

Forforsøg

- blanderecept og blandeprocedure



Ole Mejlhede Jensen
Marts 1993

INDHOLD

1	INDLEDNING	2
2	MATERIEL OG MATERIALER	3
	2.1 BLANDEMASKINE	3
	2.2 MATERIALER	3
	2.2.1 Superplastificeringsstof	3
	2.2.2 Vand	4
	2.2.3 Cement	4
	2.2.4 Mikrosilica	4
	2.2.5 Øvrige materialer	5
3	PRØVEUNDERSØGELSER	6
	3.1 PRÆPARATION AF PRØVER	7
	3.2 SEM	7
	3.2.1 EDAX	8
	3.3 LYSMIKROSKOPI	11
	3.3.1 Digital billedbehandling	12
4	BLANDERECEPT OG -PROCEDURE	14
	REFERENCER	16
	BILAG	17

1 INDLEDNING

Denne rapport gennemgår en række udførte forforsøg. Hovedvægten er lagt på udvikling af blandeprocedure og -recepter. Endvidere er som bilag vedlagt en række datablade for materialer anvendt under nærværende projekt.

Materialerne er gratis leveret af en række firmaer. En tak rettes til: Jens Villadsen ved Aalborg Portland A/S (cement, flyveaske og tørkompakteret mikrosilica), Poul Leth Jensen og Eldar Dingsøyr ved Elkem (mikrosilicaslurry og syntetisk mikrosilica), Eloff Lemmeke ved Sika Beton A/S (superplastificeringsstof), Kirsten Tange ved Superfoss Kemi (aerosil), Herbert Krenchel ved ABK, Dth (lerslikker) og Holger Enke ved Hermann C. Starck (Si_3N_4).

Rapporten er udført som en del af mit licentiatstudium ved LBM.

Marts 1993

Ole Mejlhede Jensen

2 MATERIEL OG MATERIALER

2.1 BLANDEMASKINE

Hovedforsøgene under nærværende projekt omfatter måling på cementpastaer med v/c i området 0.25-0.45 og 0-10% mikrosilica-tilsætning. Nogle af disse pastaer er meget tunge at blande. Det er derfor nødvendigt at anvende en kraftig blandemaskine.

Den anvendte blandemaskine er en 5 l laboratorieblender af fabrikat SEGER. Dennes dimensioner og virkemåde følger DS-427 /3/ og DIN 1164 /4/. Maskinen er forsynet med 2 gear.

2.2 MATERIALER

2.2.1 Superplastificeringsstof

Tilsætning af superplastificeringsstof er nødvendig for at kunne blande pastaer ved lave v/c. Herudover bedrer det dispergeringen af mikrosilica.

Der eksisterer to hovedtyper af superplastificeringsstoffer:

- 1) salt af naftalenformaldehydsulfonat
 - 2) salt af melaminformaldehydsulfonat
- kort benævnt naftalen- og melaminbaserede.

Sikament-NA henholdsvis Sikament-FF er af disse hovedtyper.

Superplastificeringsstoffer influerer på reaktionskinetikken /2/. Da den eksakte virkning er ukendt, kan reaktionskinetikken for pastaer med forskellig dosering vanskeligt sammenlignes. Superplastificeringsstoffet doseres derfor i konstant mængde i forhold til pulvervægten (cement+mikrosilica), uafhængig af v/c.

Prøveblandinger viste, at pastaen ved v/c=0.25, 0% mikrosilica krævede den højeste dosering; 3.5% af pulvervægten for både Sikament-NA og Sikament-FF. Ved dette niveau var pastaen netop udstøbelig på vibratorbord. Den samme pasta med 10% mikrosilica var mere flydende. Dette skyldes formodentlig, at de små kugleformede mikrosilicapartikler virker smørende.

Som nævnt i afsnit 3.1 om præparation af prøver medfører Sikament-NA en uacceptabel retardering af afbindingen. Da dispergeringseffekten af de to superplastificeringstyper desuden synes identisk, jf. afsnit 3.2 og 3.3, er Sikament-FF udvalgt som superplastificeringsstof.

Sikament-FF tilsættes i væskeform. Datablad er vedlagt som bilag I.

2.2.2 Vand

Det anvendte vand er destilleret.

2.2.3 Cement

Cementen er hvid portlandcement. Denne benyttes hyppigt i højstyrke-betoner og til specielle formål f.eks. farvede betoner. Hvid portlandcement er hurtighærdende og indeholder ikke flyveaske.

Analyse af cementen er vedlagt som bilag II.

2.2.4 Mikrosilica

Mikrosilica kan tilsættes som tørpulver eller som slurry. I pulverform er mikrosilicaen kompakteret ved en agglomereringsproces; tør, ukompakteret mikrosilica anvendes normalt ikke, da det er vanskeligt at håndtere og transportere. Mikrosilica-slurry er en vandig opslemning af mikrosilica, som ikke har gennemgået en agglomereringsproces.

Begge former for mikrosilicatilsætning er afprøvet. Som beskrevet i afsnit 3.3 var det meget vanskeligt at dispergere mikrosilica tilsat i pulverform. Mikrosilica-slurry blev derfor benyttet.

Da mikrosilica har højere densitet end vand, vil det efterhånden synke til bunds i en slurry. Pga. partiklernes ringe udstrækning tager dette dog lang tid.

Stabiliteten af den anvendte slurry er kontrolleret ved vejninger. Slurrien blev opbevaret i en 15 l dunk, hvor afstand top-bund $\approx$ 40 cm. Følgende værdier blev målt, se Tabel I.

	Prøveudtagningssted	Vægt (g)	Tørstof%
Efter 1 uges henstand	Top	68.73	49.32
	Bund	69.50	50.76
Efter intens rystning	Midt	68.68	49.23
		68.87	49.59
		68.70	49.27
		68.73	49.32

Tabel I. Vægte af slurry-prøver og tilhørende tørstof%. Prøverne er forsigtigt udtaget med pipette. Pipettens volumen er 49.9 cm³. Tørstofprocenten er beregnet på basis af $\rho_{\text{mikrosilica}} = 2.26$ g/cm³, jf. bilag IV, og $\rho_{\text{vand}}^{20^\circ\text{C}} = 0.998$ g/cm³ /1/. Vægte i g.

Usikkerheden på tallene fremgår af de 4 identiske prøver udtaget i midten. Middel-tørstof% kan angives til 49.4 ± 0.2 .

Slurryen ses at være meget stabil; selv efter 1 uges henstand varierer tørstofprocenten kun lidt ned gennem vasken. Trods dette blev slurryen altid rystet omhyggeligt før aftapning.

Analyseblad for tørkompakteret mikrosilica og den anvendte mikrosilica-slurry er vedlagt som henholdsvis bilag VII og IV.

2.2.5 Øvrige materialer

Ved forforsøgene er kun anvendt de ovennævnte materialer. Under de egentlige forsøg er supplerende anvendt en række andre materialer. Datablade for disse er vedlagt som bilag:

Rapidcement, bilag III
Mikrosilica med $S=33 \text{ m}^2/\text{g}$, bilag V
Mikrosilica med $S=50 \text{ m}^2/\text{g}$ (aerosil), bilag VI
Flyveaske, bilag VIII
 CaCO_3 -filler, bilag IX
Lerfiller, bilag X
 Si_3N_4 -filler, bilag XI

3 PRØVEUNDERSØGELSER

For at kontrollere dispergering af mikrosilicaen er en række prøveblandinger studeret ved lysmikroskopi og SEM (Scanning Elektron Mikroskopi).

