

**Mitigating autogenous shrinkage of
Ultra-High Performance Concrete by means of
internal curing using superabsorbent polymers**

**Verringerung des autogenen Schwindens von
Ultrahochfestem Beton durch
Innere Nachbehandlung mit Superabsorbierende Polymere**

An der Fakultät Bauingenieurwesen der Technischen Universität Dresden
zur Erlangung der Würde eine Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
eingereichte

DISSERTATION

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Lukasz Dudziak
aus Gdynia (Polen)

eingereicht am 22.Februar 2016.

Tag der mündlichen Prüfung: 13. Mai 2016.

Gutachter:
Prof. Dr.-Ing. V.Mehtcherine,
Prof. K.Kovler,
Prof. Dr. D.A.Stephan.

Abstract

Application of smart curing concept called internal curing (IC) is the most promising strategy for mitigating autogenous shrinkage and related early-age cracking in cement-based materials with low water-to-cement ratio. There are still many theoretical and practical questions that need to be answered before IC could become a standard method. Many of these questions concern the most appealing of water-regulating additives for IC called Superabsorbent Polymers (SAP). The clear linkage between SAP material properties, the moment of water release and the effect on autogenous shrinkage is still missing, which blocks formulating recommendations for use of particular potential IC agents in concrete construction.

In this treatise various aspects that are decisive for effectiveness of IC in mitigating autogenous shrinkage were examined. The choice of materials was purposefully limited to two compositions of Ultra-High Performance Concrete (UHPC), one fine-grained and one coarse-grained mixture, and one particular, in-depth characterized SAP. The objectives of examination which shaped the final experimental programme were: assessment of IC agent absorption capacity, specification of periods of water migration from fresh concrete mixture into SAP and from SAP back into hardening concrete, determination of effect of SAP addition on cement hydration, evaluation of IC influence on and determination of start of effective autogenous shrinkage and, finally, assessment of autogenous shrinkage with selfsame IC agent but for different matrices. Ideally, description of the mechanisms behind the action of IC at different stages of concrete life and reasoning of differences observed for the UHPCs under investigation had to be provided.

First, the main components of system – SAP material and both UHPCs – were characterized as to their suitability for IC application. Special attention was paid to the material properties which affect water transport. Usage of different testing methods was necessary here and included: testing with ESEM, FT-IR, tea-bag test, sol fraction content examination and X-ray computed tomography (for SAP) as well as air content measurement and different methods for characterization of the porosity and other features of the microstructure. The observed delay in the start of pozzolanic reactions in case of fine-grained UHPC was rather surprising, but, under consideration of porosity, shed new light on permeability of young UHPC.

The work at hand revealed numerous methods that can be used for studying the absorption capacity of polymers, but hardly representative for the behaviour of those polymers within concrete matrix. Because of its general availability and the relatively robust testing procedure, it was decided to focus on possibilities and limitations of using tea-bag test for evaluation of absorption capacity of SAP. New interpretation of tea-bag test results was deduced which enabled assessment of maximum absorption capacity of SAP from single measurement of consistency of concrete before and after modification with IC.

Influence of IC on hydration process was revealed by using two non-destructive methods, in particular ultrasonic measurement and concrete temperature record. It could be shown that the ionic polymer exhibits complex effects including retardation and acceleration of individual chemical processes. Additionally, X-ray computed tomography and instrumented ring tests were performed in order to understand scientific significance of the characteristic event appearing during shrinkage measurements, taken as time-zero (= starting point for evaluation of autogenous shrinkage data). Linkage of time-zero with certain phenomenon, e.g., polymer volume change or specific value of yield stress, but not with final set was suggested for the future investigations.

By using two setups based on corrugated tube protocol it was possible to register and compare autogenous shrinkage of both UHPCs without and with modification by IC. The effectiveness of IC was shown to be dependent on the matrix in which IC was implemented. This was related to the observed changes in pore percolation that resulted from different absorption behaviour of SAP in the two UHPCs under investigation. Furthermore, the effect of fibres on effectiveness of IC was discussed.

Description and discussion of mechanisms behind IC was supported by measurement of capillary pressure, total shrinkage with simultaneous mass loss test, free autogenous shrinkage tests and the CT measurement. Valuable source of information was furthermore the in-depth literature review. The most appealing finding of the work and the biggest paradox revealed was high efficiency of IC in mitigating autogenous shrinkage and simultaneously appearance of stage where very clear reverse in mode of polymer volume change was observed. This suggests partial reabsorption of water initially released. This puts interpretation of operative shrinkage mechanisms and ones standing behind IC effect in a new perspective.

