

Ocena odporności betonu komórkowego na mróz

Evaluation of cellular concrete frost resistance

1. Wprowadzenie

Określeniu mechanizmów niszczącego działania wody zamarzającej w porach materiału i opracowaniu metod oceny mrozoodporności betonów i innych materiałów budowlanych poświęcono wiele prac badawczych. Jednak do chwili obecnej nie ma jednolitej metody i jednakowego kryterium oceny odporności na mróz betonów lub ceramicznych materiałów budowlanych.

Polska norma PN-EN 206-1:2003 nie przewiduje badania odporności na mróz betonu, gdyż uważa się, że odpowiednia trwałość konstrukcji betonowych będzie zabezpieczona, jeżeli będą spełnione wymagania dotyczące składu i właściwości betonu, przy uwzględnieniu czterech klas ekspozycji XF1, XF2, XF3 i XF4.

Wprowadzona w czerwcu 2007 roku norma o charakterze uznaniowym PKN-CEN/TS 12390-9:2007 stanowiąca uzupełnienie normy PN-EN 206-1:2003, dotyczy badania odporności betonu na powierzchniowe złuszczenia pod wpływem cyklicznego zamarzania i rozmrażania w obecności roztworu NaCl. Zaproponowano trzy metody badawcze, w których wskaźnikiem odporności betonu na mróz jest ubytek masy w formie odprysków powstających na powierzchni badanych próbek, po 56 cyklach zamarzania i rozmrażania Δm_{56} . Porównanie trzech zalecanych metod pokazuje, że ubytek masy w jednej z nich wyraża się w % masy, a w dwóch pozostałych w kg/m^2 . Ponadto występują zasadnicze różnice w wymiarach i sposobie przygotowania próbek oraz w warunkach ich zamarzania.

Jednocześnie w normie tej nie podano jasnych kryteriów oceny betonów badanych tymi metodami. Jedynie w odniesieniu do betonów nawierzchniowych w PN-EN 13877-2:2007 zaproponowano trzy kategorie odporności na mróz, które powinny opierać się na metodach podanych w PKN-CEN/TS 12390-9:2007. Beton może być zaliczony do najwyższej kategorii odporności w przypadku małego ubytku masy wyrażonego w kg/m^2 po 28 i 56 cyklach zamarzania, przy równoczesnym spełnianiu zależności:

$$\Delta m_{56} / \Delta m_{28} \leq 2 \quad [1]$$

1. Introduction

The determination of mechanisms of harmful action of water frozen in pores of materials and the development of methods for evaluation of frost resistance of concretes and other building materials were the subject of many studies. However, no uniform method and uniform criterion for the evaluation of frost resistance of concretes and ceramic building materials are available so far.

The Polish standard PN-EN 206-1:2003 does not require an examination of concrete resistance to frost, because it is assumed that appropriate durability of concrete constructions is ensured when the requirements for composition and properties of concrete are met taking into consideration the four classes of exposition XF1, XF2, XF3 and XF4.

The standard PKN-CEN/TS 12390-9:2007 of discretionary character, that was issued in June 2007 and makes an appendix to the standard PN-EN 206-1:2003, concerns an examination of concrete resistance to surface scaling as a result of a cyclic freezing and thawing in the presence of sodium chloride solution. Three examination methods were proposed, according to which an indicator of concrete frost resistance is the loss of mass Δm_{56} in the form of flakes formed on surfaces of the samples examined after 56 freezing-thawing cycles. While comparing the three recommended methods one can notice that mass loss in one of them is expressed in mass % and in two others in kg/m^2 . Moreover, there are significant differences in sample sizes and ways of their preparation as well as in their freezing conditions. It should be also mentioned that clear criteria for the evaluation of concretes examined by using the above methods were not presented. Only in the case of road concretes the standard PN-EN 13877-2:2007 has proposed three categories of frost resistance that should be based on the methods presented in the standard PKN-CEN/TS 12390-9:2007. A concrete can be classified into the highest category of resistance in the case of a small loss of mass expressed in kg/m^2 after 28 and 56 freezing cycles, while meeting the dependence:

$$\Delta m_{56} / \Delta m_{28} \leq 2 \quad [1]$$

Jednak norma PN-EN 13877-2 nie precyzuje, do której z trzech metod odnoszą się graniczne wielkości ubytku masy zaproponowane w poszczególnych kategoriach odporności na mróz.

Uzasadnione będzie przypuszczenie, że w związku z różnicami w warunkach badania oraz w ocenach zniszczenia powierzchni próbek wyniki uzyskane trzema proponowanymi metodami mogą się znacznie różnić i prowadzić do niejednoznacznych wniosków. W niniejszej pracy takie założenie zweryfikowano za pomocą zaplanowanych badań umożliwiających uzyskanie statystycznie wiarygodnej oceny wpływu wielkości próbek betonu komórkowego, liczby cykli zamrażania i rozmrażania, temperatury zamrażania i czasu przetrzymywania próbek w tej temperaturze na ubytek masy w wyniku złuszczeń powierzchniowych próbek oceniany różnymi metodami. Zastosowanie betonu komórkowego zamiast betonu zwykłego w modelowaniu procesów zamrażania i rozmrażania pozwoliło skrócić czas przygotowania i badania próbek, przy zachowaniu pewnego podobieństwa mechanizmów destrukcji tych materiałów.

