositeit komen in beide gevallen goed overeen.

In het geval van traditionele pasta gebeuren de veranderingen van vloeigrens en tangentiële viscositeit voornamelijk tussen 0 % en 0,22 % toegevoegde luchtbelvormer. Bij hoger gehalte luchtbelvormer daalt de intensiteit van de stijging. In het geval van zelfverdichtende pasta gebeurt het inverse. In het begin is de verandering klein, soms is er zelfs een daling zoals bij de vloeigrens. De grootste verandering gebeurt daar tussen 0,22 % en 0,44 % toegevoegde luchtbelvormer.

Zowel bij de zelfverdichtende als de traditionele pasta is er sprake van shear thinning. In beide gevallen wordt een negatieve verhouding $\frac{c}{\mu}$ bekomen. Bij de traditionele pasta is de tangentiële viscositeit constant en stijgt deze bij de zelfverdichtende pasta.

4.7 Besluit onderzoek op pasta's

Aan de Universiteit te Cergy zijn traditionele pasta's getest met twee water cementfactoren 0,4 en 0,5. Daarnaast zijn er testen uitgevoerd op een zelfverdichtende pasta met w/c= 0,5. In de reometer is een specifiek profiel van de snelheidsgradiënt ingevoerd. Deze bevat een constant niveau aan 100/s en een stapsgewijs dalende tak. De waarden overeenkomstig met deze dalende tak worden geïnterpoleerd volgens het modified Bingham model.

Door het testen van de pasta's wordt telkens de bijhorende slumpflow waarde, vloeigrens, plastische/ tangentiële viscositeit en verhouding $\frac{c}{\mu}$ bekomen.

Eerst worden de conclusies uit de literatuurstudie (sectie 2.5) bij stijgend luchtgehalte nog eens opgesomd in Tabel 4.10.

Jiang & Struble [7] 'vorming bellenbruggen/ smerende werking bellen'	Feys [14][42] 'effect vervorming luchtbellen/capillair getal'
 Stijgende verwerkbaarheid Stijgende vloeigrens Dalende plastische viscositeit (traditioneel) Stijgende plastische viscositeit (zelfverdichtend) 	 Stijgende vloeigrens (zelfverdichtend) Dalende tangentiële viscositeit (zelfverdichtend) Shear thinning (traditioneel) Shear thickening (zelfverdichtend)

Tabel 4.10: trends uit literatuurstudie

De eigen bekomen trends bij de traditionele pasta staan in Tabel 4.11.

w/c= 0,5	w/c= 0,4
Dalende waarde slumpflow	Dalende waarde slumpflow
 Stijgende vloeigrens 	 Geen significante trend vloeigrens
 Stijgende plastische viscositeit 	Geen significante trend viscositeit
• Constante, negatieve verhouding $\frac{c}{\mu}$	• Constante, negatieve verhouding $\frac{c}{\mu}$
Constante tangentiële viscositeit bij 50/s	 Stijgende tangentiële viscositeit bij 50/s
Tabel 4 11: bekomen t	rends traditionele nasta

De dalende slumpflow waarde wordt veroorzaakt door de stijgende vloeigrens, in de literatuurstudie wordt het invers verband verduidelijkt. Dit in tegenstelling tot Jiang & Struble die een stijgende verwerkbaarheid bekomen bij een stijgende vloeigrens.

De toename in spanning om de pasta te laten bewegen kan veroorzaakt zijn door bellenbruggen die interne bindingen vormen. Deze bindingen overheersen ook tijdens de beweging op de smerende werking van de luchtbellen waardoor ook de plastische viscositeit zal stijgen. Er wordt wel een inverse trend bij de viscositeit geconstateerd door Jiang & Struble. Naast de bellenbruggen kan het geobserveerde gedrag ook verklaard worden via het capillair getal. De vloeigrens en plastische viscositeit worden opgemeten bij lage snelheidsgradiënten, deze veroorzaken lage capillaire getallen waardoor de oppervlaktespanning domineert en de bellen niet vervormen. Deze vormen dan hindernissen in de specie, een stijgend aantal bellen zal de vloeigrens en plastische viscositeit doen stijgen.

De negatieve verhouding $\frac{c}{\mu}$ betekent shear thinning gedrag, dit komt omdat de bellen gaan vervormen door de stijging van de snelheidsgradiënt en de viscositeit zal dalen. Deze bevindingen worden ook in Tabel 4.10 gevonden.

De bekomen reologische parameters zijn telkens groter bij w/c= 0,4, dit is logisch aangezien de specie solider is. Dit is ook zichtbaar in een lagere slumpflow.

Bij de zelfverdichtende pasta met w/c= 0,5 worden gelijkaardige trends bekomen als bij de traditionele pasta met zelfde watergehalte. Tabel 4.12 toont de trends.

	w/c= 0,5
•	Geen significante trend slumpflow
•	Stijgende vloeigrens
•	Stijgende plastische viscositeit
•	Constante, negatieve verhouding $\frac{c}{\mu}$
•	Stijgende tangentiële viscositeit bij 50/s
Tab	el 4.12: bekomen trends zelfverdichtende pasta

Enkel bij de slumpflow is er geen significante verandering zichtbaar door toevoeging van luchtbelvormer. Opnieuw wordt shear thinning gedrag bekomen, dit in tegenstelling tot de literatuur waar er gesproken wordt over shear thickening bij zelf verdichtende pasta's (Tabel 4.10).

Bij zowel de traditionele pasta w/c= 0,4 en de zelfverdichtende pasta w/c= 0,5 is er een stijging van de tangentiële viscositeit, dit komt niet overeen met de resultaten uit de literatuurstudie. Volgens die resultaten zorgt een hogere snelheidsgradiënt (50/s) voor hoge capillaire getallen, de bellen vormen geen hindernissen in de specie. Het laten toenemen van het luchtgehalte heeft dan een daling van deze viscositeit als gevolg, maar de proefnemingen vertoonden het tegenovergestelde. De snelheidsgradiënt 50/s is misschien te klein ofwel is de oppervlaktespanning van de bellen bij pasta's groot. Hierdoor domineren de schuifspanningen niet op de oppervlaktespanningen, de bellen vervormen dan onvoldoende om de viscositeit te laten dalen.

Tijdens de verwerking van de pasta's is geen aandacht geschonken aan het al dan niet aanwezig zijn van een lubrification layer, eerder besproken in het hoofdstuk transformatieformules. Plug flow mag dus niet uitgesloten worden, het is moeilijk in te schatten welke invloed deze op de bekomen reologische parameters heeft. De vergelijking van de resultaten in het labo Magnel tonen wel dat deze plug weinig invloed uitoefent, zie sectie 3.4.

Het aantal uitgevoerde metingen vrij beperkt zijnde kunnen uit sommige resultaten geen significante trends worden gehaald. Een ander minpunt is het ontbreken van informatie over het luchtgehalte. Te Cergy zijn hiervoor geen metingen uitgevoerd. Er is geen sluitend stijgend verband tussen toegevoegde luchtbelvormer en luchtgehalte verzekerd. Het is dus onduidelijk of de beschreven trends veroorzaakt zijn door verandering van luchtgehalte of door een andere invloed.

Hoofdstuk 5: Experimenteel onderzoek op mortelniveau

5.1 Inleiding

In het laboratorium Magnel te Zwijnaarde is overgestapt naar proeven op mortelniveau. Net als bij de pasta's word het effect van het luchtgehalte op de reologie onderzocht. In het laboratorium kan een vacuümmenger worden gebruikt waardoor mengelingen met minimale luchtgehaltes verkregen worden. Het toevoegen van luchtbelvormer zorgt voor mengelingen met hoge luchtgehaltes.

5.2 Uitrusting

5.2.1 Eirich-Intensiefmenger

De gebruikte menginstallatie is een Eirich-intensiefmenger R02/VAC (Figuur 5.1). Deze heeft een vacuümpomp waardoor de mengkuip onder lage druk gebracht kan worden. Bij deze specifieke menger is het transport van het mengsel en het mengen zelf gescheiden. Dit gebeurt op volgende manier:

- Een draaiende mengkuip voor het transport van het mengsel. De snelheid hiervan heeft 2 standen;
- De mengkop waarvan de snelheid in een breed gebied kan gekozen worden. Dit kan geregeld worden via de draaiknop.



Figuur 5.1: de Eirich-intensiefmenger gebruikt voor onze testen

Door het ontkoppelen van het mengen en het transport kan er sneller en intensiever gemengd worden [43]. Er zal zich minder wrijving en minder slijtage voordoen in vergelijking met een planetaire menger. Bij dat laatste type menger komen er ook problemen voor met het verticaal transport tijdens het mengen wat geoptimaliseerd werd bij de intensieve menger. Figuur 5.2 toont een planetaire mortel menger E095 gebruikt in het laboratorium te Cergy.


Figuur 5.2: planetaire mortel menger

Onderzoekers hebben een mengeling bereid in vier verschillende mengers. Er worden op vaste tijdstippen samples genomen, hiervan wordt de homogeniteit getest. De resultaten staan voorgesteld in Figuur 5.3. Daar wordt de Eirich-intensieve mengmethode vergeleken met een standaard drummenger (orbit), een ploegschaar-menger (ribbon) en een planetaire mixer (ring pan). De homogeniteit wordt voorgesteld in functie van de mengtijd, bij de Eirich-intensiefmenger daalt de homogeniteit veel sneller dan bij de andere mengtechnieken. Dit betekent dat het intensief mengen de meest efficiënte mengmethode is.



Figuur 5.3: testresultaten vergelijking mengprocedures [43]

5.3 Aangewende materialen

Een standaard mortel bestaat uit fijne granulaten (zand), cement en water. In het geval van zelfverdichtende mortel worden ook hulpstoffen (superplastificeerder) en vulstoffen (kalksteenmeel) toegevoegd.

5.3.1 Zand

Het zand gebruikt bij de mengelingen is een Rijnzand 0/4. Het korrelverdelingsdiagram is in Figuur 5.4 afgebeeld. De grootste fractie korrels heeft een korrelgrootte tussen 0 en 2 mm. Uit het diagram

blijkt dat de grootste korreldiameter ongeveer 6 mm is. De eis voor de minimale opening van de reometer wordt hierdoor voldaan, de tussenafstand ('gap opening') bedraagt 2 cm en is groter dan $3D_{max}$ (1,8 cm). Anders is er een risico dat de deeltjes gaan blokkeren waardoor de stroming verstoord wordt [28].



Figuur 5.4: korrelverdelingsdiagram Rijnzand 0/4

Het zand heeft een absolute volumemassa van 2650 kg/m³.

5.3.2 Overige

Voor de overige materialen zijn dezelfde producten gehanteerd als bij het onderzoek op pasta's.

- CEM I 52,5 N hoogperformant cement;
- GLENIUM 51 con.35% superplastificeerder;
- Kalksteenmeel Omya Betocarb;
- Micro air luchtbelvormer.

5.4 Onderzoek verwerkbaarheid

5.4.1 Inleiding

Eerst wordt de verwerkbaarheid besproken, in sectie 5.5 wordt het reologisch onderzoek meer in detail bekeken.

De vacuümmenger kan functioneren onder vacuüm (50 Pa) en semivacuüm (500 Pa) omstandigheden. De luchtdruk is een maat voor de bewegingen van de luchtdeeltjes en de krachten die ze onderling op elkaar uitoefenen. Door het mengen van de bestandsdelen bij een druk kleiner dan de atmosferische druk (1013 Pa) hebben de deeltjes minder neiging zich te verplaatsen waardoor de hoeveelheid lucht ingesloten in de mortel ("entrapped air") vermindert. De luchtbellen die wel ingesloten worden kunnen terug naar buiten gezogen worden door de vacuümdruk in combinatie met het intensief omwoelen van de mixer. Hierdoor zullen lagere luchtgehaltes ontstaan bij zowel de verse als de verharde mortel.

Om hoge luchthaltes te bekomen wordt luchtbelvormer toegevoegd. Deze stimuleert de vorming van ingebrachte luchtbellen ("entrained air") en zal dus de luchtgehaltes laten toenemen. Net zoals bij de cementpasta wordt een maximumpercentage luchtbelvormer gebruikt gelijk aan 0,66 % van de toegevoegde massa cement. De mengeling zonder luchtbelvormer, gemengd aan atmosfeerdruk wordt als referentie genomen.

5.4.2 Mengprocedure bij traditionele mortels

Telkens worden volgende stappen gevolgd:

- Afwegen van de verschillende componenten;
- Bevochtigen van het mengreservoir en sluiten van de menger;
- Controle of het deksel voldoende is gesloten;
- Toevoegen van de droge bestanddelen (zand-cement) via opening in het deksel;
- 15 seconden droog mengen bij een rotorsnelheid van 250 rpm, de mengbak roteert aan 83 rpm;
- Toevoeging van het water en daarna de superplastificeerder;
- 45 seconden intensief mengen met aangepaste druk bij een rotorsnelheid van 500 rpm, de mengbak roteert aan 83 rpm.

5.4.3 Proeven bij traditionele mortels

Schoktafel [44]

De Haegerman conus wordt geplaatst op de bevochtigde plaat van de schoktafel, deze conus werd ook gebruikt voor het onderzoek op pasta. Het opvullen gebeurt in twee lagen, telkens wordt deze verdicht door 10 maal te prikken in de specie. Het bovenoppervlak wordt vlak gestreken en de conus wordt opgeheven. Daarna worden er 15 schokken uitgeoefend op de mortel, dit gebeurt door aan de hendel van de schoktafel te draaien. De uitspreiding wordt opgemeten in twee loodrechte richtingen, het gemiddelde hiervan levert de nodige schokmaat.

Dynamische schokken zetten de specie in beweging. Hierdoor zal de zetmaat beïnvloed worden door de tangentiële viscositeit, dit is de weerstand tijdens beweging. De vloeigrens is de weerstand om de beweging te doen starten en is daardoor een minder bepalende factor.

Slump [45]

Deze keer is er een grotere conus voorzien, de mini-Abrams conus. Deze wordt opnieuw opgevuld in twee lagen en verdicht met 10 prikken. De bovenkant wordt mooi afgestreken. Daarna wordt de conus loodrecht omhoog getild. Door de invloed van de zwaartekracht zal de specie zakken. De opgemeten zakking geeft de zetmaat (slump), deze staat in direct verband met de vloeigrens. Dit verband wordt vermeld in de literatuurstudie. Dit is logisch aangezien tijdens de zakking de bindingen moeten doorbroken worden om de materie te laten vloeien, de vloeigrens is een maat voor de kracht nodig om deze bindingen te verbreken.

Luchtgehalte [46]

Het luchtgehalte wordt opgemeten met de drukmethode voorgesteld in Figuur 5.5. Er zijn talrijke andere meetmethoden maar de drukmethode is vrij eenvoudig hanteerbaar en daardoor ook de meest gebruikte. De methode is enkel bruikbaar voor luchtgehaltes kleiner dan 20 %. Water wordt gegoten op het oppervlak van de mortel en met behulp van een aangelegde luchtdruk wordt dit water in de mortel gezogen. De lucht aanwezig in de poriën wordt verdreven. Het waterniveau daalt en weerspiegelt het volume lucht ontrokken aan de mortel.

Het meettoestel bestaat uit een proefbeker en een opzetstuk met een manometer. Eerst wordt de proefbeker volledig gevuld met mortel en mooi vlak afgestreken. Het opvullen gebeurt opnieuw in twee lagen en telkens wordt de laag verdicht door 10 maal te prikken. De kranen aan de zijkanten van het opzetstuk worden geopend. Dit bovenstuk wordt op de proefbeker geplaatst waarbij de klemmen de twee stukken op elkaar houden. Nu wordt door de twee openingen water gespoten om de interne lucht te verwijderen. Hierna worden beide kranen gesloten. Via de uitschuifbare hendel aan de bovenkant wordt de meter op druk gebracht. De wijzer moet op de aangeduide streep komen te staan en daarna kan via de groene knop de druk op de specie gebracht worden. Het percentage aangeduid door de meter komt overeen met het luchtgehalte van de mortel.



Figuur 5.5: luchtgehalte meting door de drukmethode

Timing

Een belangrijke factor waarmee rekening moet gehouden worden is het geleidelijk dalen van de verwerkbaarheid door het optreden van de hydratatiereacties. Deze zorgt voor een stijging van zowel de vloeigrens als de plastische viscositeit [42].

