

Badanie mikrostruktury betonów przy zastosowaniu metody indentacji wielokrotnej

Application of statistical indentation method to investigation of concrete microstructure

Streszczenie

W artykule skonfrontowano wyniki pomiarów parametrów mikrostruktury dwóch serii napowietrzonych mieszanek betonowych, takich jak: porowatość całkowita, współczynnik rozmieszczenia porów powietrznych, odporność na powierzchniowe łuszczenie z parametrami uzyskiwanymi w procedurze indentacji wielokrotnej. Indentacja wielokrotna umożliwia określenie mikrotwardości w obszarze matrycy i obszarze kruszywa, a także wyznaczenie powierzchniowego udziału obszarów o niskiej zwartości (LD), to jest obszarów o wysokiej porowatości. Te parametry uzyskiwane z badania metodą indentacji wielokrotnej można zastosować do oceny trwałości betonów badając np. próbki rdzeniowe, uzyskane z odwiertów. Pomiary metodą indentacji wielokrotnej można prowadzić w sposób zautomatyzowany. Przedstawione wyniki badań wskazują na obniżenie odporności na środowiskowe czynniki agresywne w kompozycjach o podwyższonym współczynniku LD.

Abstract

The paper presents the results of investigation of parameters of microstructure of two series of air pertrained concrete mixes. The following parameters were examined: volumetric porosity, air pores spacing coefficient, surface scaling endurance - confronted to those derived from the statistical indentation procedure. That procedure is intended to determine the microhardness of concrete matrix, aggregates area and of the percental content of a component called low density area (LD), characterising the high porosity clusters. The parameters obtained with application of statistical indentation method can be used to assess the endurance of concrete by testing of core samples drilled out of the massive constructions. There is a possibility to automate the described method. The presented test results suggest that the compositions that reveals the increased LD coefficient also tend to demonstrate the lower resistance to environmal aggression agents.

Wstęp

W artykule skonfrontowano wyniki pomiarów parametrów mikrostruktury dwóch serii napowietrzonych kompozycji betonowych, takich jak: porowatość całkowita, współczynnik rozmieszczenia porów powietrznych, odporność na powierzchniowe łuszczenie z parametrami uzyskiwanymi w procedurze indentacji wielokrotnej. Indentacja wielokrotna umożliwia określenie mikrotwardości w obszarze matrycy i obszarze kruszywa, a także wyznaczenie powierzchniowego udziału obszarów o niskiej zwartości (LD), to jest obszarów o wysokiej porowatości. Te parametry uzyskiwane

z badania metodą indentacji wielokrotnej można zastosować do oceny trwałości betonów badając np. próbki rdzeniowe, uzyskane z odwiertów. Przedstawione wyniki wskazują na obniżenie odporności na środowiskowe czynniki agresywne w kompozycjach o podwyższonym współczynniku LD.

Metodyka badań

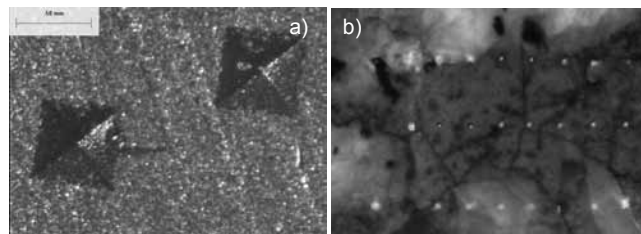
Pojęciem *mikrotwardość* określa się wielkość fizyczną wyrażoną w jednostkach naprężenia, cechującą dany materiał lub – w przypadku betonu – jego poszczególne składniki. Wielkość ta jest uzyskiwana przez obliczenie stosunku pomiędzy siłą z jaką zagłębia się wgłębnik pomiarowy do wymiaru powierzchni odcisku pozostawionego przez ten wgłębnik.

