2013•2014 master in de industriële wetenschappen: bouwkunde

Masterproef

De relatie tussen de fijnheid van cement en de druk-/buigtreksterkte van mortelbalkjes

Promotor : ir. Jan GOFFA

Promotor : prof. ing. STEF MAAS

Peter Lenders Proefschrift ingediend tot het behalen van de graad van master in de industriële wetenschappen: bouwkunde

Gezamenlijke opleiding Universiteit Hasselt en KU Leuven



FACULTEIT INDUSTRIËLE INGENIEURSWETENSCHAPPEN

Copromotor : dr. ing. Bram VANDOREN



2013•2014 Faculteit Industriële ingenieurswetenschappen master in de industriële wetenschappen: bouwkunde

Masterproef

De relatie tussen de fijnheid van cement en de druk-/buigtreksterkte van mortelbalkjes

Promotor : ir. Jan GOFFA Copromotor : dr. ing. Bram VANDOREN

Promotor : prof. ing. STEF MAAS

Peter Lenders Proefschrift ingediend tot het behalen van de graad van master in de industriële wetenschappen: bouwkunde





Dankwoord

Deze scriptie vormt het sluitstuk van mijn opleiding tot Master in de industriële wetenschappen: Bouwkunde, aan de Universiteit Hasselt. Gezien het schrijven van een eindwerk geen eenvoudige opgave is en een goede begeleiding essentieel is om tot een mooi resultaat te komen, maak ik van de gelegenheid gebruik om iedereen die rechtstreeks of onrechtstreeks betrokken was bij het tot stand komen van deze thesis, te bedanken.

In de eerste plaats wil ik mijn externe promotor ing. Stef Maas bedanken voor zijn intensieve opvolging en vele inspanningen met betrekking tot deze masterproef, waaronder het in contact brengen met Belgische prefabrikanten en het extern onafhankelijk laboratorium, de aankoop van het normenzand, zijn raad en bijstand, het steeds ter beschikking staan voor mijn vragen ... en veel meer. Ook is een welgemeende dank aan mijn interne co-promotor dr. ing. Bram Vandoren op zijn plaats, voor zijn flexibele houding en het meermaals vrijmaken zijn tijd, het snel beantwoorden van mijn vragen, alsook zijn goede begeleiding met betrekking tot het op tijd kunnen voltooien van de proeven in het labo Bouwkunde van de Universiteit Hasselt. Tot slot wil ik mijn interne promotor ir. Jan Goffa bedanken voor de raad en bijstand die ik van hem kreeg, alsook voor het vrijmaken van zijn tijd.

Mijn dank gaat ook uit naar Ebema N.V., met in het bijzonder dhr. Peter Broux (Hoofd Kwaliteit, Veiligheid en Milieu) en dhr. Yves Geens (verantwoordelijk labo), voor hun warme ontvangst en goede begeleiding tijdens deze masterproef, het verzamelen van de cementstalen, het uitlenen van materiaal voor het uitvoeren van de proeven, het ter beschikking stellen van het laserdiffractiemeettoestel, ... en veel meer. Ook wil ik Tubobel nv bedanken, met in het bijzonder ing. Brecht Beerten, dhr. Gert Geyskens en dhr. Kevin Van Grimbergen voor het organiseren van de staalnamen in het bedrijf.

Een welgemeende dank gaat ook uit naar GEOS, een laboratorium dat zich specialiseert in het testen van bouwmaterialen en grond. In de eerste plaats wil ik directeur Jan Soers bedanken voor de overname van de zakjes normenzand. Een bijzonder dank gaat uit naar dr. ir. Dietrich Vanlint voor het warme ontvangst, het meermaals vrijmaken van zijn tijd, zijn bijstand, het meegeven van een hoeveelheid referentie-materiaal (Blaine), het organiseren van demonstraties, ... en veel meer. Ook wil ik mevr. Maggie Missotten bedanken voor het verzorgen van de demonstraties te GEOS.

Tenslotte wil ik iedereen in mijn naaste omgeving bedanken voor hun steun en aanmoediging doorheen het academiejaar.

ii

Abstract

In dit eindwerk wordt de invloed van de fijnheid van drie op de Belgische markt aanwezige cementen op hun 7- daagse buigtrek- en druksterkte onderzocht. Deze invloed wordt in eerste instantie bestudeerd aan de hand van de Blaine- waarde, die een maat is voor de fijnheid van cement. Vervolgens wordt de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte onderzocht door middel van de korrelgroottedistributies (PSD), bekomen door laserdiffractie, van de onderzochte cementen. Deze korrelgroottedistributies worden in een lineaire Rosin-Rammler-Sperling-Bennett- diagram gekarakteriseerd door de positieparameter PP en de uniformiteitsfactor n. Daarnaast wordt er voor gekozen om de korrelgroottedistributie bijkomend weer te geven aan de hand van onder meer de korrelgroottefracties < 3 μm, < 8 μm en 3-32 μm, de korreldiameter P80 met een doorval van materiaal gelijk aan 80 % en een beperkt aantal veel gebruikte waarden die de korrelgroottedistributie karakteriseren, waartoe de mediaan van de distributie X₅₀ behoort. Tenslotte wordt getracht om de 7daagse buigtrek- en druksterkte te benaderen door middel van meervoudige lineaire regressiemodellen. Deze zijn samengesteld uit een geselecteerd aantal fijnheids- en korrelgroottedistributieparameters, namelijk de Blaine- waarde, n, PP, P80 en de fractie < 3 μm. De drie hogervermelde methodes bevestigen, voor de huidige proefresultaten, de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte niet.

Trefwoorden: portlandcement, fijnheid, sterkte, Blaine, korrelgroottedistributie

Interne promotor: ir. Jan Goffa (UHasselt) Interne co-promotor: dr. ing. Bram Vandoren (UHasselt) Externe promotor: ing. Stef Maas (FEBE)

In this research, the influence of the fineness of cement on its 7 day strength (flexural tensile and compressive) is studied for three frequently used cements on the Belgian market. First, this influence is studied by the Blaine value, a frequently used parameter, which is a measure for the fineness of cement. Next, the influence of the fineness of cement on its strength is studied by the particle size distributions of the investigated cements, which are obtained by laser diffraction. Aside of the position parameter PP and the uniformity factor n, which characterise the particle size distribution in a linear Rosin-Rammler-Sperling-Bennett diagram, the particle size distribution is also studied by the particle size fractions < 3 μ m, < 8 μ m and 3-32 μ m, the 80% passing size P80 and a select number of frequently used parameters for the characterisation of the particle size distribution, which includes e.g. the median X₅₀. Finally, multiple regression analyses are carried out in an attempt to develop mathematical formulas, which consist of parameters describing the fineness and particle size distribution of cement, these are Blaine, n, PP, P80 and the size fraction < 3 μ m, for the prediction of the 7 day strength. The three methods above could not confirm the relationship between the fineness of cement and its strength, at least based on the current data set.

Keywords: Portland cement, fineness, strength, Blaine, particle size distribution

Inhoudsopgave

Dankwoordi
Abstractiii
Inhoudsopgavev
Lijst van afkortingen en symbolenvii
Lijst van figurenxi
Lijst van tabellenxiii
Hoofdstuk 1: Inleiding1
1.1 Probleemstelling
1.2 Doelstelling1
Hoofdstuk 2: Portlandcement
2.1 Historische achtergrond
2.2 Chemische en mineralogische samenstelling 4
2.3 Productieproces
Hoofdstuk 3: Korrelgroottedistributie (PSD) / Zeefanalyse9
Hoofdstuk 4: Voorgaand onderzoek11
4.1 Inleiding11
4.2 Voorgaand onderzoek11
4.2 Samenvatting
Hoofdstuk 5: Materialen en Methoden29
5.1 Materialen
5.1.1 Cement
5.2 Methoden
5.2.1 Luchtpermeabiliteitsmeter: methode van Blaine 29
5.2.2 Buigtrek- en druksterkte
5.2.4 Laserdiffractiemeettoestel
Hoofdstuk 6: Resultaten en discussie47
6.1 Volumemassa
6.2 Blaine
6.3 Buigtrek- en druksterkte
6.4 Laserdiffractie
6.5 Uitschieters
6.6 Normaalverdeling55
6.7 Relatie tussen Blaine en S _m (laserdiffractie)56

6.8 Relatie tussen fijnheid en sterkte	60
6.8.1 Blaine en S _m (laserdiffractie) – Sterkte	60
6.8.2 SSA en PSD – Sterkte	63
6.8.3 SSA en PSD – Sterkte (meervoudige lineaire regressie)	68
Hoofdstuk 7: Conclusie	73
7.1 Algemene besluiten	73
7.2 Discussie	73
7.3 Voorstellen voor verder onderzoek	75
Referenties	77
Bijlage A. Metingen, berekeningen, resultaten en afbeeldingen	79
Bijlage B. Sterktes (buigtrek en druk)	81
Bijlage C. Correlaties R ² (lineaire regressie)	83

Lijst van afkortingen en symbolen

Symbool	Betekenis	Eenheid
ρ	Volumemassa	g/cm³
η	Luchtviscositeit	Pa.s

Afkorting	Betekenis	Eenheid			
Al ₂ O ₃ (A)	Aluminiumoxide				
BET	Brunauer-Emmett-Teller				
C ₃ A	Tricalciumaluminaat (celiet)				
C ₄ AF	Tetracalciumaluminoferriet (ferriet)				
C ₂ S	Dicalciumsilicaat (beliet)				
C₃S	Tricalciumsilicaat (aliet)				
CaO (C)	Calciumoxide (ongebluste kalk)				
CaCO ₃	Calciumcarbonaat (kalk)				
CaSO ₄	Calciumsulfaat				
CaSO ₄ .2H ₂ O	Gips				
CEM A, CEM C en CEM D	Cement type A, C en D				
CEMI	Portlandcement				
CO ₂	Koolstofdioxide				
C _{opt}	Optische concentratie	%			
d of x	Korreldiameter (diameter)	μm			
d' of PP	Positieparameter	μm			
e	Porositeit	[-]			
FCH	-CH Beschrijver voor de chemische samenstelling van een reeks cementen				
Fe ₂ O ₃ (F)	Ijzeroxide				

IQR	Interquartile range (interkwartielafstand)	
К	Apparaatafhankelijke constante	[-]
LSF	Lime Saturation Factor (kalkverzadigingsfactor)	%
m	Massa	g
n	Uniformiteitsfactor	[-]
OPC	Ordinairy Portland Cement	
P80	Een maaswijdte met 80 % doorval van materiaal	μm
PC	Portland Cement	
РР	Positie Parameter	μm
PSD	Particle Size Distribution	
PZ	Portland Zement	
Q	Doorval van materiaal bij een zekere korreldiameter	%
Q ₃ (x)	Cumulatieve distributie	%
q ₃ (x)	Dichtheidsdistributie	%
R	Residu van materiaal bij een zekere korreldiameter	%
R(d)	Massapercentage van cementkorrels met een diameter groter dan d	%
RRSB	Rosin-Rammler-Sperling-Bennett	
S	Soortelijke oppervlakte	cm²/g
S _m	Soortelijke oppervlakte bepaald door laserdiffractie	cm²/g
Sv	Volume soortelijke oppervlakte	m²/cm³
S ₂	2- daagse druksterkte bepaald door het beproeven van proefstukken vervaardigd uit mortel	МРа
S ₃ '	3- daagse druksterkte bepaald door het beproeven van proefstukken vervaardigd uit mortel	kg/cm²
S ₇	7- daagse druksterkte bepaald door het beproeven van proefstukken vervaardigd uit mortel	MPa

S ₇ '	7- daagse druksterkte bepaald door het beproeven van proefstukken vervaardigd uit mortel	kg/cm ²
S8	Percentage doorval van materiaal bij een korreldiameter gelijk aan 8 μm	%
S ₂₈	28- daagse druksterkte bepaald door het beproeven van proefstukken vervaardigd uit mortel	MPa
S ₂₈ '	28- daagse druksterkte bepaald door het beproeven van proefstukken vervaardigd uit mortel	kg/cm²
SiO ₂ (S)	Siliciumoxide (kiezelzuur)	
SMD	Sauter Mean Diameter	μm
SSA	Specific Surface Area (soortelijke oppervlakte)	cm ² /g (Blaine) of m ² /g (BET)
STN _{mortar}	Genormeerde druksterkte bepaald door het beproeven van proefstukken vervaardigd uit mortel	МРа
t	Tijd	S
Т	Temperatuur	°C
VMD	Volume Mean Diameter	μm
x	Korreldiameter	μm
X ₁₀	De maaswijdte (korreldiameter) bij een doorval van materiaal van 10 %	μm
X ₅₀	De mediaan van de korrelgroottedistributie (PSD). Dit is de maaswijdte (korreldiameter) bij een doorval van materiaal van 50 %	μm
X ₉₀	De maaswijdte (korreldiameter) bij een doorval van materiaal van 90 %	μm
2-d	2- daagse	
3-d	3- daagse	
3D	3- daagse druksterkte, bekomen door het beproeven van betonnen cilinders	MPa
7-d	7- daagse	

7D	7- daagse druksterkte, bekomen door het beproeven van betonnen cilinders	МРа
28-d	28- daagse	
28D	28- daagse druksterkte, bekomen door het beproeven van betonnen cilinders	МРа
% (< i µm)	Korrelgroottefractie kleiner dan i µm	%
% (> i µm)	Korrelgroottefractie groter dan i μm	%
% (i-j μm)	Korrelgroottefractie tussen i en j μm	%

Lijst van figuren

Figuur 1: Korrelgroottedistributiecurve van een cement berekend door een CILAS
laserdiffractiemeettoestel. [6]9
Figuur 2: RRSB-diagram. De curve in dit diagram komt overeen met de distributie weergegeven in
Figuur 1. De uniformiteitsfactor n en de positieparameter d' zijn gelijk aan respectievelijk
1,0081 en 17,79. [6] 10
Figuur 3: Druksterktes (Rilem) in kg/cm ³ van portlandcementen als functie van de uniformiteitsfactor
n bij een gelijke SSA (Blaine). [13]12
Figuur 4: Relatie tussen positieparameter d' (verticale as) en uniformiteitsfactor n (horizontale as)
voor portlandcementen PZ35, PZ45 en PZ55 met SSA- waarden van respectievelijk 3040,
3920 en 5290 cm²/g. [10]13
Figuur 5: Druksterktes (na 2,7 en 28 dagen) (DIN 1164) en positieparameter d' als functie van de
uniformiteitsfactor n (horizontale as) bij een constante waarde voor SSA. Dit voor in een
laboratorium gemalen cementen. [10]14
Figuur 6: Druksterktes (na 2, 7 en 28 dagen) (DIN 1164) en SSA als functie van de positieparameter d'
(horizontale as) bij een constante waarde voor uniformiteitsfactor n. Dit voor in een
laboratorium gemalen cementen. [10]14
Figuur 7: Druksterkte (na 2, 7 en 28 dagen) (DIN 1164) en SSA als functie van de uniformiteitsfactor n
bij een constante positieparameter d' (horizontale as). Dit voor in een laboratorium
gemalen cementen. [10] 15
Figuur 8: PC 42,5 R: SSA (BET, m ² /g) als functie van de fracties < 10 μ m, < 20 μ m, < 30 μ m, < 45 μ m, 3-
32 μm en 5-20 μm. [18]
Figuur 9: De invloed op SSA (Blaine) door het toevoegen van verschillende hoeveelheden (%) van de
fracties 3-32 μm en 5-20 μm aan PC 42,5 R. [18]
Figuur 10: Druksterkte (MPa) als functie van PC 42,5 R en de groottefracties < 10 μ m, < 20 μ m, < 30
μm en < 45 μm. [18]23
Figuur 11: Druksterkte (2, 7 en 28 dagen) als functie van PC 42,5 R, de fractie 5-20 μm en PC 42,5 R
met toevoeging van 10, 20, 30 en 40 % van de fractie 5-20 μ m. [18]
Figuur 12: PSD van PC 42,5 R, de fractie 5-20 μ m en PC 42,5 R, waarbij 10, 20, 30 en 40 % van de
fractie 5-20 μm werd toegevoegd. [18]24
Figuur 13: De relatie tussen druksterkte (MPa) en uniformiteitsfactor n. [18] 25
Figuur 14: Vergelijking van de druksterkte van PC 42,5 R met de fracties 3-32 μ m, 5-20 μ m en < 30
μ m. Op de horizontale as het aantal dagen waarop op de sterktes werden bepaald, op de
verticale as de druksterkte (MPa). [18]26
Figuur 15: Links: Geperforeerde schijf (links), cel (midden) en plunjer (onder) van de
permeabiliteitsmeter (Blaine). Midden: De schouders van de plunjer rusten op de
bovenkant van de cel. Rechts: Verdicht cementbed met daarop een papieren filter en de
geperforeerde schijf. [Foto's van de auteur]
Figuur 16: Uittreksel uit de norm NBN EN 196-6. Links: dwarsdoorsnede van de cel van de
permeabiliteitsmeter (Blaine). Rechts: Vooraanzicht van de plunjer van de
permeabiliteitsmeter (Blaine). [19]
Figuur 17: Links: Pyknometer. Rechts: Exsiccator. [Foto's van de auteur]
Figuur 18: Homogeniseren van mengels. Links: TURBULA. Rechts: Rollenbank. [Foto's van de auteur]

Figuur 19: Links: Luchtpermeabiliteitsmeter (Blaine). Rechts: Weergave van de vier etsen op de glazen manometer van de permeabiliteitsmeter (Blaine). [Foto's van de auteur]	34
Figuur 20: Links: Normenzand. Rechts: Geautomatiseerde menger. [Foto's van de auteur]	35
Figuur 21: Links: Mal (met hopper) bevestigd op het schokapparaat. Rechts: Schokapparaat. [Foto's	5
van de auteur]	36
Figuur 22: Links: Geïmproviseerde omgeving bestaande uit een afgesloten PVC bak waaronder een	
vochtige doek is geplaatst. Rechts: Loggertje voor het registreren van de temperatuur e	n
relatieve vochtigheid. [Foto's van de auteur]	36
Figuur 23: Links: Mortelprisma's. Rechts: Waterreservoir voor het bewaren (uitharden) van de	
mortelprisma's. [Foto's van de auteur]	36
Figuur 24: Beproeving van een mortelprisma op buigtreksterkte. Rechts: Beproeving van een	
prismahelft op druksterkte. [Foto's van de auteur]	37
Figuur 25: Laserdiffractiemeettoestel met linksboven, linksonder en rechts respectievelijk: VIBRI,	
RODOS en HELOS. [Foto van de auteur]	38
Figuur 26: De vibrerende voedingseenheid VIBRI, die de cementkorrels vooruit trilt richting de	
materiaalverspreidingseenheid RODOS. Rechts in beeld: Het kruisen van de	
voortgestuwde cementkorrels met de laserstraal (rode vlek) bij de laserdiffractiesensor	
HELOS. [Foto van de auteur]	39
Figuur 27: Cumulatieve distributie $Q_3(x)$ en dichtheidsdistributie $q_3(x)$ van C01-1, bepaald door	
laserdiffractie. De waarden voor SMD en VMD van C01-1 zijn gelijk aan resp. 3,83 μ m er	า
10,27 μm	40
Figuur 28: Benadering van de uniformiteitsfactor n (=1,09) door middel van lineaire regressie. Dit	
voor de eerste laserdiffractiemeting van cementstaal C01	46
Figuur 29: CEM A: Boxplot voor de SSA volgens Blaine en laserdiffractie (S _m)	53
Figuur 30: Normale verdeling van Blaine- waarden voor CEM A (zonder uitschieter A14)	55
Figuur 31: Soortelijke oppervlaktes (Blaine en laserdiffractie) voor CEM A	56
Figuur 32: Soortelijke oppervlaktes (Blaine en laserdiffractie) voor CEM C	56
Figuur 33: Soortelijke oppervlaktes (Blaine en laserdiffractie) voor CEM D.	57
Figuur 34: Correlatie tussen Blaine- waarde en S _m (laserdiffractie) voor CEM A (zonder uitschieter	
A14)	57
Figuur 35: Correlatie tussen Blaine- waarde en S _m (laserdiffractie) voor CEM C	58
Figuur 36: Correlatie tussen Blaine- waarde en S _m (laserdiffractie) voor CEM D	58
Figuur 37: CEM C: Relatie Blaine- waarde en buigtreksterkte	61
Figuur 38: CEM C: Relatie Blaine- waarde en druksterkte	61
Figuur 39: Sterktes (buigtrek en druk) voor CEM A	81
Figuur 40: Sterktes (buigtrek en druk) voor CEM C	81
Figuur 41: Sterktes (buigtrek en druk) voor CEM D	82

Lijst van tabellen

Tabel 1: Voornaamste oxiden die de basis vormen voor de samenstelling van portlandklinker. [2] [3]5
Tabel 2: Overzicht van de klinkermineralen in portlandklinker. [2] [4]
Tabel 3: Geselecteerde variabelen (gearceerde zones) voor stapsgewijze regressieanalyse ter
inschatting van de druksterkte (2d, 7d en 28d) van cement, volgens Tsivilis en Parissakis.
[16]
Tabel 4: Cumulatieve distributie Q ₃ voor C01-1 bekomen door laserdiffractie, met Q en R gelijk aan
respectievelijk de doorval (%) en het residu (%) bij de overeenkomende korreldiameter x
(μm)
Tabel 5: Waarden voor X=[ln(x)-ln(PP)] en Y=ln[-ln(R/100)] bij de korreldiameter x (μm)
Tabel 6: Resultaten volumemassa
Tabel 7: Verdichten van CEM C en CEM D bij porositeit e = 0,500 en porositeit $e_1 = 0,530$
Tabel 8: Verdicht cementbed bij porositeit e (=0,500) en e_1 (=0,530), alsook de overeenkomende
massa m
Tabel 9: Waarden voor luchtviscositeit n bij overeenkomende temperatuur T. [19]
Tabel 10: Minimum, gemiddelde en maximum voor de SSA volgens Blaine en laserdiffractie (S _m) 50
Tabel 11: Repeatability luchtpermeabiliteitsmeter (Blaine)
Tabel 12: Minimum, gemiddelde, maximum en standaarddeviatie van de buigtrek- en druksterktes
voor CEM A, CEM C en CEM D
Tabel 13: Repeatability soortelijke oppervlakte S _m (laserdiffractie)
Tabel 14: Eerste kwartiel Q1 (1), mediaan (2), derde kwartiel Q3 (3) en maximum (4) voor de Blaine-
waarden
Tabel 15: Controle van uitschieters voor Blaine- waarden van CEM A
Tabel 16: Uitschieters voor SSA volgens Blaine en laserdiffractie (Sm), buigtrek- en druksterkte. Dit
voor CEM A. CEM C en CEM D
Tabel 17: SSA van het referentiecement (cm ² /g)
Tabel 18: Relatieve fout (%) tussen de waarden voor de soortelijke oppervlakte van het
referentiemateriaal, bepaald door het extern onafhankelijk labo, volgens de Blaine-
methode en door laserdiffractie
Tabel 19: Correlatie R ² (lineaire regressie) tussen SSA (Blaine en Sm) en sterkte (buigtrek en druk).
voor CEM C
Tabel 20: Correlatie R^2 (lineaire regressie) tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte (buigtrek en druk)
voor CEM A
Tabel 21: Correlatie R ² (lineaire regressie) tussen SSA (Blaine en Sm) en sterkte (buigtrek en druk).
voor CEM D
Tabel 22: Correlatie R ² (lineaire regressie) tussen fijnheids-/ distributieparameters en sterkte
(buigtrek en druk) 64
Tabel 23: Correlatie R ² (lineaire regressie) tussen enerziids nositienarameter PP en SSA (Blaine) en
anderzijds uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine)
Tabel 24: Correlatie R ² (exponentieel) tussen enerziids positienarameter PP en SSA (Blaine) en
anderzijds uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine)
Tabel 25: Correlatie R^2 (lineaire regressie) tussen uniformiteitsfactor n en % (3-32 µm) 60
Tabel 26: Correlatie R ² (lineaire regressie) tussen mediaan X50 en % (< 8 µm) 60
Tabel 27: CEM A CEM C en CEM D: Correlatie R^2 (lineaire regressie) tussen Sm (laserdiffractie) en
nositienarameter PP en de fracties < 3 um en < 8 um

Tabel 28:	Correlaties R ² (lineaire regressie) voor CEM A. De correlaties met de buigtreksterkte zijn	
	zonder de uitschieters A14 (Blaine), A4, A10 en A20 (buigtreksterkte). De correlaties met de	ć
	druksterkte, alsook de overige correlaties, zijn zonder de uitschieters A14 (Blaine) 8	3
Tabel 29:	Correlaties R ² (lineaire regressie) voor CEM C	4
Tabel 30:	Correlaties R ² (lineaire regressie) voor CEM D	5

Hoofdstuk 1: Inleiding

1.1 Probleemstelling

De prefabrikanten van betonnen elementen controleren door middel van het beproeven van betonnen proefstukken of zij, met het aan hun geleverde cement, de beoogde sterkte van de door hun vervaardigde betonnen producten kunnen garanderen. Dit is echter een traag proces, doordat deze proefstukken pas na zeven (tot 28) dagen worden beproefd. De cementproducenten zelf controleren tijdens de productie van hun cement onder meer zijn fijnheid, die voor elk cementtype binnen een zeker groottebereik moet liggen. Een veelgebruikte genormeerde methode voor het bepalen van de fijnheid van cement is de luchtpermeabiliteitsproef (Blaine). Daarnaast kan de fijnheid ook worden bepaald met behulp van een laserdiffractiemeettoestel, dat de laatste decennia aan populariteit wint.

Bij de prefabrikanten stelt zich de vraag in welke mate de fijnheid van het cement de 7- daagse sterkte beïnvloedt. Indien de fijnheid een goede indicator blijkt voor het inschatten van de sterkte, zou de fijnheid kunnen worden gebruikt om tijdens de levering van het cement aan de prefabrikanten de sterkte van het cement en beton in te schatten met behulp van bijvoorbeeld een laserdiffractiemeettoestel, alsook zou de fijnheid opgenomen kunnen worden in de specificaties van het cement bij de bestelling ervan.

1.2 Doelstelling

De doelstelling van het onderzoek is het bestuderen van de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte en dit voor enkele op de Belgische markt aanwezige cementen.

