



Institut für
Bauforschung
und Lehrstuhl für
Baustoffkunde

RWTHAACHEN
UNIVERSITY

**FORSCHUNG
ENTWICKLUNG
ÜBERWACHUNG
PRÜFUNG
BERATUNG**

www.ibac.rwth-aachen.de

Forschungsbericht

F7133

Ermittlung von Präzisionsdaten zum Performanceprüfverfahren
“Sulfatwiderstand von Beton”





THEMA	Ermittlung von Präzisionsdaten zum Performanceprüfverfahren "Sulfatwiderstand von Beton"
Forschungsbericht-Nr.	F7133 vom 25.11.2024
Projektbearbeitung	Steffen Overmann, Volkert Feldrappe Anya Vollpracht
Auftraggeber/Förderer	Deutsches Institut für Bautechnik (DIBt) Kolonnenstraße 30 B 10829 Berlin
Vertragsdatum / Auftragsbestätigung	01.02.2023
Ihr Aktenzeichen	P 52-5-7.327-2095.23

Dieser Bericht umfasst 38 Seiten.

Soweit Versuchsmaterial nicht verbraucht ist, wird es nach 4 Wochen vernichtet. Eine längere Aufbewahrung bedarf einer schriftlichen Vereinbarung. Die auszugsweise Veröffentlichung dieses Berichtes, seine Verwendung für Werbezwecke sowie die inhaltliche Übernahme in Literaturdatenbanken bedürfen der Genehmigung des Lehrstuhls.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Beschreibung des Performance-Prüfverfahrens	3
2.1	Durchführung der Prüfung	3
2.2	Auswertung und Beurteilung der Ergebnisse.....	3
3	Ablauf des Laborvergleichstests	6
3.1	Teilnehmer	6
3.2	Betonherstellung, Lagerung und Versendung.....	6
3.3	Durchführung des Versuchs	8
3.4	Zusätzliche Versuche	8
3.4.1	Überprüfung der Festigkeitsentwicklung.....	8
3.4.2	Vergleichsuntersuchungen im modifizierten SVA-Verfahren	8
4	Auswertung und Ergebnisse	9
4.1	Aufbereitung der Messergebnisse für die statistische Auswertung	9
4.1.1	Vorgehensweise.....	9
4.1.2	Zugfestigkeit nach 28 d Vorlagerung in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 20 °C .	9
4.1.3	Zugfestigkeit nach 180 d Lagerung in Na_2SO_4 -Lösung bei 5 °C	9
4.1.4	Zugfestigkeit nach 273 d Lagerung in Na_2SO_4 -Lösung bei 5 °C	10
4.2	Berechnung der relativen Zugfestigkeiten	10
4.3	Statistische Auswertung der Ergebnisse des Vergleichsversuchs	11
4.3.1	Vorgehensweise.....	11
4.3.2	Statistische Auswertung der Zugfestigkeit nach 28 d in Calciumhydroxidlösung 11	
4.3.3	Statistische Auswertung der relativen Zugfestigkeiten nach 182 und 273 d in Sulfatlösung	12
4.3.4	Ermittlung der Präzisionsdaten in Bezug auf das vorgeschlagene Abnahmekriterium	13
4.4	Zusätzliche Versuche	14
4.4.1	Überprüfung der Festigkeitsentwicklung.....	14
4.4.2	Vergleichsuntersuchungen im SVA-Verfahren	15
5	Zusammenfassung	16
6	Literatur	17
	Anhang A – Tabellen	18
	Anhang B – Bilder	25

1 Einleitung

In dem von der AiF geförderten Forschungsvorhaben „Entwicklung eines Performanceprüfverfahrens zur Bestimmung des Sulfatwiderstands von Beton nach DIN EN 206-1 / DIN 1045-2“, /Ehr20/, wurden umfangreiche Versuche durchgeführt, um eine Alternative zu dem derzeit im Zulassungsverfahren eingesetzten modifizierten SVA-Verfahren zu entwickeln. Im modifizierten SVA-Verfahren werden Flachprismen in Natriumsulfatlösung mit 3.000 mg $\text{SO}_4^{2-}/\text{l}$ eingelagert und über einen Zeitraum von bis zu fünf Jahren geprüft, wobei die Lösung zunächst 14-tägig, später monatlich zu erneuern ist. Die Bewertung erfolgt nach zwei Jahren.

Wichtigstes Ziel bei der Erarbeitung des neuen Verfahrens war die Entwicklung eines praxisnahen Prüfverfahrens, mit dem der Sulfatwiderstand eines konkreten Betons unter Berücksichtigung der jeweiligen Zusammensetzung zielsicher, trennscharf und unter Vermeidung von Prüfartefakten in einem angemessenen Prüfzeitraum bestimmt werden kann. Der Schwerpunkt des Forschungsprojekts lag auf der Entwicklung einer Versuchsanordnung auf der Grundlage von Zugfestigkeitsprüfungen. Da beim Sulfatangriff Treibminerale gebildet werden, die oberflächennah bereits nach relativ kurzer Zeit zu Mikrorissen führen, schlägt sich die Schädigung frühzeitig in der Zugfestigkeit (f_t) nieder. Problematisch ist, dass zentrische Zugversuche häufig hohe Versuchsstreuungen von bis zu 20 % aufweisen. Eine signifikante Verbesserung der Reproduzierbarkeit (< 10 % Streuung) konnte durch das in der ASTM C307-03 beschriebene Vorgehen erreicht werden. Diese Prüfnorm definiert sog. Brikett- oder Knochenprüfkörper (Bild 1). Die Prüfkörpergeometrie wurde nach bruchmechanischen Gesichtspunkten optimiert und hat zudem den Vorteil, dass keine Zugstempel an den Stirnflächen angebracht werden müssen. Der Aufwand bei der Prüfung reduziert sich dadurch erheblich.

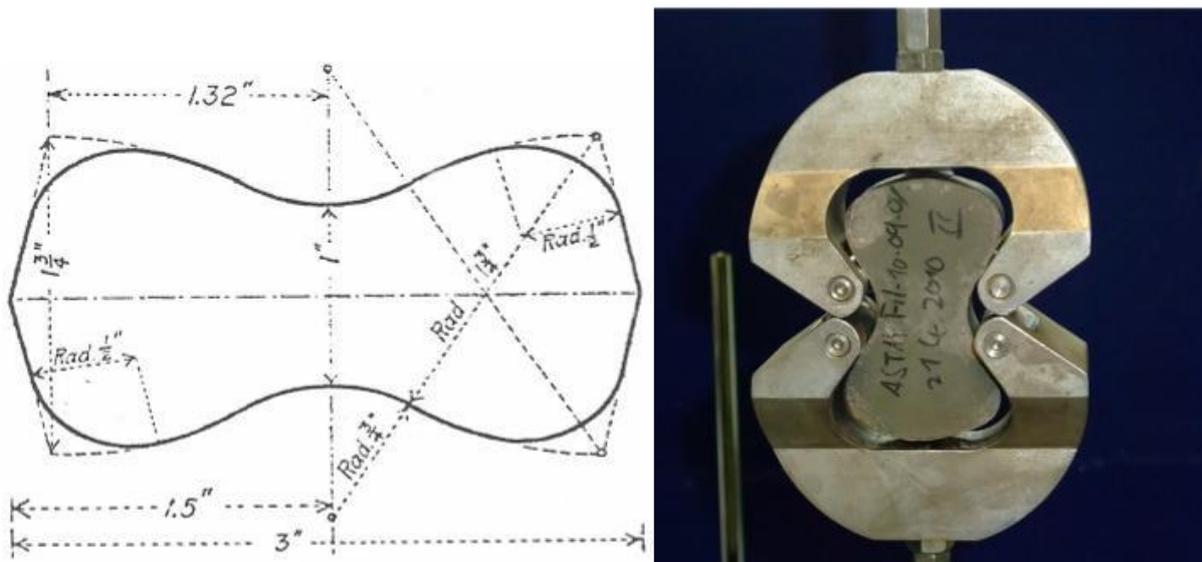


Bild 1: Maße der Brikettprüfkörper nach ASTM C307-03 (links); eingespannter Prüfkörper (rechts) /Ehr20/

Trotz der verbesserten Zugprüfung erwies sich die Beurteilung der relativen Zugfestigkeit in Bezug auf Referenzproben, die in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung gelagert wurden, im Projekt

/Ehr20/ als nicht vorteilhaft, da eine zu hohe Streuung beobachtet wurde. Bessere Ergebnisse wurden erzielt, wenn als Referenz die Festigkeit im Alter von 28 Tagen verwendet wurde. Allerdings wird hierbei die fortschreitende Hydratation vernachlässigt. Um dies zu korrigieren, wurde eine optimierte Reifefunktion basierend auf dem fib Model Code herangezogen /FIB10, Vol18/. Die Eignung dieser Reifefunktion zur Prognose der zu erwartenden Festigkeit des Betons während der Hydratation des Zements wurde sowohl für die Biege- als auch die Zugfestigkeit nachgewiesen /Ehr20, Hau21b/. Daher wurde die so berechnete Zugfestigkeit f_{tm} als Bezugsgröße festgelegt.

Basierend auf der statistischen Auswertung von rd. 3850 Zugprüfungen an ASTM-Feinbeton-Brikettprüfkörpern, 1900 Biegezugprüfungen an Feinbeton-Normprismen und 2100 Längenänderungsprüfungen an Mörtelflachprismen in unterschiedlichem Alter und nach unterschiedlicher Vorlagerung konnte ein Prüfverfahren definiert werden, das es ermöglicht, anhand der relativen Restzugfestigkeit von in Natriumsulfatlösung ($6.000 \text{ mg SO}_4^{2-}/\text{l}$) bei $5 \text{ }^\circ\text{C}$ gelagerten Brikettprüfkörpern den Sulfatwiderstand eines Betons zu beurteilen. Um die Prüfung in einem angemessenen Zeitrahmen durchführen zu können, hat sich eine Erhöhung des Wassergehalts im Beton um 10 % gegenüber der für die Anwendung geplanten Rezeptur zur gezielten Reduzierung des physikalischen Eindringwiderstands für die Prüfung als sinnvoll erwiesen.

Das praxisorientierte Performance-Prüfverfahren wurde anhand von Betonen mit 23 verschiedenen Zementen bzw. Zement-Flugasche-Kombinationen überprüft. Für die Beurteilung der Sulfatbeständigkeit anhand der Messdaten wurden Kennwerte vorgeschlagen, die eine Annahme oder Ablehnung erlauben. Demnach hat ein Beton dann einen ausreichend hohen Sulfatwiderstand, wenn seine relative Zugfestigkeit nach 273 Tagen Sulfatlagerung größer als 0,70 (70 %) ist. Darüber hinaus können für die Prüfung zwei Abbruchkriterien bereits nach 182 Tagen Sulfatlagerung definiert werden. Erstens hat ein Beton einen hohen Sulfatwiderstand, wenn die relative Zugfestigkeit f_t/f_{tm} höher als 0,85 (85 %) ist, da dann das Kriterium nach 273 Tagen erfahrungsgemäß ebenfalls erfüllt wird. Zweitens gilt ein niedriger Sulfatwiderstand bereits nachgewiesen, wenn die relative Zugfestigkeit f_t/f_{tm} niedriger als 0,70 (70 %) ist.

Die Ergebnisse, die mit dem neuen Betonprüfverfahren erzeugt wurden, wurden mit Messdaten des SVA-Verfahrens abgeglichen. Grundsätzlich bestehen Betone bzw. Mörtel mit dem bekanntermaßen als SR-Zement etablierten Hochofenzement CEM III/B beide Prüfverfahren. Die Bewertung ist somit plausibel.

Die Reproduzierbarkeit der Versuchsergebnisse konnte im Rahmen von /Ehr20/ in einem Interlabortest beispielhaft für eine Betonrezeptur nachgewiesen werden. Für eine breite Anwendung des Verfahrens waren allerdings weitere Laborvergleichstests mit verschiedenen Betonrezepturen bzw. ein Ringversuch notwendig, um eine generelle Eignung und Vergleichbarkeit von Messergebnissen sicherzustellen.

Das Projekt /Ehr20/ wurde in Zusammenarbeit zweier Forschungseinrichtungen durchgeführt: Dem FEhS-Institut für Baustoff-Forschung e. V. und dem ibac, RWTH Aachen. Aufbauend auf den bestehenden Vorarbeiten wurde in diesem Projekt von beiden Forschungsstellen ein Laborvergleichstest mit insgesamt 8 teilnehmenden Laboren durchgeführt.

2 Beschreibung des Performance-Prüfverfahrens

2.1 Durchführung der Prüfung

Wie beim SVA-Verfahren werden auch bei dem Performanceprüfverfahren Probekörper im Labor in eine Natriumsulfatlösung eingelagert. Im Unterschied zum SVA-Verfahren ist die Betonzusammensetzung jedoch variabel. Anhand einer Parameterstudie wurden Prüfbedingungen ermittelt, die einerseits möglichst überschaubare Lagerungsdauern ermöglichen und andererseits keine Prüfartefakte, insbesondere keine übermäßige Gipsbildung erzeugen. Tabelle 1 fasst die Prüfbedingungen zusammen.

Tabelle 1: Prüfbedingungen des Performance-Prüfverfahrens

Vorgaben	
Betonzusammensetzung	Rezeptur weitgehend entsprechend der geplanten Anwendung mit folgenden Änderungen: <ul style="list-style-type: none"> - Reduzierung des Größtkorns auf max. 8 mm mit entsprechender Anpassung der Sieblinie - Erhöhung des w/z-Werts um 10 % (aktueller Vorschlag)
Probekörper	<ul style="list-style-type: none"> - Knochenprüfkörper entsprechend ASTM C307-03 (s. Bild 1) - 6 Probekörper je Prüftermin, d. h. mind. 18 Stück - Herstellung aus einer Charge
Vorlagerung	28 d in gesättigter Ca(OH)_2 -Lösung bei 20 °C
Hauptlagerung	<ul style="list-style-type: none"> - Na_2SO_4-Lösung mit 6.000 mg $\text{SO}_4^{2-}/\text{l}$ - Lösungswechsel nach 7, 14, 21 und 28 Tagen, anschließend alle 14 Tage - Lagerungstemperatur: 5 °C - Lagerungsdauer 273 d (ggf. Abbruch nach 182 d)
Prüfzeitpunkte	<ul style="list-style-type: none"> - vor Einlagerung (Probenalter 28 d) - nach 182 und 273 d Hauptlagerung (Probenalter 210 und 301 d)
Prüfgröße	zentrische Zugfestigkeit (ggf. Erfassung optisch erkennbarer Schäden)

Die Bewertung erfolgt anhand der relativen Zugfestigkeit, also der Zugfestigkeit zum Prüftermin bezogen auf die Zugfestigkeit eines nicht dem Sulfatangriff ausgesetzten Betons. Mit umfangreichen Untersuchungen konnte nachgewiesen werden, dass die Zugfestigkeit mit Hilfe einer adaptierten Reifeformel des fib-Model-Codes hinreichend genau prognostiziert werden kann. Im Gegensatz zur direkten Ermittlung der Zugfestigkeit an in gesättigter Ca(OH)_2 -Lösung gelagerten Probekörpern, können Überlagerungen von Prüfstreuungen durch den Ansatz der Reifeformel vermieden werden. Das führt zu geringeren Prüfstreuungen. Ferner verringert sich der Prüfaufwand durch dieses Vorgehen signifikant, was zu einer höheren Akzeptanz führen sollte. Das in /Ehr20/ angewendete Auswertungsverfahren wird im folgenden Abschnitt erläutert.

2.2 Auswertung und Beurteilung der Ergebnisse

Für das Forschungsvorhaben wurde die im fib Model Code /FIB10/ beschriebene Reifefunktion adaptiert, um den Einfluss von Betonzusatzstoffen bzw. weiteren Zementhauptbestandteilen auf die Festigkeitsentwicklung von Beton zu berücksichtigen. Die Anpassung geht auf eine sehr umfangreiche Datenauswertung zurück, die allerdings nur Bindemittel mit Hüttensand-

mehl und / oder Flugasche umfasst (s. /Vol18/). Diese beiden Materialien werden im Folgenden zusammenfassend als SCM (supplementary cementitious materials) bezeichnet. Die Berechnung erfolgt unabhängig davon, ob die SCM als Betonzusatzstoff oder als Zementbestandteil in den Beton gelangen.

Da die Methode ursprünglich für die Prognose von Druckfestigkeiten entwickelt wurde, wurde ihre Eignung, für Zugfestigkeiten überprüft /Vol18/. Die Zugfestigkeit von Beton wird analog zur Druckfestigkeit aus der mittleren Festigkeit nach 28 Tagen gemäß Gleichung 1 berechnet.

$$f_{tm}(t) = \beta_{tc}(t) \cdot f_{tm,28d} \quad \text{mit} \quad \beta_{tc}(t) = e^{s \cdot \left(1 - \sqrt{\frac{28d}{t}}\right)} \quad (1)$$

- $f_{tm}(t)$ mittlere Zugfestigkeit in MPa im Alter t in d,
- $f_{tm,28d}$ mittlere Zugfestigkeit in MPa im Alter von 28 d
- $\beta_{tc}(t)$ Funktion zur Beschreibung der Festigkeitsentwicklung
- t Betonalter in Tagen
- s Koeffizient, der von der Festigkeitsklasse des Zements, dem Wasser/Bindemittelwert und dem SCM-Gehalt abhängt.

Der s -Wert wird entsprechend /Vol18/ nach Gleichung 2 berechnet:

$$s = c_1 \cdot \frac{w}{b} + c_2 \cdot \frac{scm}{b} \quad (2)$$

- w/b Verhältnis von Wasser- zu Bindemittelgehalt
- scm/b Massenanteil von SCM im Bindemittel
- c_1, c_2 Koeffizienten, die von der Festigkeitsklasse des Zements abhängen

Während für Zemente mit den Festigkeitsklassen 32,5 N, 32,5 R und 42,5 N die Koeffizienten zu $c_1 = 0,528$ und $c_2 = 0,527$ bestimmt wurden, ergaben sich für die Zementfestigkeitsklassen 42,5 R, 52,5 N und 52,5 R die Koeffizienten zu $c_1 = 0,481$ und $c_2 = 0,441$.

Da die Hauptlagerung bei 5 °C erfolgt, ist die Festigkeitsentwicklung langsamer als bei Raumtemperatur. Dies wird nach fib Model Code durch das sog. äquivalente Betonalter t_T berücksichtigt, das anstelle des realen Betonalters t in Gleichung 1 eingesetzt wird. Die Berechnung erfolgt nach Gleichung 3.

$$t_T = \sum_{i=1}^n \Delta t_i e^{\left[13,65 \cdot \frac{4000}{273 + T_{\alpha}(\Delta t_i)}\right]} \quad (3)$$

- t_T äquivalentes Betonalter in d,
- Δt_i Anzahl der Tage mit der Temperatur T_{α}
- $T_{\alpha}(\Delta t_i)$ Temperatur des Betons während des Zeitintervalls Δt_i in °C

In diesem Fall gibt es nur zwei Intervalle: die Vorlagerung bei 20 °C und die Hauptlagerung bei 5°C. Für den ersten Prüfzeitpunkt (reales Betonalter 210 d = 28 d Vorlagerung + 182 d Sulfatlagerung) ergibt sich ein äquivalentes Betonalter von 115 d. Für den zweiten Prüfzeitpunkt (reales Betonalter 301 d) ist $t_T = 158$ d.

Um die Eignung dieses Ansatzes zu verifizieren, wurden Vergleichsversuche mit einer Lagerung in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung durchgeführt /Ehr20/. Die Zugfestigkeiten wurden zu den wie oben beschrieben berechneten Festigkeiten ins Verhältnis gesetzt. Bei exakter Übereinstimmung mit der Reifefunktion muss sich demnach ein Relativwert von 1 ergeben. Insgesamt wurden die Festigkeiten von 27 Betonserien überprüft. Bild 2 zeigt die Ergebnisse dieser Berechnungen.

Die relative Zugfestigkeit variiert zwischen 0,79 und 1,22. Normalitätstests wurden für jedes Testalter sowie für den gesamten Satz von 81 Messungen durchgeführt. Alle Verteilungen folgen einer Normalfunktion (Anderson-Darling-Test, $p = 0,05$) und sind auf eine durchschnittliche relative Festigkeit von (0,99 bis 1,00) mit einer Standardabweichung von 0,10 zentriert. Zum Vergleich: Der Variationskoeffizient der Zugfestigkeitsprüfung selbst betrug in /Ehr20/ durchschnittlich 7,6 %.

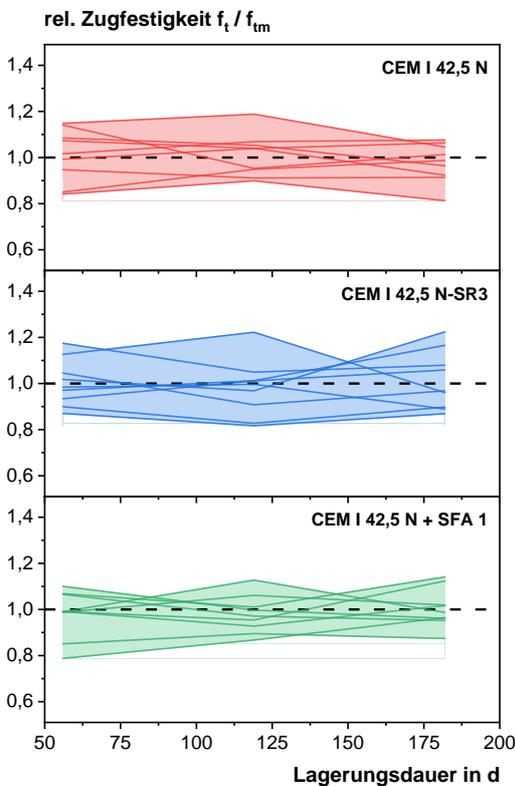


Bild 2: Überprüfung der rechnerisch ermittelten Zugfestigkeit f_{tm} mittels experimentell ermittelten Zugfestigkeiten f_t in $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung an Rezepturen mit unterschiedlichen Bindemitteln, /Ehr20/

Für die Beurteilung der Sulfatbeständigkeit anhand der relativen Zugfestigkeit wurden Kennwerte vorgeschlagen, die eine Annahme oder Ablehnung erlauben. Demnach hat ein Beton dann einen ausreichend hohen Sulfatwiderstand, wenn seine relative Zugfestigkeit nach 273 Tagen Sulfatlagerung größer als 0,70 ist. Darüber hinaus können für die Prüfung zwei Abbruchkriterien bereits nach 182 Tagen Sulfatlagerung definiert werden. Erstens hat ein Beton einen hohen Sulfatwiderstand, wenn die relative Zugfestigkeit f_t/f_{tm} höher als 0,85 ist, da dann das Kriterium nach 273 Tagen erfahrungsgemäß ebenfalls erfüllt wird. Zweitens ist ein

niedriger Sulfatwiderstand gegeben, wenn die relative Zugfestigkeit f_t/f_{tm} bereits nach 182 Tagen niedriger als 0,70 ist.

Die Entwicklung des Prüfverfahrens einschließlich der Prüfkriterien wurde in /Hau19, Hau21a, Hau21b/ veröffentlicht und als Dissertation angenommen. Im nächsten Schritt wird angestrebt, das Verfahren im Zulassungsverfahren zu etablieren. Daher wurde ein Laborvergleichstest durchgeführt.

3 Ablauf des Laborvergleichstests

3.1 Teilnehmer

Die Betreuung und Auswertung des Ring- bzw. Vergleichsversuchs erfolgte in Abstimmung der beiden Forschungseinrichtungen ibac und FEhS gemäß den Anforderungen der Normenreihe DIN ISO 5725 "Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen". In Tabelle 2 sind die teilnehmenden Labore gelistet. Diese werden im Folgenden anonymisiert dargestellt.

Tabelle 2: Teilnehmende Einrichtungen

Teilnehmer
Institut für Baustoffforschung (ibac), RWTH Aachen University
Institut für Baustoff-Forschung e.V. (FEhS)
VDZ Technology gGmbH
Arbeitsgebiet Baustofftechnologie, HafenCity Universität Hamburg
Werkstoffe des Bauwesens, Bundeswehr Universität München
HTW Dresden, Baustoffprüflabor
MPA Universität Stuttgart
Institut für Konstruktiven Ingenieurbau, Bergische Universität Wuppertal

3.2 Betonherstellung, Lagerung und Versendung

Es wurden zwei unterschiedliche Betone mit einem vergleichsweise hohen bzw. geringerem Sulfatwiderstand konzipiert. Für den ersteren wurde als Zement ein CEM III/A 52,5 N verwendet (Rezeptur 1), während der andere Beton auf einem CEM II/B-V 42,5 R basiert (Rezeptur 2). Die Zemente wurden eingehend chemisch, physikalisch und mörteltechnisch charakterisiert (s. Tabelle A1). Die grundlegende Betonrezeptur beider Betone ist gleich:

- 360 kg/m³ Zement,
- 198 l/m³ Wasser und
- 1743 kg/m³ Gesteinskörnung der Sieblinie A8/B8

Aufgrund der Anzahl vorhandener Formen und der für die 8 Labore benötigten großen Anzahl von Probekörpern, wurden beide Betone jeweils in zwei Chargen an zwei aufeinander folgenden Tagen hergestellt. Die Herstellung der Betone erfolgte nach DIN EN 12390-2. An jeder

Charge wurde das Ausbreitmaß 5 Minuten nach Wasserzugabe nach DIN EN 1015-3 bestimmt (Tabelle A2). Die auf einem Vibrationstisch verdichteten Probekörper lagerten für 24 Stunden erschütterungsfrei in den Formen bei 20 °C und > 95 % relative Feuchte. Nach dem Ausschalen wurden die Masse und die Abmessungen bestimmt und die Rohdichte berechnet.

Die statistische Auswertung der Rohdichten aller hergestellten Prüfkörper nach dem Ausschalen erfolgte mit der statistischen Software Minitab® der Version 21 und ist in Tabelle 3 zusammengestellt. Die Rohdichte beider Rezepturen ist gemäß der Methode nach Anderson-Darling normalverteilt, wie die Histogramme zusammen mit den entsprechenden Anpassungslinien beider Rezepturen in Bild 3 veranschaulichen.

Tabelle 3: Statistische Auswertung der Probekörperrohddichte nach dem Ausschalen

Parameter	Einheit	Rezeptur 1	Rezeptur 2
Anzahl Probekörper	-	168	168
Mittelwert	g/cm ³	2,250	2,270
Standardabweichung		0,027	0,022
p-Wert der Normalverteilung	-	0,882	0,487
Anderson-Darling-Wert		0,200	0,343
p-Wert des Ausreißertests nach Grubbs		0,089	1,000

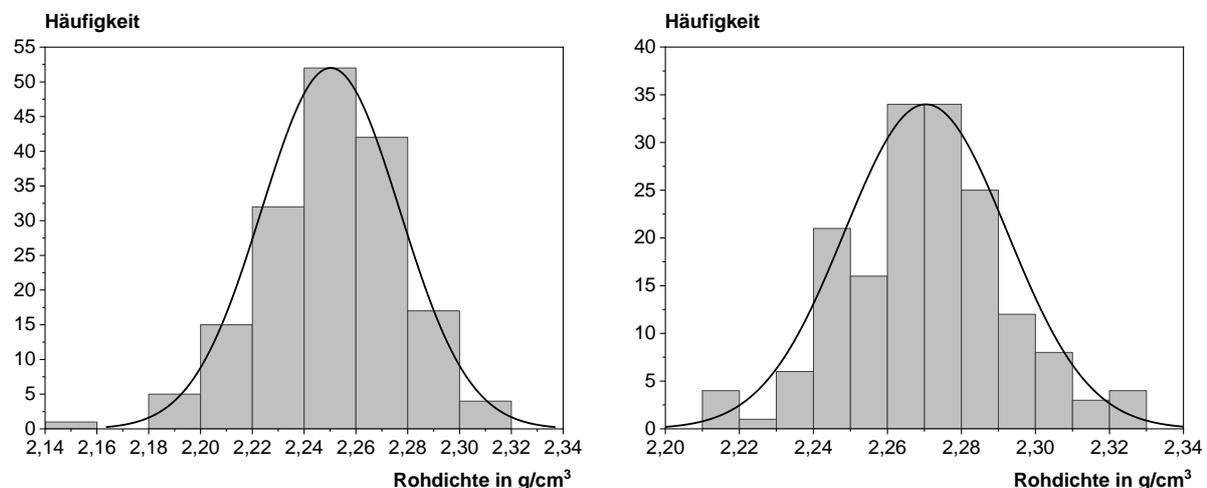


Bild 3: Häufigkeitsverteilung der Rohdichte; links: Rezeptur 1, rechts: Rezeptur 2

Auf Basis des Ausreißertests nach Grubbs mit einem Signifikanzniveau von 0,05 wurden keine Ausreißer identifiziert, sodass alle Probekörper für die randomisierte Aufteilung zu den einzelnen Laboratorien verwendet werden konnten. Somit entstammen statistisch die den Laboren zur Verfügung gestellten Probekörper jeweils einer normalverteilten Grundgesamtheit. Die Probekörper wurden jeweils mit definierter Probennummer randomisiert den jeweiligen Prüfterminen und den jeweiligen Laboren zugeordnet. Je Rezeptur wurden die Proben der ersten Charge den Laboren für die drei verschiedenen Prüftermine zugeordnet. Da die Anzahl der Prüfkörper nicht ausreichte, wurden weitere 24 Probekörper der zweiten Charge den

Prüfterminen im Alter 210 und 301 Tagen zugeordnet, sodass zu diesen Prüfzeitpunkten jeweils ein bis zwei Prüfkörper je Serie um einen Tag jünger waren.

Die Proben lagerten bis zum Versenden in gesättigter Calciumhydroxidlösung bei 20 ± 2 °C. Im Alter von 20 Tagen wurden für jedes Labor, wie zuvor beschrieben, 18 zugeordnete Prüfkörper (6 je Prüftermin) in Calciumhydroxidlösung getränkte Tücher gewickelt und luftdicht in Folie verpackt versendet. Nach dem Eintreffen der Probekörper bei den Laboren wurden die Probekörper wieder in gesättigte Calciumhydroxidlösung bei 20 ± 2 °C bis zum Beginn der Prüfung im Alter von 28 Tagen gelagert.

3.3 Durchführung des Versuchs

An alle Labore wurde jeweils eine Versuchsbeschreibung und Checkliste sowie eine Datenmaske zur Auswertung der Versuche verschickt. Die Ergebnisse der Teilnehmer wurden zentral von beiden Forschungsstellen mit gängigen statistischen Methoden ausgewertet und die Vergleichbarkeits- und Wiederholbarkeitskenndaten gemäß der Norm DIN ISO 5725-2 ermittelt.

Die Prüfung begann im Alter von 28 Tagen. Es wurden alle Probekörper gewogen und jeweils an 6 Stück die Ausgangs-Zugfestigkeit bestimmt. Die übrigen 12 Knochenproben wurden in Na_2SO_4 -Lösung mit 6000 mg $\text{SO}_4^{2-}/\text{l}$ bei 5 °C eingelagert. Die Lagerungslösung sollte innerhalb der ersten 28 d wöchentlich, anschließend in 14-tägigem Rhythmus gewechselt werden. Bei jedem Lösungswechsel wurde die Temperatur der Na_2SO_4 -Lösung gemessen. Die weiteren Prüfungen (Massebestimmung und Zugfestigkeit) erfolgten nach 182 und 273 Tagen bezogen auf den Beginn der Sulfatlagerung.

3.4 Zusätzliche Versuche

3.4.1 Überprüfung der Festigkeitsentwicklung

Zu Vergleichszwecken wurden an den beiden leitenden Prüfstellen je Rezeptur 12 weitere Probekörper hergestellt die zur Überprüfung der Reifefunktion als Referenz bei 5 °C in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung gelagert wurden und parallel zu den in der Sulfatlösung gelagerten Proben im Alter von 210 und 301 Tagen geprüft wurden (s. Abschnitt 4.2).

3.4.2 Vergleichsuntersuchungen im modifizierten SVA-Verfahren

Die Prüfungen nach modifiziertem SVA-Verfahren erfolgten jeweils nur an der Prüfstelle, welche entsprechend Rezeptur 1 bzw. 2 hergestellt hat. Für das Verfahren wurden Flachprismen der Maße $10 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ hergestellt mit Normmörtelrezeptur nach DIN EN 196-1. In die Stirnflächen der Prismen wurden Messzapfen aus korrosionsbeständigem Stahl zur Messung der Dehnung eingelassen. Des Weiteren wurden auch Flachprismen ohne Messzapfen zur Messung des dynamischen E-Moduls hergestellt. Die Prüfkörper wurden bei 20 °C hergestellt, nach 24 Stunden Lagerung ausgeschalt und bis zum Alter von 28 Tagen in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 20 °C gelagert (Vorlagerung). Im Alter von 28 Tagen wurden die Lagerungsbedingungen geändert (Hauptlagerung). Die eine Hälfte der Probekörper wurde in

gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 5 °C und die andere Hälfte in Sulfatlösung (3.000 mg/l Sulfat) bei 5 °C gelagert. Die entsprechenden Dehnungen und dynamischen E-Module wurden an jeweils 3 Prüfkörpern alle drei Monate geprüft. Aus den Dehnungsdifferenzen zwischen den bei 5 °C sulfat- und $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -gelagerten Prüfkörpern und dem Verlauf der E-Module kann indirekt auf den Grad der Schädigung geschlossen werden.

4 Auswertung und Ergebnisse

4.1 Aufbereitung der Messergebnisse für die statistische Auswertung

4.1.1 Vorgehensweise

Nach Erhalt der Daten wurde eine Überprüfung auf Ausreißer wie z. B. falsche Einheiten oder eindeutige systematische Abweichungen durchgeführt. Es war lediglich bei einem Labor ein Unterschied in der Einheit festzustellen; diese wurde angepasst. Sämtliche Einzelwerte zur Zugfestigkeit im Alter von 28 d der in gesättigter Calciumhydroxidlösung bei 20 °C gelagerten Probekörper als auch der Zugfestigkeiten der anschließend 182 Tage bzw. 273 Tage in Na_2SO_4 -Lösung bei 5 °C gelagerten Probekörper wurden je Prüfserie (6 Prüfkörper) statistisch mit der Software Minitab® in der Version 21 ausgewertet. Insbesondere wurden die Ergebnisse auf Normalverteilung und Ausreißer überprüft, um die Auswertung des Vergleichsversuchs nach DIN ISO 5721-2 vornehmen zu können. Zuerst wurde der Test auf Normalverteilung nach Anderson-Darling mit einem Signifikanzniveau von 0,05 angewendet. Anschließend wurden die Daten auf Ausreißer mit dem Grubbs-Test /Gru69/ mit einem Signifikanzniveau von 0,05 geprüft. Wurden Ausreißer identifiziert, wurden diese aussortiert und die Tests auf Normalverteilung und Ausreißer wiederholt.

4.1.2 Zugfestigkeit nach 28 d Vorlagerung in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 20 °C

Die Einzelwerte und ihre statistische Auswertung sind für Rezeptur 1 in Tabelle A4 und für Rezeptur 2 in Tabelle A5 zusammengestellt. Die Auswertung ergab, dass bei der Rezeptur 1 die Werte der Labore 1 und 3 und bei der Rezeptur 2 die Werte des Labors 5 nicht normalverteilt sind. Als Ursache wurden basierend auf dem Ausreißertest nach Grubbs Ausreißer ermittelt. Werden diese nicht berücksichtigt, wie in Tabelle A6 und Tabelle A7 zusammengestellt, sind die Daten annähernd normalverteilt. Die Wahrscheinlichkeitsnetze der einzelnen Versuche sind in Bild B1 und Bild B2 dargestellt und veranschaulichen, dass die Daten normalverteilt sind. Die statistisch ausgewerteten Daten sind als Boxplot-Diagramme in Bild B3 und Bild B4 dargestellt.

4.1.3 Zugfestigkeit nach 180 d Lagerung in Na_2SO_4 -Lösung bei 5 °C

Für die Lagerung in Na_2SO_4 -Lösung bei 5 °C sind die Einzelwerte der Zugfestigkeit und deren statistische Auswertung für jedes Labor getrennt in Tabelle A8 und Tabelle A9 zusammengestellt. Die Ergebnisse aller Labore sind mit Ausnahme des Labors 1 für die Rezeptur 1 basierend auf den Test von Anderson Darling mit einem Signifikanzniveau von 0,05 normalverteilt.

Bei Labor 1 wurde ein Ausreißer festgestellt (rot kursiver Wert in Tabelle A8). Wird dieser Wert nicht berücksichtigt, sind die Ergebnisse auch dieses Labors normalverteilt, wie Tabelle A10 und die Wahrscheinlichkeitsnetze in Bild B5 und Bild B6 verdeutlichen. Die statistisch ausgewerteten Daten sind als Boxplot-Diagramme in Bild B7 und Bild B8 dargestellt.

4.1.4 Zugfestigkeit nach 273 d Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C

Nach 273 Tagen Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C konnten bei den Probekörpern der Rezeptur 1 bei allen Teilnehmern Ergebnisse erzielt werden. Die Probekörper der Rezeptur 2 wiesen zu diesem Zeitpunkt starke Schädigungen auf, so dass bei Teilnehmern, wenn überhaupt, nur vereinzelt Zugfestigkeiten ermittelt werden konnten. Daher wird auf eine Auswertung der Rezeptur 2 nach 273 Tagen Sulfatlagerung verzichtet. Die Einzelwerte der Zugfestigkeit und deren statistische Auswertung sind in Tabelle A11 für jedes Labor getrennt zusammengestellt. Gemäß statistischer Auswertung sind die Zugfestigkeiten normalverteilt, wie auch die Wahrscheinlichkeitsnetze in Bild B9 veranschaulichen. Ausreißer wurden mit dem Grubbs-Test nicht festgestellt. Die statistisch ausgewerteten Daten sind als Boxplot-Diagramm in Bild B10 dargestellt.

4.2 Berechnung der relativen Zugfestigkeiten

Mit den in den jeweiligen Laboren ermittelten, ausreißerbereinigten Zugfestigkeiten nach 28 Tagen Lagerung in gesättigter Ca(OH)₂-Lösung wurden die Referenz-Zugfestigkeiten für die Prüfzeitpunkte 182 bzw. 273 Tage bei 5 °C Lagerung gemäß Gleichung 1 berechnet (s. Abschnitt 2.2). Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 gezeigt.

Tabelle 4: Referenz-Zugfestigkeiten nach 182 bzw. 273 Tagen (Lagerung bei 5 °C, Rezeptur 1)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
f _{tm} (182d)	N/mm ²	4,75	4,46	4,01	4,47	5,21	5,56	3,93	4,47
f _{tm} (273d)		4,91	4,62	4,16	4,63	5,40	5,76	4,07	4,62

Tabelle 5: Referenz-Zugfestigkeiten nach 182 bzw. 273 Tagen (Lagerung bei 5 °C, Rezeptur 2)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
f _{tm} (182d)	N/mm ²	4,37	4,34	4,98	4,84	4,54	4,08	3,42	4,64
f _{tm} (273d)		4,49	4,46	5,13	4,98	4,67	4,19	3,52	4,78

Mit diesen Zugfestigkeiten wurden die jeweiligen relativen Zugfestigkeiten zu den Prüfzeitpunkten aus den Einzelwerten der entsprechenden Labore berechnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle A12 für die Ergebnisse nach 182 Tagen und in Tabelle A13 für die Ergebnisse nach 273 Tagen zusammengestellt.

4.3 Statistische Auswertung der Ergebnisse des Vergleichsversuchs

4.3.1 Vorgehensweise

Die Analyse der Daten erfolgte nach DIN ISO 5721-2. In einem ersten Schritt wurde der Cochran-Test /Coc41/ gemäß Gleichung (4) bezogen auf die Standardabweichung der Wiederholmessungen der Labore durchgeführt.

$$C = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{j=1}^p s_j^2} \quad (4)$$

C: Cochran-Prüfgröße

s_{\max} : größte Standardabweichung

s_j : einzelne Standardabweichungen der Reihe p

Für den C-Wert ist bei einem Signifikanzniveau von 5 % bzw. 1 % für $p = 8$ und $n = 6$ ein Grenzwert von 0,445 bzw. 0,520 definiert, wie in DIN ISO 5721-2 tabellarisch aufgeführt. Liegt ein Wert zwischen dem Grenzwert für das Signifikanzniveau von 5 % und 1 %, wird dieser als Fastausrreißer bewertet bzw. oberhalb des Grenzwertes für das Signifikanzniveau von 1 % wird dieser als statistischer Ausreißer bewertet und aus der weiteren Auswertung herausgenommen. Bei Herausnahme eines Wertes ist der Cochran-Test erneut mit entsprechend angepassten Grenzwerten durchzuführen.

Anschließend erfolgte die statistische Ausreißerprüfung nach Grubbs auf die Mittelwerte der Wiederholprüfungen für den Vergleich zwischen den Laboren /Gru69/ gemäß Gleichung (5).

$$G_p = \frac{x^{(p)} - \bar{x}}{s} \quad (5)$$

G: Grubbs-Prüfgröße

x: Wert mit der größten Abweichung zum Mittelwert \bar{x}

s: Standardabweichung der Prüfreihe p

Die Grenzwerte für G_p sind in der DIN ISO 5721-2 tabellarisch aufgeführt (für $p = 8$ für ein Signifikanzniveau von 5 % bzw. 1 % gleich 2,126 bzw. 2,274). Die Bewertung erfolgt wie zuvor für den Grubbs-Test beschrieben.

Mit den außereißerbereinigten Datensätzen wurde anschließend die intralaboratorische Wiederholbarkeit und interlaboratorische Vergleichbarkeit ermittelt.

4.3.2 Statistische Auswertung der Zugfestigkeit nach 28 d in Calciumhydroxidlösung

Die Prüfung der Standardabweichungen mittels Cochran-Test sowie der Mittelwerte der Wiederholprüfungen mittels Grubbs-Test ergab keine weiteren Ausreißer. Der Schätzwert des Gesamtmittelwertes nach DIN ISO 5725-2 weicht geringfügig vom Arithmetischen Mittelwert ab und beträgt 3,68 N/mm² für Rezeptur 1 und 3,62 für Rezeptur 2. Die relative Wiederholstandardabweichung beträgt 9 bzw. 8 %, wohingegen die relative Vergleichsstandardabweichung 14 bzw. 13 % beträgt. Die Abweichungen sind somit für beide Rezepturen annähernd gleich.

Allerdings ergibt sich zwischen den Laboren eine im Mittel um 37 % höhere Standardabweichung im Vergleich zur Wiederholbarkeit innerhalb der Labore. Tabelle 6 listet die gemäß DIN ISO 5725-2 berechneten statistischen Kennwerte. Grafische Darstellungen der statistischen Analyse sind im Anhang in Bild B3 und Bild B4 zu finden.

Tabelle 6: Statistische Parameter nach DIN ISO 5725-2 für die Ausgangs-Zugfestigkeit nach 28 d

Parameter	Einheit	Rezeptur 1	Rezeptur 2
Arithmetischer Mittelwert x_m	N/mm ²	3.67	3.63
Varianz innerhalb der Labors s_r^2		0.10	0.09
Varianz zwischen den Labors s_L^2		0.16	0.15
Vergleichsvarianz s_R^2		0.26	0.24
Schätzwert des Gesamtmittelwerts m_j		3.68	3.62
Wiederholstandardabweichung s_r		0.31	0.31
Vergleichsstandardabweichung s_R		0.51	0.49
Relative Wiederholstandardabweichung RSD_r	%	9	8
Relative Vergleichsstandardabweichung RSD_R		14	13

4.3.3 Statistische Auswertung der relativen Zugfestigkeiten nach 182 und 273 d in Sulfatlösung

Die Daten der Rezeptur 2 für 273 d wurden nicht ausgewertet, da, wie bereits in Abschnitt 4.1.4 beschrieben, die Rezeptur auf Grund der geringen Sulfatbeständigkeit bei den meisten Laboren bereits nicht mehr prüfbar war. Die Ausreißerprüfung der Standardabweichungen mittels Cochran-Test sowie der Mittelwerte mittels Grubbs-Test ergab keine weiteren Ausreißer.

Tabelle 7 zeigt die statistischen Parameter nach DIN ISO 5725-2 für die relativen Zugfestigkeiten. Die relative Wiederholstandardabweichung lag zwischen 8 % und 35 %. Die relative Vergleichsstandardabweichung war mit Werten zwischen 11 % und 43 % etwas größer. Generell nahmen die Standardabweichungen, wie nicht anders zu erwarten, mit der Abnahme der relativen Zugfestigkeit und damit einer erhöhten Schädigung infolge des Sulfatangriffs zu.

Tabelle 7: Statistische Parameter nach DIN ISO 5725-2 für die relativen Zugfestigkeiten

Parameter	Einheit	Rezeptur 1		Rezeptur 2
		182 d	273 d	182 d
Arithmetischer Mittelwert x_m	%	89,3	80,4	26,4
Varianz innerhalb der Labors s_r^2		0,6	0,7	0,8
Varianz zwischen den Labors s_L^2		0,5	2,1	0,5
Vergleichsvarianz s_R^2		1,0	2,8	1,3
Schätzwert des Gesamtmittelwerts m_j		89,2	80,4	26,9
Wiederholstandardabweichung s_r		7,5	8,4	9,2
Vergleichsstandardabweichung s_R		10,2	16,7	11,4
Relative Wiederholstandardabweichung RSD_r		8	10	35
Relative Vergleichsstandardabweichung RSD_R		11	21	43

4.3.4 Ermittlung der Präzisionsdaten in Bezug auf das vorgeschlagene Abnahmekriterium

Für das performanceorientierte Prüfverfahren wurde ein Abnahmekriterium für die relative Zugfestigkeit von 0,7 vorgeschlagen /Ehr20/. Die Präzisionsdaten in Bezug auf das vorgeschlagene Abnahmekriterium wurden durch lineare Regression der im Vergleichsversuch bestimmten Ergebnisse der relativen Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung ermittelt. Grafisch ist das Vorgehen in Bild 4 veranschaulicht. Am Bewertungspunkt bei einer relativen Zugfestigkeit von 0,7 ergibt sich eine relative Wiederholstandardabweichung von rund 16 % und eine relative Vergleichsstandardabweichung von rund 23 %. Sie liegen um ca. 7 bzw. 9 % höher als die Präzisionsdaten der Zugfestigkeit, die nach 28 Tagen Lagerung bei 20 °C in gesättigter Ca(OH)₂-Lösung ermittelt wurden.

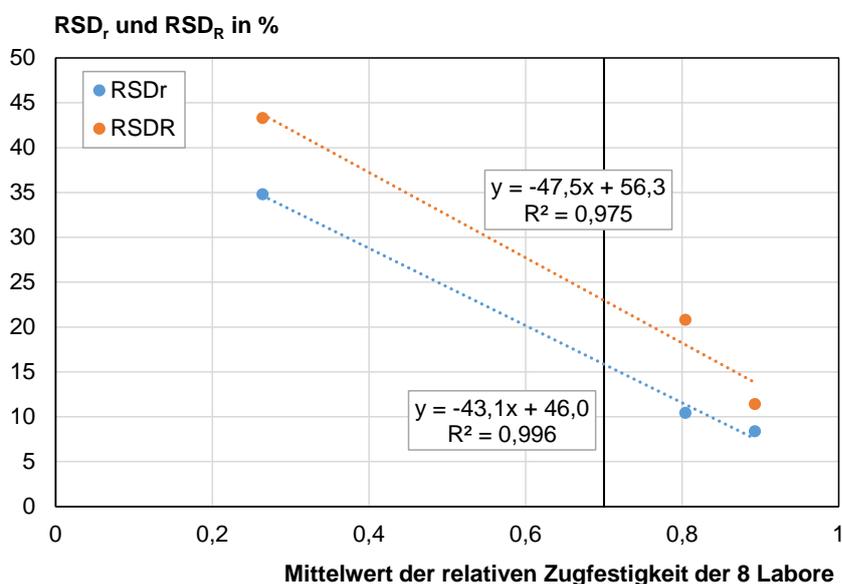


Bild 4: Relative Standardabweichung als Funktion der mittleren relativen Zugfestigkeiten

Zur besseren Einordnung der Ergebnisse enthält Tabelle 8 Präzisionsdaten verschiedener dauerhaftigkeitsrelevanter Prüfverfahren, die in den entsprechenden Normen veröffentlicht sind.

Tabelle 8: Präzisionsdaten dauerhaftigkeitsrelevanter Prüfverfahren (Normenangaben) im Vergleich zu dem hier untersuchten Performance-Test zum Sulfatwiderstand

Prüfverfahren	Norm	rel. s _r	rel. s _R
Performance-Test Sulfatwiderstand	-	16 %	23 %
Carbonatisierungsgeschwindigkeit	DIN EN 12390-10	10 % - 22 %	25 % - 31 %
Carbonatisierungswiderstand	DIN EN 12390-12	4 % - 9 %	6 % - 10 %
Chloridmigrationsprüfung	DIN EN 12390-18	8 % - 22 %	17 % - 33 %
CDF-Test	DIN CEN/TS 12390-9	14 %	29 %
Würfelverfahren	DIN CEN/TS 12390-9	18 %	38 %

4.4 Zusätzliche Versuche

4.4.1 Überprüfung der Festigkeitsentwicklung

Ein Vergleich der mittels fib-Modelcode berechneten sowie der im Laborversuch geprüften Referenzzugfestigkeiten ist in Bild 5 dargestellt. Für Rezeptur 2 ergibt sich im Rahmen der Prüfstreuungen eine gute Übereinstimmung. Für Rezeptur 1 wurden experimentell Zugfestigkeiten ermittelt, die tendenziell einen eher abnehmenden Trend zeigen. Eine solche fehlende Nacherhärtung ist für einen Hochofenzement sehr ungewöhnlich bzw. unwahrscheinlich. Zudem zeigen die sulfatgelagerten Proben höhere Festigkeiten (s. Bild 6). Der Grund für die geringen Festigkeiten bei $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lagerung konnte im Rahmen des Projektes nicht nachvollzogen werden und wird im Nachgang durch die entsprechende Forschungseinrichtung durch Wiederholmessungen überprüft. Die Modellierung der Referenzfestigkeit bietet neben der Verringerung der Prüfstreuung den Vorteil, mögliche experimentelle Fehler oder Messfehler zu den zwei Prüfzeitpunkten zu umgehen.

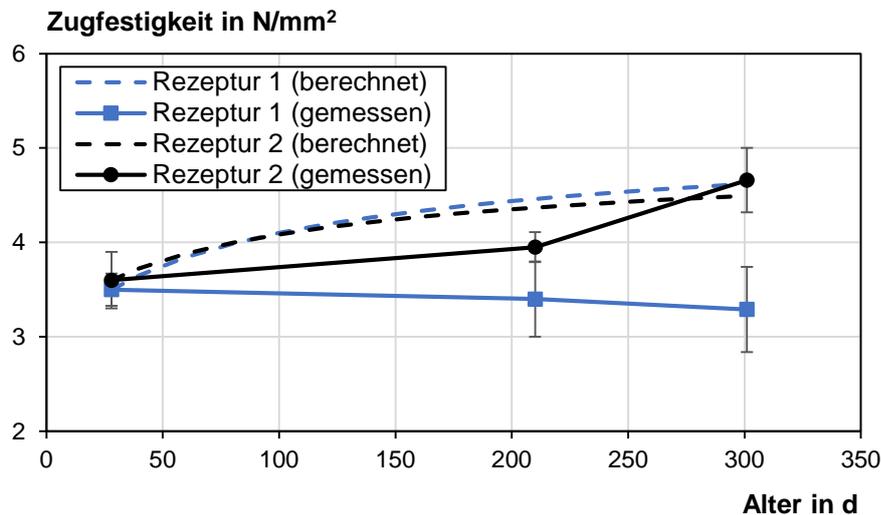


Bild 5: Berechnete Zugfestigkeiten im Alter von 210 und 301 Tagen basierend auf der gemessenen Zugfestigkeit nach 28 Tagen Vorlagerung im Vergleich zu den gemessenen Zugfestigkeiten der Proben bei Hauptlagerung in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 5 °C

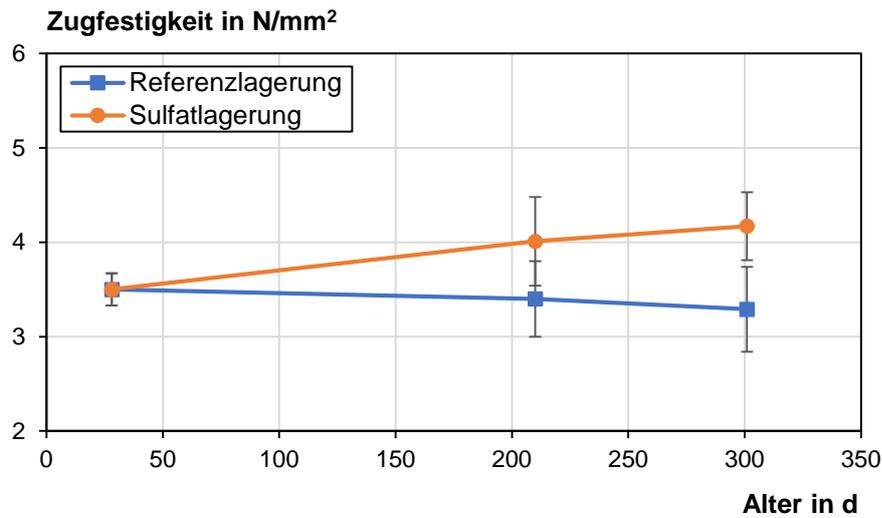


Bild 6: Vergleich der Zugfestigkeiten nach Lagerung in Sulfatlösung (3000 mg/l Sulfat) und der Referenzlagerung in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung für Rezeptur 1

4.4.2 Vergleichsuntersuchungen im SVA-Verfahren

Bild 7 zeigt die ermittelte Dehnungsdifferenz nach dem SVA Verfahren über einen Zeitraum von einem Jahr. Während für den CEM III/A-Zement, der in die Rezeptur 1 zum Einsatz kam, noch keine signifikanten Dehnungsdifferenzen nach 365 Tagen ermittelt wurden, war der CEM II/B-V-Zement, der für die Rezeptur 2 verwendet wurde, nach 270 Tagen so stark geschädigt, dass der Versuch abgebrochen werden musste. Diese Ergebnisse bestätigen, dass der untersuchte CEM II/B-V einen geringen Sulfatwiderstand aufweist. Für den CEM III/A-Zement müsste die Untersuchung im Rahmen einer Zulassungsuntersuchung um mindestens 1 Jahr fortgesetzt werden, um eine Aussage zum Sulfatwiderstand des Zements treffen zu können. Die Daten der Dehnungsdifferenz sowie die Daten des dynamische E-Moduls sind im Anhang in Tabelle A14 und Tabelle A15 zu finden.

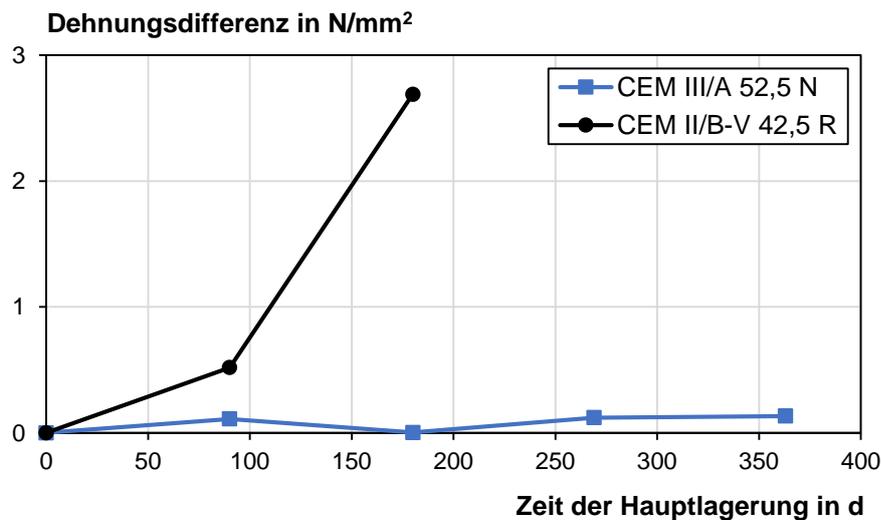


Bild 7: Dehnungsdifferenzen während der Hauptlagerung von Flachprismen gelagert in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung und Sulfatlösung (3000 mg/l Sulfat) nach SVA-Verfahren

5 Zusammenfassung

Es wurde ein Vergleichsversuch zur Ermittlung der Präzisionsdaten für das in /Ehr20/ entwickelte performanceorientierte Sulfatprüfverfahren mit 8 verschiedenen Laboren durch das ibac und das FEhS-Institut organisiert. Prüfgegenstand waren 2 Betonrezepturen, die aus Erfahrungswerten einen höheren bzw. geringeren Sulfatwiderstand aufwiesen. Die Herstellung und Nachbehandlung erfolgte entsprechend der in /Ehr20/ veröffentlichten Prüfvorschrift. Die Rohdichten nach dem Ausschalen aller Probekörper der jeweiligen Rezeptur waren entsprechend der statistischen Auswertung normalverteilt und entstammten einer Grundgesamtheit.

Alle Teilnehmer erhielten eine Verfahrensbeschreibung mit einer Checkliste, eine Datenmaske zur Ergebnisübergabe sowie je Rezeptur 18 randomisiert ausgewählte Probekörper. Die weiteren Prüfungen wurden von den Teilnehmern organisiert und dokumentiert.

Nach Abschluss der Versuche wurden die übermittelten Ergebnisse durch das ibac und das FEhS-Institut statistisch ausgewertet. In Bezug auf das in /Ehr20/ vorgeschlagene Abnahmekriterium der relativen Zugfestigkeit von 0,70 wurde eine relative Wiederholstandardabweichung von rund 16 % und eine relative Vergleichsstandardabweichung von rund 23 % ermittelt. Die Präzisionsdaten sind vergleichbar zu genormten Dauerhaftigkeitsprüfungen. Gemäß des vorgeschlagenen Abnahmekriteriums einer relativen Zugfestigkeit von 0,70 nach 273 Tagen Sulfatlagerung wird die Rezeptur 1 von drei der acht Labore als nicht sulfatbeständig eingestuft, obwohl bei zwei dieser drei Labore der Beton bereits nach dem ersten vorgeschlagenen Abnahmekriterium von 0,85 relativer Zugfestigkeit nach 182 Tagen als sulfatbeständig eingestuft wird. Für eine Festlegung von Abnahmekriterien sind entsprechend weitere Untersuchungen erforderlich. Wenn die tatsächlich gemessenen Referenzfestigkeiten für Rezeptur 1 anstelle der berechneten Zugfestigkeiten betrachtet werden, würden alle Labore den Beton als

sulfatbeständig bewertet. Es ist jedoch von einer fehlerhaften Messung auszugehen. Auf Grund der Abweichungen zwischen der geprüften und berechneten Referenzzugfestigkeit bei Rezeptur 1 wird anstelle der gemäß Gleichung (1) erfolgten Berechnung der Referenzzugfestigkeit zu den jeweiligen Prüfterminen eine Messung der Referenzfestigkeiten von in $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 5 °C gelagerten Probekörpern empfohlen bis eine größere Datenbasis generiert wird, um den Sachverhalt erneut zu bewerten. Der entsprechende Mehraufwand ist vor diesem Hintergrund gerechtfertigt.

Rahmenbedingungen, die potentiell Einfluss auf die Ergebnisse hatten, waren zum einen die Betonagen je Rezeptur an zwei Folgetagen. Zum anderen waren beim Versenden der Probekörper der Feuchtezustand sowie Temperatureinflüsse und mechanische Einflüsse unbekannt. Des Weiteren wurde der Versuch von den teilnehmenden Laboren mit Ausnahme der leitenden Forschungsstellen zum ersten Mal durchgeführt.

6 Literatur

- /Coc41/ Cochran, W.G., 1941. The distribution of the largest of a set of estimated variances as a fraction of their total. *Ann. Eugen. Waste Biomass Valor.* 11, 47–52. <https://doi.org/10.1111/j.1469-1809.1941.tb02271.x>.
- /Ehr20/ Ehrenberg, A.; Vollpracht, A.; Haufe, J.: Entwicklung eines Performanceprüfverfahren zur Bestimmung des Sulfatwiderstands von Beton nach DIN EN 206-1 / DIN 1045-2. Duisburg: Institut für Baustoff-Forschung, Aachen: Institut für Bauforschung, 2020. - Schlussbericht IGF 19251-N
- /FIB10/ FIB: fib Model Code for Concrete Structures 2010: Ernst & Sohn 2013
- /Gru69/ Grubbs, F.E., 1969. Procedures for detecting outlying observations in samples. *Technometrics* 11, 1–21. <https://doi.org/10.1080/00401706.1969.10490657>.
- /Hau19/ Haufe, J.; Vollpracht, A. (2019): Tensile strength of concrete exposed to sulfate attack. *Cement and Concrete Research* 116, S. 81-88. DOI: 10.1016/j.cemconres.2018.11.005.
- /Hau21a/ Haufe, J.; Vollpracht, A.; Matschei, T. (2021): Development of a Sulfate Resistance Performance Test for Concrete by Tensile Strength Measurements: Determination of Test Conditions. *Crystals*, 11 (8) 2021, p. 1001. DOI: 10.3390/cryst11081001
- /Hau21b/ Haufe, J.; Vollpracht, A.; Matschei, T. (2021): Performance Test for Sulfate Resistance of Concrete by Tensile Strength Measurements: Determination of Test Criteria. *Crystals* 11, S. 1018 (20 Seiten). DOI: 10.3390/cryst11091018
- /Vil18/ Villagrán-Zaccardi, Y.A., Vollpracht, A., Gruyaert, E. *et al.* Recommendation of RILEM TC 238-SCM: determination of the degree of reaction of siliceous fly ash and slag in hydrated cement paste by the selective dissolution method. *Materials and Structures* 51, 27 (2018). <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1134-3>
- /Vol18/ Vollpracht, A., Soutsos, M., Kanavaris, F.: Strength development of GGBS and fly ash concretes and applicability of fib model code's maturity function – A critical review. *Construction and Building Materials* 162 (2018), S. 830–846

Anhang A – Tabellen

Tabelle A1: Chemische und physikalische Eigenschaften der Zemente

Parameter	Einheit	CEM III/A 52,5 N	CEM II/B-V 42,5 R
Glühverlust, Atmosphäre	M.-%	-0,49	4,77
Gesamtschwefel als SO ₃		1,38	2,70
Gesamtkohlenstoff als CO ₂		0,45	7,20
Chlorid		0,069	0,04
Unlösliches		0,20 ¹	26,7 ²
Na ₂ O		0,21	0,32
K ₂ O		0,45	1,16
Na ₂ O-Äquivalent		0,50	1,09
MgO		4,16	1,83
Al ₂ O ₃		7,53	11,4
SiO ₂		28,8	28,1
P ₂ O ₅		0,08	0,50
CaO		50,8	43,7
TiO ₂		0,34	0,53
MnO		0,14	0,05
Fe ₂ O ₃		1,37	3,84
Reindichte		g/cm ³	2,991
Blaine	cm ³ /g	5710	5194
Raumbeständigkeit	mm	0,0	2,0
Wasseranspruch	%	33,0	32,2
Erstarrungsbeginn	h:min	3:05	3:10
Mörteldruckfestigkeit nach 2 d	N/mm ²	24,3 ± 0,29	n.b.
Mörteldruckfestigkeit nach 7 d		49,2 ± 0,66	40,2 ± 0,84
Mörteldruckfestigkeit nach 28 d		76,0 ± 1,02	53,2 ± 0,72

¹ Aufschluss mit HCl nach DIN EN 196-2

² sektives Lösen mit Salicyl- und Hydrochloresäure nach /Vil18/

n.b.: nicht bestimmt

Tabelle A2: Frischbetoneigenschaften der Betone

Frischbetonkennwert	Einheit	Rezeptur 1		Rezeptur 2	
		Charge 1	Charge 2	Charge 1	Charge 2
Frischbetontemperatur	°C	21,0	21,4	23,0	23,5
Ausbreitmaß (Hägermann)	mm	151,0	150,0	144,0	144,0

Tabelle A3: Mittelwert der zu jedem Wechsel bestimmten Lagerungstemperatur

Rezeptur	Lagerungs- temperatur	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
		°C							
1	Mittelwert	5,0	5,1	5,4	5,1	4,7	5,6	5,8	5,0
	Standardab- weichung	0,1	0,2	0,3	0,1	0,3	0,6	0,3	0,0
2	Mittelwert	5,0	5,1	5,8	5,1	4,6	5,0	5,6	5,0
	Standardab- weichung	0,1	0,3	0,4	0,1	0,3	0,3	0,4	0,0

Tabelle A4: Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit im Alter von 28 d der in gesättigter Ca(OH)₂-Lösung bei 20 °C gelagerten Probekörper (Rezeptur 1)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	4,02	3,77	3,44	3,28	4,74	4,20	3,14	3,44
		3,78	3,41	3,35	4,16	4,18	4,48	3,32	3,29
		3,86	3,57	3,36	3,46	3,61	4,22	2,68	4,24
		3,84	3,40	2,24	3,64	4,19	4,20	2,86	3,34
		3,85	3,56	3,36	3,42	3,87	4,15	2,87	3,93
		3,30	3,28	-	3,09	3,93	4,94	3,62	3,08
Mittelwert		3,78	3,50	3,18	3,51	4,09	4,36	3,08	3,56
Standardabweichung		0,25	0,17	0,51	0,37	0,39	0,30	0,35	0,44
p-Wert der Normalverteilung	-	0,024	0,601	< 0,005	0,452	0,532	0,019	0,633	0,317

Rot und kursiv: nach Grubbs als Ausreißer identifiziert

Tabelle A5: Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit im Alter von 28 d der in gesättigter Ca(OH)₂-Lösung bei 20 °C gelagerten Probekörper (Rezeptur 2)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	4,10	3,64	4,58	3,40	3,81	3,73	3,38	3,78
		3,53	3,24	3,63	4,22	3,90	3,36	3,05	4,01
		3,32	3,90	3,81	4,04	2,95	3,29	2,74	3,77
		3,73	3,60	4,14	3,71	4,09	3,19	2,11	4,08
		3,29	3,35	4,41	4,24	3,86	3,13	2,56	3,90
		3,63	3,74	4,08	4,31	3,85	3,46	3,08	3,42
Mittelwert		3,60	3,58	4,11	3,99	3,74	3,36	2,82	3,83
Standardabweichung		0,30	0,25	0,36	0,36	0,40	0,22	0,45	0,23
p-Wert der Normalverteilung	-	0,581	0,720	0,887	0,219	0,008	0,567	0,805	0,450

Rot und kursiv: nach Grubbs als Ausreißer identifiziert

Tabelle A6: Ausreißerbereinigte Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit im Alter von 28 d der in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 20 °C gelagerten Probekörper (Rezeptur 1)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	4,02	3,77	3,44	3,28	4,74	4,20	3,14	3,44
		3,78	3,41	3,35	4,16	4,18	4,48	3,32	3,29
		3,86	3,57	3,36	3,46	3,61	4,22	2,68	4,24
		3,84	3,40	-*	3,64	4,19	4,20	2,86	3,34
		3,85	3,56	3,36	3,42	3,87	4,15	2,87	3,93
		-*	3,28	-*	3,09	3,93	4,94	3,62	3,08
Mittelwert		3,87	3,50	3,37	3,51	4,09	4,36	3,08	3,55
Standardabweichung		0,09	0,17	0,04	0,37	0,39	0,30	0,35	0,44
p-Wert der Normalverteilung	-	0,100	0,601	0,160	0,452	0,532	0,019	0,633	0,317