Zbigniew Ranachowski – Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

W 2002 r. w IPPT PAN rozpoczęto badania trwałości betonu kilkoma metodami zastosowanymi w pracy eksperymentalnej opisanej w niniejszym artykule. Szerze zastosowanie znajdują obecnie metody: wyznaczenia współczynnika rozmieszczenia porów powietrznych i masy złuszczonego materiału w badaniu *slab test*. Metody te – w tym badania mikrotwardości – opisano szerzej w monografii [1]. Trudności napotymane w trakcie pomiarów mikrotwardości wynikają między innymi z faktu, że odciski wykonywane w trakcie tej procedury mogą być usytuowane w zaczynie cementowym albo w kruszywie lub w obszarze mikrostruktur o wysokiej porowatości i przez to jednoznacznie nie przyporządkowanym do żadnego z wymienionych dwóch wyżej obszarów.

Rozwiązanie tego problemu polega na zastosowaniu procedury indentacji wielokrotnej, przedstawionej w pracy [2]. W ramach tej procedury uzyskuje się zbiór wyników pomiarów mikrotwardości, który zawiera podzbiory wyników uzyskanych z indentacji obszarów materiału z założenia istotnie różniących się mikrotwardością. Uporządkowanie wyników mikrotwardości w arbitralnie przyjętych wąskich przedziałach wartości tego parametru umożliwia separację wyników pomiarów pochodzących z obszarów różniących się zasadniczo właściwościami mechanicznymi i mających odmienną strukturę.

Badania przeprowadzone były w sposób następujący: odciski w próbkach wykonano za pomocą standardowego wgłębnika Vickersa, w formie piramidki o kącie rozwarcia między przeciwległymi ściankami 136° . Zastosowano przy tym technikę DSI (Depth Sensing Indentation), polegającą na ciągłym pomiarze siły nacisku i przemieszczania wgłębnika w trakcie procesu wciskania go w materiał. Siłę nacisku mierzono za pomocą maszyny wytrzymałościowej Lloyd EZ 50, wyposażonej w głowicę o nośności do 50 N. Układ pomiarowy umożliwiał pomiar siły z dokładnością 0,5% wartości przykładanego obciążenia. Dzięki zewnętrznemu, dodatkowemu przetwornikowi LVDT możliwy jest pomiar przemieszczenia wgłębnika w badanym materiale, z dokładnością do 1 μm . Próbkki stosowane do badań metodą indentacji wielokrotnej miały postać prostopadłościanów o wymiarach ścianki poddanej badaniom 30 x 100 i grubości 24 mm. Odpowiednio wycięte i wygładzone próbki mocowano na stoliku z możliwością precyzyjnego przesuwu w kierunkach poziomych. W każdej próbce wykonuje się 78 odcisków wgłębnika oddalonych od siebie o 1 mm, w trzech rzędach po 26 odcisków, według jednoznacznie zdefiniowanego schematu położenia tych odcisków względem krawędzi próbki. W związku z tym, obszar próbki poddany procedurze indentacji ma przybliżone wymiary 30 x 24 mm. Na rysunku 1 pokazano wzorcowy ślad odcisku wykonany w żywicy epoksydowej o wymiarach 50 x 50 μm mikrometrów oraz ślad stosowanego zestawu odcisków wykonany w betonie zabarwionym niebieskim tuszem dla uzyskania podwyższonego kontrastu granic obszarów: matryca – kruszywo.



Rys. 1. a) Ślad odcisku wgłębnika o wymiarach 50 x 50 mm w materiale modelowym (żywica epoksydowa); b) ścieżka odcisków na powierzchni badanej próbki wykonanych co 1 mm na próbce z betonu. Matryca cementowa ciemniejszy kolor, a kruszywo granitowe kolor jaśniejszy.