Daarom moet groot belang gehecht worden aan de timing van elke uitgevoerde proef want deze mogen niet veel verschillen. Volgende richttijden worden gebruikt en de tijdsmeting start na het bevochtigen van de apparatuur wanneer het mengen is afgelopen.

- Schoktafel: 7 min;
- Slumpwaarde: 12 min;
- Luchtgehalte: 18 min;
- Reometer: 22 min.

5.4.4 Mengprocedure bij zelfverdichtende mortels

Telkens worden volgende stappen gevolgd. Deze zijn licht gewijzigd ten opzichte van de methode bij de traditionele mortels:

- Afwegen van de verschillende componenten;
- Bevochtigen van het mengreservoir en sluiten van de menger;
- Controle of het deksel voldoende is gesloten;
- Toevoegen van de droge bestanddelen (zand-cement-vulstof) via de opening in het deksel;
- 15 seconden droog mengen bij een rotorsnelheid van 250 rpm, de mengbak roteert aan 83 rpm;
- Toevoeging van het water en daarna de superplast;
- 40 seconden intensief mengen bij een rotorsnelheid van 500 rpm, de mengbak roteer aan 83 rpm;
- 70 seconden intensief mengen aan aangepaste vacuümluchtdruk bij een rotorsnelheid van 500 rpm, de mengbak roteert aan 83 rpm.

Deze mengtijden zijn gebaseerd op de optimale waarden verkregen bij onderzoek door Mazanec, Löwke en Schiessle [47].

5.4.5 Proeven bij zelfverdichtende mortels

De vloeimaat (slump flow) [48]

De slump flow test is identiek aan deze voor pasta. De Haegerman conus wordt telkens opgetild twee minuten na het einde van de mengprocedure.



Figuur 5.6: opmeten slumpwaarde

V-funnel [49]

De V-funnel geeft een indicatie voor de mogelijkheid van de specie om zijn vloeirichting te wijzigen en door een smalle doorgang te stromen zonder de stroom te blokkeren. De V-funnel is een trechter met een V-vorm, de afmetingen staan op Figuur 5.7. De opening aan de onderkant wordt gesloten en de trechter wordt tot bovenaan met specie gevuld. Daarna wordt de onderkant geopend, de tijdsduur vanaf het begin van vloeien tot het zichtbaar zijn van licht door de opening wordt gechronometreerd.





Figuur 5.7: V-funnel proef [50]

Luchtgehalte [46]

Deze proef gebeurt analoog als in het geval bij traditionele mortels. In dit geval dient de specie in de beker niet meer verdicht te worden.

Volumemassa [51]

Tijdens de procedure voor het opmeten van het luchtgehalte wordt de gevulde beker van het meettoestel gewogen. Het reservoir heeft een volume van 1 liter. Door hiervan het gewicht van de lege proefbeker in rekening te brengen kan op eenvoudige wijze de volumemassa bepaald worden.

5.4.6 Traditionele mortel w/c= 0,5

5.4.6.1 Samenstelling

De gebruikte samenstellingen van de verschillende mengelingen zijn gebaseerd op deze in het eindwerk van Pol Van Acker [52]. Er wordt gebruik gemaakt van de beton-mortel equivalentiemethode om van een beton naar een passende mortel over te gaan [53]. De bekomen mortel vertoont dan reologische kenmerken gerelateerd aan deze van het originele beton.

De volgende samenstelling wordt gebruikt, de verhouding water/cement is gelijk aan 0,5:

w/c	Mortel	
0,5	Per mengeling	
	Kg	I
Zand 0/4	5,08	1,92
CEM I 52,5 N	1,92	0,62
Water	0,96	0,96
SP	0,00	0,002
Totaal	7,97	3,5

Tabel 5.1: samenstelling mortels w/c= 0,5

5.4.6.2 Resultaten

In Tabel 5.2 staat het aantal uitgevoerde testen bij de verschillende manieren van luchtinbreng. In Figuur 5.8 worden de resultaten van de verwerkbaarheid grafisch voorgesteld die bekomen worden na toevoeging van luchtbelvormer. Het percentage luchtbelvormer is telkens uitgedrukt in functie van de massa cement.

Mengprocedure	Aantal testen
50 Pa	4
500 Pa	4
Geen vacuümmenging en geen luchtbelvormer (referentie)	6
0,11 %	1
0,22 %	6
0,44 %	6
0,66 %	7

Tabel 5.2: aantal uitgevoerde testen

Opnieuw worden de trends getest op hun significantie, hiervoor wordt gebruik gemaakt van de T-Toets.







Figuur 5.8: resultaten verwerkbaarheid in functie van toegevoegde luchtbelvormer

Zoals verwacht stijgt het luchtgehalte naarmate meer luchtbelvormer wordt toegevoegd. Tussen 0 % en 0,66 % luchtbelvormer is er een continue stijging van 7 % tot 12 % luchtgehalte.

De resultaten tonen een stijgende verwerkbaarheid als luchtbelvormer wordt toegevoegd. Dit zowel voor de waarden bekomen bij de zetmaat als voor de slumpwaarden. Bij de schokmaat is er een stijging van 18 cm naar 20 cm, bij de slump van 5 cm naar 9 cm. In beide gevallen doet er zich een maximum voor vanaf 0,22 %. De verwerkbaarheid neemt niet meer toe als er meer luchtbelvormer wordt toegevoegd en heeft zelfs de neiging om dan te dalen.

Er wordt geen maximaal luchtgehalte bereikt bij 0,22%. Het maximum bij de verkregen waarden van verwerkbaarheid kan dus niet verklaard worden door het saturatiegehalte luchtbelvormer. Deze saturatiewaarde werd besproken in sectie 2.5, in dat geval zou er zich bij het luchtgehalte ook een maximum voordoen.

In Figuur 5.8 zijn de resultaten voorgesteld bij vacuümmengen.





Figuur 5.9: resultaten verwerkbaarheid in functie van toegevoegde luchtbelvormer

Er is een duidelijke daling van het luchtgehalte bij een lagere druk. Dit betekent dat het beperken van de luchtdruk door het vacuüm duidelijk effect heeft op het volume ingesloten ("entrapped") lucht. Bij het mengen aan een druk van 50 Pa wordt een mortel met een luchtgehalte van 4% bekomen, bij atmosfeerdruk wordt een luchtgehalte van 7 % verkregen.

Door het laten variëren van de druk tijdens het mengen worden volgende trends bekomen: als de druk verlaagt dan dalen de waarden van de schoktafel, hetzelfde is zichtbaar bij de slumpwaarden. De waarden bij de schoktafel gaan van 18 cm tot 17 cm, bij de slumpflow van 5,5 tot 4,5 cm.

De resultaten van de verwerkbaarheid worden nu ook voorgesteld in functie van het opgemeten luchtgehalte (Figuur 5.10), hierdoor worden de trends getoond van vacuümmengen en toevoeging van luchtbelvormer in één geheel. Elke meting stelt een punt voor en er wordt een lineaire regressie toegepast. De bijhorende determinatiecoëfficient wordt bepaald (R²), als deze groter dan 0,5 is betekent dit een sterk verband. Deze geeft ons enkel een idee of het dalend of stijgend karakter van de trend significant is, aangezien er vaak weinig tussenliggende punten zijn betekent dit niet dat er een lineair verband is.



Figuur 5.10: verwerkbaarheid in functie van luchtgehalte

De verkregen resultaten tonen een stijging van zetmaat (van 17 tot 21 cm) en slumpwaarde (van 5 tot 9 cm) bij toenemend luchtgehalte. Bij een inwendig luchtgehalte van ongeveer 11 % wordt het maximum in verwerkbaarheid bereikt, dit zowel bij de schoktafel als bij de slump. De bijkomende inwendige lucht oefent geen effect meer uit op de verwerkbaarheid van de specie.

Deze resultaten komen overeen met het feit uit de literatuurstudie dat bij traditionele mortels de verwerkbaarheid stijgt bij een toenemend luchtgehalte [7]. Dit geldt zowel voor het verlagen van het luchtgehalte door vacuümmengen als voor het toevoegen van luchtbelvormer. De lucht heeft net als fijn zand een soort smerende werking en zorgt hierdoor voor een betere verwerkbaarheid.

5.4.7 Traditionele mortels w/c= 0,4

5.4.7.1 Samenstelling

Er wordt gewerkt met de samenstelling in Tabel 5.3, deze wordt opnieuw bekomen met de mortelbeton equivalentie methode beschreven in sectie 5.4.6.1:

Mortel	
Per mengeling	
kg	I
4,970	1,876
2,110	0,681
0,844	0,844
0,000	0,006
7,925	3,400
	Mo Per me kg 2,110 0,844 0,000 7,925

Tabel 5.3: samenstelling w/c= 0,4

Het vacuümmengen en het toevoegen van luchtbelvormer wordt toegepast analoog als bij w/c= 0,5. Ook de mengprocedure en de uitgevoerde proeven blijven hetzelfde.

5.4.7.2 Resultaten

In Tabel 5.2 staat het aantal uitgevoerde testen bij de verschillende manieren van luchtinbreng. Er wordt slechts een beperkt aantal proeven uitgevoerd omdat er zich problemen voordoen bij het onderzoek van de reologie (sectie 5.5.3.1).

Mengprocedure	Aantal testen	
Geen vacuümmenging en geen luchtbelvormer	2	
0,66 % luchtbelvormer	2	
Tabel 5.4: aantal uitgevoerde testen W/C= 0,4		

Tabel 5.4 toont een stijging in verwerkbaarheid met toenemend toegevoegde luchtbelvormer. De waarde bij de schoktafel stijgt van 13 cm naar 15 cm. De slumpwaarde gaat van 0,7 cm tot 1 cm.



Figuur 5.11: resultaten verwerkbaarheid scm 0,46

Opnieuw stijgt het luchtgehalte als er luchtbelvormer wordt toegevoegd. Zonder luchtbelvormer wordt 12 % lucht opgemeten met luchtbelvormer (0,66 %) wordt 18 % lucht bekomen. De resultaten geven enkel een indicatie, meer proeven zijn nodig om de effecten duidelijker in kaart te brengen.

5.4.8 Zelfverdichtende mortel w/c= 0,4

In deze paragraaf worden de zelfverdichtende mortels bekeken, deze zijn een stuk vloeibaarder dan de traditionele mortels. Dit onder andere door het gebruik van meer superplastificeerder.

5.4.8.1 Samenstelling

De gebruikte samenstelling staat voorgesteld in Tabel 5.5. Deze wordt opnieuw opgesteld via de beton-mortel equivalentiemethode [53].

w/p	0,24	Mortel	
w/c	0,4	Per mengeling	
SCM		Кд	
Zand 0/4		4,412 1,665	
Kalksteenm	neel (filler)	1,187 0,448	
CEM I 52,5		1,781 0,575	
Water		0,712	0,712
SP		0,000	0,035
Totaal		8,093	3,400

Tabel 5.5: samenstelling zelfverdichtende mortel w/c= 0,4

5.4.8.2 Resultaten

In Tabel 5.6 staat het aantal uitgevoerde testen bij de verschillende manieren van luchtinbreng. In Figuur 5.12 worden de bekomen resultaten van de verwerkbaarheid na toevoeging van luchtbelvormer grafisch voorgesteld. Er wordt geopteerd om enkel proeven te doen aan vacuüm omstandigheden, aan referentieomstandigheden en met toevoeging van 0.66 % luchtbelvormer. De tussenliggende waarden worden niet uitgevoerd omdat deze minder belangrijk zijn om de totale trends te bekomen.

Mengprocedure	Aantal testen
Vacuüm mengen aan 50 Pa	4
Geen vacuümmenging en geen luchtbelvormer	5
(referentie)	
0,66 % luchtbelvormer	5

Tabel 5.6: aantal uitgevoerde testen







Figuur 5.12: verwerkbaarheid bij toegevoegde luchtbelvormer

De resultaten tonen dat het luchtgehalte stijgt van 3 % bij geen luchtbelvormer naar 16 % met luchtbelvormer (0,66 %).

De vloeimaat daalt als er luchtbelvormer wordt toegevoegd. Zonder luchtbelvormer is er een uitspreiding van 25 cm waar het met luchtbelvormer slechts 20 cm is. De doorstroomtijd in de V-funnel stijgt met toenemende gehalte luchtbelvormer van 30 seconden naar 48 seconden. Deze twee trends tonen aan dat de verwerkbaarheid daalt naarmate zich meer luchtbelvormer in de samenstelling bevindt. Dit komt omdat de materie minder vloeibaar wordt, de slumpflow is dan kleiner en de tijd om door de V-funnel te stromen vergroot.

Bij de zelfverdichtende mortel wordt nu ook telkens de volumemassa bepaald. Door de stijging van het luchtgehalte zou de volumemassa moeten dalen. Zonder luchtbelvormer wordt immers 2500 kg/m³ bekomen en met luchtbelvormer 2000 kg/m³. De afwijking bij het volumemassa is zeer klein, dit duidt op het feit dat er geen fouten zijn gemaakt bij het afwegen van de mengelingen.





In Figuur 5.13 worden de resultaten voorgesteld van de verwerkbaarheid als we de druk laten variëren. Het is duidelijk dat het luchtgehalte stijgt met toenemende druk tijdens mengen, van 1,5% bij 50 Pa luchtdruk tot 2,8 % bij atmosfeerdruk. Opnieuw wordt de ingesloten lucht beperkt als de druk wordt verlaagd.

Bij de vloeimaat is er een lichte daling als de druk stijgt, maar deze is weinig significant door de grote afwijkingen.

Spreiding verschillende mengdagen

Als de resultaten bij de vloeimaat per mengdag bekeken worden is er wel telkens een lichte daling met toenemende luchtdruk. De resultaten staan gerangschikt volgens mengdag in bijlage A: analyse per mengdag. Tussen de resultaten van de verschillende mengdagen zit er een grote spreiding waardoor er grote afwijkingen zijn op de gemiddelden hiervan. Dit verklaart waarom de trends tussen deze gemiddelde waarden per toegevoegde luchtbelvormer niet significant zijn.

De tijden opgemeten bij de V-funnel variëren bijna niet als de druk wordt aangepast, de opgemeten tijd ligt rond de 30 seconden. Als per mengdag wordt bekeken is er telkens een kleine stijging van de doorstroomtijd als de druk wordt verlaagd. Er wordt geconcludeerd dat de verwerkbaarheid weinig wordt beïnvloedt door het vacuümmengen.

Ook bij de opgemeten volumemassa's is er geen significante verandering door verlaging van de druk. Bij 50 Pa druk ligt de volumemassa rond de 2365 kg/m³, bij atmosfeerdruk rond de 2355 kg/m³.

Figuur 5.14 stelt de resultaten van de verwerkbaarheid voor in functie van het luchtgehalte.





De bekomen determinantiecoëfficienten zijn groter dan 0,5 wat duidt op een significante trend.

De verwerkbaarheid daalt met toenemend luchtgehalte, er is een daling in waarden zichtbaar bij de vloeimaat en de doorstroomtijden worden groter. Het aanpassen van de luchtdruk tijdens mengen geeft geen significant verschil op de verwerkbaarheid.

De daling van de volumemassa met stijgend luchtgehalte kan als volgt verklaard worden: de lucht in de specie vervangt solide materie waardoor een hoger luchtgehalte de volumemassa zal doen dalen.

5.4.9 Zelfverdichtende mortel w/c= 0,46

5.4.9.1 Samenstelling

Eerst wordt gebruik gemaakt van de samenstelling in Tabel 5.7:

w/p	0,275	Mortel	
w/c	0,46	Per mengeling	
SCM		Кд І	
Zand 0/4		4,245 1,602	
Kalksteenm	nmeel (filler) 1,161 0,438		0,438
CEM I 52,5		1,742	0,562

Water	0,798	0,798
SP	0,000	0,025
Totaal	7,946	3,400

Tabel 5.7: samenstelling 1 zelfverdichtende mortel w/c= 0,46

Na de eerste reologische testen zijn de bestanddelen gedeeltelijk ontmengd, segregatie heeft zich voorgedaan. De samenstelling wordt geoptimaliseerd om een grotere draagkracht van de pasta te verkrijgen, deze draagkracht zorgt voor het minder snel ontmengen van de grotere deeltjes.

Zoals vermeld in het hoofdstuk waar de cementpasta's worden getest (sectie 4.5.2) zijn volgende regels belangrijk:

- De w/c-factor bepaalt hoofdzakelijke de sterkte bij de verharde mortel (Wet van Feret);
- De reologie van de verse mortel hangt eerder af van de verhouding w/p, de kalksteenmeel heeft onder andere als nut een grotere draagkracht van de pasta te verzekeren.

