

Angewandte Rheologie am beschleunigten Spritzbeton

18. Kolloquium Hochschule Regensburg

09.10. 2009

P. Iff



Einleitung

- Intension der Untersuchungen
- Übersicht der verwendeten Prüfmethoden
- Rheologie
- REM
- Kombination von Teilergebnissen
- Kontinuierliche Röntgenbeugung
- Zusammenfassung

Arten von Spritzbetonbeschleunigern

Früher: alkalisch Beschleuniger

Heute: Alkalifrei Beschleuniger

aluminiumsulfathaltige Beschleuniger

aluminiumhydroxidhaltige Beschleuniger



aluminiumsulfathaltige Beschleuniger

Durch das eingebrachte Sulfat wird die Ettringitbildung beschleunigt.

Durch den Wassereinbau in den Ettringit wird dem Zementleimsystem Wasser entzogen, was zu einer Erhöhung der Viskosität führt.

Bei der Ettringitbildung ist nach Untersuchungen in dieser Arbeit die Morphologie des Ettringites von entscheidender Bedeutung.

Eine Verzögerung der Bildung zu C-S-H Phasen wurde außerdem festgestellt.

aluminiumhydroxidhaltige Beschleuniger

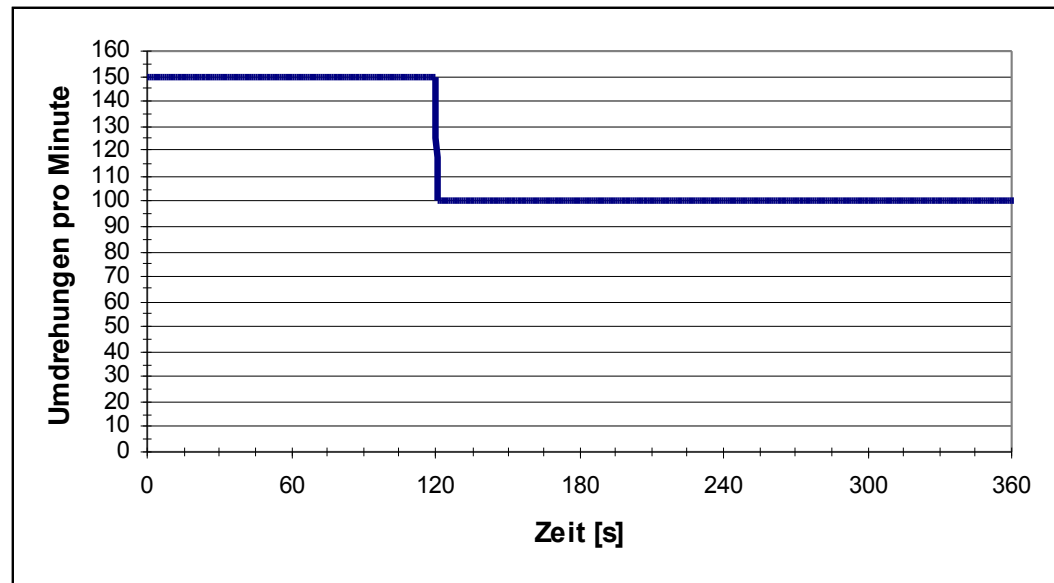
Natriumaluminiumhydroxidhaltige Beschleuniger fördern durch die Bildung von C-A-H Phasen die schnelle Erstarrung und hohe Frühfestigkeit.

Durch Erhöhen der Löslichkeit des Sulfatträgers wird SO_4^{2-} für die Ettringitreaktion zur Verfügung gestellt.

Eine beschleunigte Reaktion des C_3S tritt nicht auf.



Rotationsrheometrie



Oszillationsrheometrie

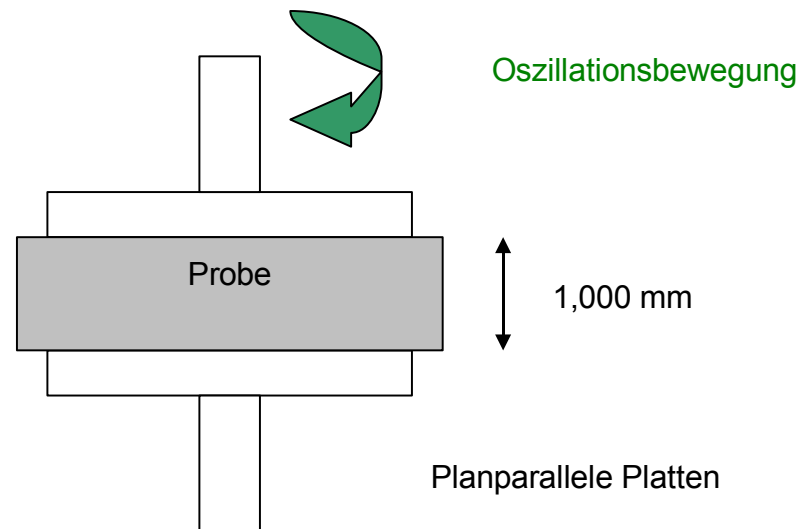




Abbildung : Rasterelektronenmikroskop mit Kryo-Transfer-Einheit; Leo 1530 VP Gemini

Röntgenbeugung

Die Röntgenbeugung ist eine weit verbreitete Analysenmethode zur Identifizierung von kristallinen Phasen. Sie basiert auf der Bragg'schen Gleichung, die die Beugungswinkel von Röntgenstrahlen an den Netzebenen eines Kristalls in Abhängigkeit vom Netzebenenabstand beschreibt.

Kontinuierliche Röntgenbeugung

Zur kontinuierlichen Untersuchung wurden Proben ausgewählt, welche bei der Rasterelektronenmikroskopie besonders auffielen. Dabei geht es um die Phasenbestimmung nach definierten Zeitintervallen.

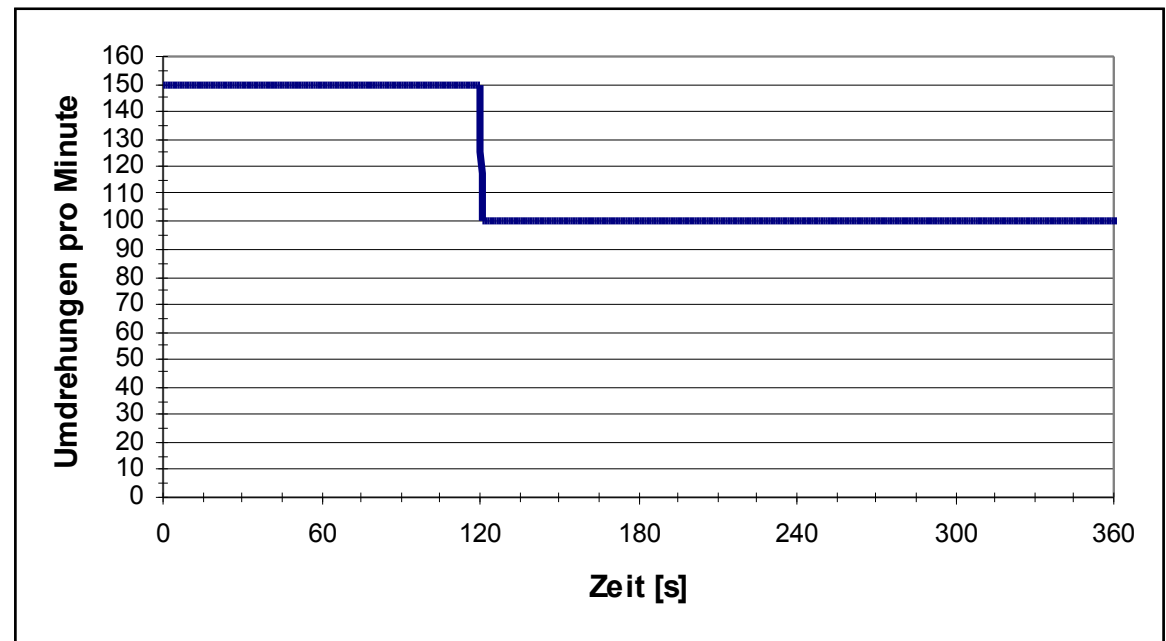
Röntgenfluoreszenzanalyse

Energiereiche Röntgenstrahlung schlägt beim Auftreffen auf Atome Elektronen aus den inneren Atomschalen heraus. Elektronen von äußeren Schalen besetzen diese Plätze wieder und geben dabei ihre Energiedifferenz in Form von Strahlung (Röntgen-fluoreszenzstrahlung) ab.

Scherströmungen

- Newtonsche Fluide (Scherviskosität)
- Fließkurve (strukturviskos, plastisch, dilatant)
 - zeitabhängige Spannungsmessung
 - Schwingungsmessung G'
 - Speichermodul G''
 - Verlustmodul
 - Komplexe Schwingungsviskosität
 - Dehnströmung
 - Dehnviskosität

Rotationsrheometrie



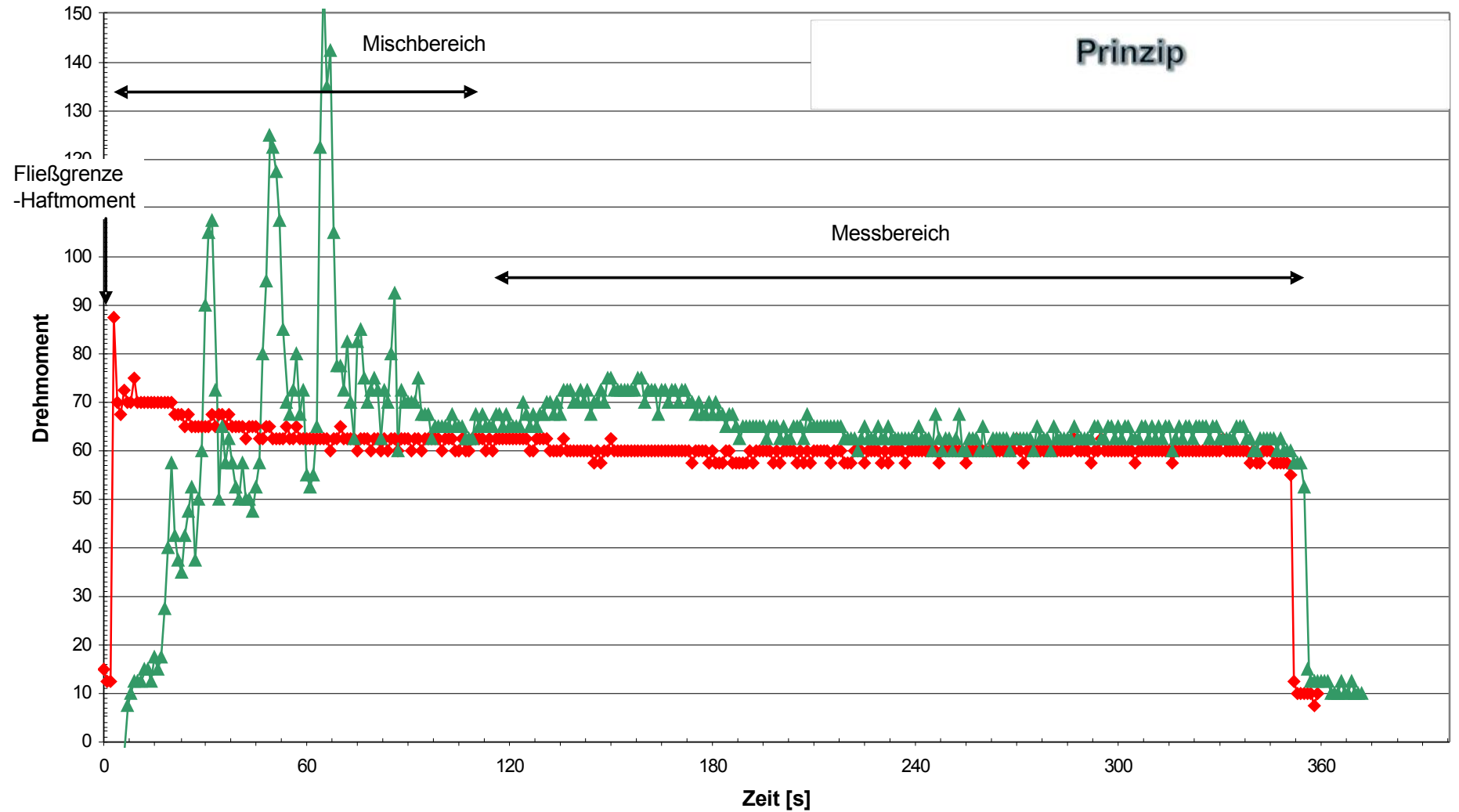
Rotationsrheometrie

Aus dem Rotationsprofil werden die zwei Rotationsphasen deutlich.