Fig. 1. a) The shape of microindenter indentation with dimension of 50x50 mm in the model material (epoxide resin), b) the path of indentations in the sample surface made with the 1 mm step on the concrete. Concrete matrix dark and granite aggregate bright

Układ obciążający był sterowany przy użyciu oprogramowania Ondio NEXYGEN (Lloyd Instruments), które umożliwia rejestrację wyników i wyznaczenie mikrotwardości zgodnie ze wzorem:

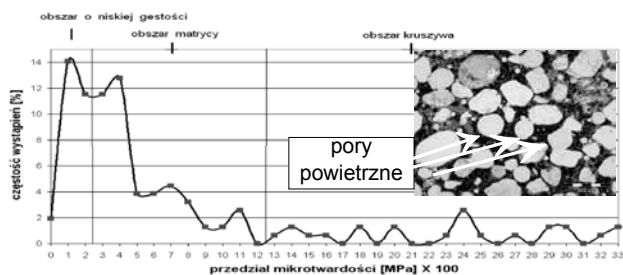
$$HV = \frac{2 P \sin(\varphi)}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}, \quad d \cong 7,0006 \cdot \delta$$

gdzie: P – przyłożone obciążenie, N; φ – 68° , d – średnia długość przekątnej odcisku, m; δ – wielkość zagłębienia, m.

Wyniki badań mikrotwardości uzyskane z badania próbek kilku specjalnie przygotowanych kompozycji zostały skonfrontowane z rezultatami obserwacji mikroskopowych wykonanych w celu określenia rodzaju materiału, w którym znajdował się konkretny odcisk. Analiza tych wyników [3, 4] wykazała, że ok. 40 % zidentyfikowanych odcisków przypada na matrycę cementową, której mikrotwardość zawiera się w przedziale 250÷1250 MPa. Jako odciski w kruszywie identyfikowano ok. 55% śladów o mikrotwardości 1000÷5400 MPa. Do pięciu procent odcisków w obszarach niezdefiniowanych charakteryzowało się mikrotwardością z przedziału 100÷1100 MPa. Na tej podstawie opracowano procedurę obróbki wyników badań indentacji wielokrotnej. Analizie podlega zbiór 150 wyników badań. Wyniki porządkuje się w układzie histogramu, na którym na osi poziomej zaznacza się 33 przedziały mikrotwardości o szerokości 100 MPa, w układzie rosnącym. Na osi pionowej podaje się procentowy odsetek wyników badań przyporządkowany do poszczególnych klas. Przykłady histogramów mikrotwardości pokazano na rysunkach 2 i 3.

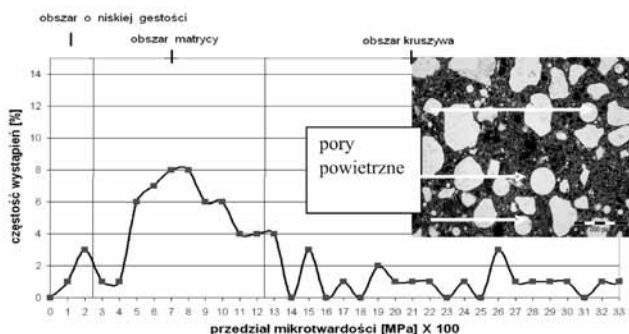
Metodą indentacji wielokrotnej można wyznaczyć trzy wymienione niżej parametry badanych struktur:

- Średnia wartość mikrotwardości matrycy HV_m estymowana na podstawie założenia, że uśrednieniu podlegają wyniki pomiarów z przedziału $250 > HV \geq 1250$;



Rys. 2. Histogram mikrotwardości i fotografia przykładowej kompozycji betonowej o współczynniku wodnościwowym = 0,45, porowatości całkowitej 7,36% i współczynniku rozmieszczenia porów powietrznych 0,16 mm. Pory powietrzne zostały zabarwione żywicą epoksydową

Fig. 2. Microhardness histogram and photograph of the sample composition of concrete with a water-welding factor = 0,45, 7,36% of the total porosity and pore distribution factor of 0,16 mm. The pores were stained with an epoxy resin



Rys. 3. Histogram mikrotwardości i mikrofotografia kompozycji betonowej o wodności jak na rysunku 2, lecz o dwukrotnie niższym współczynniku porowatości całkowitej i dwukrotnie wyższym współczynniku rozmieszczenia porów powietrznych

Fig. 3. Microhardness histogram and photograph of the sample composition of concrete with a water-welding factor the same as in the fig. 2, but the lower porosity factor by the twice and twice as high surface pore distribution