2. Program doświadczeń

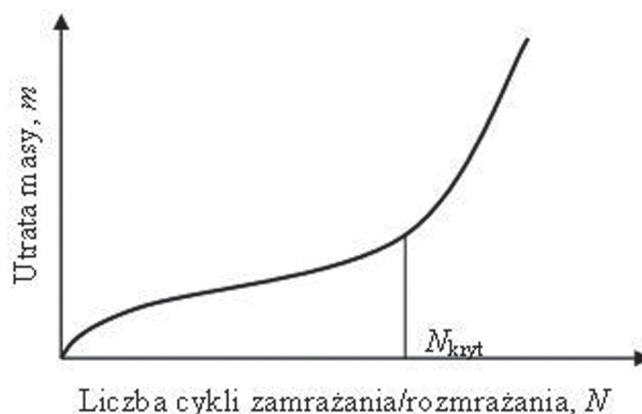
W doświadczeniach zastosowano kostki o różnej wielkości, wycięte z bloczków betonu komórkowego, o gęstości pozornej około 800 kg/m^3 . Próbkę wybierano losowo, aby zmniejszyć wpływ niejednorodności w ich budowie. Próbkę po nasyceniu wodą poddano zamrażaniu w komorze i rozmrażaniu w wodzie. Warunki zamrażania próbek były zróżnicowane (zmieniano temperaturę i czas zamrażania), natomiast warunki rozmrażania próbek były jednokowe. Liczba cykli zamrażania i rozmrażania, którym poddawano próbki była zmienna, przy czym ustalenie maksymalnej liczby cykli uzależniono od szybkości utraty masy próbek. Z danych literaturowych oraz z badań własnych wynikało, że podczas naprzemiennego zamrażania i rozmrażania próbek betonu i innych materiałów porowatych prowadzącego do ich całkowitego zniszczenia w procesie ubytku masy występują dwa podstawowe etapy (rysunek 1). Pierwszy etap różni się od drugiego znacznie mniejszą szybkością ubytku masy oraz dłuższym czasem trwania tego procesu. Liczbę cykli zamrażania i rozmrażania, po której rozpoczyna się przejście z pierwszego do drugiego etapu, można uznać za krytyczną N_{kryt} , gdyż przekroczenie tej liczby ($N > N_{kryt}$) powoduje bardzo szybkie (lawinowe) zniszczenie materiału. Wartość N_{kryt} można więc przyjąć jako ocenę mrozoodporności betonu. W oparciu o szybkość ubytku masy (rysunek 1) przyjęty w obowiązującej normie (PN-EN 206-1) warunek [1] można wyjaśnić zakładając, że zadana liczba cykli, po których określa się ubytek masy Δm_N nie powinna przekraczać N_{kryt} .

Wstępne badanie wykazało, że dla próbek sześciennych o boku 10 cm z betonu komórkowego o gęstości pozornej $\rho_o = 800 \text{ kg/m}^3$ zamrażanych w temperaturze -15°C , liczba krytycznych cykli zamrażania i rozmrażania wynosi ($N_{kryt} = 30$). Na podstawie wyników doświadczalnych ustalono, że czas chłodzenia próbek w komorze do temperatury -15°C wynosi około jedną godzinę. Biorąc to pod uwagę przyjęto, że stosowana w doświadczeniach liczba

However, the standard PN-EN 13877-2 does not specify which of the three methods the mass loss values proposed in particular categories of frost resistance should be ascribed to. One can assume that differences in the examination conditions and in the evaluation of sample surface damage can reflect upon examination results and bring lead to ambiguous conclusions. In this work, we have verified such an assumption by carrying out planned studies enabling us to obtain statistically reliable evaluation of the effect of the size of cellular concrete samples, the number of freezing-thawing cycles, freezing temperature and the time of maintaining the samples at this temperature on the loss of mass resulted from the surface scaling by using different examination methods. The application of autoclaved aerated concrete instead of regular concrete made it possible to shorten the time of preparation and examination of samples while maintaining a certain similarity of mechanisms of the destruction of materials examined.

2. Program of experiments

Different size cubes cut out from cellular concrete blocks of apparent density of about 800 kg/m^3 were employed in the experiments. The samples were selected at random in order to reduce the effect of inhomogeneity of their structure. After soaking in water, samples were subjected to freezing in a chamber and thawing in water. The freezing conditions (freezing temperature and time) were changed, whereas the thawing conditions were the same. Number of freezing-thawing cycles was changeable and the determination of maximum number of cycles depended on the rate of sample mass loss. Literature data and our own experiments have shown that during alternate freezing and thawing of samples of concrete and other porous materials, leading to their complete destruction, two basic stages occur (Fig. 1). The first stage differs from the other by a considerably slower mass loss rate and longer time of the process duration. The number of freezing-thawing cycles after which the transition from the first stage to the second one begins can be regarded as a critical one N_{crit} , because when the above number is exceeded ($N > N_{crit}$), a very rapid (avalanche) destruction



Rys. 1. Utrata masy próbek betonowych w wyniku cyklicznego zamrażania i rozmrażania

Fig. 1. The loss of mass of concrete samples resulting from their cyclic freezing and thawing

cykli zamrażania i rozmrażania próbek nie powinna przekraczać 25, a czas przetrzymywania w komorze do zamrażania nie powinien być krótszy niż 2 godziny. Założono, że temperatura zamrażania będzie się zmieniała w bardzo szerokim zakresie od -5°C do -25°C . Podobne szerokie przedziały dotyczyły zmiany długości boku próbek kostkowych od 2,5 cm do 12,5 cm.

Planowanie doświadczeń oraz analiza statystyczna uzyskanych wyników są wygodniejsze w przypadku jednakowej liczby rozpatrywanych poziomów wszystkich czynników. W związku z tym każdy z wybranych czynników wejścia rozpatrzono na pięciu poziomach ($q = 5$). Przyjęto następujące czynniki wejścia:

- czynnik *A* – długość krawędzi próbki kostkowej ($A_1 = 2,5$ cm; $A_2 = 5$ cm; $A_3 = 7,5$ cm; $A_4 = 10$ cm; $A_5 = 12,5$ cm),
- czynnik *B* – temperatura zamrażania w komorze ($B_1 = -5^{\circ}\text{C}$, $B_2 = -10^{\circ}\text{C}$, $B_3 = -15^{\circ}\text{C}$, $B_4 = -20^{\circ}\text{C}$ i $B_5 = -25^{\circ}\text{C}$);
- czynnik *C* – długość przetrzymywania próbek w komorze w danej temperaturze ($C_1 = 2$ h; $C_2 = 4$ h; $C_3 = 6$ h; $C_4 = 8$ h i $C_5 = 10$ h);
- czynnik *D* – liczba cykli zamrażania i rozmrażania ($D_1 = 5$, $D_2 = 10$, $D_3 = 15$, $D_4 = 20$, $D_5 = 25$).

Badano wpływ wymienionych czynników na ubytek masy wyrażony dwoma zależnościami:

$$y_1 = \frac{\Delta m}{m} \cdot 100\%, \quad [2]$$

$$y_2 = \frac{\Delta m}{S}, \quad \frac{\text{kg}}{\text{m}^2}, \quad [3]$$

gdzie: m i S odpowiednio masa i powierzchnia suchych próbek przed rozpoczęciem cyklicznego zamrażania i rozmrażania.