Følgende emner blev undersøgt, se Tabel II.

Nr.	s/c	SPC	v/c	Mikroskopi	Bemærkninger
1	0%	NA	0.25	SEM/lysmikroskopi	
2	10%	NA	0.25	SEM/lysmikroskopi	
3	0%	NA	0.45	SEM/lysmikroskopi	
4	10%	NA	0.45	SEM/lysmikroskopi	
5	0%	FF	0.25	SEM/lysmikroskopi	
6	10%	FF	0.25	SEM/lysmikroskopi	
7	0%	FF	0.45	SEM/lysmikroskopi	
8	10%	FF	0.45	SEM/lysmikroskopi	
9	10%	FF	0.45	SEM/lysmikroskopi	Vand tilbageholdt så pastaen indledningsvis blev blandet som v/c=0.25
10	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	do v/c=0.20
11	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	do v/c=0.15
12	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	Effektiv blandetid: 2x2 min
13	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	do 3x3 min
14	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	do 4x4 min
15	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	do 5x5 min
16	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	Mikrosilicaen først søgt dispergeret i pasta af SPC, vand og mikrosilica
17	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	do uden vand
18	10%	FF	0.45	lysmikroskopi	Mikrosilica tilsat i form af slurry fra Elkem
19	10%	FF	0.25	lysmikroskopi	Mikrosilica tilsat i form af slurry fra Elkem

Tabel II. Forsøgsblandinger som blev studeret i lysmikroskop og ved SEM. s/c: mikrosilicaindhold i % af cementvægt. SPC: superplastificeringsstof, NA=Sikament-NA, FF=Sikament-FF.

Udgangsblandeproceduren var:

- 1 min tørblanding af cement og mikrosilica på hastighed 1
- vand sammenblandet med superplastificeringsstof tilsættes
- 3 min blanding på hastighed 2
- 2 min pause
- 3 min blanding på hastighed 2

Denne blev anvendt for prøve nr. 1-8. For prøve nr. 9, 10 og 11 blev vand tilbageholdt således, at blanding indledningsvis foregik ved et lavt v/c. Den resterende vandmængde blev tilsat efter ovennævnte blandeprocedure, efterfulgt af blanding i 1 min.

Ved prøve nr. 12-15 blev blandetiden varieret og ved prøve nr. 16-17 blev mikrosilica først opblandet med superplastifice-ringsstof. I pastaerne nr. 1-17 blev mikrosilica tilsat som tørkompakteret pulver og som slurry i nr. 18-19.

Materialerne opbevares og blandes ved rumtemperatur, ca. 20°C.

3.1 PRÆPARATION AF PRØVER

Prøverne til lysmikroskopi blev præpareret som planslib:

Efter forseglet hårdning under rotation i 24 h ved 20°C blev prøverne udskåret i skiver, $l=5$ mm, $\varnothing$ 15 mm, og hydratiseringen stoppet ved opbevaring i ethanol i 2 dg. Prøve 3 og 4 måtte dog hærde i 44 h, før de havde opnået fornøden styrke. Ethanolen blev derefter fjernet ved opbevaring 1 døgn i varmeskab ved ca. 50°C. Sluttelig blev pastaskiverne indstøbt i epoxy og poleret.

Af hver blanderecept blev der tildannet to prøver til SEM; dels planslib dels brudflader.

Pastaen til brudfladeemnerne blev forbehandlet som planslibene.

Planslibene blev belagt med kul - denne belægning giver den bedste grundstofanalyse. Da materialet er planslebet, er det muligt at lave grundstofmapping, se afsnit 3.2.1.

Brudfladerne blev belagt med guld, som giver de skarpeste billeder.

3.2 SEM

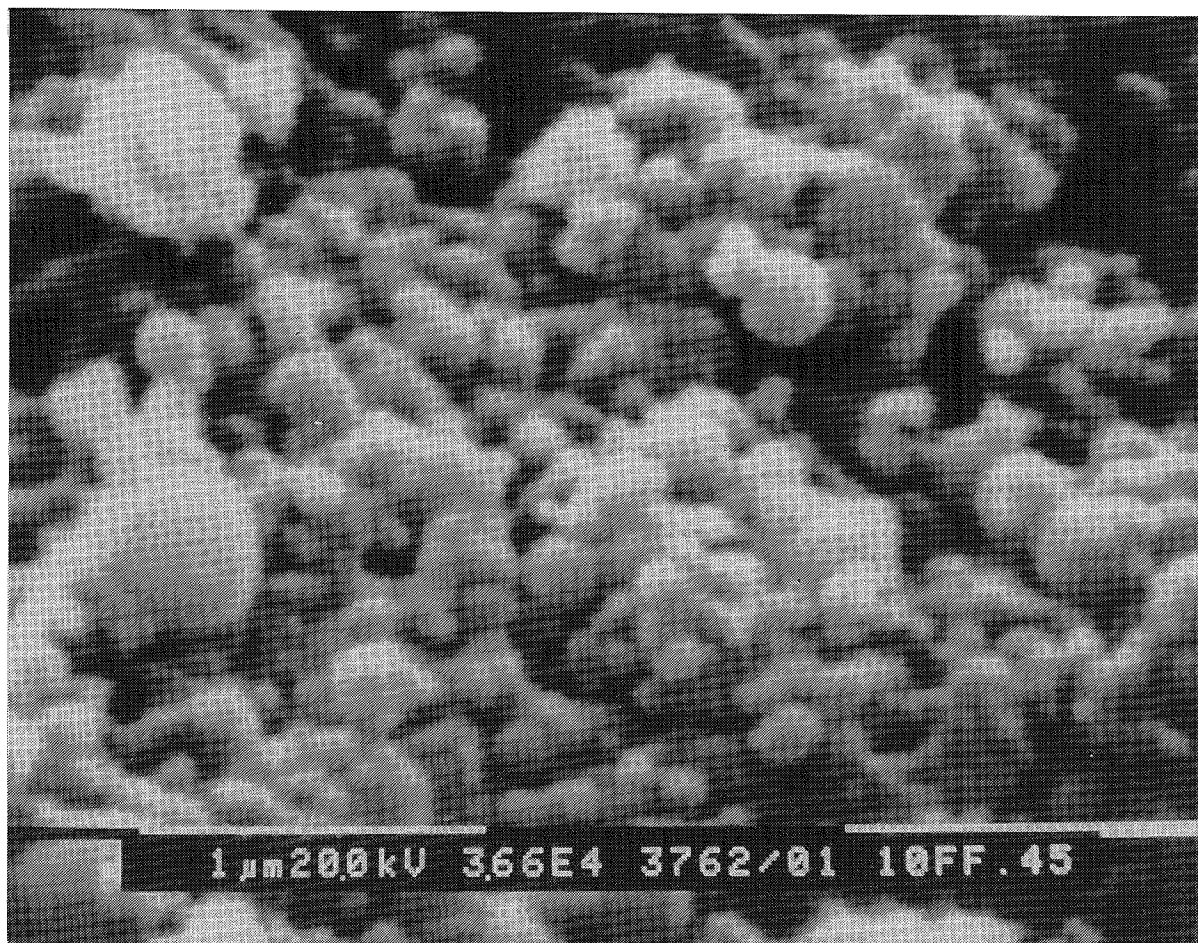
Ved SEM kunne der ikke observeres nogen forskel mellem emnerne tilsat Sikament-NA og Sikament-FF. Disse er derfor behandlet sammen.

I prøve 4 og 8 fandtes mikrosilicaagglomerater, se Figur 1.

Det var derimod ikke muligt at lokalisere agglomerater i prøve nr. 2, 6 og 9. Dette er dog ikke ensbetydende med, at mikrosilicaen er dispergeret: en stor forstørrelse er nødvendig for at kunne erkende mikrosilicapartiklerne, men hvis agglomeraterne udgør en ringe del af voluminet, opdages de muligvis ikke. Opdages omvendt tilfældigvis et mikrosilicaagglomerat i en ellers perfekt dispergeret pasta, kan dette give et fejlagtigt indtryk.

SEM er derfor uegnet til kontrol af dispergering; metoden har et repræsentativitetsproblem.

Figur 2 og Figur 3 viser SEM-billeder af dispergerede mikrosilicapartikler i prøve nr. 6.

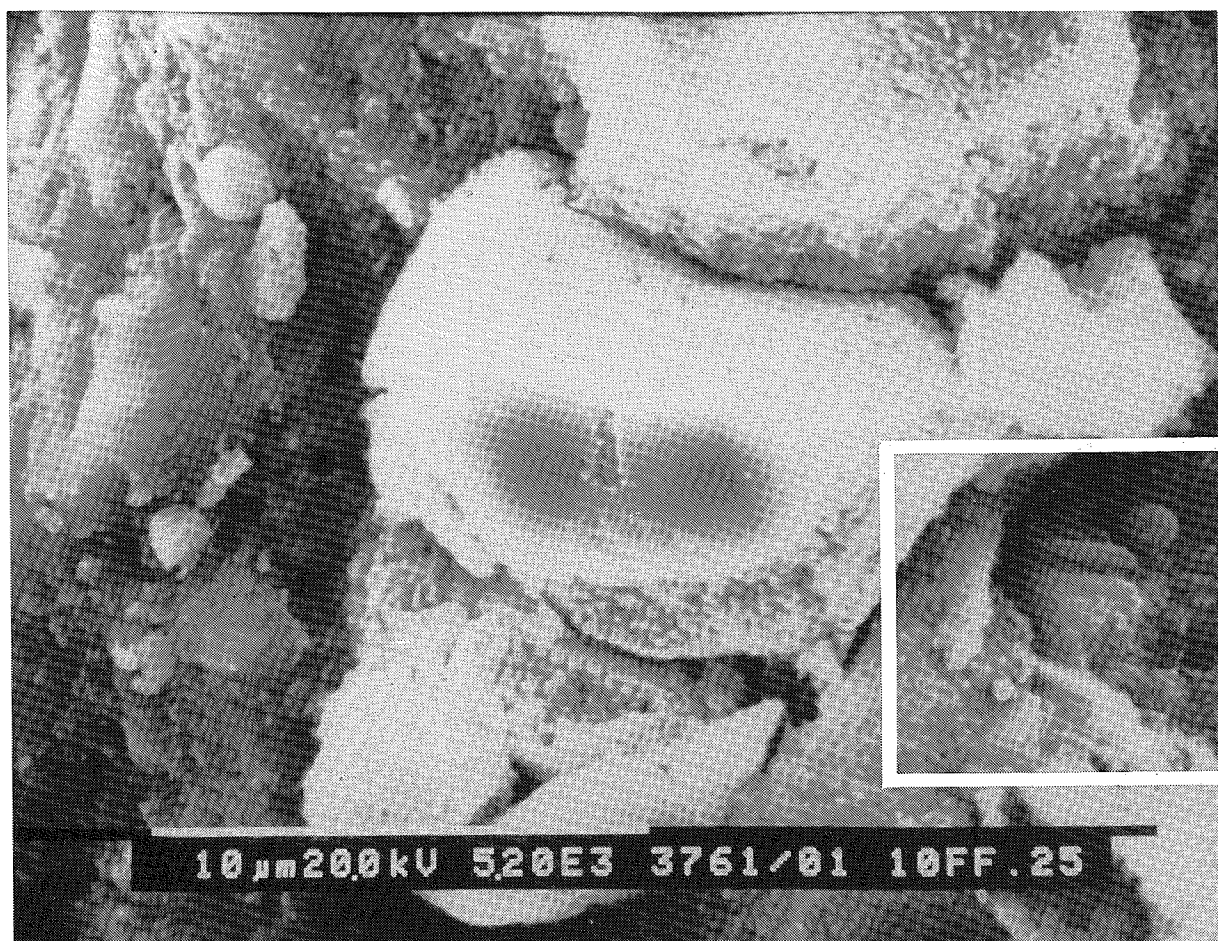


Figur 1. SEM-billede af del af mikrosilicaagglomerat i cementpasta med 10% mikrosilica ved $v/c=0.45$. Prøve nr. 8.

3.2.1 EDAX

Til SEM er koblet et EDAX-udstyr (energidispersiv røntgenanalyse). Dette kan bestemme grundstofsammensætningen i områder ned til ca. $1\text{ }\mu\text{m}^3$.

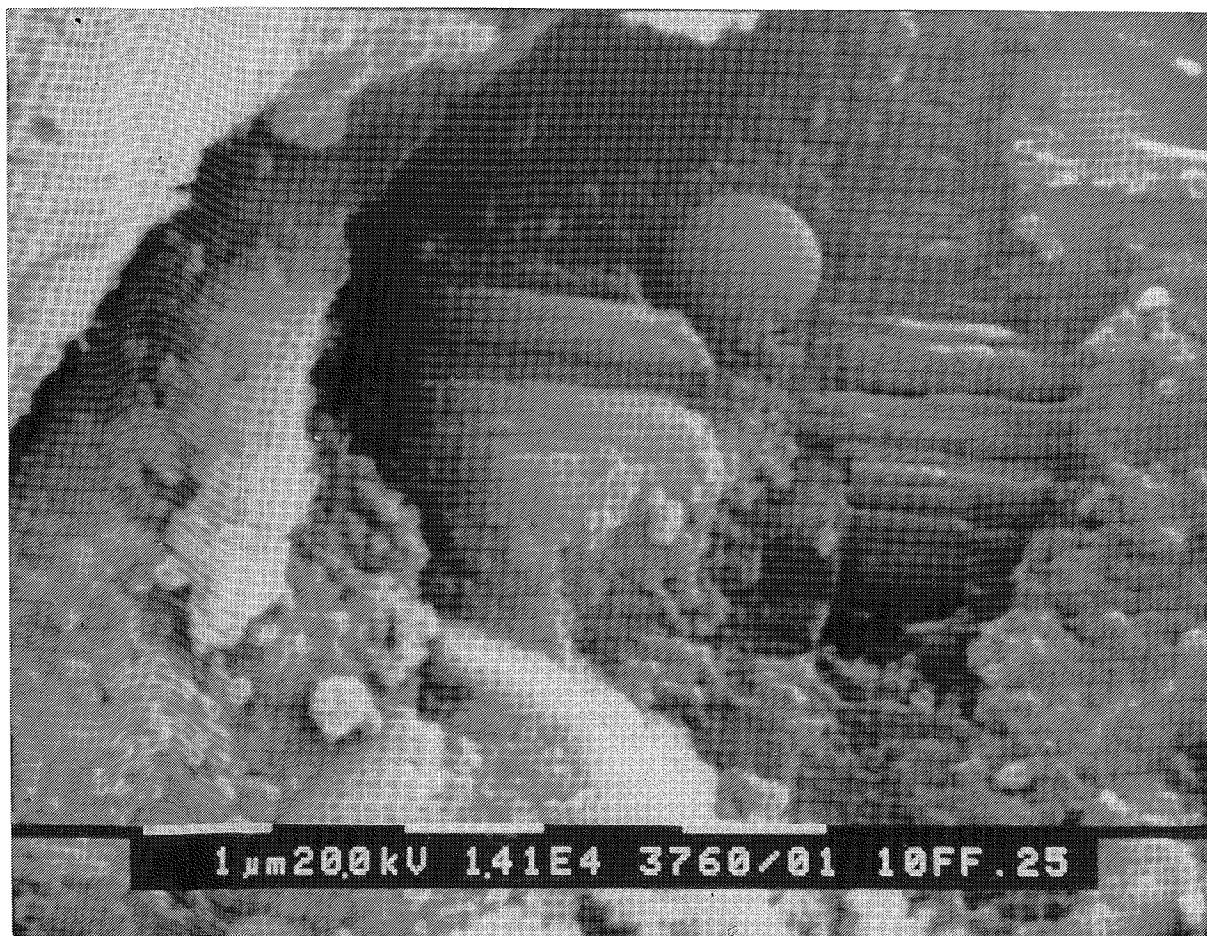
De største mikrosilicapartikler er ca. $1\text{ }\mu\text{m}$ i diameter. Analyseresultat på en af disse partikler er vist i Tabel III.



Figur 2. SEM-billede af dispergerede mikrosilicapartikler i pasta med 10% mikrosilica ved v/c=0.25. Prøve nr. 6.

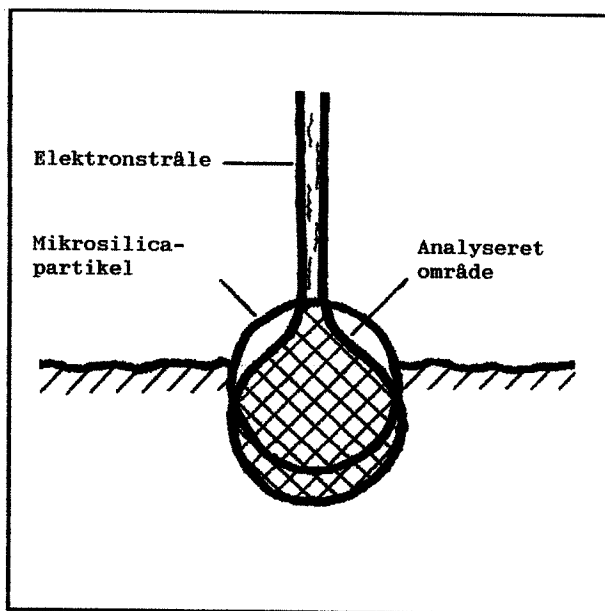
EDAX-analyse			Kemisk analyse
Oxid	Atom %	oxid vægt %	Vægt %
Na ₂ O	0	0	0.4
MgO	0	0	1.6
Al ₂ O ₃	0.32	0.3	0.7
SiO ₂	89.96	90.6	92.0
SO ₃	0.79	1.1	0.3
K ₂ O	1.30	0.8	1.1
CaO	7.29	6.9	0.3
Fe ₂ O ₃	0.34	0.5	1.2

Tabel III. EDAX-analyse på mikrosilicapartikel sammenholdt med kemisk analyse, jf. bilag VII. EDAX kan kun måle natrium og grundstoffer tungere end dette, dvs. atom % angiver andele af Na, Mg, Al osv. uden oxygen. Med brug af molmasser er denne fordeling omregnet til vægt % af oxidforbindelserne. EDAX-analyseresultaterne er betydeligt mere usikre end antydnet ved afrundingerne.



Figur 3. Forstørrelse af nederste højre hjørne af Figur 2. Mikrosilicapartiklerne er kugleformede med en maksimal diameter på ca. 1 μm . I billedet ses en stor og flere mindre partikler.

Der ses at være god overensstemmelse mellem EDAX- og kemisk-analyse. Den forhøjede andel af CaO i EDAX-analysen kan skyldes, at grundmatricen har et stort Ca-indhold; CaO i den anvendte cement er ca. 70%, jf. bilag II. Se Figur 4.



Figur 4. Det analyserede område ved EDAX er pæreformet. Da det mindste volumen, som kan analyseres, er af samme størrelse som de største mikrosilicapartikler, kan noget af den bagvedliggende grundmasse fejlagtigt indgå i analysen.

Med EDAX er det muligt at lave grundstofmapping. Ved denne teknik måles indholdet af et bestemt grundstof i et meget stort antal punkter på en betragtet flade. Indholdet indikeres ved forskellig lysintensitet. Ved analyse på Si fremstår mikrosilicaagglomerater som lysende pletter; mikrosilicaen indeholder ca. 92% SiO_2 , mens cementen indeholder ca. 25%, jf. bilag VII og II.

For at danne et overblik over agglomeraterne anvendes forstørrelser som ved lysmikroskopi. Udseende og fordeling af agglomeraterne fremtræder på samme måde som ved lysmikroskopi. Grundstofmapping viser, at diameteren af agglomeraterne i prøve nr. 4 og 8 typisk er ca. 50 μm .

3.3 LYSMIKROSKOPI

Lysmikroskopi viste sig at være den bedste metode til vurdering af mikrosilicaens dispergering: mikrosilicaagglomeraterne fremtræder som tydelige sorte pletter. Hvis dispergeringen bedres, mindskes pletterne i størrelse og antal samtidig med, at grundmatricen bliver mørkere. Sammenlignet med SEM/EDAX er lysmikroskopi enkel at udføre og prøveemnerne simple at tilvirke.

Som ved SEM-undersøgelserne kan der ved lysmikroskopi ikke skelnes mellem de to superplastificeringstyper, prøve nr. 1-8: I prøve nr. 4 og 8 observeres mange store mikrosilicaagglomerater med en typisk diameter på ca. 50 μm . I prøve nr. 2 og 6 er der betydeligt færre mikrosilicaagglomerater.

Forskellen i dispergering mellem prøve 4/8 og 2/6 skyldes sandsynligvis viskositeten: pastaen ved $v/c=0.45$ er meget letflydende (som kærnemælk), mens den ved $v/c=0.25$ er strid. For

de letflydende pastaer er blandebevægelserne virkningsløse m.h.t. at nedbryde mikrosilicaagglomeraterne. I de stride pastaer er forskydningskræfterne under blanding derimod store nok til, at hovedparten af mikrosilicaen dispergeres.

v/c i prøve 9 var 0.45, men den blev indledningsvis blandet med underskud af vand svarende til $v/c=0.25$. Blandingen af prøve 9 var således lige så effektiv som for prøverne ved $v/c=0.25$. Mikroskopi viser også, at dispergeringen er sammenlignelig med prøve 2 og 6.

Indgangs-v/c blev derfor sænket til 0.15, prøve 10-11. Dette medfører en yderligere reduktion i antallet af mikrosilicaagglomerater.

Der kan ikke konstateres nogen effekt af variation i blandetid, prøve 12-15.

Blanding af mikrosilica og superplastificeringsstof før egentlig blanding, prøve 16-17, er virkningsløst.