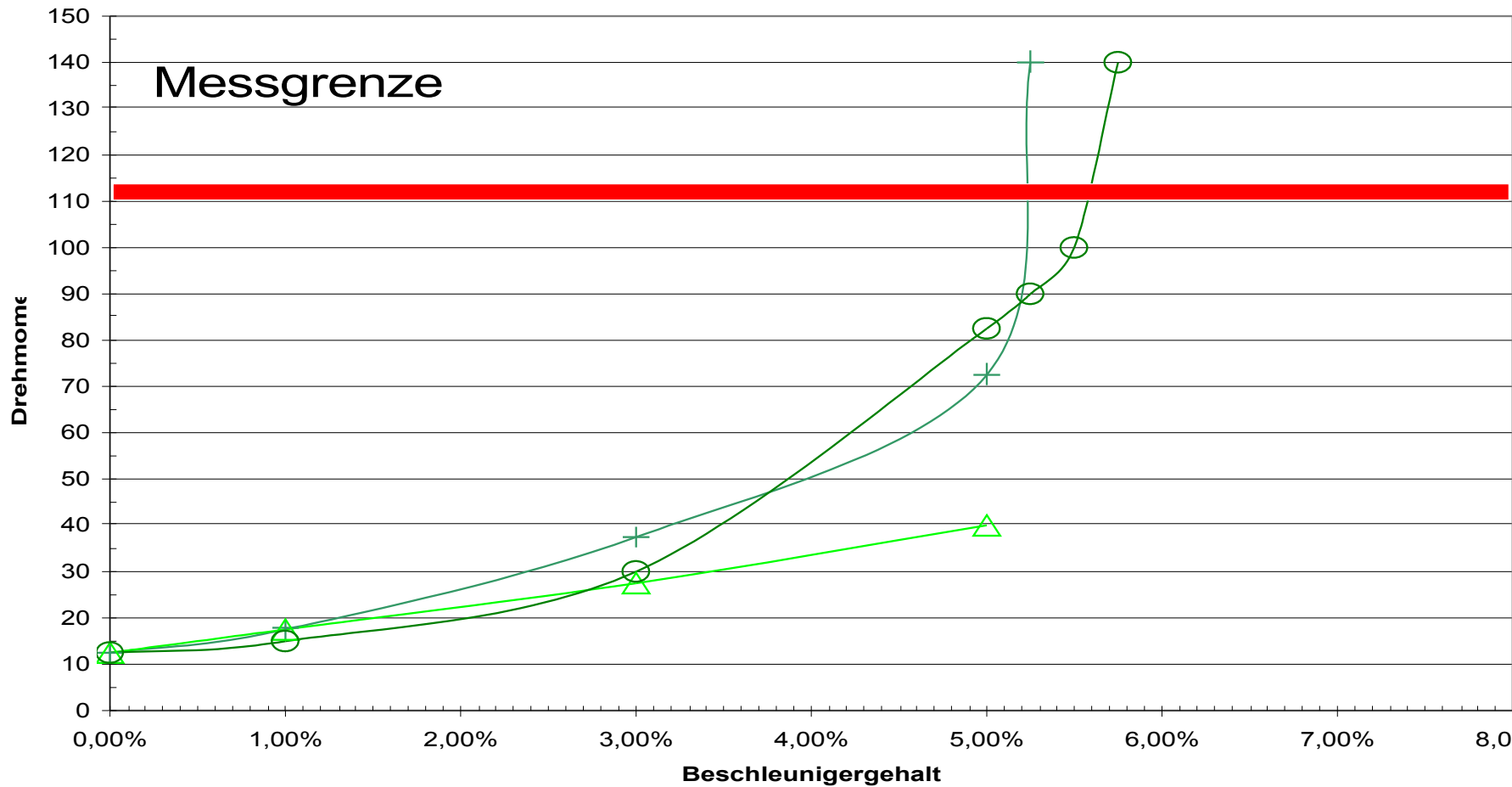
Im ersten Bereich (0-120 Sekunden) wird der Beschleuniger zugegeben.

Dies geschieht durch eine Spritze mit aufgesetzter Nadel, so dass der Beschleuniger in den Zementleim eingebracht werden kann ohne dass größere Konzentrationsunterschiede des Beschleunigers im Zement auftreten. Gelegentlich muss eine Homogenisierung durch manuellen Eingriff in der Rührsystem sichergestellt werden. Diese Mischphase dient dazu den Beschleuniger gleichmäßig im Zementleim zu verteilen. Im anschließenden eigentlichen Messbereich (120-360 Sekunden) wird das Drehmoment für die Auswertung gemessen.

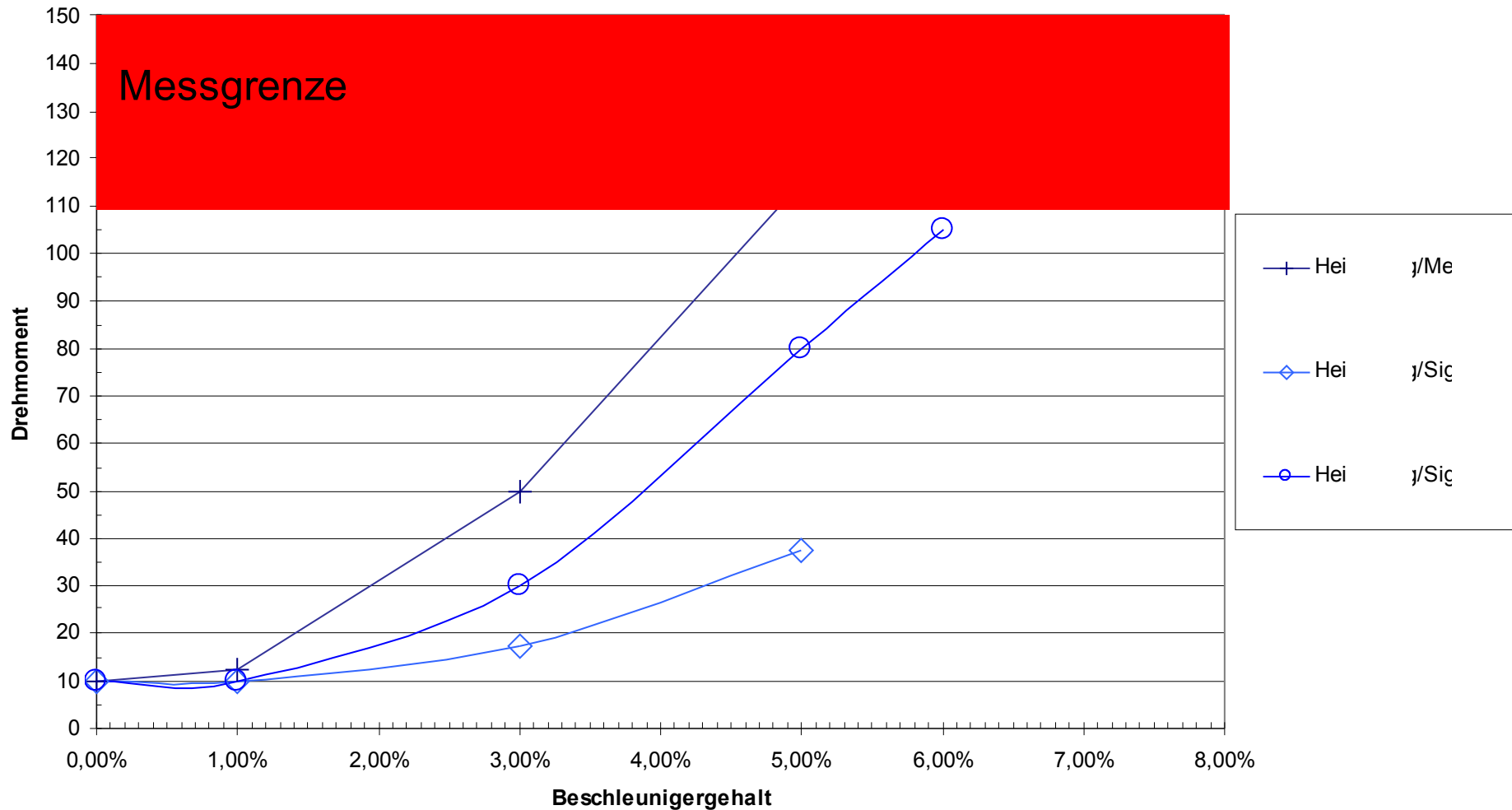
Ein Eingriff von außen findet nicht mehr statt.



