

OCENA ODPORNOSTI PROTI ZMRZOVANJU GRADBENE KERAMIKE NA PODLAGI DIREKTNIH IN INDIREKTNIH METOD

FROST RESISTANCE EVALUATION OF BUILDING CERAMICS BY INDIRECT AND DIRECT METHODS

Tinkara Kopar¹, Janjana Ranogajec², Miroslava Radeka³, Radmila
Marinković-Nedučin², Vilma Ducman¹

¹Zavod za gradbeništvo Slovenije, Dimičeva ulica 12, 1000 Ljubljana, Slovenija

²Univerza v Novem Sadu, Tehnološka fakulteta, Bulevar Cara Lazara 1, Novi Sad, Srbija

³Univerza v Novem Sadu, FTN – Inštitut za gradbeništvo, Trg Dositeja Obradovića 6, Novi Sad, Srbija
vilma.ducman@zag.si

Prejem rokopisa – received: 2006-05-22; sprejem za objavo – accepted for publication: 2006-08-16

Vedenje gradbene keramike v okolju, kjer zmrzuje, je odvisno od narave materiala in mejnih razmer, ki jim je material izpostavljen. Odpornost proti zmrzovanju je močno povezana s strukturo materiala, kot sta poroznost in modul elastičnosti, kot tudi z možnostjo navzemanja vode in pretočnosti sistema por. Te lastnosti je mogoče ugotoviti z različnimi metodami, s katerimi zajamemo eno ali več spremenljivk, in jih v splošnem lahko razdelimo na dve skupini: indirektno in direktno metode. Z indirektnimi metodami dobimo vpogled v količino kapilarnih in mikro por, količino por, v katerih zmrzuje ter v prepustnost sistema por. Ti podatki nakažejo vedenje materiala v ekstremnih razmerah. Z direktnimi metodami pa zajamemo večje število spremenljivk in tako dobimo vpogled v dejansko vedenje materiala pri izpostavljenosti mejnim razmeram. Iz primerjave različnih direktnih in indirektnih metod na izbranih strešnikih je bilo ugotovljeno, da se med napovedmi zmrzljive odpornosti po enem ali drugem načinu pojavljajo določeni odmiki, vendar se tudi z uporabo indirektnih preskusnih metod, predvsem metode nizkotemperaturne adsorpcije dušika in metode nizkotemperaturne dilatacije, lahko dobi želeni podatek o predvidenem vedenju materiala.

Ključne besede: opečni strešniki, zmrzovanje, poroznost, nizkotemperaturna dilatacija

The behaviour of building ceramics in a freezing environment depends on nature of a material and conditions to which it is exposed. Frost resistance is strongly connected to the structure of a material like porosity and module of elasticity as well as probability to absorb water and transfusion of pore system. These characteristics can be obtained by different methods indirect and direct test methods, where one or more variables are assessed. Indirect testing techniques give insight into amount of capillary and micro pores, amount of pores where freezing process occurs and transfusion of pore system. The data obtained indicate the behaviour in extreme conditions. With direct testing more variables are assessed and insight into behaviour of the material when exposed to boundary conditions. On the bases of comparison between indirect methods and direct methods on selected roofing tiles was conducted that indication of frost resistance obtained by both types of techniques show certain deviation. However, using indirect methods as low temperature nitrogen adsorption and low temperature dilatation are the information about anticipated behaviour of material can be obtained.

Key words: ceramic roofing tiles, frost resistance, porosity, low temperature dilatation

1 UVOD

Možnost nastanka zmrzljivih poškodb na gradbeni keramiki je močno odvisna od narave materiala in razmer v okolju, ki jim je material izpostavljen. Pri visoki stopnji vlažnosti ter nizkih temperaturah se porozen material, kar gradbena keramika je, napoji z vodo, in ko temperatura pade pod 0 °C, se prične proces zmrzovanja. Pri zmrzovanju vode je sprememba vode v led povezana s povečanjem volumna. Če v porozni strukturi ni dovolj prostora, lahko povečanje pritiska v porah, ki je povezan s povečanjem volumna, povzroči nastanek poškodb¹.

Veliko avtorjev te mehanizme pripisuje porazdelitvi vrednosti kritičnega pritiska nasičenja materiala in vrednosti realnega nasičenja materiala z vodo^{2,3}. Vrednost kritičnega nasičenja z vodo je v glavnem funkcija strukture materiala (velikosti in porazdelitve velikosti zračnih por), vrednost realnega nasičenja

materiala z vodo pa je funkcija strukture materiala in razmer v okolju. Po navedbah nekaterih avtorjev je možnost nastanka poškodbe zaradi zmrzovanja manjša, čim večja je razlika med kritičnim in realnim nasičenjem materiala z vodo (**enačba 1**).

$$O = S_{\text{krit}} - S_{\text{realen}} \quad (1)$$

O – odpornost proti zmrzovanju

S_{krit} – kritično nasičenje z vodo (pri vlažnostih, ki so večje od kritične vlažnosti, je dovolj le en cikel zmrzovanja/tanja, da nastane poškodba materiala)

S_{realen} – realno nasičenje z vodo

Da bi ocenili odpornost proti zmrzovanju materiala, je treba ugotoviti, ali se bo vrednost S_{realen} izenačila ali celo postala večja od vrednosti S_{krit} .

Odziv keramičnih proizvodov pri zmrzovanju in tajanju lahko določamo po različnih metodah, s katerimi poskušamo napovedati, ali bo material po vgraditvi v

objekt utrpel zmrzlinke poškodbe. V splošnem lahko metode določanja odpornosti proti zmrzovanju razdelimo na dve skupini:

- direktne metode temeljijo na direktnem izpostavljanju vzorcev ponavljajočim se ciklom zmrzovanja in tajanja v komorah za zmrzovanje pri točno določenih razmerah, ki poskušajo simulirati naravne vremenske razmere. Metodi, ki smo jih uporabili pri delu, sta standardni za opečno strešno kritino in sta predpisani s harmonizirnim produktim standardom;
- indirektno metode temeljijo na dejstvu, da poroznost, velikost, porazdelitev, oblika in prehodnost por bistveno vplivajo na odpornost proti zmrzovanju. Pri indirektnih metodah gre za različne načine napovedovanja odpornosti proti zmrzovanju, pri čemer so vse usmerjene na ugotavljanje kritične zasičenosti z vodo. V mnogih primerih se oceni S_{realen} določi z oceno kapilarnega vpivanja vode. Zato so preskušanja, opisana v tem prispevku, usmerjena tako, da bi dobili vpogled v količino kapilarnih por (nizkotemperaturna adsorpcija dušika), vpivanje vode (ugotavljanje kritične nasičenosti), količine por, v katerih zmrzuje (Hg-porozimetrija), v prepustnost sistema por (nizkotemperaturna dilatacija pri različnih hitrostih segrevanja).

Tako direktne kot indirektno metode imajo svoje prednosti in slabosti. V praksi se za napoved odpornosti proti zmrzovanju največkrat uporabljajo direktne standardne preskusne metode. Prav tako lahko v primeru nastanka poškodbe, iz načina nastanka oz. tipa poškodbe nakažemo vzrok slabše odpornosti proti zmrzovanju. Ker pa so ti preskusi zelo dolgotrajni, vključujejo veliko dela in truda in večkrat tudi (pre)dragi za proizvajalce, se čedalje bolj uveljavljajo indirektno preskusne metode, s katerimi v bistveno krajšem času dobimo podatek za oceno odpornosti proti zmrzovanju.

2 EKSPERIMENTALNO DELO

2.1 Material

Preskušanja smo izvedli pri treh različnih vrstah opečnih strešnikov. Opis in identifikacija izdelkov je prikazana v **tabeli 1**.

Tabela 1: Opis in identifikacija opečnih strešnikov

Table 1: Description and identification of roofing tiles

Vzorec	Vrsta izdelka
serija I	opečni strešnik – valoviti zareznik
serija II	opečni strešnik – slemenjak
serija III	opečni strešnik – dvojni zareznik

2.2 Preskusne metode

A) Indirektno metode določanja odpornosti proti zmrzovanju:

- ugotavljanje kapilarne poroznosti, specifične površine materiala in por, velikosti por in srednjega

premera por z nizkotemperaturno adsorpcije dušika – ASAP;

preskusna oprema: ASAP Micrometrics Model 2000;

- ugotavljanje skupne poroznosti in porazdelitve por s Hg-porozimetrijo – metoda po Maageju ⁴ temelji na merjenju porazdelitve por z živosrebrnim porozimetrom. Maage je predložil enačbo, po kateri izračunamo faktor odpornosti (DF):

$$DF = (3,2 / PV) + (2,4 \times P3)$$

Spremenljivka PV pomeni celoten volumen por oziroma volumen vtisnjene Hg (cm^3/g), spremenljivka $P3$ pa delež por glede na celoten volumen por, večjih od 3 μm . Na osnovi izračunanega faktorja velja okvirno naslednja razvrstitev:

$DF > 70$ – velika verjetnost, da bo material odporen tudi v najzahtevnejših klimatskih razmerah;

$55 < DF < 70$ – negotovo območje;

$DF < 55$ – odpornost proti zmrzovanju je malo verjetna;

preskusna oprema: Carlo Erba Porosimeter 2000 WS;

- ugotavljanje nizkotemperaturne dilatacije. Vzorce, izrezane iz sredine strešnikov, naglo ohladimo do -40 °C in nato med hitrim segrevanjem do $+40$ °C spremljamo linearno širjenje. Vzorce smo preskušali v dveh smereh. Po tem načinu preskušanja ^{5,6} lahko karakteriziramo delež anizotropnosti teksture preskušane sistema. Vzorce smo preskušali v suhem stanju ($\varphi = 65$ %, $t = 20$ °C) s hitrostjo segrevanja 10 °C/min. Preskušanja v mokrem, vodonasičenem stanju smo izvedli po nasičenju v vodi (namakanje 24 h) s hitrostjo segrevanja 10 °C/min in 5 °C/min;

preskusna oprema: Thermo Mechanical Analyzer Model 981

- metoda ASTM C 67-99 predlaga oceno odpornosti proti zmrzovanju na osnovi določitve t. i. faktorja nasičenja (S). Ta faktor je razmerje med vpivanjem vode po 24-urnem namakanju v hladni vodi in vpivanju vode po 5-urnem namakanju v vreli vodi. Razvrstitev odpornosti proti zmrzovanju je naslednja: $S < 0,74$ – velika verjetnost, da bo material odporen tudi v najzahtevnejših klimatskih razmerah $0,74 < S < 0,84$ – negotovo območje, za zmerne klimatske pogoje $S > 0,84$ – odpornost proti zmrzovanju je malo verjetna.

B) Direktne, standardne, preskusne metode:

- metoda B iz standarda SIST EN 539-2, kjer izbrane vzorce z različnimi načini namakanja napojimo z vodo. Napojene vzorce postavimo v posebej prilagojena stojala in jih postavimo v zmrzovalno komoro. S konstantno hitrostjo znižujemo temperaturo do vrednosti -1 °C, to temperaturo vzdržujemo določen čas, nato ponovno s konstantno hitrostjo znižujemo temperaturo do vrednosti -15 °C. Po določenem času vzdrževanja minimalne temperature

vzorci zalijemo z vodo s predpisano maksimalno temperaturo +10 °C. Cikla zmrzovanja in tajanja se izmenjujeta do končanega preskusa, to je 150 ponovitev oziroma do nastanka poškodb. Po končanem preskusu vsak vzorec natančno pregledamo in ovrednotimo morebitne poškodbe;

preskusna oprema: komora za pršenje strešnikov, avtomatska komora Gabbielli;

- metoda C iz standarda SIST EN 539-2, kjer vzorce napojimo z vodo pri tlaku 40 kPa in jih postavimo v prilagojena stojala v zmrzovalni komori. S konstantno hitrostjo znižujemo temperaturo do +4 °C, pri čemer jih intervalno pršimo z vodo, da preprečimo izsuševanje površine, nato ponovno s konstantno hitrostjo znižujemo temperaturo do -15 °C. Po določenem času vzdrževanja minimalne temperature vzorce zalijemo z vodo s predpisano maksimalno temperaturo +15 °C. Po 50 ponovitvah izmenjevanja zmrzovanja in tajanja vzorce pregledamo za morebitne poškodbe;

preskusna oprema: avtomatska komora IZR;

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

3.1 Indirektne metode določanja odpornosti proti zmrzovanju

3.1.1 Nizkotemperaturna adsorpcija dušika

Rezultati preskušanja nizkotemperaturne adsorpcije z dušikom (ASAP) prikazujejo velike vrednosti vseh parametrov, ki so predstavljeni v **tabeli 2**, glede na dobljene vrednosti predhodnih preskušanj ⁷.

Velike količine kapilarnih por pri strešnikih serije I, II in III (**tabela 2**) kažejo, da se bo material lahko in hitro napojil z vodo, na drugi strani pa velike količine mikro por nakazujejo mehanizem tvorbe leče kot mehanizem njihove destrukcije pri izpostavljenosti zmrzovanju.

Tabela 2: Rezultati nizkotemperaturne adsorpcije dušika – ASAP

Table 2: Results of low temperature nitrogen adsorption – ASAP

Vzorec	Specifična ploščica materiala (m ² /g)	Količina kapilarnih por, (premer por < 0,1 μm) /(cm ³ /g)	Specifična ploščina por (m ² /g)	Povprečni premer por (10 ³ μm)	Hrapavost površine por (10 ⁶ /m)
Serija I	4,9880	0,008267	4,5659	7,2428	552
Serija II	2,1935	0,003740	1,7894	8,3604	478
Serija III	3,7565	0,006447	3,6636	7,0389	568

Tabela 3: Rezultati Hg-porozimetrije

Table 3: Results of Hg porosimetry

Vzorec	Skupna poroznost (%)	Delež por (10 μm > r > 3 μm) (%)	Delež por (r > 10 μm) (%)	Specifična gostota γ _z /(kg/m ³)	Specifična gostota γ _s /(kg/m ³)
Serija I	33,10	10,44	0	1870	2795
Serija II	27,33	26,86	0	1920	2640
Serija III	29,11	30,36	0	1850	2610

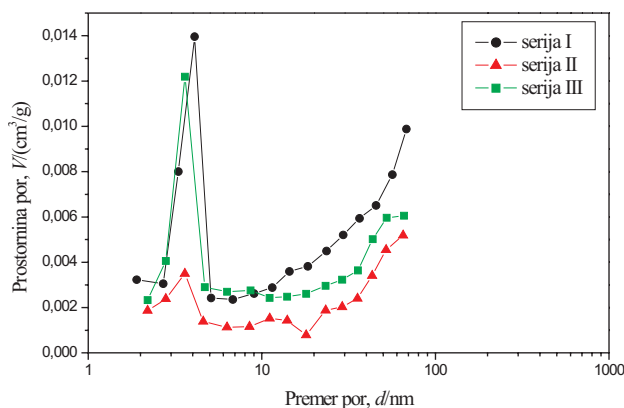


Diagram 1: Porazdelitev velikosti kapilarnih por, ugotovljenih z nizkotemperaturno adsorpcijo – ASAP

Graph 1: Capillary pore size distribution established by low temperature nitrogen adsorption – ASAP

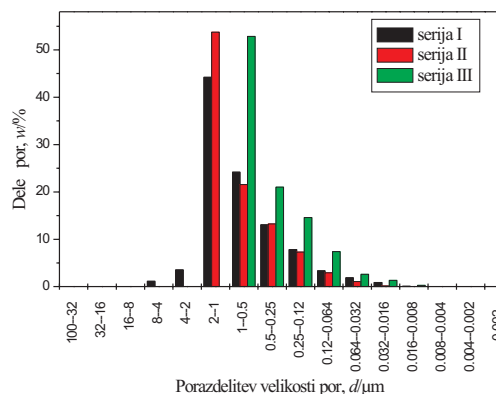


Diagram 2: Porazdelitev velikosti por s Hg-porozimetrom

Graph 2: Pore size distribution by Hg porosimetry

Tak mehanizem vodi do poškodb v obliki luščenja. Znano je, da je ta mehanizem dominanten, kadar govorimo o nizkih hitrostih hlajenja ^{2,3}. Poleg tega da ta mehanizem vodi do poškodb materiala, vpliva tudi na dodatno polnjenje por z vodo, v katerih nastaja led. Vse

skupaj pa povzroči lokalno povečanje nasičenosti por z vodo nad vrednostjo kritičnega nasičenja z vodo v fazi tajanja. Primerjava rezultatov za izbrane strešnike glede nizekotemperaturne adsorpcije (tabela 2) kaže na dejstvo, da se lahko navedene vrednosti predstavijo v naslednjem vrstnem redu: serija I → serija III → serija II (graf 1).

3.1.2. Hg porozimetrija

Skupna poroznost, določena s Hg-porozimetrijjo (tabela 3) prikazuje spreminjanje vrednosti po naslednjem vrstnem redu od najvišje do najnižje: serija I → serija III → serija II. Porazdelitev velikosti por (graf 2) prikazuje koncentracijo por v intervalu polmera por 1–2 μm za seriji I in II, pri seriji III pa dominirajo pore v intervalu polmera 0,5–1 μm.

Tabela 4: Predvidena odpornost proti zmrzovanju po Maageju

Table 4: Expected frost resistance by Maage

Vzorec	Faktor po Maageju, <i>DF</i>	Predvidena odpornost
Serija I	43,1	neodporno
Serija II	86,9	za ostre klimatske razmere
Serija III	93,2	za ostre klimatske razmere

Iz velikosti in porazdelitve por za posamezne vzorce smo izračunali faktor po Maageju (tabela 4). Dobljene vrednosti napovedujejo, da strešnik iz serije I ne bo odporen proti zmrzovanju, za strešnika serija II in III pa se odpornost proti zmrzovanju lahko pričakuje, celo za ostre klimatske razmere.

3.1.3 Vpijanjanje vode

V tabeli 5 so predstavljeni rezultati določanja predvidene odpornosti proti zmrzovanju za posamezne vzorce z indirektno metodo po ASTM-standardu. Na osnovi znanega faktorja *S* predvidevamo, da bo strešnik iz serije II lahko kljuboval tudi najostrejšim vremenskim razmeram, saj je faktor nasičenja nižji od 0,74. Za strešnika iz serije I in serije III, pa se na osnovi faktorjev nasičenja lahko predvideva, da bosta ohranila svoje funkcionalne lastnosti v zmernih klimatskih razmerah. Faktorja *S* sta med 0,74 in 0,84.

3.1.4 Nizekotemperaturna dilatacija

Rezultati preskušanja v suhem stanju

Znano je, da je vrednost relativnega raztezanja materiala v suhem stanju funkcija sestave čvrste faze in lastnosti por. Prav tako je znano, da usmerjenost por pri keramičnem sistemu lahko prispeva k anizotropiji

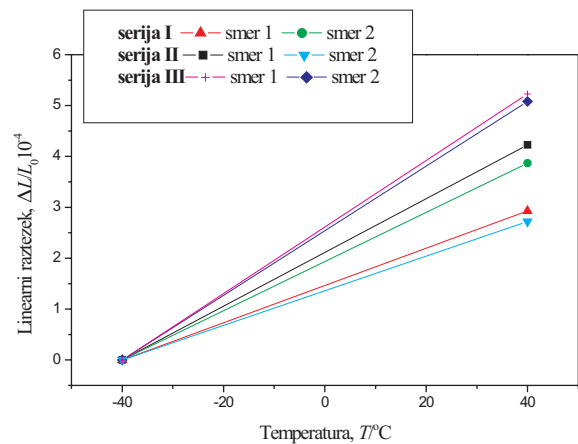
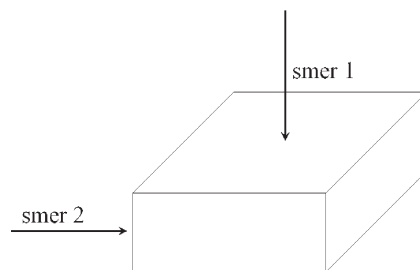


Diagram 3: Nizekotemperaturna dilatacija vzorcev v suhem stanju
Graph 3: Low temperature dilatation of dry samples



Slika 1: Smer določanja nizekotemperaturne dilatacije strešnikov: smer 1 – pravokotno na smer oblikovanja (vlečenja) strešnikov, smer 2 – v smeri oblikovanja (vlečenja) strešnikov

Figure 1: Direction of low temperature dilatation of roofing tiles: direction 1 – perpendicular to the direction of shaping (extrusion) of roofing tiles, direction 2 – parallel with the direction of shaping (extrusion) of roofing tiles

relativnega raztezanja v različnih smereh. S porazdelitvijo vrednosti relativnega raztezka vzorca v dveh smereh preskušanja (slika 1) smo dobili rezultate, ki kažejo, da pri seriji III ne nastopa anizotropija merjenih vrednosti (minimalna razlika med vrednostmi raztezka v obeh smereh je konstantna), kar je najverjetnejše posledica neusmerjenosti por (graf 3).

Rezultati preskušanja v stanju nasičenja z vodo

Preskušanja vzorcev, nasičenih z vodo, so bila izvedena pri dveh hitrostih segrevanja (5 °C/min in 10 °C/min) z namenom ugotavljanja prepustnosti sistema por. Delež propustnosti pornega sistema je v obratnem sorazmerju z vrednostjo pritiska, ki nastaja pri hidravličnem mehanizmu. Z drugimi besedami, večja kot je prepustnost sistema por, manjši je hidravlični pritisk.

Tabela 5: Predvidena odpornost po metodi ASTM

Table 5: Expected frost resistance by ASTM method

Vzorec	Vpijanjanje z namak. 24 h (%)	Vpijanjanje z vretjem 5 h (%)	Faktor <i>S</i>	Predvidena odpornost
serija I	13,9	17,1	0,81	za zmerne klimatske razmere
serija II	10,6	15,1	0,70	za ostre klimatske razmere
serija III	12,3	16,3	0,75	za zmerne klimatske razmere

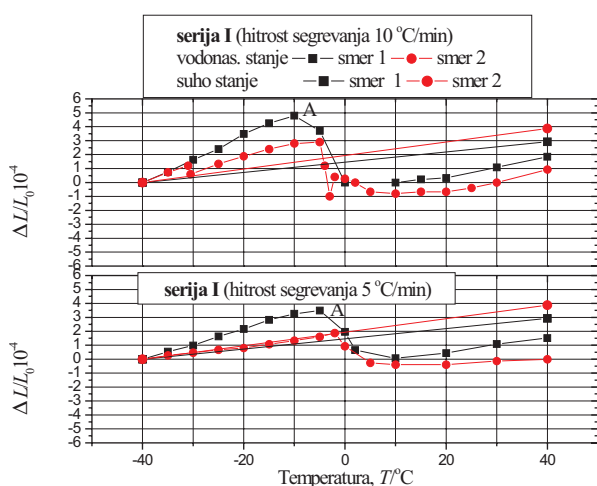


Diagram 4: Nizkotemperaturna dilatacija strešnika – Serija I
Graph 4: Low temperature dilatation of roofing tile – Series I

Ta nastaja pri večjih hitrostih segrevanja. Na **grafih 4 – 6** je prikazano večje raztezanje vzorcev pri hitrosti segrevanja 10 °C/min kot pri 5 °C/min. Za lažjo predstavo so pripisani koeficienti linearnega raztezka pri različnih hitrostih segrevanja (**tabela 6**). Največji raztezek kot posledica največjega pritiska ledu na stene por je v smeri 1 pri vzorcih serije I in III (**graf 4 in 6**). Zaradi tega je pri teh serijah možnost nastanka poškodb pri zmrzovanju v obliki luščenja. Pri seriji I v smeri 2 pri hitrosti segrevanja 5 °C/min smo opazili krčenje (**graf 4, tabela 6**). Ta pojav lahko pripišemo največji količini mikropor, ki so pri manjših hitrostih segrevanja vir nezmrznjene vode. Voda iz teh por potuje proti sosednim poram, kjer nastaja led, mikropore pa ostanejo prazne in se krčijo. Vrednosti relativnih raztezkov vzorcev, napoljenih z vodo, so manjše od vrednosti relativnih raztezkov vzorcev v suhem stanju. Kot je že bilo omenjeno, je zaradi priliva vode iz okoliških mikropor v pore, kjer nastaja led, po taljenju količina vode večja kot na začetku zmrzovanja. Na tem mestu se lokalno poveča stopnja nasičenosti sistema z vodo, ki lahko pri naslednjih ciklih zmrzovanja vodi do poškodbe. Preskušanja serije II, smer 2, kažejo na velik delež povečanja rela-

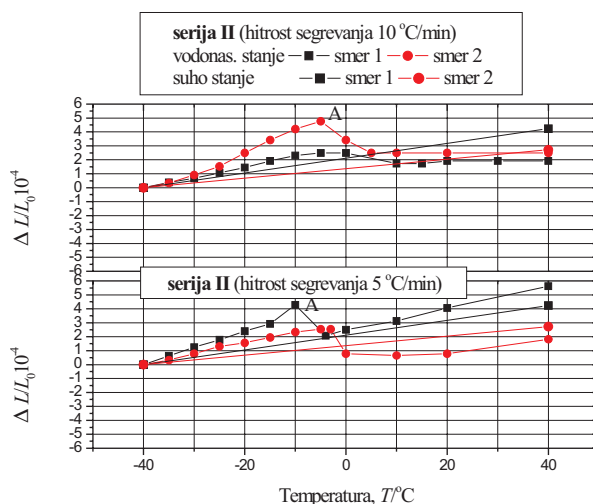


Diagram 5: Nizkotemperaturna dilatacija strešnika – Serija II
Graph 5: Low temperature dilatation of roofing tile – Series II

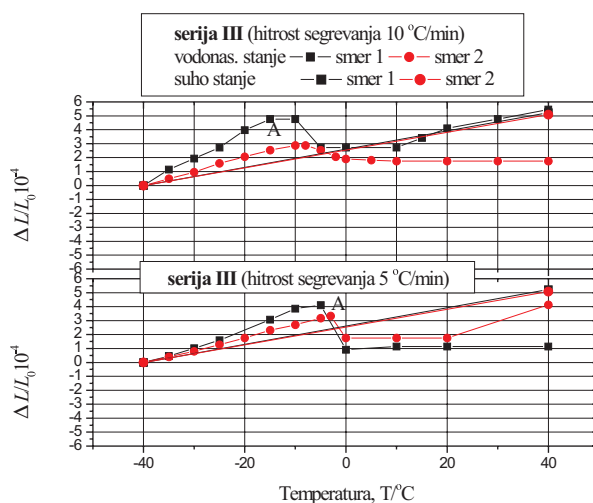


Diagram 6: Nizkotemperaturna dilatacija strešnika – Serija III
Graph 6: Low temperature dilatation of roofing tile – Series III

tivnega raztezka vzorca (**graf 5**) kakor tudi na veliko vrednost koeficienta linearnega raztezka v tej smeri (**tabela 6**) glede na suho stanje. To pomeni, da ima serija

Tabela 6: Povečanje koeficienta linearnega raztezka α v z vodo nasičenem stanju glede na suho stanje pri hitrostih segrevanja 5 °C/min in 10 °C/min

Table 6: Increase of coefficient of linear expansion, α , in water saturated condition as to dry condition at heating rate of 5 °C/min and 10 °C/min

Vzorec	Koeficient linearnega raztezka α (hitrost segrevanja 10 °C/min)		Povečanje koeficienta raztezka α v z vodo nasičenem stanju glede na suho stanje (%)	Koeficient linearnega raztezka α (hitrost segrevanja 5 °C/min) nasičeno stanje $\alpha / (10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$	Povečanje koeficienta raztezka α v zvodo nasičenem stanju glede na suho stanje (%)
	suho stanje $\alpha / (10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$	nasičeno stanje $\alpha / (10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$			
Serija I – smer 1	0,037	0,174	370	0,109	194
Serija I – smer 2	0,048	0,107	121	0,04	8
Serija II – smer 1	0,053	0,096	81	0,104	96
Serija II – smer 2	0,034	0,17	400	0,065	91
Serija III- smer 1	0,065	0,148	128	0,148	127
Serija III – smer 2	0,063	0,095	50	0,095	51

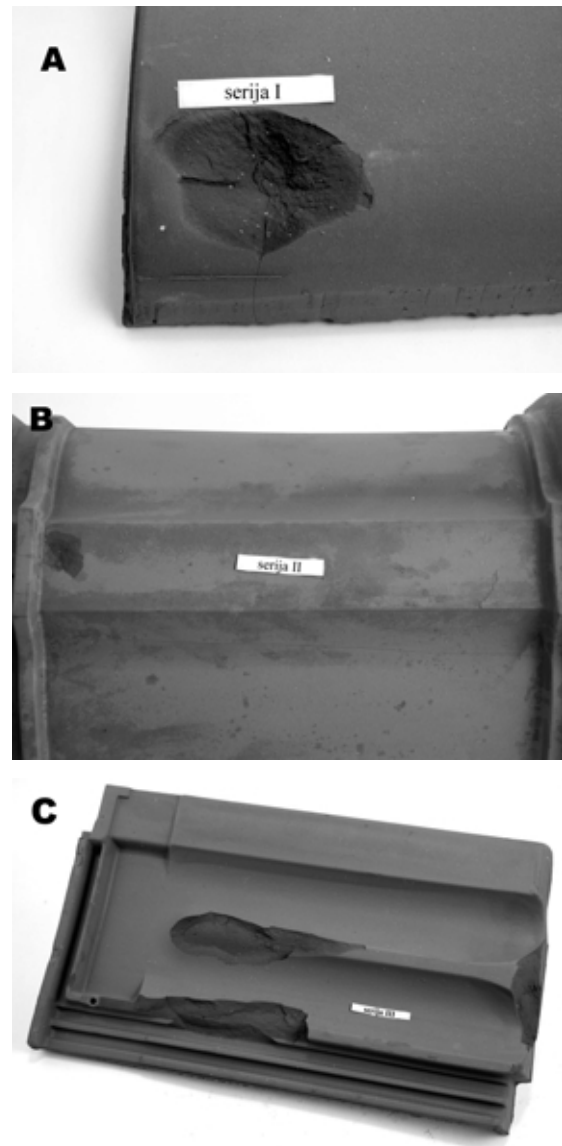
II majhno prepustnost sistema por v smeri 2, kar pomeni, da je zelo občutljiva za velike spremembe hitrosti hlajenja (mehanizem hidravličnega pritiska). Pri seriji III ni opaziti razlike v raztezanju glede na smer ter hitrost segrevanja. To dejstvo kaže na veliko prepustnost sistema por (**graf 6, tabela 6**).

Na osnovi pridobljenih rezultatov z indirektnimi metodami lahko sklepamo, da:

- serija I ne bo odporna proti zmrzovanju, ker ima veliko količino kapilarnih in mikro por ter veliko skupno poroznost; zaradi kapilarnih por bo vrednost S_{realen} hitro narasla, mikropore pa bodo pri nizkih hitrostih segrevanja povzročile nastajanje leda v obliki mikroleč; posledica tega mehanizma je lokalno povečanje zasičenja z vodo in vrednost S_{realen} lahko preseže vrednost $S_{kritičen}$; prav tako je ugotovljena velika občutljivost tega strešnika za hitre spremembe temperature (**graf 4, tabela 6**).
- serija II je občutljiva za hitre spremembe temperature (**graf 5, tabela 6**); število kapilarnih in mikropor je najmanjše glede na seriji I in III;
- serija III glede na drugi dve seriji ni občutljiva za hitre spremembe temperature, vendar ima relativno velik delež kapilarnih in mikropor kot tudi veliko skupno poroznost, kar jo dela občutljivo za mehanizem nastajanja ledu v obliki mikroleč.

3.2 Direktna metoda določanja odpornosti proti zmrzovanju

Strešnike serije I, II, III smo izpostavili ciklom zmrzovanja in tajanja po dveh različnih preskusnih metodah. Rezultati so prikazani v **tabeli 7**. Iz tabele je razvidno, da so vsi proizvodi po obeh metodah med preskusom zmrzlinke odpornosti v klimatski komori utrpeli poškodbe. Nastale poškodbe so prikazane na **slikah od 2 a do 2 c**. V grobem gre za kombinacijo dveh vrst poškodb, luščenje z odkrušenostjo stoščastih delov črepinje. Vzrok za take defekte je največkrat v nehomogeni sestavi črepinje po celotnem volumnu ter slabem žganju, kot je prenizka temperatura žganja ali pa prekratek čas vzdrževanja maksimalne temperature



Slika 2: (a – c) Poškodbe opečnih strešnikov po izpostavljenosti zmrzovanju po direktnih metodah; A – serija I, B – serija II, C – serija III

Figure 2: (a – c) Damage of roofing tiles observed after freezing process by direct test methods; A – series I, B – series II, C – series III

Tabela 7: Predvidena odpornost po direktnih metodah

Table 7: Expected frost resistance by direct test methods

Vzorec	Vpisanje pred zmrzovanjem (%)	Predvidena odpornost		
		metoda B, SIST EN 539-2	metoda C, SIST EN 539-2	metoda SIST EN 10545-12
serija I	3,3	ni odporno (poškodbe pri 50 od 150 ciklov)	-	-
serija I	2,7	-	ni odporno (poškodbe pri 19 od 50 ciklov)	-
serija II	12,4	ni odporno (poškodbe pri 50 od 150 ciklov)	-	-
serija II	12,0	-	ni odporno (poškodbe pri 19 od 50 ciklov)	-
serija III	8,7	ni odporno (poškodbe pri 50 od 150 ciklov)	-	-

žganja^{8,9}. Nehomogenost materiala, kot je drugačna sestava površine glede na ostalo črepinjo ali pa drugačna sestava posameznih segmentov črepinje, npr. zaradi vključkov nečistoč, rezultira v različnem sistemu poroznosti. Tako lahko dobimo več sistemov poroznosti v isti enoti, več različnih skrčkov in raztezkov posameznih delov črepinje; posledica je neopornost proti zmrzovanju.

3.3 Primerjava indirektnih in direktnih metod

Med rezultati predvidene odpornosti proti zmrzovanju po indirektnih in direktnih metodah smo opazili določene odmike. Po napovedi indirektnih metod, Hg-porozimetrije (faktor po Maageju) in faktorja *S* po ASTM-metodi, bi preskušani proizvodi lahko bili primerni tudi za okolje, kjer zmrzuje, npr. strešnik iz serije II oz. III. Po napovedi direktnih metod, pa to ni tako, saj so vsi proizvodi "podlegli" ciklom zmrzovanja in tajanja že v zgodnjih fazah preskusa. Na drugi strani se napoved z nizkotemperaturno dilatacijo za strešnik iz serije I in II v celoti sklada z rezultatom po direktnih metodah, za strešnik iz serije III pa bi le na osnovi napovedi z nizkotemperaturno dilatacijo lahko predvidevali zmrzljivo odporen proizvod, vendar so tudi pri njem pri ciklih zmrzovanja in tajanja nastale poškodbe. Prav tako so rezultati preskušanja z nizkotemperaturno adsorpcijo z dušikom ter rezultati direktnega preskušanja v klimatskih komorah relativno skladni. Tudi poškodbe, ki so jih rezultati nizkotemperaturne adsorpcije napovedovali, okrušenje (luščenje), so se potrdile z direktnim preskušanjem (slike 2 a – 2 c).

Razlog za določeno neskladje napovedi med nekaterimi indirektnimi metodami ter direktnim preskušanjem je najverjetneje v tem, da vsaka faza procesa proizvodnje keramike od izbire in priprave surovine, homogenizacije, oblikovanja (suho stiskanje in vlečenje), sušenja in končno žganja ter ohlajanja prispeva h končnim lastnostim materiala. Pri tem je veliko število spremenljivk, ki vplivajo na končno odpornost proti zmrzovanju. Pri napovedovanju z indirektnimi metodami je v rezultat zajet le del spremenljivk, ki vplivajo na zmrzljivo odpornost, na drugi strani pa se z direktnimi metodami, s simulacijo realnih razmer, katerim bo proizvod izpostavljen po vgradnji, zajame kar največ možnih spremenljivk, kar lahko vodi v neskladnost napovedi odpornosti po enem ali drugem načinu.

4 SKLEPI

Iz primerjave indirektnih in direktnih metod določanja odpornosti proti zmrzovanju ugotovljamo določene odmike v predvideni odpornosti. Napoved odpornosti s Hg-porozimetijo in napoved na osnovi različnih vpijanjanj vode se v veliki meri odmika od napovedi po direktnih metodah. Pri napovedi odpornosti proti zmrzovanju z nizkotemperaturno adsorpcije dušika in nizkotemperaturno dilatacijo pa so ti odmiki že manj izraziti, saj se izmed vseh uporabljenih indirektnih metod s to najbolj približamo rezultatom direktnih, standardnih metod.

Iz prikazanih rezultatov lahko sklepamo, da kadar je treba v čim krajšem času napovedati vedenje keramike pri zmrzovanju, z uporabo indirektnih preskusnih metod, predvsem metode nizkotemperaturne adsorpcije dušika in metode nizkotemperaturne dilatacije, lahko dobimo želen podatek. Prav tako so indirektno metode uporabne pri razvijanju surovinskih mas za opečno industrijo, saj lahko že na majhnih laboratorijskih vzorčkih predvidimo odpornost proti zmrzovanju in tako natančno definiramo režim žganja za proizvodnjo končnih izdelkov.

5 LITERATURA

- ¹ L. J. A. R. van der Klugt, Technological factors influencing the frost susceptibility of clay building materials. Annual for the brick and tile, structural ceramics and clay pipe industries, 1993, 24–33
- ² Fagelund G., CONTECVET – Manual for assessing concrete structures affected by frost, Div. Building Materials, Lund Institute of Technology, 2001
- ³ Ekstrom T., Leaching of Concrete, The leaching process and its effects, Div. Building Materials, Lund Institute of Technology, Report TVBM-1020, 2001
- ⁴ M. Maage, Frost resistance and pore size distribution of bricks, Ziegelindustrie, (1990) 9, 472 – 481; (1990) 10, 582–588
- ⁵ Zvekić V., Bačkalić Z., Ranogajec J., Radeka M., Texture designing of ceramic roof tile (in Serb), Izgradnja 59 (2005) 7–9, 149–153
- ⁶ Vrebalov M., Bačkalić B., Ranogajec J., Radeka M., Discovery and control methodology of ceramic roof tile texture unhomogeneousness (in Serb), Izgradnja 59 (2005) 7–9, 154–158
- ⁷ Radeka M., Ducman V., Mladenović A., Marinković-Nedučin R., Ranogajec J.: Resistance of building materials to frost action (in Serb), JUDIMKA, Proceedings XXIII. kon. – Novi Sad, 20–21 oct. 2005, 119–126
- ⁸ T. Kopar, V. Ducman, Frost resistance of ceramic building materials (in Slovene), Mater. tehnol., 37 (2003) 1–2, 57–62
- ⁹ K. Ikeda, H-S. Kim, K. Kaizu, A. Higashi, Influence of firing temperature on frost resistance of roofing tiles, Journal of the European Cer. Soc. 24 (2004), 3671–3677