- Udział obszarów o niskiej zwartości LD wyznaczony jako iloraz sumy odcisków o mikrotwardości z przedziału $0 > HV \geq 250$ i sumy odcisków z przedziału $0 > HV \geq 1250$;
- Średnia wartość mikrotwardości kruszywa HV_{agg} estymowana na podstawie założenia, że uśrednieniu podlegają wyniki pomiarów z przedziału $1250 > HV \geq 3000$;

Wyniki uzyskane w badaniach dwóch mieszanek z dodatkiem dwóch różnych rodzajów cementu

Analizę parametrów charakteryzujących rozkład mikrotwardości przeprowadzono porównując dane uzyskane z badań 10 mieszanek betonów napowietrzonych wykonanych w dwóch seriach. Składy tych oraz parametry charakteryzujące strukturę tych mieszanek podano w tablicach I-IV. W skład mieszanek, oprócz tych, które oznaczono jako H0 i N0 wchodził popiół pozyskany z elektrofiltrów elektrowni Bełchatów. Popiół ten zawiera ok. 25% CaO, co jest wartością przewyższającą poziom dopuszczalny obecnie przez Polskie Normy dla składników betonu konstrukcyjnego. Technologia pozyskania tego surowca do zastosowań inżynierskich jest przedmiotem badań. Symbol rodzaju popiołu zawiera numer dostawy (pierwsza cyfra) oraz czas mielenia (cyfra po literze P). Skład chemiczny popiołu z kolejnych dostaw, użyty w badanych mieszankach różnił się nieznacznie. Na rysunkach 4 i 5. przedstawiono histogramy mikrotwardości wymienionych wyżej dwóch serii mieszanek.

Tablica I. Skład I serii mieszanek betonowych o współczynniku w/s = 0,5

Table I. Composition of I-series of concrete mixes with w/s = 0.5 factor

			H0	H15M	H15S	H30M	H30S	
Cement Góraźdże	CEM I 42,5R	kg	-	-	-	-	-	
Cement Chelm	CEM I 42,5N HSR/NA	kg	350	298	298	245	245	
Piasek	0-2	kg	620	609	609	598	598	
Grys a mfiob-litowy	2-8	kg	635	624	624	612	612	
	8-16	kg	625	614	614	603	603	
Woda	wodociągowa	l	175	175	175	175	175	
Popiół lotny wapienny	Bełchatów	kg	0	75	75	150	150	
Rodzaj popiołu			-	3P ₂₀	3P ₀	3P ₂₀	3P ₀	
Superplastyfikator	l/m³		0,0	0,0	0,0	0,7	0,6	
	% masy cementu		0,0	0,0	0,0	0,2	0,2	
	nazwa firmowa	Glenium Sky 591						
	baza domieszki	Etery polikarboksylenowe						
Domieszka napowietrzająca	l/m³		0,8	5,0	1,6	6,0	1,8	
	% masy cementu		0,2	1,4	0,5	1,7	0,5	
	nazwa firmowa	Micro Air Air 301-2						
	baza domieszki	Glikol Polietylenowy						

Tablica II. Skład II serii mieszanek betonowych o współczynniku w/s = 0,5

Table I. Composition of II-series of concrete mixes with w/s = 0,5 factor

			H0	H15M	H15S	H30M	H30S
Cement Górażdże	CEM I 42,5R	kg	-	-	-	-	-
Cement Chełm	CEM I 42,5N HSR/NA	kg	350	298	298	245	245
Piasek	0-2	kg	620	609	609	598	598
Grys a mfiibo- litowy	2-8	kg	635	624	624	612	612
	8-16	kg	625	614	614	603	603
Woda	wodociągowa	l	175	175	175	175	175
Popiół lotny wapienny	Bełchatów	kg	0	75	75	150	150
Rodzaj popiołu			-	3P ₂₀	3P ₀	3P ₂₀	3P ₀
Superplastyfikator	l/m ³		0,0	0,0	0,0	0,7	0,6
	% masy cementu		0,0	0,0	0,0	0,2	0,2
	nazwa firmowa	Glenium Sky 591					
	baza do mieszki	Etery polikarboksylenowe					
Domieszka napowietrzająca	l/m ³		0,8	5,0	1,6	6,0	1,8
	% masy cementu		0,2	1,4	0,5	1,7	0,5
	nazwa firmowa	Micro Air Air 301-2					
	baza do mieszki	Glikol Polietylenowy					