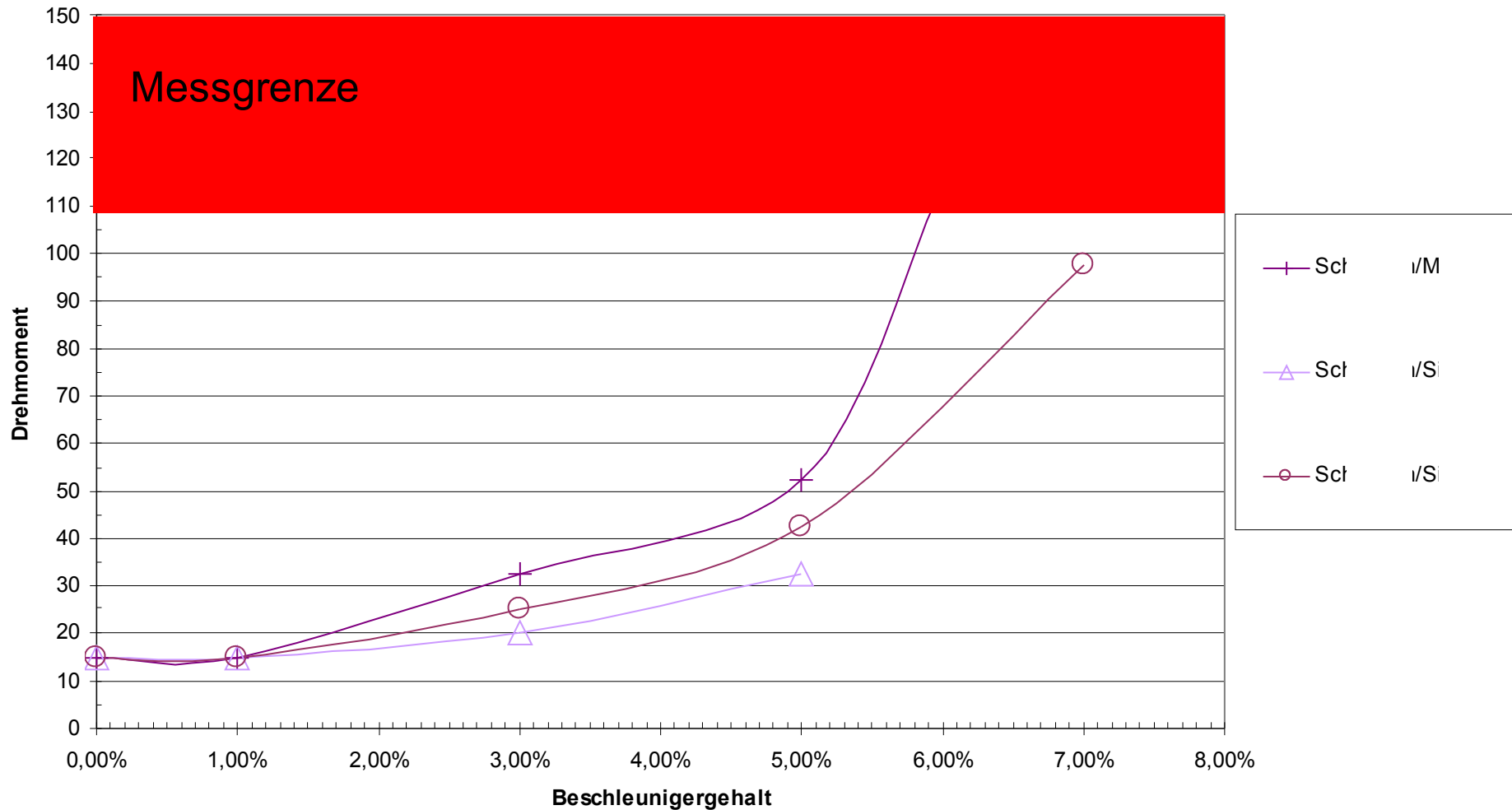
Rheologische Untersuchungen am Rotationsrheometer



Rheologische Untersuchungen am Rotationsrheometer

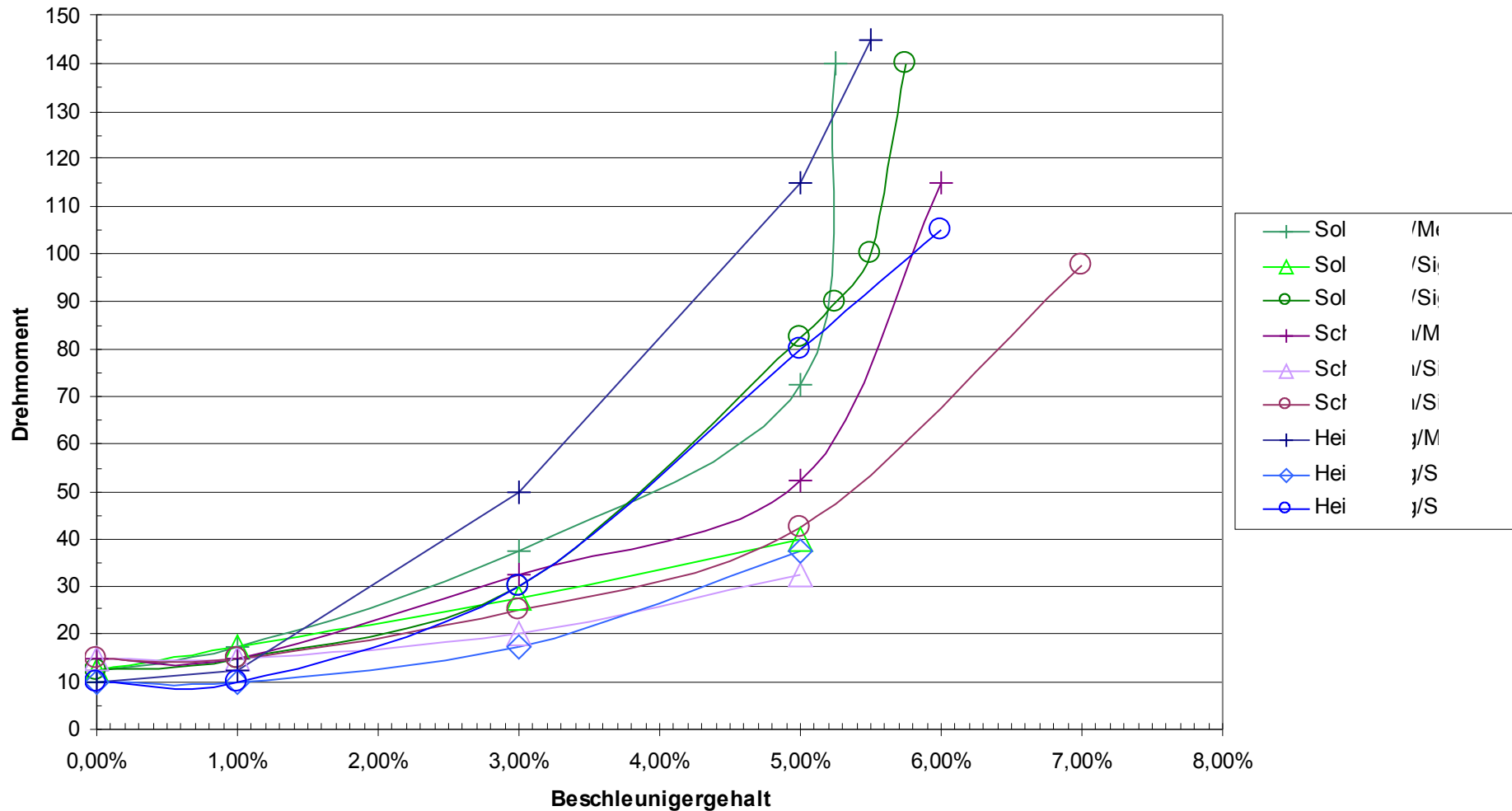


Rheologische Untersuchungen am Rotationsrheometer

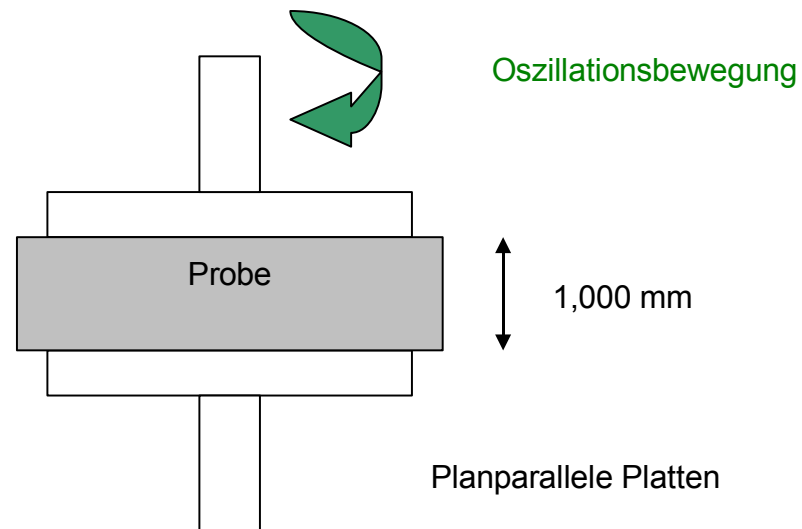


Rheologische Untersuchungen am Rotationsrheometer

Vergleich



Oszillationsrheometrie



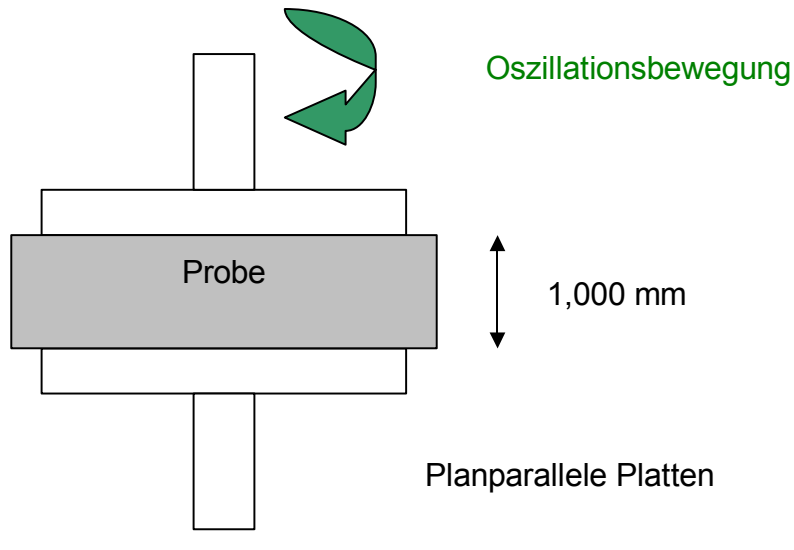
Oszillationsrheometrie

G' : Speichermodul

Der Speichermodul G' ist ein Maß für die reversibel-
elastisch im Stoff gespeicherte Deformationsenergie.

G'' : Verlustmodul

Der Verlustmodul G'' ist ein Maß für die irreversibel
dissipierte Energie.

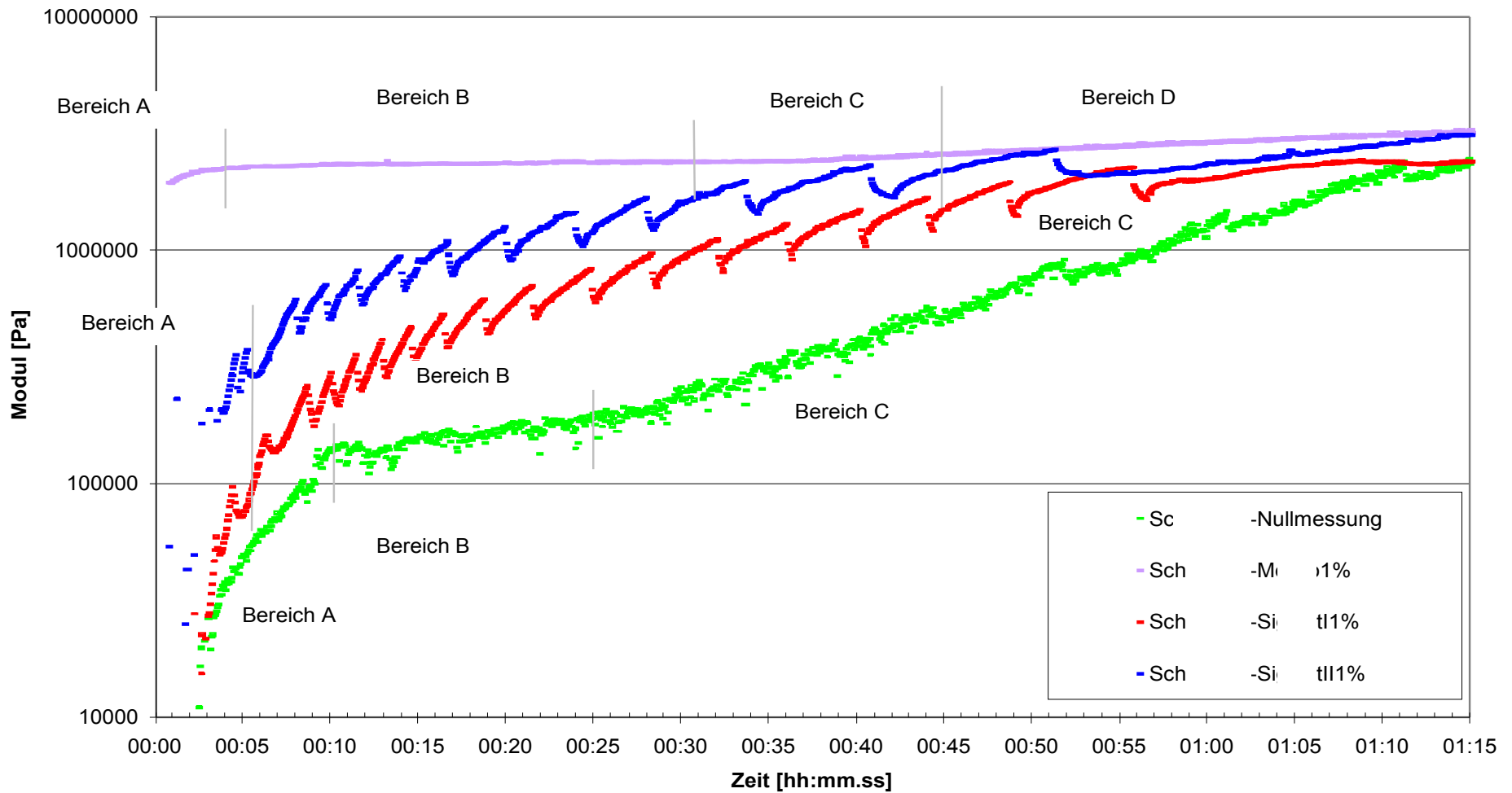


$$\dot{\gamma} = 0,01\%$$

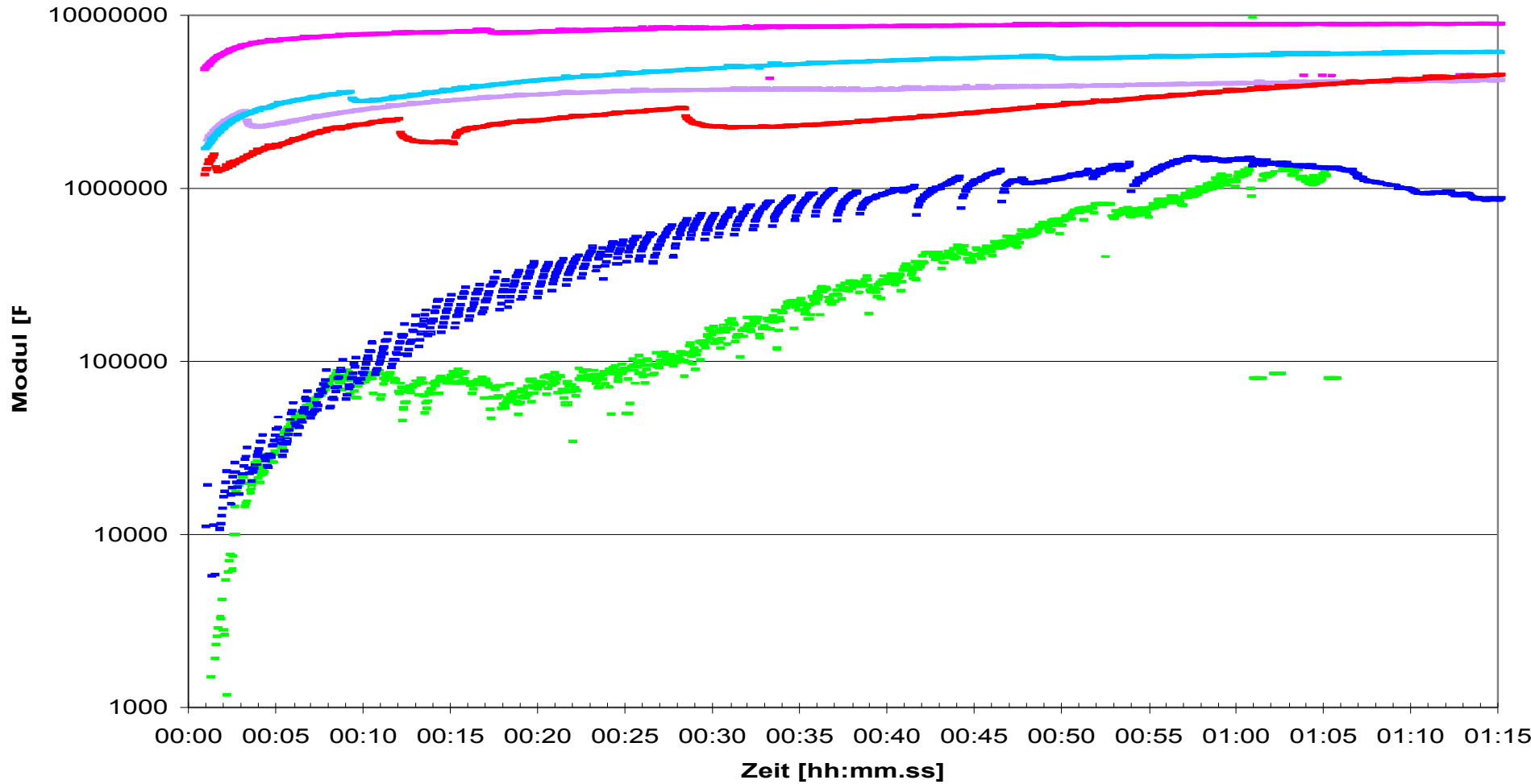
Abbildung : Schema Oszillationsmessung

	Abschnitt 1	Abschnitt 2	Abschnitt 3
Messpunkte	2	2	3600
Dauer	15 Sekunden	15 Sekunden	15 Sekunden
Vorgabe	Scherrate $\dot{\gamma} = 1s^{-1}$	$\tau = 0Pa$	$\dot{\gamma} = 0,01\%$ $f = 0,5Hz$