De invloed van het gehalte kalksteenmeel wordt mooi toegelicht door de medestudenten Thomas Raman en Klaas Debergh [54]; zij hebben een kalksteenmeellijn opgesteld waar het effect van de dosering kalksteenmeel op de vloeigrens en de viscositeit bekeken wordt.



Figuur 5.15: kalksteenmeellijn [54]

De gebruikte mengelingen van 1 tot 11 hebben een stijgend gehalte kalksteenmeel. Er is een duidelijke trend dat zowel de vloeigrens en de viscositeit stijgen met toenemend gehalte kalksteenmeel. Zoals eerder besproken bij de werking van zelfverdichtende mortels zorgt dit voor een meer draagkrachtige pasta.

Om segregatie te vermijden, wordt extra kalksteenmeel aan de samenstelling toegevoegd. De aangepaste samenstelling is voorgesteld in Tabel 5.8.

w/p	0,259	Mortel	
w/c	0,46	Per mengeling	
SCM		Kg	
Zand 0/4		4,245 1,602	
Kalksteenm	neel (filler)	1,330 0,502	
CEM I 52,5		1,742 0,562	
Water		0,798	0,798
SP		0,000	0,025
Totaal		8,115	3,464

Tabel 5.8: verbeterde samenstelling zelfverdichtende mortel w/c= 0,46

5.4.9.2 Resultaten

Opnieuw wordt het aantal uitgevoerde testen opgegeven bij de verschillende manieren van luchtinbreng, deze staan voorgesteld in Tabel 5.9.

Mengprocedure	Aantal testen		
Vacuüm mengen aan 50 Pa	4		
Geen vacuümmenging en geen luchtbelvormer	4		
0,66 % luchtbelvormer	4		

Tabel 5.9: aantal uitgevoerde proeven

In Figuur 5.16 worden de bekomen resultaten van de verwerkbaarheid grafisch voorgesteld na toevoeging van luchtbelvormer.



Figuur 5.16: verwerkbaarheid met toegevoegde luchtbelvormer

Er is een duidelijke stijging in luchtgehalte zichtbaar bij de metingen. Zonder luchtbelvormer wordt een mortel met een luchtgehalte van 3 % verkregen, na toevoeging van 0,66 % luchtbelvormer verandert dit luchtgehalte naar 16 %.

Bij de vloeimaat en de doorstroomtijd zijn er geen significante veranderingen. Als er per mengdag wordt gekeken daalt de vloeimaat en stijgt de doorstroomtijd na toevoeging van luchtbelvormer (bijlage A: analyse per mengdag SCM 0,46). Dus de verwerkbaarheid daalt net als bij de CVM 0,4.

De stijging in luchtgehalte vertaalt zich ook in een daling van volumemassa. Zonder luchtbelvormer wordt een dichtheid van 2300 kg/m³ bekomen waar met luchtbelvormer slechts 2000 kg/m³ bekomen wordt. Opnieuw zijn de afwijkingen op de volumemassa zeer klein wat aanduidt dat er geen fouten zijn gebeurd tijdens het afwegen.



Figuur 5.17. verwerkbaarneid met variatie druk

In Figuur 5.17 worden de resultaten voorgesteld van de verwerkbaarheid als de druk varieert. Bij een verlaging van de druk zijn er geen significante veranderingen opgemerkt bij de vloeimaat en de doorstroomtijd. Ook bij de afzonderlijke mengdagen is er geen duidelijke trend (bijlage A: analyse per mengdag SCM 0,46).

Als de luchtdruk wordt verlaagd, wordt een kleiner luchtgehalte opgemeten. Dit is logisch aangezien minder lucht ingesloten zal worden. Bij vacuümmengen (50 Pa) wordt een percentage van 1 % bekomen, bij atmosfeerdruk is dit luchtgehalte ongeveer 3 %.

Dit vacuümmengen zorgt voor een dichtere pakking. De bekomen volumemassa's zijn groter bij vacuümmengen. Deze bedragen ongeveer 2330 kg/m³ waar bij atmosfeerdruk ongeveer 2290 kg/m³ bekomen werd.

De resultaten van de verwerkbaarheid worden hieronder voorgesteld in functie van het luchtgehalte (Figuur 5.18).



Figuur 5.18: verwerkbaarheid in functie van luchtgehalte

De bekomen evoluties bij de vloeimaat en de V-funnel zijn weinig significant door de grote standaardafwijkingen van de opgemeten waarden. Zoals verwacht zien we bij een stijgend luchtgehalte een daling in volumemassa. De ingebrachte lucht maakt de mortel minder compact.

5.4.10 Besluit verwerkbaarheid

In dit hoofdstuk wordt het gedrag van mortels onderzocht, eerst wordt het effect van het luchtgehalte op de verwerkbaarheid bekeken. Bij de traditionele mortels worden telkens de schokmaat en de slump opgemeten, bij de zelfverdichtende mortels de vloeimaat en de doorlooptijd in de V-funnel.

Bij beide type mortels zorgt toevoeging van luchtbelvormer voor een stijging van het luchtgehalte. Het mengen onder vacuümdruk zorgt voor een daling in luchtgehalte. Er is een toename van de verwerkbaarheid met stijgend luchtgehalte bij de resultaten van de traditionele mortels, dit blijkt uit de stijgende waarden van zetmaat en slump. Het effect kan verklaard worden door de werking van de luchtbellen als inwendige lagers, net als zand zorgen de luchtbellen dan voor een smerende werking. Dit komt overeen met de resultaten in de literatuur van Jiang en Struble[7]. Het verlagen van de druk zorgt voor een kleinere verwerkbaarheid. De resultaten bij de zelfverdichtende mortel w/c= 0,4 tonen het omgekeerde effect, daar daalt de vloeimaat en stijgt de doorlooptijd met stijgend luchtgehalte. De verwerkbaarheid daalt als meer lucht wordt toegevoegd. Dit effect kan verklaard worden door een stijging van de vloeigrens die later zal aangetoond worden in het hoofdstuk over reologie, dus er zijn meer bindingen die moeten verbroken worden om de vloeistof te laten vloeien. Dit zorgt voor een de daling in verwerkbaarheid wat niet overeenkomt met de resultaten van Jiang en Struble [7]. Het vacuümmengen toont geen significante trends.

De testen op de zelfverdichtende mortel w/c= 0,46 tonen per mengdag een daling van de verwerkbaarheid met toenemend luchtgehalte. Het gemiddelde over de verschillende mengdagen toont geen significante trends (bijlage A: analyse per mengdag SCM 0,46). Dit wordt veroorzaakt door een grote spreiding tussen de resultaten van de verschillende mengdagen, wat kan veroorzaakt zijn door een te klein aantal metingen en eventuele fouten tijdens de uitvoering.

5.5 Reologisch onderzoek

5.5.1 Uitrusting

5.5.1.1 Reometer

Er wordt gebruik gemaakt van de Anton Paar reometer MCR 52 (Figuur 5.19), deze wordt ingesteld in de *Control Rate* modus: de spindel draait rond in de specie en de reometer laat de rotatiesnelheid variëren, het nodige koppel voor deze beweging wordt geregistreerd. Zoals besproken in het hoofdstuk transformatieformules moeten deze omgezet worden naar schuifspanning en snelheidsgradiënt, door deze te interpoleren kunnen de reologische parameters bepaald worden.



Figuur 5.19: Anton Paar MCR 52 reometer

Het profiel van de snelheidsgradiënt in functie van de tijd dat gehanteerd wordt bij de proeven is voorgesteld in Figuur 5.20. Eerst stijgt de snelheidsgradiënt stapsgewijs tot 100/s. Elke stap duurt 5 seconden. Indien geen evenwicht per stap wordt gevonden (thixotrope breakdown of buildup zoals beschreven in sectie 2.3.3.1) wordt deze periode verlengd tot 10 seconden. Na het bereiken van het maximum daalt snelheidsgradiënt weer in 13 stappen naar 10/s. Daarna verhoogt de gradiënt opnieuw voor één stap aan het maximum en een stap op 2/3 van het maximum. Deze laatste manipulatie heeft als nut de segregatiegevoeligheid van het mengsel te testen.



Het is dus belangrijk dat de opgemeten spanning na elke trap een evenwicht bereikt, om zeker te zijn dat alle thixotrope effecten verdwenen zijn.

De reometer heeft een aantal bijgeleverde spindels. Voor het reologisch onderzoek op mortelniveau is de draaiende spoel voorzien van rechthoekige roerbladen het meest aangewezen. De gebruikte spindel heeft een straal van 3 cm en de bladen zijn 4 cm hoog.



Figuur 5.21: gebruikte spindel

5.5.2 Traditionel mortel w/c= 0.5

In Figuur 5.22 is het profiel van de opgemeten schuifspanning in functie van de tijd voorgesteld bij een uitgevoerde proef CVM w/c= 0,5 met 0,66 % luchtbelvormer. Het ingevoerde profiel van de snelheidsgradiënt met stijgende en dalende takken staat erboven.



Figuur 5.22: opgemeten schuifspanning en ingevoerde snelheidsgradiënt

Er is direct een belangrijke piek wat betekent dat de reometer grote moeite heeft om bij het starten de roerbladen in beweging te krijgen. Een spanning van 2600 Pa wordt bij het maximum opgemeten. Wanneer daarna de snelheidsgradiënt stapsgewijs toeneemt, daalt de spanning tot een evenwichtswaarde (tussen 20 s en 110 s). Dit geeft een indicatie dat de 'breakdown' afgelopen kan zijn. Bij de stapsgewijs afnemende snelheidsgradiënt herstart de daling van de opgemeten spanning (110 s en verder). De ingevoerde trappen van de snelheidsgradiënt stemmen wel niet overeen met opgemeten trappen in schuifspanning. Hierdoor is het moeilijk uit te maken of tijdens elke dalende trap de thixotrope effecten, breakdown of buildup, al verdwenen zijn.

Uit later uitgevoerde proeven zal blijken dat het reologisch onderzoek bij deze traditionele mortel niet zinvol is. De reometer heeft problemen om deze te verwerken want er wordt geen afschuiving in de specie veroorzaakt. Dit wordt later meer in detail besproken bij de traditionele mortel w/c= 0,4.

5.5.3 Traditionele mortel w/c=0.4

5.5.3.1 Problemen

Tijdens het reologisch onderzoek deden er zich problemen voor. Bij mengelingen zonder luchtbelvormer, gemengd bij atmosfeerdruk kreeg de reometer de spindel niet in beweging. De specie is te solide voor de reometer. De opgemeten spanning staat voorgesteld in Figuur 5.23.



Figuur 5.23: opgemeten schuifspanning in functie van de tijd

Er is een directe sterke stijging naar een constant niveau. Dit wil zeggen dat het maximale koppel van de reometer is bereikt, de reometer is niet in staat om nog grotere krachten uit te oefenen. Er is geen rotatiebeweging omdat structuur van de mortel te solide is.

Om dit probleem op te lossen wordt de samenstelling aangepast: er wordt extra superplastificeerder toegevoegd om de mengeling meer vloeibaar te maken. Dit verbetert het gedrag, maar bij mortels gemengd onder vacuümdruk blijft de spindel moeite hebben om al de mortel te doen bewegen.

5.5.3.2 Aanpassingen en bijhorende problemen

Na correspondentie met dr. ir. Dimitri Feys, postdoctoraal onderzoeker aan de Universiteit van het Canadese Sherbrook worden enkele aanpassingen uitgevoerd. Er wordt namelijk gewezen op het belang van de hoeveelheid specie in de reometer. De container moet gevuld worden tot aan de bovenkant van de roerbladen, zoals voorgesteld in Figuur 5.24. Hierdoor wordt het storende wrijvingseffect ('top effect') vermeden wanneer te veel specie wordt toegevoegd. Dit wordt veroorzaakt door een extra druk uitgeoefend op de bladen. Anderzijds zorgt te weinig specie voor een onderschatting van de spanningen. Dit komt omdat de berekeningen worden uitgevoerd rekening houdend met de totale hoogte van de roerbladen.



Figuur 5.24: specie gevuld tot aan debovenkant van de roerbladen

In de testen die al zijn uitgevoerd, is er geen rekening gehouden met de hoeveelheid specie. De container wordt tot de bovenkant gevuld daardoor hebben de uitgevoerde metingen voor een overschatting van de spanning gezorgd. Naast wrijving aan de bovenkant kan er zich aan de onderkant ook een ongewenst 'eindeffect' afspelen. Deze is een stuk moeilijker om te elimineren, de afstand tijdens de roerbladen en de bodem bedraagt nu 2 cm.

Door rekening te houden met de hoeveelheid specie in de container is tijdens de rotatiebeweging de bovenkant van de roerbladen zichtbaar. Hierdoor kan beter gecontroleerd worden of er zich al dan niet plug flow voordoet. Plug flow betekent dat een gedeelte van de mortel niet beweegt tijdens de rotatie van de spindel, er wordt geen afschuiving uitgeoefend op de totale inhoud van de container waardoor de verwerking foute resultaten oplevert. Dit is reeds besproken in sectie 3.1.3.2.

Bij nieuwe uitgevoerde testen op de traditionele mortels w/c= 0,5 en w/c= 0,4 is plug flow duidelijk zichtbaar. Zelfs bij de grootste snelheidsgradiënten en dus grootste snelheden beweegt de specie bijna niet, de plug komt tot aan de vin bij elke aangelegde snelheidsgradiënt. Door deze plug flow wordt geen stromingspatroon in de mortel veroorzaakt. De rand van de plug ('lubrication layer') wrijft tegen de uiteinden van de vinnen.

Dit gebrek aan overdracht van schuifspanning en de wrijving van het metaal op de mortel verklaren waarom bij de aangelegde stapsgewijze variatie in snelheidsgradiënt (sectie 5.5.2) geen stappen zichtbaar zijn bij de opgemeten schuifspanning. Indien er zich afschuiving in de specie zou voordoen, zou de spanning veel meer afhangen van de snelheidsgradiënt en zouden er wel trapsgewijze veranderingen in de opgemeten spanning zijn. Figuur 5.25 toont een foto genomen van de spindel net na het opliften uit de mortel, de specie blijft tussen de vinnen hangen.



Figuur 5.25: ophalen spindel uit specie

Besluit: opmerkingen plug flow

Het besluit is dat, door gebruik te maken van dit type reometer, er geen mogelijkheid is om onderzoek te doen op de gehanteerde traditionele mortels. De specie is te solide waardoor een te grote plug flow ontstaat, de draaiende roerbladen veroorzaken niet de nodige afschuiving en er ontstaat geen stroming in de mortel. De vrije afstand tussen de vinnen en de randen van de container is te groot. Daarom wordt het reologisch onderzoek van traditionele mortels beëindigd.

5.5.4 Problemen aangelegd profiel snelheidsgradiënt

Zoals eerder vermeld bij de reometer, is het van groot belang dat de tijdsafhankelijke thixotrope effecten vermeden worden. Dit gebeurt door tijdens elke stap de snelheidsgradiënt voldoende lang aan te houden zodat de opbouw (buildup) en de afbraak (breakdown) volledig uitgevoerd worden. De analyse van de resultaten toont ons dat bij vele trappen, de spanning niet naar een waarde nadert.

De afbraak (breakdown) doet zich voor bij hoge snelheidsgradiënten. Als deze niet volledig gebeurt, worden te hoge schuifspanningen opgemeten. De resultaten geven dan bij hoge gradiënten een overschatting van het shear thickening gedrag. Bij lage snelheidsgradiënten zal de structuur zich eerder heropbouwen (buildup), als dit niet gebeurd worden te lage spanningen opgemeten en zal men daar het shear thickening gedrag onderschatten [42].

Als oplossing wordt de duur van de stappen verlengd. De problemen zijn echter niet verdwenen. Het is dus onduidelijk of bij de bekomen resultaten het tijdsafhankelijke effect is geëlimineerd.