Tablica III. Wybrane parametry struktury oraz wyznaczone z histogramu dla I serii mieszanek

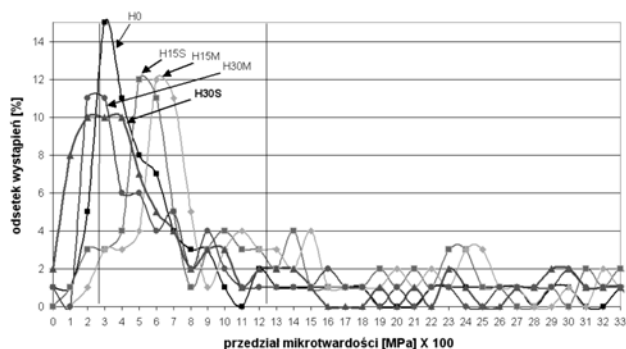
Table III. Selected structure parameters and determined based on histogram of I-series concrete mixes

Oznaczenie parametru		N0	N15M	N15S	N30M	N30S
Wytrzymałość na ściskanie R_{28}	MPa	68,0	67,5	67,4	67,2	67,5
Porowatość całkowita A	%	5,02	4,87	5,67	4,33	5,99
Współczynnik rozmieszczenia porów pow. L	mm	0,16	0,14	0,15	0,24	0,25
Masa złuszczonego materiału w badaniu $slab$ test m_{56}	kg/m ²	0,55	0,16	0,50	0,60	0,17
średnia mikrotwardość matrycy HV_m	MPa	701	763	818	591	652
Udział obszarów o niskiej zwartości LD	%	11,0	6,9	7,5	10,3	35,0

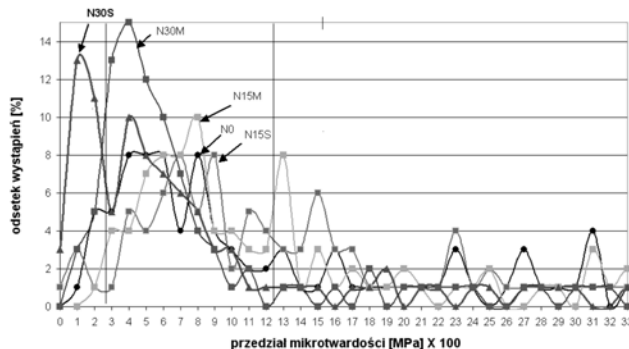
Tablica IV. Wybrane parametry struktury oraz wyznaczone z histogramu dla II serii mieszanek

Table IV. Selected structure parameters and determined based on histogram of II-series concrete mixes

Oznaczenie parametru		H0	H15M	H15S	H30M	H30S
Wytrzymałość na ściskanie R_{28}	MPa	50,6	50,1	55,9	47,2	42,8
Porowatość całkowita A	%	3,57	5,30	4,53	4,81	7,05
Współczynnik rozmieszczenia porów pow. L	mm	0,31	0,18	0,16	0,18	0,19
Masa złuszczonego materiału w badaniu $slab$ test m_{56}	kg/m ²	0,45	0,25	2,6	2,5	3,2
średnia mikrotwardość matrycy HV_m	MPa	574	624	721	609	611
Udział obszarów o niskiej zwartości LD	%	12,5	19,0	6,1	21,0	30,4



Rys. 4. Histogramy mikrotwardości I serii mieszanek
Fig. 4. Histogram of microhardness for histogram for I-series concrete mixes



Rys. 5. Histogramy mikrotwardości II serii mieszanek
Fig. 5. Histogram of microhardness for histogram for II-series concrete mixes

Wyniki zamieszczone w tablicach III i IV. oraz przebieg histogramów mikrotwardości ilustrują znaczące różnice w wartościach parametrów charakteryzujących trwałość badanych kompozycji betonowych. Mieszanki oraz parametry których wartość istotnie przekracza poziomy dopuszczalne został wyłuszczone.