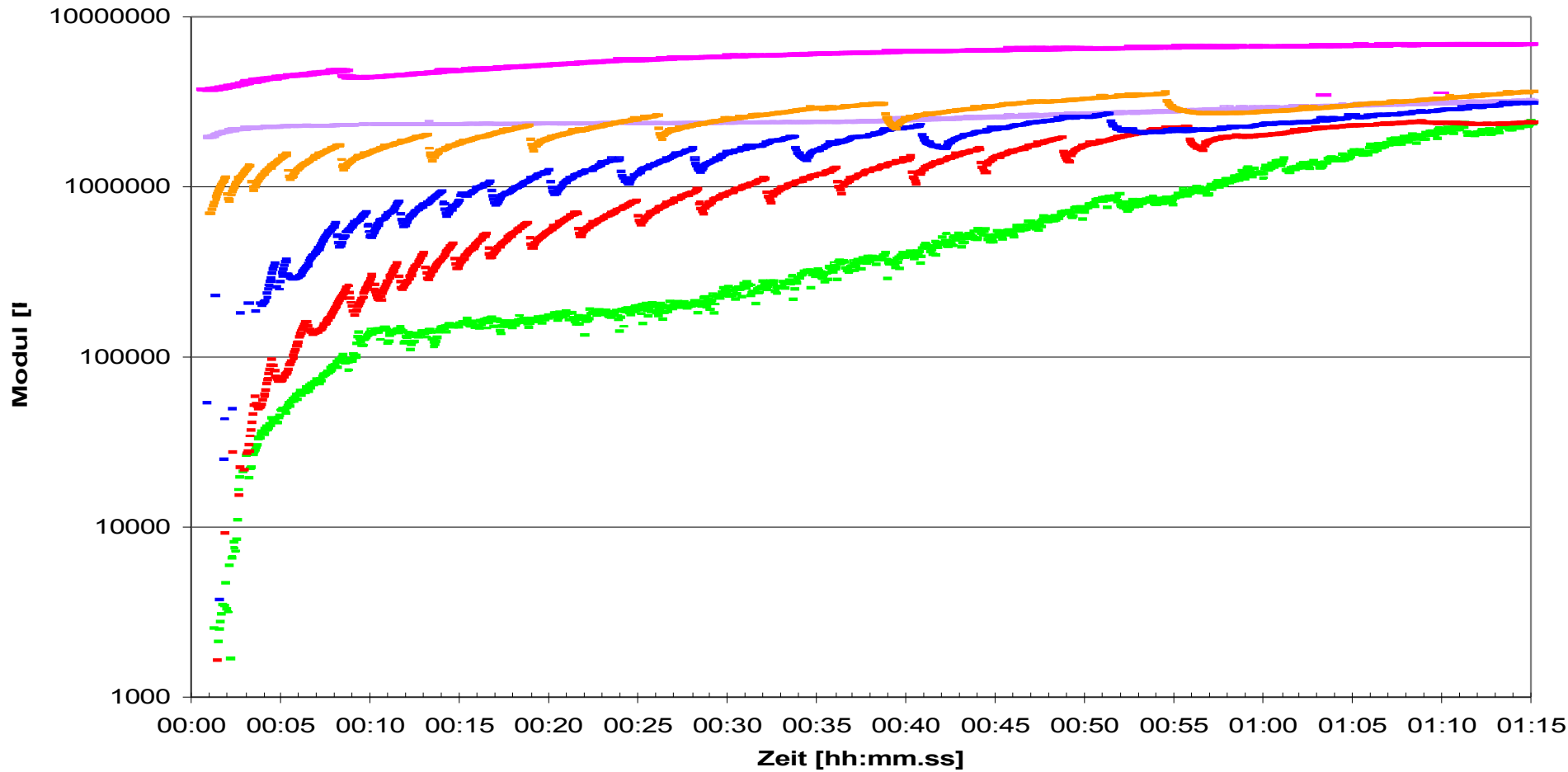
Oszillationsrheometrie



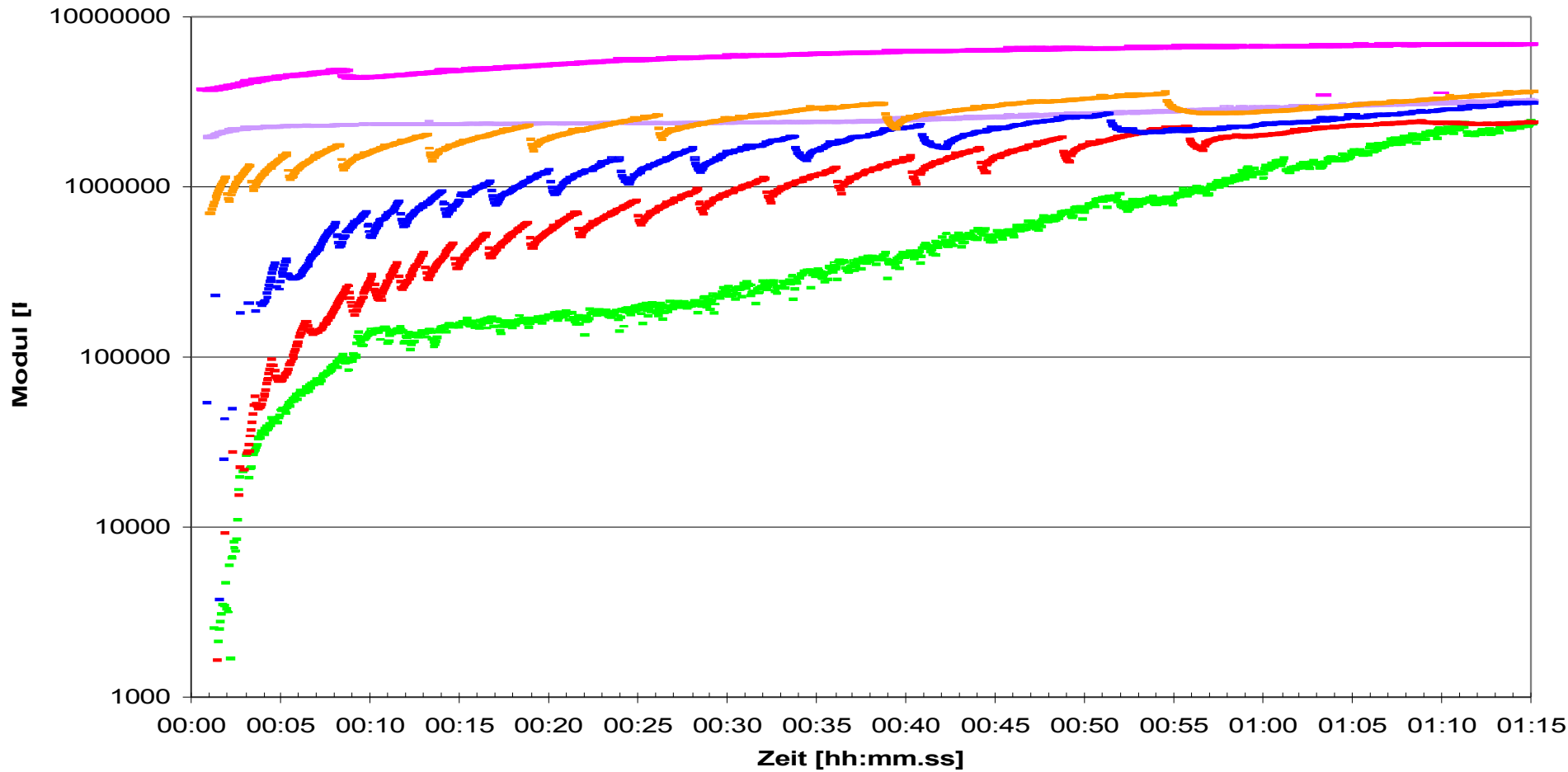
Oszillationsrheometrie



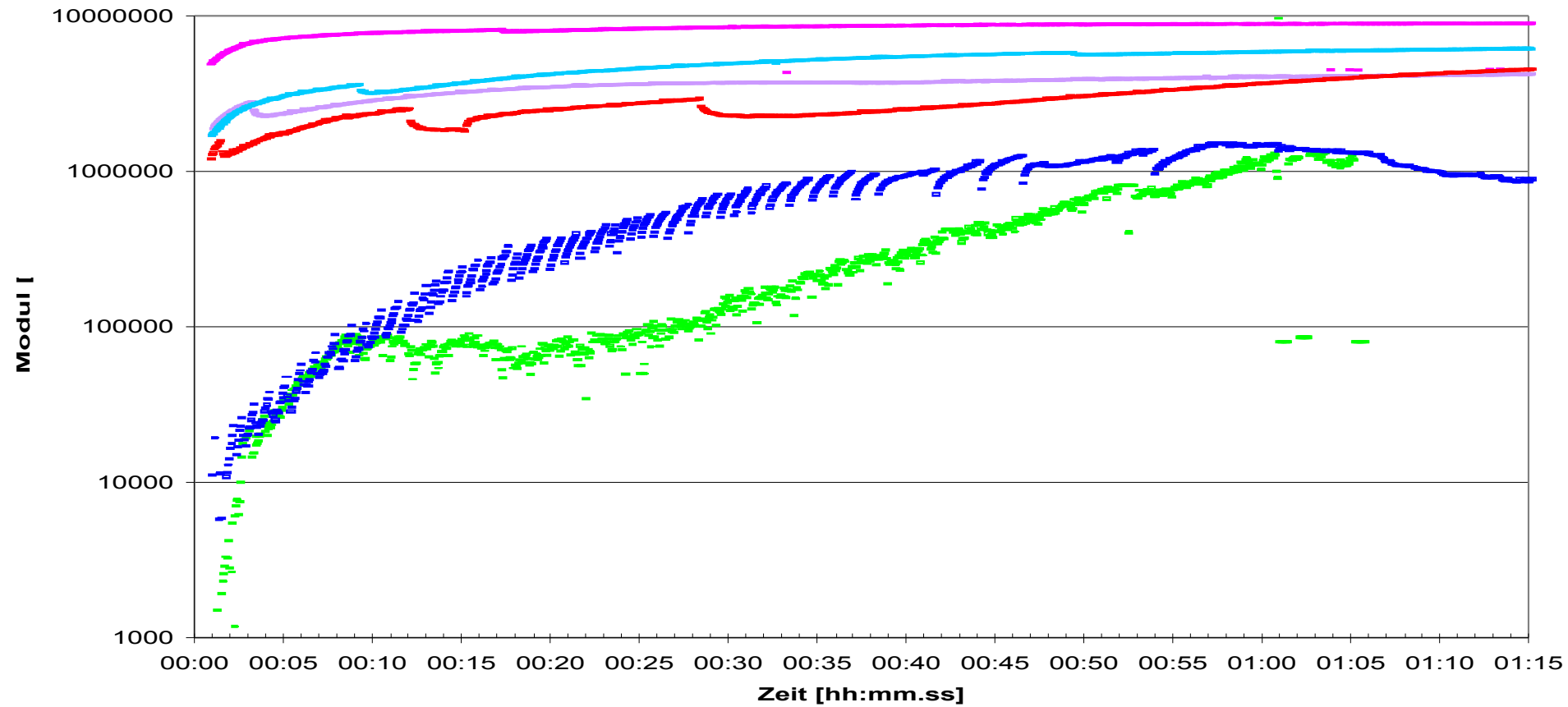
Oszillationsrheometrie



Oszillationsrheometrie



Oszillationsrheometrie



REM-Kryoskopie



Rasterelektronenmikroskop mit Kryo-Transfer-Einheit; Leo 1530 VP Gemini

Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Das Prinzip eines REM besteht darin, dass ein primärer Elektronenstrahl mit Hilfe geeigneter Ablenkensysteme definiert über die Probe wandert und ein synchron gelenkter Elektronenstrahl einer Bildröhre, dessen Intensität über die Intensität eines vom primären Elektronenstrahl angeregten Signal gesteuert wird, auf einem Bildschirm ein vergrößertes Bild aufzeichnet

REM-Kryoskopie

Durch die REM-Kryoskopie können bei Proben unmittelbar nach dem Anmischen in noch flüssigem Zustand die Reaktionen der Stoffgemische betrachtet werden, um einen Eindruck über den Ablauf der Reaktionen in der Frühphase der Erhärtung zu erhalten.

Die Kryo-Präparation stellt die beste Möglichkeit dar, Proben in bestimmten Stadien ihrer Hydratation unter dem REM zu beobachten. Die Hydratation wird dabei durch Eintauchen in unterkühlten Stickstoff unterbrochen.



Bei der Transfer-Kryo-Technologie werden 10g Zement mit einem w/z-Wert von 0,35 angemacht.

Nach einer einminütigen Mischzeit wird der Beschleuniger zugegeben und weitere 60 Sekunden gemischt.

Ein kleiner Tropfen des Leimes in eine Messinghülle gefüllt und die gewünschte Erstarrungszeit abgewartet.

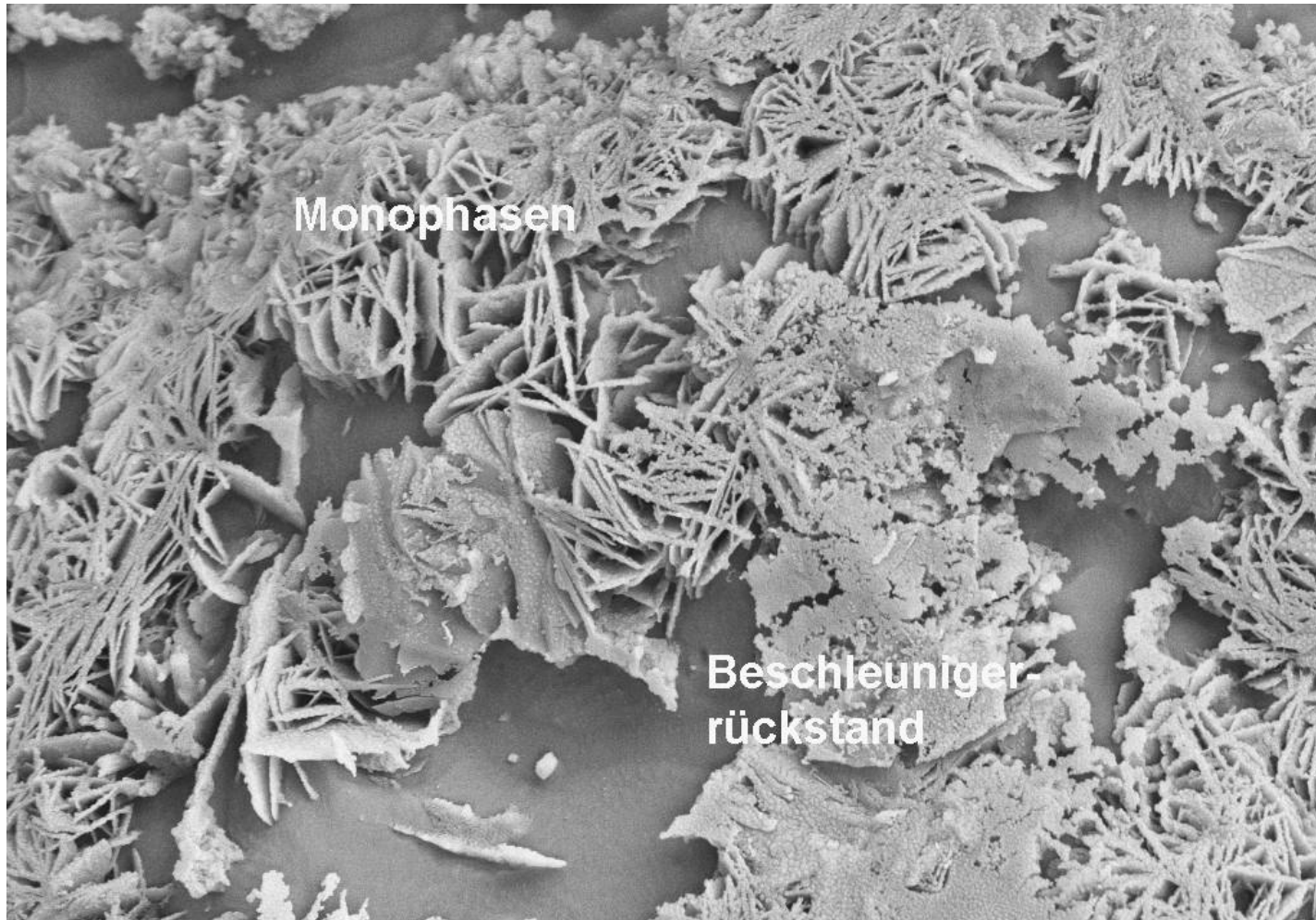
Anschließend wird die Probe bei -210°C schockgefroren.