In de literatuur worden verschillende technieken beschreven om thixotropie grondig weg te werken [42]. Volgens deze technieken moet er voldoende lang een preshearing worden uitgeoefend op de specie. Dit betekent dat een grote snelheidsgradiënt moet aangelegd worden tot de schuifspanning naar een constante waarde nadert. Hierna laat men de snelheidsgradiënt stapsgewijs dalen. Elke stap moet voldoende lang duren om een evenwicht in opgemeten spanning te bekomen. De spanningen opgemeten aan het einde van elke stap wordt dan gebruikt voor reologisch onderzoek. Door invoeren van een preshearing met daarna voldoende lange dalende trappen is het zeker dat de tijdsafhankelijke effecten uitgewerkt zijn. Ook was de eerdere maximale snelheidsgradiënt van 100/s te hoog, hierdoor wordt de kans op segregatie in de reometer verhoogd. Bij gebruik van mortel zal de snelheidsgradiënt zelden boven 70/s gaan, zoals besproken in het onderzoek van cementpasta's. In de literatuur wordt vermeld dat 40/s een betere waarde is om als maximum te gebruiken.

Het oude profiel is opgesteld om de thixotropie te begroten. In dit onderzoek wordt gefocust op de reologische parameters vloeigrens en viscositeit waardoor dat profiel weinig nut heeft.

Er is een nieuw profiel van de snelheidsgradiënt aangemaakt.

- Eerst stijgt de gradiënt lineair in 30 s tot 40/s;
- Deze snelheidsgradiënt wordt aangehouden tot een evenwichtswaarde voor de schuifspanning bekomen wordt (150 s-200 s);
- Daarna daalt de gradiënt stapsgewijs per 5/s, elke stap houden we 5 s aan;
- Vanaf 15/s, verfijnen de stappen. De gradiënt daalt nu stapsgewijs per 2,5/s;
- Vanaf 2,5/s wordt gedaald per 0,5/s;
- Daarna wordt de snelheidsgradiënt kort verhoogd met één trap aan 40/s en één trap aan 2/3 van deze 40/s. Uit deze laatste stap kan de neiging tot segregatie van het mengsel bepaald worden.

Het oude en het nieuwe profiel staan voorgesteld in Figuur 5.27. De enige variabele is de duur van de preshearing periode. Deze wordt experimenteel bepaald en hangt af van de samenstelling. Al de volgende resultaten zijn uitgevoerd met dit vernieuwde profiel.



In Figuur 5.28 is de opgemeten schuifspanning voorgesteld van een meting op een zelfverdichtende mortel w/c= 0,4 met 0,66 % toegevoegde luchtbelvormer. Tijdens de preshearing periode nadert de spanning naar een constante waarde (rond 200 s). Ook zijn de stappen bij de neerwaartse tak van de snelheidsgradiënt goed zichtbaar.



Figuur 5.28: opgemeten schuifspanning

5.5.5 Resultaten reologisch onderzoek zelfverdichtende mortel w/c= 0.4

De samenstelling zijn deze gebruikt bij het onderzoek van de verwerkbaarheid. Er is eerder een vergelijking gemaakt tussen de verschillende transformatieformules en bijhorende modellen (hoofdstuk transformatieformules). De conclusie is dat het *modified Bingham model* toegepast op gegevens omgezet door de *Reiner-Riwlin punt naar punt* transformatie de nauwkeurigste reologische parameters zal geven.

Deze methodiek wordt toegepast en de resultaten na toevoeging van luchtbelvormer worden in Figuur 5.29 voorgesteld.



Figuur 5.29: parameters modified Bingham model na toevoeging luchtbelvormer

Bij de referentiemortel wordt gemiddeld een vloeigrens van 3 Pa opgemeten en een plastische viscositeit van 12 Pa.s. Na toevoeging van luchtbelvormer (0,66 % van massa cement) stijgt de vloeigrens tot 9 Pa. Er moeten dus meer bindingen verbroken worden om de mortel in beweging te krijgen. Ook stijgt de plastische viscositeit naar 32 Pa.s. De weerstand tegen versnellen vergroot dus ook door de werking van de luchtbelvormer.

De factor c/μ is 0,06 s bij de referentiemengeling, met luchtbelvormer zakt deze naar -0,02 s. In het eerste geval gedraagt de materie zich als een shear thickening vloeistof, de luchtbelvormer verandert dit naar shear thinning gedrag.

In Figuur 5.30 worden de resultaten na variatie van druk voorgesteld.





Zowel bij de vloeigrens als de plastische viscositeit is er geen significante verandering als de druk wordt verlaagd. De vloeigrens ligt rond de 2,5 Pa, de viscositeit rond 11 Pa.s. Bij het bekijken per mengdag wordt ook geen trend vastgesteld (bijlage A: analyse per mengdag SCM 0,4). Het verlagen van de druk heeft weinig invloed op de de verhouding c/μ (weinig significant). Bij een druk van 50 Pa ligt deze rond 0,08 s waar deze bij atmosfeerdruk slechts rond 0,06 s ligt.

In Figuur 5.31 worden de resultaten van de verwerkbaarheid ook eens voorgesteld in functie van het luchtgehalte.





Figuur 5.31: reologische parameters in functie van het luchtgehalte

De vloeigrens stijgt met toenemend luchtgehalte, bij een luchtgehalte van 0,2 % is er een vloeigrens van ongeveer 2 Pa die vergroot naar 10 Pa bij een luchtgehalte van 17 %. De verkregen determinatiecoëfficiënt (R²) is vrij groot. Ook de plastische viscositeit vergroot met toenemend luchtgehalte, dit van 10 Pa.s tot 33 Pa.s. Deze trends komen overeen met de literatuur. Bij onderzoek op zelfverdichtende pasta's bekomt men ook een lineaire stijging van de vloeigrens en de viscositeit [7].

Er kunnen geen lineaire verbanden geconcludeerd worden omdat er geen info is van het gedrag tussen 5 % en 15 % luchtgehalte.

Voor de verklaring van deze effecten moet er rekening gehouden worden met volgende mechanismen, deze zijn reeds besproken in het hoofdstuk literatuurstudie (sectie 2.5) :

- Er worden verbindingen tussen de cementdeeltjes gevormd (bellenbruggen). Deze bruggen worden enkel gevormd bij aanwezigheid van surfactantionen (luchtbelvormer).(1)
- De vervormingen van de luchtbellen door de schuifspanningen, bepaald door het capillair getal. Sferische bellen zullen de stroming hinderen, vervormde bellen zorgen voor een verlaging van de stroomweerstand.(2)
- Met schuifspanning reageren de bellen als vloeistof en werken als kleine interne lagers waardoor de viscositeit daalt.(3)

De resultaten kunnen gelijkaardig als bij de resultaten van de pasta's verklaard worden: de luchtbellen geven aanleiding tot de vorming van bellenbruggen tussen de cementdeeltjes. Als de vloeistof in beweging wordt gebracht moet een deel van deze extra bindingen verbroken worden, dit verklaart de stijging van de vloeigrens. Aangezien bij de bekomen resultaten de plastische viscositeit ook stijgt met toenemend luchtgehalte, domineren de bellenbruggen op de smerende werking van de bellen.

Anderzijds zorgt de lage snelheidsgradiënt voor een klein capillair getal, hierdoor zullen de bellen niet vervormd worden en werken deze als hindernissen tegen de stroming. Dit kan ook de reden zijn waarom de vloeigrens en de plastische viscositeit stijgen met toenemend luchtgehalte.

De stijging van de vloeigrens met toenemend luchtgehalte verklaart waarom de verwerkbaarheid daalt bij de zelfverdichtende mortels in sectie 5.4.8.2. Zoals in de literatuurstudie beschreven is er een invers verband tussen deze vloeigrens en de verwerkbaarheid. Om te bewegen tijdens de schokmaat en te zakken tijdens de slumpproeven moeten de initiële bindingen verbroken worden. De vorming van de bellenbruggen en hinderende werking van de ronde bellen vergroten de weerstand.

Bij de factor c/μ is er een daling als het luchtgehalte stijgt. Bij vacuümmengen wordt een waarde verkregen van ongeveer 0,08 s, deze wordt -0,02 s bij mengen onder atmosfeerdruk met luchtbelvormer. Door de stijging van het luchtgehalte evolueert de specie van een shear thickening materie (referentiemengeling en vacuümmengen) naar een shear thinning materie (0,66 % luchtbelvormer).

Zoals in de literatuurstudie staat beschreven wordt het niet-lineaire gedrag bepaald door volgende processen:

- Als de deeltjes samenklitten door een externe schuifspanning neemt de viscositeit toe, dit veroorzaakt shear thickening gedrag
- Bij shear thinning zorgen de heroriëntatie en de vervorming van deeltjes voor een daling van de viscositeit.

Dit kan toegepast worden op de zelfverdichtende mortel. Door het toevoegen van luchtbelvormer ontstaan ingebrachte luchtbellen die een stuk kleiner zijn dan de ingesloten luchtbellen. Deze ingebrachte luchtbellen zijn wel een stuk meer vervormbaar en zorgen voor een grotere afstand tussen de solide deeltjes. Hierdoor heroriënteren en vervormen de deeltjes zich, dit verklaart waarom een negatieve waarde voor c/μ wordt bekomen. In de literatuurstudie wordt een gelijkaardig fenomeen vermeld dat deze ingebrachte luchtbellen de verwerkbaarheid doen stijgen door hun vervormbaarheid [8].

Bij het vacuümmengen en het referentiemengsel zonder luchtbelvormer zijn er geen ingebrachte luchtbellen, er is enkel ingesloten lucht ('entrapped air') dat een grotere diameter heeft. Deze bellen zijn niet goed vervormbaar en minder in aantal, daardoor hebben ze veel minder invloed op het reologisch gedrag. In dat geval domineert de flocculatie van de deeltjes waardoor de specie shear thickening gedrag zal vertonen.

Figuur 5.31 toont ook de tangentiële viscositeit bij een snelheidsgradiënt van 20/s in functie van het luchtgehalte. Met toenemend luchtgehalte daalt de tangentiële viscositeit, dus de helling in de curve $\tau = f(\dot{\gamma})$ bij 20/s vermindert. Dit kan verklaard worden door de hogere snelheidsgradiënten, hierdoor is er een groot capillair getal. De bellen gaan vervormen en hinderen de beweging niet meer. Het vermeerderen van deze bellen zorgt voor een daling van de tangentiële viscositeit.

5.5.6 Resultaten reologisch onderzoek zelfverdichtende mortel w/c= 0,49

Er wordt gebruik gemaakt van de samenstelling voorgesteld in Tabel 5.10.

w/p	0,275	Mortel Per mengeling	
w/c	0,49		
SCM		Кд	
Zand 0/4		3,229 1,245	
Kalksteen	neel (filler)	1,587 0,599	
CEM I 52,5	N	2,041 0,658	
Water		0,998 0,998	
SP		0,000	0,019
Totaal		7,925	3,500

5.5.6.1 Samenstelling

Tabel 5.10: gebruikte samenstelling zelfverdichtende mortel w/c= 0,49

5.5.6.2 Segregatie

Bij het verwijderen van de spindel uit de specie is een bijzonder verschijnsel opgemerkt. In de maatbeker is een zeer vloeibare centrale kern zichtbaar, deze wordt afgebeeld in Figuur 5.32. Het verschijnsel wordt veroorzaakt door dynamische segregatie, de inertiekrachten duwen de zwaardere deeltjes van de mortel naar de buitenzijde van de beker. In het centrum blijft dan pasta over die enkel uit water en cementdeeltjes bestaat, de grovere zandkorrels bevinden zich aan de randen. Het mengsel is niet stabiel genoeg om de verschillende componenten homogeen samen te houden. De cementpasta moet meer draagkrachtig zijn om de zandkorrels bij elkaar te kunnen houden.



Figuur 5.32: dynamische segregatie

Zoals besproken bij de opbouw van het ingevoerde snelheidsgradiënt kan uit de laatste trap de neiging tot segregatie gehaald worden. Deze komt overeen met een constant aangehouden snelheidsgradiënt gelijk aan 2/3 van de maximale aangelegde gradiënt (40/s), het opgemeten koppel aan het einde bepaalt het segregatiepunt. Net hiervoor moet de reometer ook een trap uitvoeren aan de maximale gradiënt. Dus enkel het gedrag bij gradiënten kleiner dan 2/3 van het maximum wordt geanalyseerd.

De segregatiecoëfficiënt wordt als volgt bepaald, de parameters komen uit het opgemeten verband tussen het koppel T en de rotatiesnelheid N voorgesteld in Figuur 5.33 [17]:



Figuur 5.33: illustratie segregatiecoëfficiënt[17]

- H is de helling bekomen door de lineaire Bingham interpolatie bij de dalende tak van de rotatiesnelheid;
- De helling van de lijn tussen het segregatiepunt en het snijpunt van de dalende tak met de yas bepaalt H'.

De formule om de segregatiecoëfficient te berekenen is dan:

$$Segregatiecoëfficiënt = \frac{H - H'}{H}.\,100\%$$
(5.1)

Als er zich geen segregatie voordoet, dan zal het segregatiepunt dicht liggen bij de curve corresponderend met de dalende tak van de interpolatie. Bij afscheiding van de zwaardere deeltjes, zullen de reologische eigenschappen veranderen en zal het segregatiepunt afwijken met de eerder opgemeten curve. Merk wel op dat de segregatiecoëfficiënt enkel informatie geeft over het gedrag van de snelheidsgradiënt kleiner dan 2/3 van de maximale gradiënt, als segregatie zich eerder voordoet zal de coëfficiënt geen indicatie geven.

Praktisch wordt als volgt gewerkt [17]:

- Indien de segregatiecoëfficiënt < 10 % is er weinig verschil in reologische eigenschappen;
- Als deze coëfficiënt veel groter is dan 10 %, is er een indicatie dat segregatie zich heeft voorgedaan in de mengeling.

Na verwerken van de reologische testen op de zelfverdichtende mortel SCM w/c= 0,49 is een segregatiecoëfficiënt bekomen van 15,4 % wat samen met de visuele opmerking aantoont dat er zich segregatie heeft voorgedaan. Om dit te verhelpen wordt overgestapt naar een zelfverdichtende mortel SCM w/c= 0,46. De waterlijn opgesteld door Klaas Debergh en Thomas Raman toont dat door het water te beperken de vloeigrens en de viscositeit stijgen [54]. Door het verlagen van het gehalte water wordt een kleinere verhouding W/P verkregen en dus ook een cementpasta met meer draagkracht.

Als er bij een mengeling een grote segregatiecoëfficiënt wordt bekomen, is er nog altijd kans dat deze niet segregeert. Deze coëfficiënt geeft een indicatie voor ontmenging maar geen zekerheid. Na de visuele controle van eigen uitgevoerde mengelingen waar zich geen segregatie heeft voorgedaan zijn bij sommige ook grote segregatiecoëfficiënten bekomen, dit illustreert het feit dat de coëfficiënt enkel een indicatie geeft.

5.5.7 Resultaten reologisch onderzoek zelfverdichtende mortel w/c= 0,46

Zoals beschreven in sectie 5.4.9.1 is ook deze samenstelling aangepast om segregatie te vermijden. Tegenover de eerste samenstelling vermindert de verhouding w/p om een stabielere mengeling te verkrijgen, het gehalte poeder wordt dus verhoogd. Met de aangepaste samenstelling wordt verder gewerkt in de reometer.

Via de *Reiner-Riwlin punt naar punt* transformatie en de *modified Bingham* interpolatie worden de reologische parameters bepaald. De bekomen waarden na toevoeging van luchtbelvormer staan in Figuur 5.34 voorgesteld.



Figuur 5.34: reologische parameters na toevoeging luchtbelvormers

Er is een neiging tot stijgen van de vloeigrens door toevoeging van luchtbelvormer, maar door de grote afwijkingen kunnen geen echte trends geconcludeerd worden. Als per mengdag gekeken wordt stijgt de vloeigrens wel met toenemend luchtgehalte. Er is een significante stijging van de plastische viscositeit van ongeveer 9 Pa.s naar 20 Pa.s, de significantie wordt getest met de T-toets. Door de luchtbelvormer stijgt dus de weerstand om de vloeistof te versnellen.

De factor c/μ is 0,04 s bij de referentiemengeling, met luchtbelvormer zakt deze naar ongeveer -0,01 s. Door toevoeging van luchtbelvormer doet zich dus net als bij de SCM 0,4 (sectie 5.5.5) een duidelijke verandering voor van shear thickening naar shear thinning.

Bij de resultaten van vloeigrens, viscositeit en c/μ zijn geen trends zichtbaar door verlaging van de druk (Figuur 5.35).