Mikrosilicaen blev i prøve 1-17 tilsat som kompakteret pulver. Det må konstateres, at det er uhyre vanskeligt at lave en cementpasta, hvor denne mikrosilica er fuldstændig dispergeret. Det bedste resultat opnås ved at tilbageholde vand, så pastaen under blanding er så strid som mulig.

Problemet blev løst ved at anvende mikrosilica-slurry, prøve 18-19. Mikrosilica i slurryform er ikke bundet i hårde agglomerater. Prøve 18, der blev blandet som prøve 6, var betydelig bedre dispergeret. Optimal dispergering blev opnået med blanding 19.

3.3.1 Digital billedbehandling

I forbindelse med lysmikroskopi er udført digital billedbehandling. Dette muliggør en objektiv vurdering af dispergeringen.

Mikroskopbilledet opsamles af et videokamera og sendes til en PC'er. Med computerprogrammet "Pippin" kan billedet digitaliseres og efterfølgende analyseres. Digitaliseringen foretages automatisk og består af to dele:

- 1) Det betragtede område, billedet, inddeles i $512 \cdot 512$ felter.
- 2) Hvert felt tillægges en værdi i gråtoneskalaen fra 0 til 255, hvor 0 er sort og 255 er hvid.

Det digitaliserede billede forenkles yderligere: et interval af gråtoneværdierne udvælges som fase 1, mens resten danner fase 2. Hvert punkt er således karakteriseret som enten fase 1 eller 2. "Pippin" kan foretage en række beregninger på dette binariserede billede, bl.a. bestemme faseandelene.

Mikrosilicaagglomeraterne fremtræder som klare sorte pletter på en lysere grundmatrice. En grænseværdi vælges, f.eks. 80, og billedet er binariseret som henholdsvis fase 1 (0-80) og fase 2 (81-255). Fase 1 er mikrosilicaagglomerater og fase 2 grundmatricen.

Valget af grænseværdi er ikke kritisk; usikkerheden på analyseresultatet domineres af valg af billedfelt.

Ved sammenligning af prøverne benyttes samme grænseværdi. I Tabel IV er analyseresultater for udvalgte prøver opført.

Nr.	Agglomeratareal %
8	4
6	1
10	0.15
11	0.05
18	0.02
19	<0.01

Tabel IV. Analyseresultat ved digital billedbehandling. Prøvenumrene refererer til Tabel II. Agglomeratarealerne er behæftet med nogen usikkerhed, f.eks. kan værdien for prøve nr. 6 angives til 1 ± 0.2 %.

Overslagsmæssigt kan mikrosilicaens volumenandel i prøve nr. 8 beregnes ved:

1 g cement $\sim 1/3.15 = 0.32 \text{ cm}^3$
 0.45 g vand $\sim 0.45/1 = 0.45 \text{ cm}^3$ ($v/c=0.45$)
 0.1 g mikrosilica $\sim 0.1/2.26 = 0.044 \text{ cm}^3$ (10% mikrosilica)
 i alt $0.32+0.45+0.044=0.81 \text{ cm}^3$ pasta hvoraf mikrosilicaens andel udgør $0.044/0.81 \approx 5\%$
 (superplastificeringsstof og porer er udeladt af beregningen for simpelheds skyld).

Som det ses af Tabel IV består ca. 4% af tværsnitsarealet af mikrosilicaagglomerater. Hovedparten af mikrosilicaen i prøve nr. 8 er derfor agglomereret.

Værdierne i Tabel IV indikerer tydeligt den forskel, der er i dispergering fra prøve nr. 8 til 19.

4 BLANDERECEPT OG -PROCEDURE

På baggrund af forforsøgene er følgende blandeprocedure valgt:

3 min blanding af	vand ms-slurry SPC cement	} v/c=0.20
2 min pause		
3 min blanding		
restvand til egentligt v/c tilsættes		
1 min blanding for homogenisering		

Blandingen sker ved hastighedstrin 2. I pausen og efter blanding overdækkes blandeskålen med en våd, opvredet klud. Materialerne er opbevaret og blandet ved rumtemperatur, ca. 20°C.

På basis af nedenstående ligninger er blanderecepterne i Tabel V udregnet. I alt blandes 0.5 l pasta.

Summen af komponenternes volumen er lig pastaens volumen, 500 cm³:

$$500 = V_{ce} + V_{ms} + V_v + V_{spc}$$

$$= \frac{ce}{3.15} + \frac{s/c \cdot ce}{2.26} + \frac{v/c \cdot ce - 0.7 \cdot \frac{SPC}{ce+ms} \cdot (1+s/c) \cdot ce}{1.00} + \frac{\frac{SPC}{ce+ms} \cdot (1+s/c) \cdot ce}{1.18}$$

I formelen er vægte i gram, volumener i cm³ og densiteter i g/cm³.

En del af vandet tilsættes via superplastificeringsstoffet, som indeholder 70% vand, jf. bilag I. Dette er ligningen korrigeret for. Idet superplastificeringstilsætningen ved forsøg er bestemt til $\frac{SPC}{ce+ms} = 3.5\%$, jf. afsnit 2.2.1, og s/c vælges, kan cementvægten, Ce, findes af denne ligning. Mikrosilicavægten, ms, findes ved:

$$ms = s/c \cdot ce$$

Da mikrosilicaen tilsættes som slurry, sl, haves:

$$sl = \frac{ms}{t_{sl}}$$

Tørstofandelen i mikrosilica-slurrien, t_{sl}, er 49.4%, jf. afsnit 2.2.4.

Superplastificeringsmængden, SPC, bestemmes af:

$$SPC = \frac{SPC}{ce+ms} \cdot (ce+ms) = 0.035 \cdot (ce+ms)$$

Pastaens udgangsvandindhold er v/c · ce. En del af dette tilsættes via mikrosilica-slurry og superplastificeringsstof. Den

nødvendige vandtilsætning bliver således:

$$H = v/c \cdot ce - SPC \cdot (1 - t_{SPC}) - sl \cdot (1 - t_{sl})$$

Denne vandmængde opdeles i to:

$$H = H_1 + H_2$$

$$H_2 = H_{(v/c)} - H_{(v/c=0.20)} = ce \cdot (v/c - 0.20)$$

$$H_1 = H_{(v/c=0.20)} = H - H_2$$

v/c ↓	s/c →	0	3	6	10
0.25	ce	873.18	853.17	834.06	809.87
	sl	0.00	51.86	101.41	164.11
	H H ₁	153.24	122.83	93.79	57.03
	H ₂	43.66	42.66	41.70	40.49
0.30	SPC	30.56	30.76	30.94	31.18
	ce	803.06	786.10	769.85	749.19
	sl	0.00	47.79	93.60	151.81
	H H ₁	140.94	113.18	86.57	52.75
0.35	H ₂	80.31	78.61	76.98	74.92
	SPC	28.11	28.34	28.56	28.84
	ce	743.36	728.81	714.82	696.98
	sl	0.00	44.30	86.91	141.23
0.40	H H ₁	130.46	104.93	80.38	49.08
	H ₂	111.50	109.32	107.22	104.55
	SPC	26.02	26.27	26.52	26.83
	ce	691.93	679.30	667.13	651.56
0.45	sl	0.00	41.29	81.11	132.03
	H H ₁	121.43	97.80	75.02	45.88
	H ₂	138.39	135.86	133.43	130.31
	SPC	24.22	24.49	24.75	25.09
0.45	ce	647.15	636.09	625.41	611.71
	sl	0.00	38.67	76.04	123.95
	H H ₁	113.57	91.58	70.33	43.07
	H ₂	161.79	159.02	156.35	152.93
0.45	SPC	22.65	22.93	23.20	23.55

Tabel V. Blandererecepter for 500 cm³ pasta ved v/c 0.25-0.45 og mikrosilicaindhold på 0-10%. ce angiver vægt af cement, sl sili-caslurry, H vand og SPC superplastificeringsstof. Vandet er opdelt i to: H₁ angiver mængden for opnåelse af v/c=0.20. H₂ angiver restvand, jf. blanderprocedure. Vægte i gram.