Oorspronkelijk zou de hoger vermelde relatie worden bestudeerd door het organiseren van staalnamen bij Belgische prefabrikanten over een grote tijdspanne, die naast een grote hoeveelheid van cementmonsters is gewenst om schommelingen in de leveringen van het cement bij de prefabrikanten op dag- en weekbasis vast te stellen. Van alle stalen wordt de Blaine- waarde, welke een maat is voor de fijnheid van een cement, bepaald. Op basis van deze Blaine- waarden worden de cementstalen met 'extreme' waarden afgezonderd. Van deze stalen worden mortelbalkjes vervaardigd, die aangewend worden om op genormaliseerde wijze de buigtrek- en druksterkte van de mortels te bepalen. Op deze wijze kan de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte worden bestudeerd.

In overleg met de externe promotor en met het oog op het op tijd voltooien van deze masterproef, werd het oorspronkelijk onderzoek bijgestuurd. Voor het bestuderen van de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte werden er staalnamen georganiseerd bij drie Belgische prefabrikanten (prefabrikant A, prefabrikant C en prefabrikant D) van betonnen elementen. Oorspronkelijk zou er ook een staalname bij een vierde Belgische prefabrikant (prefabrikant B) worden georganiseerd, maar zoals hogervermeld werd de masterproef bijgestuurd en in overleg met de externe promotor werd er besloten om geen staalname bij prefabrikant B te organiseren. Bij elke prefabrikant werd er van één van de door hun gebruikte cementen, respectievelijk CEM A, CEM C en CEM D, een staalname georganiseerd. Elke staalname bestaat uit 30 cementmonsters die over een tijdspanne van ongeveer twee maanden werden genomen. Voor elk cement werden 24 van de 30 monsters in het onderzoek opgenomen. In eerste instantie zal de relatie tussen de Blaine- waarde en de 7-d buigtrek- en druksterkte van de mortelbalkjes worden onderzocht. Er werd voor 7-d sterkte gekozen, omdat de prefabrikanten cementen gebruiken die gekenmerkt worden door een hoge sterkte op vroege leeftijden (2- en 7-d sterkte), alsook dienen geprefabriceerde betonnen elementen op vroege leeftijden te worden ontkist.

Daarnaast zal de relatie tussen de Blaine- waarde en sterkte verder worden onderzocht op basis van de korrelgroottedistributies (vertaling naar het Engels: particle size distribution, afgekort: PSD) van de onderzochte cementen. Uit een korrelgroottedistributie, bepaald door een lasterdiffractiemeettoestel, kunnen verscheidene parameters worden berekend die de fijnheid en de breedte van de distributie karakteriseren. Uit deze distributieparameters worden, op basis van de bestudeerde literatuur, de parameters geselecteerd die de 7-d sterkte het sterkst beïnvloeden. Op basis van deze parameters wordt vervolgens de relatie tussen fijnheid en sterkte verder onderzocht.

Tenslotte wordt de relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte ook onderzocht door middel van meervoudige lineaire regressie. Op deze wijze kan, indien mogelijk, een mathematische model worden opgesteld die de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte beschrijft en waarmee de 7- daagse sterkte kan worden ingeschat. Dit levert de prefabrikanten een snelle methode voor het inschatten van de sterkte van het aan hun geleverde cement.

Hoofdstuk 2: Portlandcement

De cementen die in dit onderzoek worden bestudeerd zijn portlandcementen. Zij worden in de norm NBN EN 197-1 beschreven en vermeld als cementen van het type CEM I. [1]

Portlandcement is een hydraulisch bindmiddel dat gemengd met water verhardt door optredende hydratatiereacties en -processen. Het is hydraulisch, doordat het zowel in water als in lucht met water reageert tot een niet meer in water oplosbaar product (cementsteen). Het is een bindmiddel waardoor het de inerte materialen, zoals zand en grind, in een mortel- of betonmengsel sterk aan elkaar hecht. Het heeft statistisch gezien een homogene samenstelling en de gewenste eigenschappen van een portlandcement worden verkregen door geschikte maal- en homogenisatieprocessen. [1] [2]

Een korte toelichting over portlandcement is nodig. Achtereenvolgens worden de historische achtergrond, de samenstelling en het productieproces besproken.

2.1 Historische achtergrond

Het woord cement vindt zijn oorsprong in het Latijnse 'caementum', dat gehouwen natuursteen betekent. De oude Egyptenaren, Romeinen en Indiërs gebruikten reeds cementachtige materialen voor het optrekken van hun constructies. Het wordt aangenomen dat de cementachtige materialen, die de oude Egyptenaren gebruikten, werden bekomen door het verbranden van gips. De cementachtige materialen, die de oude Grieken en Romeinen gebruikten, werden verkregen door het verbranden van kalksteen. [2] [3]

De Grieken en Romeinen ontdekten in een latere periode dat het vermengen van vulkanische as met kalk en zand resulteert in mortels met hogere sterkte en verbeterde duurzaamheid in zoutwater. De Romeinen gebruikten vulkanische tufsteen, bekomen dichtbij het dorp Pozzuoli gelegen bij de berg Vesuvius in Italië. Door de vulkanische tufsteen te mengen met vette kalk, een luchtbindmiddel dat verhardt door een reactie met CO₂, ontstond het natuurlijk cement in zijn oervorm. Deze vulkanische tufsteen verkreeg de naam Pozzolana. Later kregen materialen met dezelfde samenstelling als dit materiaal de vermelding Puzzolaan. [2] [3]

In de tweede helft van de achttiende eeuw startten diepgaande onderzoeken naar bindmiddelen voor steenachtige materialen. Verscheidene onderzoekers kwamen tot de ontdekking dat de eigenschap van kalk om onder invloed van water te verharden, samengaat met de aanwezigheid van kleiachtige stoffen in kalksteen. Deze ontdekking werd bekend gemaakt door Smeaton in 1756. In deze periode werden ook verscheidene bindmiddelen ontwikkeld. Aan de basis hiervan ligt het branden van kalksteen, al dan niet in combinatie met silicium- en aluminiumhoudende materialen. Zo ontstonden onder meer het 'Romaancement' van Parker (1796), het 'Ciment de Frost' van Frost (1811) en het 'Ciment à double cuisson' van Vicat (1818). [2]

Het jaar 1824 is gekend als het geboortejaar voor het kunstmatige cement. In dit jaar nam de Engelsman Joseph Aspdin een octrooi op zijn product, dat wordt bekomen door het verhitten bij hoge temperatuur van een zekere verhouding van siliciumdioxide, aluminiumoxide en kalk. De overeenkomst in zowel sterkte als duurzaamheid van Aspdins product met de natuursteen uit de groeven op het schiereiland Portland, leidt tot de naam portlandcement. De eerste portlandcementfabriek in België dateert uit 1872. [2]

2.2 Chemische en mineralogische samenstelling

De samenstelling (gehalten in massaprocent) van portlandcement bestaat voor meer dan 95 % uit portlandcementklinker en voor minder dan 5 % uit nevenbestanddelen. Portlandcementklinker wordt verkregen door het branden bij een voldoende hoge temperatuur (ongeveer 1450 °C) van een mengsel van grondstoffen die calcium-, silicium-, aluminium- en ijzeroxiden bevatten, alsook kleine hoeveelheden van andere materialen (Tabel 1). Hieruit ontstaan de klinkermineralen C₃S, C₂S, C₃A en C₄AF (Tabel 2). [1] [2]

De invloed van de hoofd- en secundaire klinkermineralen (Tabel 2) op de sterkte van cement, wordt kort toegelicht.

Aliet (C_3S) is het belangrijkste bestanddeel van de portlandcementklinker. Het reageert relatief snel met water en het is het belangrijkste bestandsdeel voor de sterkteontwikkeling voor leeftijden tot op 28 dagen. Het overige hoofdmineraal, beliet (C_2S), reageert traag met water en draagt weinig bij tot de sterkte gedurende de eerste 28 dagen. Het heeft echter een aanzienlijke bijdrage tot de verdere stijging in sterkte op latere leeftijden. Na één jaar zijn de sterktes, verkregen van pure aliet en pure beliet, ongeveer hetzelfde onder vergelijkbare condities. [4]

De secundaire klinkermineralen celiet (C₃A) en ferriet (C₄AF) dragen weinig bij tot de sterkteontwikkeling, hoewel zij de binding van verse mortel- of betonspecies sterk beïnvloeden. De oxiden Al₂O₃ en Fe₂O₃ die aan de basis liggen van deze klinkermineralen worden aan het grondstoffenmengsel toegevoegd, doordat zij dienst doen als smeltmiddelen tijdens het sinterproces. Zonder deze bestanddelen zou de oventemperatuur ver boven 1450 °C moeten reiken, opdat de klinkervorming zou kunnen optreden. Celiet (C₃A) reageert snel met water en het kan leiden tot een ongewenst snelle uitharding. Dit kan worden tegengegaan door het in zeer beperkte hoeveelheden toevoegen van een bindingsregelaar. Een veel gebruikte bindingsregelaar is calciumsulfaat (CaSO₄). Deze kan in gehydrateerde of gedehydrateerde vorm worden toegevoegd, respectievelijk gips (CaSO₄.2H₂O) en anhydriet (CaSO₄). Ferriet (C₄AF) draagt nauwelijks bij tot de binding en de sterkte. [2] [4] [5]

Tabel 1: Voornaamste oxiden die de basis vormen voor de samenstelling van portlandklinker. [2] [3]

Malla Para	Maultanta		Massaverhouding [%]			
formule	formule	Benaming	Belgische Beton- groepering	Shetty [3]	Grondstoffen voor het branden	
CaO	С	Calcium- oxide (ongebluste kalk)	62-68	60-67	Zachte of harde kalksteen (CaCO₃)	Kalkschiefer en kalkmergel
SiO2	S	Silicium- oxide (kiezelzuur)	19-25	17-25	Leisteen, klei, vliegas	Harde kalksteen
Al ₂ O ₃	A	Aluminium- oxide	2-9	3-8	Aanwezig in bovengenoemde stoffen en aangevuld door ijzerhoudende en aluminium- houdende mineralen en bijproducten.	
Fe ₂ O ₃	F	ljzeroxide	1-5	0,5-6		
MgO	М	Magnesium- oxide	0-2	0,1-4	Verontreiniging in bovengenoemde stoffen.	
K_2O+Na_2O	K N	Alkali- oxiden	0,5-1,5	0,4-1,3		

			Verkorte	Massaverho	uding [%]	
2	enamıng	Volledige formule	formule	Belgische Beton- groepering	Taylor [4]	Invloed op de sterkte
Aliet (Tr	-icalciumsilicaat)	3CaO.SiO ₂	SEC	40-75	50-70	Grote begin-en eindsterkte.
Beliet (D	vicalciumsilicaat)	2CaO.SiO ₂	C ₂ S	10-35	15-30	Grote eindsterkte.
Celiet (Tri	calciumaluminaat)	3CaO.Al ₂ O ₃	C₃A	0-15	5-10	Weinig invloed op sterkte wel op binding.
(Tetracalci	Ferriet umaluminoferriet)	4CaO.Al ₂ O ₃ Fe ₂ O ₃	C₄AF	1-20	5-15	Heeft praktisch geen invloed op de sterkte.
Mag	nesiumoxide	MgO	Μ	<5		Geen invloed op de
Calciumo	oxide (vrije kalk)	CaO	U	3		sterkte, maar nun genalte dient beperkt te worden wegens gevaar voor expansie.

Tabel 2: Overzicht van de klinkermineralen in portlandklinker. [2] [4]

_

2.3 Productieproces

Voor de productie van de portlandklinker wordt een onderscheid gemaakt tussen twee fabricatieprocessen, namelijk productie volgens natte en droge weg. De karakteristieken van de belangrijkste grondstof, namelijk de hardheid en het watergehalte van de kalksteen, bepalen de keuze van het fabricatieproces. [2] [3] [5]

Bij de natte weg worden de grondstoffen als een deeg in de oven gebracht, bij de droge weg als een poeder. Voor de productie volgens de natte weg wordt zachte kalksteen gebruikt, gezien deze in vergelijking met harde kalksteen rijker is aan water en gemakkelijk met water kan worden vermengd tot een fijn en homogeen deeg. Voor de productie volgens de droge weg wordt harde kalksteen gebruikt, gezien deze in vergelijking met zachte kalksteen waterarm is. [2]

Het productieproces bestaat uit drie stappen: de voorbereiding van de grondstoffen, het branden en het vermalen. Deze stappen worden hieronder toegelicht.

De voorbereiding van de grondstoffen

De voorbereiding van de grondstoffen speelt een belangrijke rol in de productie van de klinker. De in de groeve ontgonnen en aangevoerde grondstoffen worden vermalen en in de juiste verhoudingen met elkaar vermengd, zodat een homogeen mengsel van de vier samenstellende oxiden (C, S, A en F) in de oven kan worden ingevoerd. [2]

<u>Het branden</u>

In een cilindrische draaioven zal het fijngemalen en homogene poeder (droge weg) of deeg (natte weg) worden verhit tot een temperatuur van ongeveer 1450 °C, waarbij de samenstellende oxides (C, S, A en F) zullen versmelten tot de hydraulische componenten zoals in Tabel 2 wordt beschreven. [2] [3]

De onbewerkte grondstoffenstroom ondergaat in de draaioven de volgende transformaties: dehydratatie, decarbonatatie en sintering. Eerst vindt de dehydratatie plaats. De grondstoffen worden volledig gedroogd bij een temperatuur tussen 100 en 500 °C. In de oven vindt de uitwisseling van warmte eerst plaats door het contact tussen enerzijds de warme verbrandingsassen van verpulverde poederkool of andere brandstoffen en anderzijds de grondstoffen die in tegengestelde richting van deze gassen stromen en vervolgens door rechtstreekse straling van de vlam. Vervolgens vindt decarbonatatie plaats. In het midden van de oven wordt, bij een temperatuur van meer dan 800 °C, de kalk (CaCO₃) omgevormd tot calciumoxide (CaO) en koolstofdioxide (CO₂). Tenslotte vindt de sintering plaats. In de omgeving van de vlam (1800 °C) gaat de verkregen pap van grondstoffen bij een temperatuur van 1450 °C over in klinker. Dit door het gedeeltelijk smelten en vormen van hydraulische verbindingen. [2] [5]

De dehydratatie- en decarbonatatiefase kan op twee manieren verlopen. Voor de natte methode kan dit in de klinkeroven zelf. Voor de droge methode kan dit in een externe warmtewisselaar, waardoor de lengte van de klinkeroven wordt gereduceerd van ongeveer 200 m tot 80 m. De externe warmtewisselaar bestaat uit een reeks verticaal opgestelde cyclonen, waarin het poeder neerdaalt en warmte uitwisselt met de opstijgende verbrandingsgassen uit de klinkeroven. [2] Bij een temperatuur van ongeveer 1200 °C verlaat de klinker de oven als korrels met een diameter van maximum 5 cm. De koeling van de klinker gebeurt met lucht. De uitgewisselde warmte tussen lucht en klinker wordt gebruikt voor het drogen van andere materialen. De rookgassen verlaten de schoorsteen bij een temperatuur van minder dan 200 °C. Ze worden eerst van stof ontdaan in elektrostatische- of doekenfilters. [2]

<u>Het vermalen</u>

Na het branden wordt de klinker met een bindingsregelaar en andere bestanddelen in nauwkeurige hoeveelheden gemengd, waarna dit geheel wordt vermalen in een kogelmolen en/of rollenpers. Het resultaat is een gelijkmatige vermenging van de bestanddelen en een grote maalfijnheid, die nodig is voor het verkrijgen van de gewenste reactiviteit en sterkteklasse. [5]

De kogelmolen bestaat uit een cilindervormige trommel die draait om haar horizontale as en voor ongeveer 30 % is gevuld met stalen kogels. Het kogelmolenmaalproces heeft een laag energetisch rendement. Minder dan 10 % van de geleverde energie wordt effectief gebruikt voor het vermalen van het materiaal. Het kogelmolenmaalproces resulteert in korreldiameters van minder dan 90 µm. [2]

De rollenpers kende haar introductie in de jaren tachtig en is zeer doeltreffend gebleken wat betreft rendement en energiebesparing. In de rollenpers wordt de te vermalen materie geplet tussen twee, in tegengestelde richting draaiende, cilinders. Hierbij wordt een druk van meer dan 50 MPa uitgeoefend. Na het pletten komt de materie als plaatjes naar buiten. Deze plaatjes worden van elkaar gescheiden en vervolgens door een separator geleid. Het malen met de rollenpers kan nog worden opgevolgd door een vermaling met een kogelmolen om de uiteindelijke gewenste fijnheid te bekomen. Ten opzichte van de klassieke kogelmolen heeft de rollenpers een hoger energetisch rendement dat gepaard gaat met een beperkte warmteontwikkeling en lagere temperatuur van het cement, alsook met minder lawaaihinder. [2]

Na het malen scheidt een opgaande luchtstroom in de separator de voldoende fijne deeltjes in het poeder van de grovere deeltjes die nog bijkomende maling nodig hebben. De fijne deeltjes worden opgeslagen in een silo. [2]

Hoofdstuk 3: Korrelgroottedistributie (PSD) / Zeefanalyse

Cement bestaat uit vele kleine korrels, waarbij de korrelgroottes binnen een zeker bereik variëren. De korrelgroottedistributie (vertaling naar het Engels: particle size distribution, afgekort: PSD) van een cement wordt in de cementindustrie doorgaans grafisch weergegeven. [6]

De korrelgroottedistributie wordt gekarakteriseerd door een cumulatieve curve die de groottefractie (%) van het cement toont dat grover of fijner is dan de overeenkomstige korreldiameter (µm), respectievelijk zeefrest en doorval. De horizontale as, waarop de korreldiameters zijn uitgezet, is logaritmisch geschaald. Figuur 1 toont een korrelgroottedistributie van een cement met op de verticale as de zeefrest of residu en op de horizontale as de maaswijdtes of korreldiameters. [7] [8]



Figuur 1: Korrelgroottedistributiecurve van een cement berekend door een CILAS laserdiffractiemeettoestel. [6]

Een veel gebruikte functie voor het beschrijven van de korrelgroottedistributie van portlandcementen is deze van Rosin en Rammler. De distributie die uit deze functie voortkomt, is ook gekend als de Rosin-Rammler-Sperling-Bennett-distributie (afgekort: RRSB). De functie die deze distributie beschrijft, wordt weergegeven in vergelijking 1. De termen R(d), d, d' en n worden hieronder toegelicht. [4] [7] [9]

- R(d) is de zeefrest bij de korreldiameter d en wordt uitgedrukt als massapercentage.
- De positieparameter d' is de korreldiameter (in µm) welke overeenkomt met een residu van 36,8 % (of een doorval van 63,2 %) en is een maat voor de fijnheid van de distributie.
- De uniformiteitsfactor n is een maat voor de breedte van de distributie en komt overeen met de gradiënt ($n = tan(\alpha)$) van de distributiecurve weergegeven in een RRSB-diagram (zie Figuur 2).

$$R(d) = 100 \exp\left[-\left(\frac{d}{d'}\right)^n\right] \tag{1}$$

Meestal wordt de korrelgroottedistributie van een cement voorgesteld in een RRSB-diagram (zie Figuur 2). De functie die deze curve beschrijft, wordt weergegeven in vergelijking 2. Deze vergelijking wordt

bekomen door twee keer het logaritme van het linker- en rechterlid van vergelijking 1 te nemen. [4] [7] [9]

$$\ln\left(-\ln\frac{R}{100}\right) = n\left[\ln(d) - \ln(d')\right] \tag{2}$$

De distributiecurves die worden weergegeven in een RRSB-diagram hebben een nagenoeg lineair verloop en kunnen worden benaderd door een rechte. Hiermee is het mogelijk om de hele distributie weer te geven op basis van slechts twee parameters, namelijk de positieparameter d' en de uniformiteitsfactor n. Zoals reeds vermeld, zijn de positieparameter d' en de uniformiteitsfactor n een maat voor respectievelijk de fijnheid en de gradiënt van de korrelgroottedistributie. Deze technieken hebben het de cementfabrikanten mogelijk gemaakt om hun kwaliteitscontrole verder te verfijnen door middel van de korrelgroottedistributies van hun producten. [6] [8] [10]



Figuur 2: RRSB-diagram. De curve in dit diagram komt overeen met de distributie weergegeven in Figuur 1. De uniformiteitsfactor n en de positieparameter d' zijn gelijk aan respectievelijk 1,0081 en 17,79. [6]

Tenslotte dient te worden vermeld dat de RRSB-curve ook bekend is als de Weibull-distributie. In Microsoft Excel bijvoorbeeld, vindt men de functie zoals weergegeven in vergelijking 3. Met X de korreldiameter, alfa de vormfactor die overeenkomt met hogervermelde uniformiteitsfactor n en beta de schaalfactor die overeenkomt met hogervermelde positieparameter d'. Voor cumulatief gelijk aan ONWAAR krijg je de kansdichtheidsfunctie, die overeenkomt met de korrelgroottedistributie. [11]

WEIBULL(X; alfa; beta; cumulatief)

Hoofdstuk 4: Voorgaand onderzoek

4.1 Inleiding

Er werden reeds verscheidene onderzoeken uitgevoerd die de invloed van de fijnheid en/of PSD van cement op zijn sterkte bestuderen. Dit hoofdstuk geeft een overzicht van voorgaande onderzoeken en hun bevindingen. Op het einde van dit hoofdstuk volgt een samenvatting van de vaststellingen die interessant zijn voor dit onderzoek.

In dit hoofdstuk worden de termen Blaine, Rilem en DIN 1164 vermeld.

- De term Blaine wordt toegelicht in Hoofdstuk 5. Voorlopig volstaat het te melden dat de Blainewaarde een maat is voor de fijnheid van cement. Het geeft de soortelijke oppervlakte van cement, uitgedrukt in cm²/g. In Engelstalige literatuur wordt de soortelijke oppervlakte vermeld als specific surface area, afgekort SSA.
- Rilem verwijst naar de methode voor het beproeven van mortels op druksterkte die analoog is met het beproeven van mortelbalkjes op druksterkte volgens de norm NBN EN 196-1 (zie Hoofdstuk 5).
- DIN 1164 is een Duitse norm die eveneens analoog verloopt met de norm NBN EN 196-1.

Voor de positieparameter worden, afhankelijk van het bestudeerde onderzoek, twee afkortingen gebruikt. Deze afkortingen zijn d' en PP. Beiden worden berekend zoals in Hoofdstuk 3 wordt vermeld.

4.2 Voorgaand onderzoek

Hraste en Bezjak (1974) bestudeerden de invloed van verschillende korrelgroottefracties op de sterkte van cement. In hun onderzoek werden cementen van identieke chemische samenstelling, maar met verschillende PSD opgenomen. De sterktes werden bepaald door het beproeven van mortelspecimen. Hraste en Bezjak stelden onder meer vast dat de gezamenlijke invloed van de korrelgroottefractie $< 5 \mu$ m en de korrelgroottefractie $30-70 \mu$ m, alsook de gezamenlijke invloed van de korrelgroottefractie $5-10 \mu$ m en de fractie $10-30 \mu$ m een grote bijdrage hebben tot de 3-daagse en 7- daagse buigtrek- en druksterktes. De gezamenlijke invloed van de korrelgroottefractie te bij tot de 28- daagse buigtrek- en druksterktes. [12]

Frigione en Marra (1976) bestudeerden de relatie tussen de PSD en druksterkte van portlandcementen, bij een gelijke SSA. Van eenzelfde portlandklinker werden vier cementen met eenzelfde soortelijke oppervlakte (Blaine) gelijk aan 3200 cm²/g, maar met verschillende PSD (uniformiteitsfactor n gelijk aan: 1,15; 1,50; 2,14 en 3,31), vervaardigd. De druksterktes werden voor elk van de vier cementen bepaald op 1, 2, 3, 7, 14, 28 en 90 dagen door het beproeven van mortels (Rilem). Frigione en Marra stelden vast dat bij een gelijke SSA de druksterkte (Rilem) toeneemt bij een stijging van de uniformiteitsfactor n (lees: een afname van de PSD-breedte), ongeacht de uithardingsperiode. Dit wordt weergegeven in Figuur 3, die de druksterktes (Rilem) op verschillende leeftijden toont als functie van de uniformiteitsfactor n. De druksterktes nemen fors toe met een stijging van de uniformiteitsfactor n tot een waarde gelijk aan 2. Voor een toename van de uniformiteitsfactor n groter dan 2 zullen de sterktes weinig toenemen, ongeacht de uithardingsperiode. [13]



Figuur 3: Druksterktes (Rilem) in kg/cm³ van portlandcementen als functie van de uniformiteitsfactor n bij een gelijke SSA (Blaine). [13]

Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung (1985) onderzochten de relatie tussen de PSD en druksterkte (DIN 1164) van portlandcementen. Zij stelden vast dat voor cementen met gelijke SSA een stijging van de uniformiteitsfactor n (lees: een afname van de PSD- breedte) enerzijds resulteert in een daling van de positieparameter d' (lees: een hogere verhouding aan fijne deeltjes) (Figuur 4) en anderzijds resulteert in een toename van sterkte, ongeacht de uithardingsperiode (Figuur 5). Uit hun onderzoek volgt ook dat cementen bij een gelijke waarde voor de positieparameter d' een gelijke 28-d druksterkte behalen bij verschillende waarden voor de uniformiteitsfactor n (Figuur 7). Hier tegenoverstaande werd bij een gelijke positieparameter d' vastgesteld dat de 2-d druksterkte daalt bij een toename van de uniformiteitsfactor n (Figuur 7). [10]

Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung besloten op basis van hun onderzoek dat het effect van de fijnheid en PSD van een cement op de sterkte van het cement voornamelijk kan worden toegeschreven aan de positieparameter d' en de uniformiteitsfactor n. Volgens Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung valt dit te verklaren doordat de positieparameter d', die voor industrieel vervaardigde cementen tussen 15 en 30 µm bedraagt, de fijne deeltjesfractie in de PSD vertegenwoordigt die het sterkte-ontwikkelingsgedrag van het cement bepaalt. [10]

Beschouw Figuur 4. Deze figuur toont drie portlandcementen vermeld als PZ 35, PZ 45 en PZ 55 met verschillende SSA-waarden van respectievelijk 3040, 3920 en 5290 cm²/g. Hierbij moet vermeld dat PZ 35, 45 en 55 duiden op een portlandcement met sterktes van respectievelijk 35, 45 en 55 MPa. Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung stelden vast dat bij een constante SSA een stijging in uniformiteitswaarde n resulteert in een daling van de positieparameter d'. Dit betekent dat een afname van de distributiebreedte resulteert in een toename van de fijnheid van de betreffende cementen. [10]



Figuur 4: Relatie tussen positieparameter d' (verticale as) en uniformiteitsfactor n (horizontale as) voor portlandcementen PZ35, PZ45 en PZ55 met SSA- waarden van respectievelijk 3040, 3920 en 5290 cm²/g. [10]

Beschouw Figuur 5. Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung stelden bij een gelijke SSA vast dat een toename van de uniformiteitsfactor n overeenkomt met enerzijds een daling van de positieparameter d' en anderzijds met een stijging in 2-, 7- en 28- daagse druksterkte. Dit betekent dat bij een gelijke SSA een daling in distributiebreedte overeenkomt met een stijging in het aandeel van fijne deeltjes, alsook met een stijging in druksterkte. [10]

Beschouw Figuur 6. Bij een gelijke uniformiteitsfactor n stelden Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung vast dat de druksterkte afneemt wanneer de positieparameter d' toeneemt en daarbij neemt ook de SSA af. Dit betekent dat de druksterkte daalt wanneer de fijnheid van het cement daalt. Bijkomend stelden zij vast dat de daling in druksterkte bij vroege sterktes (op 2 en 7 dagen) zeer duidelijk het gevolg is van de daling in SSA. [10]



Figuur 5: Druksterktes (na 2,7 en 28 dagen) (DIN 1164) en positieparameter d' als functie van de uniformiteitsfactor n (horizontale as) bij een constante waarde voor SSA. Dit voor in een laboratorium gemalen cementen. [10]



Figuur 6: Druksterktes (na 2, 7 en 28 dagen) (DIN 1164) en SSA als functie van de positieparameter d' (horizontale as) bij een constante waarde voor uniformiteitsfactor n. Dit voor in een laboratorium gemalen cementen. [10]

Beschouw Figuur 7. Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung stelden bij een constante waarde voor de positieparameter d' vast dat de 28-d druksterkte nagenoeg niet verandert bij een stijging van de uniformiteitsfactor n van 0,86 tot 1,21, dit bij een daling van de SSA van 4600 tot 2400 cm²/g. De 28-d druksterktes voor waarden van de uniformiteitsfactor n groter dan 1,21 liggen ongeveer 7 tot 10 MPa hoger dan de gemiddelde druksterkte van 65 MPa. Deze afwijkingen zijn volgens Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung te verklaren doordat de betreffende cementen een wispelturig verloop van RRSB-functies vertoonden en duidelijk kleinere hoeveelheid aan grote deeltjes alsook een beetje meer aandeel van de korrelgroottefractie 10-30 µm toonden. Gezien de afwijkingen in 28-d sterkte enkel in het middelste en grootste bereik van de PSD optreden en de vroege sterktes (op 2 en 7 dagen) van deze cementen nagenoeg niet afwijken van hun gemiddeld verloop, besluiten Kuhlmann, Ellerbrock en Sprung dat de korrelgroottefracties, die voor de beginsterktes maatgevend zijn, voldoende door de uniformiteitsfactor n en positieparameter d' van de RRSB-functie worden beschreven. Hierbij maken zij de opmerking dat er afwijkende sterktewaarden zijn bij een toenemende waarde voor de uniformiteitfactor n. [10]



Figuur 7: Druksterkte (na 2, 7 en 28 dagen) (DIN 1164) en SSA als functie van de uniformiteitsfactor n bij een constante positieparameter d' (horizontale as). Dit voor in een laboratorium gemalen cementen. [10]

Osbaeck en Johansen (1989) beschrijven dat het niet volstaat om de invloed van de fijnheid van cement en zijn sterkte enkel te baseren op de relatie tussen de Blaine- waarde en sterkte. Hoewel de methode van Blaine sinds jaren de standaard is voor het bepalen van de fijnheid van cement, is het volgens Osbaeck en Johansen nodig om de fijnheid van cement meer gedetailleerd te beschrijven om een beter beeld te krijgen van de invloed van het cementvermalingsproces op de prestaties van het cement, waaronder de druksterkte. De gehele PSD van een cement moet worden beschouwd. [7]

Tsivilis, Tsimas, Benetatou en Haniotakis (1990) deden onderzoek naar de factoren die bijdragen tot de fijnheid van cement en hun relatie tot de 28-d druksterkte (DIN 1164). Met hun onderzoek willen Tsivilis, Tsimas, Benetatou en Haniotakis het maalproces van cementklinkers optimaliseren. Dit hopen zij te bereiken door het opmaken van een ideale korrelgroottedistributie. Om hogervermelde doelstellingen te realiseren, doen zij beroep op studies die naast de typische relatie tussen cementfijnheid en sterkte verder ingaan op de invloed van de PSD op de fysische eigenschappen van cement. Uit deze studies stelden zij vast dat de toename van de korrelgroottefractie 3-32 µm leidt tot een toename in sterkte (ongeacht de uithardingsperiode), terwijl de fractie < 3 µm vooral bijdraagt tot de stijging van de initiële sterkte. Zij kwamen tot de conclusie dat de bijdrage van de fractie 3-32 µm op de sterkteontwikkeling van cement nog niet voldoende werd bestudeerd. Dit motiveerde Tsivilis, Tsimas, Benetatou en Haniotakis in hun onderzoek de sterkte en zijn ontwikkeling te onderzoeken op basis van de SSA (Blaine), uniformiteitsfactor n, het aandeel (%) van de fractie 3-32 μ m en de PSD binnen de fractie 3-32 μ m. Om deze relaties te onderzoeken, voerden Tsivilis, Tsimas, Benetatou en Haniotakis twee series van metingen uit. De eerste serie bestaat uit cementen met een gelijke SSA en verschillende percentages van de fractie 3-32 µm. De tweede serie van metingen bestaat uit cementstalen, waarbij de zeer fijne fracties werden gescheiden en vervolgens in verschillende hoeveelheden werden vermengd met cementen van gelijke distributie. [14]

Op basis van hun resultaten stelden Tsivilis, Tsimas, Benetatou en Haniotakis vast dat de SSA, het aandeel (%) van de fractie 3-32 µm en de uniformiteitsfactor n de sterkteontwikkeling effectief beïnvloeden. De invloed van de fractie 3-32 µm en de uniformiteitsfactor n is hoger voor cementen met een hogere SSA (> 4000 cm²/g). De fractie < 3 µm draagt enkel bij tot de 2-d sterkte, terwijl de fractie > 24 µm een grote invloed heeft op de sterkteontwikkeling. Bijkomend besloten zij dat hoewel de facties 3-16 µm en 16-32 µm een gelijke bijdrage hebben tot de sterkte, de fractie 16-24 µm een aanzienlijk grotere factor blijkt bij waarden voor de SSA tussen 3500 en 4000 cm²/g. Dit is enkel relevant indien de PSD continu en steil is. Tenslotte stelden Tsivilis, Tsimas, Benetatou en Haniotakis vast dat de optimale PSD van een cement een continue en steile distributie (met een hoge uniformiteitsfactor n) is met grote (> 65 %) hoeveelheid van de fractie 3-32 µm (vooral in de fractie 16-24 µm), een lage hoeveelheid (≈ 10 %) van zeer fijne deeltjes (< 3 µm) en een SSA (Blaine) van 2500-3000 cm²/g. [14]

Zhang en Napier-Munn (1995) bestudeerden de effecten van de korrrelgroottedistributie, SSA (Blaine) en chemische samenstelling op de sterkte (betonnen proefstukken). De bestudeerde cementen waren portlandcementen. Zij ontwikkelden modellen voor het inschatten van de sterkte op basis van de korrelgroottedistributie (of SSA) en chemische samenstelling, dit gebaseerd op een grote database bekomen van industriële onderzoeken. Deze modellen kunnen volgens Zhang en Napier-Munn dienen als simulaties voor het optimaliseren van het vermalen van klinker. Tenslotte bestudeerden Zhang en Napier-Munn de relatie tussen de genormeerde druksterktes bepaald door enerzijds het beproeven van betonnen cilinders en anderzijds het beproeven van mortelprisma's. [15]

Zhang en Napier-Munn bestudeerden voorgaande onderzoeken die de invloed van de fijnheid van cement en zijn chemische samenstelling op de druksterkte (betonnen proefstukken) beschrijven. Zij richtten zich eerst op de invloed van de SSA op de sterkte en stelden vast dat hoewel de sterkte toeneemt met een stijging van SSA, de fijnheid van cement meer effect heeft op de 1- tot 3-daagse sterkte. Bijkomend stelden Zhang en Napier-Munn vast dat een stijging van 1 % in SSA enerzijds resulteert in een stijging van 2 % in 7d sterkte en anderzijds in een stijging van 1 % voor de 28-d sterkte. Zhang en Napier-Munn stelden vast dat de SSA geen ondubbelzinnig criteria is voor fijnheid, gezien cementen met gelijke SSA kunnen verschillen in PSD.

Vervolgens richtten Zhang en Napier-Munn zich op de invloed van de korrelgroottefracties op de sterkte. Zij stelden vast dat de fracties < 3 μ m resulteert in een hoge 1-d sterkte, de fractie 3-25 μ m behaalt de hoogste 90-d sterkte en de fractie 25-50 μ m behaalt de laagste 28-d sterkte. Pas na 90 dagen behaalt de grofste fractie (25-50 μ m) dezelfde sterkte als de fractie < 3 μ m. Bijkomend stelden Zhang en Napier-Munn vast dat een toename van de fractie < 3 μ m resulteert in een toename van de initiële sterkte. Het verhogen van de fractie 3-25 μ m resulteert in een toename van de fractie 3-25 μ m resulteert in een toename van de initiële sterkte.

Tenslotte bestudeerden Zhang en Napier-Munn de relatie tussen de chemische samenstelling en druksterkte (betonnen proefstukken). Zij stelden vast dat de silicaten C₃S en C₂S de belangrijkste chemische componenten zijn, verantwoordelijk voor de sterkte van gehydrateerd cement. Bijkomend beschrijven zij dat cementen met een relatief hoger aandeel C₃S resulteren in een grotere stijging van sterkte vergeleken met cementen met een hoger aandeel C₂S. Ook al is de sterkte van C₃S op latere leeftijden lager vergeleken met deze van C₂S. Vervolgens beschrijven zij dat C₃A enkel bijdraagt tot de sterkte op zeer vroege leeftijden. C₄AF heeft geen beduidende invloed op de sterkte. Tenslotte stelden Zhang en Napier-Munn vast dat voor fijner gemalen cementen de invloed van de chemische componenten op de sterkte beduidend sneller optreedt vergeleken met grovere cementen. [15]

Zhang en Napier-Munn beschikten voor hun onderzoek over twee reeksen van data, telkens van portlandcementen. De eerst reeks data beschrijft voor 50 cementen de SSA, PSD, chemische samenstelling en druksterkte (cilindrische betonnen proefstukken). Deze 50 stalen werden van drie types cement verzameld op één industriële site. Op basis van deze data werd het effect van de chemische samenstelling en PSD (of SSA) op de druksterkte onderzocht. De tweede reeks data beschrijft voor 71 cementen de druksterktes bekomen door enerzijds het beproeven van betonnen cilinders en anderzijds het beproeven van mortelprisma's. Deze 71 stalen werden op eenzelfde cementcentrale verzameld en omsluiten vier verschillende cementtypes. De correlatie tussen beide sterktebeproevingen werd onderzocht met deze data. [15]

Voor het opstellen van de door Zhang en Napier-Munn beoogde mathematisch modellen, maakten zij een onderscheid tussen de druksterktes op 3, 7 en 28 dagen. Eerst stelden zij een beschrijver (FCH) op die de chemische samenstelling van de onderzochte cementen karakteriseert (zie vergelijking 4). [15]

$$FCH(\%) = C_3 S + C_2 S + C_3 A - C_4 AF$$
(4)

De correlatie (R²) tussen geschatte en berekende waarden voor FCH is gelijk aan 0,65, wat duidt op een matige tot sterke correlatie. [15]

Vervolgens stelden Zhang en Napier-Munn mathematische modellen op die de sterkte inschatten op basis van FCH en PSD. In dit verband onderzochten zij, aan de hand van meervoudige lineaire regressiemodellen, de beste beschrijvers voor de PSD. Verscheidene beschrijvers werden uitgeprobeerd, waaronder de uniformiteitsfactor n, de positieparameter d' en het percentage materiaal in verscheidene korrelgrootte-fracties, zijnde < 3 μ m, < 4 μ m, < 8 μ m, < 16 μ m, < 24 μ m, < 32 μ m, 3-24 μ m, 4-12 μ m, 12-24 μ m, 24-48 μ m en > 48 μ m. Zhang en Napier-Munn stelden vast dat voor de 3- en 7- daagse sterktes de beste

beschrijver voor de PSD de doorval (%) bij de korreldiameter gelijk aan 8µm is, gerapporteerd als de term S8. De beste beschrijver voor de 28- daagse sterkte is de doorval (%) bij de korreldiameter gelijk aan 32µm, gerapporteerd als de term S32. De 3-, 7- en 28- daagse sterktes (MPa), respectievelijk 3D, 7D en 28D, vertegenwoordigen de druksterktes verkregen door het beproeven van betonnen cilinders. De beste regressies worden weergegeven in vergelijkingen 5, 6 en 7. De correlaties (R²) tussen de berekende en werkelijke waarden voor de 3-, 7- en 28- daagse sterktes zijn respectievelijk 0,81, 0,83 en 0,83, wat duidt op zeer sterke correlaties. [15]

$$3D = 0,3659 FCH + 0,5577 S8 - 26,87$$
(5)

$$7D = 0,6476 FCH + 0,4868 S8 - 36,01 \tag{6}$$

$$28D = 0,5564 FCH + 0,3049 S32 - 28,05$$
⁽⁷⁾

Zhang en Napier-Munn besluiten dat de fractie <8µm een grote invloed heeft op de 3- en 7- daagse sterkte. De 28-d sterkte wordt sterk beïnvloed door de fractie < 32 µm. [15]

Zhang en Napier-Munn stelden ook mathematische modellen op die de sterkte inschatten op basis van FCH en SSA (Blaine), met SSA als alternatief voor PSD. Dit verband werd wederom onderzocht aan de hand van meervoudige lineaire regressies. De regressies voor de 3-, 7- en 28- daagse sterktes worden weergegeven in vergelijkingen 8, 9 en 10. De correlaties (R²) tussen de berekende en werkelijke waarden voor de 3-, 7- en 28- daagse sterktes zijn respectievelijk 0,83, 0,82 en 0,80, wat duidt op zeer sterke correlaties. [15]

$$3D = 0,2726 FCH + 0,04698 SSA - 18.34$$
(8)

$$7D = 0,5855 FCH + 0,03818 SSA - 28.84$$
(9)

$$28D = 0,4714 FCH + 0,04231 SSA - 12,7$$
(10)

Zhang en Napier-Munn besluiten dat een toename van SSA (Blaine) resulteert in een toename van zowel 3-, 7- alsook 28- daagse druksterktes. [15]

Gezien de regressiemodellen op basis van de PSD (vergelijkingen 5, 6 en 7) en op basis van SSA (vergelijkingen 8, 9 en 10) niet beduidend verschillen, besluiten Zhang en Napier-Munn dat SSA en PSD kunnen substitueren voor elkaar met betrekking tot het inschatten van de sterkte. [15]

Tenslotte onderzochten Zhang en Napier-Munn de correlatie tussen de genormeerde druksterktes bepaald door enerzijds het beproeven van betonnen cilinders en anderzijds het beproeven van mortelprisma's. Het model dat tot stand kwam, wordt beschreven in vergelijking 11. De correlatie (R^2) tussen de berekende en werkelijke waarden is gelijk aan 0,96. De termen STN_{mix} en STN_{mortar} vertegenwoordigen de genormeerde druksterkte (in MPa) bepaald door respectievelijk het beproeven van betonnen cilinders en het beproeven van mortelprisma's. De term DAY vertegenwoordigt het aantal dagen waarop de sterkte werd beproefd. [15]

$$STN_{mix} = 0.679 STN_{mortar} + 0.114 DAY - 4.495$$
(11)

Zhang en Napier-Munn evalueerden dit model (vergelijking 11) met 36 bijkomende waarden, verkregen door het beproeven van 12 stalen, die werden verzameld van drie verschillende cementtypes, op drie verschillende uithardingstijden. Zhang en Napier-Munn beschrijven dat voor deze 36 waarden een sterke lineaire correlatie werd vastgesteld tussen de berekende en werkelijke waarden. Zij besluiten dat een eenvoudige lineaire uitdrukking (zie vergelijking 11) kan worden gebruikt voor het inschatten van de druksterkte bepaald door het beproeven van betonnen cilinders op basis van de druksterkte bepaald door het beproeven van betonnen cilinders op basis van de druksterkte bepaald door het beproeven van mortelprisma's. [15]

Tenslotte besloten Zhang en Napier-Munn op basis van hun onderzoek als volgt.

- De 3- en 7- daagse druksterkte (betonnen cilinders) wordt sterk beïnvloed door de fractie < 8 μm.
- Bij eenzelfde chemische samenstelling is het vooral de fractie < 32 μm die de 28-d druksterkte (betonnen cilinders) beïnvloedt.
- Een verhoging van de SSA (Blaine) resulteert in een toename van zowel vroege als late sterktes.
- Een eenvoudige lineaire correlatie kan worden gebruikt voor het inschatten van de druksterkte bepaald door het beproeven van betonnen cilinders op basis van de druksterkte bepaald door het beproeven van mortelprisma's. [15]

Tsivilis en Parissakis (1995) ontwikkelden in hun onderzoek mathematische modellen voor het schatten van de 2-, 7- en 28- daagse druksterkte van cement. De bestudeerde cementen zijn portlandencementen. De parameters, die in de modellen zijn opgenomen, vertegenwoordigen de chemisch-mineralogische samenstelling en de fijnheid van cement. Gezien de 28-d druksterkte veelal wordt gebruikt voor het karakteriseren van de eigenschappen van een cement en 28 dagen een zeer lange tijd is in de cementindustrie, willen Tsivilis en Parissakis met hun modellen een snellere methode aanbieden voor het bepalen van de 28-d druksterkte. [16]

Tsivilis en Parissakis bestudeerden voorgaande onderzoeken die de relatie van de fijnheid en chemischmineralogische samenstelling van cement op zijn sterkte bespreken. Zij stelden vast dat de fijnheid een zeer grote invloed heeft op de 2-d sterkte, terwijl de chemisch-mineralogische samenstelling bijdraagt tot de sterkteontwikkeling op 7 en 28 dagen. Bijkomend stelden zij vast dat het aandeel materiaal (%) in de groottefracties < 3 μ m, 3-16 μ m, 16-24 μ m en 24-32 μ m de 28-d druksterkte sterk beïnvloedt. [16]

Voor hun onderzoek beschikten Tsivilis en Parissakis over 20 portlandcementmonsters waarvan de karakteristieken voor zowel de chemisch-mineralogische samenstelling, alsook fijnheid en PSD, gekend zijn. Tot de chemisch-mineralogische variabelen behoren onder meer de massapercentages C₃S, C₂S, C₃A, C₄AF en de 'lime saturation factor' (kalkverzadigingsfactor) LSF (zie vergelijking 12), alsook de verhoudingen C₃A / C₄AF en C₃S / C₂S. De PSD-variabelen zijn de SSA (Blaine, cm²/g), de positieparameter PP (μ m), de maaswijdte (μ m) met 80 % doorval P80 en de uniformiteitsfactor n. De variabelen voor de korrelgroottefracties zijn de percentages materiaal in de fracties 3-32 μ m, < 3 μ m, 3-16 μ m, 16-24 μ m, > 24 μ m en > 32 μ m. [16]

$$LSF (massa\%) = \frac{CaO}{2,8 \, SiO_2 + 1,2 \, Al_2O_3 + 0,65Fe_2O_3}$$
(12) [4]

Tsivilis en Parissakis selecteerden de variabelen (zie Tabel 3) die het meest bijdragen tot de sterkte van het cement door middel van stapsgewijze regressie¹. De regressiemodellen worden beschreven in vergelijkingen 13, 14 en 15. S₂, S₇ en S₂₈ verwijzen naar de druksterktes (in MPa) op respectievelijk 2, 7 en 28 dagen. [16]

$$S_2 = 0,0066 SSA + 0,31 P80 - 0,90 (\% 3 - 32\mu m) + 0,98 (\% 3 - 16\mu m) +0,93 (\% 16 - 24\mu m)$$
(13)

$$S_7 = -1.34 \frac{c_{3S}}{c_2 s} + 1.64 LSF - 13.93 PP + 6.77 P80 - 3.58 (\% < 3\mu m)$$
(14)

$$S_{28} = -11,75 \frac{C_3S}{C_2S} + 35,37 \frac{C_3A}{C_4AF} + 8,35 LSF - 74,05 PP + 35,48 P80 - 9,87 (\% < 3\mu m) -5,39 (\% 3 - 32\mu m) + 6,93 (\% 16 - 24\mu m)$$
(15)

 Tabel 3: Geselecteerde variabelen (gearceerde zones) voor stapsgewijze regressieanalyse ter inschatting van de druksterkte (2d,

 7d en 28d) van cement, volgens Tsivilis en Parissakis. [16]

Variabelen	2-d sterkte	7-d sterkte	28-d sterkte
C ₃ S/C ₂ S			
C ₃ A/C ₄ AF			
LSF (%)			
SSA Blaine (cm ² /g)			
PP (µm)			
P80 (μm)			
< 3 µm (%)			
3-32 μm (%)			
3-16 µm (%)			
16-24 µm (%)			

Uit statistische analyse bleek dat ten eerste deze regressiemodellen werden aanvaard bij een betrouwbaarheid van 95 %, vervolgens werd er een exact functionele afhankelijkheid verkregen tussen de berekende en werkelijke waarden voor de sterktes en tenslotte werden er zeer sterke correlaties (R²) voor een lineair model tussen de berekende en werkelijke waarden vastgesteld. [16]

Op basis van hun resultaten kwamen Tsivilis en Parissakis tot de volgende vaststellingen voor de 2d-, 7den 28d-sterktes. [16]

 De fijnheid van cement is een zeer belangrijke factor voor de 2-d sterkte. Het aandeel van de groottefracties < 3 μm, 3-16 μm en 16-24 μm hebben een positieve effect op de sterkte, terwijl

¹ Bij stapsgewijze regressie worden van elkaar onafhankelijke regressievariabelen, die een statistische significante rol spelen in de regressievergelijking, ingevoerd in de vergelijking. Anderzijds worden bij het doorlopen van de stapsgewijze regressie de regressievariabelen, die geen significante rol spelen in de vergelijking, uit de vergelijking geëlimineerd.
het aandeel van de fractie 24-32 μ m een negatief effect heeft. Bijkomend leidt een stijging van SSA (Blaine) en P80 tot hogere sterktewaarden.

- De 7d-sterkte wordt beïnvloed door de verhouding C₃S/C₂S en de LSF-waarde, alsook de positieparameter PP en de maaswijdte P80 (μm) met 80 % doorval. Het aandeel (%) van de groottefractie < 3 μm doet de sterkte dalen.
- De 28 d-sterkte wordt beïnvloed door de LSF-waarde en de verhoudingen C₃S/C₂S en C₃A/C₄AF. De fractie 16-24 μm heeft een positief effect op de sterkte, terwijl de fracties < 3 μm, 3-16 μm en 24-32 μm een negatief effect hebben.

Op basis van hun onderzoek concludeerden Tsivilis en Parissakis dat de fijnheid een grote invloed heeft op de 2-d sterkte, de chemische-mineralogische samenstelling van cement vooral bijdraagt tot de sterkteontwikkeling tussen 7 en 28 dagen en de korrelgroottedistributie voor het materiaal kleiner dan 32 μ m veel invloed heeft op de 28-d sterkte. Vooral de fractie 16-24 μ m heeft een sterke positieve invloed op de sterkteontwikkeling na 28 dagen. [16]

Het onderzoek van **Garcia-Casillas, Martinez, Montes en Garcia-Luna (2007)** verloopt analoog met deze van Tsivilis en Parissakis (1995). Meervoudige lineaire regressiemodellen werden opgemaakt om aan de hand van fijnheids- en distributiekarakteristieken de sterkteprestaties te verklaren. Garcia-Casillas, Martinez, Montes en Garcia-Luna beschrijven dat wanneer een kwalitatieve keuze kan worden gemaakt van de meest economische set van karakteristieken, nodig voor het doorvoeren van veranderingen in sterkteprestaties, meer kosteneffectieve cementen kunnen worden geproduceerd. In hun onderzoek werd OPC (Ordinairy Portland Cement) met een karakteristieke 28-d druksterkte van 40 MPa bestudeerd. [17]

Voor hun onderzoek beschikten Garcia-Casillas, Martinez, Montes en Garcia-Luna over tien OPCmonsters, waarvan de karakteristieken voor zowel de chemisch-mineralogische samenstelling, alsook fijnheid en PSD gekend zijn. De variabelen voor de chemisch-mineralogische samenstelling, alsook voor de fijnheid en PSD zijn gelijk aan deze beschreven in het onderzoek van Tsivilis en Parissakis (1995). De variabelen voor de korrelgroottedistributie zijn het aandeel (%) in de groottefracties 3-32 μ m, < 3 μ m, 3-16 μ m en 16-24 μ m. In vergelijking met het onderzoek van Tsivilis en Parissakis (1995) worden de groottefracties > 24 μ m en > 32 μ m niet bestudeerd. [17]

Garcia-Casillas, Martinez, Montes en Garcia-Luna selecteerden de variabelen die het meeste bijdragen tot de cementsterkte op basis van stapsgewijze regressie. Zij kwamen tot dezelfde vaststellingen als Tsivilis en Parissakis (1995) (Tabel 3). De regressiemodellen worden beschreven in vergelijkingen 16, 17 en 18. S₃, S₇ en S₂₈ verwijzen naar de druksterktes (in kg/cm²), bepaald door het beproeven van proefstukken uit mortel, op respectievelijk 2, 7 en 28 dagen. [17]

$$S_{3}' = 0,0826 S_{b} - 127 P80 + 30,377 (\% 3 - 32\mu m) - 49,91 (\% 3 - 16\mu m) +27,509 (\% 16 - 24\mu m)$$
(16)

$$S_7' = 0.3 \frac{c_{3S}}{c_2 s} - 9.04 LSF + 123.04 pp - 32.59 P80 - 6.58 (\% < 3\mu m)$$
(17)

$$S_{28}' = -164,2 \frac{C_3 S}{C_2 S} + 1054,7 \frac{C_3 A}{C_4 A F} - 132,9 L S F + 444,3 pp + 67,87 P 80 + 1,69 (\% < 3 \mu m) + 128,07 (\% 3 - 32 \mu m) - 34,68 (\% 16 - 24 \mu m)$$
(18)

Net zoals bij het onderzoek van Tsivilis en Parissakis (1995) bleek uit statistische analyse dat deze regressiemodellen werden aanvaard bij een betrouwbaarheid gelijk aan 95 %, er een exact functionele afhankelijkheid werd verkregen tussen de berekende en werkelijke waarden voor de sterktes en tenslotte werden er zeer sterke correlaties (R²) voor een lineair model tussen de berekende en werkelijke waarden vastgesteld. [17]

Op basis van de modellen 16, 17 en 18 kwamen Garcia-Casillas, Martinez, Montes en Garcia-Luna tot dezelfde resultaten als Tsivilis en Parissakis (1995). Ook hun algemene conclusies zijn identiek. [17]

Celik (2009) bestudeerde voor een PC 42,5 R de invloed van de PSD, de uniformiteit van distributie en de SSA op de sterkte. Meer specifiek bestudeerde hij de invloed van de korrelgroottefracties 3-32 μ m, 5-20 μ m, < 10 μ m, < 20 μ m, < 30 μ m en < 45 μ m op enerzijds de SSA en anderzijds op de sterkteontwikkeling. Daarnaast werd ook de invloed van de uniformiteitsfactor n op de sterkteontwikkeling bestudeerd. De testspecimen werden beproefd op 2-, 7- en 28- daagse sterktes (MPa) volgens de norm EN 196-1 (Hoofdstuk 5), de SSA-waarden werden bepaald volgens BET (N₂ adsorptie, m²/g) en Blaine (cm²/g). Voor het verkrijgen van verschillende waarden voor de uniformiteitsfactor n, werd aan het PC 42,5 R enerzijds de fractie 3-32 μ m toegevoegd in hoeveelheden van 10, 15 en 20 % en anderzijds de fractie 5-20 μ m in hoeveelheden van 10, 20, 30 en 40 %. De PSD van de fracties 3-32 μ m en 5-20 μ m werd bepaald door laserdiffractie (Hoofdstuk 5). [18]

Uit zijn studie van de SSA (BET) als functie van de fracties 3-32 µm, 5-20 µm, < 10 µm, < 20 µm, < 30 µm en < 45 µm (Figuur 8), stelde Celik vast dat een toename in deeltjesgrootte resulteert in een afname van SSA. Daarnaast stelde hij vast dat de SSA van de fractie 5-20 µm beduidend kleiner was dan deze voor de fractie 3-32 µm. Dit is volgens Celik te verklaren, doordat de fractie 5-20 µm een kleinere distributiebreedte heeft door de afwezigheid van de fractie < 5 µm. Bijkomend bestudeerde Celik de invloed van het toevoegen van verschillende hoeveelheden (%) van de fracties 3-32 µm en 5-20 µm aan het PC 42,5 R op de SSA (Blaine). Dit wordt weergegeven in Figuur 9. Hij stelde vast dat de Blaine- waarden matig afnemen door het gradueel toevoegen van de fractie 3-32 µm. Voor het gradueel toevoegen van de fractie 5-20 µm aan de steilere PSD- curves. Hij besloot dat de SSA sterk wordt beïnvloed door de fijne deeltjes uit de PSD. [18]



Figuur 8: PC 42,5 R: SSA (BET, m^2/g) als functie van de fracties < 10 μ m, < 20 μ m, < 30 μ m, < 45 μ m, 3-32 μ m en 5-20 μ m. [18]



Figuur 9: De invloed op SSA (Blaine) door het toevoegen van verschillende hoeveelheden (%) van de fracties 3-32 μm en 5-20 μm aan PC 42,5 R. [18]

Celik bestudeerde de 2-, 7- en 28- daagse druksterkte als functie van het PC 42,5 R en de groottefracties < 10 μ m, < 20 μ m, < 30 μ m en < 45 μ m (Figuur 10). De 2-d sterktes van de groottefracties < 10 μ m, < 20 μ m, < 30 μ m en < 45 μ m waren beduidend groter dan het PC 42,5 R. Hieruit besloot Celik dat de fijnheid een grote invloed heeft op de 2-d druksterkte. [18]



Figuur 10: Druksterkte (MPa) als functie van PC 42,5 R en de groottefracties < 10 μ m, < 20 μ m, < 30 μ m en < 45 μ m. [18]

Vervolgens werd de 2-, 7- en 28- daagse druksterkte bestudeerd als functie van het PC 42,5 R, de fractie 5-20 μ m en het PC 42,5 R, waarbij gradueel de groottefractie 5-20 μ m in hoeveelheden van 10, 20, 30 en 40 % werd toegevoegd (Figuur 11). Een toename van de fractie 5-20 μ m resulteerde in hogere sterktewaarden (op zowel 2, 7 alsook 28 dagen) in vergelijking met het PC 42,5 R. Het grootste verschil werd echter bekomen tussen de fractie 5-20 μ m en het PC 42,5 R. Bij het vergelijken van de PSD van de

fractie 5-20 μ m met de PSD van het PC 42,5 R (Figuur 12) stelde Celik vast dat de uitlopers van de distributie (kop en staart van de distributie) van de fractie 5-20 μ m een beduidend kleinere hoeveelheid aan zeer fijn en zeer grof materiaal in respectievelijk kop en staart bevatten. Celik voerde dit onderdeel van zijn studie ook uit voor de fractie 3-32 μ m in plaats van de fractie 5-20 μ m, met gelijkaardige resultaten. Er moet worden opgemerkt dat de reducties in kop en staart voor de fractie 3-32 μ m minder uitgesproken zijn dan deze voor de fractie 5-20 μ m. Celik besloot dat de distributie van een hoog kwalitatief cement uniform moet zijn en geen zeer grove en zeer fijne deeltjes mag bevatten. [18]



Figuur 11: Druksterkte (2, 7 en 28 dagen) als functie van PC 42,5 R, de fractie 5-20 μm en PC 42,5 R met toevoeging van 10, 20, 30 en 40 % van de fractie 5-20 μm. [18]



Figuur 12: PSD van PC 42,5 R, de fractie 5-20 μm en PC 42,5 R, waarbij 10, 20, 30 en 40 % van de fractie 5-20 μm werd toegevoegd. [18]

Daarna bestudeerde Celik de invloed van de uniformiteitsfactor n op de 2-, 7- en 28- daagse sterkte. Zoals reeds vermeld, werden de variaties in de waarden voor de uniformiteitsfactor verkregen door het toevoegen van verschillende hoeveelheden (%) van de fractie 5-20 µm aan het PC 42,5 R. Celik stelde vast dat de sterktes geen beduidende variaties vertoonden voor waarden van de uniformiteitsfactor n tot een waarde gelijk aan 2 (Figuur 13). Voor waarden van de uniformiteitsfactor n groter dan 2, is er een beduidende toename in sterkte. Celik stelt hieruit vast dat een cement met een kleinere distributiebreedte (grotere n- waarde) en kleinere SSA (Blaine) mogelijk dezelfde sterkte heeft als een staal met een grotere distributiebreedte (kleinere n- waarde), maar grotere SSA (Blaine). Deze vaststelling vraagt voor meer uitleg. Figuur 12 toont dat een verhoging in het aandeel (%) van de fractie 5-20 µm resulteert in een steilere distributie (lees: kleinere distributiebreedte of hogere waarde van uniformiteitsfactor n), alsook een kleinere SSA (Blaine) (Figuur 9). Celik wilt hiermee het belang van de fijne en grove staarten in een PSD aantonen. [18]



Figuur 13: De relatie tussen druksterkte (MPa) en uniformiteitsfactor n. [18]

Celik beschrijft zijn belangrijkste bevindingen aan de hand van Figuur 14. Hij stelde vast dat het mogelijk was om de 28-d sterkte van het PC 42,5 R beduidend te verhogen door het verwijderen van zowel de fijnste alsook grofste deeltjes uit de distributie. De maximale 28-d sterkte werd bekomen met fractie 3-32 μ m, maar wanneer hoge waarden voor vroege sterkte gewenst zijn, lijkt de fractie < 30 μ m beter. Celik beschrijft dat de fijnere deeltjes van de PSD van een cement een groter effect hebben op de initiële sterkte (op 2 dagen), terwijl de latere sterkte (op 28 dagen) meer beïnvloed wordt door de iets grovere deeltjes, tot een grootte van 30 μ m. [18]



Figuur 14: Vergelijking van de druksterkte van PC 42,5 R met de fracties 3-32 μm, 5-20 μm en < 30 μm. Op de horizontale as het aantal dagen waarop op de sterktes werden bepaald, op de verticale as de druksterkte (MPa). [18]

Tenslotte besluit Celik op basis van zijn onderzoek als volgt. De fijnheid heeft een grote invloed op de 2-d sterkte, op latere leeftijden (28 dagen) wordt de sterkte eerder beïnvloed door de grovere deeltjes (tot 32µm). Een toename van de fractie 3-32 µm met 20 % in het PC 42,5 R, resulteert in een stijging van 13 % voor de 28-d sterkte. Een verhoging van de fractie 5-20 µm in het PC 42,5 R zorgt voor een stijging van de uniformiteitsfactor n en resulteert in een reductie van SSA (Blaine), anderzijds wordt de 28-d sterkte met 5 % verbeterd, vergeleken met het PC 42,5 R. Het was vooral duidelijk dat de vroege sterkte positief werd beïnvloed door een toegenomen homogeniteit van de groottedistributie. Als de fijne en grove staarten van de distributie worden geminimaliseerd en de distributie meer uniform wordt (lees: stijging van de uniformiteitsfactor n), kunnen hoge sterktes worden verkregen. [18]

4.2 Samenvatting

- Een verhoging van de SSA (Blaine) resulteert in een toename van zowel vroege als latere sterktes.
 [15]
- 2. Het volstaat niet om de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte enkel te baseren op de relatie tussen de Blaine- waarde en sterkte. De gehele PSD van een cement moet worden beschouwd. [7]
- 3. Bij gelijke SSA neemt de druksterkte (Rilem) toe bij een stijging van de uniformiteitsfactor n (lees: een afname van de distributiebreedte) tot een waarde n gelijk aan 2, ongeacht de uithardingsperiode. Voor een toename van de uniformiteitsfactor n groter dan 2, zullen de sterktes slechts weinig toenemen en dit ongeacht de uithardingsperiode. [13]
- 4. Bij gelijke SSA komt een stijging van de uniformiteitsfactor n overeen met een daling van de positieparameter d', alsook een stijging in 2-,7- en 28- daagse druksterkte. Dit wilt zeggen dat bij een gelijke SSA een daling in distributiebreedte overeenkomt met een stijging in het aandeel van de fijne deeltjes, alsook een stijging in druksterkte. [10]
- 5. Bij een gelijke uniformiteitsfactor n daalt de druksterkte wanneer de positieparameter PP toeneemt en daarmee daalt ook de SSA. Dit wilt zeggen dat de druksterkte daalt wanneer de fijnheid van het cement daalt. [10]
- 6. Bij een constante positieparameter PP nemen de 2- en 7- daagse druksterktes af bij een toename van de uniformiteitsfactor n. [10]
- De SSA, de fractie 3-32 μm en de uniformiteitsfactor n hebben een grote invloed op de sterkteontwikkeling. De invloed van de fractie 3-32 μm en de uniformiteitsfactor n is hoger voor cementen met hogere SSA (> 4000 cm²/g). [14]
- De gezamenlijke invloed van de korrelgroottefractie 5-10 μm en de fractie 10-30 μm, kortweg de fractie 5-30 μm, heeft een grote bijdrage tot de 3- daagse en 7- daagse buigtrek- en druksterktes.
 [12]
- De 3- en 7- daagse druksterkte (betonnen cilinders) wordt sterk beïnvloed door de fractie < 8 μm.
 [15]
- 10. De 7d- sterkte (betonnen cilinders) wordt beïnvloed door de verhouding C_3S/C_2S , de LSF, de positieparameter PP, de maaswijdte P80 met 80% doorval en de fractie < 3 µm. Het aandeel (%) van de fractie < 3 µm doet de 7-d sterkte dalen. [16] [17]
- 11. De fijnheid heeft een grote invloed op de 2-d sterkte. [16] [17] [18]
- 12. De chemische-mineralogische samenstelling van een cement heeft een grote invloed op de sterkteontwikkeling tussen 7 en 28 dagen. [16] [17]
- Als de fijne en grove staarten van de distributie worden geminimaliseerd en de distributie meer uniform wordt (lees: een stijging van de uniformiteitsfactor n), kunnen hoge sterktes worden verkregen. [18]

Hoofdstuk 5: Materialen en Methoden

5.1 Materialen

5.1.1 Cement

Voor deze masterproef werden drie verschillende portlandcementen (CEM A, CEM C en CEM D) verzameld bij drie Belgische prefabrikanten van betonnen elementen (respectievelijk prefabrikant A, C en D). Elke staalname bestaat uit 30 monsters, die werden verzameld over een tijdspanne van ongeveer twee maanden. Voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D werden, in overleg met de externe promotor en met het oog op het op tijd voltooien van deze masterproef, 24 van de 30 monsters in het onderzoek opgenomen.

- CEM A: A1 tot en met A21, A25, A28 en A30.
- CEM C: C1 tot en met C21, C25, C28 en C30.
- CEM D: D1 tot en met D21, D25, D28 en D30.

Een overzicht van de data en tijdstippen, waarop de monsters werden verzameld, zit vervat in Bijlage A.

5.2 Methoden

5.2.1 Luchtpermeabiliteitsmeter: methode van Blaine

Deze methode is opgenomen in de geregistreerde Belgische norm NBN EN 196-6 [19], die de beproevingsmethoden voor het bepalen van de maalfijnheid van cement beschrijft. Deze norm beschrijft ook twee andere methoden, namelijk zeven en air-jet zeven, die niet in deze masterproef zijn opgenomen.

De methode van Blaine drukt de fijnheid van cement uit als soortelijke oppervlakte (massa gerelateerd, cm²/g) door observatie van de tijd, die voor een hoeveelheid lucht nodig is om door een verdicht cementbed (Figuur 15) met gespecifieerde dimensies en porositeit te stromen. [19] Het is een empirische methode waarbij het toestel eerst dient te worden gekalibreerd.

Kalibreren van het toestel

Voor het kalibreren van het toestel (Figuur 19) dient het volume van het verdicht cementbed te worden bepaald. De norm beschrijft twee methodes, bepaling door kwikvolume en bepaling door meting. In deze masterproef wordt de tweede methode gehanteerd. De procedure is als volgt.

Beschouw Figuren 15 en 16. Op de bodem van de cel wordt de geperforeerde schijf geplaatst met daarop twee papieren filters. De hoogte J is gelijk aan de afstand vanaf de bovenste papieren filter tot aan de bovenkant van de cel. De diepte F komt overeen met de afstand vanaf de onderkant van de plunjer tot aan de onderkant van de verbreding (schouders) van de plunjer. De diameter G is gelijk aan de inwendige diameter van de cel. De hoogte J, diepte F en diameter G worden elk vijf keer tot op 0,01 mm nauwkeurig gemeten en het gemiddelde van deze vijf metingen wordt gerapporteerd als de betreffende dimensie. De hoogte H en het volume V van het verdicht cementbed worden berekend volgens vergelijkingen 19 en 20.

$$H = J - F \tag{19}$$

$$V = H \times r^2 \times \frac{3.14}{1000}$$
 met $r = \frac{G}{2}$ (20)



Figuur 15: Links: Geperforeerde schijf (links), cel (midden) en plunjer (onder) van de permeabiliteitsmeter (Blaine). Midden: De schouders van de plunjer rusten op de bovenkant van de cel. Rechts: Verdicht cementbed met daarop een papieren filter en de geperforeerde schijf. [Foto's van de auteur]



Figuur 16: Uittreksel uit de norm NBN EN 196-6. Links: dwarsdoorsnede van de cel van de permeabiliteitsmeter (Blaine). Rechts: Vooraanzicht van de plunjer van de permeabiliteitsmeter (Blaine). [19]

Vervolgens wordt de apparaatafhankelijke constante K bepaald. Hiervoor worden van een referentiemateriaal (referentiecement), met gekende porositeit e, volumemassa ρ_0 (g/cm³) en soortelijke oppervlakte S₀ (cm²/g), drie cementbedden bereid (zie paragraaf luchtpermeabiliteitsproef). De drie cementbedden worden elk drie keer beproefd op permeabiliteit (zie paragraaf luchtpermeabiliteitsproef) en voor elk van de drie cementbedden wordt de gemiddelde soortelijke oppervlakte van de drie beproevingen berekend. Dit geeft voor cementbed 1, 2 en 3 de soortelijke oppervlakte, respectievelijk S₁, S₂ en S₃. Daarna wordt voor elk cementbed de K-waarde berekend volgens vergelijking 21, wat resulteert in drie K-waarden, respectievelijk K₁, K₂ en K₃. De termen t₀, T₀ en n₀ zijn respectievelijk het gemiddelde van de drie gemeten tijden, het gemiddelde van de drie gemeten temperaturen en het gemiddelde van de luchtviscositeit bij de temperatuur T₀. Tenslotte wordt de apparaatafhankelijke constante K berekend als het gemiddelde van de drie K-waarden. Bij een porositeit van het referentiemateriaal gelijk aan 0,500 wordt de apparaatafhankelijke constante K berekend volgens vergelijking 22.

$$K = \frac{S_0 \rho_0 (1-e) \sqrt{10 \times \eta_0}}{\sqrt{e^3} \sqrt{t_0}}$$
(21)

$$K = 1,414S_0\rho_0 \frac{\sqrt{10 \times \eta_0}}{\sqrt{t_0}}$$
(22)

Bepaling van volumemassa

Voor het bepalen van de soortelijke oppervlakte van een cementmonster, dient de volumemassa van het cement te worden bepaald. Volumemassa is de verhouding van de massa van een droge stof tot zijn volume zonder de met lucht gevulde holtes. Voor deze masterproef werden de volumemassa's van de verzamelde cementstalen bepaald door middel van pyknometers. De methode is als volgt.

In een pyknometer (Figuur 17) met gekend volume V_{pykno} en massa m_{pykno} wordt een cementmassa m_{cem} gelijk aan ± 10 g geplaatst. Vervolgens wordt een hoeveelheid methanol, waarvan de dichtheid $\rho_{methanol}$ is gekend, toegevoegd tot ongeveer $\frac{3}{4}$ van het volume van de pyknometer. De pyknometer (zonder dop) wordt in een exsiccator geplaatst (Figuur 17) bij een druk van ± 300 mbar en gedurende ± 1/2 uur. Tijdens zijn verblijf in de exsiccator wordt het cement vacuüm gezogen, met als doel de luchtbellen uit het cement te verwijderen. Na het vacuüm zuigen wordt een tweede hoeveelheid methanol toegevoegd tot aan de bovenrand van de pyknometer. Daarna wordt de inhoud van de pyknometer (zonder dop) op temperatuur (25 °C) gebracht in een warmwaterbad. Dit duurt ongeveer 2 uur, daarna wordt de pyknometer uit het warmwaterbad verwijderd. Vervolgens wordt het glazen dopje op de pyknometer geplaatst, zodat de overdaad aan vloeistof over het dopje wegvloeit. Daarna wordt de massa m_e van de pyknometer met inhoud afgewogen. Achtereenvolgens kunnen de massa methanol $m_{methanol}$, het volume cement V_{cem} en de volumemassa van het cement ρ_{cem} worden bepaald. De berekeningen worden vermeld in vergelijkingen 23, 24, 25 en 26.

$$m_{methanol} = m_e - m_{pykno} - m_{cem}$$
(23)

$$V_{methanol} = \frac{m_{methanol}}{\rho_{methanol}}$$
(24)

$$V_{cem} = V_{pykno} - V_{methanol}$$
(25)

$$\rho_{cem} = \frac{m_{cem}}{V_{cem}} \tag{26}$$

Voor elk monster wordt de volumemassa tweemaal bepaald. Het gemiddelde van deze twee resultaten wordt gerapporteerd als de uiteindelijke volumemassa, uitgedrukt tot op 0,01 g/cm³ nauwkeurig.



Figuur 17: Links: Pyknometer. Rechts: Exsiccator. [Foto's van de auteur]

Gemiddelde densiteit - Homogeniseren van cementmengsel

Voor deze masterproef was de tijd niet voorhanden voor het bepalen van de volumemassa's van elk van de verzamelde cementstalen, alsook waren de faciliteiten die hiervoor nodig zijn niet ter beschikking. Als alternatief werd geopteerd om met een gemiddelde densiteit voor de cementen CEM A, CEM C en CEM D te werken. Hiervoor kon beroep worden gedaan op een extern onafhankelijk labo. In deze fase van de masterproef waren voor de cementen CEM A, CEM C en CEM D reeds respectievelijk de stalen A1 tot en met A23, C1 tot en met C14 en D1 tot en met D11 verzameld. Van deze stalen werden voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D telkens zeven stalen afgeleverd bij het extern labo. Deze stalen waren zoals hieronder beschreven.

- Voor CEM A: A1, A4, A7, A11, A15, A19 en A23
- Voor CEM C: C1, C3, C5, C7, C10, C12 en C14
- Voor CEM D: D1, D2, D4, D6, D8, D9 en D11

Voor elk van de cementen CEM A, CEM C en CEM D werd van de eerste zes van de zeven hogervermelde stalen een homogeen mengsel bereid. De procedure is als volgt. Eerst worden de stalen overgegoten in een gesloten reservoir, daarna wordt het mengsel gedurende 5 à 10 minuten door een TURBULA (zie Figuur 18) in verschillende richtingen geslingerd en tenslotte wordt het reservoir gedurende 10 à 30 minuten op een rollenbank geplaatst (Figuur 18).

Vervolgens wordt voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D de volumemassa van het mengsel en van het zevende staal bepaald. De volumemassa van het gehomogeniseerd mengsel wordt gerapporteerd als de gemiddelde volumemassa. Het verschil tussen de volumemassa's van het gehomogeniseerd mengsel en het zevende staal is een maat voor het representatief zijn van de gemiddelde volumemassa van het beproefde cement.



Figuur 18: Homogeniseren van mengels. Links: TURBULA. Rechts: Rollenbank. [Foto's van de auteur]

Luchtpermeabiliteitsproef

Met de luchtpermeabiliteitsproef (methode van Blaine) wordt de soortelijke oppervlakte S (cm²/g) van een cementmonster bepaald. Hiervoor wordt een massa m van het cement afgewogen tot op 0,001 g nauwkeurig. Deze massa m wordt berekend op basis van de densiteit ρ van het cement, het volume V (zie vergelijking 20) en de porositeit e van het cement (zie vergelijking 27). Bij een porositeit e gelijk aan 0,500 kan de massa m₁ worden berekend met vergelijking 28.

$$m = \rho \times V(1 - e) \tag{27}$$

$$m_1 = 0,500\rho V$$
 (28)

Vervolgens wordt de afgewogen hoeveelheid cement verdicht. De procedure is als volgt. Op de bodem van de cel wordt de geperforeerde schijf (Figuur 16), met daarop een papieren filter, geplaatst. Daarna wordt de afgewogen hoeveelheid cement in de cel van de luchtpermeabiliteitsmeter (Figuur 19) gebracht. Vervolgens wordt een tweede papieren filter op de hoeveelheid cement in de cel gebracht en tenslotte wordt de hoeveelheid cement met behulp van de plunjer (Figuur 15) samengedrukt. Het resultaat is een verdicht cementbed bij de gewenste porositeit e. De cel (met plunjer) wordt in het glazen conische sluitstuk van de permeabiliteitsmeter geplaatst (Figuur 19).

De permeabiliteitsproef kan nu worden uitgevoerd. Beschouw Figuur 19. De afsluitkraan wordt opengedraaid en door middel van de blaaspomp wordt het manometervloeistofniveau van de onderste ets tot de bovenste ets op de glazen manometer gebracht. De afsluitkraan wordt dichtgedraaid en de plunjer wordt uit de cel geheven, waardoor het manometervloeistofniveau begint te dalen. De tijd t, waarbij het vloeistofniveau daalt van de tweede ets tot aan de derde ets, alsook de temperatuur T (°C) tijdens de beproeving worden genoteerd. De soortelijke oppervlakte S (cm²/g) wordt berekend volgens vergelijking 29, waarbij de term η de luchtviscositeit bij de temperatuur T vertegenwoordigt. De permeabiliteitsproef wordt een tweede keer op hetzelfde cementbed uitgevoerd, alsook twee keer op een tweede cementbed van hetzelfde cementmonster. Voor elk cementbed wordt de gemiddelde soortelijke oppervlakte berekend, respectievelijk S_{BED1} en S_{BED2}. Het gemiddelde van deze twee soortelijke oppervlakte S voor het beproefde cementmonster. Bij een porositeit e gelijk aan 0,500 en temperatuur T gelijk aan (20 ± 2) °C wordt de soortelijke oppervlakte S berekend volgens vergelijking 30.

$$S = \frac{\kappa}{\rho} \times \frac{\sqrt{e^3}}{(1-e)} \times \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{10\times\eta}}$$
(29)

$$S = 52,43 \frac{K\sqrt{t}}{\rho} \tag{30}$$

De norm NBN EN 196-6 beschrijft dat een verschil tot 1 % tussen de soortelijke oppervlaktes S_{BED1} en S_{BED2} van hetzelfde cementmonster wordt aanvaard.



Figuur 19: Links: Luchtpermeabiliteitsmeter (Blaine). Rechts: Weergave van de vier etsen op de glazen manometer van de permeabiliteitsmeter (Blaine). [Foto's van de auteur]

De norm NBN EN 196-6 schrijft een porositeit e gelijk aan 0,500 voor. In sommige gevallen, vooral bij fijne cementen met hogere sterktes, is het verdichten bij een porositeit e gelijk aan 0,500 niet mogelijk en moet de porositeit e_1 van het cement experimenteel worden bepaald. In de praktijk wordt voor zeer fijne cementen doorgaans een porositeit e_1 gelijk aan 0,530 gebruikt. Indien ook dit niet lukt, wordt een porositeit e_1 gelijk aan 0,560 gebruikt.

5.2.2 Buigtrek- en druksterkte

Voor het bepalen van de sterktes van de verzamelde cementstalen wordt de procedure gevolgd zoals beschreven in de Belgische geregistreerde norm NBN EN 196-1. [20]

Vervaardigen van mortels

Van elk cementstaal wordt een mortel vervaardigd door het mengen van cement, normenzand (Figuur 20) en water, met massa's respectievelijk gelijk aan (450 \pm 2) g, (1350 \pm 5) g en (225 \pm 1) g. Voor deze masterproef was een geautomatiseerde mortelmenger (Figuur 20) voorhanden. Na het mengen van de mortel wordt deze in twee lagen (\pm 300 g) in een mal (Figuur 21), met drie compartimenten met elk een dimensie van 40 mm x 40 mm x 160 mm), gebracht. Na het aanbrengen van elke laag wordt de mortel, in een tijdsinterval van (60 \pm 3) s, verdicht met 60 schokken door een schokapparaat (Figuur 21).

Na het verdichten van de mortel in de drie compartimenten van de mal, wat na uitharden resulteert in drie mortelprisma's, wordt een plaat van plexiglas (210 mm x 185 mm x 6 mm) op de mal geplaatst en vervolgens wordt het geheel gedurende 20 à 24 h in een geklimatiseerde omgeving (Figuur 22) bij een temperatuur van (20,0 \pm 1,0) °C en relatieve vochtigheid van minstens 90 % bewaard. Voor deze masterproef was een loggertje (Figuur 22) voorhanden die de temperatuur en relatieve vochtigheid gedurende een groot tijdsbestek en met opgegeven intervallen registreert. De metingen van dit loggertje zitten vervat in Bijlage A.

Na bewaring in de geklimatiseerde omgeving worden de drie mortelprisma's (Figuur 23) uit de mal verwijderd en zullen zij gedurende 7d \pm 2 h uitharden in een met water gevulde reservoir (Figuur 23).

Tenslotte worden de prisma's maximaal 15 min voor de sterktebeproeving uit het met water gevulde reservoir verwijderd.



Figuur 20: Links: Normenzand. Rechts: Geautomatiseerde menger. [Foto's van de auteur]



Figuur 21: Links: Mal (met hopper) bevestigd op het schokapparaat. Rechts: Schokapparaat. [Foto's van de auteur]



Figuur 22: Links: Geïmproviseerde omgeving bestaande uit een afgesloten PVC bak waaronder een vochtige doek is geplaatst. Rechts: Loggertje voor het registreren van de temperatuur en relatieve vochtigheid. [Foto's van de auteur]



Figuur 23: Links: Mortelprisma's. Rechts: Waterreservoir voor het bewaren (uitharden) van de mortelprisma's. [Foto's van de auteur]

Buigtrek- en druksterkte

De prisma's worden beproefd in een drukbank die is voorzien van twee adapters (Figuur 24), de eerste voor het beproeven op buigtrek en de tweede voor het beproeven op druk. De maximale belastingen, gegenereerd door de drukbank, worden naast een weergave op het scherm van de drukbank ook digitaal opgeslagen.

Voor het bepalen van de buigtreksterkte (Figuur 24) wordt het prisma ondersteund door twee rollen, die met een afstand van (100,0 \pm 0,5) mm van elkaar staan. Een derde rol grijpt aan op de bovenkant en in het midden van het prisma. De drukbank oefent een verticale toename van belasting uit gelijk aan (50 \pm 10)

N/s, tot breuk optreedt. De buigtreksterkte R_f (MPa) wordt berekend zoals in vergelijking 31 weergegeven, met F_f de belasting (N) in het midden van het prisma op het ogenblik van breuk, b de zijde van de prismadoorsnede en I de afstand tussen de ondersteuning. Voor elk cementstaal wordt de buigtreksterkte R_f (MPa) van elk van zijn drie prisma's bepaald. Het gemiddelde van deze drie metingen wordt gerapporteerd als de buigtreksterkte R_f (MPa), met een nauwkeurigheid van 0,1 MPa.

(31)

Figuur 24: Beproeving van een mortelprisma op buigtreksterkte. Rechts: Beproeving van een prismahelft op druksterkte. [Foto's van de auteur]

Voor elk cementstaal resulteert het bepalen van de buigtreksterkte in zes prismahelften. Deze worden vervolgens beproefd op druk. In de drukadapter (Figuur 24) wordt de prismahelft langs onder en boven samengedrukt door twee platen met elk een dimensie van $(40,0 \pm 0,1)$ mm x $(40,0 \pm 0,1)$ mm. De drukbank oefent een verticale toename van belasting uit gelijk aan (2400 ± 200) N/s, tot breuk optreedt. De druksterke R_c (MPa) wordt berekend zoals weergegeven in vergelijking 32, met F_c de maximale belasting (N) op het ogenblik van breuk en 1600 (mm²) gelijk aan de oppervlakte van elk van de platen waartussen de prismahelft wordt gedrukt. Voor elk cementstaal wordt de druksterkte R_c (MPa) van elk van zijn zes prismahelften bepaald. Het gemiddelde van deze zes metingen wordt gerapporteerd als de druksterkte R_c (MPa), met een nauwkeurigheid van 0,1 MPa. De Belgische geregistreerde norm NBN EN 196-1 vermeldt dat wanneer één van de zes resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde, het rekenkundig gemiddelde van de vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10 % afwijkt van het gemiddelde van deze vijf resultaten met meer dan \pm 10

$$R_c = \frac{F_c}{1600}$$
(32)

5.2.4 Laserdiffractiemeettoestel Werking

Het laserdiffractiemeettoestel (Figuur 25) dat in deze masterproef werd gebruikt, is opgebouwd uit drie eenheden. Deze zijn de vibrerende voedingseenheid VIBRI, de materiaalverspreidingseenheid RODOS en de eenheid van de laserdiffractiesensor, HELOS (Helium-Neon-Laser Optical-System).



Figuur 25: Laserdiffractiemeettoestel met linksboven, linksonder en rechts respectievelijk: VIBRI, RODOS en HELOS. [Foto van de auteur]

De werking van het laserdiffractiemeettoestel wordt toegelicht aan de hand van Figuren 25 en 26.

Een hoeveelheid (koffielepel) van het te onderzoeken materiaal wordt in droge toestand in de trechter van de VIRBI gegoten. Vervolgens wordt het materiaal langs een opening van ± 2 mm, tussen de trechter en de trillende schacht, op de vibrerende schacht voorwaarts getrild richting de RODOS. De VIBRI zorgt voor het ontbinden van mogelijke korrelagglomeraties, alsook voor een continue toestroom van het materiaal naar de RODOS. De frequentie waarbij de schacht trilt, is van zulke omvang dat de individuele korrels niet worden afgebroken. Vervolgens valt het materiaal in de verticale buis van de RODOS en wordt het, door middel van gecomprimeerde lucht, bij een druk van ± 1 bar naar de HELOS geblazen. De gecomprimeerde lucht zorgt naast het voortstuwen van de korrels ook voor een verspreiding (droge dispersie) van de korrels. [21] [22] [23]

Bij de HELOS wordt een laserstraal verzonden die door de kruisende korrels wordt gebroken (diffractie). De hoek (zeer klein) waarbij dit laserlicht wordt verspreid, door het kruisen met de voortgestuwde korrels, varieert met de grootte en vorm van de individuele korrels. Deze interactie kan wiskundig worden beschreven door verscheidene theorieën, waarvan de Fraunhofer- en Mie- theorie de belangrijkste zijn (hier wordt niet verder op ingegaan). Op basis van deze theorieën werden mathematische modellen opgesteld die een zeer goede benadering geven van de kruisende korreldiameters. Het verstrooiingspatroon van de door korrels gekruiste laserstraal wordt verwerkt tot onder meer een korrelgroottedistributiediagram (PSD), soortelijke oppervlakte S_m (cm²/g), alsook verscheidene waarden die later in dit hoofdstuk worden besproken. [24] [25] [26]

Na het kruisen van de laserstraal worden de korrels aangezogen in een buis, waarna zij worden opgevangen in een zak. Op het einde van de laserdiffractiemeting wordt de korrelgrootteanalyse digitaal opgeslagen. De korrelgrootteanalyses van de bestudeerde cementstalen zijn opgenomen in Bijlage A.



Tenslotte dient te worden vermeld dat de RODOS wordt bediend met WINDOX-software.

Figuur 26: De vibrerende voedingseenheid VIBRI, die de cementkorrels vooruit trilt richting de materiaalverspreidingseenheid RODOS. Rechts in beeld: Het kruisen van de voortgestuwde cementkorrels met de laserstraal (rode vlek) bij de laserdiffractiesensor HELOS. [Foto van de auteur]

Waarden

De gegevens op een korrelgrootteanalyse worden hieronder toegelicht.

Q₃(x)

De cumulatieve distributie $Q_3(x)$ (Figuur 27) geeft het percentage doorval van materiaal bij de overeenkomende korreldiameter (μ m). De index '3' duidt op een volume gerelateerde distributie. [27]

q₃(x)

Dit is de dichtheidsdistributie (Figuur 27). Een veel gebruikte functie voor het beschrijven van de dichtheidsdistributie $q_3(x)$ is de logaritmische normaalverdeling (vergelijking 33). Hierin zijn s, x en

x_{50,3} respectievelijk de standaarddeviatie, de korreldiameter (µm) en de gemiddelde korreldiameter (µm) van de distributie. [28]



 $z = \frac{1}{s} ln \left[\frac{x}{x_{50,3}} \right]$ $q_3(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-0.5z^2}$ (33) met

Figuur 27: Cumulatieve distributie $Q_3(x)$ en dichtheidsdistributie $q_3(x)$ van CO1-1, bepaald door laserdiffractie. De waarden voor SMD en VMD van C01-1 zijn gelijk aan resp. 3,83 μm en 10,27 μm.

SMD

Een PSD heeft meerdere gemiddelde waarden, waaronder gemiddelde korreldiameters en volume soortelijke oppervlaktes, die de distributie kunnen karakteriseren. Deze gemiddelde waarden kunnen worden berekend door middel van distributiemomenten. De algemene definitie voor een distributiemoment wordt gegeven in vergelijking 34. Voor eindige grootteklassen kan de integraal in vergelijking 34 worden geschreven als een som van n elementen, weergegeven in vergelijking 35. De termen i, \bar{x}_i , $x_{u,i}$, $x_{l,i}$ en n vertegenwoordigen respectievelijk het korrelgrootte-interval, de gemiddelde waarde van het korrelgrootte-interval, de bovengrens van het korrelgrootte-interval, de ondergrens van korrelgrootte-interval i en het aantal korrelgrootte-intervallen. [29] [30]

$$M_{k,r} = \int_{x_{min}}^{x_{max}} x^k q_r(x) dx \tag{34}$$

$$M_{k,r} = \sum_{i=1}^{n} \bar{x}_{i}^{k} \cdot q_{r}(\bar{x}_{i}) \cdot (x_{u,i} - x_{l,i})$$
(35)

Eén van de gemiddelde waarden die een PSD kunnen karakteriseren is de Sauter Mean Diameter (μ m), ook vermeld als $\bar{x}_{1,3}$ (of Sauter gemiddelde $\bar{D}_{3,2}$). Deze wordt berekend, door in vergelijking 36 voor het berekenen van een gemiddelde korreldiameter, de waarden voor r en k correct in te vullen. Voor de Sauter Mean Diameter is de waarde voor r gelijk aan 3, wat duidt op een

volumedistributie verkregen door zeefanalyse. De waarde voor k is gelijk aan 1, wat duidt op het zwaartepunt op de horizontale as van de $q_3(x)$ -distributie (Figuur 27). [25] [29]

$$\bar{x}_{k,r} = \sqrt[k]{M_{k,r}} \tag{36}$$

Sv

De volume soortelijke oppervlakte S_v (m²/cm³) is net zoals de Sauter Mean Diameter een gemiddelde waarde voor het karakteriseren van de PSD. Zij wordt, zoals in vergelijking 37 weergegeven, berekend op basis van de Sauter Mean Diameter. [29]

$$S_v = \frac{6}{\bar{x}_{1,3}}$$
 (37)

Sm

De soortelijke oppervlakte S_m (cm²/g) wordt berekend als het quotiënt van de volume soortelijke oppervlakte S_v (m²/cm³) en de opgegeven densiteit ρ (g/cm³), zoals weergegeven in vergelijking 38. Hierbij dient te worden opgemerkt dat de eenheid van de volume soortelijke oppervlakte S_v moet worden omgezet tot 10.000 cm²/cm³. De soortelijke oppervlakte S_m is een benaderende waarde voor de Blaine- waarde. Dit voornamelijk doordat voor de vormfactor (**shape factor**) een waarde gelijk aan 1 wordt opgegeven, die stelt dat de grillige cementkorrels egaal gladde bolletjes zijn. Deze aanname moet men maken, doordat de textuur van de korrels niet gekend is. Uit ervaring van de operatoren van het laserdiffractiemeettoestel is gebleken dat de waarde voor S_m een zeer betrouwbare waarde is voor de soortelijke oppervlakte van cement.

$$S_m = \frac{S_v}{\rho} \tag{38}$$

VMD

Naast de Sauter Mean Diameter (μ m) en de volume soortelijke oppervlakte S_v (m²/cm³) is ook de Volume Mean Diameter (μ m) een gemiddelde waarde die de korrelgroottedistributie kan karakteriseren (Figuur 27). De Volume Mean Diameter wordt ook vermeld als $\overline{D}_{4,3}$ (Debroukere gemiddelde) en is zeer gevoelig voor de aanwezigheid van grote deeltjes in de distributie. [25]

Hoewel het gebruik van één enkele waarde voor het beschrijven van een PSD geen goed idee is, doordat deze enkele waarde geen voldoende nauwkeurige beschrijving kan geven van de hele distributie en deze enkele waarde bijvoorbeeld niks zegt over de distributiebreedte [25], is VMD de meest gebruikte waarde, indien men de PSD toch wilt karakteriseren door één enkele waarde.

De Volume Mean Diameter (μ m) wordt berekend door in vergelijking 36 de waarden voor k en r, zoals reeds hogervermeld, gelijk te stellen aan respectievelijk 1 en 3. Met andere woorden, het eerste moment (k=1) van de volumedistributie (r=3). [30]

$$VMD = M_{1,3} = \sum_{i=1}^{n} \bar{x}_i \cdot q_3(\bar{x}_i) \cdot (x_{u,i} - x_{l,i})$$
(39)

X50

Indien toch één enkele waarde moet worden gebruikt voor het beschrijven van het centrum van een PSD, is dit de mediaan X_{50} (µm). Het is de meest betekenisvolle en statisch gezien de gemakkelijkste waarde voor het karakteriseren van de korrelgroottedistributie. Bij deze korreldiameter is het percentage van materiaaldoorval, alsook het percentage van materiaalresidu, gelijk aan 50 %. De mediaan X_{50} van de distributie is niet noodzakelijk gelijk aan het gemiddelde van de distributie. [25]

$X_{10} \ en \ X_{90}$

De waarden voor X_{10} en X_{90} geven de korreldiameters (µm) bij een materiaaldoorval van respectievelijk 10 % en 90 %. X_{10} en X_{90} beschrijven respectievelijk de fijnste en grofste delen van de distributie of, met andere woorden, zij brengen de uitlopers (resp. kop en staart) van de PSD in beeld. X_{10} (µm) duidt het einde van de kop van de distributie aan en X_{90} (µm) duidt het begin van de staart van de distributie aan.

Aan de hand van de waarden X_{10} , X_{90} en X_{50} kan de distributiebreedte worden berekend volgens vergelijking 40.

$$distributiebreedte = \frac{X_{90} - X_{10}}{X_{50}}$$
(40)

30µm en 32µm

De percentages weergegeven bij de korreldiameters 30 en 32 μ m zijn deze van de cumulatieve distributie (materiaaldoorval) bij de korreldiameters 30 en 32 μ m. Zoals vermeld in Hoofdstuk 4, heeft de korrelgroottefractie 3-32 μ m een grote invloed op de sterkteontwikkeling.

$\mathbf{C}_{\mathsf{opt}}$

C_{opt} staat voor optische concentratie (optical concentration). Voor fijne poeders en droge metingen wordt standaard een waarde tussen 5 en 15 % gehanteerd. De waarde voor de optische concentratie is afgeleid van het licht dat wordt afgebogen en dus in mindering (obscuratie) is op de centrale sensor, die bestaat uit drie detectorkanalen.

Feed rate

De feed rate is een maat voor de snelheid waarmee het materiaal doorheen het laserlicht wordt geblazen. Een continue toestroom van materiaal doorheen het laserlicht is zeer belangrijk voor het nauwkeurig omzetten van deze interactie tot de PSD. Buiten het verzekeren van een continue toestroom van materiaal, moet de toevoersnelheid voldoende hoog zijn, opdat mogelijke korrelagglomeraten voldoende uit elkaar worden geblazen. Bij een te grote toevoersnelheid kunnen mogelijke korrelagglomeraten onvoldoende worden verspreid. Bij een te kleine toevoersnelheid is de kans reëel dat de toevoer niet constant is.

<u>Metingen</u>

Eerst dient de benaming van de laserdiffractiemetingen te worden besproken. Dit wordt toegelicht aan de hand van volgende voorbeelden: A18-4, C01-1 en D25-2. Deze drie voorbeelden vertegenwoordigen respectievelijk de vierde laserdiffractiemeting van cementstaal A18, de eerste laserdiffractiemeting van cementstaal C01 en de tweede laserdiffractiemeting van cementstaal D25.

Voor elk cementstaal worden minstens twee laserdiffractiemetingen uitgevoerd. Deze twee metingen worden op basis van hun waarden voor de soortelijke oppervlakte S_m met elkaar vergeleken. Wanneer het verschil tussen deze twee S_m - waarden opvallend groot is (30 à 50 cm²/g, resp. 0,50 à 1 %), wordt een derde meting uitgevoerd. Indien de relatieve fout (%) tussen de eerste en derde meting, alsook de tweede en derde meting te groot is (groter dan 1%), wordt een vierde meting uitgevoerd, Op basis van deze metingen wordt de gemiddelde S_m - waarde berekend, die wordt gerapporteerd als de waarde voor de soortelijke oppervlakte S_m van het beproefde cementstaal. Dit wordt op basis van een voorbeeld toegelicht. Neem cementstaal C20. De eerste twee lasserdiffractiemetingen (C20-1 en C20-2) resulteren in S_m - waarden van respectievelijk 5455 cm²/g en 5483 cm²/g. Dit is een verschil van 28 cm²/g (of 0,51%). Er wordt een derde meting (C20-3) uitgevoerd, die resulteert in een S_m - waarde van 5479 cm²/g. De relatieve fout tussen de eerste en derde meting is gelijk aan respectievelijk 0,44 % en 0,08%. Het gemiddelde van deze drie metingen is gelijk aan 5473 cm²/g en wordt gerapporteerd als de S_m -waarde voor cementstaal C20.

Zoals de soortelijke oppervlakte S_m voor een cementstaal werd berekend, zo ook worden de onderzochte korrelgroottedistributieparameters voor een cementstaal berekend als het gemiddelde van het aantal metingen.

Voor elk onderzocht cementstaal werden, naast de waarden die letterlijk konden worden overgenomen van de laserdiffractie-analyses, op basis van zijn PSD de uniformiteitsfactor n, positieparameter PP, korrelgroottefracties: < 3 μ m, < 8 μ m, 3-16 μ m, 16-24 μ m, 24-32 μ m, > 32 μ m en 3-32 μ m, alsook de distributiebreedte (SPAN) en de korreldiameter P80 (μ m) bij een materiaaldoorval van 80 % berekend.

De metingen met het laserdiffractiemeettoestel, alsook de bewerkingen van deze gegevens zijn opgenomen in de Bijlage A. De bewerkingen worden hieronder toegelicht met als voorbeeldcementstaal C01-1.

Bewerking van gegevens (laserdiffractie)

Op het document dat de korrelgrootteanalyse weergeeft, wordt de cumulatieve distributie Q (het percentage doorval) als functie voor een zeker aantal korreldiameters x (μ m) gegeven (Tabel 4). Hierbij moet worden opgemerkt dat de waarden voor de korreldiameters x (μ m) voor elk cementstaal van de cementen CEM A, CEM C en CEM D hetzelfde zijn. Uit de cumulatieve distributie Q wordt de overeenkomende distributie R (het percentage residu) berekend zoals weergegeven in vergelijking 41.

$$R = 100 - Q \tag{41}$$

х	Q	R	х	Q	R	Х	Q	R	х	Q	R
(µm)	(%)	(%)	(µm)	(%)	(%)	(µm)	(%)	(%)	(µm)	(%)	(%)
1,8	15,39	84,61	7,4	47,07	52,93	30	96,79	3,21	122	100	0
2,2	19,24	80,76	8,6	51,96	48,04	36	98,83	1,17	146	100	0
2,6	22,59	77,41	10	57,51	42,49	42	99,63	0,37	174	100	0
3	25,52	74,48	12	64,94	35,06	50	99,94	0,06	206	100	0
3,6	29,35	70,65	15	74,58	25,42	60	100	0	246	100	0
4,4	33,74	66,26	18	82,16	17,84	72	100	0	294	100	0
5,2	37,6	62,4	21	87,88	12,12	86	100	0	350	100	0
6,2	42,03	57,97	25	93,11	6,89	102	100	0			

Tabel 4: Cumulatieve distributie Q₃ voor C01-1 bekomen door laserdiffractie, met Q en R gelijk aan respectievelijk de doorval (%) en het residu (%) bij de overeenkomende korreldiameter x (μm).

De doorval Q (%) bij de korrelgrootte 3 µm kan, zoals ook voor de overige verzamelde cementstalen, letterlijk worden overgenomen van de korrelgrootteanalyse. Vervolgens worden door middel van interpolaties de volgende waarden berekend:

- de positieparameter PP (μm),
- de doorval Q (%) en residu R (%) bij de korreldiameter 16 μm,
- de doorval Q (%) en residu R (%) bij de korreldiameter 24 μm,
- de doorval Q (%) en residu R (%) bij de korreldiameter 32 μm,
- de doorval Q (%) bij de korreldiameter 8 μm en
- de korreldiameter P80 (μm) bij een doorval Q gelijk aan 80 %.

Als voorbeeld worden de interpolaties van de positieparameter PP (μ m) en de doorval Q (%) bij de korreldiameter 32 μ m hieronder toegelicht. Zoals beschreven in Hoofdstuk 3, wordt de positieparameter berekend als de korreldiameter (μ m) bij een residu R gelijk aan 36,8 %.

$$PP = \frac{(12\mu m - 10\mu m) \times (36,8\% - 42.49\%)}{(35,06\% - 42,49\%)} + 10\mu m = 11,53\mu m$$
$$Q(32\mu m) = \frac{(32\mu m - 30\mu m) \times (98,83\% - 96,79\%)}{(36\mu m - 30\mu m)} + 96,79\% = 97,47\%$$

De doorval Q (%) bij de korreldiameter 32 µm kan worden overgenomen uit de korrelgrootteanalyse, die eveneens 97,47 % vermeldt. Er is gekozen om de doorval Q (%) bij de korreldiameter 32 µm toch te bepalen via interpolatie, gezien de meeste waarden bepaald moeten worden door interpolatie. Het resultaat is als volgt.

- PP = 11,77 μm,
- Q (16 μm) = 77,11 % en R (16 μm) = 22,90 %,
- Q (24 μm) = 91,80 % en R (24 μm) = 8,20 %,
- Q (32 μm) = 97,47 % en R (32 μm) = 2,53 %,
- Q (8 μm) = 49,52 % en
- P80 = 17,15 μm

Uit hogervermelde waarden kan de hoeveelheid materiaal (%) in de volgende korrelgroottefracties worden berekend: < 3 μ m, < 8 μ m, 3-16 μ m, 16-24 μ m, 24-32 μ m, > 32 μ m en 3-32 μ m.

- % (< 3 μm) = 25,52 %
- % (< 8 μm) = 49,52 %
- % (3-16 μm) = 100 % % (> 16 μm) % (< 3 μm) = 51,59 %
- % (16-24 μm) = 100 % % (> 24 μm) % (< 16 μm) = 14,70 %
- % (24-32 μm) = 100 % % (> 32 μm) % (< 24 μm) = 5,67 %
- % (>32 μm) = 2,53 %
- % (3-32 μm) = 100 % % (> 32 μm) % (< 3 μm) = 71,95 %

De distributiebreedte berekend zoals weergegeven in vergelijking 39.

$$distributiebreedte = \frac{X_{90} - X_{10}}{X_{50}} = \frac{22,62\mu m - 1,34\mu m}{8,12\mu m} = 2,62$$

Tenslotte moet de uniformiteitsfactor n worden berekend. Hiervoor wordt vergelijking 2 herschreven tot vergelijking 44, met X en Y zoals in vergelijkingen 42 en 43 beschreven.

$$X = [\ln(x) - \ln(PP)] \tag{42}$$

$$Y = \ln\left(-ln\frac{R}{100}\right) \tag{43}$$

$$Y = nX \tag{44}$$

Voor elke korrelgrootte x, weergegeven door de korrelgrootteanalyse, worden de termen X en Y aan de hand van vergelijkingen 42 en 43 (Tabel 5) berekend. Zoals in Tabel 5 weergegeven, kan de Y-waarde enkel voor de eerste twintig x-waarden worden berekend.

х	Х	Y	х	Х	Y	х	Х	Y
(µm)			(µm)			(µm)		
1,8	-1,857	-1,789	12	0,040	0,047	86	2,009	/
2,2	-1,657	-1,543	15	0,263	0,315	102	2,180	/
2,6	-1,490	-1,362	18	0,445	0,544	122	2,359	/
3	-1,346	-1,222	21	0,599	0,747	146	2,539	/
3,6	-1,164	-1,057	25	0,774	0,984	174	2,714	/
4,4	-0,963	-0,888	30	0,956	1,235	206	2,883	/
5,2	-0,796	-0,752	36	1,138	1,492	246	3,060	/
6,2	-0,621	-0,607	42	1,293	1,723	294	3,238	/
7,4	-0,444	-0,452	50	1,467	2,004	350	3,413	/
8,6	-0,293	-0,310	60	1,649	/			
10	-0,143	-0,156	72	1,832	/			

Tabel 5: Waarden voor X=[ln(x)-ln(PP)] en Y=ln[-ln(R/100)] bij de korreldiameter x (µm).

Aan de hand van deze twintig koppels (X,Y) wordt de uniformiteitsfactor n (= 1,09) berekend als de richtingscoëfficiënt (of gradiënt) van de best passende lineaire regressierechte. In Microsoft Excel kan dit met het commando, zoals vermeld in vergelijking 45. De lineaire regressie wordt grafisch weergegeven in Figuur 28. Er is een zeer sterke correlatie (R² = 0,99) tussen de werkelijke curve en de regressierechte, wat duidt op een zeer goede benadering van de waarde voor de uniformiteitsfactor n door hogervermelde procedure. Gelijkaardige resultaten werden bekomen voor alle cementstalen van zowel CEM A, CEM C alsook CEM D.

$$RICHTING(y - bekend; x - bekend)$$
(45)



Figuur 28: Benadering van de uniformiteitsfactor n (=1,09) door middel van lineaire regressie. Dit voor de eerste laserdiffractiemeting van cementstaal C01.

Hoofdstuk 6: Resultaten en discussie

De metingen, berekeningen en resultaten zijn opgenomen in Bijlage A.

6.1 Volumemassa

Staal	ρ (g/cm³)	ρ _{gem} (g/cm³)	Staal	ρ (g/cm³)	ρ _{gem} (g/cm³)
CEM A	3,231	2 227	A 22	3,646	2672
(gehomogeniseerd mengsel)	3,244	5,257	A 25	3,599	5,025
CEM C	3,186	2 196	C 14	3,616	2 602
(gehomogeniseerd mengsel)	3,186	5,100	C 14	3,589	5,005
CEM D	3,151	2 157	D 11	3,534	2 5 7 2
(gehomogeniseerd mengsel)	3,162	5,157		3,611	3,375

Tabel 6: Resultaten volumemassa.

Voor CEM A, CEM C en CEM D bedraagt het verschil in gemiddelde densiteit ρ_{gem} tussen het gehomogeniseerd mengsel en het zevende staal (resp. A23, C14 en D11) respectievelijk 11,92 %, 13,72 % en 13,18 %. Uitgedrukt in volumemassa is dit voor CEM A, CEM C en CEM D een verschil van respectievelijk 0,386 g/cm³, 0,417 g/cm³ en 0,416 g/cm³.

<u>Conclusie</u>

Voor CEM A, CEM C en CEM D is er een groot verschil van 12 à 14 % tussen de volumemassa's van het gehomogeniseerd mengsel en het zevende staal, dat dient als controlestaal. Hieruit besluiten wij dat onze veronderstelling om te werken met een gemiddelde waarde voor de volumemassa voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D, niet correct is. Voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D zou een verschil van maximaal 1 % tussen de volumemassa's van het gehomogeniseerd mengsel en het zevende staal zeer goed zijn. Realistisch gezien zouden wij een verschil van 5% aanvaarden.

Om praktische redenen wordt voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D de gemiddelde volumemassa van het gehomogeniseerd mengsel toch aanvaard als de gemiddelde volumemassa voor respectievelijk CEM A, CEM C en CEM D, zodat het onderzoek kan worden voortgezet.

6.2 Blaine

Afwegen en verdichten van de cementstalen

De luchtpermeabiliteitsproeven werden op een andere locatie uitgevoerd dan het labo, waarin de massa's voor het beproeven op luchtpermeabiliteit werden afgewogen. Om praktische redenen werden de massa's, die beproefd zullen worden op luchtpermeabiliteit, op voorhand afgewogen. Voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D werden deze massa's berekend met de gemiddelde volumemassa's (Tabel 6). Voor CEM A, CEM C en CEM D werd voor een eerste reeks van cementstalen nagegaan of deze konden worden verdicht bij een porositeit e gelijk aan 0,500. Er werd vastgesteld dat de stalen voor CEM A konden worden verdicht bij een porositeit e gelijk aan 0,500. Voor de eerste reeks cementstalen van CEM C en

CEM D was dit niet mogelijk. Vervolgens werd er voor een bijkomend aantal stalen van CEM C en CEM D gecontroleerd of deze konden worden verdicht bij een porositeit e gelijk aan 0,500, alsook bij een porositeit e₁ gelijk aan 0,530. Tabel 7 geeft een overzicht. In deze tabel duiden de stalen C1-1 en D13-2, zoals bij de laserdiffractiemetingen, op respectievelijk de eerste afgewogen massa voor staal C1 en de tweede afgewogen massa voor staal D13.

Staal	e = 0,500	e ₁ = 0,530	Staal	e = 0,500	e ₁ = 0,530
C1-1	-	ОК	D3-1	-	ОК
C1-2	-	ОК	D4-1	-	ОК
C2-1	-	ОК	D5-1	-	ОК
C3-1	-	ОК	D7-1	-	ОК
C4-1	-	ОК	D9-1	-	ОК
C5-2	-	ОК	D12-1	-	ОК
C7-1	-	ОК	D13-1	-	ОК
C9-1	-	ОК	D13-2	-	ОК
C11-1	-	ОК	D14-1	-	ОК
C12-2	-	ОК	D14-2	-	ОК
D1-1	-	ОК	D15-1	-	OK
D2-1	-	OK			

Tabel 7: Verdichten van CEM C en CEM D bij porositeit e = 0,500 en porositeit $e_1 = 0,530$.

Hieruit werd besloten dat de stalen van CEM C en CEM D niet kunnen worden verdicht bij een porositeit e gelijk aan 0,500.

Dit werd ook nagegaan voor het referentiecement (Ref.Cem.). Net zoals voor CEM C en CEM D kon het referentiecement niet worden verdicht bij een porositeit e gelijk aan 0,500. Bij een porositeit e₁ gelijk aan 0,530 kon het referentiecement wel worden verdicht (Tabel 8).

Staal	ρ	V	е	e1	m
Slddi	(g/cm³)	(cm³)	[-]	[-]	(g)
Ref.Cem.	3,283	1,807	-	0,530	2,788
CEM A	3,237	1,807	0,500	-	2,925
CEM C	3,186	1,807	-	0,530	2,706
CEM D	3,157	1,807	-	0,530	2,681

Tabel 8: Verdicht cementbed bij porositeit e (=0,500) en e_1 (=0,530), alsook de overeenkomende massa m.

Apparaatafhankelijke constante K

Het referentiemateriaal voor het kalibreren van de luchtpermeabiliteitsmeter is een portlandcement CEM I 52,5 N met een soortelijke oppervlakte gelijk aan 3650 cm²/g en een volumemassa van 3,283 g/cm³. De apparaatafhankelijke constante K werd berekend volgens vergelijking 21. De berekening zit vervat in Bijlage A.

K = 25,10499295

Voor het berekenen van de constante K, dient in vergelijking 21 de luchtviscositeit η_0 te worden ingevuld, die wordt bepaald op basis van de temperatuur T₀ waarbij de permeabiliteitsproef wordt uitgevoerd. Tabel 1 in de norm NBN EN 196-6 vermeldt enkel de waarden van de luchtviscositeit η tot een temperatuur van 24 °C. Er werd vastgesteld dat het verschil in viscositeitswaarden $\Delta \eta$, op één interval na waarbij het verschil in viscositeit $\Delta \eta$ gelijk is aan 0,4 x 10⁻⁷ Pa.s, gelijk is aan een constante waarde van 0,5 x 10⁻⁷ Pa.s. Op deze wijze kon via extrapolatie de viscositeit η bij de temperaturen 25 en 26 °C worden berekend door bij de viscositeitswaarde bij een temperatuur van 24 °C respectievelijk 0,5 x 10⁻⁷ Pa.s en twee maal 0,5 x 10⁻⁷ Pa.s op te tellen. Dit wordt weergegeven in Tabel 9.

Т	η	Δη
(°C)	(Pa.s)	(Pa.s)
16	180,0 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10⁻ ⁷
17	180,5 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10⁻ ⁷
18	181,0 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10⁻ ⁷
19	181,5 x 10 ⁻⁷	
		0,4 x 10 ⁻⁷
20	181,9 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10⁻ ⁷
21	182,4 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10⁻ ⁷
22	182,9 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10⁻ ⁷
23	183,4 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10⁻ ⁷
24	183,9 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10 ⁻⁷
25	184,4 x 10 ⁻⁷	
		0,5 x 10 ⁻⁷
26	184,9 x 10 ⁻⁷	

Tabel 9: Waarden voor luchtviscositeit n bij overeenkomende temperatuur T. [19]

Soortelijke oppervlakte (Blaine)

Voor een overzicht van de resultaten verwijzen wij naar de Figuren 31, 32 en 33 in paragraaf 6.7 Relatie tussen Blaine en S_m (laserdiffractie). De minimum, gemiddelde en maximum waarden worden weergegeven in Tabel 10.

	CEN	ΑN	CEN	ЛС	CEM D		
	Blaine	S _m	Blaine	Sm	Blaine	Sm	
	(g/cm²)	(g/cm²)	(g/cm²)	(g/cm²)	(g/cm²)	(g/cm²)	
Minimum	4640	4546	4935	4883	5004	5094	
Gemiddelde	5220	5165	5248	5107	5231	5170	
Maximum	5481	5390	5639	5473	5561	5258	

Tabel 10: Minimum.	aemiddelde en	тахітит voo	r de SSA volaen	s Blaine en	laserdiffractie (Sm)
10001 101 1011111111111111	gennaaciae en	maximum voo	i ac boi i voigen	bianne en	aser any ractic f	21111

De soortelijke oppervlakte S₀ van het referentiecement, bepaald door het onafhankelijk extern labo, bedraagt 3650 cm²/g. In deze masterproef berekenden wij voor dit referentiecement, tijdens het kalibreren van de luchtpermeabiliteitsmeter, een soortelijke oppervlakte gelijk aan 3576 cm²/g. Dit is, vergeleken met de soortelijke oppervlakte van 3650 cm²/g (extern labo), een relatieve fout van 2,04 %, dat overeenkomt met een verschil in soortelijke oppervlakte van 74 cm²/g.

Repeatability

Voor het bepalen van de repeatibility (herhaalbaarheid) voor de permeabiliteitsproef (Blaine) werden van staal A23 zes monsters afgewogen met de gemiddelde volumemassa voor CEM A. Voor elk van deze zes stalen wordt de permeabiliteitsproef vier keer herhaald en het gemiddelde S_{gem,tot} van deze vier metingen wordt gerapporteerd als de soortelijke oppervlakte. De resultaten worden weergegeven in Tabel 11.

De standaarddeviatie bedraagt 41,11 cm²/g.

Staal	е	t	Т	S	S _{gem}	S _{gem,tot}	
		(s)	(°C)	(cm²/g)	(cm²/g)	(cm²/g)	
	0,500	164,62	22	5203	E100		
A 7 2 1	0,500	164,16	22	5196	2122	5106	
A23-1	0,500	164,18	22	5196	E102	0616	
	0,500	163,8	22	5190	2132		
	0,500	167,13	22	5242	E240		
1227	0,500	167,97	22	5255	5249	5250	
AZ3-Z	0,500	167,52	22	5248	E 2 E 1	5250	
	0,500	167,88	22	5254	2721		
	0,500	160,39	22	5136	E12E	5150	
1222	0,500	160,34	22	5135	2122		
AZ3-3	0,500	162,31	22	5166	5165	0120	
	0,500	162,18	22	5164	2102		
	0,500	169,18	22	5274	E 2 7 0		
A22-1	0,500	168,6	22	5265	5270	5266	
HZ3-4	0,500	168,25	22	5260	5262	5200	
	0,500	168,47	22	5263	5202		
	0,500	165,19	22	5212	5212		
A22-5	0,500	165,22	22	5212	2212	5211	
AZ3-3	0,500	165,35	22	5214	5211	7711	
	0,500	164,92	22	5208	5211		
	0,500	166,46	22	5232	E 2 2 1		
A22.C	0,500	165,15	22	5211	5221	E 220	
A25-0	0,500	165,83	22	5222	E 2 2 0	5220	
	0,500	165,53	22	5217	5220		

Tabel 11: Repeatability luchtpermeabiliteitsmeter (Blaine).

6.3 Buigtrek- en druksterkte

De resultaten voor de sterktes (buigtrek en druk) worden weergegeven in Bijlage B. De waarden voor minimum, gemiddelde, maximum en standaarddeviatie worden weergegeven in Tabel 12.

		Buigt	Buigtreksterkte (MPa)			Druksterkte (MPa)			
_		CEM A	CEM C	CEM D	CEM A	CEM C	CEM D		
	Minimum	6,9	7,8	8,1	42,8	49,4	49,4		
	Gemiddelde	7,5	8,3	9,0	45,7	51,9	51,9		
	Maximum	8,2	9,1	10,0	49,8	55,7	55,6		
	Standaarddeviatie	0,3	0,4	0,4	2,2	1,6	2,0		

Tabel 12: Minimum, gemiddelde, maximum en standaarddeviatie van de buigtrek- en druksterktes voor CEM A, CEM C en CEM D.

Kalibratie buig-/drukbank

De buig-/drukbank werd gekalibreerd door een technieker van het bedrijf, dat het toestel verkocht aan het laboratorium Bouwkunde van de Universiteit Hasselt. De technieker voerde drie proefreeksen uit. Het kalibratieverslag geeft aanleiding tot volgende conclusies.

- Het toestel heeft een afwijking van 0,6 % ten opzichte van de gebruikte referentie.
- De uitlezing wordt gekenmerkt door een afwijking van 0,05 %.
- De restwaarde van de kracht op de aflezing, na het wegnemen van de kracht, wordt gekenmerkt door een relatieve fout gelijk aan -0,03 % ten opzichte van het nulpunt.

6.4 Laserdiffractie

Soortelijke oppervlakte S_m

Voor een overzicht van de resultaten verwijzen wij naar de Figuren 31, 32 en 33 in paragraaf 6.7 Relatie tussen Blaine en S_m (laserdiffractie). De soortelijke oppervlakte S_m van het referentiecement, bepaald met het laserdiffractietoestel, bedraagt 3430 cm²/g.

Repeatability

Voor het bepalen van de repeatibility (herhaalbaarheid) voor de laserdiffractiemetingen werd voor staal A29 tien keer een laserdiffractiemeting uitgevoerd. De resultaten worden weergegeven in Tabel 13. De standaarddeviatie bedraagt 10,46 cm²/g.

Staal	Sm	Staal	Sm	Staal	Sm	Staal	Sm
	(cm²/g)		(cm²/g)		(cm²/g)		(cm²/g)
A27-1	5115	A27-5	5114	A27-9	5123	A27-13	5118
A27-2	5113	A27-6	5134	A27-10	5132	A27-14	5114
A27-3	5143	A27-7	5123	A27-11	5112	A27-15	5121
A27-4	5143	A27-8	5130	A27-12	5124		

Tabel 13: Repeatability soortelijke oppervlakte S_m (laserdiffractie).

6.5 Uitschieters

De uitschieters voor de soortelijke oppervlakte (Blaine en laserdiffractie), alsook voor de buigtrek- en druksterktes voor CEM A, CEM C en CEM D werden bepaald. De methode voor het bepalen van de uitschieters wordt gedemonstreerd voor de Blaine- waarden van CEM A. Het bepalen van de uitschieters voor de soortelijke oppervlakte (Blaine en laserdiffractie), alsook voor de buigtrek- en druksterktes voor CEM A, CEM C en CEM D verloopt analoog. De berekeningen en resultaten zitten vervat in Bijlage A.

Blaine (CEM A)

De uitschieters in Blaine- waarden werden onderzocht aan de hand van een boxplot (Figuur 29). Hiervoor worden eerst het minimum (0), eerste kwartiel Q_1 (1), mediaan (2), derde kwartiel Q_3 (3) en maximum (4) berekend voor de Blaine- waarden (Tabel 14).

	Blaine	
	(cm²/g)	
Q1	5117	(1)
min	4640	(0)
mediaan	5208	(2)
max	5481	(4)
Q3	5331	(3)

Tabel 14: Eerste kwartiel Q1 (1), mediaan (2), derde kwartiel Q3 (3) en maximum (4) voor de Blaine- waarden.

Aan de hand van deze waarden (Tabel 14) wordt de boxplot opgemaakt (Figuur 29).



Figuur 29: CEM A: Boxplot voor de SSA volgens Blaine en laserdiffractie (S_m).

Vervolgens worden de onder- en bovengrens bepaald. Hiervoor wordt de interkwartielafstand IQR berekend, zoals in vergelijking 46 wordt weergegeven. Deze bedraagt 214 cm²/g. De onder- en bovengrens worden berekend zoals respectievelijk in vergelijkingen 47 en 48 weergegeven.

$$IQR = Q_3 - Q_1 \tag{46}$$

 $Bovengrens = Q_3 + 1,5(Q_3 - Q_1)$ (47)

$$Ondergrens = Q_1 - 1,5(Q_3 - Q_1)$$
(48)

De onder- en bovengrens bedragen respectievelijk 4797 cm²/g en 5651 cm²/g.

$$IQR = Q_3 - Q_1 = 5331cm^2/g - 5117cm^2/g = 214cm^2/g$$

Bovengrens = $5331cm^2/g + 1,5 \times 214cm^2/g = 5651cm^2/g$
Ondergrens = $5117cm^2/g - 1,5 \times 214cm^2/g = 4797cm^2/g$

Tenslotte worden de waarden lager dan de ondergrens of hoger dan de bovengrens gerapporteerd als de uitschieters. Voor CEM A is staal A14 een uitschieter in Blaine- waarde (Tabel 15).

		Extremen				Extremen	
Staal	Blaine	> 5651	< 4797	Staal	Blaine	> 5651	< 4797
	(cm²/g)	(cm²/g)	(cm²/g)		(cm²/g)	(cm²/g)	(cm²/g)
A1	5321	-	-	A13	5195	-	-
A2	5388	-	-	A14	4640	-	Ja
A3	5439	-	-	A15	5109	-	-
A4	5150	-	-	A16	5221	-	-
A5	5129	-	-	A17	5175	-	-
A6	5360	-	-	A18	5107	-	-
A7	5439	-	-	A19	5076	-	-
A8	5317	-	-	A20	5095	-	-
A9	5318	-	-	A21	5166	-	-
A10	5370	-	-	A25	5481	-	-
A11	5251	-	-	A28	5120	-	-
A12	5106	-	-	A30	5314	-	-

Tabel 15: Controle van uitschieters voor Blaine- waarden van CEM A.

Conclusie

De uitschieters in Blaine- en S_m - waarden, alsook in buigtrek- en druksterktes voor CEM A, CEM C en CEM D worden weergegeven in Tabel 16. Enkel CEM A heeft uitschieters. Deze zijn A14 (Blaine en S_m) en A4, A10 en A20 (buigtreksterkte).

Tabel 16: Uitschieters voor SSA volgens Blaine en laserdiffractie (Sm), buigtrek- en druksterkte. Dit voor CEM A, CEM C en CEM D.

	Uitschieters						
	Blaine	S _m	Buigtreksterkte	Druksterkte			
	(cm²/g)	(cm²/g)	(MPa)	(MPa)			
CEM A	A14	A14	A4, A10 en A20	Geen			
CEM C	Geen	Geen	Geen	Geen			
CEM D	Geen	Geen	Geen	Geen			

6.6 Normaalverdeling

Voor CEM A, CEM C en CEM D werd gecontroleerd of de waarden voor Blaine, S_m, buigtreksterkte en druksterkte normaal verdeeld zijn. Hiervoor werden de Gausscurves berekend. De berekeningen en resultaten zitten vervat in de Bijlage A.

Als voorbeeld bespreken wij de normale verdeling voor de Blaine- waarden voor CEM A zonder uitschieter A14, genoteerd als -A14. Hiervoor wordt de kansdichtheidsfunctie f(x) uitgezet tegenover de Blainewaarden. (Figuur 30). In Microsoft Excel wordt de kansdichtheidsfunctie f(x) voor de Blaine- waarden (x) berekend zoals in vergelijking 49 wordt weergegeven, door voor cumulatief ONWAAR te kiezen. Voor CEM A (-A14) bedragen de standaarddeviatie en het gemiddelde in Blaine- waarden respectievelijk 128,20 cm²/g en 5246 cm²/g.





(49)

Figuur 30: Normale verdeling van Blaine- waarden voor CEM A (zonder uitschieter A14).

<u>Conclusie</u>

De waarden voor Blaine, S_m, buigtreksterkte en druksterkte, zonder uitschieters, zijn voor CEM A, CEM C en CEM D normaal verdeeld.

6.7 Relatie tussen Blaine en S_m (laserdiffractie)

Het is interessant om de waarden voor soortelijke oppervlakte bepaald door enerzijds Blaine en anderzijds laserdiffractie (S_m) met elkaar te vergelijken. Dit geeft een goede interpretatie voor de nauwkeurigheid van de resultaten, bekomen met de Blaine- methode. De relatie tussen Blaine en S_m wordt grafisch weergegeven in Figuren 31, 32 en 33.







Figuur 32: Soortelijke oppervlaktes (Blaine en laserdiffractie) voor CEM C.


Figuur 33: Soortelijke oppervlaktes (Blaine en laserdiffractie) voor CEM D.

Op het eerste zicht lijkt er voor CEM A en CEM C een sterk verband te bestaan tussen Blaine- en S_m -waarden. Voor CEM D is er een relatief grote variatie zichtbaar in de eerste zes stalen.

De relatie wordt verder onderzocht door voor elk cement CEM A (zonder uitschieter A14), CEM C en CEM D de correlatie tussen Blaine- waarde en S_m te bestuderen aan de hand van de determinatiecoëfficiënt R² (lineaire regressie). Voor CEM A, CEM C en CEM D wordt een R²- waade bekomen van respectievelijk 0,54, 0,86 en 0,43. De spreidingswolken voor CEM A, CEM C en CEM D worden weergegeven in Figuren 34, 35 en 36.



Figuur 34: Correlatie tussen Blaine- waarde en S_m (laserdiffractie) voor CEM A (zonder uitschieter A14).



Figuur 35: Correlatie tussen Blaine- waarde en S_m (laserdiffractie) voor CEM C.



Figuur 36: Correlatie tussen Blaine- waarde en S_m (laserdiffractie) voor CEM D.

Tenslotte worden de waarden voor de soortelijke oppervlakte van het referentiecement (gebruikt voor het kalibreren van de luchtpermeabiliteitsmeter), bepaald door de luchtpermeabiliteitsmeter (Blaine) en laserdiffractie, met elkaar vergeleken (Tabel 17). In tegenstelling tot de onderzochte cementstalen van CEM A, CEM C en CEM D, werd de soortelijke oppervlakte (Blaine) van het referentiecement bepaald door het beproeven van een massa referentiecement, berekend met zijn 'exacte' volumemassa. De massa's voor de stalen van CEM A, CEM C en CEM D werden berekend op basis van de 'gemiddelde' volumemassa voor respectievelijk CEM A, CEM C en CEM D. De relatieve fout tussen Blaine- waarde en S_m (laserdiffractie) bedraagt 4,25 % (Tabel 18).

SSA refe	rentiecement	
(0	cm²/g)	
Extern onafhankelijk labo	Blaine	Laserdiffractie
3650	3576	3430

Tabel 17: SSA van het referentiecement (cm^2/g).

 Tabel 18: Relatieve fout (%) tussen de waarden voor de soortelijke oppervlakte van het referentiemateriaal, bepaald door het

 extern onafhankelijk labo, volgens de Blaine- methode en door laserdiffractie.

	Relatieve Fout	(%)
	Extern onafhankelijk labo	Laserdiffractie
Blaine	2,07	4,25
Laserdiffractie	6,40	0,00

<u>Conclusie</u>

Het vergelijken van de waarden voor de soortelijke oppervlaktes, bepaald met enerzijds de methode van Blaine en anderzijds door laserdiffractie, voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D leidt tot volgende vaststellingen.

- Voor CEM A is er een matige tot sterke correlatie (R² = 0,54),
- voor CEM C is er een zeer sterke correlatie (R² = 0,86) en
- voor CEM D is er een matige correlatie (R² = 0,43).

Hieruit besluiten wij enerzijds dat de Blaine- waarden voor CEM C de fijnheden van de cementstalen van CEM C zeer goed weergeven en anderzijds dat dit voor de cementenstalen van CEM A en CEM D minder uitgesproken is.

6.8 Relatie tussen fijnheid en sterkte

6.8.1 Blaine en S_m (laserdiffractie) – Sterkte

De relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte wordt in de eerste plaats onderzocht door de relatie tussen Blaine- waarde en sterkte (buigtrek en druk) te onderzoeken. Gezien de Blaine- waarden voor CEM C de fijnheden van de cementstalen van CEM C zeer goed benaderen, wordt de relatie tussen fijnheid en sterkte het eerst onderzocht voor CEM C.

De literatuurstudie leerde ons dat een verhoging van SSA (Blaine) resulteert in een toename van zowel vroege als late sterktes. Bijkomend beschreven Zhang en Napier-Munn dat een stijging in SSA van 1 % resulteert in een stijging van 2 % in 7-d sterkte. [15] Dit duidt op een lineair verband.

<u>CEM C</u>

Voor CEM C wordt de relatie tussen Blaine- waarde en sterkte (buigtrek en druk) onderzocht op basis van de correlatie tussen zowel Blaine- waarde en buigtreksterkte, alsook Blaine- waarde en druksterkte. Voor beide relaties wordt de determinatiecoëfficiënt R² (lineaire regressie) bepaald (Tabel 19). De relaties tussen enerzijds Blaine- waarde en buigtreksterkte en anderzijds Blaine- waarde en druksterkte resulteren in R²- waarden van respectievelijk 0,03 en 0,00. Beide correlaties zijn zeer zwak. De spreidingswolken van deze lineaire regressies worden weergegeven in Figuren 37 en 38. Uit deze figuren wordt duidelijk dat het bestuderen van een overige relatie, dan lineaire regressie, tussen Blaine- waarde en sterkte niet zinvol is.

Zoals de relatie tussen Blaine- waarde en sterkte (buigtrek en druk) werd onderzocht, zo ook wordt de relatie tussen S_m (laserdiffractie) en sterkte (buigtrek en druk) nagegaan. De relaties tussen enerzijds S_m en buigtreksterkte en anderzijds S_m en druksterkte resulteren in R^2 - waarden van respectievelijk 0,11 en 0,02 (Tabel 19). De correlatie tussen S_m en buigtreksterkte is zwak ($R^2 = 0,11$) en de correlatie tussen S_m en druksterkte is zwak ($R^2 = 0,11$) en de correlatie tussen S_m en druksterkte is zelfs zeer zwak ($R^2 = 0,02$).

Op basis van de gegevens, bepaald in deze masterproef, kunnen wij voor CEM C de relatie tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte (buigtrek en druk) niet bevestigen.

	R ²		Buigtreksterkte	Druksterkte
CEN4 C	K-		(MPa)	(MPa)
CEIVIC	SSA	Blaine	0,03	0,00
	(cm²/g)	S _m	0,11	0,02

Tabel 19: Correlatie R² (lineaire regressie) tussen SSA (Blaine en Sm) en sterkte (buigtrek en druk), voor CEM C.



Figuur 37: CEM C: Relatie Blaine- waarde en buigtreksterkte.



Figuur 38: CEM C: Relatie Blaine- waarde en druksterkte.

CEM A

Voor CEM A wordt dezelfde procedure doorlopen als voor CEM C.

Het bepalen van de correlatie tussen Blaine- waarde en buigtreksterkte is exclusief de uitschieters A14 (Blaine) en A4, A10 en A20 (buigtreksterkte). Het bepalen van de correlatie tussen Blaine- waarde en druksterkte is zonder de uitschieter A14 (Blaine).

De relaties tussen enerzijds Blaine- waarde en buigtreksterkte en anderzijds Blaine- waarde en druksterkte resulteren in R²- waarden van respectievelijk 0,02 en 0,24 (Tabel 20). De correlatie tussen Blaine- waarde en druksterkte is zwak (R² = 0,24) en de correlatie tussen Blaine- waarde en buigtreksterkte is zelfs zeer zwak (R² = 0,02). Ook voor CEM A is het bestuderen van een overige relatie, dan lineaire regressie, tussen Blaine- waarde en sterkte niet zinvol.

De relaties tussen enerzijds S_m en buigtreksterkte en anderzijds S_m en druksterkte resulteren in R^2 -waarden van respectievelijk 0,00 en 0,00 (Tabel 20). Beide correlaties zijn (zeer zwak tot) niet bestaande.

Op basis van de gegevens, bepaald in deze masterproef, kunnen wij voor CEM A de relatie tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte (buigtrek en druk) niet bevestigen.

			Buigtreksterkte	Druksterkte
		R²	(-A4, A10 en A20)	
CEM A			(MPa)	(MPa)
	SSA	Blaine (-A14)	0,02	0,24
	(cm²/g)	S _m (-A14)	0,00	0,00

Tabel 20: Correlatie R^2 (lineaire regressie) tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte (buigtrek en druk), voor CEM A.

<u>CEM D</u>

Voor CEM D wordt dezelfde procedure doorlopen als voor CEM C en CEM A.

De relaties tussen enerzijds Blaine- waarde en buigtreksterkte en anderzijds Blaine- waarde en druksterkte resulteren in R²- waarden van respectievelijk 0,00 en 0,00 (Tabel 21). Beide correlaties zijn (zeer zwak tot) niet bestaande. Ook voor CEM D is het bestuderen van een overige relatie, dan lineaire regressie, tussen Blaine- waarde en sterkte niet zinvol is.

De relaties tussen enerzijds S_m en buigtreksterkte en anderzijds S_m en druksterkte resulteren in R^2 -waarden van respectievelijk 0,01 en 0,01 (Tabel 21). Beide correlaties zijn zeer zwak tot niet bestaande.

Op basis van de gegevens, bepaald in deze masterproef, kunnen wij voor CEM D de relatie tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte (buigtrek en druk) niet bevestigen.

Tabel 21: Correlatie R^2 (lineaire regressie) tussen SSA (Blaine en Sm) en sterkte (buigtrek en druk), voor CEM D.

	D2		Buigtreksterkte	Druksterkte
	K-		(MPa)	(MPa)
CEIVID	SSA	Blaine	0,00	0,00
	(cm²/g)	Sm	0,01	0,01

Conclusie

Op basis van de gegevens, bekomen in deze masterproef, kan voor zowel voor CEM A, CEM C en CEM D de relatie tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte (buigtrek en druk) niet worden bevestigd.

6.8.2 SSA en PSD – Sterkte

Het onderzoek naar de relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte wordt uitgebreid met de korrelgroottedistributies (PSD), bekomen door laserdiffractie, van de te onderzoeken cementstalen. De literatuurstudie leerde ons namelijk dat het niet volstaat om de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte enkel te baseren op de relatie tussen slechts één fijnheidsparameter (Blaine) en sterkte. De hele PSD moet worden beschouwd. [7] Zo kunnen bijvoorbeeld de verschillen in sterktes voor twee cementen met dezelfde SSA (Blaine) worden verklaard door middel van de PSD. [18]

In dit hoofdstuk worden de bevindingen uit de literatuurstudie, die het dichtst bij dit onderzoek aanleunen, gestaafd met de door deze masterproef bekomen gegevens. Een overzicht van deze gegevens zit vervat in Tabel 22, waarnaar meermaals wordt verwezen. In deze tabel zijn parameters voor zowel de fijnheid, alsook distributie opgenomen. De correlaties werden bepaald door middel van determinatiecoëfficiënten R² (lineaire regressie). Voor CEM A werden de correlaties tussen de fijnheids- en distributieparameters en de buigtreksterktes uitgevoerd zonder de uitschieters A14 (Blaine) en A4, A10 en A20 (buigtreksterkte). Bijkomend werden voor CEM A de correlaties tussen de fijnheids- en distributieparameters en de druksterktes uitgevoerd zonder de uitschieter A14 (Blaine).

Uit Tabel 22 stellen wij vast dat de correlaties tussen de fijnheids- en distributieparameters en sterkte (buigtrek en druk) zwak ($0,10 < R^2 < 0,25$) tot zeer zwak ($R^2 < 0,10$) zijn. Indien er voor CEM A, CEM C of CEM D toch een correlatie met R^2 - waarde groter dan 0,20 wordt vastgesteld, is dit niet het geval voor de overige twee cementen. Voor CEM A (-A14) is er bijvoorbeeld een correlatie R^2 van 0,24 tussen Blainewaarde en druksterkte, maar voor zowel CEM C als CEM D is deze gelijk aan 0,00.

De zeer zwakke correlaties (Tabel 22) tussen de fijnheids-/ distributieparameters en sterkte (buigtrek en druk) zijn een zeer sterke indicatie dat de relatie tussen de fijnheid en sterkte van cement, aan de hand van de gegevens bekomen in deze masterproef, mogelijk niet kan worden bevestigd.

	Buigtrek	sterkte (MP	a)	Dr	uksterkte (MI	Pa)
R²	CEM A (-A4, A10, A14 en A20)	CEM C	CEM D	CEM A (-A14)	CEM C	CEM D
Blaine (cm ² /g)	0,02	0,03	0,00	0,24	0,00	0,00
S _m (cm²/g)	0,00	0,11	0,01	0,00	0,02	0,01
n	0,08	0,10	0,01	0,05	0,00	0,03
PP (µm)	0,01	0,13	0,00	0,02	0,12	0,01
P80 (μm)	0,03	0,02	0,00	0,01	0,18	0,02
% (< 3 μm)	0,00	0,10	0,01	0,00	0,01	0,02
%(< 8 μm)	0,01	0,11	0,00	0,01	0,04	0,01
%(3-16 μm)	0,03	0,03	0,00	0,05	0,04	0,03
%(16-24 μm)	0,01	0,11	0,00	0,00	0,03	0,00
%(24-32 μm)	0,00	0,05	0,00	0,02	0,20	0,02
%(> 32 μm)	0,02	0,05	0,01	0,02	0,00	0,02
%(3-32 μm)	0,04	0,08	0,01	0,04	0,00	0,03
SMD (µm)	0,00	0,11	0,01	0,00	0,02	0,01
Sv (m²/cm³)	0,00	0,10	0,01	0,00	0,01	0,01
VMD (µm)	0,01	0,01	0,03	0,02	0,14	0,04
X10 (μm)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01
X50 (μm)	0,01	0,18	0,00	0,01	0,07	0,01
X90 (μm)	0,02	0,10	0,00	0,02	0,01	0,02
Distributiebreedte	0,01	0,17	0,00	0,01	0,02	0,03

Tabel 22: Correlatie R² (lineaire regressie) tussen fijnheids-/ distributieparameters en sterkte (buigtrek en druk).

De vaststellingen, opgedaan uit de literatuurstudie, worden hieronder besproken. Zij worden vermeld als stelling 1, stelling 2,

Stelling 1

Een verhoging van de SSA (Blaine) resulteert in een toename van zowel vroege als latere sterktes. [15]

De relatie tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte (buigtrek en druk) werd reeds onderzocht.

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

Stelling 2

Bij gelijke SSA neemt de druksterkte (Rilem) op alle leeftijden toe bij een stijging van de uniformiteitsfactor n (lees: een afname van de distributiebreedte) tot een waarde n gelijk aan 2. Voor een stijging van de uniformiteitsfactor n groter dan 2, zullen de sterktes slechts weinig toenemen en dit voor alle leeftijden. [13] Deze stelling kan niet worden onderzocht, gezien er voor CEM A, CEM C en CEM D geen groepen met constante Blaine- waarde kunnen worden opgemaakt, waarbij het aantal waarden in elke groep voldoende groot is. Hierbij moet worden vermeld dat de Blaine- waarden, voor de poging tot het maken van groepen, werden afgerond tot op 50 cm²/g.

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

Stelling 3

Bij gelijke SSA komt een stijging van de uniformiteitsfactor n overeen met een daling van de positieparameter PP, alsook een stijging in 2-,7- en 28- daagse druksterkte. Dit betekent dat bij een gelijke SSA een afname in distributiebreedte overeenkomt met een stijging in het aandeel van fijne deeltjes, alsook een stijging in druksterkte. [10]

Deze stelling kan, om dezelfde reden als beschreven bij stelling 2, niet worden onderzocht.

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

Stelling 4

Bij een gelijke uniformiteitsfactor n neemt de druksterkte af wanneer de positieparameter PP toeneemt en daarmee daalt ook de SSA. Dit betekent dat de druksterkte daalt wanneer de fijnheid van het cement daalt. [10]

Deze stelling zou wel onderzocht kunnen worden door de uniformiteitsfactor n af te ronden tot op één tiende en vervolgens grote groepen met voldoende data op te maken binnen CEM A, CEM C en CEM D. Hierbij stelt zich echter de voorwaarde dat er een matige tot sterke correlatie (R^2) is vereist tussen enerzijds de positieparameter PP en SSA (Blaine) en anderzijds de positieparameter PP en de druksterkte. Hoewel er voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14) en CEM C tussen de positieparameter PP en SSA (Blaine) respectievelijk een matige ($R^2 = 0,39$) en sterke ($R^2 = 0,73$) correlatie kan worden vastgesteld (Tabel 23), zijn de correlaties tussen de positieparameter PP en de druksterkte voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14) en CEM C respectievelijk zeer zwak ($R^2 = 0,02$) en zwak ($R^2 = 0,12$) (Tabel 22). Bijkomend zijn voor CEM D de correlaties, tussen enerzijds de positieparameter PP en SSA (Blaine) en anderzijds de positieparameter PP en druksterkte, beiden zeer zwak ($R^2 = 0,01$) (Tabel 22 en 23).

Hierbij moet worden opgemerkt dat de literatuurstudie [10] duidt op een exponentieel verband tussen de waarden voor de positieparameter PP en SSA. Hoewel dit geen invloed heeft op de correlatie (lineaire regressie) tussen de waarden voor de positieparameter PP en de druksterkte, worden de R²- waarden voor de correlaties (exponentieel verband) tussen de waarden voor de positieparameter PP en SSA bijkimend vermeld (Tabel 24). Uit Tabel 23 en Tabel 24 kan worden besloten dat er nagenoeg geen verschil is tussen de lineaire en exponentiele correlaties (R²).

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

Tabel 23: Correlatie R² (lineaire regressie) tussen enerzijds positieparameter PP en SSA (Blaine) en anderzijds uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine).

R ²		Blaine (cm ² /g)		
	CEM A (-A14)	CEM A (-A4, A10, A14 en A20)	CEM C	CEM D
PP (µm)	0,39	0,37	0,73	0,01
n	0,00	0,00	0,77	0,00

Tabel 24: Correlatie R² (exponentieel) tussen enerzijds positieparameter PP en SSA (Blaine) en anderzijds uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine).

P ² (avpapantical)		Blaine (cm ² /g)		
k (exponentieel)	CEM A (-A14)	CEM A (-A4, A10, A14 en A20)	CEM C	CEM D
PP (µm)	0,39	0,37	0,74	0,03
n	0,00	0,00	0,77	0,00

Stelling 5

Bij een constante positieparameter PP nemen de 2- en 7- daagse druksterktes af bij een toename van de uniformiteitsfactor n. [10]

Het is voor CEM A, CEM C en CEM D mogelijk om bij een constante positieparameter PP groepen met voldoende gegevens op te maken. Hierbij stelt zich de voorwaarde dat er een matige tot sterke correlatie (R^2) is vereist tussen enerzijds de uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine) en anderzijds de uniformiteitsfactor n en de druksterkte. CEM C heeft een sterke correlatie ($R^2 = 0,77$) tussen uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine) (Tabel 23). De correlatie tussen uniformiteitsfactor n en druksterkte daarentegen is zeer zwak (R^2 =0,00) (Tabel 22). Voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14) en CEM D zijn de correlaties tussen de uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine) beiden zeer zwak (R^2 = 0,00) (Tabel 23). Ook zijn voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- kaarde: A14) en CEM D de correlaties tussen de uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine) beiden zeer zwak (R^2 = 0,00) (Tabel 23). Ook zijn voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- kaarde: A14) en CEM D de correlaties tussen de uniformiteitsfactor n en SSA (Blaine) beiden zeer zwak (R^2 = 0,00) (Tabel 23). Ook zijn voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- kaarde: A14) en CEM D de correlaties tussen de uniformiteitsfactor n en druksterkte beiden zeer zwak (respectievelijk R^2 = 0,05 en R^2 = 0,03) (Tabel 22).

Hierbij moet opgemerkt dat de literatuurstudie [10] duidt op een exponentieel verband tussen de waarden voor de uniformiteitsfactor n en SSA. Hoewel dit geen invloed heeft op de correlatie (lineaire regressie) tussen de waarden voor de positieparameter PP en de druksterkte, worden de R²-waarden voor de correlaties (exponentieel verband) tussen de waarden voor de uniformiteitsfactor n en SSA bijkomend vermeld (Tabel 24). Uit Tabel 23 en Tabel 24 kan worden besloten dat er nagenoeg geen verschil is tussen de lineaire en exponentiele correlaties (R²).

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

Stelling 6

De SSA, de fractie 3-32 μ m en de uniformiteitsfactor n hebben een grote invloed op de sterkteontwikkeling (druk). De invloed van de fractie 3-32 μ m en de uniformiteitsfactor n is hoger voor cementen met hogere SSA (> 4000 cm²/g). [14]

De relatie tussen SSA (Blaine en S_m) en sterkte werd reeds onderzocht. Deze relatie kon niet worden bevestigd.

Bij de vorige stelling (stelling 5) werd reeds vastgesteld dat de correlatie tussen de uniformiteitsfactor n en de druksterkte zeer zwak is. Zo is ook de correlatie tussen de uniformiteitsfactor n en de buigtreksterkte zwak. De determinatiecoëfficiënt R² (lineaire regressie) voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blainewaarde: A14 en de uitschieters voor buigtreksterkte: A4, A10 en A20), CEM C en CEM D bedraagt respectievelijk 0,08, 0,10 en 0,01 (Tabel 22).

De invloed van de fractie 3-32 µm op de sterkte wordt vervolgens bestudeerd. De correlaties voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14 en de uitschieters voor buigtreksterkte: A4, A10 en A20), CEM C en CEM D tussen de fractie 3-32 µm en de buigtreksterkte zijn alle drie zeer zwak (respectievelijk $R^2 = 0,04$; $R^2 = 0,08$ en $R^2 = 0,01$) (Tabel 22). Zo ook zijn de correlaties tussen de fractie 3-32 µm en de druksterkte voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14), CEM C en CEM D alle drie zeer zwak (respectievelijk $R^2 = 0,04$, $R^2 = 0,04$, $R^2 = 0,00$ en $R^2 = 0,03$) (Tabel 22).

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

Stelling 7

De 3- en 7- daagse druksterkte (betonnen cilinders) wordt sterk beïnvloed door de fractie < 8 μm. [15]

Voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14), CEM C en CEM D zijn de correlaties tussen de fractie < 8 μ m en de druksterkte zeer zwak (respectievelijk R² = 0,01, R² = 0,04 en R² = 0,01) (Tabel 22).

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

Stelling 8

De 7d- druksterkte (betonnen cilinders) wordt beïnvloed door de verhouding C₃S/C₂S, de LSF, de positieparameter PP, de maaswijdte P80 met 80 % doorval en de fractie < 3 μ m. De fractie < 3 μ m doet de 7-d sterkte dalen. [16] [17]

De invloed van de chemisch-mineralogisch parameters, de verhouding C_3S/C_2S en LSF, op de druksterkte kunnen wij niet onderzoeken in deze masterproef.

De invloed van de positieparameter PP op de sterkte werd reeds in stelling 4 onderzocht. Deze was voor CEM A, CEM C en CEM D zwak tot zeer zwak.

De invloed van P80 en de fractie < 3 μ m op de druksterkte werd nog niet bestudeerd.

De invloed van P80 op de druksterkte is voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14), CEM C en CEM D respectievelijk zeer zwak ($R^2 = 0,01$), zwak ($R^2 = 0,18$) en zeer zwak ($R^2 = 0,02$) (Tabel 22). De invloed van de fractie < 3 µm op de druksterkte is voor CEM A (zonder de uitschieter voor Blaine- waarde: A14), CEM C en CEM D zeer zwak (respectievelijk $R^2 = 0,00$, $R^2 = 0,01$ en $R^2 = 0,02$) (Tabel 22).

BESLUIT: Deze relatie kan op basis van de resultaten, bekomen in deze masterproef, niet worden bevestigd.

6.8.3 SSA en PSD – Sterkte (meervoudige lineaire regressie)

Een laatste mogelijkheid voor het bestuderen van de relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte is door het opmaken van meervoudige lineaire regressiemodellen. Het doel is om aan de hand van dezelfde fijnheids- en PSD- parameters voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D een regressiemodel (met een betrouwbaarheid van 95 %) op te stellen waaruit de sterktes (buigtrek en druk) kunnen worden ingeschat. Indien een regressiemodel kan worden ontwikkeld, worden voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D de correlaties (lineaire regressie) tussen de sterktes, enerzijds bepaald door de sterkteproeven (NBN EN 196-1) en anderzijds door de regressiemodellen, onderzocht. Indien deze correlaties sterk (tot zeer sterk) zijn, wordt voor CEM A, CEM C en CEM D de invloed van de afzonderlijke parameters in het meervoudige lineaire regressiemodel onderzocht. Dit kan bijvoorbeeld door de hoeveelheid van een zekere fractie gradueel met 1 % te verhogen en de overeenkomstige toe- of afname (%) in sterkte te bestuderen.

De literatuurstudie [15] [16] [17] beschrijft verschillende meervoudige lineaire regressiemodellen opgemaakt in voorgaande studies die zich verdiepen in de relatie tussen de fijnheid en de sterkte van cement. Deze regressiemodellen worden weergegeven als vergelijkingen 6, 9, 14 en 17. Zij beschrijven, naast de chemisch-mineralogische parameters, die een sterke invloed hebben op de 7-d sterkte, de invloed van zekere fijnheids- en PSD- parameters op de 7-d druksterkte. Als fijnheidsparameter wordt de SSA (Blaine) vermeld. Voor de PSD-parameters worden de korrelgroottefracties < 3 μ m en < 8 μ m, P80 (de korreldiameter waarbij de doorval van materiaal 80 % bedraagt) en de positieparameter PP gerapporteerd.

Daarnaast willen wij een parameter, die de distributiebreedte van de PSD beschrijft, mee in de meervoudige lineaire regressiemodellen opnemen. Gezien de uniformiteitsfactor n een veelgebruikte waarde is voor het weergeven van de distributiebreedte, wordt deze ook in de regressiemodellen opgenomen. Daarnaast wordt ook de korrelgroottefractie 3-32 µm in de regressiemodellen opgenomen, gezien de literatuurstudie [14] [18] beschrijft dat deze fractie een zeer sterke invloed heeft op de sterkte.

Tenslotte wordt overwogen om de mediaan X₅₀ en de volume mean diameter (VMD) mee in de modellen op te nemen. Dit wordt als volgt verantwoord. Indien er toch één enkele waarde gebruikt moet worden voor het karakteriseren van de PSD, is het de mediaan X₅₀ [25]. Daarentegen is VMD de meest gebruikte waarde voor deze toepassing. [25]

Samengevat geeft dit de volgende paramaters waarmee de regressiemodellen kunnen worden samengesteld: SSA (Blaine), % (< 3 μ m), % (< 8 μ m), P80, PP, n, % (3-32 μ m), X₅₀ en VMD. Met % (< 3 μ m), % (< 8 μ m) en % (3-32 μ m) respectievelijk de korrelgroottefracties < 3 μ m, < 8 μ m en 3-32 μ m.

Vervolgens worden voor CEM A, CEM C en CEM D een reeks regressiemodellen in Microsoft Excel ontwikkeld. Het doel is, zoals reeds vermeld, om voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D een regressiemodel op te stellen op basis van dezelfde fijnheids- en PSD- parameters. Hierbij wordt rekening gehouden met de onderlinge correlaties tussen de individuele parameters, alsook met de correlaties tussen de individuele parameters en de sterkte (buigtrek en druk). Zo is er bijvoorbeeld een zeer sterke correlatie tussen de fractie 3-32 μ m en de uniformiteitsfactor n (Tabel 25 en Bijlage C), alsook tussen de mediaan X₅₀ en de fractie < 8 μ m. De zeer sterke correlatie tussen de mediaan X₅₀ en de fractie < 8 μ m is eenvoudig te verklaren door het feit dat de mediaan X₅₀ de korrelgrootte (μ m) geeft bij een doorval van materiaal gelijk aan 50 % en de korrelgroottefractie < 8 μ m bedraagt voor de onderzochte cementen ± 50 % (Tabel 26 en Bijlage C). De uniformiteitsfactor n en de fractie < 8 μ m krijgen de persoonlijke voorkeur boven respectievelijk de fractie 3-32 μ m en de mediaan X₅₀.

D ²		Uniformiteitsfactor n		
κ-	CEM A (-A14)	CEM A (-A4, A10, A14 en A20)	CEM C	CEM D
% (3-32 μm)	0,89	0,89	0,98	0,93

Tabel 25: Correlatie R^2 (lineaire regressie) tussen uniformiteitsfactor n en % (3-32 μ m).

Tabel 26: Correlatie R^2 (lineaire regressie) tussen mediaan X50 en % (< 8 μ m).

D ²		X ₅₀ (μm)		
n	CEM A (-A14)	CEM A (-A4, A10, A14 en A20)	CEM C	CEM D
% (< 8 μm)	1,00	1,00	0,97	0,99

De regressiemodellen worden zowel voor de druksterkte alsook de buigtreksterkte ontwikkeld. Wij bespreken eerst de regressiemodellen voor het inschatten van de druksterkte, vervolgens worden de modellen voor het inschatten van de buigtreksterkte toegelicht. De berekeningen zitten vervat in Bijlage A.

<u>Druksterkte</u>

Voor CEM A, CEM C en CEM D kon er geen meervoudige lineair regressiemodel worden opgesteld met dezelfde fijnheids- en PSD- parameters. Dit was echter essentieel om alsnog tot een algemeen besluit te komen voor de relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte. De reden waardoor het regressiemodel niet kon worden ontwikkeld, is in de eerste plaats de zwakke correlaties tussen de geselecteerde parameters en de druksterkte. Daarnaast kon er voor CEM D niet één meervoudig lineair regressiemodel worden opgesteld met de geselecteerde fijnheids- en PSD- parameters.

Voor CEM A (zonder zijn uitschieter voor Blaine- waarde, A14) en CEM C kon er wel een meervoudig lineair regressiemodel worden opgesteld met dezelfde fijnheids- en PSD- parameters, respectievelijk de vergelijkingen 50 en 51.

 $druk(CEM A) = 190,972 + 0,019Blaine - 49,994n - 3,297PP - 0,713P80 - 5,041\%(< 3\mu m)$ (50) $druk(CEM C) = -85,873 + 0,011Blaine - 14,753n + 12,196PP - 3,028P80 - 0,336\%(< 3\mu m)$ (51) Bij het opstellen van de meervoudige lineaire regressie wordt voor de nulhypothese H_0 en de alternatieve hypothese H_a het volgende gesteld:

- H₀: het model is niet aanvaardbaar, de coëfficiënten zijn in de populatie gelijk aan 0.
- H_a: in de populatie zijn niet alle coëfficiënten gelijk aan 0.

Bij een significantie (F-waarde) kleiner dan 0,05 (= 5 %, de modellen zijn opgesteld met een betrouwbaarheid gelijk aan 95 %) wordt de nulhypothese verworpen en het model aanvaard.

De significante F- waarden voor CEM A en CEM C bedragen respectievelijk 0,0025 (< 0,05) en 0,032 (< 0,05). Beide regressiemodellen, zie vergelijkingen 50 en 51, worden aanvaard. De determinatiecoëfficiënten R² (lineaire regressie) voor CEM A en CEM C bedragen respectievelijk 0,63 en 0,47. Dit wilt zeggen dat de correlaties tussen de sterktes enerzijds berekend door de regressiemodellen en anderzijds bepaald door de sterkteproeven (NBN EN 196-1) voor CEM A en CEM C respectievelijk matig tot sterk (R² = 0,63) en matig (R² = 0,47) zijn.

De significantie (F- waarde) voor CEM D bedraagt 0,059 (> 0,05) bij het opmaken van het regressiemodel met dezelfde parameters opgenomen in vergelijkingen 50 en 51. Het model wordt niet aanvaard.

Hogervermelde regressiemodellen zouden ook opgemaakt kunnen worden met de soortelijke oppervlakte S_m (laserdiffractie) in plaats van deze bepaald met de methode van Blaine. Dit werd echter niet nagegaan omwille van de zeer sterke correlaties tussen S_m en de fractie < 3 μ m, voor CEM A (zonder uitschieter A14: Blaine), CEM C en CEM D respectievelijk 0,98, 0,99 en 0,92 (Tabel 27 en Bijlage C). Uit Tabel 27 wordt besloten dat de S_m - waarde (laserdiffractie) sterk wordt beïnvloed door de aanwezigheid van fijn materiaal in de PSD.

	D ²	PP	< 3 µm	< 8 µm
	K -	(µm)	(%)	(%)
	CEM A (-A14)	0,72	0,98	0,92
S _m (cm²/g)	CEM C	0,82	0,99	0,97
	CEM D	0,07	0,92	0,60

Tabel 27: CEM A, CEM C en CEM D: Correlatie R² (lineaire regressie) tussen Sm (laserdiffractie) en positieparameter PP en de fracties < 3 μm en < 8 μm.