Der Tropfen wird in der Kryo-Transfer-Einheit gebrochen, um das Innere freizulegen.

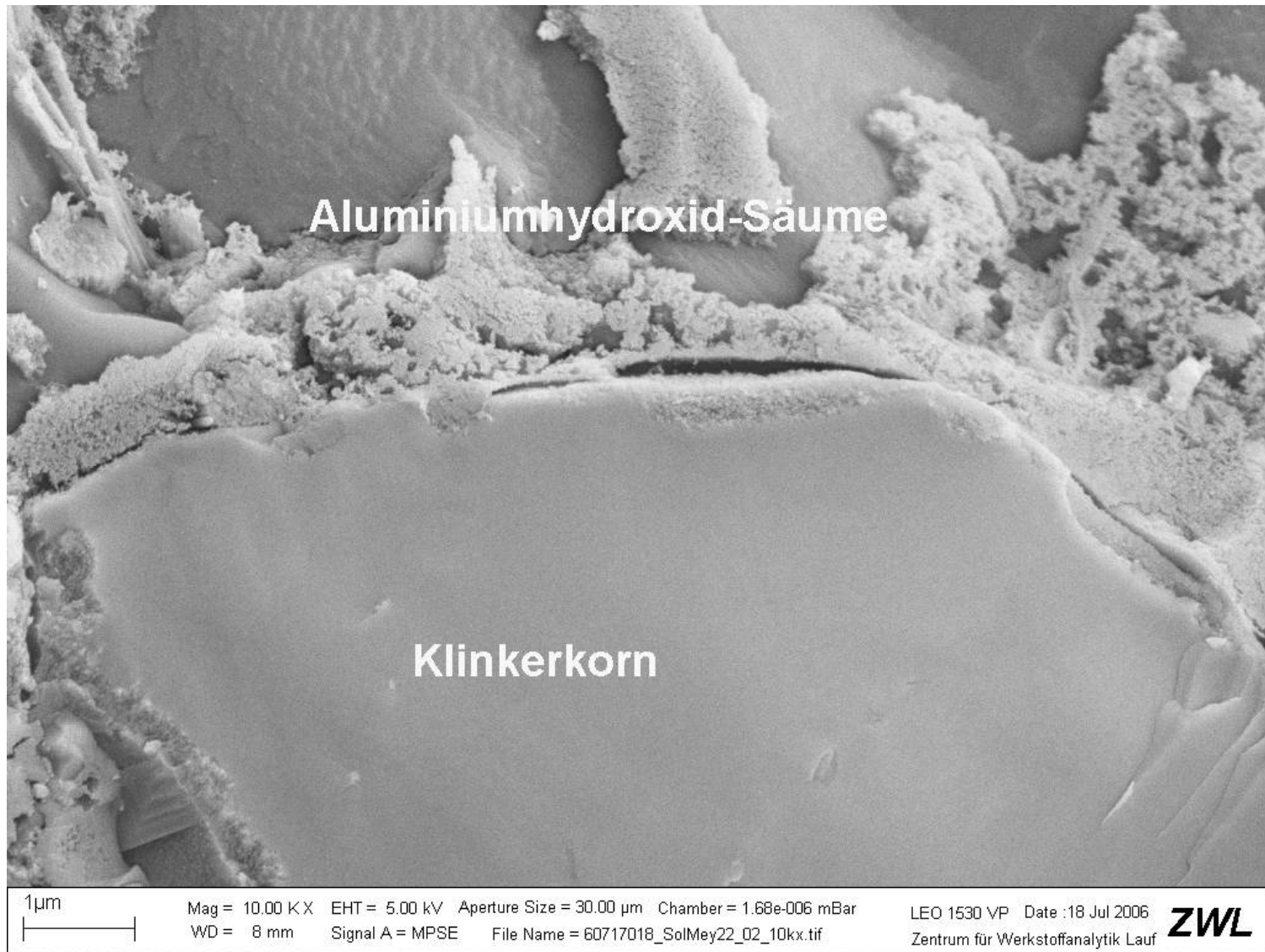
Im Anschluss wird die vorbereitete Probe mit Gold-Palladium beschichtet und in das REM eingeschleust.

Der Probenträger mit der Probe wird während des Messvorganges gekühlt.

REM-Kryoskopie



1µm
Mag = 5.00 KX EHT = 5.00 kV Aperture Size = 30.00 µm Chamber = 1.73e-006 mBar LEO 1530 VP Date :18 Jul 2006
WD = 10 mm Signal A = MPSE File Name = 60717018_SolMey2,5_04_05kx.tif Zentrum für Werkstoffanalytik Lauf **ZWL**



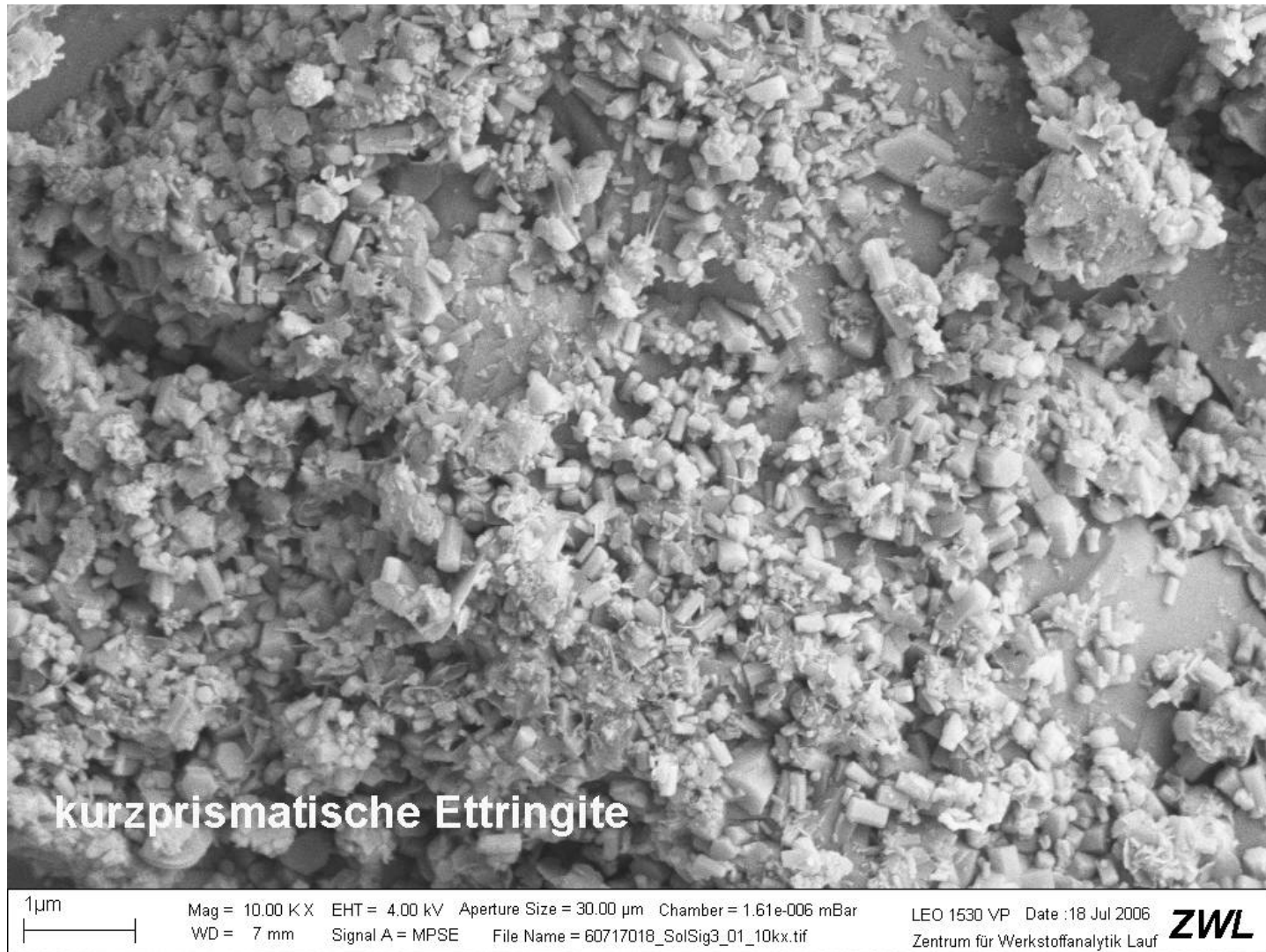
Cryo-REM Aufnahme des Zement-Beschleuniger-Systemes S1% Mey nach 22 Minuten;
Aluminiumhydroxid-Säume

REM-Kryoskopie

60717018_SolMey22_03_20kx

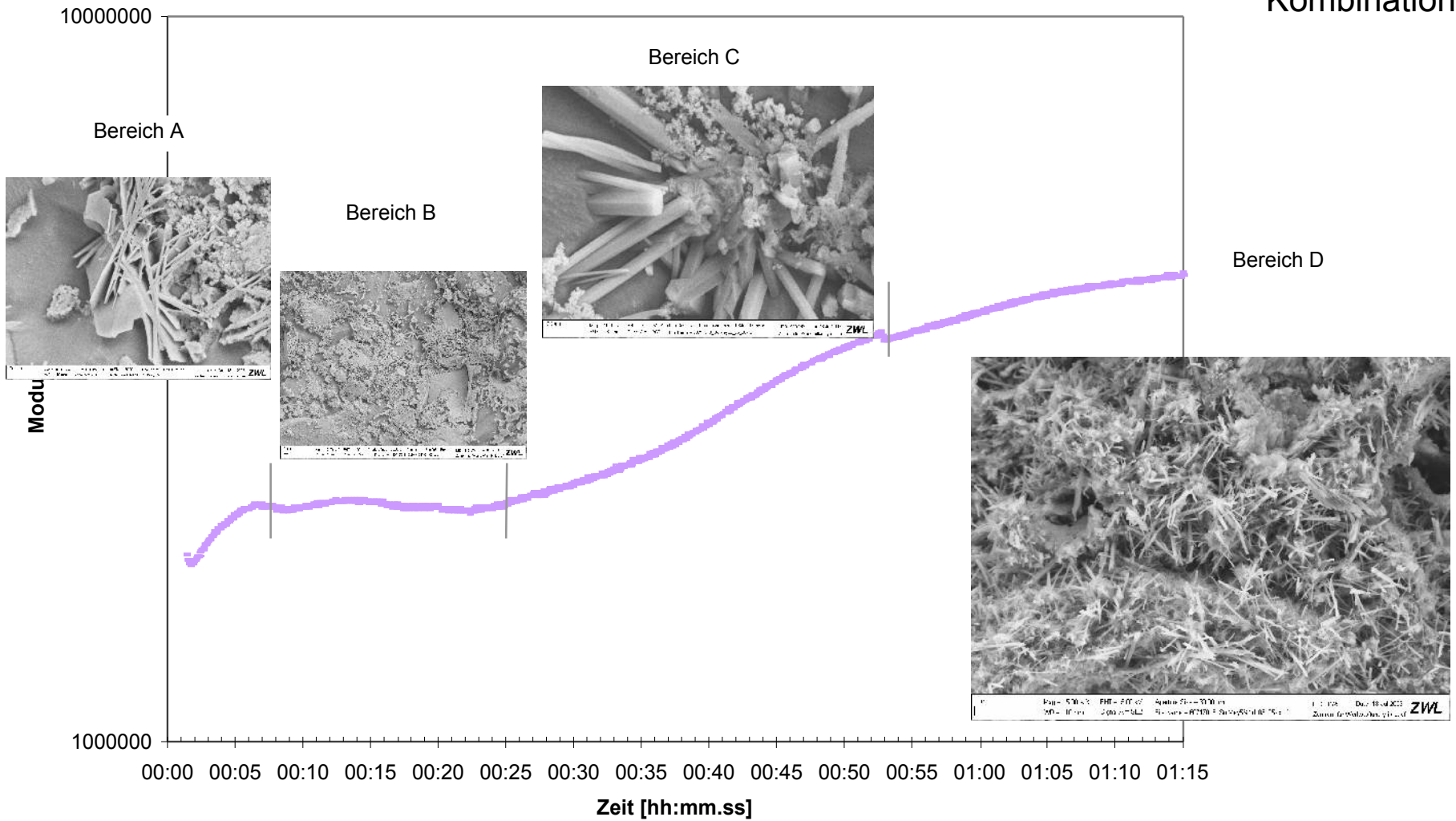


Cryo-REM Aufnahme des Zement-Beschleuniger-Systemes S/1% Mey nach 22 Minuten;
ehemalige Aluminiumhydroxid-Säume mit Ettringitkristall



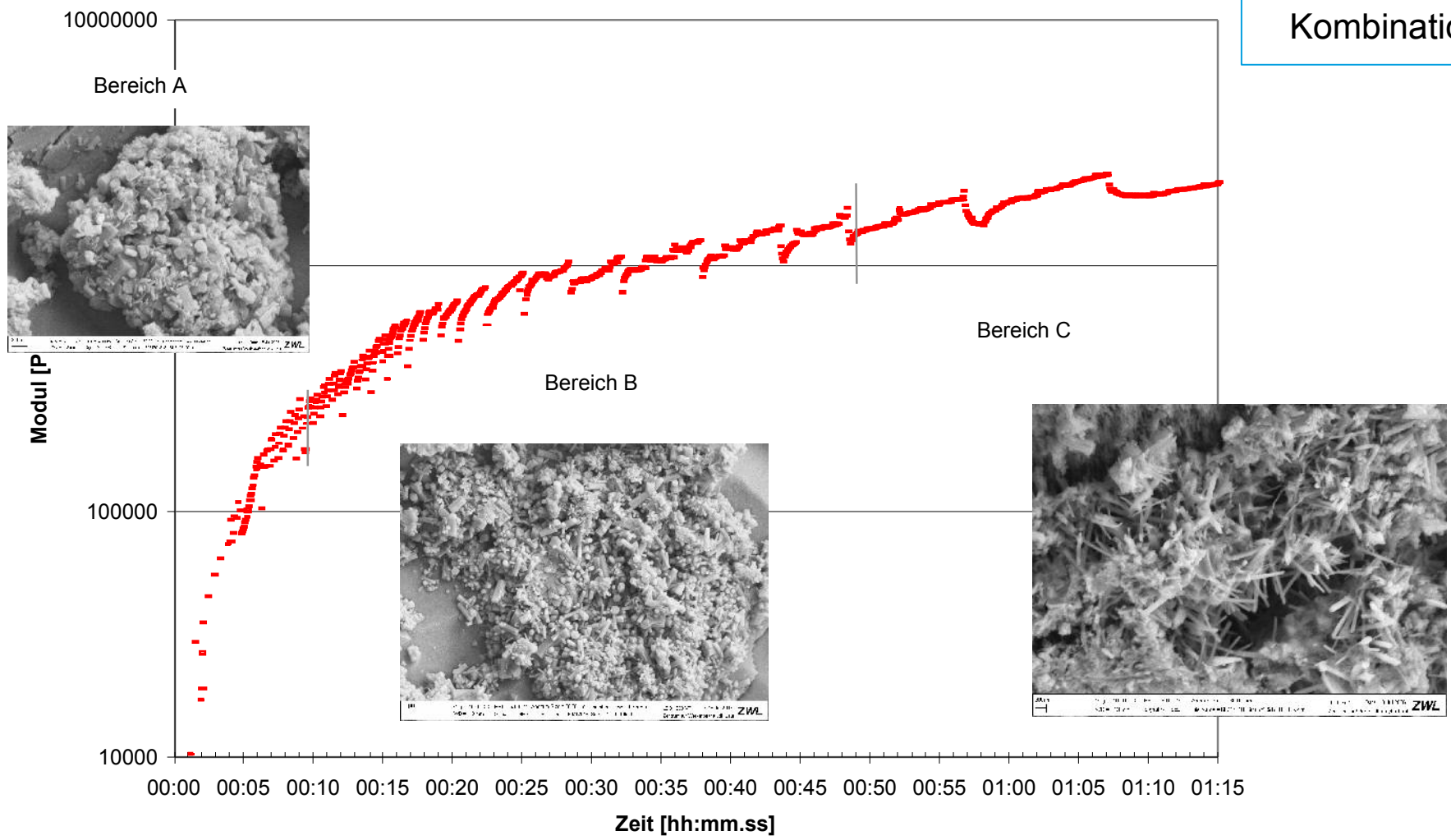
Cryo-REM Aufnahme des Zement-Beschleuniger-Systemes S/1% S I nach 3 Minuten;
kurzprismatische Ettringite