Z danych prezentowanych w tablicach III i IV wynika że brak jest wyraźnej korelacji pomiędzy średnią mikrotwardością matrycy cementowej a parametrami charakteryzującymi trwałość kompozycji. Istotne różnice pomiędzy wynikami zmierzonymi w I i II serii biorą się głównie z różnych właściwości zastosowanych cementów (klasyczny portlandzki/niskoglinowy).

Przedstawiona na rysunku 4 mieszanka H0 nie zawiera popiołu wysokowapiennego. Charakteryzuje się ona względnie niską wartością porowatości całkowitej i w związku z tym jej krzywej mikrotwardości oznaczona kwadratami nie jest przesunięta w lewo w porównaniu z krzywymi mieszanek H30M i H30S które charakteryzują się wyższą porowatością całkowitą. Z kompozycji zawierających popiół wysokowapienny kompozycja H30S, oznaczona trójkątami charakteryzuje się maksymalnym współczynnikiem m_{28} równym 3,2. Mieszanka ta nie charakteryzuje się nieco wyższym od reszty współczynnikiem rozmieszczenia porów

(wynosi on 0,19). Uwagę zwraca wysoka wartość udziału obszarów o niskiej zwartości LD – 30,4%. Parametr ten może zatem służyć do identyfikacji mieszanki o niskiej odporności na agresywne czynniki środowiskowe. Mieszanki przedstawione na rysunku 5. charakteryzują się dość wysoką wartością porowatości całkowitej (ok. 5%). Wśród nich najwyższą wartość tego parametru (5,99%) oraz najwyższą wartość L-(0,25) charakteryzuje mieszankę N30S. Dla tej mieszanki masa złuszczonego materiału w metodzie slab test została oznaczona jako 0,17 kG/m². Udział obszarów o niskiej zwartości LD dla tej mieszanki przyjmuje wartość znacząco wyższą niż dla pozostałych kompozycji.

Zaprezentowane wyniki badań pozwalają na postawienie następujących konkluzji. Biorąc pod uwagę, że wykonywane dotychczas badania odporności betonów na czynniki agresywne przy zastosowaniu pomiarów współczynnika rozmieszczenia porów powietrznych i masy złuszczonego materiału charakteryzują się znaczącymi rozrzutami – wskazane jest dodatkowo wykonywanie badania metodą indentacji wielokrotnej. Zwiększenie udziału obszarów niskiej zwartości LD w badanej kompozycji o 100% w porównaniu do wyników otrzymanych dla kompozycji referencyjnych może świadczyć o obniżonej trwałości badanego materiału.

Literatura

- [1] Glinicki M.A.: Trwałość betonu w nawierzchniach drogowych, Instytut Badawczy Dróg i Mostów, zeszyt 66, Warszawa 2011.
- [2] Sorelli L., Constantinides G., Ulm F.-J., Toutlemonde F.: The nano-mechanical signature of Ultra High Performance Concrete by statistical nanoindentation techniques, Cement and Concrete Research, 38/2008, s. 1447-1456.
- [3] Igarashi S., Bentur A., Mindess S., Microhardness testing of cementitious materials, Advanced Cement Based Materials, 4/1996, s. 48-57.
- [4] Kasperkiewicz, J., Sobczak M.: O możliwościach oceny wytrzymałości betonu na podstawie badania mikrotwardości, Cement-Wapno-Beton, 3/2004, s. 138-142.

Badania zaprezentowane w niniejszym artykule były finansowane w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka, nr projektu: POIG.01.01.02-24-005/09 o nazwie „Innowacyjne spoiwa cementowe i betony z wykorzystaniem popiołu lotnego wapiennego”.- Projekt współfinansowany jest ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego.