Ćwiczenie B:

Metody oceny mikrostruktury betonu, zapraw i zaczynów cementowych z uwzględnieniem porowatości

Cel ćwiczenia:

Celem ćwiczenia jest nabycie umiejętności jakościowej i ilościowej oceny mikrostruktury klinkieru portlandzkiego (będącego półproduktem w procesie wytwarzania cementu), a następnie mikrostruktury stwardniałych zaczynów, zapraw i betonu z wykorzystaniem metod mikroskopowych (mikroskopia optyczna i elektronowa mikroskopia skaningowa). Kolejnym krokiem jest przeprowadzenie analizy porowatości otwartej mikrostruktury stwardniałych zaczynów cementowych z wykorzystaniem metody porozymetrii rtęciowej wraz z interpretacją uzyskanych wyników.

Program ćwiczenia:

1. Omówienie charakterystyki mikroskopowej faz występujących w klinkierze portlandzkim.
2. Omówienie mikrostruktury hydratyzującego zaczynu z cementu portlandzkiego oraz zaczynu z udziałem dodatków mineralnych.
3. Przeprowadzenie jakościowej i ilościowej analizy mikrostruktury klinkieru portlandzkiego z wykorzystaniem metody mikroskopii optycznej i elektronowej mikroskopii skaningowej.
4. Przeprowadzenie analizy porowatości zaczynów i zapraw cementowych wraz z upływem czasu hydratacji wraz z interpretacją wyników.
5. Analiza wpływu porowatości mikrostruktury stwardniałego zaczynu cementowego na wytrzymałość i trwałość zaprawy i betonu w środowisku korozyjnym.

Wymagane podstawy teoretyczne:

Technologia produkcji klinkieru portlandzkiego. Skład chemiczny i fazowy klinkieru portlandzkiego. Budowa i zasada działania mikroskopu optycznego i skaningowego. Metody przygotowania preparatów do badań mikroskopowych. Charakterystyka faz mineralnych klinkieru i produktów hydratacji cementu w obrazie mikroskopowym. Podstawy stereologii i analizy obrazu próbki w mikroskopie optycznym. Podstawy elektronowej mikroskopii skaningowej (SEM) wraz z jakościową i ilościową analizą składu pierwiastkowego (EDS) –z ang. Scanning electron microscopy (SEM) with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS). Wpływ porowatości mikrostruktury stwardniałego zaczynu cementowego na wytrzymałość i trwałość zaprawy i betonu w środowisku korozyjnym.

Warunki zaliczenia zajęć:

Warunkiem zaliczenia jest pozytywna ocena z kolokwium odbywającego się na początku zajęć (forma pisemna lub ustna) oraz wykonanie ćwiczenia i poprawne opracowanie sprawozdania wraz z interpretacją wyników.

Uwaga!!!

- po zakończeniu zajęć, osoby biorące udział w ćwiczeniach mają obowiązek posprzątania laboratorium oraz oddania sprzętu niezbędnego do wykonania ćwiczenia
- na zajęciach laboratoryjnych obowiązuje odzież ochronna (fartuch)
- podczas przebywania w laboratorium obowiązuje Regulamin Pracowni i Regulamin BHP (wywieszone do wglądu przy wejściu do pracowni)

Literatura:

1. W. Kurdowski, *Chemia cementu i betonu*, Wydawnictwo Polski Cement, Kraków 2010, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2010.
2. A. Bobrowski, M. Gawlicki, A. Łagosz, W. Nocuń-Wczelik (red. W. Nocuń-Wczelik), *Cement. Metody badań. Wybrane kierunki stosowania*, Wydawnictwa AGH, Kraków. 2015.
   - *Rozdz. 1. M. Gawlicki – Obliczenia składu fazowego i modułów klinkieru portlandzkiego oraz namiaru surowcowego (podrozdział 1.1. Obliczanie skłądu fazowego klinkieru portlandzkiego na podstawie analizy chemicznej)*
   - *Rozdz. 2. M. Gawlicki – Analiza skłądu fazowego spoiw minerlanych i produktóq hydratacji (podrozdziały: 2.1. Mikroskopia optyczna).*
   - *Rozdz. 8. W. Nocuń-Wczelik – Nowoczesne metody mikroskopowe i mikroanalityczne w badaniach mikrostruktury cementu, zaczynów cementowych i kompozytów betonowych*
3. M. Gawlicki, W. Pichór, E. Brylska, W. Brylicki, A. Łagosz, W. Nocuń-Wczelik, M. Petri, Z. Pytel, W. Roszczynialski, J. Stolecki, G. Malata, M. Reben, (red. J. Małolepszy). *Podstawy Technologii materiałów budowlanych i metody badań,* Wydawnictwa AGH. Kraków 2013.
   - *Rozdz. 1.3. Cementy powszechnego użytku.*
   - *Rozdz.10. M. Gawlicki – Oznaczanie składu fazowego (podrozdziały: 10.1. Mikroskopia optyczna.*
4. Czasopisma: *Materiały Budowlane, Cement Wapno Beton* i in.