Jako podstawową metodę analizy statystycznej danych doświadczalnych wybrano analizę wariancji, która pozwala na identyfikację czynników powodujących zmiany badanej wielkości. Na podstawie wcześniejszych prac założono, że w rozpatrywanych przedziałach zmienności czynników wpływ ich współdziałania (interakcji) można pominąć, bez szkody dla oceny czynników głównych. Każdy z czterech czynników rozpatrywano na jednakowej liczbie poziomów $q = 5$, dlatego dla oceny wpływu tych czynników zastosowano plan doświadczenia w postaci grecko-lacińskiego kwadratu (4). Taki układ pozwala zmniejszyć liczbę kombinacji rozpatrywanych czynników $q^2 = 25$ razy. W zaplanowanych doświadczeniach nie przewidziano prób powtórnych. Plan ten oraz uzyskane wyniki pokazano w tabelicy 1.

3. Analiza statystyczna wyników

3.1. Analiza wariancji

Analizę wariancji wyników czteroczynnikowego doświadczenia, przedstawionych w tabelicy 1 można ująć w formie zależności:

$$y_{ijkl} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + \delta_l + \varepsilon_{ijkl} \quad [4]$$

gdzie:

of a material occurs. This is why the N_{crit} value can be taken as a measure of concrete resistance to frost. Basing on the mass loss rate (Fig. 1), the condition [1] accepted in the standard (PN-EN 206-1) can be explained by assuming that the assigned number of cycles after which the loss of mass Δm_N is determined should not exceed N_{crit} .

A preliminary experiment has shown that for cubic samples (with 10 cm edge) of autoclaved aerated concrete of apparent density $\rho_o = 800 \text{ kg/m}^3$, frozen at -15°C , the number of critical freezing-thawing cycles N_{crit} is equal to 30. On the basis of experimental results it was established that the time of freezing at -15°C in the chamber is about one hour. Taking this result into account, it was decided that the number of freezing-thawing cycles performed during the experiments should not exceed 25 and the residence time in the freezing chamber should not be shorter than 2 hours. It was assumed that the freezing temperature will change in a wide range from -5°C to -25°C . The range of length of edges of cubic samples was also wide – from 2.5 cm to 12.5 cm.

Planning of experiments and statistical analysis of results are more convenient in the case of identical number of examined levels of all factors. This is why each of selected input factors was examined on five levels ($q = 5$). The following input factors were adopted:

- factor *A* – length of cubic sample edge ($A_1 = 2.5$ cm; $A_2 = 5$ cm; $A_3 = 7.5$ cm; $A_4 = 10$ cm; $A_5 = 12.5$ cm),
- factor *B* – temperature of freezing in the chamber ($B_1 = -5^{\circ}\text{C}$, $B_2 = -10^{\circ}\text{C}$, $B_3 = -15^{\circ}\text{C}$, $B_4 = -20^{\circ}\text{C}$ and $B_5 = -25^{\circ}\text{C}$);
- factor *C* – residence time of samples in the chamber at a given temperature ($C_1 = 2$ h; $C_2 = 4$ h; $C_3 = 6$ h; $C_4 = 8$ h i $C_5 = 10$ h);
- factor *D* – number of freezing-thawing cycles ($D_1 = 5$, $D_2 = 10$, $D_3 = 15$, $D_4 = 20$, $D_5 = 25$).

The effect of the above factors on mass loss expressed by two relationships was studied:

$$y_1 = \frac{\Delta m}{m} \cdot 100\%, \quad [2]$$

$$y_2 = \frac{\Delta m}{S}, \quad \frac{\text{kg}}{\text{m}^2}, \quad [3]$$

where: m and S – mass and surface area, respectively, of dry samples prior to cyclic freezing and thawing.

Analysis of the variance, which enables to identify factors influencing changes of studied parameter, was chosen as a basic method of statistical analysis of experimental data. On the basis of previous studies it was assumed that in the examined variability intervals of the factors, the effect of their interaction can be neglected without a detriment to the evaluation of main factors. Each of the four factors was examined on the same number of levels $q=5$, therefore for the evaluation of the effect of these factors the plan of experiment was based on Graeco-Latin square (4). Such a system makes it possible to reduce the number of combinations of factors examined by $q^2=25$ times. In the planned experiments no repetitions were anticipated. The plan and results obtained are shown in Table 1.

y_{ijkl} – wartość badanej cechy (ubytek masy) stwierdzoną dla $(ijkl)$ – tej kombinacji $(i, j, k, l = 1, \dots, 5)$;

μ – ogólna średnia;

α_i – wpływ i -tego poziomu czynnika A;

β_j – wpływ j -tego poziomu czynnika B;

γ_k – wpływ k -tego poziomu czynnika C;

δ_l – efekt l -tego poziomu czynnika D;

ε_{ijkl} – błąd losowy próby o średniej równej zero i rozkładzie normalnym.

Zmienna losowa ε ma wartość oczekiwaną $E(\varepsilon) = 0$ i wariancję $D^2(\varepsilon) = \sigma_e^2$.

Sprawdzono cztery hipotezy H_0 o braku wpływu poziomów na oddziaływanie badanych czynników. To oznacza, że wariancja wielkości y wywołana dowolnym czynnikiem $\sigma_{czyn.}^2$ jest analogiczna do σ_e^2 . Ponieważ alternatywą dla równości $\sigma_{czyn.}^2 = \sigma^2$ jest nierówność $\sigma_{czyn.}^2 > \sigma^2$, to dla sprawdzenia hipotez H_0 zastosowano kryterium Fishera–Snedecora. Zgodnie z tym kryterium dla każdego czynnika na podstawie danych doświadczalnych wyznacza się średni kwadrat odchyłeń $s_{czyn.}^2$ powiązany z wpływem badanego czynnika i mający $v_1 = (q - 1)$ stopni swobody. Wariancję $s_{czyn.}^2$ porównuje się ze średnim kwadratem odchyłeń dla błędu s_e^2 o $v_2 = (q - 3) \cdot (q - 1)$ stopniach swobody, będącym oceną czynnika losowego σ_e^2 . Wpływ uznaje się za istotny, jeżeli stosunek empiryczny $F_{emp} = s_{czyn.}^2 / s_e^2$ przekracza wartość krytyczną F_{α, v_1, v_2} wyznaczoną dla wybranego poziomu istotności α oraz liczby stopni swobody licznika v_1 i mianownika v_2 . Wyniki analizy wariancji dla ubytku masy próbek y_1 pokazano w tablicy 2. Wartość krytyczną dla poziomu $\alpha = 0,05$ i liczby stopni swobody licznika $v_1 = 4$ i mianownika $v_2 = 8$ odczytano z tablicy statystycznej $F_{0,05;4;8} = 3,84$.

Na podstawie nierówności $F_{emp}(A) = 0,7693 < 3,84$ i $F_{emp}(C) = 2,2087 < 3,84$ przy poziomie $\alpha = 0,05$ nie ma podstaw, do odrzucenia hipotezy zerowej H_0 o braku statystycznie istotnego wpływu czynnika A (wymiar boku próbki) i czynnika C (czas przetrzymywania próbek w komorze do zamrażania) na ubytek masy próbek y_1 . Ponieważ $F_{emp}(B) = 4,3369 > 3,84$ i $F_{emp}(D) = 12,9137 > 3,84$ jest podstawa, do odrzucenia hipotezy H_0 na poziomie istotności $\alpha = 0,05$ i stwierdzenia, że temperatura zamrażania (czynnik B)

Tablica 2 / Table 2

ANALIZA WARIANCJI Z ZASTOSOWANIEM RÓWNANIA [4], UBYTKU MASY PRÓBEK y_1 , %, WEDŁUG TABLICY 1

ANALYSIS OF VARIANCE USING THE EQUATION [4], MASS LOSS OF SAMPLES y_1 , %, ACCORDING TO TABLE 1

| Źródła zmienności Sources of variability | Suma kwadratów Sum of squares | Stopnie swobody Degrees of freedom | Średnie kwadraty Mean squares | F_{emp} |
|---|----------------------------------|---------------------------------------|----------------------------------|-----------|
| A | 19,9256 | 4 | 4,9814 | 0,7693 |
| B | 112,3336 | 4 | 28,0834 | 4,3369 |
| C | 57,2096 | 4 | 14,3024 | 2,2087 |
| D | 334,4856 | 4 | 83,6214 | 12,9137 |
| Błąd/Error | 51,8032 | 8 | 6,4754 | |
| Całkowita/Total | 575,7576 | 24 | | |

Tablica 1 / Table 1

PLAN I WYNIKI DOŚWIADCZENIA

THE PLAN OF EXPERIMENTS AND THEIR RESULTS

| Nr próby Sample number | A | B | C | D | Ubytek masy Mass loss | |
|------------------------------|------|-----|----|----|--------------------------|---------------------------|
| | cm | °C | h | - | y_1 , % | y_2 , kg/m ² |
| 1 | 2,5 | -5 | 2 | 5 | 4,0 | 0,133 |
| 2 | 2,5 | -15 | 4 | 10 | 4,6 | 0,153 |
| 3 | 2,5 | -20 | 10 | 15 | 5,7 | 0,190 |
| 4 | 2,5 | -25 | 6 | 20 | 13,6 | 0,453 |
| 5 | 2,5 | -10 | 8 | 25 | 15,3 | 0,510 |
| 6 | 5,0 | -10 | 4 | 5 | 1,3 | 0,087 |
| 7 | 5,0 | -20 | 6 | 10 | 3,2 | 0,213 |
| 8 | 5,0 | -25 | 2 | 15 | 6,0 | 0,400 |
| 9 | 5,0 | -5 | 8 | 20 | 17,5 | 1,167 |
| 10 | 5,0 | -15 | 10 | 25 | 11,6 | 0,773 |
| 11 | 7,5 | -15 | 6 | 5 | 1,0 | 0,100 |
| 12 | 7,5 | -25 | 8 | 10 | 10,0 | 1,000 |
| 13 | 7,5 | -5 | 4 | 15 | 13,1 | 1,310 |
| 14 | 7,5 | -10 | 10 | 20 | 10,0 | 1,000 |
| 15 | 7,5 | -20 | 2 | 25 | 6,6 | 0,660 |
| 16 | 10,0 | -20 | 8 | 5 | 5,0 | 0,667 |
| 17 | 10,0 | -5 | 10 | 10 | 6,2 | 0,827 |
| 18 | 10,0 | -10 | 6 | 15 | 1,9 | 0,253 |
| 19 | 10,0 | -15 | 2 | 20 | 6,4 | 0,853 |
| 20 | 10,0 | -25 | 4 | 25 | 11,2 | 1,497 |
| 21 | 12,5 | -25 | 10 | 5 | 1,3 | 0,217 |
| 22 | 12,5 | -10 | 2 | 10 | 5,0 | 0,833 |
| 23 | 12,5 | -15 | 8 | 15 | 3,0 | 0,500 |
| 24 | 12,5 | -20 | 4 | 20 | 10,0 | 1,667 |
| 25 | 12,5 | -5 | 6 | 25 | 15,6 | 2,600 |

3. Statistical analysis of results

3.1. Analysis of variance

Analysis of variance of results of the four-factor experiment (shown in Table 1) can be presented in the form of the following dependence:

$$y_{ijkl} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + \delta_l + \varepsilon_{ijkl} \quad [4]$$

where:

y_{ijkl} – value of examined indicator (mass loss) found for $(ijkl)$ – of the combination $(i, j, k, l = 1, \dots, 5)$;

μ – overall average;

α_i – effect of i -level of factor A;

β_j – effect of j -level of factor B;

γ_k – effect of k -level of factor C;

δ_l – effect of l -level of factor D;

ε_{ijkl} – sampling error of a sample with the mean equal to zero and normal distribution.

i liczba cykli zamrażania i rozmrażania (czynnik D) mają istotny wpływ na badany wskaźnik y_1 . Dla rozpatrywanych poziomów statystycznie istotnych czynników B i D obliczono wartości średnie \bar{y}_{1j} ($j = 1, 2, \dots, q$), które porównywano z zastosowaniem najmniejszej istotnej różnicy Newmana–Keuls:

$$LSD^{NK} = T_{\alpha, v, k} \sqrt{\frac{s_e^2}{q}} \quad [5]$$

gdzie:

$T_{\alpha, v, k}$ – wartość krytyczna rozkładu studentyzowanego przy poziomie istotności α i stopniach swobody v dla średniego kwadratu błędu s_e^2 oraz liczby porównywanych średnich k ,

q – liczba próbek, na podstawie których wyznaczono wartość średnią \bar{y}_{1j} (rozmiar grecko–łacińskiego kwadratu).

Dla wybranego poziomu istotności $\alpha = 0,05$ przy $q = 5$, $v = 8$ i $s_e^2 = 6,4754$ (patrz tablica 2) z tablicy rozkładu studentyzowanego odczytujemy $T_{0,05,8,k}$ i obliczono NIR^{NK} [5].

| k | $T_{0,05,8,k}$ | NIR^{NK} |
|---|----------------|------------|
| 2 | 3,261 | 3,711 |
| 3 | 4,041 | 4,599 |
| 4 | 4,529 | 5,154 |
| 5 | 4,886 | 5,560 |

Zapiszmy porównywane średnie w szeregu rosnącym, co dla czynnika B (temperatura zamrażania) daje następujący szereg:

| $B_j, ^\circ C$ | $B_3 = -15$ | $B_4 = -20$ | $B_2 = -10$ | $B_5 = -25$ | $B_1 = -5$ |
|--------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|
| $\bar{y}_{1j}, \%$ | 5,32 | 6,10 | 6,70 | 8,42 | 11,28 |

Przy $\alpha = 0,05$ mamy trzy statystycznie istotne różnice średnich:

$$\bar{y}_{11} - \bar{y}_{13} = 11,28 - 5,32 = 5,96 > NIR^{NK}(k = 5) = 5,56;$$

$$\bar{y}_{11} - \bar{y}_{14} = 11,28 - 6,10 = 5,18 > NIR^{NK}(k = 4) = 5,154;$$

$$\bar{y}_{11} - \bar{y}_{12} = 11,28 - 6,70 = 4,58 > NIR^{NK}(k = 3) = 4,399.$$

Oznacza to, że średnia wartość wskaźnika ubytku masy próbek \bar{y}_1 w temperaturze $-5^\circ C$ istotnie przekracza wartości tych wskaźników w temperaturze -10 , -15 i $-20^\circ C$. Takiego wpływu nie oczekiwano.

Dla drugiego istotnego czynnika D (liczba cykli zamrażania/rozmrażania) mamy następujący szereg:

| $D_j, ^\circ C$ | $D_1 = 5$ | $D_2 = 10$ | $D_3 = 15$ | $D_4 = 20$ | $D_5 = 25$ |
|--------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|
| $\bar{y}_{1j}, \%$ | 2,52 | 5,80 | 5,94 | 11,50 | 12,06 |

Po porównaniu powyższych średnich z zastosowaniem NIR^{NK} okazało się, że przy $\alpha = 0,05$ sześć różnic trzeba uznać za statystycznie istotne i potwierdzają one znany wpływ wzrostu ubytku masy \bar{y}_1 ze wzrostem liczby cykli zamrażania i rozmrażania. Kolejnych 10 cykli powoduje statystycznie istotny przyrost ubytku masy. Analizowane średnie dobrze opisuje zależność liniowa:

$$\hat{y}_1 = 0,504D. \quad [6]$$

Random variable ε has the expected value $E(\varepsilon) = 0$ and variance $D^2(\varepsilon) = \sigma_e^2$.

Four hypotheses H_0 concerning the lack of the effect of factor levels on factors examined were checked. This means that a variance of y caused by any factor $\sigma_{fact.}^2$ is analogous to σ_e^2 . Since an alternative to the equality $\sigma_{fact.}^2 = \sigma_e^2$ is the inequality $\sigma_{fact.}^2 > \sigma_e^2$, the Fisher–Snedecor criterion was applied to verify hypotheses H_0 . According to this criterion, for each factor a mean square $s_{fact.}^2$ is determined on the basis of experimental data, reflecting the effect of a factor examined and having $v_1 = (q - 1)$ degrees of freedom. The variance $s_{fact.}^2$ is compared with the mean square for an error s_e^2 of $v_2 = (q - 3) \cdot (q - 1)$ degrees of freedom, being the evaluation of the random factor σ_e^2 . The effect is regarded as significant, if the empirical ratio $F_{emp} = s_{fact.}^2 / s_e^2$ exceeds the critical value F_{α, v_1, v_2} determined for a selected significance level α and that of the number of degrees of freedom of the numerator v_1 and denominator v_2 . The results of analysis of variance for mass loss of samples y_1 are shown in Table 2. The critical value for the level $\alpha = 0.05$ and the number of degrees of freedom of numerator $v_1 = 4$ and denominator $v_2 = 8$ was read from statistical table, $F_{0,05,4,8} = 3.84$.

On the basis of inequality $F_{emp}(A) = 0.7693 < 3.84$ and $F_{emp}(C) = 2.2087 < 3.84$ on the level of $\alpha = 0.05$ there is no reason to reject the null hypothesis H_0 on the lack of statistically significant effect of factor A (size of sample edge) and factor C (residence time of samples in freezing chamber) on mass loss of samples y_1 . However, since $F_{emp}(B) = 4.3369 > 3.84$ and $F_{emp}(D) = 12.9137 > 3.84$, there is a reason to reject the hypothesis H_0 on the significance level $\alpha = 0.05$ and to conclude that freezing temperature (factor B) and the number of freezing and thawing cycles (factor D) have a significant influence on the investigated value y_1 . For statistically significant factors B and D the mean values \bar{y}_{1j} ($j = 1, 2, \dots, q$) were calculated and compared using Newman–Keuls least significant difference (LSD^{NK}):

$$LSD^{NK} = T_{\alpha, v, k} \sqrt{\frac{s_e^2}{q}} \quad [5]$$

where:

$T_{\alpha, v, k}$ – critical value of Studentized distribution on significance level α and degrees of freedom v for mean squared error s_e^2 and number of compared means k ,

q – number of samples employed for the calculation of mean value \bar{y}_{1j} (size of Graeco–Latin square).

For the selected significance level $\alpha = 0.05$ at $q = 5$, $v = 8$ and $s_e^2 = 6.4754$ (see Table 2), $T_{0,05,8,k}$ was read from Studentized distribution table and LSD^{NK} was calculated [5].

| k | $T_{0,05,8,k}$ | NIR^{NK} |
|---|----------------|------------|
| 2 | 3,261 | 3,711 |
| 3 | 4,041 | 4,599 |
| 4 | 4,529 | 5,154 |
| 5 | 4,886 | 5,560 |

Tablica 3 / Table 3

ANALIZA WARIANCJI [4] WYNIKÓW Z TABLICY 1 OBEJMUJĄCA UBYTEK MASY PRÓBEK, y_2 (kg/m²)

ANALYSIS OF VARIANCE [4] OF RESULTS FROM TABLE 1 INCLUDING MASS LOSS OF SAMPLES, y_2 (kg/m²)

| Źródła zmienności Sources of variability | Sumy kwadratów Sum of squares | Stopnie swobody Degrees of freedom | Średnie kwadraty Mean squares | F _{emp} |
|---|----------------------------------|---------------------------------------|----------------------------------|------------------|
| A | 2,194 | 4 | | 7,521 |
| B | 1,663 | 4 | 0,549 | 5,699 |
| C | 1,016 | 4 | 0,416 | 3,479 |
| D | 3,055 | 4 | 0,254 | 10,466 |
| Błąd/Error | 0,583 | 8 | 0,764 | |
| Całkowita/Total | 8,511 | 24 | 0,073 | |

Odchylenie średnich od tej prostej należy traktować jako losowe, gdyż stosunek średniego kwadratu tych odchyżeń $s_o^2 = 1,3775$ ($\nu = 4$) do średniego kwadratu błędu średniego $\bar{s}_e^2 = 6,4754 / 5 = 1,295$ ($\nu = 8$) przy $\alpha = 0,05$ nie przekracza wartości krytycznej $F_{0,05;4;8} = 3,84$. Słuszność wzoru [6] świadczy o tym, że proces kumulowania uszkodzeń nie wyszedł poza granice pierwszej fazy i maksymalna liczba cykli $N = 25$ przyjęta w badaniach nie przekroczyła wartości krytycznej.

Analizę wariancji przeprowadzono również dla drugiego wskaźnika ubytku masy y_2 , obliczonego ze wzoru [3], podanego w tabelicy 1. Wyniki tej analizy zamieszczono w tabelicy 3. Przedstawione wartości F_{emp} dla czynników A, B, D przy $\alpha = 0,05$ przekraczają wartość krytyczną $F_{0,05;4;8} = 3,84$, w przeciwieństwie do czynnika C. To oznacza, że wpływ czynników A, B i D na ubytek masy próbek jest istotny. Takiego wniosku nie można wyciągnąć w odniesieniu do czynnika C.

Porównanie wartości średnich \bar{y}_2 z zastosowaniem NIR^{NK} dla czynników B i D prowadzi do wniosków₇ (brak przecinka) analogicznych do uzyskanych przy porównywaniu średnich \bar{y}_1 . Dlatego rozpatrzmy średnie wartości \bar{y}_2 tylko dla poziomów czynnika A (rozmiar próbek) uznanego za statystycznie istotny. Mamy następujący szereg średnich:

| A_i , cm | $A_1 = 2,5$ | $A_2 = 5,0$ | $A_3 = 7,5$ | $A_4 = 10,0$ | $A_5 = 12,5$ |
|------------------------------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| \bar{y}_{2i} , kg/m ² | 0,2878 | 0,528 | 0,8140 | 0,8180 | 1,1634 |

W oparciu o zależność NIR^{NK} [5] przy $\alpha = 0,05$ ustalono, że trzy różnice tych średnich są statystycznie istotne. Równocześnie uzyskany szereg wykazuje, że wzrost masy (objętości) geometrycznie podobnych próbek o stałej gęstości pozornej powoduje wzrost ubytku masy z jednostki powierzchni. Ta zależność może być opisana wzorem:

$$\hat{y}_2 = 0,0963A \quad [7]$$

Średni kwadrat odchyżeń danych doświadczalnych od modelu [7] $s_o^2 = 0,00882$ nie przekracza średniego kwadratu błędu średniego $\bar{s}_e^2 = 0,073 / 5 = 0,0146$. To świadczy o zgodności prostolinowego modelu [7] z danymi doświadczalnymi.

Należy podkreślić, że wykorzystując ubytek masy y_1 potwierdzono statystycznie istotny wpływ czynnika A, dlatego wykonano dodat-

While writing the compared means in increasing sequence, we obtain the following values for the factor B (freezing temperature):

| B_j , °C | $B_3 = -15$ | $B_4 = -20$ | $B_2 = -10$ | $B_5 = -25$ | $B_1 = -5$ |
|--------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|------------|
| \bar{y}_{1j} , % | 5,32 | 6,10 | 6,70 | 8,42 | 11,28 |

On the level $\alpha = 0.05$ we have three statistically significant differences of means:

$$\begin{aligned} \bar{y}_{11} - \bar{y}_{13} &= 11,28 - 5,32 = 5,96 > NIR^{NK}(k = 5) = 5,56; \\ \bar{y}_{11} - \bar{y}_{14} &= 11,28 - 6,10 = 5,18 > NIR^{NK}(k = 4) = 5,154; \\ \bar{y}_1 - \bar{y}_{12} &= 11,28 - 6,70 = 4,58 > NIR^{NK}(k = 3) = 4,399. \end{aligned}$$

This indicates that the mean value of mass loss of samples \bar{y}_1 at -5°C significantly exceeds mass loss values at -10 , -15 and -20°C . Such an effect was not expected.

For the second significant factor D (the number of freezing-thawing cycles) we have the following series:

| D_i , °C | $D_1 = 5$ | $D_2 = 10$ | $D_3 = 15$ | $D_4 = 20$ | $D_5 = 25$ |
|--------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|
| \bar{y}_{1i} , % | 2,52 | 5,80 | 5,94 | 11,50 | 12,06 |

A comparison of the above means by using LSD^{NK} showed that on level $\alpha = 0.05$ six differences have to be regarded as statistically significant and they confirm the known effect of increase in mass loss \bar{y}_1 with the rise in number of freezing-thawing cycles. Subsequent 10 cycles resulted in a statistically significant increase in mass loss. The analyzed means are well described by the linear relationship:

$$\hat{y}_1 = 0,504D. \quad [6]$$

Deviation of the means from the straight line should be considered as a random effect, because the ratio of mean square of these deviations $s_o^2 = 1.3775$ ($\nu = 4$) and mean squared error $\bar{s}_e^2 = 6.4754 / 5 = 1.295$ ($\nu = 8$) at $\alpha = 0.05$ does not exceed the critical value $F_{0,05;4;8} = 3.84$. The rightness of the relationship [6] proves that the process of damage accumulation did not reach beyond the first phase limits and the maximum number of cycles $N=25$ taken in the study did not exceed the critical value.

Analysis of variance was also performed for the second indicator of mass loss y_2 (see Table 1), calculated from formula [3]. The results

kowy eksperyment porównawczy, którego wyniki zostaną przedstawione w dalszej części pracy.

3.2. Analiza regresji

Analiza regresji danych doświadczalnych z tablicy 1 ma na celu ocenę możliwych interakcji badanych czynników. Ich brak potwierdziłoby poprawność przyjętego modelu analizy wariancji z zastosowaniem wzoru [4].

Przy przeprowadzaniu analizy regresji wskazane jest stosowanie wartości kodowanych czynników ($-1 \leq x \leq +1$). Wartość kodowaną czynników x obliczono ze wzorów:

$$x_1 = \frac{2(A_i - A_3)}{A_5 - A_1}; x_2 = \frac{2(B_j - B_3)}{B_5 - B_1}; x_3 = \frac{2(C_k - C_3)}{C_5 - C_1}; x_4 = \frac{2(D_l - D_3)}{D_5 - D_1};$$

(i,j,k,l=1,2,...,5) [8]

Łatwo sprawdzić, że przy wybranych poziomach czynników A, B, C i D ich kodowane wartości będą się zmieniać od -1 (poziom dolny) do +1 (poziom górny). Analiza średnich pokazała, że wyniki y_1 i y_2 (patrz tablica 1) można przedstawiać jako wielomiany drugiego stopnia, uwzględniające liniowy i kwadratowy wpływ badanych czynników oraz interakcje pierwszego rzędu.

Po przeprowadzeniu analizy regresji i wyłączeniu współczynników nieistotnych przy $\alpha=0,05$ uzyskano równania regresji dla czynników kodowanych, które adekwatnie opisują wyniki eksperymentu przedstawione w tablicy 1:

$$\hat{y}_1 = 5,284 + 4,560x_2^2 - 4,956x_4 \quad [9]$$

$$\hat{y}_2 = 0,4287 + 0,4084x_1 + 0,5872x_2^2 - 0,3610x_4 - 0,3146x_1x_3 + 0,3556x_1x_4 \quad [10]$$

Z równania [9] wynika, że wśród analizowanych czynników statystycznie istotny wpływ na ubytek masy y_1 ma tylko temperatura zamrażania x_2 wykazująca wpływ kwadratowy $b_{22} = 4,560$ oraz liczba cykli zamrażania i rozmrażania x_4 o wpływie liniowym $b_4 = -4,956$. To potwierdza w pełni wynik analizy wariancji i przyjęte założenie o braku nieistotności wpływu interakcji czynników.

Jak pokazuje równanie [10], przy pomiarze utraty masy z zastosowaniem wskaźnika y_2 analiza regresji danych z tablicy 1 pokazuje dwa efekty interakcji dwóch par czynników $b_{13} = -0,3146$ oraz $b_{14} = 0,3556$. To oznacza, że wpływ czynnika x_3 (czas zamrażania) i wpływ czynnika x_4 (liczba cykli) zależy od poziomu, na którym znajduje się czynnik x_1 (wielkość próbek). Przy uwzględnieniu tych interakcji można zauważyć, że dla najmniejszych próbek ($x_1 = -1$) zwiększenie ubytku masy y_2 ze wzrostem liczby cykli jest nieistotne, jednak zwiększenie czasu zamrażania x_3 powoduje przyrost utraty masy. W przypadku największych próbek ($x_1 = +1$) zwiększenie ubytku masy y_2 ze wzrostem liczby cykli jest maksymalne, a zwiększenie czasu zamrażania x_3 wręcz przeciwnie, zmniejsza ubytek masy. W związku z tym w zależności od definicji ubytku masy funkcja trendu ma różną postać.

of this analysis are given in Table 3. Values of F_{emp} for factors A, B, D at $\alpha = 0.05$ exceed the critical value $F_{0,05;4;8} = 3.84$, in contradiction to the factor C (Table 3). This means that the influence of factors A, B and D on mass loss of samples is significant. Such a conclusion cannot be drawn as in the case of the factor C.

A comparison of mean values \bar{y}_2 by using LSD^{NK} for factors B and D leads to conclusions that are analogous to those drawn while comparing the means \bar{y}_1 . This is why we will consider mean values \bar{y}_2 only for levels of factor A (size of samples) that appeared to be statistically significant. We have a series of means as follows:

| $A_i, \text{ cm}$ | $A_1 = 2,5$ | $A_2 = 5,0$ | $A_3 = 7,5$ | $A_4 = 10,0$ | $A_5 = 12,5$ |
|--------------------------------|-------------|-------------|-------------|--------------|--------------|
| $\bar{y}_{2i}, \text{ kg/m}^2$ | 0,2878 | 0,528 | 0,8140 | 0,8180 | 1,1634 |

On the basis of LSD^{NK} [5] at $\alpha = 0.05$ it has been established that three differences of the above means are statistically significant. Moreover, the obtained series shows that an increase in mass (volume) of geometrically similar samples of the constant apparent density results in an increase of mass loss per surface area unit. Such a relationship can be described by the formula:

$$\hat{y}_2 = 0,0963A \quad [7]$$

The mean square of deviations of experimental data from the model [7] $s_o^2 = 0.00882$ does not exceed mean squared error $\bar{s}_e^2 = 0.073/5 = 0.0146$. This points to the agreement between the straight-line model [7] and the experimental data.

It should be emphasized that statistically significant effect of the factor A was confirmed on the basis of mass loss y_1 and for this reason an additional comparative experiment was carried out. Results of the experiment will be presented in the further part of our study.

3.2. Regression analysis

The regression analysis of experimental data given in Table 1 was aimed at evaluating possible interactions of factors investigated. The lack of the interactions would confirm correctness of the assumed model of analysis of variance with the application of formula [4].

While performing regression analysis it is recommended to apply values of encoded factors ($-1 \leq x \leq +1$). The encoded value of factors x was calculated from the formulae:

$$x_1 = \frac{2(A_i - A_3)}{A_5 - A_1}; x_2 = \frac{2(B_j - B_3)}{B_5 - B_1}; x_3 = \frac{2(C_k - C_3)}{C_5 - C_1}; x_4 = \frac{2(D_l - D_3)}{D_5 - D_1};$$

(i,j,k,l=1,2,...,5) [8]

It is easy to find that at selected levels of factors A, B, C and D their encoded values will change from -1 (bottom level) to +1 (upper level). Analysis of means has shown that results y_1 and y_2 (see Table 1) can be presented as quadratic polynomials that take into account linear and quadratic effect of investigated factors and first-order interactions.

Wyniki analizy wariancji i regresji danych doświadczalnych pokazują, że największy wpływ na ubytek masy mają początkowe stadia zamrażania.

4. Sprawdzenie wpływu temperatury zamrażania i wielkości próbek

W celu sprawdzenia wpływu zmniejszenia temperatury zamrażania z -5 do -15°C na ubytek masy przeprowadzono dodatkowe doświadczenie na próbkach o jednakowych wymiarach. Zastosowano próbki kostkowe o długości krawędzi około 8 cm, które wycięto z bloczków betonu komórkowego o średniej gęstości 552 kg/m³. Po nasyceniu wodą pierwszą serię próbek ($n_1 = 5$) zamrażano w temperaturze -5°C, a drugą serię ($n_2 = 4$) w temperaturze -15°C. Czas zamrażania był taki sam i wynosił 6 godzin. Ubytek masy próbek sprawdzano po każdym cyklu zamrażania i rozmrażania. Przeprowadzono tylko 15 cykli, gdyż na dwóch próbkach (po jednej z obu serii) po 13 cyklu pojawiły się oznaki przejścia z pierwszego, powolnego etapu kumulowania uszkodzeń, do lawinowego. Ostatecznie uzyskane wartości ubytku masy porównywano po 12 cyklu zamrażania i rozmrażania. Z punktu widzenia planu eksperymentu przedstawionego w tablicy 1, przyjęte w tym doświadczeniu rozmiary próbek, czas przetrzymywania w komorze zamrażającej oraz temperatura zamrażania odpowiadają środkowi tego planu.