Kombination I

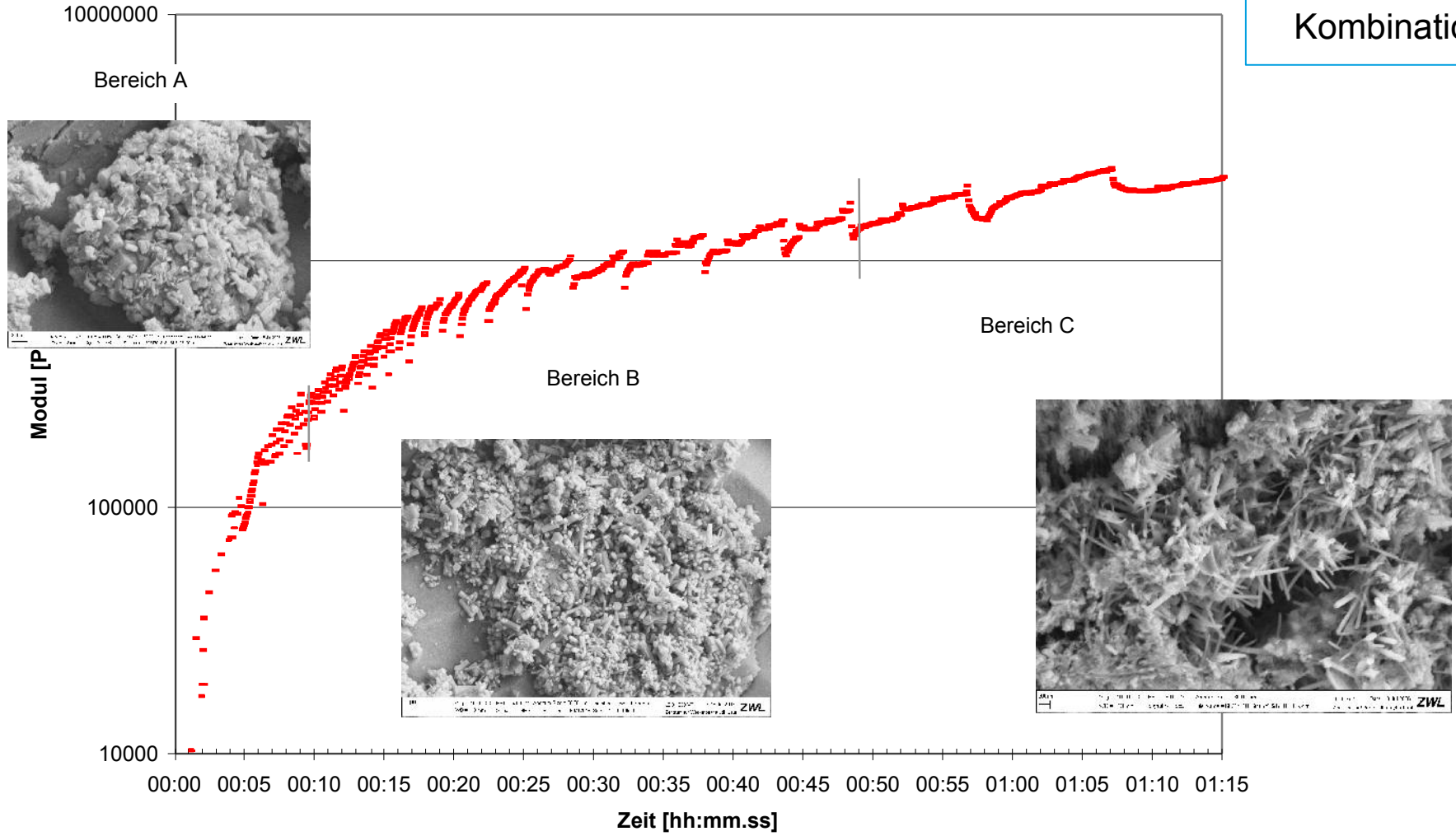


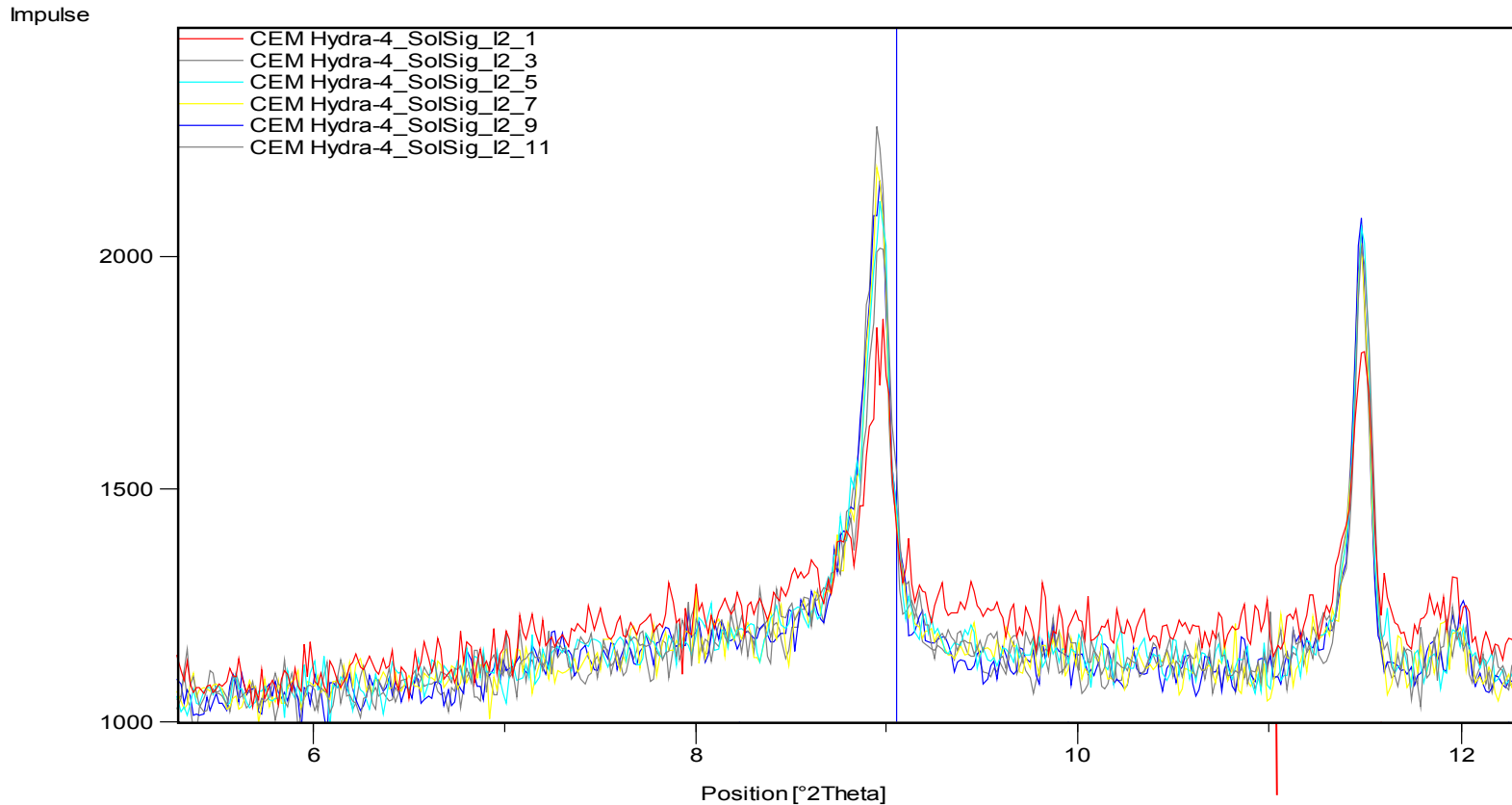
Solnhofen-Oszillations-Messung

Kombination II



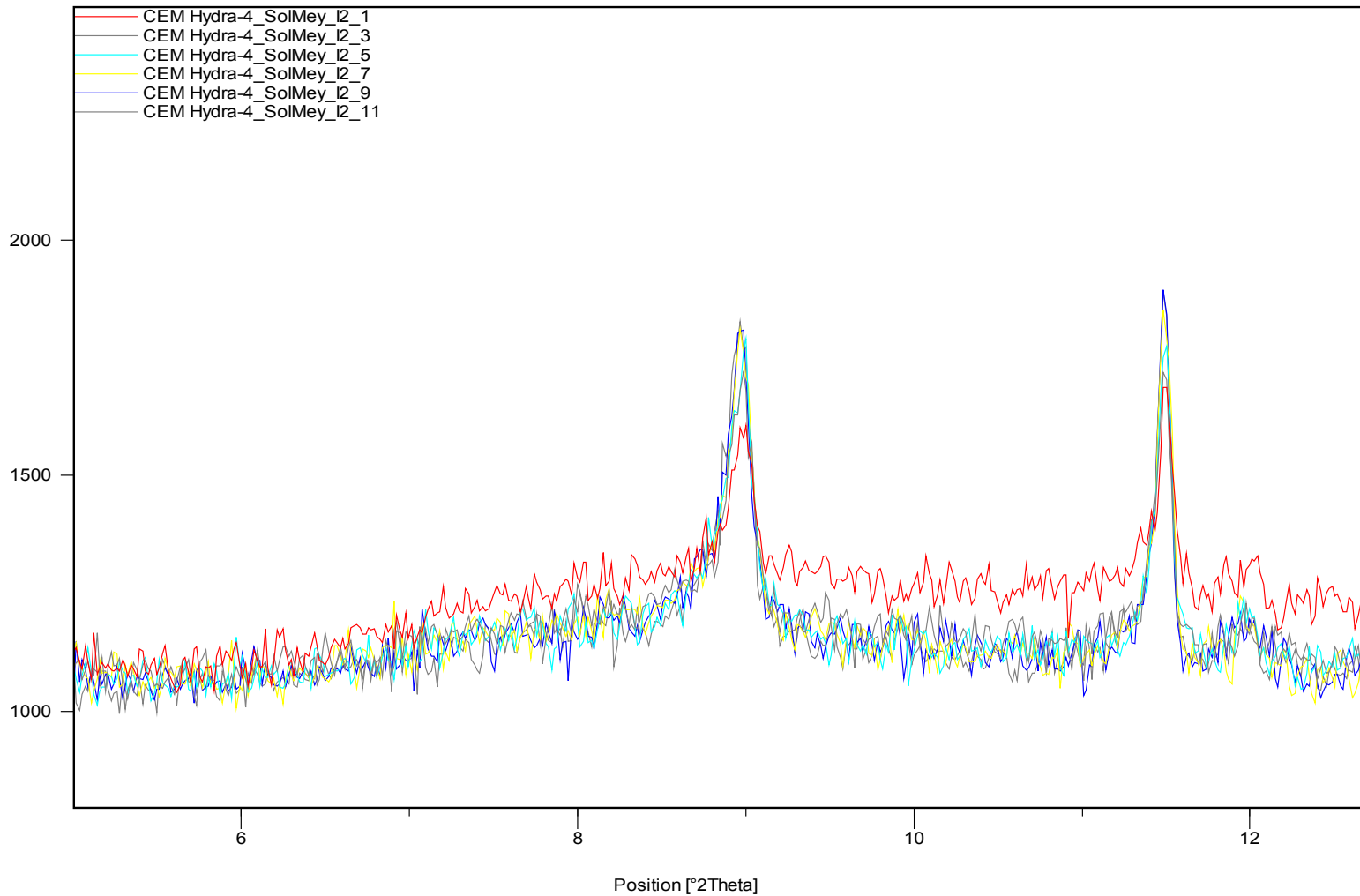
Kombination II





Auszug aus XRD-Auswertung kontinuierliche Röntgenbeugung, Zement-Beschleuniger-System So/Sig nach 5, 15, 25, 35, 45 und 55 Minuten, Ettringit- (blaue Linie) und Gips-Peak (rote Linie)

Impulse



Auszug aus XRD-Auswertung kontinuierliche Röntgenbeugung, Zement-Beschleuniger-System So/Me nach 5, 15, 25, 35, 45 und 55 Minuten, Ettringit- (blaue Linie) und Gips-Peak (rote Linie)

Zusammenfassung

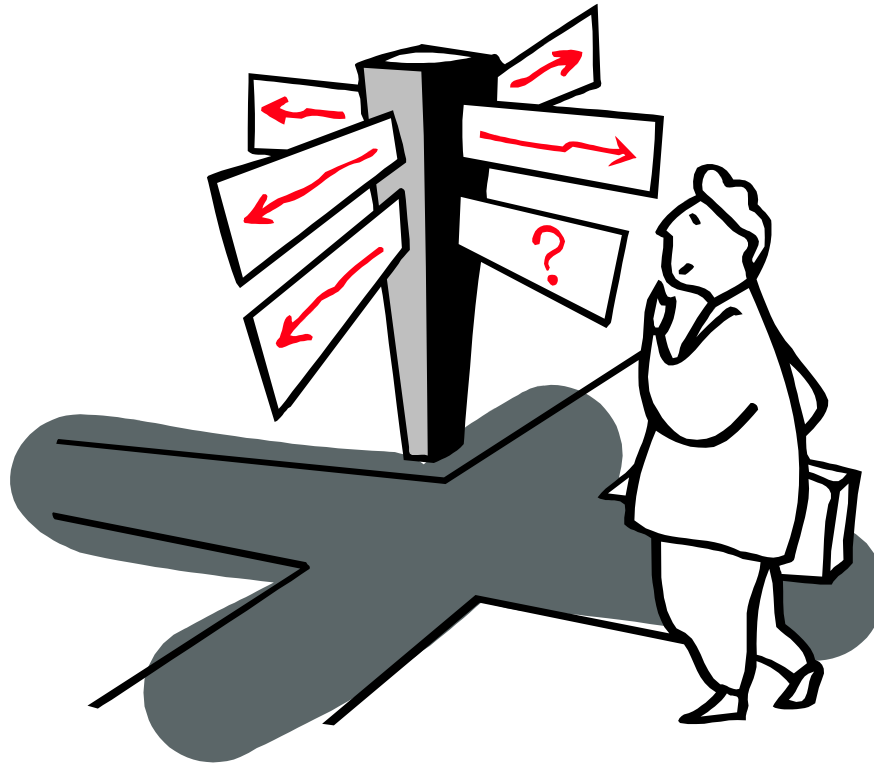
Rheologie : fehlende Trennschärfe

Messregime / Probenvorbereitung problematisch

REM : Bilder lassen Rückschlüsse zu auf die Art bzw.
Wirkungsweise der Beschleuniger zu.

Sie zeigen aber keinen Bezug zur Beschleunigermenge

Quo Vadis



Es sind somit noch weitere Aktivitäten zur Entwicklung eines Schnellprüfverfahrens oder Prüfprogrammes für Alkalifrei Beschleuniger notwendig !!!!!

**Herzlichen
Dank
für
Ihre
Aufmerksamkeit**