* aussortierte Ausreißer

Tabelle A7: Ausreißerbereinigte Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit im Alter von 28 d der in gesättigter $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Lösung bei 20 °C gelagerten Probekörper (Rezeptur 2)

Rezeptur	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	4,10	3,64	4,58	3,40	3,81	3,73	3,38	3,78
		3,53	3,24	3,63	4,22	3,90	3,36	3,05	4,01
		3,32	3,90	3,81	4,04	-*	3,29	2,74	3,77
		3,73	3,60	4,14	3,71	4,09	3,19	2,11	4,08
		3,29	3,35	4,41	4,24	3,86	3,13	2,56	3,90
		3,63	3,74	4,08	4,31	3,85	3,46	3,08	3,42
Mittelwert		3,60	3,58	4,11	3,99	3,90	3,36	2,82	3,83
Standardabweichung		0,30	0,25	0,36	0,36	0,11	0,22	0,45	0,23
p-Wert der Normalverteilung	-	0,581	0,720	0,887	0,219	0,080	0,567	0,805	0,450

* aussortierte Ausreißer

Tabelle A8: Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit nach 180 d Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C (Rezeptur 1)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	4,52	3,97	3,80	3,77	4,71	4,15	3,68	3,56
		4,70	3,59	4,45	3,49	4,39	4,43	4,04	4,43
		4,61	4,30	4,06	3,77	4,42	3,87	3,95	3,52
		4,59	4,42	3,99	3,47	3,65	4,10	3,83	3,97
		4,76	4,45	4,20	3,94	5,10	4,45	3,89	4,73
		3,50	3,30	3,88	3,46	4,89	4,25	3,69	4,67
Mittelwert		4,45	4,01	4,06	3,65	4,53	4,21	3,85	4,15
Standardabweichung		0,47	0,47	0,24	0,20	0,51	0,22	0,14	0,54
p-Wert der Normalverteilung	-	< 0,005	0,349	0,767	0,119	0,523	0,672	0,606	0,306

Rot und kursiv: Als Ausreißer nach Grubbs detektiert

Tabelle A9: Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit nach 180 d Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C (Rezeptur 2)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	0,68	1,79	1,36	0,40	1,21	0,74	1,55	1,73
		1,00	1,32	0,39	0,78	1,49	0,78	0,88	0,96
		0,82	2,56	1,52	2,18	1,62	0,87	1,09	1,39
		0,69	2,05	1,06	2,01	1,06	0,75	0,91	0,91
		-*	1,79	0,93	1,24	1,24	1,14	0,41	1,22
		-*	1,76	1,99	1,62	0,76	1,23	0,91	1,16
Mittelwert		0,80	1,88	1,21	1,37	1,23	0,92	0,96	1,23
Standardabweichung		0,15	0,41	0,55	0,70	0,31	0,21	0,37	0,30
p-Wert der Normalverteilung	-	0,271	0,292	0,935	0,822	0,852	0,102	0,272	0,615

* aussortierte Ausreißer

Tabelle A10: Ausreißerbereinigte Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit nach 180 d Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C (Rezeptur 1)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	4,52	3,97	3,80	3,77	4,71	4,15	3,68	3,56
		4,70	3,59	4,45	3,49	4,39	4,43	4,04	4,43
		4,61	4,30	4,06	3,77	4,42	3,87	3,95	3,52
		4,59	4,42	3,99	3,47	3,65	4,10	3,83	3,97
		4,76	4,45	4,20	3,94	5,10	4,45	3,89	4,73
		-*	3,30	3,88	3,46	4,89	4,25	3,69	4,67
Mittelwert		4,64	4,01	4,06	3,65	4,53	4,21	3,85	4,15
Standardabweichung		0,09	0,47	0,24	0,20	0,51	0,22	0,14	0,54
p-Wert der Normalverteilung	-	0,814	0,349	0,767	0,119	0,523	0,672	0,606	0,306

* aussortierte Ausreißer

 Tabelle A11: Einzelwerte und statistische Auswertung der Zugfestigkeit nach 273 d Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C (Rezeptur 1)

Parameter	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Einzelwert	N/mm ²	3,93	4,70	4,22	4,11	3,36	4,09	3,78	3,35
		4,16	4,46	4,86	4,04	3,62	2,91	3,55	3,58
		4,77	4,12	4,03	4,34	3,83	3,85	3,17	3,14
		4,58	3,71	4,09	3,88	3,22	3,03	2,84	2,93
		4,16	3,93	3,54	4,55	4,37	3,24	3,47	2,49
		4,59	4,07	4,30	4,27	3,19	3,70	3,27	2,24
Mittelwert		4,36	4,17	4,17	4,20	3,60	3,47	3,35	2,95
Standardabweichung		0,33	0,36	0,43	0,24	0,45	0,48	0,33	0,51
p-Wert der Normalverteilung	-	0,316	0,777	0,504	0,922	0,387	0,553	0,916	0,185

Tabelle A12: Relative Zugfestigkeit nach 180 d Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C

Rezeptur	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
1	-	0,95	0,89	0,95	0,84	0,90	0,75	0,94	0,80
		0,99	0,81	1,11	0,78	0,84	0,80	1,03	0,99
		0,97	0,96	1,01	0,84	0,85	0,70	1,01	0,79
		0,96	0,99	1,00	0,78	0,70	0,74	0,98	0,89
		1,00	1,00	1,05	0,88	0,98	0,80	0,99	1,06
		- ¹⁾	0,74	0,97	0,77	0,94	0,76	0,94	1,04
2	-	0,16	0,41	0,27	0,08	0,18	0,18	0,45	0,37
		0,23	0,31	0,08	0,16	0,23	0,19	0,26	0,21
		0,19	0,59	0,31	0,45	0,25	0,21	0,32	0,30
		0,16	0,47	0,21	0,42	0,16	0,18	0,27	0,20
		- ²⁾	0,41	0,19	0,26	0,19	0,28	0,12	0,26
		- ²⁾	0,41	0,40	0,34	0,11	0,30	0,27	0,25

1) Zugfestigkeit wurde gemäß Ausreißertest nach Grubbs mit einem Signifikanzniveau von 0,05 % als Ausreißer identifiziert.

2) Zugfestigkeiten waren wegen starker Beschädigung der Prüfkörper nicht bestimmbar.

Tabelle A13: Relative Zugfestigkeit nach 273 d Lagerung in Na₂SO₄-Lösung bei 5 °C

Rezeptur	Einheit	Labor							
		1	2	3	4	5	6	7	8
1	-	0,80	1,02	1,01	0,89	0,62	0,71	0,93	0,72
		0,85	0,96	1,17	0,87	0,67	0,51	0,87	0,77
		0,97	0,89	0,97	0,94	0,71	0,67	0,78	0,68
		0,93	0,80	0,99	0,84	0,60	0,53	0,70	0,63
		0,85	0,85	0,85	0,98	0,81	0,56	0,85	0,54
		0,93	0,88	1,03	0,92	0,59	0,64	0,80	0,48

Tabelle A14: Dehnungsdifferenz der Proben nach 3000 mg/l Sulfat- und Ca(OH)₂-Lagerung bei 5 °C im modifizierten SVA-Verfahren

Rezeptur	Dehnungsdifferenz					
	90 d	91 d	179 d	181 d	269 d	363 d
-	mm/m					
1	0,110	-	-	0,002	0,120	0,133
2	-	0,518	2,689	-	- *	- *

-: nicht bestimmt

* Proben stark beschädigt, Versuch abgebrochen

Tabelle A15: Dynamischer E-Modul der Proben nach 3000 mg/l Sulfat- und Ca(OH)₂-Lagerung bei 5 °C im modifizierten SVA-Verfahren

Rezeptur	Lösung	dynamischer E-Modul							
		0 d	1 d	90 d	91 d	179 d	182 d	269 d	363 d
-		N/mm ²							
1	ges. Ca(OH) ₂ -Lsg.	31897	-	33131	-	-	32450	34215	35141
	3000 mg/l Sulfat	32260		33131			32450	34215	35141
2	ges. Ca(OH) ₂ -Lsg.	41737	42130	-	43871	44711	-	- *	- *
	3000 mg/l Sulfat	40751	41478		41784	37440			

-: nicht bestimmt

* Proben stark beschädigt, Versuch abgebrochen

Anhang B – Bilder

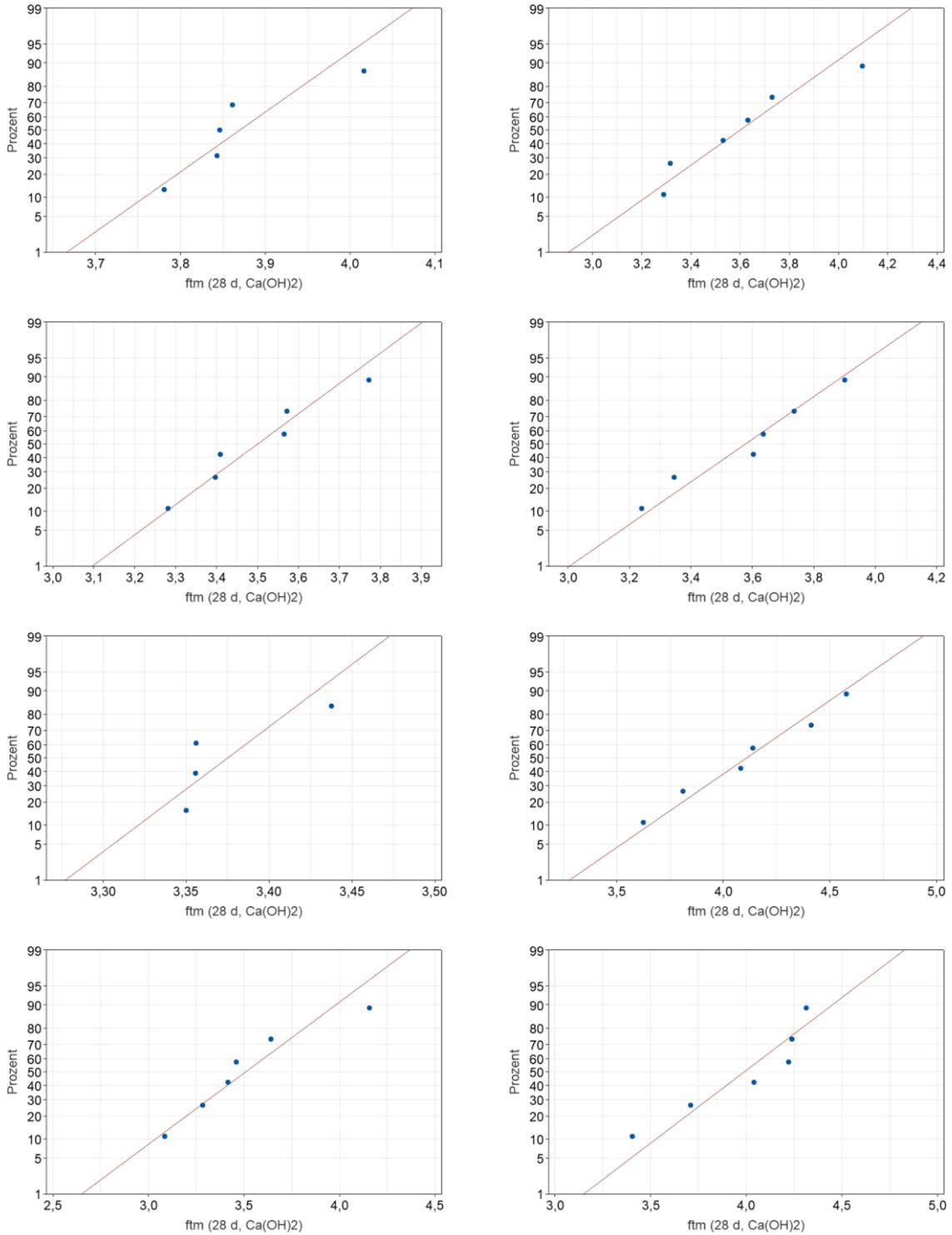


Bild B1: Wahrscheinlichkeitsnetze der Ergebnisse der Zugfestigkeit nach 28 d Ca(OH)_2 -Lagerung bei 20°C: von oben nach unten beginnend mit Labor 1 bis 4 links: Rezeptur 1; rechts: Rezeptur 2;

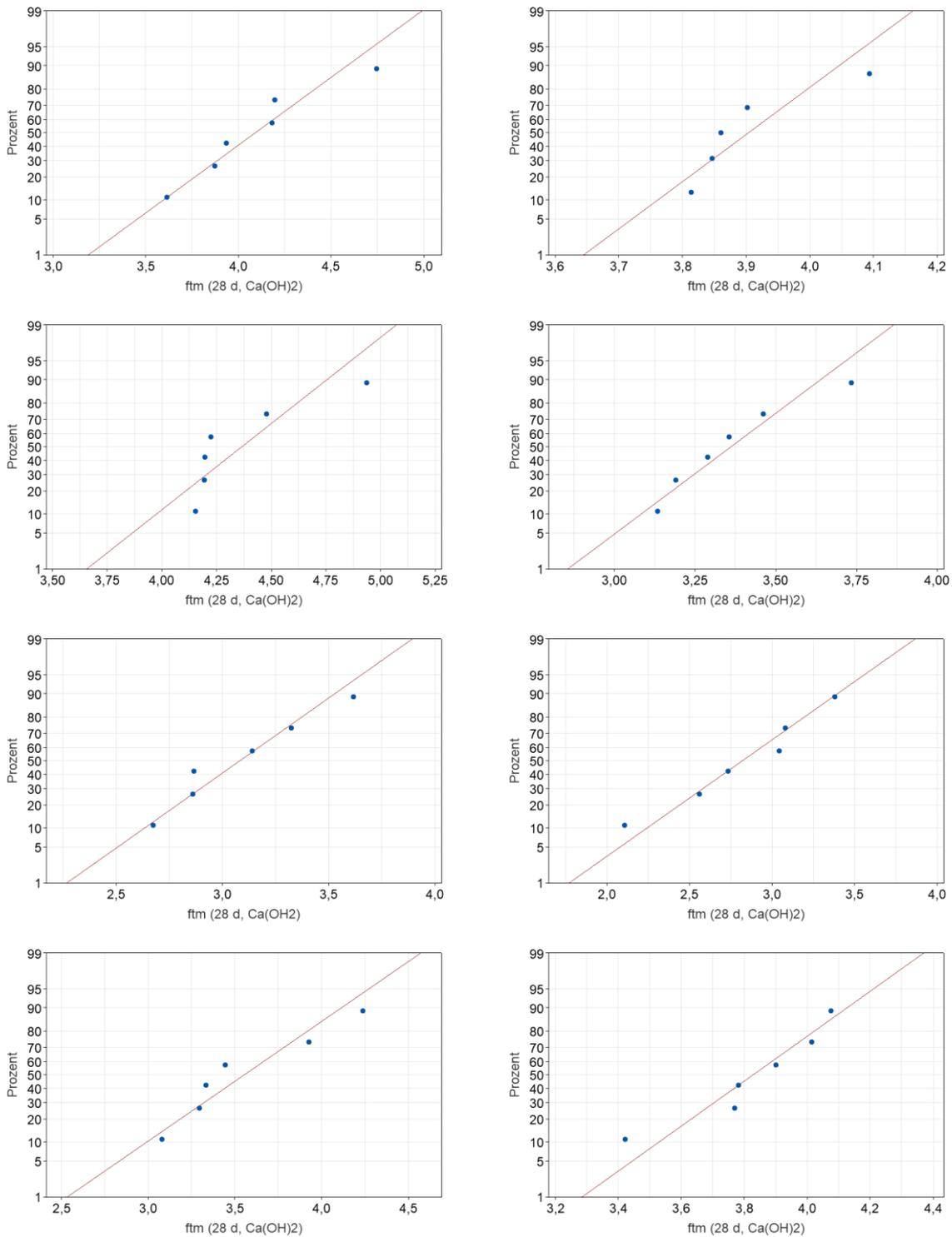


Bild B2: Wahrscheinlichkeitsnetze der Ergebnisse der Zugfestigkeit nach 28 d Ca(OH)₂-Lagerung bei 20°C: von oben nach unten beginnend mit Labor 5 bis 8 links: Rezeptur 1; rechts: Rezeptur 2;

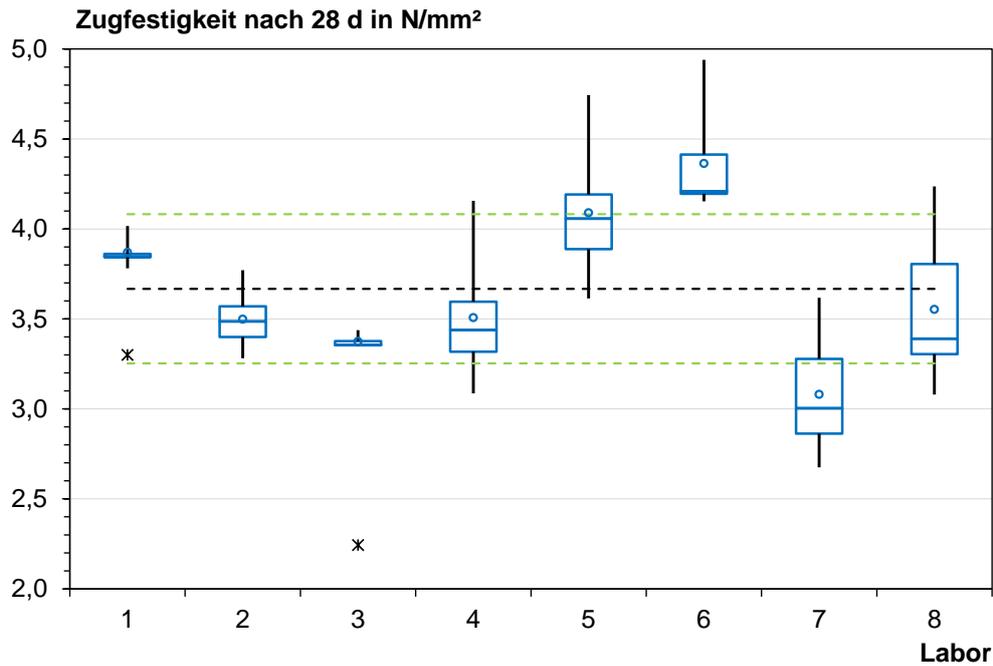


Bild B3: Mittelwerte, Median, Min./Max. und 1./3. Quartil der 28 d Zugfestigkeiten von Rezeptur 1 nach Ca(OH)₂-Lagerung (gestrichelte Linien: Standardabweichungen (grün) vom Mittelwert der Vergleichsmessung (schwarz); Stern: Ausreißer)

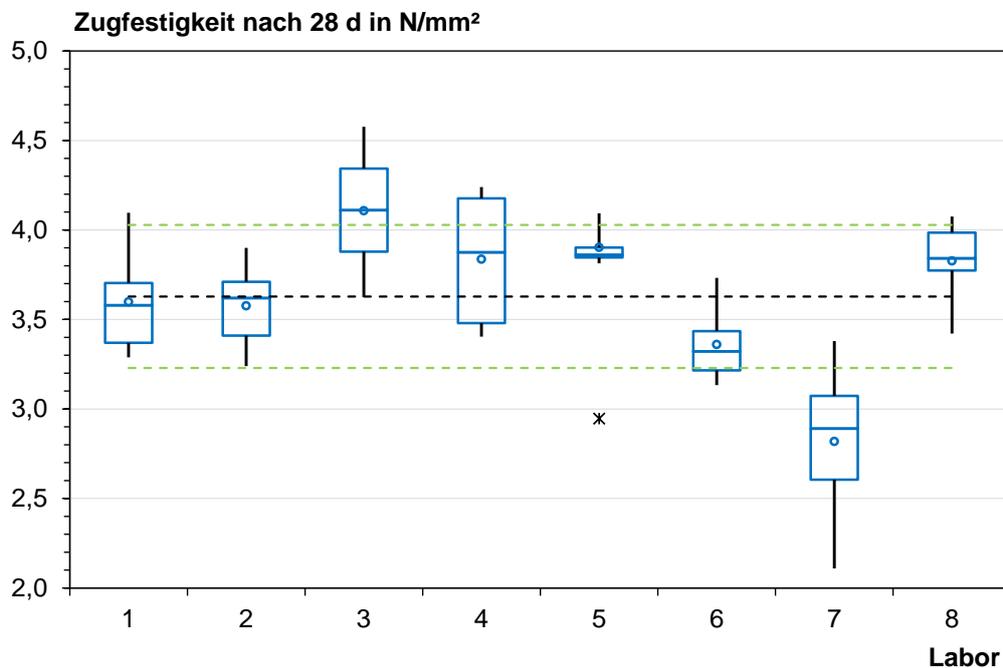


Bild B4: Mittelwerte, Median, Min./Max. und 1./3. Quartil der 28 d Zugfestigkeiten von Rezeptur 2 nach Ca(OH)₂-Lagerung (gestrichelte Linien: Standardabweichungen (grün) vom Mittelwert der Vergleichsmessung (schwarz); Stern: Ausreißer)

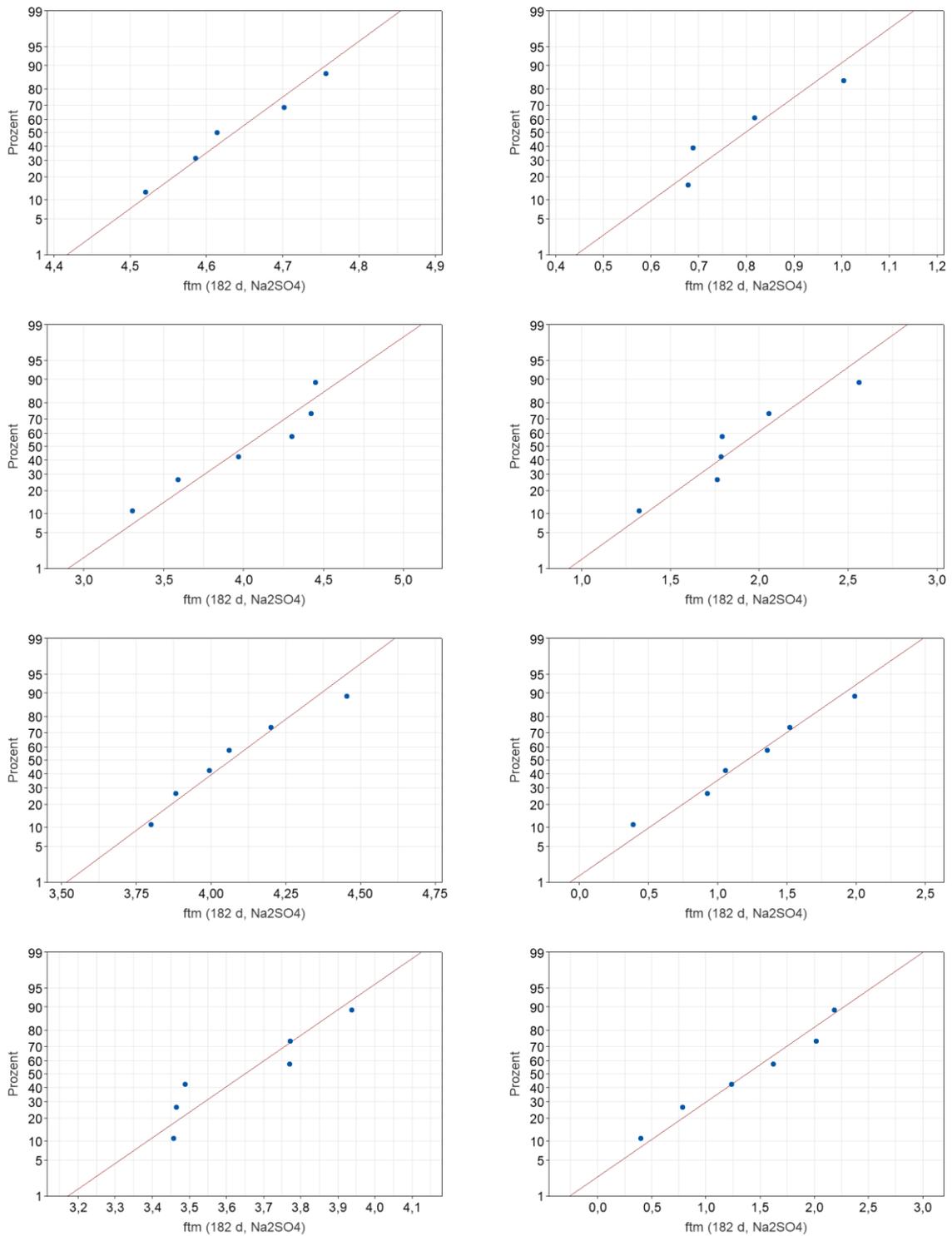


Bild B5: Wahrscheinlichkeitsnetze der Ergebnisse der Zugfestigkeit nach 182 d Na_2SO_4 -Lagerung bei 5°C : von oben nach unten beginnend mit Labor 1 bis 4 links: Rezeptur 1; rechts: Rezeptur 2;

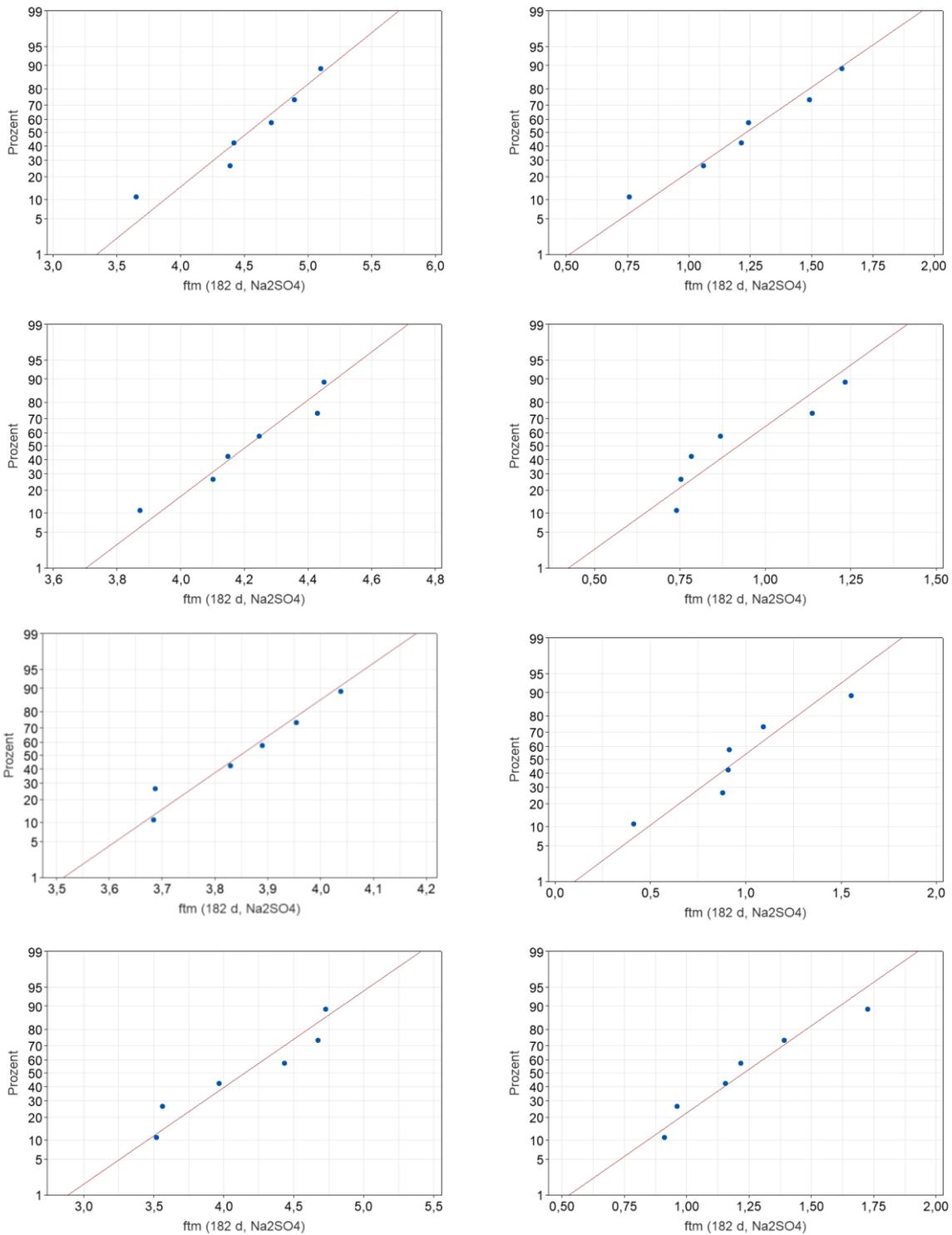


Bild B6: Wahrscheinlichkeitsnetze der Ergebnisse der Zugfestigkeit nach 182 d Na_2SO_4 -Lagerung bei 5°C : von oben nach unten beginnend mit Labor 5 bis 8 links: Rezeptur 1; rechts: Rezeptur 2;

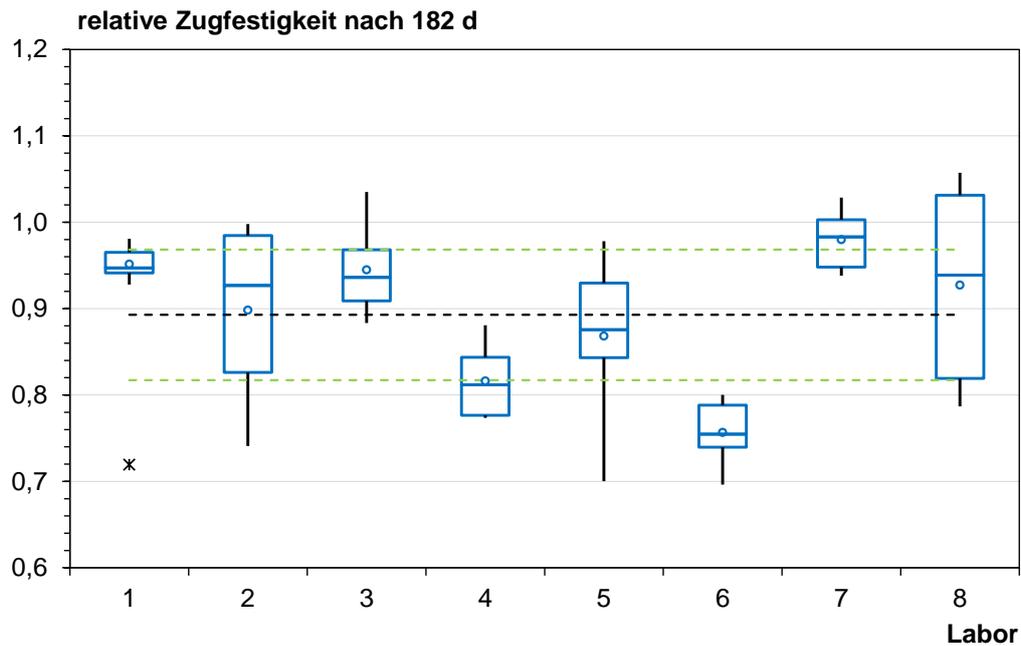


Bild B7: Mittelwerte, Median, Min./Max. und 1./3. Quartil der Zugfestigkeiten von Rezeptur 1 nach 182 d Sulfat-Lagerung (gestrichelte Linien: Standardabweichungen (grün) vom Mittelwert der Vergleichsmessung (schwarz); Stern: Ausreißer)

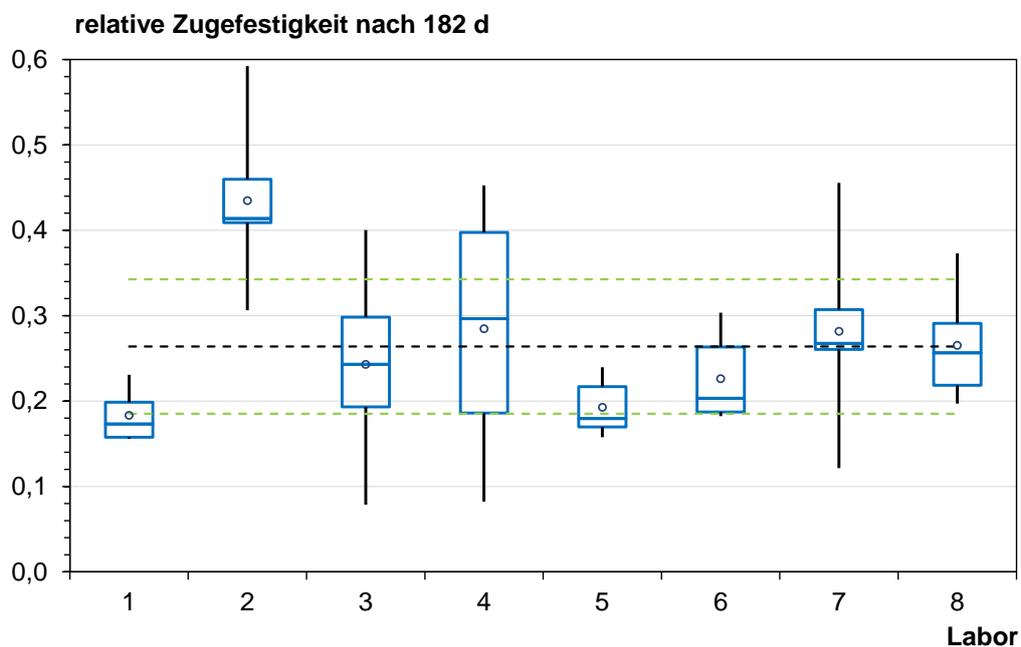


Bild B8: Mittelwerte, Median, Min./Max. und 1./3. Quartil der Zugfestigkeiten von Rezeptur 1 nach 182 d Sulfat-Lagerung (gestrichelte Linien: Standardabweichungen (grün) vom Mittelwert der Vergleichsmessung (schwarz); Stern: Ausreißer)

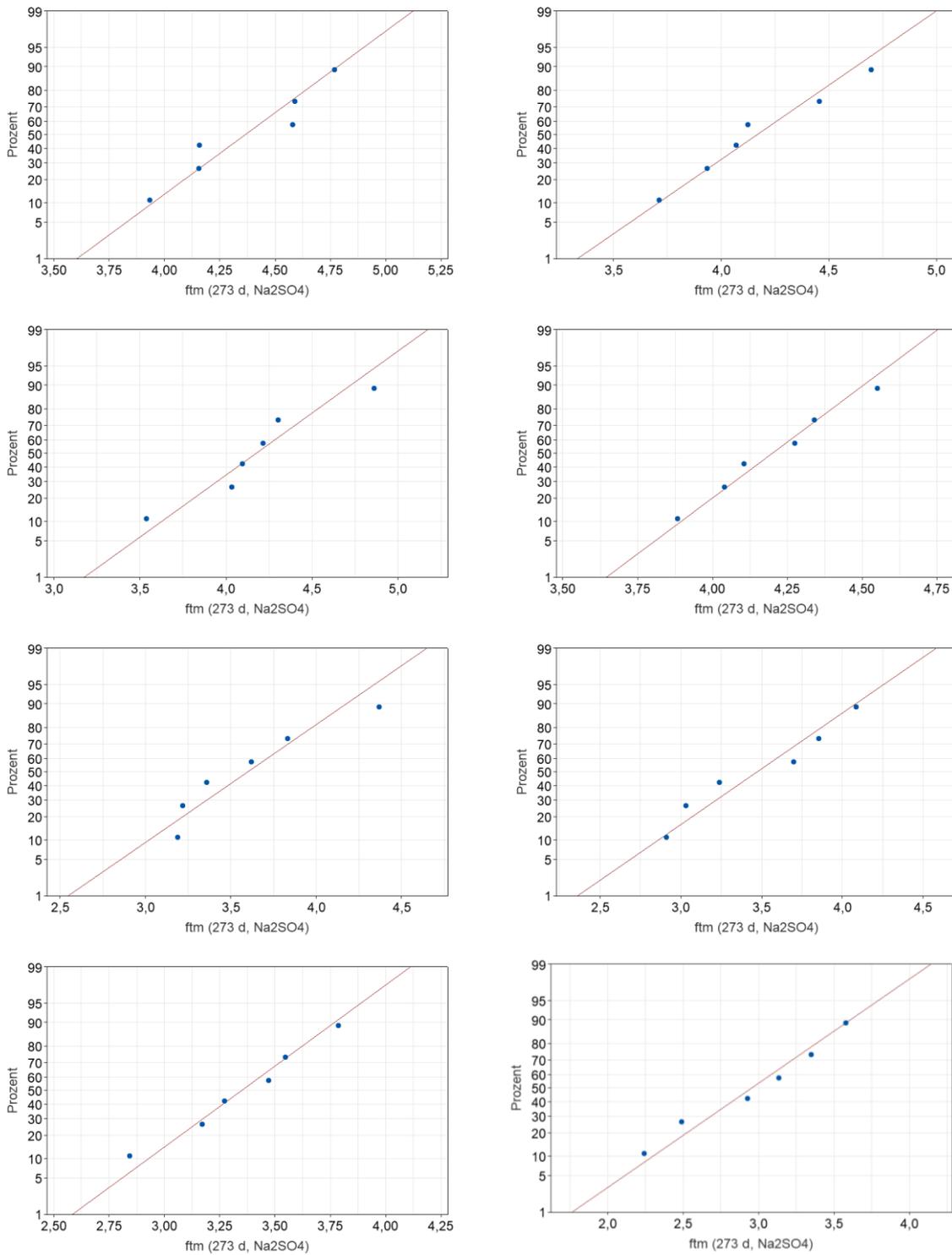


Bild B9: Wahrscheinlichkeitsnetze der Ergebnisse der Zugfestigkeit nach 273 d Na_2SO_4 -Lagerung bei 5°C der Rezeptur 1 von links nach rechts und oben nach unten beginnend mit Labor 1 bis 8

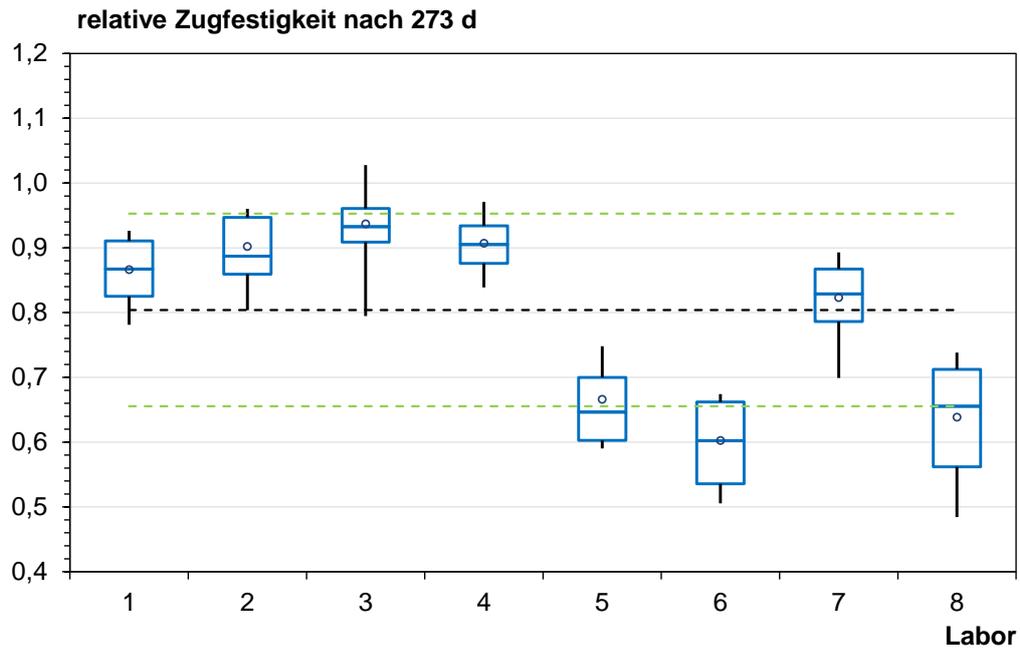


Bild B10: Mittelwerte, Median, Min./Max. und 1./3. Quartil der Zugfestigkeiten von Rezeptur 1 nach 273 d Sulfat-Lagerung (gestrichelte Linien: Standardabweichungen (grün) vom Mittelwert der Vergleichsmessung (schwarz); Stern: Ausreißer)