

Primljen / Received: 16.11.2012.

Ispravljen / Corrected: 15.2.2013.

Prihvaćen / Accepted: 21.2.2013.

Dostupno online / Available online: 15.3.2013.

Reološki parametri svježih betona – usporedba reometara

Autori:



Andraž Hočevar, univ.dipl.ing.građ.
Igmata d.d.
Building materials Institute
andraz.hocevar@igmat.eu



Mr.sc. **Franci Kavčič**, univ. dipl.ing.građ.
Igmata d.d.
Building materials Institute
franci.kavcic@igmat.eu



Prof.dr.sc. **Violeta Bokan-Bosiljkov**, dipl.ing.građ.
Sveučilište u Ljubljani
Fakultet građevinarstva i geodezije
violeta.bokan-bosiljkov@fgg.uni-lj.si

Prethodno priopćenje

Andraž Hočevar, Franci Kavčič, Violeta Bokan-Bosiljkov

Reološki parametri svježih betona – usporedba reometara

U radu se prikazuje usporedba reoloških parametara 26 različitih svježih betona mjerenih pomoću dva koaksijalna cilindrična reometra ConTec Viscometer 5 i ICAR Rheometer. Provedeno je i mjerenje konzistencije slijeganjem i konzistencije rasprostiranjem. Statističke analize dobivenih rezultata pokazuju dobru korelaciju između dva reometra za granicu tečenja i plastičnu viskoznost. Provedenim istraživanjem ustanovljena je jaka korelacija između granice tečenja i obradivosti te slaba korelacija između obradivosti i plastične viskoznosti.

Ključne riječi:

reologija, svježi beton, reometri, usporedba, analiza varijance

Preliminary note

Andraž Hočevar, Franci Kavčič, Violeta Bokan-Bosiljkov

Rheological parameters of fresh concrete – comparison of rheometers

The comparison of rheological parameters for 26 different types of fresh concrete, measured with two co-axial cylinder rheometers ConTec Viscometer 5 and ICAR Rheometer, is presented in the paper. The consistency by slump test and flow table test was also measured. Statistical analyses of results show good correlation between the two rheometers for the yield stress and plastic viscosity. During this study, a strong correlation was established between the yield stress and workability, while the correlation is weak between the workability and plastic viscosity.

Key words:

rheology, fresh concrete, rheometers, comparison, analysis of variance

Vorherige Mitteilung

Andraž Hočevar, Franci Kavčič, Violeta Bokan-Bosiljkov

Rheologische Parameter frischen Betons – Rheometervergleich

In der vorliegenden Arbeit ist der Vergleich rheologischer Parameter 26 verschiedener Mischungen frischen Betons dargestellt, die durch Messungen mit Hilfe zwei koaxialer zylindrischer Rheometer (ConTec Viscometer 5 und ICAR Rheometer) ermittelt worden sind. Außerdem sind Konsistenzmessungen mittels Slump-Tests und Ausbreitversuche durchgeführt worden. Die statistische Analyse der erhaltenen Resultate weist auf eine zufriedenstellende Korrelation der zwei Rheometer in Bezug auf die Streckgrenze und auf die plastische Viskosität hin. Durch die gegebene Studie ist eine bedeutende Korrelation der Streckgrenze und der Verarbeitbarkeit, sowie eine schwache Korrelation der Verarbeitbarkeit und der plastischen Viskosität festgestellt worden.

Schlüsselwörter:

Rheologie, frischer Beton, Rheometer, Vergleich, Varianzanalyse

1. Uvod

Tijekom vremena je utvrđeno da je obradljivost svježeg betona složeno svojstvo. Kao što je istaknuto od strane Tattersalla i Banfilla [1], ispitivanja obradljivosti mogu biti varljiva i nisu jednoznačna. Oni ispitivanja obradljivosti dijele na tri razine. Na prvoj se razini ispitivanja opisuju samo komparativnim izrazima temeljenim većinom na subjektivnoj procjeni, poput visokoobradivog, polusuhog i sl. Druga se razina temelji na empirijskim ispitivanjima poput konzistencije slijeganjem, konzistencije rasprostiranjem, Vebe postupka itd., koji su prisutni dugi niz godina i još uvijek su u širokoj upotrebi. Ta ispitivanja u velikoj su mjeri ovisna o ispitivaču. Sljedeća, odnosno treća razina bazira se na određivanju temeljnih fizikalnih veličina. Vrijednosti dobivene tim ispitivanjima su nezavisne od geometrije i drugih svojstava aparature kojom se određuju. To znači da će se dva materijala s jednakim konstantama ponašati na jednak način. Velik broj različitih pristupa korišten je da bi se pronašao prikladno ispitivanje treće razine i pokazalo se da najviše obećavaju ona temeljena na reološkim mjernim postupcima [1].

Za mjerenje reoloških parametara svježeg betona nije moguće direktno primijeniti reološke mjerne postupke korištene u ostalim granama industrije. Potrebno je modificirati mjernu opremu i teorijske modele kako bismo ih prilagodili za ispitivanje betona, koji je posebna vrsta fluida. Različiti istraživači razvili su razna reološka ispitivanja za betone. Najpoznatiji su koaksijalni cilindrični reometri, reometri s dvije paralelne ploče i reometri s lopaticama različitih geometrijskih svojstava [2]. Ono što je bitno jest to da se pomoću takvih uređaja mogu odrediti temeljne veličine. Ipak, to nije uvijek moguće zbog složene geometrije nekih vrsta lopatica i cilindara. Za neke su uređaje osmišljeni procesi kalibracije kako bi se dobili podaci o temeljnim veličinama, dok se kod nekih temeljne veličine mogu izračunati [3]. Za određivanje temeljnih veličina na osnovi mjerenja momenta torzije i brzine vrtnje treba uzeti u obzir geometriju ispitne opreme i napraviti neke pretpostavke [4]. Budući da različiti uređaji imaju različitu geometriju, ne može se izravno uspoređivati svojstva koja su njima određena. Napravljene su različite usporedbe kako bi se dobila korelacija između svojstava određenih različitim uređajima [2, 5, 6] i na taj način unaprijedila znanja o reologiji betona. Otkrivene korelacije pokazale su se obećavajućim [7], ali situacija ipak nije savršena. Potrebno je poraditi na materijalu za kalibraciju uređaja jer ulje je prihvatljivo za kalibraciju plastične viskoznosti, ali ipak nije zrnati materijal poput betona [5].

U ovom su radu uspoređeni rezultati dvaju različitih reometara za beton, neprenosivi reometar ConTec Viscometer 5 i prenosivi ICAR Rheometer. Proizvođač prvog navedenog je ConTec / Steyputaekni ehf iz Islanda, a drugog Germann Instruments. Usporedba je provedena u laboratoriju Građevinskog i geodetskog fakulteta Sveučilišta u Ljubljani, u kojem su mješavine betona simultano ispitivane. ICAR reometar, čije je korištenje omogućio Institut IGMAT, još uvijek nije spomenut u dostupnoj literaturi vezanoj uz rezultate usporedbe reometara za beton [2, 5, 6].

2. Reologija svježeg betona

Osnovna definicija reologije govori da je reologija znanost o deformacijama i tečenju tvari. Bavi se odnosima između naprezanja, deformacija, brzine deformacije i vremena te predstavlja široku granu znanosti. Reološka svojstva betona su složena, kako u svježem, tako i u očvrslom stanju [1]. U ovom se radu razmatra samo svježi beton. Njegovo tečenje je vrlo komplicirano zbog složene suspenzije čestica. Čestice krupnog agregata raspršene su u mortu, unutar morta čestice sitnog agregata raspršene su u cementnoj pasti, a unutar cementne paste čestice cementa raspršene su u vodi. To je razlog što se reološko ponašanje svježeg betona ne može opisati Newtonovom funkcijom viskoznosti koja je najjednostavnija jednadžba za opisivanje tečenja tekućina. Općenito, možemo koristiti Binghamov model koji je najjednostavniji oblik nenjutnova modela te je uglavnom zadovoljavajući za opisivanje ponašanja običnog betona. Međutim, neki tipovi betona, posebno samozbijajući beton, vrlo se različito ponašaju [3, 8] pa njihova svojstva opisujemo drugačijim modelima [9]. Krivulja tečenja Binghamova modela je linearna kao i Newtonova, ali ne prolazi kroz ishodište, već postoji odsječak na osi naprezanja. Taj odsječak ukazuje na postojanje naprezanja, odnosno granično naprezanje koje je potrebno da bi se dogodilo tečenje. Binghamova jednadžba (1) može se zapisati, prema [1], kao:

$$\tau = \tau_0 + \mu \cdot \dot{\gamma} \quad (1)$$

gdje je:

- τ - posmično naprezanje [Pa]
- τ_0 - granica tečenja materijala [Pa]
- $\dot{\gamma}$ - brzina smicanja [s^{-1}]
- μ - plastična viskoznost [Pa·s]

Granica tečenja i plastična viskoznost su konstante potrebne za opisivanje svojstava tečenja. Ta jednadžba nije izravno primjenjiva kao metoda mjerenja. Izuzev tih, mogu se postaviti i druge primjenjive jednadžbe. Može se pronaći rješenje kojim se opisuje ponašanje Binghamovog materijala između rotirajućih cilindara ili u cijevi što se može primijeniti pri mjerenjima u koaksijalnim cilindričnim viskozimetrima. U sustavu dvaju koaksijalnih cilindara mjeri se moment potreban da bi se spriječilo okretanje jednog od cilindara (obično se rotira samo jedan cilindar). Na dijagramu se prikazuje odnos između izmjerenog momenta torzije i kutne brzine rotirajućeg cilindra. Na temelju toga dobivaju se parametri za Reiner-Riwlinovu jednadžbu, koja je osnovna jednadžba za izračunavanje osnovnih Binghamovih parametara iz reoloških mjerenja [1, 10]. Proračun parametara tečenja različit je kod različitih autora i različitih proizvođača opreme [4, 10], a svi pri tome koriste određene pretpostavke.

Reologija svježeg betona utjecat će na njegovo zbijanje i sposobnost lijevanja u oplatu, a njeno proučavanje pomaže u razumijevanju interakcija u strukturi svježeg betona, npr.

veličina i oblik zrna agregata utječu na viskoznost betona, kao što i ostale komponente utječu na ostala reološka svojstva [11].

3. Materijali i provedena ispitivanja

3.1. Materijali

Za usporedbu rezultata dvaju reometara projektirane su različite mješavine betona. Sve mješavine pripremljene su od lokalno dostupnih materijala. Korištena su dva tipa cementa

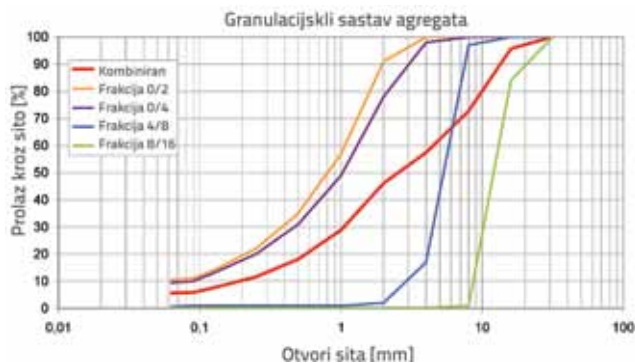
iz različitih slovenskih tvornica cementa. Oznake cementa su CEM II/A-M (LL-S) 42,5 R i CEM I 42,5 R (prema normi SIST EN 197-1), a njihove gustoće su 3.01 g/cm³ odnosno 3.08 g/cm³. Specifična površina korištenih cementa iznosila je 4300 cm²/g (CEM II) odnosno 3760 cm²/g (CEM I). Korišten je agregat od drobljenog vapnenca gustoće 2.7 g/cm³. Krupni agregat sastojao se od frakcija 4-8 i 8-16 mm, a sitni agregat od frakcija 0-2 i 0-4 mm. Granulometrijski sastav agregata određen je prema SIST EN 933-1:2012, a krivulje prosijavanja

Tablica 1. Sastav betonskih mješavina

Sastav \ Mješavine	CR1	CR1a	CR1b	CR1c	CL1	CL1a	CL1b	CL1c	
CEM I 42,5 R	-	-	-	-	400	400	400	400	
CEM II/A-M (LL-S) 42,5 R	400	400	400	400	-	-	-	-	
Sitni agregat [kg]	953	953	953	953	953	953	953	953	
Krupni agregat [kg]	782	782	782	782	782	782	782	782	
V/C _{ef}	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	
Voda [kg]	212	212	212	212	212	212	212	212	
Superplastifikator [%]	-	0,10	0,20	0,30	-	0,10	0,20	0,30	
	CRA1a*	CRA1b*	CRA1c*	CG1a*	CG1b*	CG1c*	CV1a*	CV1b*	CV1c*
CEM I 42,5 R	-	-	-	400	400	400	400	400	400
CEM II/A-M (LL-S) 42,5 R	400	400	400	-	-	-	-	-	-
Sitni agregat [kg]	953	953	953	953	953	953	953	953	953
Krupni agregat [kg]	782	782	782	782	782	782	782	782	782
V/C _{ef}	0,50	0,50	0,50	0,62	0,62	0,62	0,53	0,56	0,59
Voda [kg]	212	212	212	259	259	259	224	236	247
Superplastifikator [%]	0,10	0,10	0,10	-	-	-	-	-	-
Aerant [%]	0,04	0,06	0,05	-	-	-	-	-	-
Aditiv za viskoznost [%]	-	-	-	0,10	0,15	0,20	-	-	-
	CZ1a	CZ1b	CZ1c	CM1a	CM1b	CM1c	CT1a	CT1b	CT1c
Zamjena cementa [%]	20	40	60	5	10	2,5	10	20	5
CEM I 42,5 R	320	240	160	380	360	390	360	320	380
Sitni agregat [kg]	953	953	953	953	953	953	953	953	953
Krupni agregat [kg]	782	782	782	782	782	782	782	782	782
V/C _{ef}	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Voda [kg]	212	212	212	212	212	212	212	212	212
Superplastifikator [%]	0,20	0,20	0,20	0,30	0,30	0,30	0,50	0,50	0,50
Tuf [kg]	-	-	-	-	-	-	32	64	16
Filtarska prašina [kg]	-	-	-	14,50	29,00	7,25	-	-	-
Zgura [kg]	76	152	228	-	-	-	-	-	-

* Volumen betona za sastav je veći od 1 m³

i kumulativna granulometrijska krivulja prikazane su na slici 1. Indeks oblika krupnog agregata (SIST EN 933-4:2008) odgovara klasi SI_{15} (SIST EN 12620:2002 + A1:2008). Od aditiva korišten je superplastifikator na bazi polikarboksilata, aerant i modifikator viskoznosti. Također su korišteni mineralni dodaci prirodnog zeolita tufa, silicijska prašina i mljevena granulirana zgura iz visoke peći gustoća $2,41 \text{ g/cm}^3$, $2,20 \text{ g/cm}^3$ odnosno $2,86 \text{ g/cm}^3$. Ukupno je pripravljeno 26 različitih mješavina svježeg betona. Mješavine su grupirane po tri grupe, a u svakoj je grupi mijenjana količina samo jednog sastojka. Sastavi betona dani su u tablici 1. Agregat koji je korišten bio je suh i prosječne apsorpcije $0,69 \%$ što je pridodano efektivnom udjelu vode. Količine aditiva dane su u postotcima od ukupne količine cementa i mineralnih dodataka. Sastav mješavina CRA1a do CRA1c, CG1a do CG1c i CV1a do CV1c naveden u tablici 1 ima volumen sastojaka veći od jednog kubičnog metra zbog uvučenog zraka dobivenog djelovanjem aeranta i povećane količine vode kod mješavina s vodo-cementnim omjerom (V/C_{ef}) većim od 0,5.



Slika 1. Granulometrijski sastav agregata

3.2. Reometri i ispitivanje obradljivosti

Kao što je već spomenuto, u istraživanju su korištena dva reometra (slika 2.). Prvi je neprenosivi ConTec Viscometer 5, i to je reometar s koaksijalnim cilindrima. Vanjski se cilindar rotira, a gornji dio unutarnjeg cilindra mjeri moment torzije. Pod pretpostavkom Bingamovog modela, granica tečenja i plastična viskoznost dobivaju se Reiner-Riwlinovom jednadžbom. Radijus vanjskog cilindra je 145 mm, unutarnjeg cilindra 100 mm, a visina dijela unutarnjeg cilindra uronjenog u beton koji mjeri moment je 100 mm. Drugi reometar korišten pri ispitivanju je prijenosni ICAR Rheometer. To je reometar s rotirajućim lopaticama. Lopatice u obliku propelera rotiraju se i pritom se mjeri moment torzije. Propeler predstavlja unutarnji cilindar jer pri okretanju izrezuje cilindrični volumen. Baš kao ConTec Viscometer 5, i ovaj reometar pretpostavlja Bingamov model i primjenjuje Reiner-Riwlinovu jednadžbu. Polumjer vanjskog cilindra je 143 mm, polumjer krila 63,5 mm, a visina krila 127 mm [12].



Slika 2. Reometri, ConTec Viscometer 5 (lijevo), ICAR Rheometer (desno)

Uvijek je upitno na koji se način mogu usporediti rezultati različitih reometara, s obzirom na to da primjenjuju različite geometrije i dimenzije. Oba reometra mjere moment torzije kao funkciju brzine okretanja, ali se zbog različitih dimenzija ne može napraviti usporedba tih veličina [6]. Oba reometra omogućavaju proračun temeljnih veličina (τ_0 i μ). Za oba je pretpostavljeno: da je beton Bingamov fluid, svi utjecaji dna i vrha su zanemareni, tečenje se odvija laminarno i na stijenjkama nema klizanja što znači da materijal na površini cilindra ima istu brzinu kao cilindar (to se postiže rebrima na stijenci) [4, 13].

ConTec Viscometer 5 također omogućava izračunavanje brzine pri kojoj se dio materijala pri rotaciji ponaša kao kruto tijelo (tzv. *plug-flow*), [13]. Ako se to dogodi, preporučuje se izostaviti rezultate dobivene na manjim brzinama rotacije. U ovom istraživanju općenito nije dolazilo do ove pojave, osim u mješavinama CR1 i CT1b gdje je primijećeno da je u trenutku najmanje rotacijske brzine izmjeren vrlo velik moment. Taj je podatak izostavljen i temeljne veličine su izračunane iz ostalih podataka. Pretpostavlja se da je do toga došlo zbog velike krutosti mješavine. ICAR reometar pretpostavlja da se u tom području javlja "mrtva zona" u kojoj nema tečenja zbog toga što je posmično naprezanje u dijelu između cilindra i lopatica s nižom posmičnom brzinom manje od granice tečenja. Ako se pojavi "mrtva zona", potrebno je korigirati proračun, a ICAR reometar to radi automatski korištenjem metode efektivnog polumjera. Pretpostavlja se da se prijelazni radijus između tečenja i "mrtve zone" može točno izračunati. Reološki parametri se računaju pomoću Reiner-Riwlinove jednadžbe, ali se umjesto vanjskog polumjera unosi efektivni polumjer. Ta se jednadžba ne može riješiti analitički pa se rješava iterativno [4].

U ovom je istraživanju odlučeno da će se rezultati usporediti onako kako su dobiveni aparaturom, bez daljnjih izračuna, osim za izostavljanje određenih točaka. Također, nije bilo potrebe za primjenom drugih reoloških modela osim Bingamova, jer normalni beton obično nema tendenciju da dolazi do posmičnog očvršćivanja. Izrazi za nelinearna

reološka svojstva opisani su u različitoj literaturi [6, 9, 14, 15]. Također je zanemarena činjenica da je veličina otvora između unutarnjeg i vanjskog cilindra važna i da ima veliki utjecaj na rezultate [16]. Ovo je učinjeno zbog činjenice da ICAR reometar (praznina je oko dva puta šira od one ConTec reometra) izračunava efektivni polumjer i to zapravo smanjuje prazninu. Paralelno s mjerenjima pomoću reometara provedena su ispitivanja obradljivosti mjereći konzistenciju slijeganjem i konzistenciju rasprostiranjem na svakoj mješavini betona. Ispitivanja su napravljena u skladu s europskim standardima SIST EN 12350-2:2009 i SIST EN 12350-5:2009. Rezultati tih ispitivanja uspoređeni su s reološkim svojstvima betona.

3.3. Postupak ispitivanja

Mješavine korištene u ovom istraživanju imale su volumen 40 litara. Najprije su miješani svi suhi sastojci (krupni i sitni agregat, cement i mineralni dodaci, ako su prisutni) u laboratorijskoj miješalici za beton jednu minutu. Za vrijeme miješanja polako je dodavana voda. Najprije je dodana polovica ukupne količine vode, zatim aditivni razrijeđeni u približno 0,3 litre vode, a nakon toga je dodan ostatak vode. To je trajalo još tri minute, a nakon dodavanja sve vode beton je miješan još tri minute. Ukupno vrijeme miješanja bilo je pet minuta.

Odmah nakon miješanja mjerena je konzistencija slijeganjem i konzistencija rasprostiranjem. Paralelno s ispitivanjem konzistencije istodobno su napravljena ispitivanja na oba reometra. Cilindrične posude reometara ispunjene su na mjestu miješanja i zatim prenesene do reometara. To bi mogao biti uzrok konsolidacije betona stoga je beton ponovno promiješan ravnom šipkom prije mjerenja. Provedena su tri mjerenja na svakoj mješavini i prije svakog mjerenja beton je ponovno promiješan šipkom. Svaka je mješavina pripravljena jednom. Oba reometra imaju sličan tijek ispitivanja. Najprije se primjenjuje predsmicanje tijekom određenog vremena pri najvećoj brzini okretanja u ispitivanju, nakon čega se brzina postupno smanjuje po koracima. U svakom koraku generira se točka s određenim odnosom T-N, tj. odnos momenta torzija T i brzine okretanja N i to u dijelu kada se zaključuje da je postignuta stalna vrijednost momenta. ConTec Viscometer 5 ima predsmični period od pet sekundi i zatim osam koraka po pet sekundi, od rotacijske brzine 0,49 okretaja u sekundi smanjujući se na 0,01 okretaj u sekundi. Također mjeri pokazatelje segregacije, ali to nije bio dio ovoga istraživanja. Vrijednosti za ICAR reometar su: pred-smicanje od 20 sekundi pri brzini od 0,5 okretaja u sekundi i sedam koraka od pet sekundi od rotacijske brzine 0,5 do 0,05 okretaja u sekundi. Pri analizi rezultata eliminira se prvih 1,5 sekundi od svakog koraka.

3.4. Analiza rezultata mjerenja

Istraživanje je uglavnom bilo orijentirano na usporedbu rezultata dobivenih od dvaju reometara. Statistička analiza započeta je jednostavnim izračunom vrijednosti R^2 za

korelaciju reoloških svojstava mjerenih različitim uređajem i jednostavnim promatranjem "jedne po jedne mješavine" da bi se vidjelo jesu li povezana svojstva mjerena različitim reometrima. Također je primijenjena statistička metoda ANOVA (analiza varijance) za koju se pretpostavlja da može biti ispravan alat za usporedbu te vrste podataka. Ta metoda dijeli varijancu većeg broja podataka na varijance manjih grupa koje se mogu formirati prema određenim sličnostima. Analizom je provjereno jesu li razlike unutar svake grupe dovoljno male i objašnjive u usporedbi s razlikama unutar ostalih grupa [17].

4. Rezultati i diskusija

4.1. Rezultati ispitivanja

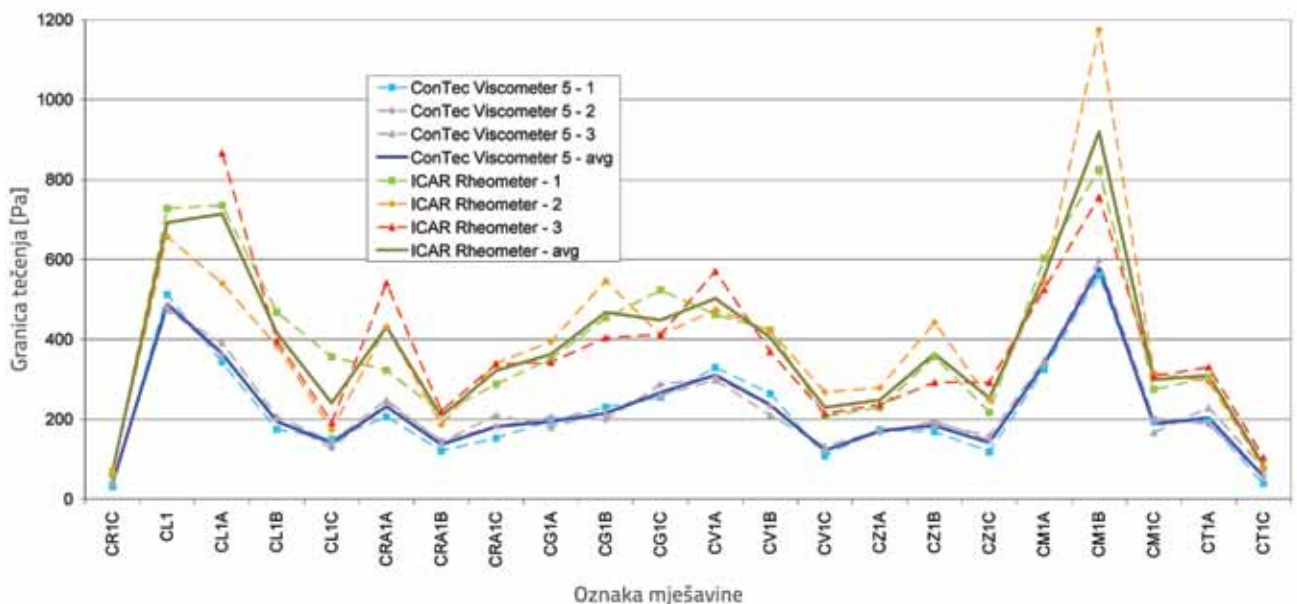
Osnovni parametri Binghamova modela, granica tečenja i plastična viskoznost, dobiveni reometrima za pojedine mješavine prikazani su u tablici 2. zajedno s rezultatima oba ispitivanja obradljivosti (konzistencije). Bitno je naglasiti da nije uvijek bilo moguće izvršiti mjerenja na svim mješavinama ili izvršiti sva ponavljanja za određenu mješavinu zbog ograničenosti opreme koja je korištena za ispitivanje. Primjenom reometra ConTec Viscometer 5, mješavine CR1, CR1a i CT1b mjerene su samo jednom, bez ponavljanja. Primjenom ICAR reometra, mješavina CR1 se nije mjerila, a mješavine CR1a, CR1b i CT1b mjerile su se samo prvi put, bez ponavljanja. Stoga su te četiri mješavine izostavljene iz analize. Na tri mješavine bilo je moguće obaviti samo dva ponavljanja, ali su uzete u obzir u analizi. U nastavku je obrazloženo zašto je bilo potrebno više od jednog mjerenja reoloških parametara određenih mješavina betona.

4.1.1. Utjecaj vremena i usporedba mješavina

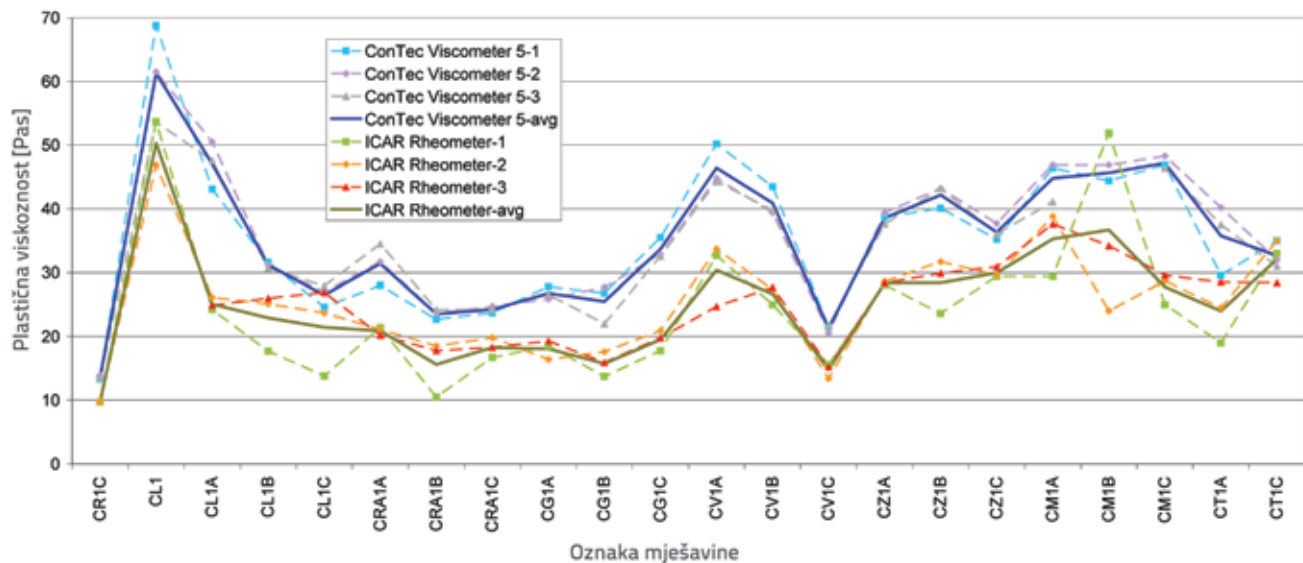
Slike 3. i 4. prikazuju osnovnu usporedbu "jedne po jedne mješavine" između dva različita reometra za granicu tečenja i plastičnu viskoznost. Isprekidane linije su ponavljanja 1, 2 i 3, a puna linija je prosječna vrijednost sva tri ponavljanja. Ponavljanja 1, 2 i 3 iscrtna su kako bi se mogao procijeniti utjecaj vremena. Svako mjerenje traje oko minutu i pol dodajući tome ponovno miješanje betona koje traje dvije minute. Mjerenje je obavljeno svake četiri minute. Na slikama 3. i 4. moguće je vidjeti da vrijeme nema utjecaja u tako kratkom razdoblju. Također, ne može doći do tiksotropnog ponašanja zbog stalnog miješanja betona. Iz rezultata se može zaključiti da ICAR reometar daje veće vrijednosti granice tečenja i niže rezultate plastične viskoznosti od reometra ConTec Viscometer 5. Granica tečenja je u prosjeku 42 % veća sa standardnom devijacijom od 7 %, a plastična viskoznost je 43 % niža sa standardnom devijacijom od 20 %. Zanimljivo je da se na slici 4. može vidjeti lošija ponovljivost rezultata plastične viskoznosti (posebno za ICAR reometar), što je također vidljivo iz velike standardne devijacije razlike prosječnih vrijednosti plastične viskoznosti između reometara. Na temelju tog opažanja moguće je očekivati nižu korelaciju između oba reometra za plastičnu viskoznost.

Tablica 2. Rezultati reoloških mjerenja i ispitivanja obradljivosti

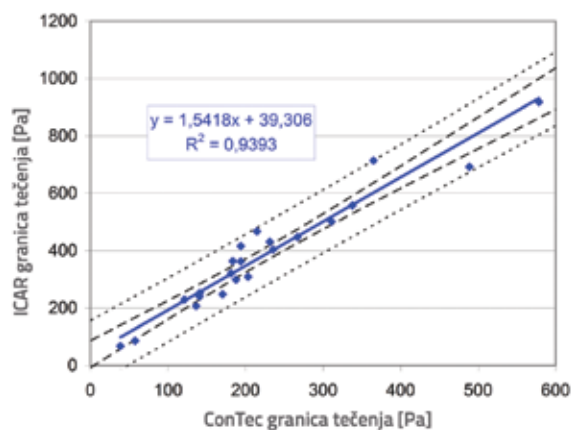
		CR1	CR1a	CR1b	CR1c	CL1	CL1a	CL1b	CL1c	
τ_0 [Pa]	Visco 5	580,0	348,3	208,0	38,6	488,5	365,1	193,9	140,5	
	ICAR	-	746,4	196,4	67,7	692,3	714,0	416,2	240,3	
μ [Pa·s]	Visco 5	65,6	42,5	30,9	13,6	61,3	47,1	31,1	26,5	
	ICAR	-	19,1	23,6	9,8	50,3	25,1	22,9	21,5	
Slijeganje [mm]		70	150	225	240	110	150	165	190	
Rasprostiranje [mm]		410	500	540	670	430	470	510	545	
		CRA1a	CRA1b	CRA1c	CG1a	CG1b	CG1c	CV1a	CV1b	CV1c
τ_0 [Pa]	Visco 5	231,5	136,2	181,2	194,0	214,8	266,9	310,6	235,7	121,2
	ICAR	431,5	207,3	321,5	362,8	467,8	448,3	502,3	404,4	229,5
μ [Pa·s]	Visco 5	31,4	23,5	24,3	26,8	25,5	33,7	46,4	40,9	21,2
	ICAR	20,9	15,6	18,3	18,1	15,7	19,5	30,4	26,7	14,8
Slijeganje [mm]		100	165	165	190	185	175	160	160	210
Rasprostiranje [mm]		400	580	520	530	500	475	480	485	545
		CZ1a	CZ1b	CZ1c	CM1a	CM1b	CM1c	CT1a	CT1b	CT1c
τ_0 [Pa]	Visco 5	170,5	183,4	141,0	337,7	578,5	187,7	203,2	881,4	57,7
	ICAR	247,8	363,9	252,3	557,2	918,5	299,3	309,2	1476,1	86,5
μ [Pa·s]	Visco 5	38,6	42,2	36,3	44,8	45,7	47,2	35,8	54,7	32,7
	ICAR	28,4	28,4	30,0	35,3	36,7	27,8	24,0	19,7	32,1
Slijeganje [mm]		180	170	190	110	90	150	170	50	250
Rasprostiranje [mm]		535	525	545	465	430	490	485	370	635



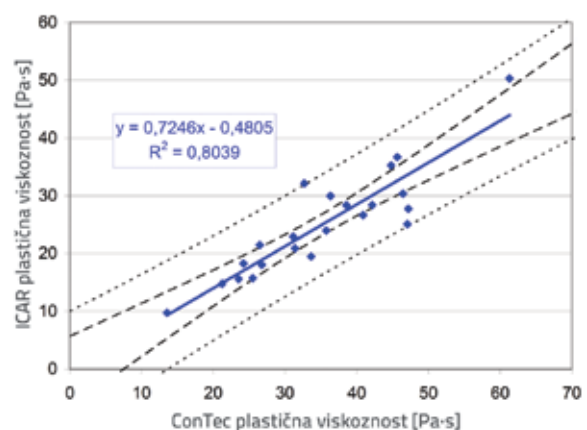
Slika 3. Usporedba granice tečenja mješavina za oba reometra



Slika 4. "Jedna po jedna mješavina" za plastičnu viskoznost i oba reometra



Slika 5. Korelacija dvaju reometara za granicu tečenja



Slika 6. Korelacija dvaju reometara za plastičnu viskoznost

Iako postoji značajna razlika između apsolutnih vrijednosti granice tečenja i plastične viskoznosti dobivenih različitim reometrima za svaku od 22 mješavine uključene u usporedbu "jedne po jedne mješavine", reometri na jednak način detektiraju promjene u mješavinama. Dijagrami usporedbe "jedne po jedne mješavine" (slike 3. i 4.) dobiveni pomoću ConTec i ICAR reometara pokazuju da su linije koje predstavljaju prosječne vrijednosti graničnog naprezanja i plastične viskoznosti često gotovo paralelne i uvijek slijede isti trend. Oba su reometra detektirala veću potražnju za superplastifikatorom cementa CEM I u usporedbi s CEM II. U mješavinama gdje su varirani superplastifikator, aerant i voda može se uočiti izrazit pad vrijednosti oba reološka parametra. Korištenjem reografa došlo se do zaključka da bi superplastifikator trebao dominantno smanjiti granicu tečenja, aerant plastičnu viskoznost a voda oba parametra [11]. Povećanje u udjelu zgre nije značajno mijenjalo reološka svojstva mješavina, a filtarska prašina i tuf dominantno su povećali granicu tečenja. Poznato je

da silikatna prašina obično smanjuje plastičnu viskoznost kada se dodaje u manjim količinama. Povećanjem količine silikatne prašine, blago se povećavaju granica tečenja i plastična viskoznost [11]. U ovom istraživanju su uočena samo povećanja granice tečenja i nije uočena značajna promjena u plastičnoj viskoznosti.

4.1.2. Korelacija reometara

Slike 5. i 6. prikazuju korelaciju dvaju reometara za granicu tečenja i plastičnu viskoznost. Korelacije su proračunane iz analize 22 mješavine. Na svakoj slici crtkana linija predstavlja 95 %-tni interval pouzdanosti, a točkasta crta 95 %-tni interval predviđanja za liniju dobivenu lineranom regresijom. Oba intervala se temelje na t-distribuciji. Intervali pouzdanosti su granice gdje je 95 postotna pouzdanost da je linija regresije unutar tih granica. Intervali predviđanja su granice gdje je 95 %-tna pouzdanost da će sljedeća izmjerena vrijednost pasti između tih granica.

Postignuta je vrlo dobra korelacija između reometara za granicu tečenja i dobra korelacija za plastičnu viskoznost. Korelacija za plastičnu viskoznost slabija je od one za granicu tečenja, što je očekivano, kao što je istaknuto ranije u točki 4.1.1. Ni jedna točka se ne nalazi izvan intervala predviđanja. Iz ove jednostavne analize mogu se predložiti dvije jednadžbe koje se odnose na reološke parametre dobivene korištenim reometrima: jednadžba (2) se odnosi na granicu tečenja, a (3) na plastičnu viskoznost:

$$\tau_{0-ICAR} = 1,542 \cdot \tau_{0-ConTec} + 39,31 \quad (2)$$

$$\mu_{ICAR} = 0,725 \cdot \mu_{0-ConTec} + 0,481 \quad (3)$$

Kada se koriste korelacije različitih reometara, postavlja se sljedeće pitanje: što kada bi se radilo samo jedno mjerenje bez ponavljanja. Stoga su izračunane R^2 vrijednosti za nekoliko različitih kombinacija. Najprije su primijenjeni rezultati reometara bez dodatnih obrada, tj. prosjeci dva ili tri ponavljanja, a tamo gdje je napravljeno samo jedno ponavljanje, korištena je samo ta jedna vrijednost bez isključivanja mješavina.

Ostali su primjeri bili:

- uzimanje prve izmjerene vrijednosti svake mješavine
- uzimanje prosječne vrijednosti prva dva mjerenja i isključivanje mješavina s manje od dva mjerenja
- uzimanje prosjeka barem dva mjerenja, po mogućnosti tri, isključujući mješavine s manje od dva mjerenja.

Promjene korelacije dvaju reometara prikazane su u tablici 3. kroz promjene vrijednosti R^2 . Kao što se može vidjeti iz tablice 3., korelacijski faktor R^2 granice tečenja ostaje gotovo nepromijenjen, neovisno o pristupu. Priča je drukčija kada je riječ o korelaciji plastične viskoznosti. U prva dva pristupa uključene su mješavine sa samo jednim mjerenjem za koje je pad vrijednosti R^2 velik. Također, prognostički su intervali mnogo širi i uočava se točka izvan intervala. Slike s prognostičkim intervalima ostalih primjera nisu dio ovoga rada, ali su prikazane u [18].

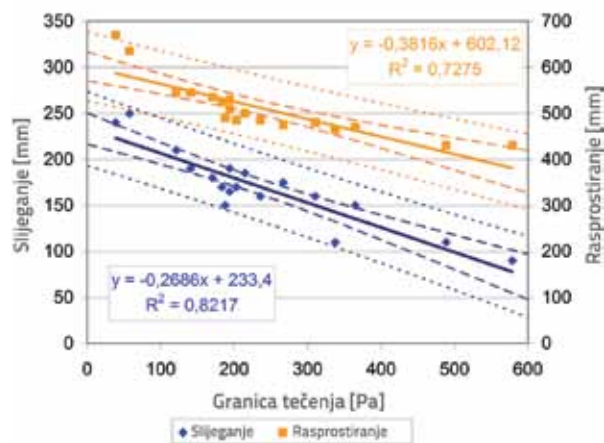
Uzimajući sve to u obzir, moguće je rangirati različite obrade od najlošije do najbolje. Najlošiji je pristup s prvim vrijednostima. Slijedi ga pristup u kojem se ne isključuje nijedna mješavina i računa se prosjek svih dostupnih vrijednosti rezultata. Prati ga pristup s prosjekom dva mjerenja koji isključuje mješavine gdje se može uočiti točka izvan intervala predviđanja [18], iako ne odstupa mnogo. Najbolji pristup je onaj s prosjekom najmanje dva, poželjno tri mjerenja, s isključenim mješavinama koje imaju manje od dva mjerenja. U tom slučaju nema rezultata izvan intervala predviđanja [18], koji su i najuži (slike 5. i 6.). Nakon ove analize moguće je ponovno potvrditi da je mjerna ponovljivost plastične viskoznosti lošija od one granice tečenja.

Tablica 3. Promjene vrijednosti R^2 za različite pristupe pri korelaciji dvaju reometara za granicu tečenja i plastičnu viskoznost

Pristup	R^2	
	τ_0	μ
Prosjek tri ili manje mjerenja	0.95	0.58
Prva vrijednost	0.92	0.55
Prosjek prve dvije, isključenje mješavina s manje od dva mjerenja	0.93	0.81
Prosjek najmanje dvije, isključenje mješavina s manje od dva mjerenja	0.94	0.80

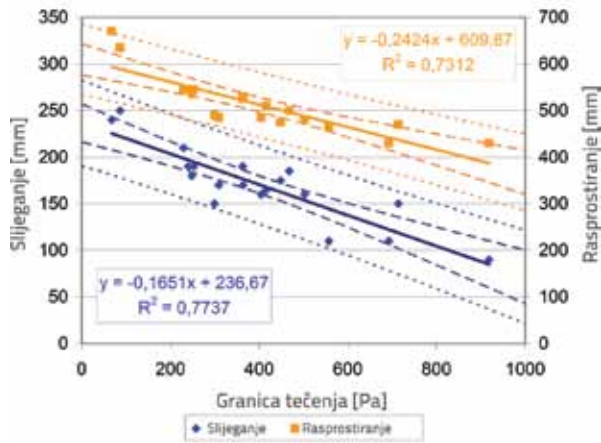
4.1.3. Korelacija reologija – obradljivost

Napravljena je također usporedba granice tečenja i plastične viskoznosti pomoću rezultata ispitivanja obradljivosti za određeni reometar korišten u istraživanju. To je napravljeno za rezultate četvrtog pristupa (tablica 3.) isključivanjem mješavina CRA1a do CRA1c s uvučenim mjehurićima zraka. Primijenjen je jednostavni linearni model za izračun R^2 za oba parametra obradljivosti s oba reološka parametra, kao što je prikazano na slikama 7 do 10. U literaturi je moguće pronaći dominirajuću korelaciju između slijeganja i granice tečenja [19, 20, 21] jer za obični beton postoji snažna veza između ta dva parametra. U ispitivanju na slijeganje beton se sliježe pod utjecajem gravitacije i prestaje se slijegati kad posmično naprezanje postane manje od granice tečenja τ_0 [19].

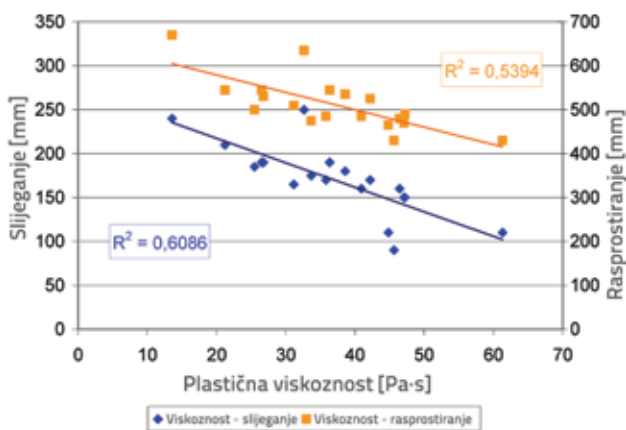


Slika 7. Korelacija između parametara obradljivosti i granice tečenja (ConTec reometar)

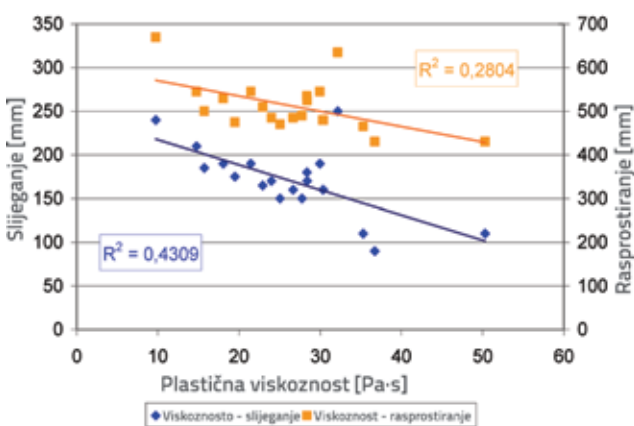
Iz rezultata prikazanih na slikama 7. i 8. može se vidjeti da uspostavljena korelacija granica tečenja-slijeganje iznosi 0,82 za ConTec reometar, a 0,77 za ICAR, a vrijednost korelacije granica tečenja-rasprostiranje iznosi 0,73 za oba reometra. R^2 jednak 0,82 dobiven ConTec reometrom za korelaciju granica tečenja-slijeganje slaže se s rezultatima koje je predočio



Slika 8. Korelacija između parametara obradljivosti i granice tečenja (ICAR reometar)



Slika 9. Korelacija između parametara obradljivosti i plastične viskoznosti (ConTec reometar)



Slika 10. Korelacija između parametara obradljivosti i plastične viskoznosti (ICAR reometar)

Wallevik [19], gdje R^2 za sličan sadržaj paste u betonu iznosi 0,84, a korelacijska je jednadžba ($y = -0,265 \cdot x + 245$) također blizu dobivenoj u ovom istraživanju (slika 7.). U svom je

istraživanju Wallevik primjenjivao BML reometar jednakih polumjera unutarnjeg i vanjskog cilindra kao kod reometra ConTec Viscometer 5.

Dovodeći u korelaciju plastičnu viskoznost μ s rezultatima ispitivanja obradljivosti (slike 9. i 10.), dobivene vrijednosti R^2 mnogo su niže za sve slučajeve. Za korelaciju plastična viskoznost-slijeganje R^2 iznosio je 0,61 i 0,43, i za plastičnu viskoznost-rasprostriranje 0,54 i 0,28 za reometre ConTec i ICAR, redoslijedom. Manja korelacija između parametara plastične viskoznosti i obradljivosti slaže se s rezultatima prikazanim u [19, 20].

4.2. Analiza varijance za usporedbu reometara

Kao što je već spomenuto, primijenjena je analiza varijance za usporedbu reometara. Osnovna hipoteza bila je da promjena mješavine betona i promjena reometara nema statistički utjecaj na rezultat te je stoga analiza varijance napravljena za granicu tečenja i plastičnu viskoznost. Napravljen je F-test za razmatrane 22 mješavine. Tablica 4. prikazuje rezultate izračunane s vjerojatnošću potvrde osnovne hipoteze od 0,01. Stoga možemo odbaciti početnu hipotezu s velikom pouzdanošću (F statistike su mnogo veće od kritične vrijednosti). Izračunane obrnute vjerojatnosti za potvrdu osnovne hipoteze u rasponu od $1,4 \times 10^{-60}$ do $9,4 \times 10^{-28}$ vrlo su male i zanemarive brojke. Ovi rezultati pokazuju da reometri mogu otkriti razlike različitih mješavina, a mjerenje različitim reomtrima dat će različite rezultate. To potvrđuje i činjenica da su statističke vrijednosti F za interakciju mješavina i korišteni reometar male.

Tablica 4. ANOVA rezultati

		F _{stat}	F _{krit}
τ_0 [Pa]	Mješavina	51,82	2,07
	Reometar	277,40	6,93
	Interakcija	3,50	2,07
μ [Pa·s]	Mješavina	42,63	2,07
	Reometar	255,36	6,93
	Interakcija	2,80	2,07

Ova analiza nije dala usporedbu reometara. Stoga je u nastavku primijenjena analiza varijance posebno za svaki reometar i svaki reološki parametar. Osnovna je hipoteza da promjena mješavine nema statistički utjecaj na rezultat. Napravljen je F-test iz iste 22 mješavine kao i prije s vjerojatnošću za potvrdu osnovne hipoteze od 0,01. Rezultati su prikazani u tablici 5. i pokazuju da se osnovna hipoteza može odbiti za svaki slučaj. Osim toga, može se uočiti da je moguće odbaciti to s većim povjerenjem za ConTec Viscometer 5 nego za ICAR reometar. Isto vrijedi za odbacivanje hipoteze za granicu tečenja kao i za hipotezu vezanu uz plastičnu viskoznost.

Iz toga se može zaključiti da rezultati ICAR reometra više odstupaju unutar mjerenja pojedine mješavine i da rezultati vezani uz plastičnu viskoznost odstupaju više od rezultata vezanih za granicu tečenja.

Tablica 5. ANOVA rezultati za svaki reometar i svaki reološki parametar

Reološki parametar	Reometar	F _{stat}	F _{krit}
τ_0 [Pa]	ConTec	150,73	2,30
	ICAR	20,92	
μ [Pa·s]	ConTec	48,22	
	ICAR	12,55	

5. Zaključak

Cilj je bio opisanoga eksperimentalnog i analitičkog istraživanja dobiti korelaciju između dva koaksijalna cilindrična reometra na osnovi njihove sposobnosti za mjerenje reoloških svojstava svježeg betona s vrijednostima konzistencije slijeganjem između 50 i 250 mm i vrijednostima konzistencije rasprostiranjem između 370 i 670 mm. Postoje neke razlike u reometrima korištenima za ovo istraživanje. To uključuje i osnovnu geometriju, postupak ispitivanja i proračun fundamentalnih veličina dobivenih iz rezultata ispitivanja. Ipak, donesena je odluka da se rezultati neće dodatno preračunavati i da će se usporediti rezultate koje korisnik dobiva prilikom mjerenja. Rezultati istraživanja omogućili su izvođenje sljedećih glavnih zaključaka:

- ICAR reometar ima manju ponovljivost od ConTec Viscometer 5 reometra
- oba reometra imaju manju ponovljivost pri mjerenju plastične viskoznosti nego pri mjerenju granice tečenja
- korišteni reometri daju različite apsolutne vrijednosti za granicu tečenja i plastičnu viskoznost, ICAR reometar daje

prosječno 42 % više vrijednosti granice tečenja i prosječno 43 % niže vrijednosti plastične viskoznosti nego ConTec reometar

- oba reometra uočavaju promjene u mješavinama betona na isti način, promjene u mješavinama nisu uvijek otkrivene na isti način kao u literaturi
- dobivena je dobra korelacija među korištenim reometrima za oba reološka parametra ponavljanjem mjerenja svake mješavine tri puta zaredom
- nema vremenskog utjecaja na ta tri ponavljanja
- jednadžbe koje opisuju odnos dvaju reometara dane su u ovom radu (jednadžba 2 i 3) s R^2 koji iznosi 0,94 za granicu tečenja i 0,80 za plastičnu viskoznost
- korelacija između rezultata ispitivanja obradljivosti i reoloških parametara je, kao što je i očekivano, vrlo dobra za granicu tečenja (korelacija granica tečenja-slijeganje iznosi 0,82 za ConTec i 0,77 za ICAR reometar, a granica tečenja-rasprostiranje bila je 0,73 za oba reometra) i ne tako dobra za plastičnu viskoznost (korelacija za plastičnu viskoznost-slijeganje iznosila je 0,61 i 0,43, a za plastičnu viskoznost-rasprostiranje 0,54 i 0,28 za ConTec odnosno ICAR reometar).

Navedeni zaključci temelje se na opažanjima i statističkim analizama kao što su predviđanje i intervali povjerenja te analize varijance. Rezultati prezentirani u ovom radu vrijede samo za obične betone sličnog volumena matrice i korištenog agregata. Za budući rad preporučuje se proučiti beton s različitim volumenima matrice i različitim agregatima te također specijalne betone poput SCC betona.

Zahvala

Rad je djelomično financiran od strane Europske unije i to iz Europskog socijalnog fonda (ESF). Autori zahvaljuju svojim studentima Nejcu i Bojanu koji su pomogli pri eksperimentnom radu tijekom svog diplomskog rada.

LITERATURA

- [1] Tattersall, G.H., Banfill, P.F.G.: The rheology of fresh concrete, First edition, Pitman, Boston, London, Melbourne, 1983.
- [2] Ferraris, C.F., Brower, L.E.: Comparison of concrete rheometers: International tests at LCPC (Nantes, France) in October, 2000, Research report, NIST, 2001.
- [3] Feys, D., Verhoeven, R., De Schutter, G.: Fresh self compacting concrete, a shear thickening material, Cement and Concrete Research, 38 (2008) 7, pp. 920-929.
- [4] Koehler, E.P., Fowler, D.W.: Development of a Portable Rheometer for Fresh Portland Cement Concrete, Research report, ICAR, 2004.
- [5] Ferraris, C.F., Brower, L.E.: Comparison of concrete rheometers: International tests at MB (Cleveland OH, USA) in May, 2003, Research report, NIST, 2004.
- [6] Feys, D., Heirman, G., De Schutter, G., Verhoeven, R., Vandewalle, L., Van Gemert, D.: Comparison of two concrete rheometers for shear thickening behaviour of SCC, Fifth International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete - SCC 2007, Ghent, Belgium, pp. 365-370, 2007.
- [7] Banfill, P.F.G.: The rheology of fresh cement and concrete - a review, 11th International Cement Chemistry Congress, Durban, pp. 136-149, 2003.

- [8] Feys, D., Verhoeven, R., De Schutter, G.: Why is fresh self-compacting concrete shear thickening?, *Cement and Concrete Research*, 39 (2009) 6, pp. 510-523.
- [9] Feys, D., Verhoeven, R., De Schutter, G.: Evaluation of time independent rheological models applicable to fresh self-compacting concrete, *Applied Rheology*, 17 (2007) 5, 56244, pp. 1-10.
- [10] Wallevik, J.E.: The Bingham-Model, Retrieving the Bingham parameters when using the coaxial cylinders viscometer, Lecture notes for the ICI rheocenter rheology course, Innovation center Iceland, Reykjavik, 2009.
- [11] Wallevik, O.H.: Introduction to rheology of fresh concrete, Innovation center Iceland, Reykjavik, 2009.
- [12] Koehler, E.P., Fowler, D.W.: Development and Use of a Portable Rheometer for Concrete, Supplementary Proceedings of the Eighth CANMET/ACI International Conference on Recent Advances in Concrete Technology, Montreal, Canada, pp. 53-72, 2006.
- [13] Wallevik, J.E.: Rheology of particle suspensions, fresh concrete, mortar, and cement paste with various lignosulfonates, The Norwegian university of science and technology, Trondheim, 2003.
- [14] Ferguson, J., Kembrowski, Z.: *Applied fluid rheology*, Elsevier science publishers LTD, Essex, 1991.
- [15] Nehdi, M., Rahman, M.A.: Effect of geometry and surface friction of test accessory on oscillatory rheological properties of cement pastes, *Acı Materials Journal*, 101 (2004) 5, pp. 416-424.
- [16] Barnes, H.A., Hutton, J.F., Walters, K.: *An introduction to rheology*, Elsevier science publishers B.V., Amsterdam, 1989.
- [17] Hays, W.L.: *Statistics*, Harcourt Brace College Publishers, Fort Worth, 1994.
- [18] Hočevár, A.: *Statistical analysis: effect of number of repetitions*, Igmát, 2012.
- [19] Wallevik, J.E.: Relationship between the Bingham parameters and slump, *Cement and Concrete Research*, 36 (2006) 7, pp. 1214-1221.
- [20] Ferraris, C.F., de Larrard, F.: *Testing and modelling of fresh concrete rheology*, Research report, NIST, 1998.
- [21] Murata, J., Kukawa, H.: Viscosity equation for fresh concrete, *Acı Materials Journal*, 89 (1992) 3, pp. 230-237.