

Verfestigungsverhalten von Zement

(1 DS, Eingangstest, 3 Arbeitsgruppen (A, B, C), 1 Protokoll)

1 Ziel

Die Studierenden sollen mit der Kinetik des Übergangs vom flüssigen in den kristallinen Zustand am Beispiel der Erstarrung und Erhärtung von silicatischen Zementen in Gegenwart von Wasser bekannt gemacht werden. Der Ablauf dieser Reaktionen wird bei variierten Zement-Wasser-Mischungen experimentell auf zweierlei Weise verfolgt:

- 1) über die Eindringtiefe eines nadelförmigen Prüfkörpers in Zementleim unter Einsatz des Vicat-Nadelprüfgerätes (analog zu DIN EN 196-3),
- 2) über die Festigkeitsbestimmung an Probekörpern, die einen in Zementleim eingebetteten Stahlstift aufweisen.

2 Vorbereitung auf das Praktikum

2.1 Grundlagen

Zement ist eine anorganische, mineralische Substanz, die durch Brennprozesse (Drehrohrofen, Temperaturen bis zu ca. 1400–1450°C) aus den Rohmaterialien Kalkstein, Ton, Sand und eisenoxidhaltigem Material (sowie ggf. weiteren Rohstoffen) und anschließendes Mahlen in großindustriellem Maßstab gewonnen wird (Weltproduktion ca. 2,8 Gt / a) und die gemeinsam mit Zuschlagstoffen und Wasser im Bauwesen als Mörtel und Beton in vielfältiger Weise Verwendung findet.

Beim Brennen entstehen neben CaO hauptsächlich Tricalciumsilicat (mineralogische Formulierung $3 \text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2$, Kürzelschreibweise C3S), Dicalciumsilicat ($2 \text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2 = \text{C2S}$), Tricalciumaluminat ($3 \text{ CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 = \text{C3A}$) und Calciumaluminatferrate ($4 \text{ CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3 = \text{C4(A,F)}$ und C2(A,F)). Der bekannteste Vertreter der 27 Normalzementsorten gemäß DIN EN 197-1 ist der Portlandzement (CEM I). Hergestellt durch Vermahlen des gebrannten Klinkers mit Gips bzw. Anhydrit, besteht er aus 58-66% CaO, 18-26% SiO_2 , 4-10% Al_2O_3 und 2-5% Fe_2O_3 sowie geringen Anteilen an Sulfat.

Zement verfestigt sich als hydraulisches Bindemittel sowohl an Luft als auch unter Wasser und bleibt unter diesen Bedingungen beständig.

Nach dem Anrühren mit Wasser kommen unterschiedliche chemische Reaktionen zwischen den vorliegenden Verbindungen und Wasser in Gang. Anfänglich wird die Phase des Ansteifens durchlaufen, dann folgt die des Erstarrens (üblicherweise nach 1-3 h beginnend) und schließlich die Erhärtung (nach ca. 12 h, fließender Übergang). Bei Schnellzementen sind diese Vorgänge wesentlich beschleunigt. Dem Wasser-Zement-Verhältnis (WZV) kommt eine sehr wichtige Rolle zu. Die chemischen Reaktionen sind insbesondere durch die Bildung von wasserhaltigen Calciumsilicaten, den so genannten Hydraten (z.B. $3 \text{ CaO} \cdot 2 \text{ SiO}_2 \cdot 3 \text{ H}_2\text{O}$, C3S2H3), von Calciumhydroxid und anderen Verbindungen gekennzeichnet. Die sich dabei bildenden feinen nadelförmigen Kristalle verzahnen sich untereinander zunehmend und führen so zu einer hohen Festigkeit. Die Kristallisation erfolgt sowohl über die Lösungsphase als auch direkt über die Festkörperoberfläche.

Lt. EN 197-1 werden drei Festigkeitsklassen von Zement (32,5, 42,5 und 52,5) unterschieden, die sich auf die in MPa angegebenen Druckfestigkeiten von Prüfkörpern aus Zement, Normsand und Wasser nach 28 Tagen Erhärtungsdauer beziehen.

2.2 Fragen und Aufgaben

- Aus welchen Rohmaterialien wird Zement üblicherweise hergestellt?
- Welche Typen von Zementen sind auf dem Markt?

- Wieso wird Zement als hydraulisches Bindemittel bezeichnet?
- Worin liegen Unterschiede zu Kalkmörtel?
- Wie lauten Formel und Kürzelschreibweise von Calciumhydroxid?
- Formulieren Sie die Reaktionsgleichung für die Bildung von $C_3S_2H_3$ aus C_2S !
- Welche Sachverhalte bringen die für die Angabe der Zusammensetzung eingeführten Schreibweisen zum Ausdruck, welche nicht?
- Was ist unter dem Begriff „Kinetik“ zu verstehen?
- Welche zeitlichen Phasen der Verfestigung werden unterschieden, und durch welche Parameter ist die Kinetik der Kristallisation bestimmt?
- Welchen pH-Wert weist Zementleim auf? Woher resultiert diese Eigenschaft, und wofür ist sie von hoher Bedeutung?
- Wozu werden beschleunigende bzw. verzögernde Zusatzmittel verwendet?
- Für welche Belastungen sind zementgebundene Baustoffe ausgelegt, für welche nicht?
- Berechnen Sie den mindestens vorzusehenden Durchmesser eines zylindrischen Körpers, wenn Zement der Festigkeitsklasse 42,5 entsprechend EN DIN 196-1 verwendet wird und ein Stahlbauteil von 1 t Masse getragen werden soll!
- Berechnen Sie die Ansätze entsprechend den Tabellen in Abschnitten 3.3 und 3.4!
- Was ist unter Phosphatzementen zu verstehen? Wo ist ihr spezifisches Einsatzgebiet?

2.3 Weiterführende Literatur

- W. Schatt, H. Worch (Hrsg.): Werkstoffwissenschaft; Weinheim: Wiley-VCH, 2003.
- DIN EN 196-3 : 2009-2, *Prüfverfahren für Zement — Teil 3: Bestimmung der Erstarrungszeiten und der Raumbeständigkeit.*
- Wikipedia (u.a. <http://de.wikipedia.org/wiki/Zement>).
- <http://www.lafarge.de/ebook/index.html>
- <http://beton-technische-daten.de/index.htm>

3 Durchführung der Arbeiten

3.1 Generelle Hinweise zum Arbeitsschutz

- Teile der Arbeiten können mit Staubentwicklung verbunden sein – Vorsicht!
- Aufschlammungen mit Zement reagieren deutlich alkalisch und wirken ätzend auf Haut und Augen – Vorsicht!

3.2 Materialien, Apparaturen

- Portlandzement CEM I (Fa. Schwenk), Schnellzement (Fa. Bornit)
- Gefäße und Werkzeuge zum Anrühren, Handschuhe, zylindrische Formen ($\varnothing_i 32 \times 25$ mm bzw. $\varnothing_i 21 \times 20$ mm), Stahlstifte $\varnothing 4 \times 25$ mm
- Vicat-Nadelprüfgerät zur Messung der Eindringtiefe; Einrichtung zur Messung der Verbindungskraft; pH-Glasmesskette.

Abb. 1: Vicat-Nadelprüfgerät Fa. JetMaterials
(Caerphilly, GB)
(<http://www.jetmaterials.com/product/vicat-apparatus/vicat-apparatus/>; 02.10.13)



3.3 Versuchsablauf für die Verfolgung der Erstarrung

- a) Je Arbeitsgruppe einen Ansatz unter Verwendung von 33 g Zementmasse nach folgender Tabelle berechnen.

	AG A	AG B	AG C
Anteil an CEM I	63,3%	58,3%	58,3%
Anteil an Schnellzement	36,7%	41,7%	41,7%
WZV	0,333	0,333	0,38
Masse Anmachwasser / g			
Zeitpunkte der Nadeldrprüfung / min	10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24	10, 12, 14, 16, 18, 20	14, 16, 18, 20, 22, 26, 30

- b) Beide Zementkomponenten auf $\pm 0,1$ g in Plastdose abwägen (Laborwaage) und zunächst trocken mischen (*Achtung*: Staubentwicklung vermeiden!); die dem festgelegten Wasserzementverhältnis entsprechende Masse an Anmachwasser auf $\pm 0,1$ g in gekennzeichnetes Polymergefäß abwägen und in das Mischgefäß geben, Zeitpunkt notieren ($t = 0$) und zügig homogenisieren (ca. 1 min).
- c) Zementleim in die transparente Form randbündig und glatt einstreichen.
- d) Überschüssigen Zementleim mit ca. 10 mL Wasser aufschlännen und nach kurzem Absetzen den pH-Wert messen.
- e) Zum Säubern restlichen Inhalt in bereitstehendes Becherglas geben; Gefäße und Werkzeuge säubern und trockenwischen; keinen Zement in den Ausguss!
- f) Skalenjustierung des Vicat-Nadeldrprüfgeräts in Bezug auf Oberfläche der Glasplatte überprüfen ($p = 0!$).
- g) Etwas vor den angegebenen Zeitpunkten die Nadel 5-8 mm vom Rand entfernt an unterschiedlichen Stellen der Oberfläche des Zementleims ansetzen, den beweglichen Zylinder per Hand vorsichtig so weit hinablassen, bis die Nadel die Oberfläche berührt, und Feststellschraube anziehen. Ausgangsposition der Nadelspitze auf der Skala notieren (p_0). Wenn der Zeitpunkt erreicht ist, Schraube lösen, sodass die Nadel senkrecht in den Zementleim eindringt. Nach Stillstand der Nadel (spätestens nach 30 s) $\rightarrow$ Position p_1 . Säubern der Nadel mit Zellstoff.
- h) Bestimmung der Eindringtiefe $d = p_0 - p_1$.

3.4 Versuchsablauf für die Bestimmung der Verbindungskraft Stahl – Schnellzement

- a) Je Arbeitsgruppe einen Ansatz auf Basis von 30 g Schnellzement mit variiertem WZV nach folgender Tabelle berechnen.

	AG A	AG B	AG C
WZV	0,35	0,40	0,48
Masse Anmachwasser / g			

- b) Masse an Schnellzement auf $\pm 0,1$ g abwägen (Laborwaage, *Achtung*: Staubentwicklung vermeiden!); die dem festgelegten Wasserzementverhältnis entsprechende Masse an Anmachwasser auf $\pm 0,1$ g in gekennzeichnetes Polymergefäß abwägen und in das Mischgefäß geben, Zeitpunkt notieren ($t = 0$) und zügig homogenisieren (< 1 min).
- c) Zementleim in die zwei zylindrischen Formen (auf separater Glasplatte) randbündig und glatt einstreichen; *sofort* danach je einen Stahlstift senkrecht und mittig bis zum Boden eindrücken.
- d) Gefäße und Werkzeuge säubern; keine größeren Zementmengen in den Ausguss!

- e) Einen der beiden Formkörper nach $t = 20$ min in die Vorrichtung einlegen und die Spindel per Hand zum Anschlag bringen, ohne dass die Feder komprimiert wird. Stellung der Spindel als Startpunkt festhalten. Spindel per Hand oder mittels Werkzeug weiter drehen, bis die Verbindung sich löst. Position bestimmen und aus Wegdifferenz x über das ausliegende Diagramm $F(x)$ die maximale Kraft $F_{\max}$ bestimmen.
- f) Versuch mit einem zuvor hergestellten Formkörper, der eine längere Erhärtungszeit bei Luftlagerung aufweist, wiederholen.
- g) Für den verbleibenden Formkörper Tag und Uhrzeit des Mischzeitpunkts notieren → spätere Messung.

4 Protokollanfertigung

Je Durchgang ist innerhalb von zwei Wochen ein *gemeinsames*, arbeitsteilig erarbeitetes Protokoll zusammenzustellen, das bei ca. 5 Seiten Gesamtumfang die folgenden Abschnitte enthalten soll:

Deckblatt: Namen aller Praktikumssteilnehmer einschl. Email-Adressen / Arbeitsgruppenzuordnung / Datum der Messung und der Protokollabgabe → A

Ziel: Übernahme aus dieser Anleitung

Einleitung: kann hier entfallen, Verweis auf Abschnitt 2.1

Experimentelle Bedingungen: Verweis auf Abschnitte 3.3 und 3.4; ggf. aufgetretene Abweichungen notieren → A, B, C

Auswertung und Diskussion: → A, B, C

- tabellarische bzw. grafische Zusammenstellung der in den Arbeitsgruppen gewonnenen zeit- und ansatzabhängigen Messdaten (Positionen der Nadelspitze p_0 , p_1 , Eindringtiefe d) unter Angabe der Temperatur;
- Bestimmung der Zeitpunkte für den Beginn und das Ende der Erstarrung, wenn in Anlehnung an DIN EN 196-3 $p_1 = 4$ mm bzw. $d = 0,5$ mm als Kriterien verwendet werden; hinreichend ausführliche Kommentierung;
- tabellarische Zusammenstellung der maximalen Kräfte $F_{\max}$ sowie der unter Berücksichtigung der effektiven Mantelfläche zu berechnenden Festigkeiten R ; hinreichend ausführliche Kommentierung;
- Zusammenstellung der pH-Werte unter Angabe der Bedingungen.

Zusammenfassung → A, B, C

Abgabe: Übersendung des Protokolls als doc- (oder pdf-)Datei an den Praktikumsleiter michael.thieme@tu-dresden.de → B