REFERENCER

- /1/ A E Nielsen
Kemiske data
FADL's Forlag, København, 1984
- /2/ U Kjær
Tilsætningsstoffer til beton
Beton- og Konstruktionsinstituttet, 1982
- /3/ Dansk Ingeniørforenings norm for Portlandcement,
DS 427
Teknisk Forlag, København 1973
- /4/ Portland-, Eigenportland-, Hochofen- und Trassze-
ment, Bestimm. Festigkeit. DIN 1164, Teil 7
Deutsches Institut für Normung, Berlin 1978

BILAG

	nr.
Sikament-FF	I
Hvid portlandcement	II
Rapidcement	III
Mikrosilica-slurry	IV
Mikrosilica med $S=33 \text{ m}^2/\text{g}$	V
Mikrosilica med $S=50 \text{ m}^2/\text{g}$	VI
Tørkompakteret mikrosilica	VII
Flyveaske	VIII
CaCO_3 -filler	IX
Lerfiller	X
Si_3N_4 -filler	XI

Sikament®-FF

(væske og pulver)
Superplastificeringsmiddel til beton



Anvendelsesområder

Sikament-FF anvendes som et tilsætningsstof i beton, hvor der ønskes:

- reduceret $\frac{w}{c}$ -tal ved uændret bearbejdelighed
- forøget bearbejdelighed ved uændret $\frac{w}{c}$ -tal
- reduceret cementindhold ved fastholdt $\frac{w}{c}$ -tal

Sikament-FF forbedrer betonens egenskaber og er velegnet til:

- flydebeton
- undervandsbeton
- tørmørtel og -beton
- sprøjtebeton og -mørtel

Sikament-FF er velegnet til beton med høj tidlig styrke.

Produktbeskrivelse

Sikament-FF (væske) er et brugsfærdigt superplastificeringsmiddel baseret på melamin. Væsken er klar gullig. Væsken bør opbevares frostfrit, men dog ikke over +50°C. Efter en eventuel frysning skal optøning foregå ved langsom opvarmning under omrøring. Sikament-FF ændrer ikke egenskaber herved og kan anvendes som beskrevet.

Holdbarheden ved frostfri opbevaring er mindst 1 år.

Ved opbevaring i lagertanke bør der etableres mekanisk omrøring.

Sikament-FF (pulver) er et brugsfærdigt superplastificeringsstof baseret på melamin. Pulveret er beige-farvet. Opbevaring skal ske på et tørt sted. Sikament-FF (pulver) tåler frost, men ikke fugt.

Holdbarheden ved tør opbevaring er ubegrænset.

Udførelse

Dosering

Sikament-FF (væske) tilsættes til betonen i mængder fra 0,5% til 3,5% af pulvervægten (cement, flyveaske, mikrosilica) afhængig af den ønskede plastificering.

Sikament-FF (pulver) tilsættes til betonen i mængder fra 0,2% til 1,2% af pulvervægten afhængig af den ønskede plastificering.

Doseringsmængder anbefales fastlagt ved forsøg for at opnå den ønskede effekt. Tilsætning til betonen bør ske direkte i den gennemfugtede blanding for optimal plastificeringseffekt.

Sikament-FF (væske) kan dog tilsættes med den sidste del af blandevandet.

Generelle bemærkninger

For alle superplastificeringsstoffer gælder det, at ved tilsætning i høje doseringer i beton opnås en effektiv vandbesparelse. Da virkningen af stofferne er tidsbegrænset, vil der ske tab i betonens sætmål, som afhænger dels af udgangssætmålet og dels af betontemperaturen. Ved høje udgangssætmål vil sætmålstabet være mest markant. Betonens luftindhold afhænger bl.a. også af bearbejdeligheden. Indblandet luft er erfaringsmæssigt mest stabil ved sætmål på 8-12 cm. Ovennævnte forhold bør tages i betragtning ved betonproportionering af luftindblandet og superplastificeret beton. Ved fremstilling af flydebeton bør proportioneringsreglerne herfor overholdes.



Efterbehandling

Det er vigtigt for al beton, at reglerne for god betonpraksis overholdes. Især er det vigtigt, at betonen beskyttes mod udtørring på et så tidligt tidspunkt som muligt. Udtørningsbeskyttelse udføres bedst ved tildækning med plastfolie eller påsprøjtning af egnet curing-compound. Valg af metode til beskyttelse mod udtørring bør ske med hensyntagen til eventuel senere overfladebehandling.

Produkt data

Tekniske data

	Væske	Pulver
Aktive komponenter	Sulfoneret	Melaminformaldehyd
Densitet kg/l	$1,18 \pm 0,01$	$1,5 \pm 0,1$
Tørstofindhold %	$30 \pm 1,5$	~ 100
Ækvivalent Na_2O %	$4,5 \pm 1$	$3,5 \pm 1$
Kloridindhold %	$< 0,01$	$< 0,01$
pH-værdi	7 ± 1	—
Farve	klar gullig	beige/lysebrun
Bivirkninger: Forøget kohæsion i betonen		
— ved overdosering: Risiko for separation.		

Sikkerhed

Kodenr.: 00-1

Sikament-FF er ikke omfattet af Arbejdsministeriets bekendtgørelse nr. 540/1982 om stoffer, der kan være farlige for eller i øvrigt forringe sikkerhed eller sundhed.

Ønsker De yderligere oplysninger, står vore konsulenter samt vor kundeservice til Deres rådighed.

Dette datablads informationer er baseret på mange års erfaring samt på vor nuværende viden. Brugen af vore produkter samt deres egenskaber afhænger af mange faktorer, og Sika-Beton A/S kan ikke gøres ansvarlig for eventuel utilfredsstillende kvalitet eller uhensigtsmæssige egenskaber, der ikke kunne eller burde have været erkendt på leveringstidspunktet. Såfremt der opstår tvivl om produkternes egenskaber eller anvendelse, skal Sika-Beton A/S omgående kontaktes. I øvrigt henvises til vore generelle salgs-, leverings- og betalingsbetingelser m.m., der gælder for alle leverancer.



Arbejdshygienisk brugsanvisning

Anvendelsesområder

Anvendelsesbegrænsninger/-krav
til særlig uddannelse

Sundhedsfarlige egenskaber

Forholdsregler ved omgang med produktet

Førstehjælp

Egenskaber ved opvarmning og brand

Forholdsregler ved brand

Forholdsregler ved spild og bortskaffelse

Transport

Sikkerhedsforskrifter ved oplagring

Mærkning

I henhold til Arbejdsministeriets bekendtgørelse nr. 540/1982 om stoffer og materialer for **Sikament-FF**.

Superplastificerende accelerators til beton.

Brugeren skal være instrueret i arbejdets udførelse og være bekendt med indholdet af denne brugsanvisning.
Unge under 18 år må som hovedregel ikke arbejde med eller på anden måde udsættes for kræftfremkaldende stoffer og materialer.

Indånding:
Kan medføre irritation af slimhinderne.

Huden:
Stærk på huden giver irritation.
Formaldehyd er optaget på Arbejdstilsynets liste over stoffer, som anses for at være kræftfremkaldende.

Øjnene:
Stærk i øjnene giver irritation og kan forårsage varig skade.

Indtagelse:
Kan medføre mavesmerter og opkastninger.

Brug egnede beskyttelseshandsker under arbejdet.

Indånding:
Er patienten utilpas eller bevidstløs, skal vedkommende bringes i frisk luft. I lette tilfælde holdes patienten under opsyn. Søg eventuelt læge. Medbring denne brugsanvisning. I svære tilfælde gives om nødvendigt kunstigt åndedræt. Bevidstløse lægges i aflåst sideleje og holdes varme. Tilkald læge eller ambulance.

Huden:
Forurenet tøj fjernes og forurenet hud vaskes omgående med store mængder flydende sæbe og vand. Afslut altid afrensningen med påsmøring af fed creme. Huden må ikke renses med organiske opløsningsmidler, men en rensecreme kan benyttes.

Øjnene:
Der skylles straks med vand i mindst 15 minutter. Eventuelle kontaktlinser fjernes. Ved fortsat irritation skal den tilskadekomne under videre skylning bringes til sygehus.

Indtagelse:
Skyl munden grundigt og drik rigelige mængder væske. Søg eventuelt læge og medbring denne brugsanvisning.

Forbrænding:
Skyl med vand indtil smerterne er ophørt. Fjern under skylningen tøj, som ikke er fastbrændt, fra det forbrændte område. Hvis behandling på sygehus er nødvendig, fortsættes skylningen under transporten og indtil læge har overtaget behandlingen.

Produktet kan ikke brænde og afgiver ikke skadelige dampe ved opvarmning.

Produktet kan ikke brænde.

Hold uvedkommende borte. Bemærk brugsanvisningens »Forholdsregler ved omgang med produktet«.
Affald opsamles i egnede beholdere og afleveres til en kommunal modtagestation eller Kommunekemi i Nyborg.
Affaldsart: B.
Affaldskort: 3.21.

Er ikke omfattet af reglerne for farlig gods.

Opbevares i originalemballage på et tørt sted.

Indeholder < 0,4% formaldehyd.
Sundhedsfareklasse: Intet symbol.
Brandfareklasse: Intet symbol.

S 124/25 Undgå kontakt med huden og øjnene.
S 37 Brug egnede beskyttelseshandsker under arbejdet.

HVID PORTLANDCEMENT

PRØVERESULTATER

PRØVE: 45917 TEKST :HOC BASIS 2/91
 PSNR : 0277 PRODUKT :HOC HVID CEMENT
 UDT.STED: CB

PRØVEART:M

MODTAGET:910118 0800
 UDTAGET :910204 0800
 REFPRØVE:

LAB	ANALYSE	ENHED	RESULTAT	GODKENDT
KEM			KM	910301
	K2O SYRE	%	,0300	
	NA2O SYRE	%	,1400	
	NA2O ÆKV SYRE	%	,1597	
	KASSE NR	MARK	801,0000	
	PRØVNINGSTILSTA	GRAD	1,0000	
	SiO2	%	24,6900	
	Al2O3	%	1,8500	
	Fe2O3	%	,3400	
	CAO TITR	%	68,8800	
	MGO	%	,5500	
	SUM 1	%	99,2200	
	FRI CAO	%	2,4400	
	SO3 LECO	%	2,1000	
	GLØDETAB	%	,8100	
	UOPLØSELIG REST	%	,0400	
	CR+6 VOPL	MG/KG	,1000	
	CR2O3 VOPL	MG/KG	,1462	
	TG 500	%	,1000	
	KORR GLØDETAB	%	,0500	
	FEM	MARK	5,4412	
	SIM	MARK	11,2740	
	KM(KORR)	%	94,2323	
	C3S(KORR)	%	63,9295	
	C2S(KORR)	%	22,5578	
	C3A(KORR)	%	4,3272	
	C4AF(KORR)	%	1,0346	
	CASO4(KORR)	%	3,5700	
	BOGUESUM(KORR)	%	97,8591	
MØR			WM	910218
	TRYK 2D MIDDEL	MPA	33,5000	
	TRYK 2D SPRED	MPA	,5000	
	TRYK 2D VARKOF	%	1,5000	
	TRYK 7D MIDDEL	MPA	53,7000	
	TRYK 7D SPRED	MPA	1,4000	
	TRYK 7D VARKOF	%	2,6000	
	TRYK 28D MIDDEL	MPA	70,5000	
	TRYK 28D SPRED	MPA	1,5000	
	TRYK 28D VARKOF	%	2,1000	
	SIGTEREST 0,2MM	%	,0200	
	SIGTEREST 0,09MM	%	,0700	
	VANDBEHOV	%	28,5000	
	BEG BINDETID	T,MIN	1,4000	
	SLUT BINDETID	T,MIN	2,1500	
	LE CHATELIER	MM	,0000	
	BLAINE	M2/KG	426,1695	

RAPIDCEMENT

Ifølge analyse ved Aalborg Portland kan følgende data angives for rapidcementen:

SiO ₂	21.69%
Al ₂ O ₃	5.17%
Fe ₂ O ₃	2.85%
CaO	63.42%
SO ₃	3.03%
MgO	0.82%
Glødetab	1.51%
Fri CaO	1.33%
K ₂ O	0.53%
Na ₂ O	0.24%
Na ₂ O-ækv.	0.59%
Flyveaske	1.74%
Densitet	3176 kg/m ³
C ₃ S	42.6%
C ₂ S	30.0%
C ₃ A	8.9%
C ₄ AF	8.7%
CaSO ₄	3.86%
Finhed, Blaine	414 m ² /kg
Beg. bindetid	1.40 h
Slut bindetid	2.15 h
Le Chatelier	0 mm
Sigterest 0.2 mm	0.07%
Sigterest 0.09 mm	0.46%

KONTROLANALYSE AF MICROSILICA - SLURRY

DISTRIBUTIONSTANK: N Y B O R G

GÆLDENDE FOR LEVERANCER FRA DEN 15.04.1991

Mærkningstilladelse 105 ØMSK/S

Kemisk sammensætning	Krav i.h.t. DS 411	Deklarerede værdier	Analyse- resultater
Magnesiumoxid (MgO)	max. 5%	max. 3%	0,51 %
Svovltrioxid (SO ₃)	max. 4%	max. 2,5%	0,17 %
Opløselig ækv. natriumoxid (Na ₂ O)	max. 1,5%	max. 1,5%	0,30 % *)
Chlorid (CL)	max. 0,1%	max. 0,1%	0,08 %
Glødetab	max. 5%		1,59 %
Finhed (sigterest på 0,045 mm)	max. 40%	max. 1%	0,01 %
Specifik overflade		> 15 m ² /g	22,7 **)
Siliciumoxid (SiO ₂)		> 86%	94,7 %
Jerntrioxid (Fe ₂ O ₃)		0,02 - 3,5%	0,18 %
Aluminiumoxid (Al ₂ O ₃)		0,1 - 3,0%	1,17 %
Calciumoxid (CaO)		0,08 - 0,7%	0,32 %
Tørstofindhold		50% +- 2%	50,8 %
pH-værdi		6 +- 1,5	6,3
Farvereflektion		> 6	7,0
Viskositet		< 400 mPa	28
Densitet (g/cm ³ slurry)		1,35 - 1,41	1,398

*) heraf Na₂O: 0.06% og K₂O: 0.36%

**) Det er ikke muligt at foretage målinger på slurry, men det anførte resultat er hentet fra tørt microsilica, der indgår i slurryproduktionen.