Figuur 5.35: reologische eigenschappen bij variatie druk

Telkens zijn de standaardafwijkingen te groot ten opzichte van de verandering in waarden. Per mengdag is er wel telkens een lichte stijging van de vloeigrens en van de viscositeit als aan lagere druk wordt gemengd (bijlage A: analyse per mengdag SCM 0,46). Het beperken van lucht door vacuümmengen heeft hier dus het zelfde effect als toevoeging van luchtbelvormer, waar het omgekeerde verwacht wordt.

De parameters worden op Figuur 5.36 voorgesteld in functie van het luchtgehalte:


Figuur 5.36: reologische parameters in functie van het luchtgehalte

Er is geen significante verandering van vloeigrens met toenemend luchtgehalte aangezien een lage determinatiecoëfficiënt bekomen wordt. De waarden liggen rond de 5 à 6 Pa. De plastische viscositeit stijgt met toenemend luchtgehalte, de lineaire regressie heeft een grote determinatiecoëfficiënt. Bij lage luchtgehaltes wordt een viscositeit van ongeveer 10 Pa.s verkregen, bij hoge luchtgehaltes 20 Pa.s.

Bij de verhouding c/μ is er een lineaire daling met stijgend luchtgehalte. Bij lage gehaltes zijn deze positief naarmate de hoeveelheid inwendig lucht stijgt evolueert dit naar een negatieve waarde. Bij 2 % luchtgehalte is de verhouding 0,04 s; dit betekent dat de specie shear thickening gedrag vertoont. Bij het hoogste luchtgehalte 16 % wordt deze verhouding ongeveer -0,01 s en de specie gedraagt zich eerder als een shear thinning materiaal.

Figuur 5.36 toont ook de tangentiële viscositeit bij een snelheidsgradiënt van 20/s in functie van het luchtgehalte. Met toenemend luchtgehalte daalt de tangentiële viscositeit, dus de helling in de curve $\tau = f(\dot{\gamma})$ bij 20/s vermindert.

5.5.8 Besluit reologisch onderzoek

In deze sectie worden de reologische parameters onderzocht die de mortels karakteriseren. Telkens wordt de vloeigrens, de plastische viscositeit, de tangentiële viscositeit en de verhouding c/μ bepaald. De vloeigrens toont de weerstand om de beweging te starten, de viscositeit de weerstand om de specie te versnellen en c/μ geeft de intensiteit van het niet-lineaire gedrag.

De traditionele mortels zijn te solide voor de reometer met een grote plug flow als gevolg. Een plug vormt zich als een deel van de specie niet in beweging wordt gebracht door de roterende spindel. Bij de grootste aangelegde rotatiesnelheden is een grote plug zichtbaar, conclusie hieruit is dat de reometer de solide CVM niet kan verwerken.

Ook is initieel een verkeerd profiel van de snelheidsgradiënt aangelegd, deze kan niet garanderen dat alle thixotrope effecten verdwenen zijn. Het invoeren van een profiel met preshearing en daarna voldoende lange dalende stappen lost dit probleem op.

Bij de zelfverdichtend mortels w/c= 0,4 stijgt de vloeigrens en de plastische viscositeit met stijgend luchtgehalte. Deze trends worden verklaard door de vorming van 'bellenbruggen' tussen de cementdeeltjes. Deze interne bindingen moet verbroken worden om de specie te doen bewegen en ook om de specie te laten versnellen, hierdoor stijgt de vloeigrens en de plastische viscositeit. Dit effect overheerst op de smerende werking van de luchtbellen.

Anderzijds zorgt de lage snelheidsgradiënt voor een klein capillair getal, hierdoor zullen de bellen niet vervormd worden en werken deze als hindernissen tegen de stroming. Dit kan ook de reden zijn waarom de vloeigrens en de viscositeit stijgen met toenemend luchtgehalte.

De verhouding c/μ heeft een positieve waarde bij vacuümmengen en bij de referentiemengeling. Dit betekent dat de specie shear thickening gedrag vertoont. Na toevoeging van luchtbelvormer (0,66 %) daalt deze tot een negatieve waarde, wat shear thinning betekent. Het toevoegen van lucht laat de mortel veranderen van een shear thickening naar een shear thinning materiaal. Dit gedrag kan verklaard worden door de grote vervormbaarheid van de ingebrachte ('entrained') luchtbellen waardoor de viscositeit zal dalen als er een schuifspanning op aangrijpt (shear thinning). Zonder luchtbelvormer zijn er enkel ingesloten luchtbellen die veel minder vervormbaar zijn, daar domineert de neiging tot flocculatie van de deeltjes waardoor de viscositeit stijgt met toenemende schuifspanning (shear thickening).

De resultaten op de zelfverdichtende mortel w/c= 0,46 tonen ook een stijging van de plastische viscositeit met toenemend luchtgehalte, bij de vloeigrens wordt geen trend opgemerkt. Als per mengdag wordt gekeken, is er wel een invers gedrag door vacuümmengen. Door het beperken van de ingebrachte lucht wordt ook een lichte stijging van zowel de vloeigrens als de viscositeit vastgesteld. Dit kan verklaard worden doordat er geen bellenbruggen meer worden gevormd (geen aanwezige surfanctantionen) en doordat de ingesloten luchtbellen te klein zijn om de stroming nog te hinderen. Minder lucht betekent dan een compactere specie en dus een stijging in viscositeit en vloeigrens.

De bekomen waarden van c/μ zijn opnieuw positief bij vacuümmengen en de referentiemengeling. Na toevoeging van luchtbelvormer wordt een negatieve waarde verkregen. Dit kan verklaard worden net als bij de SCM 0,4. Figuur 5.37 en Figuur 5.38 tonen de reografen van SCM 0,4 en SCM 0,46. In beide gevallen is er dus een stijging van de vloeigrens en de viscositeit met toenemend luchtgehalte. Deze trends komen ook overeen met deze bij het onderzoek op de cementpasta's (sectie 4.7), Wallevik spreekt over een daling van de viscositeit en de vloeigrens [17]. Bij onze resultaten is er geen significante trend te zien door vacuümmengen.



Beide zelfverdichtende mortels vertonen een daling in tangentiële viscositeit bij toenemend luchtgehalte, dit in tegenstelling tot een stijging van de plastische viscositeit. Dit kan verklaard worden door de hogere snelheidsgradiënten (20/s) waarbij deze tangentiële viscositeit wordt bepaald, hierdoor is er een groter capillair getal. De schuifspanningen zijn groter dan de oppervlaktespanningen waardoor de bellen zich vervormen, deze zullen de beweging van de specie niet hinderen. Het verhogen van het luchtgehalte zorgt dan voor een daling van de tangentiële viscositeit.

Er is een daling van verwerkbaarheid geconstateerd bij beide zelfverdichtende mortels, zie sectie 5.4.10. Dit kan worden verklaard door de stijging van vloeigrens en plastische viscositeit in deze sectie, de weerstand om de stroming te starten en om de stroming te versnellen vergroot.

Hoofdstuk 6: Sterkteproeven

6.1 Algemeen

Naast de reologische eigenschappen wordt eveneens het effect van het luchtgehalte op de sterkte van de verharde mortel bekeken, dit gebaseerd op de norm NBN EN 1015-11 [55].

Bij elke mengeling wordt een mal gevuld met specie waarmee drie prisma's (balkjes) geproduceerd kunnen worden. De mallen hebben volgende afmetingen: 160 mm x 40 mm x 40 mm, deze worden voorgesteld in Figuur 6.1. Elk geproduceerd balkje heeft een ruwe zijde die ontstaat door de moeilijkheid om het bovenvlak egaal af te strijken.

Bij de traditionele mortel wordt de mal in twee lagen gevuld, deze worden telkens verdicht door 60 trillingen op de schoktafel. Bij zelfverdichtende mortel is dit niet nodig.

Figuur 6.1: mal voor 3 prisma's

Deze prisma's worden gedurende 24 uur in een klimaatkamer geplaatst. Deze heeft een temperatuur van 20 \pm 2° en een relatieve vochtigheid van ongeveer 90 %. Wanneer de verse mortel uitdroogt, krimpt het waardoor spanningen ontstaan die krimpscheuren kunnen veroorzaken. De omstandigheden in de klimaatkamer zorgen voor een vertraagde uitdroging waardoor deze scheuren vermeden worden.

Na het ontkisten worden de balkvormige prisma's ondergedompeld in een waterbak, hierdoor kunnen de hydratatiereacties optimaal verlopen. Daar blijven ze zeven dagen waarna ze getest worden op de sterkte.

6.2 Buigproef

Door het uitvoeren van een 3-puntsbuigproef kan per prisma de bezwijkspanning bepaald worden. Dit is een eenvoudige proefmethode die snel uitgevoerd kan worden, de proefopstelling staat op Figuur 6.2.



De prisma wordt met een egaal zijvlak geplaatst loodrecht op de 2 steunpunten, de afstand tussen beide steunen bedraagt 100 mm. Elke steunpunt heeft een cilindrische vorm met een straal van 5 cm. Een andere cilindrisch stuk met dezelfde afmetingen duwt op de bovenzijde van het balkje. Deze kracht grijpt aan op het middelpunt tussen de twee steunpunten aan een snelheid begrepen tussen 10 en 50 N/s. Hierdoor vindt de breuk plaats tussen de 30 en 90 s. De kracht waarbij de prisma breekt wordt geregistreerd, indien deze kracht zou aangrijpen op de ruwe zijde is er een groot risico dat de resultaten nefast beïnvloed worden door plaatselijke oneffenheden.

De bezwijkspanning aan de ondervezel wordt uit de bekomen puntkracht verkregen met volgende formule:

$$\sigma_f = \frac{3Fl}{2bd^2} \tag{6.1}$$

Met:

- F: de kracht waarbij de balk breekt (N);
- I: de afstand tussen de steunpunten (=100 mm);
- b: de breedte van de balk (mm);
- d: de hoogte van de balk (mm);
- σ_f : de buigtreksterkte van de mortel (N/mm²).

De hoogte en de breedte van de gemaakte balkjes vertonen kleine afwijkingen ten opzichte van de afmetingen van de mal. Dit komt door krimpeffecten in de mortel. De afmetingen worden daarom opgemeten vooraleer de buigproef wordt uitgevoerd.

6.3 Drukproef

Met hetzelfde toestel wordt naast een buigproef ook twee drukproeven uitgevoerd (Figuur 6.3). Na elke buigproef blijven twee delen over, deze worden apart onder de drukpers geplaatst. Een kracht wordt uitgeoefend aan een snelheid begrepen tussen 50 en 500 N/s opdat de breuk plaats vindt tussen de 30 en 90 s. De druksterkte wordt eenvoudig berekend door de drukkracht bij breuk te delen door het drukoppervlak.



Figuur 6.2: driepuntsbuigproef



Figuur 6.3: drukproef

6.4 Resultaten

Van de volgende samenstellingen worden er balkvormige prisma's gemaakt:

- CVM 0,5
- SCM 0,46
- SCM 0,4

Er worden per type mortel in totaal 9 balkjes getest:

- 3 balkjes balkjes van samenstelling gemengd aan vacuümdruk (50 Pa);
- 3 balkjes zonder luchtbelvormer gemengd aan atmosfeerdruk;
- 3 balkjes van samenstellingen waar 0,66 % luchtbelvormer wordt toegevoegd.

Van iedere prisma worden de afmetingen en het gewicht bepaald.

Figuur 6.4 tot Figuur 6.6 tonen de verkregen resultaten, telkens is het gemiddelde van de drie uitgevoerde proeven berekend. Per curve toont het linkse punt de resultaten bij vacuümmengen, het middenste punt is de referentiemengeling en het rechterpunt is met luchtbelvormer. Belangrijk hierbij is de opmerking dat de luchtgehaltes bij verse specie zullen afwijken van de luchtgehaltes bij de verharde mortel.



Figuur 6.6: resultaten volumemassa op 7 dagen

6.4.1 Traditionele mortel w/c= 0,5

Er wordt vastgesteld dat een daling van de druk tijdens mengen weinig invloed heeft op de buigtreksterkte, deze blijft rond de 7 N/m². Toevoeging van luchtbelvormer verlaagt deze spanning naar 5 N/m². Het verminderen van de druk heeft wel een positieve invloed op de druksterkte, deze stijgt van 50 N/mm² naar 58 N/mm². Pol Van Acker concludeert dezelfde trend bij de druksterkte in zijn eindwerk [52]. Door gebruik van luchtbelvormer wordt een daling naar 30 N/mm² verkregen.

Bij de opgemeten volumemassa's valt het op dat vacuümmengen zorgt voor een compactere mortel, deze heeft een volumemassa van 2300 kg/m³ tegenover 2250 kg/m³ bij de referentiemengeling aan atmosfeerdruk. Toevoeging van luchtbelvormer zorgt voor meer holten waardoor een minder compacte mortel wordt verkregen, dit komt overeen met de metingen waar een daling tot 2080 kg/m³ bekomen wordt.

6.4.2 Zelfverdichtende mortel w/c= 0,4

Het vacuümmengen zorgt voor een lichte daling van de buigtreksterkte (van 10N/mm² naar 9 N/mm²), er is weinig verandering bij de druksterkte. De lagere druk tijdens het mengen heeft ook weinig invloed op de volumemassa: deze blijft 2400 kg/m³. Door het toevoegen van luchtbelvormer daalt zowel de buigtreksterkte als de druksterkte. De buigtreksterkte gaat van 10 N/mm² bij het referentiemengsel naar 8 N/mm². Bij de druksterkte gaat deze daling van 80 N/mm² naar 50 N/mm². De volumemassa daalt ook van 2400 kg/m³ zonder luchtbelvormer naar 2150 kg/m³ met 0,66 % luchtbelvormer.

6.4.3 Zelfverdichtende mortel w/c= 0,46

De evoluties van buigtreksterkte, druktreksterkte en volumemassa zijn bijna identiek aan deze bij w/c-verhouding 0,4. De waarden liggen telkens wat lager en het verschil is het grootst na toevoeging van luchtbelvormer. De hogere w/c-factor betekent meer water in de samenstelling waardoor een minder compacte bekomen wordt na verharding, dit verklaart de lagere bekomen sterktes.

6.5 Conclusie sterkte verharde mortel

Er moet dus onderscheid gemaakt worden tussen de 2 manipulaties van het luchtgehalte: het vacuümmengen en het toevoegen van luchtbelvormer.

Luchtbelvormer zorgt voor:

- Stijging in luchtgehalte;
- Daling van buigtreksterke, druksterke en volumemassa bij zowel de traditionele als de zelfverdichtende mortels.

Wanneer luchtbelvormer wordt toegevoegd vertonen de resultaten de logische trends. Er worden meer holten gevormd in de verharde mortel waardoor de sterkte en de dichtheid zullen dalen.

De veranderingen bij vacuümmengen zijn een stuk complexer. Het zorgt voor een significante daling van het luchtgehalte. Er wordt zowel een stijging van de sterkte en de dichtheden verwacht, maar dit is niet altijd het geval.

Vacuümmengen zorgt voor:

- een vermindering in luchtgehalte;
- een lichte daling in buigsterkte bij de zelfverdichtende mortel, waar het omgekeerde verwacht wordt. De dichtere pakking zorgt voor een verlies in sterkte;
- stijging van druksterkte en volumemassa bij de traditionele mortels, wat komt door de dichtere pakking.

Vacuümmengen geeft geen effect op:

- de buigtreksterkte bij de traditionele mortels;
- de druksterkte en de volumemassa bij de zelfverdichtende mortels.

De resultaten kunnen als volgt verklaard worden: in een zelfverdichtende mortel zijn er twee mechanismen die zorgen voor een vermindering van het luchtgehalte:

- Enerzijds het zelfverdichtend vermogen van de samenstelling, hierdoor wordt langzaam de grootste fractie luchtbellen in de specie uit de samenstelling verdreven. Het luchtgehalte bij de verharde mortel zal dus een stuk lager zijn dan bij de verse mortel direct na mengen.
- Anderzijds wordt door vacuümmengen de 'ingesloten' lucht verminderd. Dit heeft direct zijn effect op het luchtgehalte van de verse mortel.

Als een zelfverdichtende mortel bij atmosfeerdruk wordt gemengd zal de 'ingesloten' lucht geleidelijk verdreven worden door het zelfverdichtende vermogen van de specie. Na verharding zullen de luchtgehaltes met of zonder vacuümmengen niet veel verschillen. De luchtgehaltes gebruikt bij vorige grafieken zijn deze van het verse mortel, deze zijn verschillend van de luchtgehaltes van de verharde mortel.