Wyniki analizy porowatości mikrostruktury stwardniałych zaczynów cementowych po danym czasie hydratacji

Metodą powszechnie stosowaną do określenia porowatości materiałów jest porozymetria rtęciowa. Rtęć jako ciecz niezwilżalna nie wnika samoistnie w pory badanego materiału, dlatego jej intruzja w pory próbki wymaga zastosowania odpowiedniego ciśnienia. Wraz ze wzrostem wartości zadawanego ciśnienia rtęć penetruje coraz mniejsze pory. Zależność tę odzwierciedla równanie Washburn'a, które umożliwia wyliczenie średnicy krytycznej kapilary, w jaką może wnikać rtęć pod określonym ciśnieniem wtłaczania:

$$\Delta \mathbf{p} = \frac{2\gamma\cos\theta}{\mathbf{r}}$$

gdzie:
r – promień porów,
γ – napięcie powierzchniowe rtęci,
θ – graniczny kąt zwilżania,
Δp – różnica ciśnienia rtęci i ciśnienia gazu w porach ($p_1 - p_0$).

Podczas wnikania rtęci w przestrzeń porową materiału rejestrowana jest, w postaci tzw. krzywej intruzji, objętość rtęci, jaka została wtłoczona do próbki dla danego ciśnienia. **Na podstawie zmierzonych wartości ciśnienia i intruzji rtęci, aparat pomiarowy wyznacza objętość porów oraz ich dystrybucję, przy założeniu cylindrycznego kształtu porów w badanym materiale.**

Porozymetria rtęciowa nie uwzględnia porowatości zamkniętej materiału, ponieważ jest ona niedostępna dla wtłaczanej rtęci.

Badania porowatości mikrostruktury prowadzono na próbkach zaczynów cementowych z/bez dodatku popiołów lotnych krzemionkowych

Porowatość mikrostruktury zaczynów cementowych określono za pomocą porozymetru rtęciowego Pore Master 60 firmy Quantachrome Corporation. Badania wykonano w zakresie ciśnień od 0,5 do 60 000 psi (od 0,003 do 413 MPa), co dało możliwość pomiaru średnicy porów w zakresie od 0,003 do 500 μm.

Badania przeprowadzono na próbkach zaczynów cementowych po 2, 28 i 90 dniach hydratacji. Zaczyny pokruszono, a następnie zmielono w celu uzyskania miałkiego proszku. Dla każdego z zaczynów pobrano próbkę reprezentatywną w ilości 1 g, którą wysuszono do stałej masy w celu zatrzymania procesu hydratacji (czyli usunięcia wody związanej fizycznie).

Oznaczenia próbek zaczynów cementowych:

Próbka nr 1 – cement portlandzki CEM I 42,5R
Próbka nr 2 – cement portlandzki popiołowy CEM II/A-V 42,5R
Próbka nr 3 – cement portlandzki popiołowy CEM II/B-V 32,5R

Wyniki oznaczeń porowatości mikrostruktury zaczynów cementowych po 28 dniach hydratacji

Próbka cementu	Całkowita objętość por [mm^3/g]	Średnia wielkość por [nm]	Udział por o danej średnicy [%]			
			< 10 nm	10-100 nm	100-1000 nm	> 1000 nm
Nr 1						
Nr 2						
Nr 3						

Wyniki oznaczeń porowatości mikrostruktury zaczynów cementowych po 180 dniach hydratacji

Rodzaj cementu	Całkowita objętość por [mm^3/g]	Średnia wielkość por [nm]	Udział por o danej średnicy [%]			
			< 10 nm	10-100 nm	100-1000 nm	> 1000 nm
Nr 1						
Nr 2						
Nr 3						

Wnioski: