

Univerza
v Ljubljani

Fakulteta
*za gradbeništvo
in geodezijo*



Jamova cesta 2
1000 Ljubljana, Slovenija
<http://www3.fgg.uni-lj.si/>

DRUGG – Digitalni repozitorij UL FGG
<http://drugg.fgg.uni-lj.si/>

To je izvirna različica zaključnega dela.

Prosimo, da se pri navajanju sklicujete na bibliografske podatke, kot je navedeno:

Benko, Z., 2015. Vpliv kemijskih dodatkov in alkalnega okolja na lastnosti apnenih injekcijskih mešanic z dolomitno moko. Diplomaska naloga. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo. (mentorica Bokan Bosiljkov, V., somentorica Štukovnik, P.): 30 str.

Datum arhiviranja: 29-09-2015

University
of Ljubljana

Faculty of
*Civil and Geodetic
Engineering*



Jamova cesta 2
SI – 1000 Ljubljana, Slovenia
<http://www3.fgg.uni-lj.si/en/>

DRUGG – The Digital Repository
<http://drugg.fgg.uni-lj.si/>

This is original version of final thesis.

When citing, please refer to the publisher's bibliographic information as follows:

Benko, Z., 2015. Vpliv kemijskih dodatkov in alkalnega okolja na lastnosti apnenih injekcijskih mešanic z dolomitno moko. B.Sc Thesis. Ljubljana, University of Ljubljana, Faculty of civil and geodetic engineering. (supervisor Bokan Bosiljkov, V., co-supervisor Štukovnik, P.): 30 pp.

Archiving Date: 29-09-2015

Univerza
v Ljubljani

Fakulteta za
*gradbeništvo in
geodezijo*



Jamova 2
1000 Ljubljana, Slovenija
telefon (01) 47 68 500
faks (01) 42 50 681
fgg@fgg.uni-lj.si

VISOKOŠOLSKI STROKOVNI
ŠTUDIJSKI PROGRAM PRVE
STOPNJE OPERATIVNO
GRADBENIŠTVO

Kandidatka:

ZVONKA BENKO

**VPLIV KEMIJSKIH DODATKOV IN ALKALNEGA
OKOLJA NA LASTNOSTI APNENIH INJEKCIJSKIH
MEŠANIC Z DOLOMITNO MOKO**

Diplomska naloga št.: 90/OG-MO

**INFLUENCE OF CHEMICAL ADDITIVES AND
ALKALINE CONDITIONS ON PROPERTIES OF LIME-
BASED INJECTION GROUTS WITH DOLOMITE
POWDER**

Graduation thesis No.: 90/OG-MO

Mentorica:

prof. dr. Violeta Bokan-Bosiljkov

Somentorica:

asist. dr. Petra Štukovnik

Ljubljana, 22. 06. 2015

STRAN ZA POPRAVKE

Stran z napako

Vrstica z napako

Namesto

Naj bo

IZJAVA

Podpisana Zvonka Benko, prof. um. zgod. in zgod., izjavljam, da sem avtorica diplomskega dela z naslovom »**Vpliv kemijskih dodatkov in alkalnega okolja na lastnosti apnenih injekcijskih mešanic z dolomitno moko**«.

Izjavljam, da je elektronska različica v vsem enaka tiskani različici.

Izjavljam, da dovoljujem objavo elektronske različice v digitalnem repozitoriju.

Ljubljana, 5. 6. 2015

Zvonka Benko

BIBLIOGRAFSKO-DOKUMENTACIJSKA STRAN IN IZVLEČEK

| | |
|-------------------------|--|
| UDK: | 691.53(043.2) |
| Avtor: | Zvonka Benko, prof. um. zgod. in zgod. |
| Mentor: | prof. dr. Violeta Bokan Bosiljkov |
| Somentor: | asist. dr. Petra Štukovnik |
| Naslov: | Vpliv kemijskih dodatkov in alkalnega okolja na lastnosti apnenih injekcijskih mešanic z dolomitno moko |
| Tip dokumenta: | diplomska naloga – visokošolski študij |
| Obseg in oprema: | 30 str., 16 pregl., 20 sl., 13 graf., 3 en. |
| Ključne besede: | apnene injekcijske mešanice, kemijski dodatki, dolomitna moka, preiskave injekcijskih mešanic |

Izvleček

V diplomski nalogi smo obravnavali vpliv alkalnega okolja in kemijskih dodatkov, kot sta superplastifikatorja PCE in PPh, na lastnosti injekcijskih mešanic na osnovi apna in dolomitnega polnila. Pripravljeni so bili vzorci (prizmice), ki so bili izpostavljeni različnim pogojem staranja. Sprva smo jih starali 1 mesec pri sobni temperaturi na zraku, nato pa smo jih za 3 mesece izpostavili še pospešenim pogojem staranja v 1M raztopini KOH in povišani temperaturi 60 °C.

Preiskave so bile izvedene tako na svežih injekcijskih mešanicah kot tudi na strjenih vzorcih. Na svežih injekcijskih mešanicah smo izvedli standardne meritve pretočnosti, na strjenih mešanicah pa so bile opravljene meritve spremembe mase in volumna ter meritve tlačnih in upogibnih trdnosti. Poleg tega smo izvedli tudi preizkus vpliva glicerol karbonata na karbonatizacijo apnenega veziva.

BIBLIOGRAPHIC – DOCUMENTALISTIC INFORMATION AND ABSTRACT

| | |
|-------------------------|--|
| UDC: | 691.53(043.2) |
| Author: | Zvonka Benko |
| Supervisor: | Prof. Violeta Bokan Bosiljkov, Ph. D. |
| Cosupervisor: | Assist. Petra Štukovnik, Ph. D. |
| Title: | Influence of chemical additives and alkaline conditions on properties of lime-based injection grouts with dolomite powder |
| Document type: | Graduation Thesis – Higher professional studies |
| Scope and tools: | 30 p., 16 tab., 20 fig., 13 graph., 3 eq. |
| Keywords: | lime-based injection grouts, chemical additives, dolomite powder, injection grouts investigations |

Abstract

This diploma thesis researches the influence of alkaline conditions and chemical admixtures, such as superplasticizers PCE and PPh, on properties of lime-based injection grouts with dolomite filler. Samples (bars) were prepared and exposed to different ageing conditions. At first, the samples were exposed to room temperature for a 1-month period, after that the bars were exposed for 3 months to accelerated conditions in a solution of 1M NaOH and at the temperature of 60°C.

The tests were undertaken on fresh and hardened grouts. On fresh grouts the test of fluidity was carried out, while on hardened bars the changes in weight and volume were measured, and flexural and compressive tests were conducted. Furthermore, the influence of glycerol carbonate on carbonation of the lime binder was also investigated.

ZAHVALA

Iskrena hvala mentorici in tutorki prof. dr. Violeti Bokan Bosiljkov ter somentorici asist. dr. Petri Štukovnik za vso podporo, spodbude, prijazne besede in strokovno pomoč v času celotnega študija ter pri nastajanju diplomske naloge.

Velika zahvala gre tudi celotni družini, še zlasti pa možu Petru, ki me je vse od vzporednega vpisa na Fakulteto za gradbeništvo in geodezijo podpiral ter verjel vame in v moje odločitve.

Ta stran je namenoma prazna.

KAZALO VSEBINE

| | |
|--|----|
| UVOD | 1 |
| UPORABLJENI MATERIALI | 3 |
| Agregat | 3 |
| Vezivo | 4 |
| Dodatki | 4 |
| PRIPRAVA PREIZKUŠANCEV | 6 |
| Apnene injekcijske mešanice z dolomitno moko | 6 |
| Receptura | 6 |
| Postopek priprave vzorcev | 7 |
| Apneni preizkušanci z dodatkom glicerol karbonata | 10 |
| RAZISKAVE IN REZULTATI | 11 |
| Raziskava na svežih injekcijskih mešanicah: merjenje pretočnosti | 11 |
| Raziskave na strjenih injekcijskih mešanicah | 12 |
| Vizualni pregled preizkušancev | 12 |
| Meritve spremembe mase | 13 |
| Meritve spremembe volumna | 15 |
| Mehanske preiskave | 18 |
| Meritve upogibnih trdnosti | 18 |
| Meritve tlačnih trdnosti | 22 |
| DISKUSIJA | 26 |
| ZAKLJUČEK | 28 |
| VIRI | 29 |

KAZALO PREGLEDNIC

| | | |
|-----------------|--|----|
| Preglednica 1: | Meritvi prostorninske mase dolomitne moke | 3 |
| Preglednica 2: | Kemijska sestava apna..... | 4 |
| Preglednica 3: | Testna sestava preizkušancev in meritev pretočnosti | 6 |
| Preglednica 4: | Sestava preizkušancev po upoštevanju redukcije vode | 7 |
| Preglednica 5: | Rezultati meritev časa pretočnosti enakih mešanic ob upoštevanju različnih postopkov | 7 |
| Preglednica 6: | Sestava preizkušancev z dodatkom glicerol karbonata..... | 10 |
| Preglednica 7: | Rezultati meritev pretočnosti injekcijskih mešanic ADSP1 in ADSP2..... | 11 |
| Preglednica 8: | Spremembe mas AD-preizkušancev..... | 13 |
| Preglednica 9: | Spremembe mas preizkušancev ADSP1..... | 13 |
| Preglednica 10: | Spremembe mas preizkušancev ADSP2 | 13 |
| Preglednica 11: | Meritve F (kN) in izračun f_{cf} (MPa) AD preizkušancev..... | 19 |
| Preglednica 12: | Meritve F (kN) in izračun f_{cf} (MPa) preizkušancev ADSP1 | 19 |
| Preglednica 13: | Meritve F (kN) in izračun f_{cf} (MPa) preizkušancev ADSP2 | 20 |
| Preglednica 14: | Meritve tlačnih trdnosti AD-preizkušancev | 22 |
| Preglednica 15: | Meritve tlačnih trdnosti preizkušancev ADSP1 | 23 |
| Preglednica 16: | Meritve tlačnih trdnosti preizkušancev ADSP2 | 24 |

KAZALO SLIK

| | |
|--|----|
| Slika 1: Super plastifikator PCE..... | 5 |
| Slika 2: Superplastifikator PPh | 5 |
| Slika 3: Potek reakcije med hidratiziranim apnom in glicerol karbonatom | 5 |
| Slika 4: Testni preizkušanci, vgrajeni v nestandardne kalupe v obliki valja..... | 7 |
| Slika 5: Mešanje suhih snovi..... | 8 |
| Slika 6: Priprava preizkušancev v standardnem mešalcu..... | 8 |
| Slika 7: Preverjanje homogenosti mešanice | 8 |
| Slika 8: Priprava standardnih kalupov pred vgradnjo injekcijskih mešanic..... | 9 |
| Slika 9: Vgraditev mešanic v standardne kalupe..... | 9 |
| Slika 10: Standardne prizmice po razkalupljanju | 9 |
| Slika 11: Staranje vzorcev v 1M KOH pri 60 °C..... | 9 |
| Slika 12: Posode za vgraditev vzorcev | 10 |
| Slika 13: Določanje konsistence na mešanici izdelanih preizkušancev | 10 |
| Slika 14: Oprema za merjenje pretočnosti | 11 |
| Slika 15: Merjenje pretočnosti | 11 |
| Slika 16: Razpokani preizkušanci AD | 12 |
| Slika 17: Okrasto obarvana površina preizkušancev ADSP2 | 12 |
| Slika 18: Standardni preizkušanec | 15 |
| Slika 19: Upogibni preizkus..... | 18 |
| Slika 20: Enoosni tlačni preizkus v standardni preši..... | 22 |

KAZALO GRAFIKONOV

| | | |
|--------------|---|----|
| Grafikon 1: | Povprečne mase preizkušancev ob času 0 in po 28 dneh | 14 |
| Grafikon 2: | Sprememba volumna AD-preizkušancev | 15 |
| Grafikon 3: | Sprememba volumna preizkušancev ADSP1 | 16 |
| Grafikon 4: | Sprememba volumna preizkušancev ADSP2 | 16 |
| Grafikon 5: | Povprečen volumen preizkušancev ob času 0 in po 28 dneh | 17 |
| Grafikon 6: | Upogibna trdnost AD-preizkušancev | 19 |
| Grafikon 7: | Upogibna trdnost preizkušancev ADSP1 | 20 |
| Grafikon 8: | Upogibna trdnost preizkušancev ADSP2 | 20 |
| Grafikon 9: | Povprečne upogibne trdnosti preizkušancev po 1 in 3 mesecih v 1M KOH in 60 °C.... | 21 |
| Grafikon 10: | Tlačna trdnost AD-preizkušancev | 23 |
| Grafikon 11: | Tlačna trdnost preizkušancev ADSP1 | 23 |
| Grafikon 12: | Tlačna trdnost preizkušancev ADSP2 | 24 |
| Grafikon 13: | Povprečne tlačne trdnosti preizkušancev po 1 in 3 mesecih v 1M KOH in 60 °C | 25 |

1 UVOD

Obsežen del gradbene dejavnosti predstavlja obnova starejših objektov in objektov stavbne dediščine. Stavbe, ki v slovenskem prostoru izstopajo v okviru splošnih kulturnovarstvenih meril, kot so: avtentičnost, ogroženost, ohranjenost, redkost [1], so vpisane v Register nepremične kulturne dediščine in so del stavbne dediščine Slovenije. Eden od ključnih ciljev pri obnovah stavbne dediščine je ohranjanje avtentičnosti. Njen pomen je širše opredeljen v Narski listini o avtentičnosti, ki so jo pripravili udeleženci Konference o avtentičnosti v okviru Konvencije o svetovni dediščini [2].

Pri obnovah stavbne dediščine je potrebno v čim večji možni meri ohranjati original ter uporabljati kompatibilne materiale, ki so po lastnostih združljivi s prvotnimi. Mednarodne listine s področja spomeniškega varstva pri ohranjanju kulturne dediščine zagovarjajo uporabo tradicionalnih tehnik in materialov pred modernimi [3]. Gradbeni materiali, ki so se na slovenskem območju najpogosteje uporabljali pri gradnjah historičnih objektov v času pred razširjeno uporabo cementa v prvi polovici 20. stoletja, so bili opeka, kamen, les, apnena malta in drugi naravni lokalni gradbeni materiali.

Ključni problemi, ki se pojavljajo pri obnovah starejših stavb, so poleg neustreznih gradbeno-fizikalnih lastnosti (velika vlažnost, pojav plesni, energetska neučinkovitost) in premajhne požarne odpornosti, konstrukcijski problemi: problem stabilnosti in nosilnosti ter potresne odpornosti. Za odpravo slednjih se pri rekonstrukcijah (zidanih) objektov poslužujejo utrditvenih ukrepov, s katerimi se izboljša zmogljivost nosilne konstrukcije. Najpogostejši ukrepi pri rekonstrukcijah starejših stavb so: pod- in obbetoniranje temeljnih konstrukcij, injektiranje kamnitih zidov, izvedba armiranih ometov opečnih zidov, protipotresnih jeklenih vezi in sider etažnih konstrukcij, ter utrditev obokanih in stropnih konstrukcij z armiranobetonskim sovprežnim estrihom oz. tanko tlačno ploščo [4].

Eden od pogosteje rabljenih ukrepov utrjevanja problematičnih zidov stavb je metoda sistematičnega injektiranja. Na tržišču so v veliki meri prisotne predvsem injekcijske mase na osnovi cementa in apneno-cementne mešanice. Za utrjevanje zidov starejših stavb, kjer se je kot vezivo uporabljalo apno, pa konservatorska stroka teži k uporabi materialov, ki so identični uporabljenim historičnim materialom. Ker je apno zračno vezivo, se pri uporabi apnenih injekcijskih mešanic pojavi problem strjevanja. Za izboljšanje kakovosti apnenih injekcijskih mas je zato potrebna uporaba različnih kemijskih ali mineralnih dodatkov.

Namen diplomske naloge je proučiti vpliv alkalnega okolja in kemijskih dodatkov – dveh superplastifikatorjev in glicerol karbonata, na lastnosti apnenih injekcijskih mešanic z dolomitnim polnilom, čigar namen je morebitna uporaba pri utrjevanju zidov objektov kulturne dediščine.

Za potrebe diplomske naloge smo v Konstrukcijsko-prometnem laboratoriju Fakultete za gradbeništvo in geodezijo izdelali tri različne injekcijske mešanice, ki smo jih starali na zraku in kasneje še v 1M

raztopini KOH. Na svežih in strjenih standardnih preizkušancih smo opravili več preiskav, in sicer standardne meritve pretočnosti injekcijskih mešanic, vpliv glicerol karbonata na strjevanje mešanice apnenega veziva in vode v posodah z omejenim dostopom CO₂, vpliv superplastifikatorjev PPh in PCE na spremembe mase in krčenja preizkušancev, staranih na zraku, ter meritve tlačnih in upogibnih trdnosti preizkušancev, staranih v 1M raztopini KOH.

2 UPORABLJENI MATERIALI

2.1 Agregat

Iz geološke karte Slovenije lahko razberemo, da sta v Sloveniji najbolj razširjeni kamnini iz vrst karbonatnih kamnin apnenec in dolomit [5]. Na podlagi številnih nahajališč in kamnolomov lahko sklepamo, da je bil od nekdaj pri gradnjah objektov, zlasti v osrednji, južni in zahodni Sloveniji, najpogosteje uporabljen agregat teh dveh kamnin.

Dolomitna kamnina, ki smo jo uporabljali pri izdelavi preizkušancev, izhaja iz kamnoloma v osrednji Sloveniji. Predhodno izvedene preiskave, objavljene v prispevku [6], so pokazale, da gre za kamnino svetlo sive barve z manjšimi razpokami (velikost od nekaj mm do 0,5 cm). Na podlagi rentgenske in mikroskopske analize je bila določena mineraloška sestava kamnine, iz katere lahko razberemo, da kamnina vsebuje 97 % dolomita in 3 % kalcita [6].

Za izdelavo injekcijske mase smo uporabili dolomitno moko z največjim zrnom 0,25 mm, ki smo jo dobili s sejanjem dolomitnega agregata skozi standardna sita. Drobna zrnavost polnila v injekcijskih mešanicah sicer zmanjšuje pretočnost, saj je za popolno oblitje delcev potrebna večja količina vode, vendar hkrati zmanjšuje nezaželeno izločanje prevelike količine vode in segregacijo (Atkinson, R. H. in Schuller, M. P., 1992, cit. po Uranjek, M., 2008) [7].

Pred pripravo vzorcev smo izvedli meritve prostorninske mase agregata po standardiziranem postopku SIST EN 1097-6:2013 z gravimetrijsko metodo [8]. Najprej smo izmerili maso piknometra, nato smo vanj stresli dolomitno moko in ponovno stehtali. V piknometru smo dodali še vodo in ponovili tehtanje. Iz izmerjenih mas dolomitne moke in vode smo izračunali prostorninsko maso po spodnji formuli (Preglednica 1). Gostoto vode smo odčitali iz tabele na podlagi izmerjene temperature vode [9].

Formula:
$$\rho = \frac{m_{agregata}}{V^* - \frac{m_{H_2O}}{\rho_{H_2O}}}$$
 $V^* \dots$ volumen piknometra (50 cm³) (1)

Preglednica 1: Meritvi prostorninske mase dolomitne moke

| | 1. meritev | 2. meritev |
|---|------------|------------|
| Masa piknometra (g) | 28,03 | 30,21 |
| Masa piknometra z dolomitno moko(g) | 57,58 | 47,83 |
| Masa piknometra, dolomitne moke in vode (g) | 96,17 | 91,30 |
| Masa dolomitne moke (g) | 29,55 | 17,62 |
| Masa vode (g) | 38,59 | 43,47 |
| Gostota vode (T = 23 °C v g/cm ³) | 0,9975 | 0,9975 |
| Prostorninska masa dolomitne moke brez por in votlin (g/cm ³) | 2,61 | 2,74 |

Meritev prostorninske mase dolomitnega agregata s pomočjo metode piknometra smo ponovili in kot rezultat vzeli povprečje obeh meritev, ki je znašalo $2,69 \text{ g/cm}^3$.

2.2 Vezivo

Apneno vezivo je poleg cementa najpogosteje uporabljeno vezivo v gradbeništvu. Poznane so ga že stare kulture (Egipt, Mezopotamija, Izrael). Spada med t. i. zračna veziva, ki za karbonatizacijo oz. strjevanje potrebuje CO_2 iz zraka [10].

Pri izdelavi injekcijskih mešanic smo kot vezivo uporabili hidratizirano apno, proizvedeno v podjetju Industrija apna Kresnice. »Hidratizirano apno je gašeno apno s teoretično določeno količino potrebne vode (približno 33 % mase živega apna).« Proizvaja se v obliki prahu, ki se ob dodatku vode spremeni v kašasto zmes [10]. V Poročilu o preiskavi hidriranega apna so nam na voljo podatki o kemijski sestavi apna (Preglednica 2). Iz poročila lahko razberemo, da je vsebnost aktivnega CaO in MgO v apnu skoraj 95 % [11].

Preglednica 2: Kemijska sestava apna

| | Prosta voda | Žaroizguba | SiO_2 +netopno | R_2O_3 | CaO | MgO | SO_3 | Akt. CaO+MgO |
|---|-------------|------------|-------------------------|------------------------|-------|------|---------------|--------------|
| % | 0,25 | 26,41 | 1,01 | 0,23 | 69,86 | 1,98 | 0,26 | 94,71 |

Ključni problem pri uporabi hidratiziranega apna za izdelavo apnenih injekcijskih mešanic je omejena dostopnost CO_2 v zidovih in s tem povezana slabša zmožnost sušenja oz. daljši čas strjevanja [7].

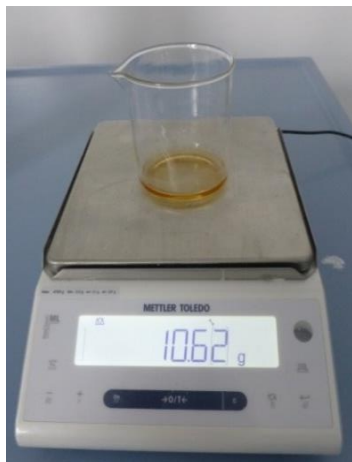
2.3 Dodatki

Zaradi slabšega strjevanja apnenih injekcijskih mas v zidovih, je potrebno dodajati kemijske dodatke. Ti vplivajo na zmanjšano količino vode, hitrejše strjevanje, hkrati pa ne vplivajo negativno na mehanske in fizikalne lastnosti injekcijskih mešanic. Pri uporabi fino mletih polnil je za doseganje ustrezne pretočnosti potrebno uporabljati superplastifikatorje [7].

Pri izdelavi injekcijskih mešanic smo se posluževali kemijskih dodatkov – superplastifikatorjev za betone. Zanje je značilno, da omogočajo zmanjšanje vodocementnega razmerja za določeno obdelavnost, omogočajo povečanje obdelavnosti pri določenem vodocementnemu faktorju in omogočajo zmanjšanje količine cementa [12].

Prvi dodatek, ki smo ga uporabljali pri izdelavi apnenih injekcijskih mas z dolomitnim polnilom, je bil superplastifikator iz vrst polifosfonatov, ki smo ga označili s kratico PPh, drugi pa izhaja iz vrst polikarboksilatov in smo ga označili z oznako PCE.

Tako PPh kot PCE sta brez posebnega vonja, viskozna in rjavkaste barve, kar prikazujeta tudi Slika 1 in Slika 2.



Slika 1: Super plastifikator PCE



Slika 2: Superplastifikator PPh

Poleg uporabe superplastifikatorjev smo v sodelovanju z dr. Maurizioom Bellottom želeli preučiti vpliv dodatka glicerol karbonata na hidratizirano apno. V ta namen smo naredili vzorce z različno koncentracijo glicerol karbonata.

Glicerol karbonat ($\text{CO}_3\text{C}_3\text{H}_5\text{OH}$) je naravni material, proizveden s pretvorbo olj in maščob organskega izvora. Kot stranski produkt ga najdemo tudi v proizvodnji biodizla in pri proizvodnji maščobnih kislin. Zaradi ugodnih fizikalno-kemijskih lastnosti se ga uporablja v farmacevtski (proizvodnja kozmetike), prehrambeni (kot emulgator) in drugi industriji (kot topilo) [13].

Iz raziskav tako na cementni malti kot tudi na apnenih preizkušancih iz metakaolina vemo, da glicerol karbonat vpliva na hiter potek njihovega strjevanja. Vzrok za hitro strjevanje mešanice apna, metakaolina in glicerol karbonata je kemična reakcija glicerol karbonata v alkalnem okolju. Pri tem nastane glicerol in CO_2 [13]. Na podlagi teh ugotovitev smo domnevali, da glicerol karbonat lahko vpliva tudi na hitrejšje strjevanje apnenih injekcijskih mešanic. Predpostavili smo, da bi za strjevanje nujno potreben CO_2 , čigar dostop v zidovih je v veliki meri onemogočen, nastal kot rezultat reakcije med glicerol karbonatom in hidratiziranim apnom. Pred izvedbo preizkušancev smo naredili test v plastičnem kozarcu, ki nam je potrdil domnevo o poteku reakcije med hidratiziranim apnom in glicerol karbonatom ter o njegovem vplivu na hiter potek sušenja (Slika 3).



Slika 3: Potek reakcije med hidratiziranim apnom in glicerol karbonatom

3 PRIPRAVA PREIZKUŠANCEV

3.1 Apnene injekcijske mešanice z dolomitno moko

3.1.1 Receptura

Osnova za sestavo preizkušancev je bila receptura, uporabljena za diplomsko nalogo Lucije Stermšek za izdelavo apnenih preizkušancev, pri kateri je bila polnilo kalcitna moka [14]. Vse injekcijske mešanice smo pripravili v volumskem razmerju apno : dolomitna moka 1 : 3.

V okviru diplomske naloge smo v skladu s standardom SIST EN 196-1:2005 [15] pripravili tri vrste vzorcev: referenčne preizkušance iz dolomitne moke in hidratiziranega apna in preizkušance, ki smo jim poleg polnila (zelo finega agregata) in veziva dodali superplastifikator PPh oz. PCE. Superplastifikator PPh smo označili z oznako SP1, superplastifikator PCE pa z oznako SP2. Vzorce smo poimenovali s kraticami, ki so jih sestavljale prve črke veziva, polnila in dodatka:

AD ... preizkušanci iz hidratiziranega apna in dolomitne moke

ADSP1 ... preizkušanci iz hidratiziranega apna in dolomitne moke z dodatkom superplastifikatorja PPh

ADSP2 ... preizkušanci iz hidratiziranega apna in dolomitne moke z dodatkom superplastifikatorja PCE

V konstrukcijsko-prometnem laboratoriju UL FGG smo najprej pripravili referenčne preizkušance AD in preizkušance ADSP2. Oboje smo vgradili v posebej pripravljene nestandardne kalupe v obliki valjev, premera 5 cm in višine 10 cm (Slika 4). Mešanici smo pripravili za skupno količino 1,5 l. Mešanica obeh vzorcev je bila zelo tekoča, kar je razvidno tudi iz meritve časa pretočnosti (Preglednica 3).

Preglednica 3: Testna sestava preizkušancev in meritev pretočnosti

| Oznaka preizkušanca/količina | H ₂ O (ml) | Apno (g) | Dolomitna moka (g) | SP1 (g) | SP2 (g) | Čas pretočnosti (s) |
|------------------------------|-----------------------|----------|--------------------|---------|---------|---------------------|
| AD | 828 | 440,2 | 1563,7 | / | / | 13'50 |
| ADSP2 | 728 | 440,2 | 1563,7 | / | 10,6 | /* |

*Pretočnosti nismo merili, ker je bila mešanica pretekoča.



Slika 4: Testni preizkušanci, vgrajeni v nestandardne kalupe v obliki valja

Na podlagi krčenja testnih vzorcev AD in ADSP2 smo določili potrebno redukcijo vode in ponovili pripravo vseh treh mešanic ter standardne meritve pretočnosti (Preglednica 4). Količino posameznih komponent smo sorazmerno povečali glede na potrebno končno količino mešanic za vgradnjo v kalupe (ca. 2,5 l).

Preglednica 4: Sestava preizkušancev po upoštevanju redukcije vode

| Oznaka preizkušanca/količina | H ₂ O (ml) | Apno (g) | Polnilo – dolomitna moka (g) | SP1 (g) | SP2 (g) |
|------------------------------|-----------------------|----------|------------------------------|---------|---------|
| AD | 666 | 440,2 | 1563,7 | / | / |
| ADSP1 | 666 | 440,2 | 1563,7 | 14,15 | / |
| ADSP2 | 666 | 440,2 | 1563,7 | / | 10,6 |

3.1.2 Postopek priprave vzorcev

Vpliv mešanja na lastnosti injekcijskih mešanic so obravnavali številni avtorji (Paillere A. M., Miltiadou A., Guinez R., Serrano J. J., 1992, cit. po Uranjek, M. 2008) [7], Toumbakari, E. – E., Van Gemert, D., Tassios, T. P., Tenoutasse, N. 1999 [16] ...). Postopek mešanja ima velik vpliv na pretočnost in posledično tudi na sposobnost injektiranja. Najboljši način mešanja je kombinacija mešanja v mešalcu z visokimi obrati in ultrazvočnega mešanja, ki vpliva na »razbitje« grduc v mešanici [7].

Pri pripravi testnih vzorcev sprva postopku mešanja nismo namenili posebne pozornosti. Pripravo vzorcev smo ponovili in pri tem upoštevali postopek mešanja, sestavljen iz več korakov [16]. Pri obeh mešanicah, narejenih z različnimi postopki mešanja, smo izmerili čas pretočnosti. Časa pretočnosti sta se pri enaki mešanici močno razlikovala (Preglednica 5), zato smo sklenili, da izdelavo mešanic v celoti ponovimo in se pri tem dosledno držimo naslednjih korakov:

Preglednica 5: Rezultati meritev časa pretočnosti enakih mešanic ob upoštevanju različnih postopkov

| Oznaka preizkušanca | Čas pretočnosti (s) |
|--|---------------------|
| AD | 27'26 |
| AD (postopek mešanja po spodaj opisanih korakih) | 13'50 |

1. V standardnem mešalcu smo pri nizki hitrosti eno minuto mešali suhe sestavine (mineralno polnilo in vezivo) (Slika 5). Mešanje smo za trenutek ustavili, preverili homogenost mešanice z žlico in ponovno mešali pri majhni hitrosti še eno minuto.



Slika 5: Mešanje suhih snovi

2. V ločeni posodi smo pri nizki hitrosti 30 sekund zmešali 75 % količine vode s superplastifikatorjem.
3. Med počasnim mešanjem smo mokrim sestavinam (vodi s superplastifikatorjem) dodali suho zmes agregata in veziva (Slika 6). Suhe sestavine smo dodajali počasi (v približno 30–40 sekundah).
4. Mešanico smo pri nizki hitrosti mešali še eno minuto. Postopek mešanja smo za kratek čas prekinili in z žlico preverili homogenost mešanice (Slika 7). V kolikor se je mešanica prilepila na stene posode, smo jo z lopatico odstranili in dali nazaj v sredino posode.



Slika 6: Priprava preizkušancev v standardnem mešalcu



Slika 7: Preverjanje homogenosti mešanice

5. Mešanico smo ponovno mešali še 2 minuti in ponovno preverili homogenost mešanice.
6. Ob počasnem mešanju smo dodali še preostalo količino vode (25 % celotne količine).
7. Pri nizki hitrosti smo vse sestavine mešali še 2 min in po prvi minuti ponovno preverili homogenost mešanice.

8. Mešanico smo nazadnje mešali še 10 min pri veliki hitrosti in po 5 min z žlico preverili homogenost mešanice.

Po uporabi zgoraj opisanega postopka mešanja smo lahko ugotovili, da so bile mešanice bolj tekoče, zaradi česar smo morali, ob upoštevanju redukcije vode, postopek priprave vzorcev ponoviti. Mešanice so bile na videz homogene, brez pojava grudic.

Sveže mešanice smo vgradili v standardne tridelne kalupe dimenzij 40 mm x 40 mm x 160 mm, ki smo jih predhodno namazali z mineralnim oljem in ob robovih vodotesno zaprli s plastelinom (Sliki 8 in 9). Vsako mešanico smo vgradili v tri kalupe, tako da smo skupaj dobili 27 preizkušancev oz. prizmic.



Slika 8: Priprava standardnih kalupov pred vgradnjo injekcijskih mešanic



Slika 9: Vgraditev mešanic v standardne kalupe

Po sedmih dneh smo vzorce razkalupili (Slika 10). Do starosti enega meseca smo jih starali na zraku pri temperaturi 20 °C. Po enem mesecu smo vzorce vstavili v 1M raztopino KOH in jih 3 mesece starali v zaprtih posodah, v pečici, na temperaturi 60 °C (Slika 11). 1M KOH je bil izbran kot raztopina, ki se uporablja za preiskave potencialne alkalne reaktivnosti agregatov v skladu s standardom ASTM C227-10:2010 [17]. S tem smo preizkušance izpostavili pospešenemu testu staranja in neugodnim razmeram, ki so jim lahko injekcijske mase tekom življenjske dobe izpostavljene v zidovih historičnih stavb.



Slika 10: Standardne prizmice po razkalupljanju



Slika 11: Staranje vzorcev v 1M KOH pri 60 °C

3.2 Apneni preizkušanci z dodatkom glicerol karbonata

Druga vrsta vzorcev, ki smo jih naredili, so bili namenjeni preverjanju poteka reakcije med glicerol karbonatom in hidratiziranim apnom. Za ta namen smo naredili tri vrste preizkušancev: referenčno mešanico hidratiziranega apna in vode (preizkušanci 1A, 1B), preizkušance z 0,2 % glicerol karbonata (preizkušanci 2A, 2B) in preizkušance z 1 % glicerol karbonata (preizkušanci 3A, 3B). Masno razmerje med vezivom in vodo je bilo pri vseh treh vzorcih 1 : 1, količina dodatka pa je bila različna (Preglednica 6).

Preglednica 6: Sestava preizkušancev z dodatkom glicerol karbonata

| Preizkušanec/količina | H ₂ O (ml) | Apno (g) | Glicerol karbonat (g) |
|-----------------------|-----------------------|----------|-----------------------|
| 1A, 1B | 500 | 500 | / |
| 2A, 2B | 500 | 500 | 1 |
| 3A, 3B | 500 | 500 | 5 |

Glicerol karbonat smo najprej zmešali z manjšo količino vode, nato pa smo ga dodali preostali količini vode v posodo mešalca. Ob stalnem mešanju smo postopoma, v času 30 s, dodajali hidratizirano apno. Za simulacijo pospešene karbonatizacije v zidu smo preprečili dovod CO₂ iz zraka tako, da smo mešanico vgradili v posode okroglega prereza, ki smo jih zaprli s pokrovi (Slika 12).

V skladu s SIST EN 196-3:2005 [18] smo z uporabo Vicatovega aparata merili konsistenco izdelanih preizkušancev v določenih časovnih intervalih (ob času: 0,5 min, 10 min, 15 min, 30 min, 45 min, 60 min, 90 min, 120 min, 3 h, 24 h) (Slika 13). Po preteku 30 min smo na površini vzorca opazili vodo in mehurčke. Prišlo je do precejšnje sedimentacije materiala. V opazovanem času do pričakovane reakcije – strditve mešanice zaradi vezanja CO₂, ki se sprošča pri reakciji med apnom in glicerol karbonatom, ni prišlo. Vzrok za to je bila prehitro potekajoča reakcija in izločanje CO₂ iz paste. Zaradi slednjega smo izvedbo apnenih preizkušancev z dolomitnim polnilom ter dodatkom glicerol karbonata opustili.



Slika 12: Posode za vgraditev vzorcev



Slika 13: Določanje konsistence na mešanici izdelanih preizkušancev

4 RAZISKAVE IN REZULTATI

4.1 Raziskava na svežih injekcijskih mešanicah: merjenje pretočnosti

Meritev, ki smo jo izvajali na svežih injekcijskih mešanicah, je merjenje pretočnosti. Ustrezna pretočnost je eden od ključnih parametrov injekcijskih mešanic, saj sta od nje odvisna kakovost vgradnje in utrditve zidu.

Preiskavo smo izvedli na svežih injekcijskih mešanicah v skladu s SIST EN 445:2008 po metodi lijaka [19]. Za izvedbo preiskave smo uporabili posodo z merilno skalo in lijak, ki smo ga predhodno navlažili (Slika 14). Svežo mešanico smo vlili do roba lijaka (Slika 15), čigar prostornina znaša $1,7 \text{ l} \pm 10 \%$. Merili smo čas, v katerem je v spodnjo posodo skozi grlo lijaka pretekel 1 l mešanice. Preiskavo smo ponovili dvakrat in kot rezultat vzeli povprečje obeh meritev (Preglednica 7).



Slika 14: Oprema za merjenje pretočnosti



Slika 15: Merjenje pretočnosti

Preglednica 7: Rezultati meritev pretočnosti injekcijskih mešanic ADSP1 in ADSP2

| Oznaka preizkušanca/količina | Čas pretočnosti (s) | Čas pretočnosti (s) | Povprečna vrednost |
|------------------------------|---------------------|---------------------|--------------------|
| ADSP1 | 19'35 | 18'90 | 19,13 |
| ADSP2 | 18'37 | 17'58 | 17,98 |

Čas pretočnosti apneno-dolomitnih injekcijskih mešanic nismo merili zaradi pretakoče zmesi.

Na podlagi meritev pretočnosti lahko sklepamo, da sta obe mešanici s superplastifikatorjema sorazmerno dobro pretočni in ustrezata kriteriju pretočnosti za cementne injekcijske mešanice, ki je $t \leq 30 \text{ s}$ oz. 20 s [20].

4.2 Raziskave na strjenih injekcijskih mešanicah

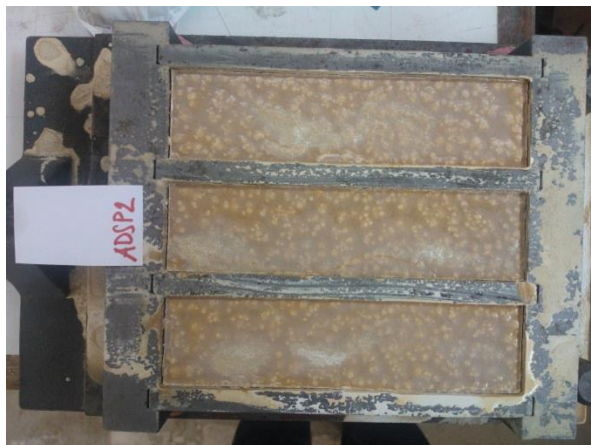
4.2.1 Vizualni pregled preizkušancev

Vzorci injekcijskih mešanic smo starali štiri mesece. Že pri razkalupljanju smo opazili, da se apnenodolomitni preizkušanci sušijo veliko hitreje kot vzorci z dodanim superplastifikatorjem. Prizme iz apna in dolomitne moke so v precejšnji meri popokale, kar lahko vidimo na Sliki 16. Zaradi tega je bilo število vzorcev AD, primernih za kasnejše meritve, delno okrnjeno.



Slika 16: Razpokani preizkušanci AD

Preizkušanci z dodanima superplastifikatorjema PPh oz. PCE so ostali kompaktni, brez večjih vidnih razpok. Preizkušanci z dodatkom superplastifikatorja PCE so bili ob razkalupljanju na otip še rahlo sveži, poleg tega pa so se površinsko močno obarvali (Slika 17). Zaradi okrase obarvanosti preizkušancev lahko sklepamo, da bi bile takšne injekcijske mešanice manj uporabne v praksi.



Slika 17: Okrasto obarvana površina preizkušancev ADSP2

4.2.2 Meritve spremembe mase

Meritve mase preizkušancev smo izvajali na vzorcih po razkalupljanju (čas 0) in po 28 dneh staranja na sobni temperaturi 20 °C. Za meritve mase smo uporabili elektronsko tehtnico z natančnostjo stotinke grama. V preglednicah 8, 9 in 10 so podani rezultati meritev in spremembe mas.

Preglednica 8: Spremembe mas AD-preizkušancev

| Preizkušanci/čas staranja | Čas 0 | 28 dni | Sprememba mase (g) |
|---------------------------|----------|----------|--------------------|
| | Masa (g) | Masa (g) | |
| AD1.1. | 410,69 | 387,42 | 23,27 |
| AD1.2. | 426,63 | 385,23 | 41,40 |
| AD1.3. | 429,11 | 384,04 | 45,07 |
| AD2.1. | 410,41 | 384,81 | 25,60 |
| AD2.2. | 424,74 | 391,51 | 33,23 |
| AD2.3. | / | / | / |
| AD3.1. | / | / | / |
| AD3.2. | / | / | / |

Vzorci AD2.3., AD3.1., AD3.2. so pri razkalupljanju razpadli, vzorca AD3.3. zaradi pomanjkanja materiala nismo vgradili.

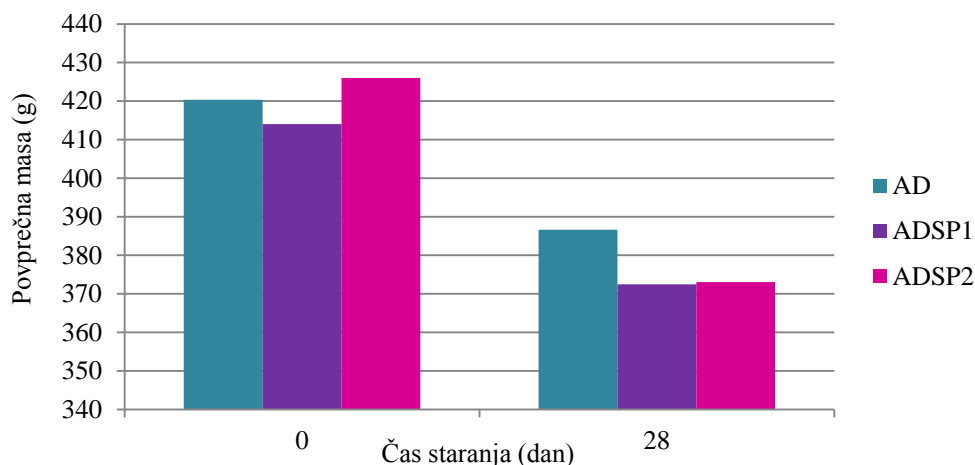
Preglednica 9: Spremembe mas preizkušancev ADSP1

| Preizkušanci/čas staranja | Čas 0 | 28 dni | Sprememba mase (g) |
|---------------------------|----------|----------|--------------------|
| | Masa (g) | Masa (g) | |
| ADSP1-1.1. | 399,38 | 366,73 | 32,65 |
| ADSP1-1.2. | 419,47 | 370,75 | 48,72 |
| ADSP1-1.3. | 421,96 | 372,67 | 49,29 |
| ADSP1-2.1. | 420,95 | 376,98 | 43,97 |
| ADSP1-2.2. | 418,72 | 375 | 43,72 |
| ADSP1-2.3. | 416,28 | 371,83 | 44,45 |
| ADSP1-3.1. | 409,23 | 369,4 | 39,83 |
| ADSP1-3.2. | 415,04 | 373,15 | 41,89 |
| ADSP1-3.3. | 405,23 | 375,45 | 29,78 |

Preglednica 10: Spremembe mas preizkušancev ADSP2

| Preizkušanci/čas staranja | Čas 0 | 28 dni | Sprememba mase (g) |
|---------------------------|----------|----------|--------------------|
| | Masa (g) | Masa (g) | |
| ADSP2-1.1. | 430,63 | 376 | 54,63 |
| ADSP2-1.2. | 441,99 | 379,26 | 62,73 |
| ADSP2-1.3. | 430,76 | 371,46 | 59,3 |
| ADSP2-2.1. | 420,23 | 365,47 | 54,76 |
| ADSP2-2.2. | 419,2 | 362,75 | 56,45 |
| ADSP2-2.3. | 397,1 | 363,61 | 33,49 |
| ADSP2-3.1. | 439,38 | 385,74 | 53,64 |
| ADSP2-3.2. | 432,58 | 377,16 | 55,42 |
| ADSP2-3.3. | 422,05 | 375,84 | 46,21 |

Na podlagi meritev sprememb mas opazimo, da se je masa vseh preizkušancev v času 28 dni zmanjšala. Manjšanje mase lahko pripišemo izhlapevanju tekočine. Masa apneno-dolomitnih preizkušancev, ki je bila že po vizualnem pregledu ob času 0 relativno suha, se je na podlagi merjenja spremembe mase petih vzorcev po 28 dneh v povprečju zmanjšala za 33,71 g. Povprečna sprememba mase pri preizkušancih z dodatkom superplastifikatorja PPh je znašala 41,59 g (povprečje meritev devetih vzorcev), pri preizkušancih z dodatkom superplastifikatorja PCE pa 52,96 g (povprečje meritev devetih vzorcev).

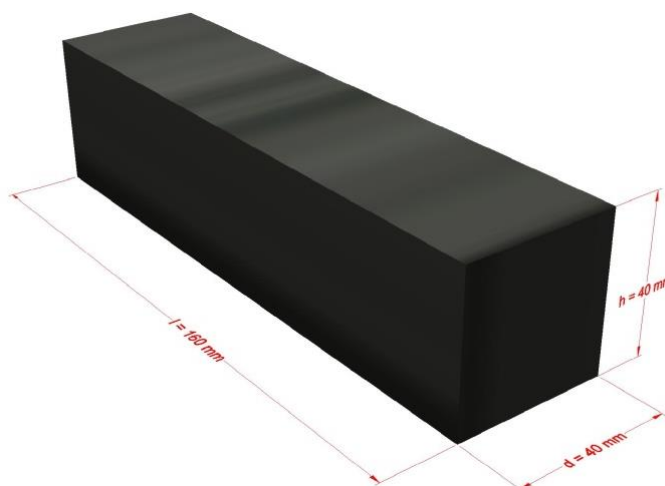


Grafikon 1: Povprečne mase preizkušancev ob času 0 in po 28 dneh

Iz rezultatov meritev je razvidno, da je sprememba mase večja pri vzorcih, kjer je bil dodan eden od superplastifikatorjev (Grafikon 1). Na podlagi tega lahko sklepamo na lastnost superplastifikatorjev – omogočanje zmanjšane vodovozivnega razmerja pri zeleni obdelavnosti [7]. Največja povprečna sprememba mase je bila izmerjena pri vzorcih ADSP2, na kar so kazali že na dotik še rahlo sveži vzorci ob razkalupljanju.

4.2.3 Meritve spremembe volumna

Meritve krčenja oz. spremembe volumna preizkušancev smo prav tako kot meritve mase izvajali na vzorcih po razkalupljanju (čas 0) in po 28 dneh, staranih na zraku pri sobni temperaturi 20 °C. Za meritve krčenja smo uporabili elektronsko kljunasto merilo. S kljunastim merilom smo odčitali tri dimenzije: širino, višino in dolžino preizkušanca (Slika 18). Na podlagi izmerjenih dimenzij smo izračunali volumen preizkušancev.



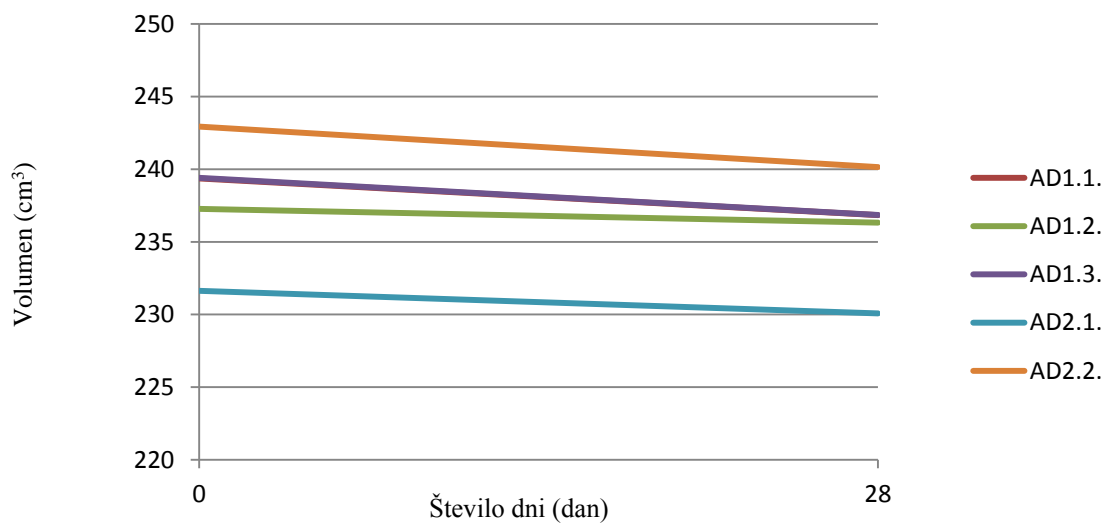
Slika 18: Standardni preizkušanec

Kjer so:

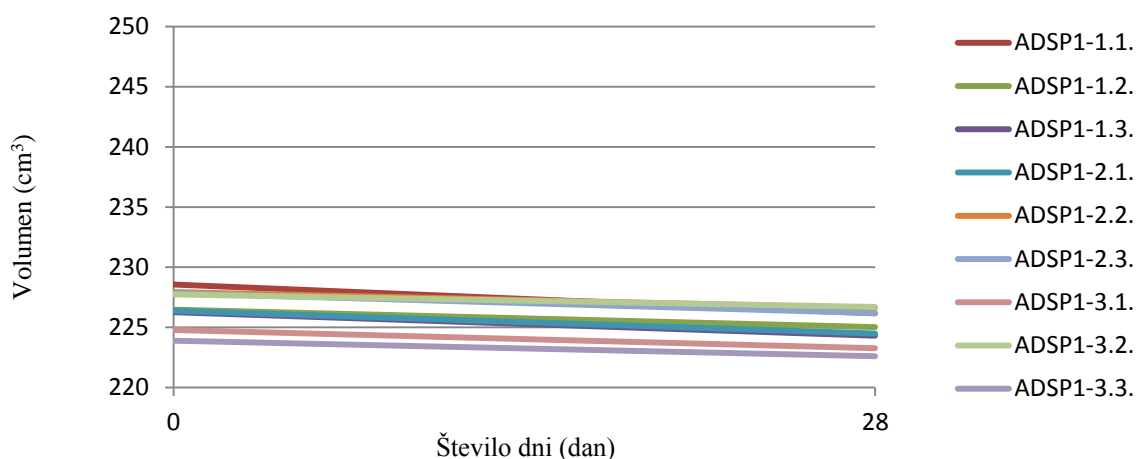
d ... širina preizkušanca

h ... višina preizkušanca

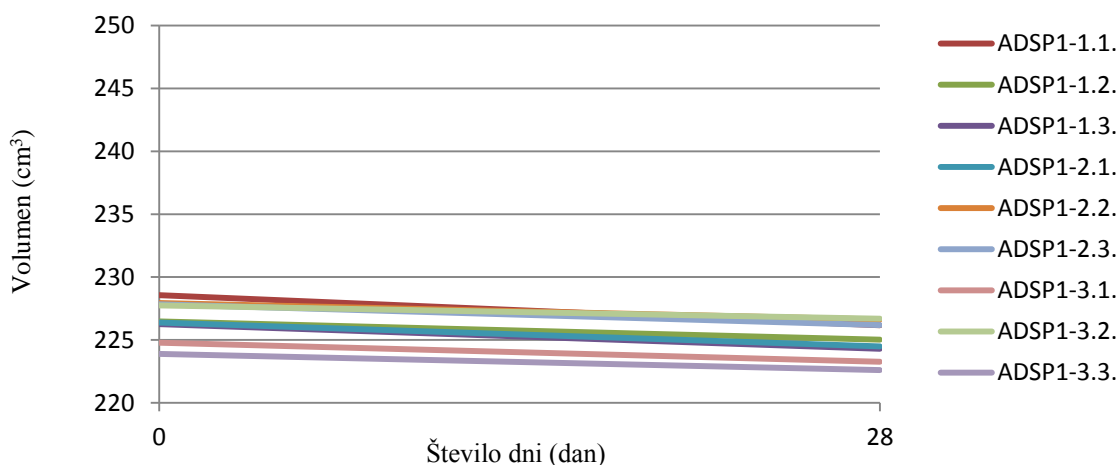
l ... dolžina preizkušanca



Grafikon 2: Sprememba volumna AD-preizkušancev



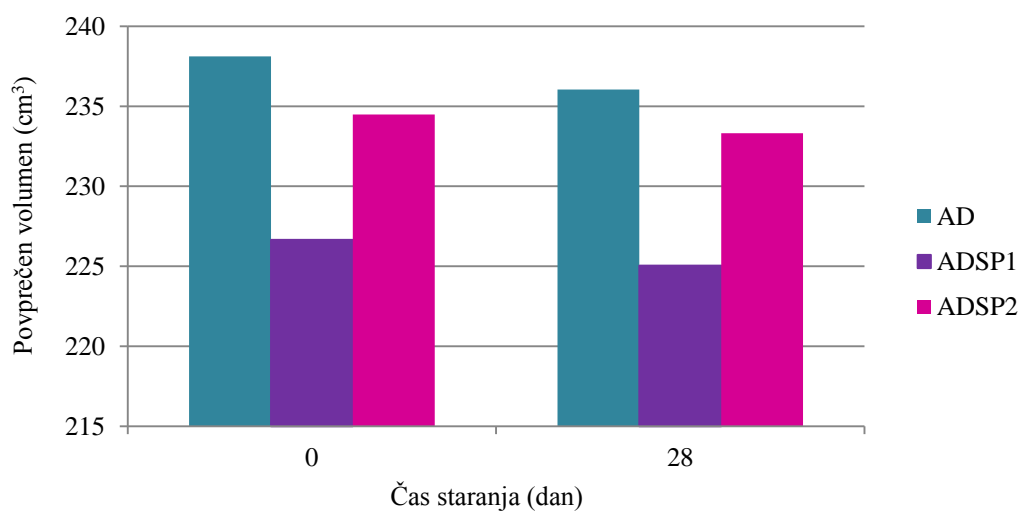
Grafikon 3: Sprememba volumna preizkušancev ADSP1



Grafikon 4: Sprememba volumna preizkušancev ADSP2

Pri vseh preizkušancih je prišlo do krčenja in posledično do spremembe volumna (Grafikoni 2, 3 in 4). Krčenje vseh preizkušancev je bilo opaziti že na podlagi vizualnega pregleda. Največje krčenje preizkušancev je bilo opaziti na apneno-dolomitnih preizkušancih brez superplastifikatorja, zaradi česar je prišlo tudi do razpokanja.

V povprečju so se AD-vzorci skrčili za $2,08 \text{ cm}^3$. Manjše krčenje smo razbrali pri preizkušancih z dodatkom PPh. Sprememba volumna vzorcev ADSP1 je v povprečju znašala $1,61 \text{ cm}^3$. Najmanjše spremembe volumna smo izmerili pri vzorcih z dodatkom superplastifikatorja PCE, in sicer v povprečju $1,17 \text{ cm}^3$. Povprečne vrednosti meritev volumna prikazuje Grafikon 5.



Grafikon 5: Povprečen volumen preizkušancev ob času 0 in po 28 dneh

Po meritvah mase in krčenja smo preizkušance vstavili v 1M bazično raztopino KOH, jih zaprli v posode s pokrovi ter dali starati v pečico na konstantno temperaturo 60 °C. S tem smo želeli vzorce izpostaviti pospešenim pogojem staranja.

4.2.4 Mehanske preiskave

Pri pospešenih pogojih staranja preizkušancev v pečici pri temperaturi 60 °C, smo večkrat preverili, da so ti v celoti prekriti z raztopino. Po enem in treh mesecih staranja preizkušancev v 1M raztopini KOH smo po standardiziranih porušnih metodah, v skladu s SIST EN 1015-11:2001 [21] izmerili upogibne in tlačne trdnosti strjenih vzorcev s pomočjo hidravlične preše.

4.2.4.1 Meritve upogibnih trdnosti

Upogibno natezno trdnost smo določili s pomočjo upogibnega preizkusa. Preizkus se izvaja na treh prizmicah standardnih dimenzij za vsako sestavo injekcijske mešanice. Rezultat meritev je povprečje vseh treh vrednosti. Preizkušance smo vsakega posebej postavili na podpori tako, da je bila dolžina med robom prizme in podporo na obeh straneh enaka 3 cm [9]. S hidravlično prešo smo preizkušance obremenjevali do mejne sile, ki smo jo odčitali s pomočjo računalniškega programa (Slika 19). Na podlagi pridobljene mejne sile smo s pomočjo spodnje enačbe izračunali natezno upogibno trdnost [9]:

$$f_{cf} = \frac{1,5Fl}{dh^2} \quad (2)$$

Kjer je:

f_{cf} ... upogibna natezna trdnost (MPa)

F ... upogibna mejna sila (kN)

l ... razdalja med podporami (cm)

d ... širina preizkušanca (cm)

h ... višina preizkušanca (cm)

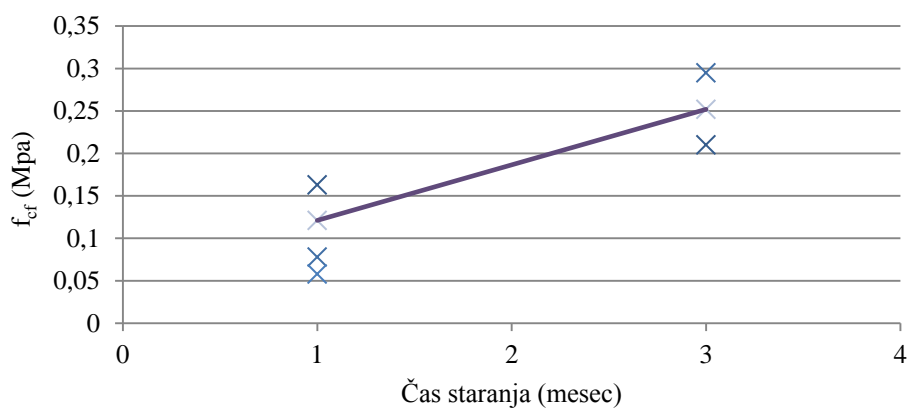


Slika 19: Upogibni preizkus

Preglednica 11: Meritve F (kN) in izračun f_{cf} (MPa) AD preizkušancev

| Preizkušanci/čas staranja | 1 mesec v KOH (T = 60 °C) | | 3 mesece v KOH (T = 60 °C) | |
|---------------------------|----------------------------|---------------------------------|----------------------------|---------------------------------|
| | Max upogibna sila – F (kN) | Upogibna trdnost f_{cf} (MPa) | Max upogibna sila – F (kN) | Upogibna trdnost f_{cf} (MPa) |
| AD1.1. | 0,65 | 0,16 | | |
| AD1.2. | 0,31 | 0,08 | | |
| AD1.3. | 0,23* | 0,06 | | |
| AD2.1. | | | 0,81 | 0,21 |
| AD2.2. | | | 1,19 | 0,29 |

*razpoka na preizkušancu

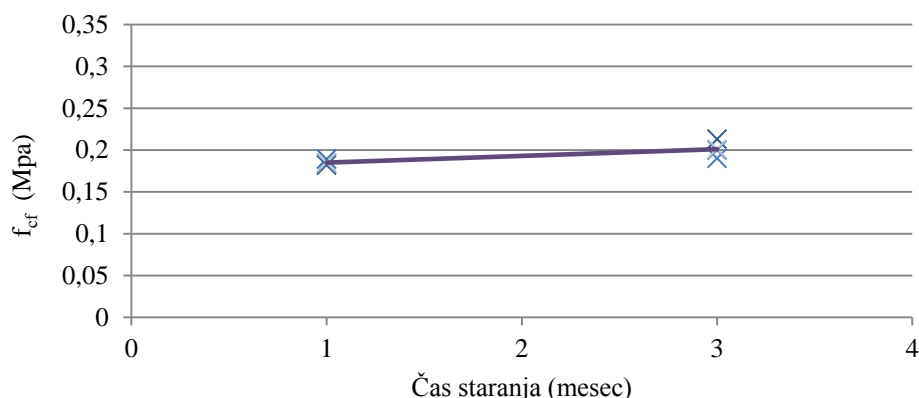


Grafikon 6: Upogibna trdnost AD-preizkušancev

Na podlagi meritev maksimalne upogibne sile na AD-vzorcih lahko opazimo, da je raztros rezultatov razmeroma velik (Preglednica 11). To lahko pripišemo geometrijskim napakam na vzorcih, ki so nastale tekom strjevanja (razpoke, nepravilna zapolnjenost). Upogibne trdnosti AD-vzorcev, merjene po 1 mesecu staranja na zraku in 1 mesecu staranja v 1M KOH pri 60 °C, so bile v povprečju 0,12 MPa, po 3 mesecih v 1M KOH pa 0,25 MPa (merjeno na dveh vzorcih). Iz Grafikona 6 je razvidna razmeroma velika sprememba povprečnih upogibnih trdnosti AD-preizkušancev, ki je znašala 0,13 MPa.

Preglednica 12: Meritve F (kN) in izračun f_{cf} (MPa) preizkušancev ADSP1

| Preizkušanci/čas staranja | 1 mesec v KOH (T = 60 °C) | | 3 mesece v KOH (T = 60 °C) | |
|---------------------------|----------------------------|---------------------------------|----------------------------|---------------------------------|
| | Max upogibna sila – F (kN) | Upogibna trdnost f_{cf} (MPa) | Max upogibna sila – F (kN) | Upogibna trdnost f_{cf} (MPa) |
| ADSP1-1.1. | 0,62 | 0,18 | | |
| ADSP1-1.2. | 0,64 | 0,19 | | |
| ADSP1-1.3. | 0,62 | 0,18 | | |
| ADSP1-2.1. | | | 0,72 | 0,21 |
| ADSP1-2.2. | | | 0,69 | 0,20 |
| ADSP1-2.3. | | | 0,65 | 0,19 |

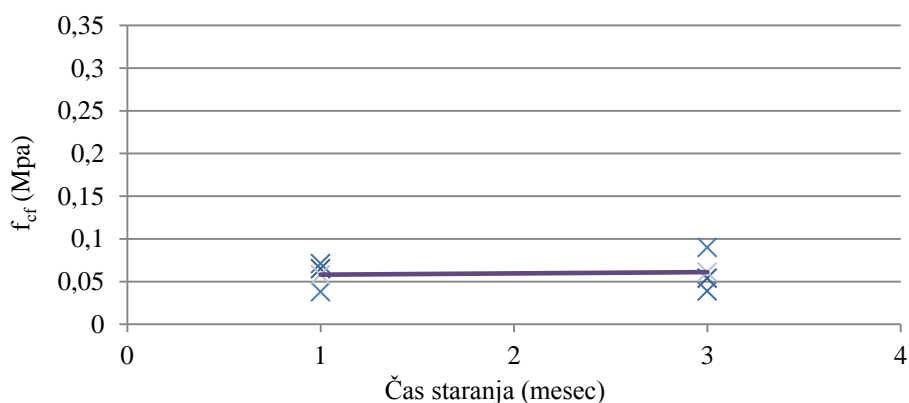


Grafikon 7: Upogibna trdnost preizkušancev ADSP1

Meritve maksimalne upogibne sile vzorcev ADSP1 kažejo na zelo majhen raztros rezultatov (Preglednica 12). Po enem mesecu staranja v 1M KOH na temperaturi 60 °C ti v primerjavi z ostalimi vzorci v povprečju dosegajo največjo upogibno trdnost, in sicer 0,19 MPa. Sprememba povprečnih upogibnih trdnosti po 3 mesecih staranja v pospešenih pogojih glede na trdnosti po 1 mesecu, je v primerjavi z AD-vzorci precej manjša in znaša 0,02 MPa. Na to kaže tudi veliko bolj položna krivulja povprečnih upogibnih trdnosti (Grafikon 7).

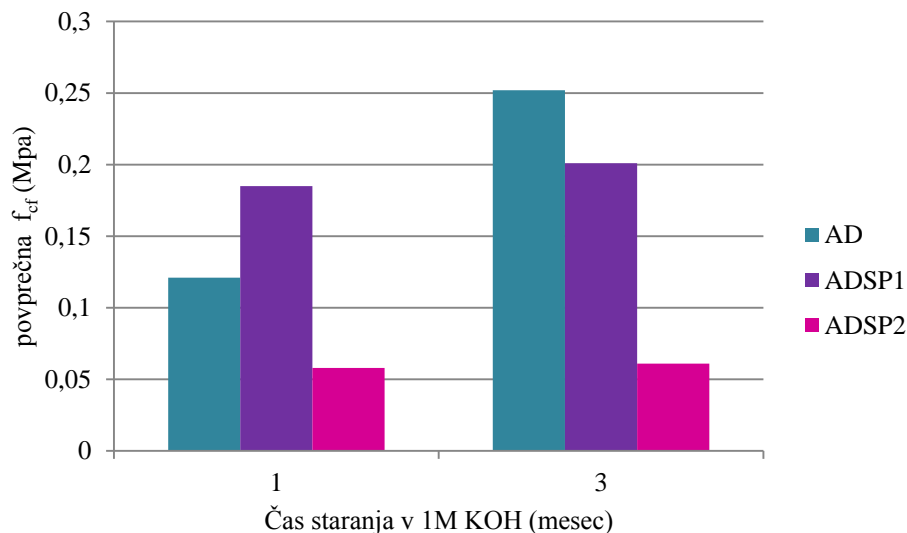
Preglednica 13: Meritve F (kN) in izračun f_{cf} (MPa) preizkušancev ADSP2

| Preizkušanci/čas staranja | 1 mesec v KOH (T = 60 °C) | | 3 mesece v KOH (T = 60 °C) | |
|---------------------------|----------------------------|---------------------------------|----------------------------|---------------------------------|
| | Max upogibna sila – F (kN) | Upogibna trdnost f_{cf} (MPa) | Max upogibna sila – F (kN) | Upogibna trdnost f_{cf} (MPa) |
| ADSP2-1.1. | 0,23 | 0,06 | | |
| ADSP2-1.2. | 0,25 | 0,07 | | |
| ADSP2-1.3. | 0,13 | 0,04 | | |
| ADSP2-2.1. | | | 0,20 | 0,05 |
| ADSP2-2.2. | | | 0,14 | 0,04 |
| ADSP2-2.3. | | | 0,33 | 0,09 |



Grafikon 8: Upogibna trdnost preizkušancev ADSP2

Iz Preglednice 13 lahko razberemo, da vzorci ADSP2 dosegajo izrazito manjšo upogibno trdnost v primerjavi z AD in ADSP1. Po 1 mesecu v 1M KOH je ta v povprečju znašala 0,06 MPa. Upogibne trdnosti ADSP2 po 3 mesecih v 1M KOH ostajajo enake, kar lahko opazimo tudi iz Grafikona 8.



Grafikon 9: Povprečne upogibne trdnosti preizkušancev po 1 in 3 mesecih v 1M KOH in 60 °C

Na podlagi meritev upogibnih trdnosti na vseh treh sestavah lahko opazimo, da je največja sprememba povprečnih upogibnih trdnosti med enim in tremi meseci pri pospešenih pogojih staranja izmerjena pri vzorcih AD (Grafikon 9). Ta znaša 0,13 MPa. Manjša sprememba povprečnih upogibnih trdnosti je bila izmerjena pri preizkušancih ADSP1 in znaša 0,02 MPa, rezultati upogibnih trdnosti ADSP2 pa kažejo na to, da v dveh mesecih staranja v 1M KOH do sprememb ni prišlo.

4.2.4.2 Meritve tlačnih trdnosti

Tlačno trdnost injekcijskih mešanic smo določali na polovicah vzorcev, dobljenih s preskusom upogibne trdnosti. Polovice prizmic smo vstavili med jeklene ploščice in jih s pomočjo hidravlične preše obremenjevali do porušitve. S pomočjo računalniškega programa smo odčitali mejno stanje. Kot rezultat smo vzeli povprečje vseh šestih mejnih sil. S pomočjo spodnje enačbe smo izračunali tlačne trdnosti preizkušancev [9].

$$f_c = \frac{F}{A_c} \quad (3)$$

Kjer je:

f_c ... tlačna trdnost

F ... tlačna sila

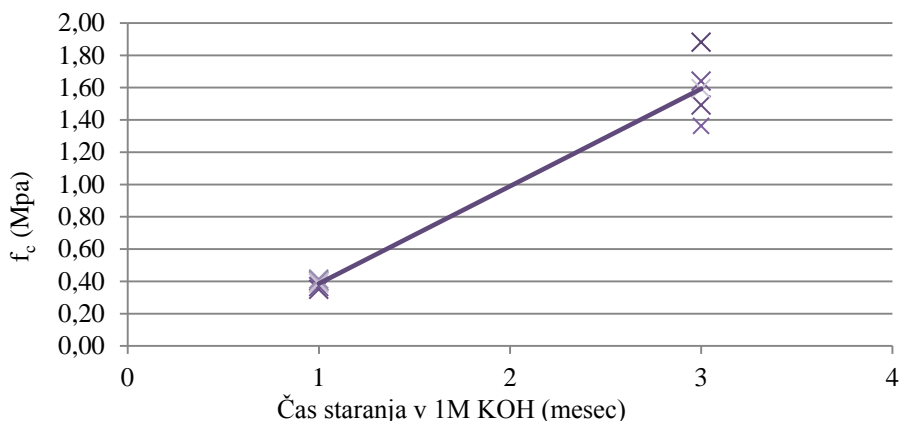
A_c ... površina vodoravnega prereza preizkušanca



Slika 20: Enoosni tlačni preizkus v standardni preši

Preglednica 14: Meritve tlačnih trdnosti AD-preizkušancev

| Preizkušanci/čas staranja | 1 mesec v 1M KOH (T = 60 °C) | | | | 3 mesece v 1M KOH (T = 60 °C) | | | |
|---------------------------|------------------------------|------|----------------------------|------|-------------------------------|-------|----------------------------|------|
| | Tlačna sila (kN) | | Tlačna trdnost f_c (MPa) | | Tlačna sila (kN) | | Tlačna trdnost f_c (MPa) | |
| AD1.1. | 6,16 | 5,91 | 0,40 | 0,39 | | | | |
| AD1.2. | 5,35 | 6,31 | 0,35 | 0,41 | | | | |
| AD1.3. | 5,64 | 6,1 | 0,37 | 0,40 | | | | |
| AD2.1. | | | | | 28,1 | 24,51 | 1,88 | 1,64 |
| AD2.2. | | | | | 23,14 | 21,14 | 1,49 | 1,36 |

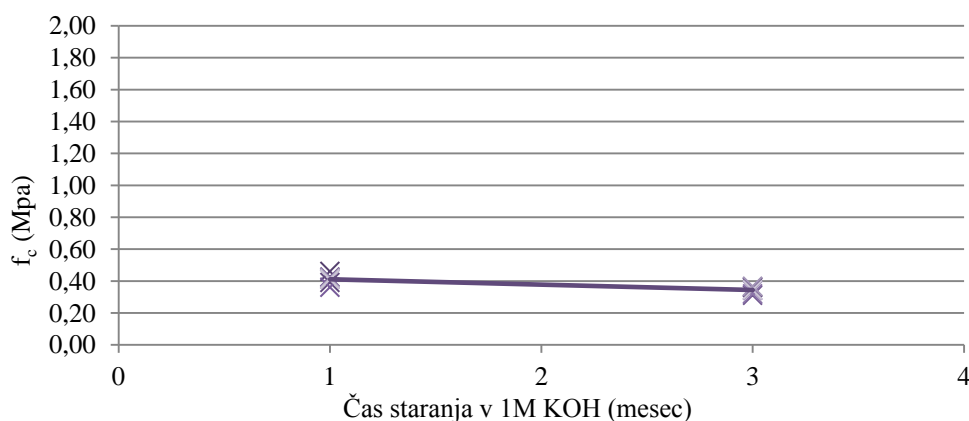


Grafikon 10: Tlačna trdnost AD-preizkušancev

Rezultati meritev tlačnih trdnosti na AD-vzorcih kažejo na precejšno zgoščenost vrednosti (Preglednica 14). Povprečna tlačna trdnost po 1 mesecu v pospešenih pogojih staranja je znašala 0,39 MPa. Tlačne trdnosti AD-vzorcev po 3 mesecih v 1M KOH so močno narasle, njihova povprečna vrednost je bila 1,59 MPa. Velik porast tlačnih trdnosti lahko razberemo tudi iz razmeroma strme krivulje povprečnih tlačnih trdnosti, ki je podana v Grafikonu 10.

Preglednica 15: Meritve tlačnih trdnosti preizkušancev ADSP1

| Preizkušanci/čas staranja | 1 mesec v 1M KOH (T = 60 °C) | | | | 3 mesece v 1M KOH (T = 60 °C) | | | |
|---------------------------|------------------------------|------|----------------------------|------|-------------------------------|------|----------------------------|------|
| | Tlačna sila (kN) | | Tlačna trdnost f_c (MPa) | | Tlačna sila (kN) | | Tlačna trdnost f_c (MPa) | |
| ADSP1-1.1. | 6,53 | 5,13 | 0,46 | 0,36 | | | | |
| ADSP1-1.2. | 5,55 | 5,83 | 0,39 | 0,41 | | | | |
| ADSP1-1.3. | 6,01 | 5,93 | 0,43 | 0,42 | | | | |
| ADSP1-2.1. | | | | | 5,13 | 4,84 | 0,36 | 0,34 |
| ADSP1-2.2. | | | | | 5,13 | 4,58 | 0,36 | 0,32 |
| ADSP1-2.3. | | | | | 4,44 | 5,24 | 0,31 | 0,37 |

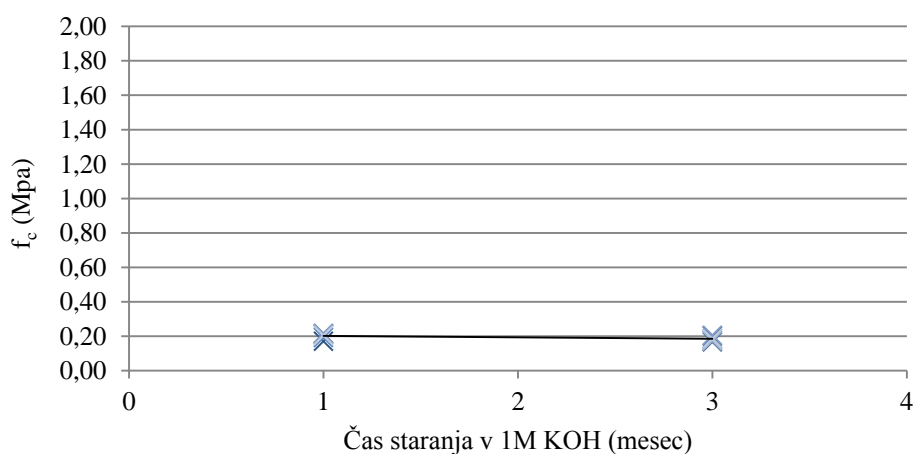


Grafikon 11: Tlačna trdnost preizkušancev ADSP1

Tlačna trdnost po enem mesecu staranja vzorcev v 1M KOH na 60 °C je bila v povprečju največja pri preizkušancih ADSP1 in je znašala 0,41 MPa (Preglednica 15). Z razliko od AD-vzorcev se je tlačna trdnost preizkušancev po 3 mesecih v 1M KOH zmanjšala (Grafikon 11). Povprečna vrednost je tako dosegla 0,34 MPa.

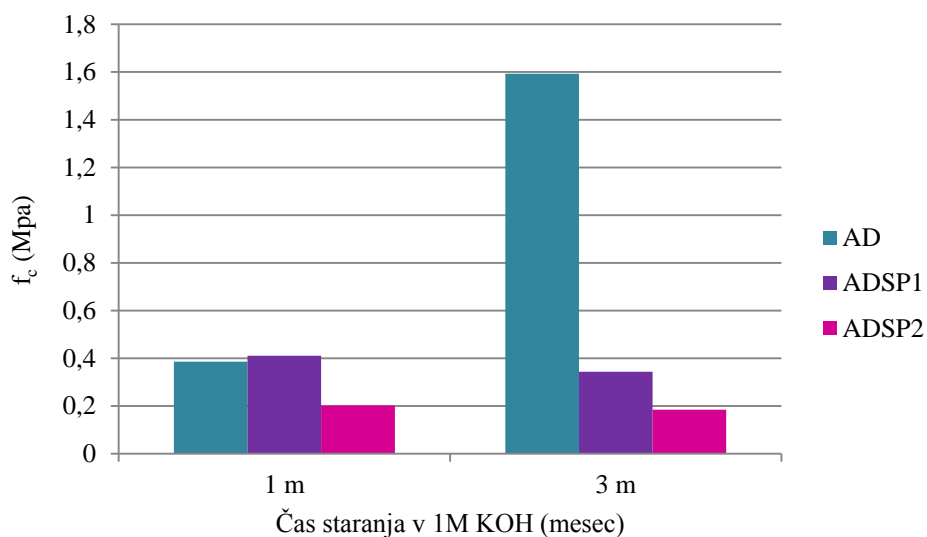
Preglednica 16: Meritve tlačnih trdnosti preizkušancev ADSP2

| Preizkušanci/čas staranja | 1 mesec v 1M KOH (T = 60 °C) | | | | 3 mesece v 1M KOH (T = 60 °C) | | | |
|---------------------------|------------------------------|------|----------------------------|-------|-------------------------------|------|----------------------------|-------|
| | Tlačna sila (kN) | | Tlačna trdnost f_c (MPa) | | Tlačna sila (kN) | | Tlačna trdnost f_c (MPa) | |
| ADSP2-1.1. | 2,49 | 2,82 | 0,171 | 0,193 | | | | |
| ADSP2-1.2. | 3,11 | 3,15 | 0,214 | 0,216 | | | | |
| ADSP2-1.3. | 3,02 | 2,98 | 0,210 | 0,207 | | | | |
| ADSP2-2.1. | | | | | 2,98 | 2,75 | 0,201 | 0,186 |
| ADSP2-2.2. | | | | | 2,45 | 3,00 | 0,167 | 0,205 |
| ADSP2-2.3. | | | | | 2,62 | 2,56 | 0,177 | 0,173 |



Grafikon 12: Tlačna trdnost preizkušancev ADSP2

Najmanjše tlačne trdnosti so bile izmerjene pri vzorcih ADSP2 (Preglednica 16). Te so v povprečju znašale 0,20 MPa. Po dodatnih dveh mesecih staranja v pospešenih pogojih so vrednosti tlačnih trdnosti ADSP2 ostale skoraj enake oz. so se še zmanjšale, kar je lepo razvidno tudi iz krivulje, izrisane v Grafikonu 12. Povprečne tlačne trdnosti so tako znašale 0,18 MPa.



Grafikon 13: Povprečne tlačne trdnosti preizkušancev po 1 in 3 mesecih v 1M KOH in 60 °C

Iz rezultatov meritev tlačnih trdnosti na preizkušancih, starih v 1M KOH, lahko opazimo, da je sprememba med enim in tremi meseci daleč največja pri AD-vzorcih. Ta je znašala 1,21 MPa. Veliko manjše spremembe so opazne pri vzorcih ADSP1 in ADSP2. Vrednosti teh so za razliko od AD-vzorcev padle, kar lahko razberemo tudi iz Grafikona 13. Povprečne tlačne trdnosti ADSP1 so se zmanjšale za 0,07, pri vzorcih ADSP2 pa za 0,02.

5 DISKUSIJA

V diplomski nalogi smo preučevali vpliv dodatkov – glicerol karbonata in superplastifikatorjev PPh ter PCE na lastnosti apnenih injekcijskih mešanic z dolomitnim agregatom.

Predvidena reakcija med glicerol karbonatom in apnenim vezivom ni potekla v skladu s pričakovanji. Slabšo reaktivnost glicerol karbonata in apna lahko morebiti pripišemo premajhni koncentraciji dodatka ali prekratkemu času opazovanja. Možen vzrok pa je tudi prehiter potek reakcije in izločitev CO₂ iz apnene paste. Za bolj detajlni študij morebitne reakcije glicerol karbonata in apnenega veziva bi bilo smiselno pripraviti mešanice veziva in vode z različnimi koncentracijami glicerol karbonata.

Zaradi nepotečene reakcije med glicerol karbonatom in pasto hidratiziranega apna smo nadaljnje delo s tem dodatkom opustili. V nadaljevanju diskusije se bom osredotočila zgolj na apnene injekcijske mešanice, pri katerih smo uporabili kemijska dodatka, superplastifikatorja PPh oz. PCE.

V konstrukcijsko-gradbenem laboratoriju UL FGG smo izdelali tri različne injekcijske mešanice z oznakami AD, ADSP1 in ADSP2. Po enem mesecu staranja na zraku smo jih izpostavili pospešenim testom staranja, s pomočjo 1M raztopine KOH in povišane temperature 60 °C.

Na svežih injekcijskih mešanicah smo opravili standardne meritve pretočnosti po metodi lijaka. Iz rezultatov meritev na mešanicah ADSP1 in ADSP2 smo ugotovili, da obe mešanici zadostujeta kriteriju pretočnosti za injekcijske mase (20 s).

Meritve spremembe mase in krčenja oz. volumna smo določili med dnem, ko smo preizkušance razkalupili in enim mesecem staranja vzorcev na zraku pri sobni temperaturi. Na podlagi dobljenih rezultatov lahko ugotovimo, da sta se pri vseh vzorcih tako masa kot volumen zmanjšala, kar lahko pripišemo izhlapevanju vode. Masa se je v največji meri zmanjšala preizkušancem ADSP2, sledijo vzorci ADSP1 in AD (Grafikon 1). Vzorci ADSP2 so bili ob razkalupljanju na otip še rahlo sveži, zaradi česar lahko sklepamo, da je bila prisotnost vode tudi v notranjih porah večja kot pri ostalih dveh preizkušancih, kjer je voda v veliki meri izhlapela že od vgradnje v kalupe pa do razkalupljanja. Da bi lahko razložili, zakaj je bila največja sprememba mase vzorcev pri sestavi s PCE superplastifikatorjem, bi rabili dodatna znanja s področja kemije in dodatne preiskave.

Sprememba volumna je potekala v obratnem sorazmerju v primerjavi s spremembo mase. Največje krčenje, kar smo lahko ocenili že na podlagi vizualnega pregleda preizkušancev, je bilo pri AD-vzorcih. Nekaj vzorcev je tudi razpadlo. Na podlagi tega dejstva dopuščamo možnost napake pri meritvah spremembe volumna na AD-vzorcih.

Meritve tlačnih in upogibnih trdnosti smo izvajali po enem in treh mesecih izpostavitve vzorcev pospešenim pogojem staranja (alkalno okolje 1M raztopine KOH in temperatura 60 °C). Rezultati meritev so pokazali, da je bila upogibna trdnost vzorcev ADSP1 po enem mesecu staranja v 1M KOH

največja. Sledili so vzorci AD, izrazito manjše vrednosti upogibnih trdnosti pa so bile izmerjene pri vzorcih ADSP2. Upogibne trdnosti ADSP1 in ADSP2 so tudi po 3 mesecih v 1M KOH ostajale približno enake oz. so rahlo narasle, medtem ko je bila največja sprememba upogibnih trdnosti v primerjavi s prvimi meritvami, izmerjena pri AD-preizkušancih. Upogibne trdnosti so v primerjavi s prvimi meritvami narasle za ca. 0,13 MPa, kar je razvidno tudi iz Grafikona 9.

Tudi meritve tlačnih trdnosti so pokazale podobne rezultate kot meritve upogibnih trdnosti. Pri meritvah po enem mesecu staranja v 1M KOH in 60 °C so bile tlačne trdnosti največje pri preizkušancih ADSP1, z minimalno razliko so sledili AD-vzorci, ADSP2 pa so dosegali bistveno nižje vrednosti tlačnih trdnosti. Po treh mesecih staranja vzorcev v pospešenih pogojih so meritve tlačnih trdnosti prinesle podobno sliko kot rezultati upogibnih trdnosti. Največje tlačne trdnosti so bile izmerjene pri AD-vzorcih in so močno presegle trdnosti ostalih dveh vzorcev. Tlačne trdnosti preizkušancev ADSP1 in ADSP2 so ostale konstantne oz. so se pri vzorcih ADSP1 še rahlo zmanjšale (Grafikon 13).

Rezultati meritev injekcijske mesečnice AD, pri kateri smo uporabili dolomitno moko iz enakega vira, kot so bile pripravljene mešanice apnenih malt v doktorski disertaciji Petre Štukovnik [22], so primerljivi z rezultati v disertaciji. Tlačne trdnosti apnenih malt naraščajo kljub ekstremnim pogojem, ki so jim bili vzorci podvrženi [22]. Podoben efekt zasledimo tudi v našem primeru pri mešanici AD, kjer so, kljub izrazito neugodnim pogojem staranja vzorcev v alkalnem okolju in za gradbene objekte razmeroma visoki temperaturi 60 °C, tako tlačne kot upogibne trdnosti AD-vzorcev s časom narasle. To lahko pripišemo alkalno karbonatni reakciji (ACR) dolomitnega agregata in apnenega veziva [22].

Uporaba apnenih injekcijskih mas z dolomitnim agregatom je smiselna pri obnovah in rekonstrukcijah historičnih objektov kulturne dediščine. Apnene injekcijske mase ustrezajo kulturnovarstvenim pogojem konservatorjev oz. mednarodnim načelom konservatorske stroke po uporabi prvotnih materialov, poleg tega pa so razmeroma dobro obstojne v ekstremnih pogojih: alkalno okolje, visoka temperatura, omejena dostopnost zraka [22]. Na podlagi rezultatov mehanskih meritev ADSP1 in ustreznega časa pretočnosti lahko zaključimo, da bi to injekcijsko mešanico lahko potencialno uporabili pri obnovah starejših objektov kulturne dediščine, kjer je bilo kot vezivo uporabljeno apno. Za več informacij o zmožnosti vgradnje mešanice ADSP1 in njeni uporabnosti bi bilo potrebno opraviti tudi druge standardne teste na svežih mešanicah, in sicer: določanje konsistence sveže mešanice s pomočjo razleza, meritve vodozadržnosti, meritve izločanja vode, sposobnost injektiranja itd.

Za razliko od injekcijske mešanice ADSP1 pa lahko že na podlagi naših preiskav zaključimo, da mešanica ADSP2 za uporabo v praksi ni ustrezna. Čas pretočnosti je sicer optimalen, vendar že vizualni pregled strjenih vzorcev odpira problem površinske obarvanosti. Vzorci ADSP2 dosegajo tudi nizke vrednosti tako upogibnih kot tudi tlačnih trdnosti, zaradi česar je njihova uporaba pri rekonstrukcijah nesmiselna.

6 ZAKLJUČEK

V diplomski nalogi smo obravnavali vpliv alkalnega okolja in kemijskih dodatkov: glicerol karbonata ter superplastifikatorjev PPh in PCE na lastnosti apnenih injekcijskih mešanic z dolomitnim polnilom.

Vpliv dodatka na karbonatizacijo smo izvedli na mešanicah apna in vode, ki smo jim dodali različne koncentracije glicerol karbonata. Predvidena reakcija ni potekla, kar lahko morebiti pripišemo premajhni koncentraciji dodatka ali prekratkemu času opazovanja. Zaradi nepotečene reakcije smo nadaljnje delo s tem dodatkom opustili. Za dodatno proučevanje vpliva glicerol karbonata na apnene injekcijske mešanice bi bilo potrebno boljše poznavanje kemije.

Za raziskovanje vpliva superplastifikatorjev PPh in PCE smo v Konstrukcijsko-prometnem laboratoriju pripravili mešanice AD, ADSP1 in ADSP2. Na svežih mešanicah ADSP1 in ADSP2 smo opravili standardne meritve pretočnosti. Rezultati meritev so pokazali, da obe mešanici ustrezata kriteriju pretočnosti za injekcijske mešanice.

Na strjenih injekcijskih mešanicah smo ob razkalupljanju (čas 0) in po 28 dneh staranja na zraku opravili meritve mase in volumna ter določili razliko. Na prvi pogled najbolj optimalni rezultati so bili izmerjeni pri vzorcih ADSP1. Vzorci so za razliko od AD-vzorcev, ki so razpokali, ohranili obliko in so se razmeroma hitro posušili v primerjavi z vzorci ADSP2.

Na strjenih vzorcih, ki so bili izpostavljeni 1 in 3 mesece pospešenim pogojem staranja (1M KOH in 60 °C), smo opravili tudi meritve tlačnih in upogibnih trdnosti. Te so pokazale razmeroma veliko spremembo tako tlačnih kot tudi upogibnih trdnosti pri preizkušancih AD. Upogibne trdnosti so narasle tudi vzorcem ADSP1 in ADSP2, medtem ko se je njihova tlačna trdnost po 3 mesecih v raztopini zmanjšala.

Na podlagi rezultatov meritev lahko zaključimo, da je obravnavana injekcijska mešanica ADSP2 zaradi obarvanosti vzorcev in razmeroma nizkih tlačnih in upogibnih trdnosti v praksi manj primerna v primerjavi z mešanicama AD in ADSP1. Veliko bolj ustrezna injekcijska mešanica, na podlagi rezultatov, je mešanica ADSP1. Za več informacij o ustreznosti in zmožnosti vgradnje injekcijske mešanice ADSP1 bi bilo treba opraviti tudi druge standardne teste na svežih in strjenih vzorcih (npr. določanje konsistence sveže mešanice s pomočjo razleza, meritve vodozadržnosti, meritve izločanja vode, sposobnost injektiranja itd.).

7 VIRI

- [1] Kulturna dediščina. 2015. Merila za vrednotenje kulturne dediščine.
<http://www.zvkds.si/sl/zvkds/nasveti-za-lastnike/kulturna-dediscina/merila-za-vrednotenje-kulturne-dediscine/> (Pridobljeno 25. 2. 2015.)
- [2] Lemaire, R., Stovel, H. 1994. Konferenca o avtentičnosti v okviru Konvencije o svetovni dediščini (World Heritage Convention), Nara, Japonska. Narska listina o avtentičnosti. V: Grobovšek, J. (gl. ur.), Doktrina 2: Mednarodne listine in dokumenti ICOMOS, 2014: str. 65–69.
- [3] Prevod listine iz Burre. 2007. Ljubljana, Zavod za varstvo kulturne dediščine Slovenije, Restavratorski center.
http://www.mk.gov.si/fileadmin/mk.gov.si/pageuploads/Ministrstvo/raziskave-analize/dediscina/metodologija-konservatorski_nacrt/02_Burra.pdf (Pridobljeno 25. 2. 2015.)
- [4] Popović, M. 2007. Rekonstrukcije zidanih stavb in vpliv utrditvenih ukrepov na njihovo trajnost, Gradbeni vestnik 56, 1–2: str. 3–9.
http://www.gi-zrmk.si/media/uploads/public/document/49-7_clanek_sl.pdf (Pridobljeno 5. 3. 2015.)
- [5] Vlasta Mlakar (ur.). 2012. Veliki atlas Slovenije. Ljubljana, Mladinska knjiga: str. 144–145.
- [6] Štukovnik, P., Prinčič, T., Pejovnik, R. S, Bokan Bosiljkov, V. 2014. Alkali-carbonate reaction in concrete and its implications for a heigh rate of long-term compressive strength increase. Construction and Building Materials 50, 0: str. 699–702.
- [7] Uranjek, M. 2008. Problematika injektiranja zidov objektov kulturne dediščine. Magistrsko delo. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo (samozaložba M. Uranjek): 11, 16–17, 19 str.
- [8] SIST EN 1097-6:2013. Preskusi mehanskih in fizikalnih lastnosti agregatov – 6. del: Določevanje prostorninske mase zrn in vpijanja vode.
- [9] Žarnić, R., Bosiljkov, V., Bokan Bosiljkov, V. 2009. Građiva vaje 2009/2010. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo, Katedra za preskušanje materialov in konstrukcij: 20–23, 43, 71 str.
- [10] Žarnić, R. 2005. Lastnosti gradiv, Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo: str. 7–11.
- [11] Igmata d.d. 1998. Poročilo o preiskavi hidriranega apna: str. 1–5.

-
- [12] Černilogar, L. Dodatki za beton: plastifikatorji, superplastifikatorji, hiperplastifikatorji, Gradbenik, 12/2010 - 01/2011: str. 100–103.
- [13] Magniont, C., Escadeillas, G., Oms-Multon, C., De Caro, P. 2010. The benefits of incorporating glycerol carbonate into an innovative pozzolanic matrix. Cement and concrete research, 40: str. 1072–1080.
- [14] Stermšek, L. 2013. Vpliv dodatkov na lastnosti injekcijskih mas z apnenim vezivom. Diplomaska naloga. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo (samozaložba L. Stermšek): 9 str.
- [15] SIST EN 196-1:2005. Metode preskušanja cementa - 1. del: Določanje trdnosti.
- [16] Toumbakari, E. - E., Van Gemert, D., Tassios, T. P., Tenoutasse, N. 1999. Effect of mixing procedure on injectability of cementitious grouts. Cement and concrete research 29: str. 867–872.
- [17] ASTM. 2010. ASTM C227-10 Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Cement-Aggregate Combinations (Mortar-Bar Method). ASTM International, West Conshohocken.
- [18] SIST EN 196-3:2005. Metode preskušanja cementa – 3. del: Določanje časa vezanja in prostorninske obstojnosti.
- [19] SIST EN 445:2008. Injekcijska masa za prednapete kable: preskusne metode.
- [20] Uranjek, M. 2011. Propadanje in trajnostna obnova ovoja stavbne dediščine. Doktorska disertacija. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo (samozaložba M. Uranjek): 67 str.
- [21] SIST EN 1015-11:2001. Metode preskušanja zidarske malte – 11. del: Določevanje upogibne in tlačne trdnosti strjene malte.
- [22] Štukovnik, P. 2015. Vpliv okolja na materiale z mineralnim vezivom. Doktorska disertacija. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo (samozaložba P. Štukovnik): str. 60–64, 93–95.