Kurzfassung

Die Innere Nachbehandlung (Internal Curing – IC) ist die derzeit aussichtsreichste Strategie, um das in zementgebundenen Baustoffen mit niedrigen Wasser/Zement-Wert ausgeprägt auftretende autogene Schwinden wirksam zu verringern und die damit einhergehende Rissbildung im jungen Beton zu vermeiden. Vor einer breiten baupraktischen Anwendung des IC sind noch viele offene Fragen zu beantworten. Die meisten dieser Fragen betreffen die derzeit interessanteste Klasse von wasserregulierenden Stoffen für das IC – die Superabsorbierenden Polymere (SAP). Von entscheidender Bedeutung ist hier der noch weitgehend unerforschte Zusammenhang zwischen den Materialeigenschaften der SAP, dem Zeitpunkt der Wasserabgabe und der Auswirkung auf das autogene Schwinden.

In der vorliegenden Arbeit werden verschiedene Einflussfaktoren auf die Wirksamkeit von SAP zur Verringerung des autogenen Schwindens untersucht. Für die Experimente wurde ein feinkörniger und ein grobkörniger ultra-hochfester Beton (UHPC) sowie ein schon detailliert charakterisiertes SAP genutzt. Das experimentelle Programm wurde auf folgende Untersuchungsziele ausgerichtet: Absorptionsvermögens der SAP, Zeitfenster der Wassermigration aus dem Frischbeton in das SAP sowie vom SAP in den erhärtenden Beton, autogenes Schwindmaß sowie effektiver Beginn des autogenen Schwindens. Ziel der Arbeiten ist die Beschreibung der Mechanismen, die IC zugrundeliegen - und dies zu verschiedenen Betonaltern und unter Berücksichtigung der an den untersuchten UHPC beobachteten Unterschiede.

Bei der Charakterisierung der Hauptkomponenten des betrachteten Systems – SAP und zwei UHPC – wurde auf die Materialeigenschaften fokussiert, die den Wassertransport beeinflussen. Dazu wurden u.a. folgende Untersuchungsmethoden angewendet: ESEM, FT-IR, Teebeuteltest, Sol-Fraction Test, Röntgentomographie (für SAP) sowie verschiedene Verfahren zur Charakterisierung der Poren im Beton. Im feinkörnigen UHPC wurde überraschenderweise ein verzögerter Beginn der puzzolanischen Reaktion festgestellt, der bei Berücksichtigung der vorliegenden Porosität zu einer Neubewertung der Permeabilität von UHPC in jungem Alter führte.

In der vorliegenden Arbeit werden verschiedene Methoden zur Beschreibung des Wasserabsorptionsvermögens von SAP benannt, deren Aussagekraft bei Anwendung dieser

Polymere im Beton aber sehr eingeschränkt ist. Aufgrund seiner einfachen Verfügbarkeit und Robustheit wurde daher der Teebeuteltest zur Bestimmung der Wasserabsorption des SAP genutzt. Die Wasserabsorption der SAP im Beton wurde durch Gegenüberstellung von Konsistenzmessungen am Beton vor und nach Zugabe von SAP und Ergebnissen der Teebeuteltest abgeschätzt.

Der Einfluss des IC auf die Hydratation wurde zerstörungsfrei mit Ultraschall- und Betontemperaturmessungen erfasst. Auf dieser Grundlage konnten Hypothesen zu den komplexen Wechselwirkungen zwischen ionischem Polymer und der Beschleunigung oder Verzögerung einzelner chemischer Prozesse formuliert werden. Mit Hilfe von instrumentierten Ringversuchen und X-ray Computertomographie werden die Auswirkungen des IC mit SAP auf das autogene Schwinden, den Aufbau von Zwangsspannungen bei behindertem Schwinden und Time-Zero diskutiert. Dabei konnte ein Zusammenhang zwischen Time-Zero und verschiedenen Phänomenen, wie z.B. Volumenänderung des SAP oder der Fließgrenze des erhärtenden Betons, nicht aber zum Ende des Erstarrens aufgezeigt werden.

Das autogene Schwinden beider UHPC (jeweils mit und ohne IC) wurde mit Hilfe von Corrugated Tube-Versuchen gemessen. Es konnte gezeigt werden, dass die Wirksamkeit des IC von der Betonzusammensetzung sowie der in den UHPC infolge Wechselwirkungen mit den SAP verschieden ausgebildeten Porenstruktur der Matrix abhängt. Weiterhin konnte ein Einfluss von Faserzugaben auf die Wirksamkeit des IC gezeigt werden.

Die Beschreibung und Diskussion der Mechanismen des IC wurde durch Messungen des Kapillardrucks, des Gesamtschwindens, des freien autogenen Schwindens, des Masseverlustes und Computertomographie unterstützt. Eine wichtige Erkenntnisquelle war zudem die umfangreich gesichtete und diskutierte Literatur.

Das interessanteste und zugleich paradoxeste Ergebnis der Untersuchungen ist die Tatsache, dass die bei Einsatz von SAP beobachtete Verringerung des autogenen Schwindens eindeutig mit einer zeitgleichen Umkehr der Volumenänderung der SAP einhergeht: die bis dahin dominierende Wasserabgabe geht in eine erneute Wasseraufnahme über. Dies stellt die Interpretation der Triebkräfte des Schwindens und die dem IC zugrundeliegenden Mechanismen in einen neuen Zusammenhang.