MIKROSILICA MED S=33 m²/g

ELKEM MICROSILICA

Syntetic Microsilica
Series B, No.5

ANALYSIS

Chemical composition:

%	SiO ₂	99.3
%	H ₂ O	0.2
%	tot. C	0.08
%	SiC	0.07
%	Fe ₂ O ₃	0.09
%	Al ₂ O ₃	0.20
%	CaO	0.04
%	MgO	<0.01
%	K ₂ O	0.08
%	Na ₂ O	<0.01
%	P ₂ O ₅	0.04
%	SO ₃	< 0.01
%	Cl	0.01

Physical properties:

	Bulk density	280	kg/m ³
	pH	3.6	
%	LOI	0.36	
%	Reflection	89.0	
	Specific surface area	33.1	m ² /g
	Sieve analysis	0.12	% > 45 micron

ALPHA-SILICON NITRIDE (Si_3N_4)

Grade LC 12-N
Grade LC 12-S
Grade LC 12-SX

Powder Characteristics

● Very Fine Particles below 2 μm

■ High Alpha Phase

▲ High and Extra High Purity

	Grades	LC 12-N	LC 12-S	LC 12-SX
● Morphology			Specification	
BET Specific Surface Area ¹⁾	m^2/g	18—21	18—21	18—21
FSSS Particle Size ²⁾	max. μm	0.5	0.5	0.5
Apparent Density ³⁾	g/cm^3	0.3—0.5	0.3—0.5	0.3—0.5
Green Density ⁴⁾	g/cm^3	1.8—2.0	1.8—2.0	1.7—1.9
Particle Size Distribution ⁵⁾	$X_{90} \mu\text{m}$	1.5	1.5	1.5
Microtrac (Laser)	$X_{50} \mu\text{m}$	0.6	0.6	0.6
Typical Values	$X_{10} \mu\text{m}$	0.3	0.3	0.3

particle shape: see the reverse

■ Crystallographic Phases

Alpha- Si_3N_4	min. wt%	94.0	94.0	92.0
Free Si	max. wt%	0.1	0.1	0.1

▲ Chemical Composition⁶⁾

	N min. wt%	38.5	38.2	38.2
Nonmetallic Impurities	O wt%	1.4—1.7	1.8—2.1	1.8—2.1
	C max. wt%	0.2	0.2	0.2
	Cl max. wt%	0.001	0.001	0.001
Metallic Impurities	Fe max. wt%	0.01	0.01	0.008
	Al max. wt%	0.06	0.06	0.005
	Ca max. wt%	0.01	0.01	0.002

MIKROSILICA MED $S=50 \text{ m}^2/\text{g}$

Den anvendte mikrosilica med en specifik overflade på ca. $50 \text{ m}^2/\text{g}$ er et specialprodukt af mærket AEROSIL OX 50. Det består af kugleformet næsten 100% amorf SiO_2 . Den væsentligste forskel på aerosil og ordinær mikrosilica er partikelstørrelsen. Aerosil leveres som veldispergeret tørpulver med ringe tendens til agglomeration.

Produktdata ifølge datablad fra Superfoss Kemi:

BET-overflade (m^2/g)	50 ± 15
d_{middel} på primærdele (10^{-9} m)	40
Pulverdensitet, løst lejret, (g/l)	ca. 80
Glødetab, 1 time ved 1000°C (%)	<1
SiO_2 (%)	>99.8
Al_2O_3 (%)	<0.08
Fe_2O_3 (%)	<0.01
TiO_2 (%)	<0.03
HCl (%)	<0.01

TØRKOMPAKTERET MIKROSILICA

PRØVERESULTATER

PRØVE: 36141 TEKST :MIKROSILICA

MODTAGET:900206 1116

PSNR : 0196 PRODUKT :DIV DIVERSE PRØVER

UDTAGET :900206 0800

UDT.STED:

PRØVEART:

REFPRØVE:

LAB	ANALYSE	ENHED	RESULTAT	GODKENDT
KEM				KM 900216
	TØRRETAB 105C	%	,0300	
	GLØDETAB	%	2,2000	
	UOPL REST HF-AR	%	,2000	
	K2O TOT	%	1,1300	
	NA2O TOT	%	,4200	
	NA2O ÆKV TOT	%	1,1634	
	MGO	%	1,5700	
	FE2O3	%	1,1900	
	AL2O3	%	,6800	
	CAO AAS	%	,3100	
	TIO2	%	,0000	
	SO3 LECO	%	,3000	
	SIO2	%	92,0000	
	KASSE NR	MARK	624,0000	
	DENSITET	KG/M3	2260,0000	

FLYVEASKE

Ifølge analyse ved Aalborg Portland kan følgende data angives for flyveasken:

SiO ₂	59.94%
Al ₂ O ₃	19.78%
Fe ₂ O ₃	7.71%
CaO	3.28%
SO ₃	0.58%
MgO	2.20%
Glødetab	2.40%
TiO ₂	0.93%
K ₂ O	2.22%
Na ₂ O	1.07%
Na ₂ O-ækv.	2.53%
Densitet	2235 kg/m ³
Finhed, Blaine	339 m ² /kg
0.2 mm sigte	0.94%
0.09 mm sigte	7.12%
0.045 mm sigte	26.0%

CaCO₃-FILLER

Den anvendte CaCO₃ er et udfældningsprodukt i analysekvalitet af fabrikat Merck.

BET-overfladen er bestemt af Instituttet for Mineralindustri ved enkeltpunkts specifik overflademåling. Som middelværdi og spredning angives: 4.71 ±0.09 m²/g.

CaCO₃-partiklerne er formentlig nåleformede.

LERFILLER

Den anvendte lerfiller forefindes som lerslikker, dvs. en veldispergeret opslemning af ler i vand. Leret er gult, plastisk ler (blåler) fra Vedstaarup teglværk. Ifølge rapport fra Statens Tekniske Prøvenævn kan følgende data angives for leret:

SiO ₂	48.9%
Al ₂ O ₃	13.5%
Fe ₂ O ₃	5.4%
CaO	10.2%
MgO	2.8%
Na ₂ O	0.7%
K ₂ O	3.4%
SO ₃	0.4%
Glødetab	12.6%

Lerslikkeren indeholder vægtmæssigt 52.2% vand og 47.8% ler.

Ifølge Herbert Krenchel, ABK, er lerpartiklernes middel-diameter målt på sedigraph ved Instituttet for Mineralindustri til 0.8 μm . Kugleform antaget svarer dette til en specifik overflade på ca. 3 m^2/g . De enkelte partikler er formentlig skælformede.

Si₃N₄-FILLER

Den anvendte Si₃N₄-filler er af fabrikat HCST, LC12-N. Jf. foto og data på de følgende sider er dette produkt geometrisk set tilnærmelsesvis identisk med ordinær mikrosilica. Ifølge sagkyndig kemiker på Instituttet for Mineralindustri er produktet særdeles ureaktivt ved temperaturer under ca. 300°C, også specielt i basiske miljøer.