Aangezien de luchtgehaltes van de balkjes niet zullen afhangen van de druk bij mengen is dit de verklaring waarom er bijna geen verschil van buigtreksterke (lichte daling), druksterkte en volumemassa is bij de resultaten.

Het zelfverdichtend vermogen van de traditionele mortels is veel kleiner. Daardoor zullen de luchtgehaltes van de prisma's wel afhangen van de druk bij mengen. Door vacuümmengen daalt dit gehalte, dit komt overeen met de resultaten waar bij vacuümmengen een grotere sterkte wordt bekomen.

6.6 Controle segregatie

Na iedere buigproef wordt gecontroleerd of de grove granulaten homogeen verdeeld zijn over de volledige hoogte van het balkje. Wanneer de granulaten zich aan de onderkant bevinden is er sprake van segregatie. Bij iedere geteste balk is geen ontmenging vastgesteld. In Figuur 6.7, Figuur 6.8 en Figuur 6.9 worden enkele doorsneden getoond. Er is geen enkele zijde waar de granulaten zich opstapelen. Ook is bij de twee laatste figuren de invloed van vacuümmengen zichtbaar, in Figuur 6.9 zijn er grote circulaire holten zichtbaar wat niet het geval is in Figuur 6.8 (holten aangeduid met cirkels).



Figuur 6.7: doorsnede CVM 0,46 50 Pa



Figuur 6.8: doorsnede SCM 0,4 50 Pa



Figuur 6.9: SCM 0,46 0% aan atmosfeerdruk

Hoofdstuk 7: Studie van de microstructuur

7.1 Inleiding

Dit hoofdstuk belicht de verdeling van de holten in de verharde mortel. Er wordt gewerkt met een kwikporosimeter ('mercury intrusion porosimeter') aanwezig in het laboratorium Magnel. Deze geeft informatie over de distributie van de poriën bij de geteste mortelmonsters.

7.2 Principe

Kwikporosimetrie is gebaseerd op de veronderstelling dat kwik, waarvan de contacthoek met de poriënwanden van beton meer dan 90° bedraagt, enkel onder opgelegde druk de capillairen binnendringt [25]. Dit type porosimeter kan poriën opmeten met afmetingen tussen ongeveer 0,005 en 100 μm [56].

Het mortelmonster wordt in een koker gebracht en deze wordt door de porosimeter onder vacuümdruk gebracht. Daarna wordt deze gevuld met kwik. Doordat het toestel de druk stapsgewijs opdrijft dringt het kwik in de mortel binnen. De druk om het kwik te laten binnendringen in een porie is omgekeerd gerelateerd aan de diameters van deze poriën. In het begin, wanneer de kwik nog een lage druk uitoefent, worden de grootste poriën gevuld. Om de kleinste holten binnen te dringen is een grote druk nodig.

Het uitoefenen van druk op het kwik waardoor deze de holten binnendringt wordt intrusie genoemd.

Met elke druk komt een diameter overeen waarbij alle poriën groter of gelijk hieraan gevuld zullen worden of al gevuld zijn. De relatie tussen de druk en deze diameter van de capillair wordt gegeven door de formule van Washburn [57]:

$$P = -\frac{4\gamma\cos(\theta)}{d}$$
(7.1)

Met

- P de druk in N/m^{2;}
- γ de oppervlaktespanning van de kwik (= 0,48 N/m);
- θ de contacthoek van de kwik (= 140°);
- *d* de diameter van de capillair (m).

Hierbij worden regelmatige cilindervormige poriën verondersteld.

Het toestel registreert continu de hoeveelheid kwik aanwezig in de koker. Zo kan bij elke druk bepaald worden hoeveel kwik al in de mortel is gedrongen. Dit verband wordt voorgesteld in de 'intrusiecurve'. Een voorbeeld hiervan wordt getoond op Figuur 7.2. Het volume ingedrongen kwik wordt uitgedrukt in mm³ per gram mortel. Uit de intrusiecurve kan het volume poriën overeenkomstig met een zekere bereik poriëndiameter bepaald worden.

Uit de intrusiecurve kan de poriëndistributie gehaald worden. Deze distributie is de fractie van het volume poriën dat in een bereik rond een zekere poriëndiameter ligt. Dit komt overeen met de eerste afgeleide van de intrusiecurve.

Er moet wel rekening gehouden worden met het feit dat de holten niet allemaal dezelfde cilindrische vorm hebben. Een aantal typische vormen zijn voorgesteld in Figuur 7.1.



Figuur 7.1: verschillende vormen poriën [25]

De tweede en de derde soort aangeduid in Figuur 7.1 zijn speciale gevallen. De opening om de holte te bereiken is een stuk kleiner dan de holte zelf. Hierdoor is de druk om de kwik in deze porie te krijgen niet representatief voor werkelijke grootte van de porie, dit wordt het 'inkt-bottle effect' genoemd. Door deze vormen wordt een overschatting van de kleine poriën gemaakt. Het is belangrijk om rekening te houden met het feit dat de kwikporosimeter de distributie van de diameters van de ingangen meet en niet de diameters van de poriën zelf.

7.3 Parameters

De eerste belangrijke parameter is de totale porositeit. Dit is het volumepercentage poriën ten opzichte van het totale volume mortel. De porositeit wordt bepaald door de totale hoeveelheid ingedrongen kwik bij maximale druk te delen door het schijnbare volume van het proefstuk.

Zoals eerder vermeld zorgen poriën met smalle ingangen voor een overschatting van het aantal kleine poriën. De retentiefactor is een indicatie voor dit 'inkt-bottle effect'. Daarvoor moet het toestel een extrusie toepassen op de mortel waarbij de druk na het intrusieproces weer stelselmatig wordt afgebouwd. Door deze drukverlaging ontsnapt een deel van de kwik uit het monster. Opnieuw wordt het volume kwik aanwezig in de koker geregistreerd, een voorbeeld wordt voorgesteld in Figuur 7.2. De retentiefactor is de verhouding van het totaal volume ingedrongen kwik na intrusie gedeeld door het volume kwik dat achterblijft na een cyclus van intrusie en extrusie. Een hoge retentiefactor betekent veel poriën met smalle openingen en dus een groot inkt-bottle effect.



Figuur 7.2: voorstelling intrusie en extrusiecurve [25]

De totale porositeit geeft het totale volume holten. Zoals vermeld in de literatuurstudie is ook de poriëndistributie van de holten zeer belangrijk (sectie 2.1.1). Een parameter hiervoor is de kritieke poriëndiameter. Dit is de diameter waarbij het grootste volume kwik binnendringt en komt dus overeen met de afmeting van de poriën die het meest voorkomen in het monster.

7.4 Gebruikte porosimeter

Bij de proeven wordt gebruik gemaakt van de Thermo Pascal toestellen, model 140 en 440.



Figuur 7.3: Thermo Pascal 140 (links) en 440 (rechts)

Tijdens de intrusie van de kwikporosimeter is de mate van drukopbouw kritisch voor de analyse omdat altijd een bepaalde tijd nodig is om een evenwicht te bereiken tijdens het vullen van de poriën. Dit laatste is afhankelijk van de poriediameter, de vorm en de complexiteit van het porienetwerk. De Pascal kwikporosimeters maken gebruik van een speciaal meetprincipe ook wel bekend als "Pressurization by Automatic Speed-up and Continuous Adjustment Logic" [58]. Bij deze methode start de drukopbouw langzaam maar zal bij afwezigheid van poriën de drukopbouw versnellen tot een maximum gedefinieerde snelheid. Zodra evenwel kwikintrusie plaats vindt zal de drukopbouw vertragen, evenwel zonder dat de drukopbouw geheel tot stilstand komt.

In Tabel 7.1 en Tabel 7.2 zijn de specificaties gegeven van het Pascal 140 en het 440 model.

Pascal 140

Druk	0,01-400 kPa
Drukprecisie	< 0,25 %
Poriediameter	116-3,8 μm
Max. volume	0,5 cc/ 2 cc
Intern volume	15 cc/ 35 cc

Tabel 7.1: specificaties Pascal 140 toestel [58]

Pascal 440

Druk	0,1-400 MPa
Drukprecisie	< 0,2 %
Poriediameter	15-0,0038 μm
Max. volume	0,5 cc
Intern volume	15 cc

Tabel 7.2: specificaties Pascal 440 toestel [58]

7.5 Uitvoering

7.5.1 Methode

Volgende stappen worden uitgevoerd om de mortelmonsters te fabriceren:

- Na het mengen worden de mallen gevuld (analoog als bij de sterkteproeven);
- Deze mal gaat voor 1 dag in de klimaatkamer (analoog als bij de sterkteproeven);
- Daarna worden de balkjes zes dagen bewaard onder water (analoog als bij de sterkteproeven);
- Op dag zeven worden de balkjes verzaagd, met een kleine bijtel worden de prisma's nog verdeeld in kleinere brokken. Er worden stukken overgehouden die in de koker van de porosimeter passen, telkens werd ongeveer 7 gram mortel overgehouden;
- Deze brokken worden ingevroren door ze in vloeibare stikstof te brengen, er is wel geen direct contact met de stikstof;
- Daarna worden de deeltjes gedroogd en onder vacuüm gebracht met een vriesdroger, voorgesteld in Figuur 7.4.



Figuur 7.4: de vriesdroger

Het vriesdrogen zorgt voor een dehydratatie van de mortel waardoor de hydratatiereacties gestaakt worden. Eerst wordt het materiaal ingevroren en daarna geplaatst onder lage druk waardoor het water sublimeert [59].

Het gebruik van de porosimeter verloopt als volgt:

- De brokjes worden in de koker gebracht, de hoeveelheid ingebrachte mortel wordt gewogen;
- De koker wordt geplaatst in het Pascal 140 toestel;
- De eerste porosimeter verlaagt de druk in de koker tot ongeveer 0,01-0,04 kPa;
- Daarna wordt de koker gevuld met kwik, er wordt ingesteld dat gevuld wordt tot 480 mm³ kwik;
- Daarna start de reometer Pascal 140 het eerste intrusieproces, deze gaat tot een maximale druk van 200 kPa. Direct erna volgt een extrusieproces waarbij de druk terug daalt naar atmosfeerdruk;

- De koker wordt uit het eerste toestel gehaald, het totale gewicht van de koker en zijn inhoud worden gewogen. De bekomen resultaten worden opgeslagen;
- Na het uitvoeren van de Pascal 140 wordt de koker in het Pascal 440 toestel gebracht. De koker bevindt zich in een autoclaaf die gevuld moet worden met olie;
- Het toestel voert een tweede intrusieproces uit, ditmaal loopt de druk op tot 400 MPa. Daarna wordt opnieuw een extrusie uitgevoerd tot atmosfeerdruk;
- Na het verwijderen van de koker uit het toestel, wordt het gebruikte kwik gefilterd en de koker gereinigd voor nieuw gebruik.

Er is telkens een bestand met resultaten aangemaakt na de verwerking met het pascal 140 toestel en het pascal 440 toestel. Elk bestand bevat de intrusie en extrusiecurves van de uitgevoerde proef. Deze curven worden gecombineerd om het volumeverloop van de kwik over het totale bereik van druk te verkrijgen.

Het zijn deze laatste curves waaruit de totale porositeit, de retentiefactor en de kritische diameter worden gehaald.

7.5.2 Problemen

7.5.2.1 Niet bereiken maximale druk

Bij het uitvoeren van de kwikporosimetrie deden er zich veel problemen voor. Er wordt telkens ongeveer 7 gram mortel in de koker gebracht. De verwerking door het Pascal 140 toestel is dan wel vlekkeloos verlopen maar toch kent het Pascal 440 toestel regelmatig problemen om de druk te doen stijgen tot 400 MPa.

Telkens stijgt de druk tot een waarde rond 200 MPa maar verder blijft de druk rond deze waarde schommelen. De piston binnen in het toestel beweegt zich naar de maximale stand waarop een foutmelding volgt en de proef moet worden gestaakt. De bekomen meting bevat op dat moment enkel informatie over de drukken kleiner dan deze maximale verkregen druk.

Een mogelijke oorzaak van dit probleem is dat al het aanwezige kwik in de koker reeds in het mortelmonster is binnengedrongen. Er blijft dan geen kwik meer over om nog een hogere druk te halen. Als oplossing wordt de hoeveelheid mortel om in de koker te testen telkens verminderd. Toch is het probleem daarmee niet van de baan.

7.5.2.2 Kwetsbare kokers

Tijdens de proeven zijn sommige kokers gebroken. Vaak ontstond er aan het metalen stuk aan de onderkant van de koker een kleine scheur (Figuur 7.5). Na veelvuldig gebruik is deze scheur zo groot dat het glas breekt.



Figuur 7.5: de glazen koker met aangeduid zwak punt

7.6 Resultaten

Enkel voor de zelfverdichtende mortel w/c= 0,4 en de traditionele mortel w/c= 0,5 zijn voldoende metingen gelukt. De resultaten worden voorgesteld in Figuur 7.6 en Figuur 7.7 waarbij elk punt overeenkomt met 1 meting.

Er zijn geen grafieken met retentiefactoren opgesteld. Door het niet bereiken van de maximale druk wordt geen extrusie uitgevoerd en kan deze factor niet bepaald worden.

Om de totale porositeit te berekenen wordt er enkel rekening gehouden met een intrusie tot 200 MPa, deze druk is bij vele testen de maximaal bereikte waarde.





Figuur 7.6: resultaten microstructuur zelfverdichtende mortel w/c =0.4

De resultaten tonen een lichte stijging van de kritische diameter als de druk tijdens mengen wordt verlaagd. Ook zorgt dit voor een lichte stijging van de totale porositeit.

Het toevoegen van luchtbelvormer zorgt voor een stijging van de kritische diameter van 0,03 μ m naar 0,043 μ m. De totale porositeit stijgt van 10 tot 27%.



7.6.2 Traditionele mortel w/c= 0.5



Bij de traditionele mortel is er ook een lichte stijging van de kritische diameter en de totale porositeit door vacuümmengen. Opnieuw zorgt luchtbelvorming voor een grote toename van de kritische diameter en de totale porositeit. De kritische diameter gaat van 0,04 naar 0,46 μ m, de totale porositeit van 15 naar 25 %.

7.7 Conclusie onderzoek microstructuur

In dit hoofdstuk wordt de poriëndistributie van de verschillende verharde mortels onderzocht. Het labo Magnel beschikt over een kwikporosimeter, deze is gebaseerd op de veronderstelling dat kwik enkel onder opgelegde druk de capillairen binnendringt. Door deze druk samen met het volume kwik te registreren kan de poriëndistributie bepaald worden. Belangrijk is om op te merken dat deze opgelegde druk enkel gerelateerd is met de grootte van de ingang van de porie en niet met de diameter van de porie.

Bij speciale vormen is de druk om de kwik in deze porie te krijgen niet representatief voor de werkelijke grootte van de porie, dit wordt het 'inkt-bottle effect' genoemd. Een indicatie van dit effect wordt verkregen door een intrusie (opdrijven van druk) en een extrusie (verminderen van druk) uit te voeren. De belangrijke parameters van de poriëndistributie zijn de kritische diameter, de totale porositeit en de retentiefactor.

Opmerkelijk zijn de vele problemen vastgesteld tijdens de proefnemingen. Vaak geraakt het kwik niet aan de maximale druk van 400 MPa, de intrusie wordt dan niet volledig uitgevoerd en het extrusieproces start niet. Ook vormden zich vaak scheurtjes in de glazen koker en dit is waarschijnlijk de reden waarom de maximale druk niet werd behaald. Te grote scheurtjes veroorzaken daarenboven de breuk van verschillende kokers.

De zelfverdichtende mortel w/c= 0,4 en de traditionele mortel w/c= 0,5 zijn getest. Aangezien bij de meeste testen geen extrusie is uitgevoerd, is er weinig informatie verkregen over de retentiefactoren. In beide gevallen is er een lichte stijging van de kritische diameter en de totale porositeit door vacuümmengen, het verschil is zeer klein. Dit kan verklaren waarom in het hoofdstuk sterkteproeven een daling van de sterkte voorkomt door vacuümmengen.

Door toevoeging van luchtbelvormer is er telkens een significante stijging van de kritische diameter en de totale porositeit. Dit is logisch aangezien de luchtbelvormer zorgt voor meer bellen in de verse specie die na verharding poriën vormen.

Hoofdstuk 8: Algemeen besluit

Deze studie belicht de verwerkbaarheid en de reologie van cementgebonden materialen. Een eerste deel - het onderzoek van de cementpasta's - is uitgevoerd aan de universiteit te Cergy-Pontoise. Het tweede deel – de testen op cementpasta's – is uitgevoerd aan het laboratorium Magnel.

De gebruikte reometers registreren het koppel en de rotatiesnelheid nodig om de spindel te laten roteren in de specie. Voor het reologisch onderzoek moeten deze omgezet worden naar schuifspanning en snelheidsgradiënt. In het hoofdstuk transformatieformules worden verschillende mogelijkheden voorgesteld om deze transformatie uit te voeren. Er wordt al dan niet rekening gehouden met niet-lineair gedrag of de vorming van een plugflow. De verschillende methoden worden met elkaar vergeleken, de conclusie is dat de *Reiner-Riwlin punt-punt transformatie* met daarna een *modified Bingham* interpolatie de meest nauwkeurige resultaten geeft. Er wordt wel een fout geïnduceerd omdat de afstand tussen de spindel en de wand te groot is om een lineair snelheidsprofiel aan te nemen. De belangrijke reologische parameters zijn de vloeigrens, de plastische viscositeit, de tangentiële viscositeit en de verhouding c/μ .

Het laboratorium te Cergy-Pontoise is uitgerust met een Thermo Haake RS 150 reometer. De cilindrische spindel Z31 met ruw oppervlak is het meest aangewezen voor onderzoek op pasta's. Er wordt een profiel van de snelheidsgradiënt aangelegd met een constante preshearing aan 100/s tot een evenwicht wordt bekomen, hierna daalt de gradiënt stapsgewijs. Uit de verkregen waarden van de dalende tak worden de reologische parameters bepaald, dit via de coaxiale transformatieformules met daarna een *modified Bingham* interpolatie. Het is belangrijk dat de container gevuld wordt tot net boven de spindel om exacte resultaten te verkrijgen. Het luchtgehalte wordt gevarieerd door luchtbelvormer toe te voegen. Er worden zowel traditionele als zelfverdichtende pasta's getest.

Bij de testen op de pasta's worden volgende trends bekomen als luchtbelvormer wordt toegevoegd: er is een daling in de verwerkbaarheid, de vloeigrens en de plastische viscositeit stijgen. Ook de tangentiële viscositeit bij 50/s stijgt.

De resultaten kunnen worden verklaard door volgende mechanismen:

- Er ontstaan bindingen tussen de cementdeeltjes die de vloeigrens verhogen (bellenbruggen). Deze bruggen worden enkel gevormd bij aanwezigheid van surfactantionen (luchtbelvormer).(1)
- De vervormingen van de luchtbellen omdat de schuifspanningen groter zijn dan de oppervlaktespanning, dit wordt bepaald door het capillair getal. Bellen die hun vorm behouden zullen de stroming hinderen, bellen die wel vervormen vereenvoudigen de stroming.(2)
- Door inwerking van de schuifspanning reageren de bellen als vloeistof en werken als kleine interne lagers waardoor de viscositeit daalt.(3)

De daling van de verwerkbaarheid kan verklaard worden door de stijging van de vloeigrens. Door de vorming van bellenbruggen en de hinderende werking van de ronde bellen is het moeilijker om de specie te doen bewegen. De stijging van de plastische viscositeit wordt ook veroorzaakt door deze bellenbruggen. Een andere oorzaak is de vervorming van de bellen: de plastische viscositeit en de vloeigrens worden opgemeten bij lage snelheidsgradiënten waardoor een klein capillair getal bekomen wordt. De bellen gaan zich niet vervormen en functioneren als hindernissen tegen de stroming. Dit zorgt zowel voor een stijging van de viscositeit als van de vloeigrens.

De stijgende trend van de tangentiële viscositeit bij 50/s met toenemend luchtgehalte is niet logisch, door de hogere snelheidsgradiënt wordt een hoog capillair getal verwacht. De bellen gaan hierdoor vervormen en zijn geen hinder meer voor de stroming. Het is mogelijk dat de oppervlaktespanning van de bellen hoger is bij pasta's, de arbitrair gekozen 50/s zorgt dan voor een laag capillair getal waardoor de bellen niet gaan vervormen.

De resultaten bij de verhouding c/μ die de intensiteit van het niet-lineair gedrag uitdrukt, tonen een constante negatieve waarde. Dit betekent dat de pasta zich gedraagt als een shear thinning materie. Dit is logisch omdat door de stijging in snelheidsgradiënt de bellen gaan vervormen en de viscositeit dus zal dalen.

Een groot minpunt bij de uitgevoerde testen te Cergy is het ontbreken van luchtgehaltes. Hierdoor is het onzeker of de bekomen trends veroorzaakt zijn door variatie in luchtgehalte.

In het laboratorium Magnel is overgestapt naar proeven op mortelniveau. Er wordt gebruik gemaakt van de Anton Paar reometer MCR 52. De spindel is voorzien van rechthoekige roerbladen ('vane') en wordt gebruikt omdat de ruwe cilinder van in Cergy niet meer beschikbaar is. Er is een profiel van de snelheidsgradiënt ingevoerd gelijkaardig aan deze bij de pasta's, het maximum wordt evenwel verlaagd tot 40/s omdat dit overeenkomt met het praktisch gebruik van mortels. Opnieuw worden de verwerkbaarheid en reologische parameters getest van traditionele en zelfverdichtend mengelingen. Het luchtgehalte wordt gevarieerd door toevoeging van luchtbelvormer en vacuümmengen.

Uit de resultaten blijkt dat het vacuümmengen telkens zorgt voor een daling van het luchtgehalte en dat luchtbelvormer het luchtgehalte doet stijgen. Bij de traditionele mortel is er een stijging van de verwerkbaarheid met toenemend luchtgehalte. Dit effect kan verklaard worden door de werking van de luchtbellen als inwendige lagers, net als zand zorgen de luchtbellen dan voor een smerende werking (mechanisme 3). Bij de zelfverdichtende mortel daalt de verwerkbaarheid met toenemend luchtgehalte. De specie toont het omgekeerde gedrag als de traditionele mortel. De resultaten kunnen verklaard worden door de stijging van de vloeigrens en de plastische viscositeit. Er zijn meer bindingen die verbroken moeten worden waardoor de specie moeilijker in beweging wordt gebracht.

Volgende trends worden bekomen bij de reologische parameters met een toenemend luchtgehalte: net als bij de pasta's stijgen de vloeigrens en de plastische viscositeit. Dit kan opnieuw verklaard worden door mechanisme (1) en (2). Er is eveneens een daling van de plastische viscositeit bij 20/s, wat veroorzaakt wordt door de vervorming van de bellen bij een hogere snelheidsgradiënt (mechanisme 2).

De verhouding c/μ evolueert van positief naar negatief. De specie verandert van een shear thickening naar een shear thinning materie. Dit kan verklaard worden door de vervormbaarheid van de ingebrachte ('entrained') luchtbellen die vervormen bij stijgende snelheidsgradiënten en de

viscositeit doen dalen (shear thinning). Bij de referentiemengeling en vacuümmengen zijn er enkel ingesloten bellen die niet vervormbaar zijn. Daar domineert het effect dat de cementdeeltjes samenklitten bij stijgende gradiënt waardoor de viscositeit zal stijgen (shear thickening).

Het verlagen van het luchtgehalte via vacuümmengen resulteert in een lichte stijging van de vloeigrens en de plastische viscositeit. Dit komt omdat er geen bellenbruggen meer worden gevormd door de afwezigheid van de surfactantionen, ook is het aantal ingesloten luchtbellen te klein om de stroming nog te hinderen. Minder lucht betekent dan een compactere specie en dus een stijging in viscositeit en vloeigrens.

De invloed van een stijgend luchtgehalte op de verwerkbaarheid en de reologie van cementgebonden materialen wordt in Tabel 8.1 en Tabel 8.2 samengevat. Telkens wordt de verklaring gegeven (aangeduid met het cijfer uit de eerdere opsomming of korte uitleg).

Pasta			
Traditioneel	Zelfverdichtend		
 Dalende verwerkbaarheid (1&2) Stijgende vloeigrens (1&2) Stijgende plastische viscositeit (1&2) Constante negatieve c/μ, shear thinning (2) Stijgende tangentiële viscositeit 50/s (2) 	 Geen trend bij verwerkbaarheid bekomen Stijgende vloeigrens (1&2) Stijgende plastische viscositeit (1&2) Stijgende tangentiële viscositeit 50/s (2) 		

Tabel 8.1: bekomen trends bij pasta met verklaring

Mortel			
Traditioneel	Zelfverdichtend		
• Stijgende verwerkbaarheid (3)	 Dalende verwerkbaarheid (1&2) Stijgende vloeigrens (1&2) Stijgende plastische viscositeit (1&2) Positieve c/μ naar negatieve c/μ (vervorming ingebrachte lucht of domineren flocculatie) Dalende tangentiële viscositeit 20/s (1&2) 		

Tabel 8.2: bekomen trends bij mortel met verklaring

In het hoofdstuk sterkteproeven wordt de evolutie van het luchtgehalte op de sterkte van de verharde mortel bekeken. De conclusie is dat de sterkte daalt met toenemend luchtgehalte. Bij traditionele mortel zorgt vacuümmengen voor een lager luchtgehalte en dus grotere sterkte, de luchtbelvormer voegde extra lucht toe en veroorzaakt een daling in sterkte.

Bij de zelfverdichtende mortel is er weinig verschil tussen de sterktes met of zonder vacuümmengen, dit komt omdat de ingesloten luchtbellen na verloop van tijd uit de specie worden verdrongen door het zelfverdichtend vermogen. Hierdoor hebben de verharde mortels met of zonder vacuümmengen hetzelfde luchtgehalte en dus dezelfde sterkte. Bij de verharde mortels zorgt toevoeging van luchtbelvormer zowel voor een stijging van het luchtgehalte als een daling van de sterkte.

Verder wordt de microstructuur van de verharde mortels onderzocht met een kwikporosimeter. Er wordt aangetoond dat door vacuümmengen zich een lichte stijging voordoet van de kritische diameter en de totale porositeit. Door toevoeging van luchtbelvormer is er telkens wel een significante stijging van de kritische diameter en de totale porositeit. Dit laatste is logisch aangezien op die wijze zich meer bellen vormen in de verse specie die na verharding poriën vormen.

Bijlage A: Analyse per mengdag

In deze bijlage worden de resultaten voorgesteld per mengdag. Tijdens de proeven is weinig rekening gehouden met de variatie tussen de verschillende mengdagen, hierdoor zijn er telkens maar een beperkt aantal volledige reeksen (van 50 Pa naar 0,66 %) per dag beschikbaar. De variatie is laat opgemerkt tijdens de analyse van de resultaten. Deze variatie deed zich enkel voor bij de zelfverdichtende mortels.

cm	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	27,35		22,75
D2		21,6	19,25
D3	28,5	27,25	19,25
D4	28,5	27,5	
D5	29 <i>,</i> 5	29,25	

Tabel 8.3: vloeimaat

sec	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	00:26,9		00:38,5
D2		00:50,0	00:59,7
D3	00:29,0	00:26,4	00:49,7
D4	00:28,7	00:23,9	
D5	00:41,0		00:45,0

Tabel 8.4: doorstroomtijd

Ра	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	2,06		6,86
D2		7,24	10,05
D3	1,99	2,32	7,20
D4	1,67	1,46	
D5			

Tabel 8.5: vloeigrens

Pa.s	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	11,40		26,08
D2		23,50	32,67
D3	9,13	9,36	26,91
D4	8,19	7,14	

Tabel 8.6: plastische viscositeit

S	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	0,086		-0,019
D2		0,024	-0,027
D3	0,100	0,109	-0,007
D4	0,059	0,057	

Tabel 8.7: c/μ

SCM 0,46

cm	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	22,25	26	21
D2	19,5	21	
D3	33	22,1	19
D4	25		19
D5		19,75	16,9

Tabel 8.8: vloeimaat

sec	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	00:27,9	00:19,5	00:37,5
D2	00:09,0	00:09,0	00:13,0
D3			
D4			
D5			

Tabel 8.9: doorstroomtijd

Ра	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	5,45	2,36	5,44
D2	8,00	6,01	
D3	1,22	1,10	1,79
D4	4,9		8,9
D5		7,19	19,05

Tabel 8.10: vloeigrens

Pa.s	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	12,94	8,25	19,01
D2	12,61	12,29	
D3	3,66	3,32	8,25
D4	9,6		19,5
D5		11,87	31,12

Tabel 8.11: plastische viscositeit

S	50 Pa	0 %	0,66 %
D1	0,036	0,050	-0,014
D2	0,061	0,045	
D3	0,040	0,041	0,020
D4	0,041		-0,021
D5		0,029	-0,041

Tabel 8.12: c/µ

Bibliografie

- [1] L. Du en K. Folliard, "Mechanisms of air entrainment in concrete," *Cement and concrete research*, pp. 1463-1471, 2004.
- [2] Nasser en Khayat, "Comparison of air contents in fresh and hardened concrete using different airmeters," *Cement, concrete and aggregates,* vol. 13, pp. 18-24, 1991.
- [3] Portland Cement Association, "Control of air content," Concrete technology today, vol. 1, 1998.
- [4] Pigeon, Marchand en Pleau, "Frost resistant concrete," *Construction and Building Materials*, vol. 10, pp. 339-348, 1995.
- [5] Szwabowski en Lazniewska, "Influence of the properties of self-compacting concrete on the effect of air entrainment," *Journal of Civil Engineering and Management*, vol. 2, nr. 15, pp. 300-320, 2009.
- [6] Pleau, Pigeon en Laurencot, "Some findings on the usefulness of image analysis for determining the characteristics of the air-vod system on hardened concrete," *Cement and Concrete Composite*, vol. 23, nr. 3, p. 237–246, 2001.
- [7] Jiang en Struble, "Effects of Air entrainment on rheology," ACI materials journal, vol. 101, pp. 448-456, 2004.
- [8] Mielenz en C. Richard, "Origin, evolution and effects of the air void system in concrete," *Journal of the american concrete institute,* pp. 94-120, 1958.
- [9] S. Chatterji, "Freezing of air-entrained cement-based materials and specific actions of airentraining agents," *Cement & Concrete composites*, vol. 25, pp. 759-765, 2002.
- [10] Y. Rotenberg, L. Boruvka en A. Neumann, "Determination of surface tension and contact angle from the shapes of axisymmetric fluid interfaces," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 93, nr. 1, pp. 169-180, 1982.
- [11] austincoppock photos, "http://austincoppock.com," [Online]. Available: http://austincoppock.com/2012/04/03/astrology-42-48-surface-tension/.
- [12] U.S. Department of transport, "Federal highway administration-pavements," Federal highway administration, [Online]. Available: http://www.fhwa.dot.gov/pavement/pccp/pubs/06117/02.cfm.
- [13] Barnes, Hutton en Walters, An introduction to rheology, Elsevier, 1989.
- [14] D. Feys, interaction between rheological properties and pumping of SCC, Gent: Universiteit

Gent, 2009.

- [15] D. Feys, R. Verhoeven en G. De Schutter, "Evaluation of time independent rheological models applicable to fresh self-compacting concrete," Gent, 2007.
- [16] A. Yahia en K. Khayat, "Analytical models for estimating yield stress of high-performance," Cement and concrete research, vol. 11, pp. 244-255, 2001.
- [17] O. Wallevik, Introduction to rheology of fresh concrete, Reykjavik: Innovation Center Iceland, 2009.
- [18] The "AZo Journal of Materials Online", "Controlling Rheology by Changing the Size, Zeta Potential and Shape of Particles by Malvern Instruments," [Online].
- [19] Feys, Verhoeven en G. De Schutter, "Why is self-compacting concrete shear thickening?," Cement and concrete research, vol. 39, nr. 6, pp. 510 - 523, 2008.
- [20] N. Roussel, "A thixotropy model for fresh fluid concretes: theory, validation and applications," Paris, 2006.
- [21] J. E. Wallevik, "Rheological properties of cemet paste: Thixotropic behavior and structural breakdown," *Cement and concrete research*, vol. 39, pp. 14-29, 2008.
- [22] A. Rust en M. Manga, "Effects of bubble deformation on the viscosity of dilute suspensions," Non-Newtonian Fluid mech, vol. 104, pp. 53-63, 2001.
- [23] Feys, Roussel, Verhoeven en D. Schutter, "Influence of air bubbles size and volume fraction on rheological properties of fresh self-compacting concrete," in *International RILEM Symposium on Rheology of Cement Suspensions*, Reykjavik, 2009.
- [24] J. E. Wallevik, "Relationship between the Bingham parameters and slump," *Cement and Concrete Research*, vol. 36, pp. 1214-1221, 2006.
- [25] V. Boel, Transportgedrag van potentieel schadelijke agentia in zelfverdichtend beton in relatie met het uiteindelijke duurzaamheidsgedrag, Gent: Universiteit Gent, 2006.
- [26] E. S. BENSEBTI, "Formulation et Propriétés des Bétons Autoplaçants," Cergy, 2008.
- [27] 0. Wallevik en J. Wallevik, "rheology as a tool in concrete science: the use of rheographs and workability boxes," *Cement and Concrete Research*, vol. 12, nr. 41, pp. 2122-2177, 2010.
- [28] Heirman, Hendrickx, Vandewalle, V. Gemert, Feys, G. De Schutter en Vantomme, "Integration approach of the couette inverse problem of powder type self-compacting concrete in a wide gap-concentric cylinder rheometer," *Cement and concrete research*, vol. 39, pp. 171-181, 2008.
- [29] Ferguson en Kemblowski, Applied fluid rheology, RILEM, 2000.

- [30] Zhu, Martis, Ferraris en D. De Kee, "A numerical study of the flow of Bingham-like fluids in twodimensional vane," *Journal of NonNewtonian Fluid Mechanics*, vol. 8, nr. 165, pp. 362-375, 2008.
- [31] J. E. Wallevik, "Rheology of particle suspensions," Trondheim, 2003.
- [32] Nehdi en Rahman, "Effect of geometry and surface friction of test accessory on oscillatory rheological properties of cement pasta," *ACI Materials Journal*, pp. 416-430, 2004.
- [33] Feys, Verhoeven en G. De Schutter, "Evaluation of time independent rheological models applicable to fresh self-compacting concrete," *Applied rheology*, nr. 17, 2007.
- [34] Heirman, D. Van Gemert, Vandewalle, Toorman, J. Wallevik en O. Wallevik, "Influence of plug flow when testing shear thickening powder type self-compacting concrete in a wide-gap concentric cylinder rheometer," in *International RILEM symposium on Rheology of Cement Suspensions*, Reykjavik, 2009.
- [35] Thermo Haake, "instruction manual rheostress RS 150".
- [36] Holcim N.V., Technische fiche CEM I 52,5 N MF.
- [37] L. Taerwe en G. De Schutter, Betontechnologie, Gent: Universiteit Gent.
- [38] BASF, bijlage glenium 51 con.35%.
- [39] G. De Schutter, A.-M. Poppe, K. Audenaert en V. Boel, "Stille (r)evolutie in de betonbouw," *het ingenieursblad*, pp. 50-62, 2003.
- [40] N. Roussel, "From mini-cone test to Abrams cone test," Cement and Concrete Research, vol. 5, nr. 35, pp. 810-840, 2005.
- [41] Roy en Roussel, "The Marsh Cone as a viscometer: theoretical analysis and practical limits," Materials and structures vol. 37, pp. 230-244, 2004.
- [42] D. Feys, R. Verhoeven en G. De Schutter, "fresh self compacting concrete, a shear thickening material," *Cement and Concrete Research 38*, vol. 2008, pp. 920-929, 2008.
- [43] D. Verhulst, "Mengtechnieken voor de betonindustrie," Gent, 2012.
- [44] Belgium Building research institute, "NBN EN 1015-3 Beproevingsmethoden voor metselmorteldeel 3: bepaling van de consistentie van de verse mortel (met schoktafel)".
- [45] Belgian Building Research Institute, "NBN EN 12350-2 Beproeving van betonspecie zetmaat".
- [46] Belgian Building Research Institute, "NBN EN 1015-7 Beproevingsmethoden voor metselmortelbepaling luchtgehalte van mortel".

- [47] Mazanec, Lowke en Schiessl, "Mixing of high performance concrete: effect of concrete composition and mixing intensity on mixing time," *Materials and Structures*, vol. 3, nr. 43, pp. 357-365, 2010.
- [48] Belgian Building Research Institute, "NBN EN 12350-8 Beproeving van betonspecie Deel 8: Zelfverdichtend beton – Vloeimaat".
- [49] Belgian Building Research Institute, "NBN EN 12350-9 Beproeving van betonspecie –Deel 9: Zelfverdichtend beton -trechtertijd".
- [50] Kwang en Fung, "Roles of water film thickness and SP dosage in rheology and cohesivenes of mortar," Cement and Concrete Composites, vol. 34, nr. 2, p. 121–130, 2012.
- [51] Belgian Building Research Institute, "NBN EN 1015-6: bepaling van schijnbare dichtheid van verse mortel".
- [52] P. Van Acker, "Invloed van de mengprocedure op de eigenschappen van traditioneel cementgebonden materialen," Universiteit Gent, Gent, 2011.
- [53] Schwartzentruber en Catherine, "La méthode du mortier de béton équivalent-un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés," *Materials and structures*, vol. 8, nr. 33, pp. 470-486, 1999.
- [54] Raman en Debergh, "Invloed van vacüummengen op microstructuur en reologische eigenschappen van zelfverdichtende en UHP mortel," Hogeschool Gent, Gent, 2012.
- [55] Belgian building research institute, "NBN EN 1015-11: bepaling van de buigsterkte en druksterke van verharde mortel".
- [56] Abell, Willis en Lange, "Mercury Intrusion Porosimetry and Image Analysis of cemet-Based materials," *Journal of Colloid and Interface Science*, nr. 211, pp. 39-44, 1998.
- [57] D. Okpala, "Pore structure of hardened cement paste and mortar," International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete, pp. 245-256, 1989.
- [58] Thermo, "Product specifications mercury porosimeters Pascal Series".
- [59] Konecny en Naqvi, "The effect of different drying techniques on the pore size distribution of blended cement mortars," *Cement and Concrete Research*, vol. 23, nr. 5, p. 1223–1228, 1993.
- [60] D. Lowke, "Effect of cement on superplasticizer adsorption, yield stress, thixotropy and segregation resistance," *Design, Production and placement of self-consolidating cement*, pp. 91-105, 2010.
- [61] Tanguy, Thibault, Dubois en Aït-Kadi, "Mixing hydrodynamics in a double planetary mixer," *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 2, nr. 77, pp. 318-324, 1999.

Overzicht figuren

Figuur 2.1: verschil mortel zonder (links) en met luchtbelvormer (rechts)	3
Figuur 2.2: fysische interpretatie van de afstandsfactor [5]	4
Figuur 2.3: verband afstandsfactor en luchtgehalte van vers beton [6]	4
Figuur 2.4: chemische structuur surfactant [1]	5
Figuur 2.5: fysische gevolg van de oppervlaktespanning veroorzaakt door oppervlakte-energie [11]] 6
Figuur 2.6: evolutie oppervlaktespanning met toenemende concentratie surfactant [1]	7
Figuur 2.7: orientatie en plaatsing surfactanten aan water-lucht oppervlak [1]	7
Figuur 2.8: vorst-dooi schade bij beton [3]	9
Figuur 2.9: voorstelling kritische afstandsfactor[4]	10
Figuur 2.10: schematische voorstelling variatie samenstelling met afstand tot betonoppervlak [4].	10
Figuur 2.11:schematische afbeelding poriën aan rand van luchtbel [12]	12
Figuur 2.12: afbeelding afschuiving parallelle platen[13]	14
Figuur 2.13: overzicht verschillend modellen [14]	15
Figuur 2.14: verschillende soorten viscositeit [14]	16
Figuur 2.15: invloed oriëntatie van niet-sferische deeltjes op viscositeit [18]	17
Figuur 2.16: invloed vervorming druppels op viscositeit	18
Figuur 2.17: voorstelling van buildup (a) en breakdown (b)	20
Figuur 2.18: fysische uitleg thixotropie[20]	20
Figuur 2.19: thixotrope lus [20]	21
Figuur 2.20: opgemeten verband tussen slump en vloeigrens [24]	23
Figuur 2.21: luchtgehalte in functie van toegevoegde luchtbelvormer [7]	23
Figuur 2.22: evolutie vloeigrens en viscositeit met luchtgehalte (w/c= 0,5)	24
Figuur 2.23: schematische voorstelling vorming bellenbruggen[7]	24
Figuur 2.24: grenzen reologische parameters SCC [25]	27
Figuur 2.25: traditioneel beton met 28% matrix voor en na afschuiving	27
Figuur 2.26: zelfverdichtend beton met 36% matrix, voor en na afschuiving	27
Figuur 2.27: effect additieven op reologische parameters[27]	28
Figuur 3.1: evolutie straal plug (SCM 0,46 met 0,66 % luchtbelvormer)	32
Figuur 3.2: schematische voorstelling iteratieve berekening	33
Figuur 3.3: overzicht transformatieformules	34
Figuur 3.4: schuifspanning - snelheidsgradient SCM 0,4 50 Pa (links) met detail (rechts)	35
Figuur 3.5: vloeigrens volgens verschillende methode SCM 0,4	36
Figuur 3.6: plastische viscositeit volgens verschillende methoden SCM 0,4	36
Figuur 4.1: faculteit génie civil, université de Cergy-Pontoise	38
Figuur 4.2: RS 150 reometer	38
Figuur 4.3: PowerBlend mixer	38
Figuur 4.4: korrelverdelingsdiagram CEM I 52,5 N en kalksteenmeel	40
Figuur 4.5: slumpflow test met miniconus (Haegermanconus) [40]	43
Figuur 4.6: opgemeten snelheidsgradiënt corresponderend met ingegeven profiel	44
Figuur 4.7: voorstelling opgemeten spanning in functie van de tijd (SCP 0,5-0,66% luchtbelvormer)	.44
Figuur 4.8: voorbeeld schuifspanning in functie van snelheidsgradiënt (SCP 0,5 0,66 %	
luchtbelvormer)	45
Figuur 4.9: resultaten CVP w/c= 0,5	46

Figuur 4.10: resultaten CVP w/c= 0,4	48
Figuur 4.11: geometrie marsh cone [41]	50
Figuur 4.12: resultaten SCP	51
Figuur 4.13: resultaten SCP 0,5	53
Figuur 5.1: de Eirich-intensiefmenger gebruikt voor onze testen	58
Figuur 5.2: planetaire mortel menger	59
Figuur 5.3: testresultaten vergelijking mengprocedures [43]	59
Figuur 5.4: korrelverdelingsdiagram Rijnzand 0/4	60
Figuur 5.5: luchtgehalte meting door de drukmethode	62
Figuur 5.6: opmeten slumpwaarde	63
Figuur 5.7: V-funnel proef [50]	64
Figuur 5.8: resultaten verwerkbaarheid in functie van toegevoegde luchtbelvormer	66
Figuur 5.9: resultaten verwerkbaarheid in functie van toegevoegde luchtbelvormer	67
Figuur 5.10: verwerkbaarheid in functie van luchtgehalte	68
Figuur 5.11: resultaten verwerkbaarheid scm 0,46	69
Figuur 5.12: verwerkbaarheid bij toegevoegde luchtbelvormer	71
Figuur 5.13: effect verwerkbaarheid bij vacuümmengen	72
Figuur 5.14: verwerkbaarheid voor de verschillende luchtgehaltes	73
Figuur 5.15: kalksteenmeellijn [54]	74
Figuur 5.16: verwerkbaarheid met toegevoegde luchtbelvormer	75
Figuur 5.17: verwerkbaarheid met variatie druk	76
Figuur 5.18: verwerkbaarheid in functie van luchtgehalte	77
Figuur 5.19: Anton Paar MCR 52 reometer	79
Figuur 5.20: profiel snelheidsgradiënt	80
Figuur 5.21: gebruikte spindel	80
Figuur 5.22: opgemeten schuifspanning en ingevoerde snelheidsgradiënt	81
Figuur 5.23: opgemeten schuifspanning in functie van de tijd	82
Figuur 5.24: specie gevuld tot aan debovenkant van de roerbladen	
Figuur 5.25: ophalen spindel uit specie	
Figuur 5.26: oud profiel snelheidsgradiënt	
Figuur 5.27: nieuw profiel snelheidsgradiënt	
Figuur 5.28: opgemeten schuifspanning	
Figuur 5.29: parameters modified Bingham model na toevoeging luchtbelvormer	
Figuur 5.30: reologische parameters bij variatie druk	
Figuur 5.31: reologische parameters in functie van het luchtgehalte	
Figuur 5.32: dvnamische segregatie	
Figuur 5 33: illustratie segregatiecoëfficiënt[17]	92
Figuur 5.34: reologische parameters na toevoeging luchtbelvormers	93
Figuur 5.35: reologische eigenschappen bij variatie druk	94
Figuur 5.36: reologische parameters in functie van het luchtgehalte	95
Figure 5.37: reograaf SCM 0.4	
Figuur 5 38: reograaf SCM 0.46	،
Figuur 6 1: mal voor 3 prisma's	۲و مو
Figuur 6.2: drienuntshuignroef	100
Figuur 6 3. drukproef	100

Figuur 6.4: resultaten buigtreksterkte op 7 dagen	101
Figuur 6.5: resultaten druksterkte op 7 dagen	101
Figuur 6.6: resultaten volumemassa op 7 dagen	101
Figuur 6.7: doorsnede CVM 0,46 50 Pa	105
Figuur 6.8: doorsnede SCM 0,4 50 Pa	105
Figuur 6.9: SCM 0,46 0% aan atmosfeerdruk	105
Figuur 7.1: verschillende vormen poriën [25]	107
Figuur 7.2: voorstelling intrusie en extrusiecurve [25]	108
Figuur 7.3: Thermo Pascal 140 (links) en 440 (rechts)	108
Figuur 7.4: de vriesdroger	110
Figuur 7.5: de glazen koker met aangeduid zwak punt	111
Figuur 7.6: resultaten microstructuur zelfverdichtende mortel w/c =0.4	112
Figuur 7.7: resultaten microstructuur traditionele mortel w/c= 0.5	112

Overzicht tabellen

Tabel 2.1: verschillende bindingen	21
Tabel 2.2: trends uit de literatuur	26
Tabel 4.1: geometrische kenmerken opzetstuk Z31	39
Tabel 4.2: chemische samenstelling portlandcement CEM I 52,5 N	40
Tabel 4.3: fysische en mechanische eigenschappen van de aangewende cementsoort	41
Tabel 4.4: samenstellingen geteste cementpasta CVP	42
Tabel 4.5: aantal uitgevoerde metingen per punt	46
Tabel 4.6: aantal uitgevoerde testen	47
Tabel 4.7: vooropgestelde samenstellingen zelfverdichtende pasta	50
Tabel 4.8: samenstellingen zelf-verdichtende pasta	52
Tabel 4.9: aantal uitgevoerde resultaten	52
Tabel 4.10: trends uit literatuurstudie	56
Tabel 4.11: bekomen trends traditionele pasta	56
Tabel 4.12: bekomen trends zelfverdichtende pasta	57
Tabel 5.1: samenstelling mortels w/c= 0,5	65
Tabel 5.2: aantal uitgevoerde testen	65
Tabel 5.3: samenstelling w/c= 0,4	68
Tabel 5.4: aantal uitgevoerde testen W/C= 0,4	69
Tabel 5.5: samenstelling zelfverdichtende mortel w/c= 0,4	70
Tabel 5.6: aantal uitgevoerde testen	70
Tabel 5.7: samenstelling 1 zelfverdichtende mortel w/c= 0,46	74
Tabel 5.8: verbeterde samenstelling zelfverdichtende mortel w/c= 0,46	74
Tabel 5.9: aantal uitgevoerde proeven	75
Tabel 5.10: gebruikte samenstelling zelfverdichtende mortel w/c= 0,49	91
Tabel 7.1: specificaties Pascal 140 toestel [58]	109
Tabel 7.2: specificaties Pascal 440 toestel [58]	109
Tabel 8.1: bekomen trends bij pasta met verklaring	116
Tabel 8.2: bekomen trends bij mortel met verklaring	116
Tabel 8.3: vloeimaat	118
Tabel 8.4: doorstroomtijd	118
Tabel 8.5: vloeigrens	118
Tabel 8.6: plastische viscositeit	118
Tabel 8.7: c/μ	118
Tabel 8.8: vloeimaat	119
Tabel 8.9: doorstroomtijd	119
Tabel 8.10: vloeigrens	119
Tabel 8.11: plastische viscositeit	119
Tabel 8.12: c/μ	119