Buigtreksterkte

Voor CEM A, CEM C en CEM D kon er geen meervoudige lineair regressiemodel worden opgesteld met dezelfde fijnheids- en PSD- parameters. Net zoals bij de druksterkte is dit in de eerste plaats te verklaren door de zwakke correlaties tussen de geselecteerde parameters en de buigtreksterkte. Daarnaast kon er voor CEM D niet één meervoudig lineair regressiemodel worden opgesteld met de geselecteerde fijnheids- en PSD- parameters.

Aan de hand van dezelfde fijnheids- en PSD- parameters opgenomen in de meervoudige lineaire regressiemodellen (vergelijkingen 49 en 50) werd getracht om voor CEM A, CEM C en CEM D regressiemodellen op te stellen voor het inschatten van de buigtreksterktes. Voor CEM A werden de

uitschieters A14 (Blaine) en A4, A10 en A20 (buigtreksterktes) niet opgenomen. Voor zowel CEM A, CEM C en CEM D werden de regressiemodellen niet aanvaard. De significantie (F- waarde) bedraagt respectievelijk 0,592 (> 0,05), 0,079 (> 0,05) en 0,991 (> 0,05). De meervoudige lineaire regressiemodellen worden niet aanvaard.

<u>Conclusie</u>

Zowel voor de druksterkte, alsook voor de buigtreksterkte kon er geen meervoudig lineair regressiemodel worden opgemaakt met dezelfde fijnheids- en PSD- parameters voor zowel CEM A, CEM C en CEM D.

Hoofdstuk 7: Conclusie

7.1 Algemene besluiten

De relatie tussen de fijnheid van cement en de buigtrek- en druksterkte werd onderzocht door de invloed van de soortelijke oppervlakte SSA, bepaald met de permeabiliteitsmeter (Blaine) en door laserdiffractie, op de druk- en buigtreksterktes van mortelbalkjes te bestuderen aan de hand van de correlaties (lineaire regressie) tussen enerzijds de SSA- waarden en druksterktes en anderzijds tussen de SSA- waarden en de buigtreksterktes. Zowel voor CEM A, CEM C en CEM D kon, op basis van de gegevens bekomen in deze masterproef, de relatie tussen SSA (Blaine en laserdiffractie) en sterkte (buigtrek en druk) niet worden bevestigd.

Vervolgens werd het onderzoek naar de invloed van de fijnheid van cement op zijn sterkte uitgebreid met de korrelgroottedistributies (PSD), bekomen door laserdiffractie, van de onderzochte cementstalen. In de literatuurstudie (Hoofdstuk 4) van voorgaande studies, die de relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte bestudeerden, werd tot een aantal vaststellingen gekomen. Deze vaststellingen konden niet worden bevestigd door de gegevens bekomen in dit onderzoek.

Tenslotte werd getracht de relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte te staven aan de hand van meervoudige lineaire regressiemodellen. Voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D werd onderzocht of meervoudige lineaire regressiemodellen, bestaande uit dezelfde fijnheids- en PSD- parameters (Blaine, n, PP, P80 en % (< 3 μ m)), konden worden opgesteld voor het inschatten van de sterktes (buigtrek en druk). Ook dit was zonder resultaat. De beschreven meervoudige lineaire regressiemodellen werden niet aanvaard.

De relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte (buigtrek en druk) werd door de drie hogervermelde methodes onderzocht. Aan de hand van de resultaten bekomen in deze masterproef wordt besloten dat de relatie tussen de fijnheid van cement en zijn sterkte niet kan worden bevestigd, hoewel de literatuurstudie uitwees dat deze relatie wel degelijk bestaat.

7.2 Discussie

In deze masterproef werden een aantal aannamen gedaan om tot resultaten te komen.

Een eerste aanname betreft het afwegen van de cementmassa's voor het beproeven volgens de Blainemethode. De norm NBN EN 196-6 beschrijft dat voor elk te onderzoeken cement zijn massa berekend moet worden op basis van onder meer zijn volumemassa. Voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D werden van zes van de eerste respectievelijk drieëntwintig, veertien en elf stalen, van in totaal vierentwintig onderzochte stalen, de gemiddelde volumemassa bepaald. Deze volumemassa werd voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D vergeleken met een zevende staal en gerapporteerd als de gemiddelde volumemassa. Hiertegen kan worden ingebracht dat de soortelijke oppervlakte bepaald door laserdiffractie, welke een veel toegepaste niet-genormeerde methode is in de cementindustrie, ook wordt berekend als het quotiënt van een berekende volume gerelateerde waarde (S_v) en de opgegeven densiteit. Deze densiteit is eveneens een gemiddelde waarde voor het onderzochte cement.

Als tweede discussiepunt kan hiertegen worden ingebracht dat er in de norm NBN EN 196-6 wordt beschreven dat, indien de te beproeven cementen pure portlandcementen (CEM I) zijn, er een gemiddelde

waarde voor de volumemassa gelijk aan 3,15 g/cm³ mag worden verondersteld. Hierbij worden fouten bekomen van een grootteorde tot 1 %. De bestudeerde cementen in deze masterproef zijn van het type CEM I (portlandcementen).

Een tweede aanname betreft de dimensies van de mortelbalkies. Hierbij werd verondersteld dat de dimensies van deze prisma's na ontkisten uniform zijn en waarden hebben zoals in de norm NBN EN 196-1 wordt beschreven (40 mm x 40 mm x 160 mm). In realiteit moet dit worden genuanceerd. De onderzochte cementen zijn zeer fijne cementen, die worden gekarakteriseerd door hevige vroegtijdige hydratiereacties die de nodige warmte genereren en ook krimp induceren. Wanneer wij voor bijvoorbeeld staal C7 (met een druksterkte van 53,2 MPa) voor de hoogte en breedte van het mortelbalkje achtereenvolgens een verschil door krimp veronderstellen van twee keer 1 mm en twee keer 0,5 mm, wordt een verschil in druksterkte verkregen van respectievelijk 5,19 % (2,8 MPa) en 2,55 % (1,4 MPa). Hierbij kan worden opgemerkt dat de stalen voor elk cement CEM A, CEM C en CEM D eenzelfde gemiddelde krimp zullen ondergaan. Hierdoor zal voor elk cementstaal de sterktewaarde met een nagenoeg constante waarde toenemen, welke nagenoeg geen effect heeft op de correlatie tussen bijvoorbeeld de Blaine- waarde en sterkte. Gezien er in het hogervermelde verhaal wordt uitgegaan van een 'worst case scenario' met betrekking tot de verkorting van een mortelprisma, berekenen wij op basis van de geregistreerde Belgische norm NBN EN 1992-1-1:2005 (Eurocode 2) volgens bijlage B.2 (Basisformules voor het bepalen van de verkorting ten gevolge van uitdrogingskrimp) [31] de werkelijke benaderde krimp. Deze berekening zit vervat in Bijlage A. Voor zowel CEM A, CEM C en CEM D wordt een rek van 0,056 % berekend. Dit komt voor de breedte (40 mm) en hoogte (40 mm) van het prisma overeen met een verkorting van 0,022 mm.

Tijdens het ontkisten werden geen beduidende onregelmatigheden in de dimensies waargenomen. Wij willen hierbij benadrukken dat het hoogteverschil, dat hierna wordt besproken, los staat van de krimp, maar werd geïntroduceerd door het vervaardigen van de prisma's. Realistisch gezien, kan worden aangenomen dat de prisma's na ontkisten onderling maximaal 1 mm in hoogte kunnen verschillen. Dit komt voor staal C7 overeen met een verschil van 1,25 % (0,7 MPa) in druksterkte en een verschil van 5,19 % (0,5 MPa) in buigtreksterkte.

Tenslotte willen wij over dit onderwerp nog melden dat er, voor bijvoorbeeld staal C7, een verschil in druksterkte is van 6,1 MPa tussen de (twee van de zes) prismahelften met de laagste en hoogste waarde voor druksterkte. Voor de buigtreksterkte bedraagt dit verschil 1,4 MPa. Nochtans zijn er voor elk onderzocht cementstaal drie prisma's (zes prismahelften) vervaardigd van een homogeen mortelmengsel. Mogelijk kunnen de verschillen in druksterkte oplopen tot 3 MPa, indien voor eenzelfde cementstaal de druksterkteproeven worden herhaald. Om een notie te krijgen van het verschil in druksterke tussen verscheidene druksterktebeproevingen op eenzelfde cementstaal, dient de standaarddeviatie voor repeatability (herhaalbaarheid) te worden bepaald. Deze kon binnen het tijdsbestek van deze masterproef niet meer worden uitgevoerd.

Een overig punt ter discussie is het feit dat de luchtpermeabiliteitsbeproeving (Blaine) een zeer gebruikersgevoelige beproeving is. Doorslaggevende factoren, naast het correct afwegen van de te beproeven cementmassa's op 0,001 g nauwkeurig, zijn de duimdruksterkte van de operator tijdens het verdichten van de afgewogen cementmassa, alsook de correcte tijdsopmeting tijdens de beproeving. Voor

de permeabiliteitsproef (Blaine) werd een standaarddeviatie voor repeatability (herhaalbaarheid) gelijk aan 41,11 cm²/g vastgesteld voor een staal met een gemiddelde soortelijke oppervlakte (Blaine) gelijk aan 5216 cm²/g.

Als voorlaatste punt ter discussie willen wij erop wijzen dat de literatuurstudie [15] [16] [17] vermeldt dat de 7-d sterkte, naast de fijnheid van het cement, ook sterk wordt beïnvloed door de chemischmineralogische samenstelling, waaronder de verhouding C₃S/C₂S en de lime saturation factor (kalkverzadigingsfactor) LSF. Hierbij moet worden vermeld dat de variaties in de fijnheids- en distributieparameters in het onderzoek van zowel Tsivilis e.a. [16], alsook Garcia-Casillas e.a. [17] van ongeveer dezelfde grootteorde waren als de fijnheids- en distributieparameters bestudeerd in deze masterproef. Zij kwamen wel tot resultaten. Dit kan worden verklaard, doordat zij de chemisch-mineralogische structuur mee in hun onderzoek opnamen. Dit is een zeer sterke indicatie dat voor het bestuderen van de 7-d sterkte, gebaseerd op alleen de soortelijke oppervlakte (Blaine) en de PSD, het zeer belangrijk is om beduidende variaties in de waarden voor de soortelijke oppervlakte (Blaine) en PSD vast te stellen.

Tenslotte willen wij naar voren brengen dat de tijdspanne, waarin de staalnamen van drie keer dertig cementmonsters werden uitgevoerd, één tot twee maanden bedraagt. Deze tijdspanne is mogelijk te klein om schommelingen van voldoende grootte vast te stellen. Hierdoor zijn de variaties voor de soortelijke oppervlakte (Blaine) en sterkte mogelijk te klein om het verband tussen beiden te bestuderen.

7.3 Voorstellen voor verder onderzoek

Gezien de vraag zich stelt of de schommelingen in de staalnamen voldoende groot zijn in een tijdspanne van één tot twee maanden, stellen wij voor om in plaats van een beperkt aantal stalen van drie cementen te verzamelen in een tijdspanne van ongeveer twee maanden, een groot aantal monsters van één cement te verzamelen en dit over een grotere tijdspanne tot ongeveer vier à vijf maanden (rekening houdende met het in praktijk op tijd kunnen voltooien van de masterproef). Naast het bestuderen van de relatie tussen de Blaine- waarde en sterkte (mortelbalkjes) kan ook een poging worden ondernomen voor het opstellen van een mathematisch model, waarin zekere fijnheids- en korrelgroottedistributieparameters zijn opgenomen, voor het inschatten van de 7-d druksterkte (betonnen proefstukken). Dit mathematisch model biedt de prefabrikanten die meewerken aan het eindwerk de mogelijkheid om de sterkte, en ook kwaliteit, van hun producten met een eenvoudige en snelle methode in te schatten.

Referenties

- 1. NBN EN 197-1. (2011). *Cement, Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements*. Brussel: Bureau voor Normalisatie.
- 2. Ladang, C. & Xhonneux, C. (2006, vierde druk). *Betontechnologie*. Brussel: Belgische Betongroepering.
- Shetty, M. S. (1982). Concrete Technology: Theory and Practice. New Delhi: S. Chand & Company Pvt. Ltd. Geraadpleegd op 6 maart 2014 via http://books.google.be/books?hl=nl&lr=&id=okWri9L-S6EC&oi=fnd&pg=PA6&dq=Jet+mill+grinding+of+portland+cement,+limestone,+and+fly+ash:+Im pact+on+particle+size,+hydration+rate,+and+strength&ots=MOvqurkGta&sig=ItBlJ47_sZ8xfpgdR Kmh-bhnlfs&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false
- Taylor, H.F.W. (1997). Cement Chemistry: Second Edition. London: Thomas Telford Publishing. Geraadpleegd op 17 december 2013 via http://books.google.be/books?hl=nl&lr=&id=1BOETtwi7mMC&oi=fnd&pg=PA1&dq=Portland+Ce ment+Manufacturing.+Mineral+Products+Industry&ots=6XzdPz_RsE&sig=8FA9azezD1ik_MdY4Q HR8HS0QTc&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false
- 5. Huberty, J.M. (1995). *MEMENTO: Cement Beton*. (Vertaald door M. De Backer). Brussel: Federatie van de Belgische Cementnijverheid.
- QCL Group. (1995, August). QCL Group Technical Note: Paricle Size Distribution of Cement. Pp. 1-3. Geraadpleegd op 8 maart 2014 via http://svc225.wic023v.serverweb.com/gcl/pdf files/Cem part.pdf
- 7. Osbaeck, B. & Johansen, V. (1989). Particle Size Distribution and Rate of Strength Development of Portland Cement. *Journal of the American Ceramic Society, Vol. 72*, Issue 2, pp. 197–201.
- 8. Ellerbrock, H.G., Sprung, S. & Kuhlmann, K. (1990). Particle size distribution and properties of cement, Part III: Influence of the grinding process. *ZEMENT-KALK-GIPS, 3*, pp. 55-58. (Translation of ZKG, No. 1/90, pp.13-19).
- 9. Bye, G. C. (1999). Portland Cement, second edition. London: Thomas Telford Limited. Geraadpleegd op 8 maart 2014 via http://books.google.be/books?id=W8oYW15gH18C&pg=PA77&lpg=PA77&dq=RRSB+plotting+ce ment&source=bl&ots=G9JG41_6GR&sig=FSyMwLBL9vhmeZ0PGMrJqAFVsK8&hl=nl&sa=X&ei=9Z SfUq_HMYSPswbEhICQCA&ved=0CC0Q6AEwAA#v=onepage&q=RRSB%20plotting%20cement&f= false
- Kuhlmann, K., Ellerbrock, H.G. & Sprung, S. (1985, April). Korngröβenverteilung und Eigenschaften von Zement, Teil I: Festigkeit von Portlandzement. *ZEMENT-KALK-GIPS, 38,* 4, pp. 169-178.
- 11. The RRSB particle size distribution. (2012, 3 April). Geraadpleegd op 4 december 2013 via http://wp.libpf.com/?p=555
- 12. Hraste, M. & Bezjak, A. (1974). A NEW APPROACH TO THE STUDY OF THE INFLUENCE OF CEMENT FINENESS ON THE STRENGTH OF CEMENT MORTARS. *CEMENT and CONCRETE RESEARCH, Vol. 4,* No. 6, pp. 915-923.
- 13. Frigione, G. & Marra, S. (1976). RELATIONSHIP BETWEEN PARTICLE SIZE DISTRIBUTION AND COMPRESSIVE STRENGTH IN PORTLAND CEMENT. *CEMENT and CONCRETE RESEARCH*, 6, pp. 113-128.

- 14. Tsivilis, S., Tsimas, S., Benetatou, A. & Haniotakis, E. (1990). Study on the contribution of the fineness on cement strength. *ZEMENT-KALK-GIPS, Vol. 43*, Issue 1, pp. 26-29.
- 15. Zhang, Y.M. & Napier-Munn, T.J. (1995). Effects of particle size distribution, surface area and chemical composition on Portland cement strength. *Powder Technology, Vol. 83*, Issue 3, pp. 245–252.
- 16. Tsivilis, S. & Parissakis, G. (1995). A MATHEMATICAL MODEL FOR THE PREDICTION OF CEMENT STRENGTH. *Cement and Concrete Research*, Vol. 25, No. 1, pp. 9-14.
- 17. Garcia-Casillas, P.E., Martinez, C.A., Montes, H.C. & Garcia-Luna, A. (2007). Prediction of Portland Cement Strength Using Statistical Methods. *Materials and Manufacturing Processes, 22*, Issue 3, pp. 333-336.
- 18. Celik, I.B. (2009). The effects of particle size distribution and surface area upon cement strength development. *Powder Technology, 188,* pp. 272-276.
- 19. NBN EN 196-6. (2010). *Methods of testing cement, Part 6: Determination of fineness*. Brussel: Bureau voor Normalisatie.
- 20. NBN EN 196-1. (2005). *Methods of testing cement, Part 1: Determination of strength*. Brussel: Belgisch instituut voor normalisatie (BIN).
- 21. Sympatec HELOS. (z.j.). Geraadpleegd op 25 januari 2014 via http://www.sympatec.com/EN/LaserDiffraction/HELOS.html
- 22. Sympatec RODOS. (z.j.). Geraadpleegd op 25 januari 2014 via http://www.sympatec.com/EN/LaserDiffraction/RODOS.html
- 23. Sympatec VIBRI. (z.j.). Geraadpleegd op 25 januari 2014 via http://www.sympatec.com/EN/Accessory/VIBRI.html
- 24. Sympatec Laser Diffraction. (z.j.). Geraadpleegd op 26 januari 2014 via http://www.sympatec.com/EN/LaserDiffraction/LaserDiffraction.html
- 25. HORIBA. (2012). HORIBA Scientific: A GUIDEBOOK TO PARTICLE SIZE ANALYSIS. Geraadpleegd op 21 maart 2014 via https://www.horiba.com/fileadmin/uploads/Scientific/eMag/PSA/Guidebook/pdf/PSA_Guidebo ok.pdf
- 26. Ferraris, C.H., Hackley, V. & Avilés, A.I. (2004, December). Measurement of Particle Size Distribution in Portland Cement Powder: Analysis of ASTM Round Robin Studies. *Cement, Concrete and Aggregates, Vol. 26*, No. 2, pp. 1-11. Geraadpleegd op 8 maart 2014 via http://fire.nist.gov/bfrlpubs/build04/PDF/b04040.pdf
- 27. Sympatec Particle Size Distribution. (z.j.). Geraadpleegd op 29 april 2014 via http://www.sympatec.com/EN/Science/Characterisation/02_ParticelSizeDistribution.html
- 28. Sympatec Model Distribution. (z.j.). Geraadpleegd op 29 april 2014 via http://www.sympatec.com/EN/Science/Characterisation/03_ModelDistribution.html
- 29. Sympatec Moments. (z.j.). Geraadpleegd op 29 april 2014 via http://www.sympatec.com/EN/Science/Characterisation/04_Moments.html
- 30. Sympatec Volume Mean Diameter. (z.j.). Geraadpleegd op 30 april 2014 via http://www.sympatec.com/EN/Software/FAQs/02_Calc_Results/0201_VMD_Formula.html
- 31. Eurocode 2. (2005). Ontwerp en berekening van betonconstructies, Deel 1-1: Algemene regels en regels voor gebouwen (+AC:2010). Brussel: Bureau voor Normalisatie.

Bijlage A. Metingen, berekeningen, resultaten en afbeeldingen

De metingen, berekeningen, resultaten en afbeeldingen zitten vervat op de cd-rom.



Bijlage B. Sterktes (buigtrek en druk)

Figuur 39: Sterktes (buigtrek en druk) voor CEM A.



Figuur 40: Sterktes (buigtrek en druk) voor CEM C.



Figuur 41: Sterktes (buigtrek en druk) voor CEM D.

|--|

Tabel 28: Correlaties R² (lineaire regressie) voor CEM A. De correlaties met de buigtreksterkte zijn zonder de uitschieters A14 (Blaine), A4, A10 en A20 (buigtreksterkte). De correlaties met de druksterkte, alsook de overige correlaties, zijn zonder de uitschieters A14 (Blaine).

n2	Blaine	Buigtrek	Druk	S _m	c	дд	P80	< 3 µm	< 8 µm	3-32 μm	UMD	X ₅₀	SPAN
z	(cm²/g)	(MPa)	(MPa)	(cm²/g)	(cm²/g)	(mµ)	(mŋ)	(%)	(%)	(%)	(mµ)	(mµ)	(-)
Blaine (cm²/g)	1												
Buigtrek (MPa)	0,02	τ											
Druk (MPa)	0,24	0,32	1										
S _m (cm ² /g)	0,54	00'0	0,00	1									
E	00'0	0,08	0,05	0,01	1								
PP (µm)	0,39	0,01	0,02	0,72	0,32	T							
P80 (µm)	0,04	6,03	0,01	0,13	0,10	0,11	1						
% (< 3 µm)	0,52	00'0	00'0	86'0	00'0	0,57	0,11	1					
(mµ 8 <) %	0,52	0,01	0,01	0,92	0,11	0,92	0,10	0,83	1				
% (3-32 µm)	0,02	0,04	0,04	0,01	0,89	0,17	0,04	0,07	0,02	1			
(mµ) UMV	0,33	0,01	0,02	0,65	0,42	86'0	0,18	0,50	0,85	0,24	1		
X ₅₀ (μm)	0,52	0,01	0,01	06'0	0,13	6,03	0,11	0,80	1,00	0,03	0,88	1	
SPAN (-)	0,22	0,01	0,01	0,26	0,55	00'0	0,03	0,38	0,10	0,75	0,00	0,09	1

SPAN	(-)													1
X_{50}	mµ)												1	0,85
VMD	(mµ)											1	0,03	0,05
3-32 µm	(%)										1	0,08	0,77	0,92
< 8 µm	(%)									1	0,84	0,01	0,97	0,84
< 3 µm	(%)								1	0,94	6,93	00'0	0,91	0,88
P80	(mµ)							1	0,01	00'0	0,12	0,95	0,01	0,07
ΡР	(µm)						1	0,09	0,76	06'0	0,59	0,12	0,89	0,61
u	(cm²/g)					1	0,54	0,15	0,86	0,79	0,98	0,12	0,72	06'0
S _m	(cm²/g)				1	0,83	0,82	0,00	0,99	0,97	0,89	0,00	0,93	0,86
Druk	(MPa)			1	0,02	00'0	0,12	0,18	0,01	0,04	00'0	0,14	0,07	0,02
Buigtrek	(MPa)		τ	0,06	0,11	0,10	0,13	0,02	0,10	0,11	80'0	0,01	0,18	0,17
Blaine	(cm ² /g)	τ	£0'0	00'0	0,86	77,0	0,73	0,01	0,86	88'0	0,82	00'0	0,77	0,71
D2	4	Blaine (cm²/g)	Buigtrek (MPa)	Druk (MPa)	S _m (cm²/g)	c	PP (µm)	P80 (µm)	% (< 3 µm)	(с 8 µm)	% (3-32 µm)	VMD (µm)	X ₅₀ (μm)	SPAN (-)

Tabel 29: Correlaties R² (lineaire regressie) voor CEM C.

SPAN	(-)													H
X ₅₀	(hm												1	0,12
VMD	(mµ)											1	0,01	0,41
3-32 µm	(%)										1	0'20	0,19	0,91
< 8 אש	(%)									1	0,14	0,02	0,99	60'0
< 3 µm	(%)								1	0,42	0,52	0,03	0,49	0,37
P80	(mµ)							1	0,17	0,03	0,64	0,49	0,01	0,76
ЬР	(mµ)						1	0,66	00'0	0,47	0,11	0,28	0,39	0,18
ч	(cm²/g)					1	0,18	0,68	0,29	0,05	0,93	0,72	0,08	0,84
S _m	(cm²/g)				1	0,11	0,07	0,02	0,92	0,60	0,29	0,00	0,66	0,17
Druk	(MPa)			1	0,01	0,03	0,01	0,02	0,02	0,01	0,03	0,04	0,01	0,03
Buigtrek	(MPa)		τ	0,01	0,01	0,01	00'0	00'0	0,01	00'0	0,01	6,03	00'0	00'0
Blaine	(cm ² /g)	τ	00'0	00'0	0,43	00'0	£0'0	0,01	0,35	60'0	0,04	6,03	0,10	00'0
D2	2	Blaine (cm²/g)	Buigtrek (MPa)	Druk (MPa)	S _m (cm ² /g)	Ľ	PP (µm)	P80 (µm)	% (< 3 μm)	(uπ 8 >) %	% (3-32 µm)	(mu) (MDV	X ₅₀ (μm)	SPAN (-)

Tabel 30: Correlaties R² (lineaire regressie) voor CEM D.

Auteursrechtelijke overeenkomst

Ik/wij verlenen het wereldwijde auteursrecht voor de ingediende eindverhandeling: De relatie tussen de fijnheid van cement en de druk-/buigtreksterkte van mortelbalkjes

Richting: master in de industriële wetenschappen: bouwkunde Jaar: 2014

in alle mogelijke mediaformaten, - bestaande en in de toekomst te ontwikkelen - , aan de Universiteit Hasselt.

Niet tegenstaand deze toekenning van het auteursrecht aan de Universiteit Hasselt behoud ik als auteur het recht om de eindverhandeling, - in zijn geheel of gedeeltelijk -, vrij te reproduceren, (her)publiceren of distribueren zonder de toelating te moeten verkrijgen van de Universiteit Hasselt.

Ik bevestig dat de eindverhandeling mijn origineel werk is, en dat ik het recht heb om de rechten te verlenen die in deze overeenkomst worden beschreven. Ik verklaar tevens dat de eindverhandeling, naar mijn weten, het auteursrecht van anderen niet overtreedt.

Ik verklaar tevens dat ik voor het materiaal in de eindverhandeling dat beschermd wordt door het auteursrecht, de nodige toelatingen heb verkregen zodat ik deze ook aan de Universiteit Hasselt kan overdragen en dat dit duidelijk in de tekst en inhoud van de eindverhandeling werd genotificeerd.

auteur(s) van de eindverhandeling identificeren en zal Universiteit Hasselt zal mij als geen wijzigingen aanbrengen aan de eindverhandeling, uitgezonderd deze toegelaten door deze overeenkomst.

Voor akkoord,

Lenders, Peter

Datum: 5/06/2014