Wyniki tego doświadczenia przedstawiono w tablicy 4. Wynika z nich, że gęstość pozorna i nasiąkliwości próbek różnią się znacznie. Wahania gęstości i nasiąkliwości próbek wyciętych z różnych części bloczków betonu komórkowego można wytłumaczyć niejednorodnością struktury porowatości tego kompozytu. Takie wahania utrudniają ocenę wpływu temperatury, w związku z tym należało ograniczyć niejednorodność próbek. Analiza korelacji pokazuje, że wartości gęstości pozornej i nasiąkliwości korelują z ubytkiem masy.

Tablica 4 / Table 4

UBYTEK MASY PRÓBEK KOSTKOWYCH y_1 i y_2 O BOKU A, GĘSTOŚCI POZORNEJ ρ I NASIĄKLIWOŚCI N PO 12 CYKLACH ZAMRAŻANIA I ROZMRAŻANIA W TEMPERATURZE ZAMRAŻANIA -5°C I -15°C
MASS LOSS OF CUBE SAMPLES y_1 AND y_2 OF EDGE A, APPARENT DENSITY ρ AND ABSORBABILITY N AFTER 12 FREEZING-THAWING CYCLES AT FREEZING TEMPERATURES OF -5°C AND -15°C

| A mm | ρ kg/m ³ | N % wag. | y_1 % | y_2 kg/m ² |
|---|-----------------------------|-------------|------------|----------------------------|
| Temperatura zamrażania/Freezing temperature $t_1 = -5^\circ\text{C}$ | | | | |
| 77 | 540 | 64,1 | 12,7 | 0,878 |
| 77 | 549 | 63,6 | 17,3 | 1,211 |
| 78 | 516 | 72,2 | 30,8 | 2,066 |
| 77 | 608 | 53,0 | 0,7 | 0,055 |
| 78 | 544 | 60,1 | 6,9 | 0,485 |
| Temperatura zamrażania/Freezing temperature $t_2 = -15^\circ\text{C}$ | | | | |
| 77 | 556 | 63,4 | 8,6 | 0,616 |
| 78 | 530 | 68,8 | 14,7 | 1,015 |
| 77 | 533 | 75,1 | 26,8 | 1,838 |
| 77 | 607 | 57,0 | 2,7 | 0,211 |

After performing the regression analysis and neglecting coefficients insignificant at $\alpha = 0.05$, regression equations were obtained for encoded factors. The equations adequately describe results of experiment shown in Table 1:

$$\hat{y}_1 = 5,284 + 4,560x_2^2 - 4,956x_4 \quad [9]$$

$$\hat{y}_2 = 0,4287 + 0,4084x_1 + 0,5872x_2^2 - 0,3610x_4 - 0,3146x_1x_3 + 0,3556x_1x_4 \quad [10]$$

It results from equation [9] that from among analyzed factors a statistically significant influence on mass loss y_1 is exerted only by freezing temperature x_2 that has quadratic effect $b_{22} = 4.560$ and number of freezing-thawing cycles x_4 that has linear effect $b_4 = -4.956$. This fully confirms the result of analysis of variance and the assumption of the lack of insignificance of the effect of interaction of factors.

It results from equation [10] that when mass loss is measured with the use of the indicator y_2 , the regression analysis of data from Table 1 shows two effects of interaction of two pairs of factors $b_{13} = -0.3146$ and $b_{14} = 0.3556$. This means that the effect of factor x_3 (freezing time) and the effect of factor x_4 (number of cycles) depend on level on which the factor x_1 (sample size) is located. While taking into account these interactions it can be noticed that for the smallest samples ($x_1 = -1$) an increase in mass loss y_2 with increasing number of cycles is insignificant, however, an increase in freezing time x_3 results in a rise in mass loss. In the case of the largest samples ($x_1 = +1$), the rise in mass loss y_2 with increasing number of cycles is maximal. On the contrary, an extension of freezing time x_3 reduces the mass loss. Due to this fact, the function of trend has different shape depending on mass loss definition.

Results of the analysis of variance and the regression analysis of experimental data show that initial stages of freezing have the greatest effect on mass loss.

4. Verification of the effect of freezing temperature and sample size

In order to check the influence of a decrease in freezing temperature from -5 to -15°C on mass loss an additional experiment was carried out using samples of the same size. Cube samples of 8 cm edges, cut out from cellular concrete blocks of average density of 552 kg/m³ were used in the experiment. After soaking in water, the first series of samples ($n_1 = 5$) was frozen at -5°C and the second one ($n_2 = 4$) at -15°C. Freezing time was the same for both series and it was 6 hours. Mass loss was checked after each freezing-thawing cycle. Only 15 cycles were carried out, because in two samples (one from each series) symptoms of transition from the first slow stage of damage accumulation to the avalanche one appeared after the thirteenth cycle. This is why the obtained values of mass loss were compared after the 12th freezing-thawing cycle. From the viewpoint of the experiment plan presented in

W przypadku pierwszej serii próbek zamrażanych w temperaturze -5°C współczynniki korelacji pomiędzy czynnikami N i y_1 wynoszą $r_{Ny1} = 0,972$, a pomiędzy N i y_2 $r_{Ny2} = 0,973$. W przypadku drugiej serii próbek zamrażanych w temperaturze -15°C współczynniki te wynoszą: $r_{Ny1} = 0,990$ i $r_{Ny2} = 0,983$. Duże wartości współczynników korelacji świadczą o tym, że dane doświadczalne dobrze opisuje prostoliniowa zależność $\hat{y} = b_0 + b_1N$.

Analiza wyników z tablicy 2 w oparciu o metodę najmniejszych kwadratów prowadzi do regresji prostoliniowej. Dla pierwszej serii próbek ($t_1 = -5^{\circ}\text{C}$) mamy:

$$\hat{y}_{1t_1} = -85.79 + 1.589N \quad [11]$$

$$\hat{y}_{2t_1} = -5.7212 + 0.1064N \quad [12]$$

W przypadku drugiej serii próbek ($t_2 = -15^{\circ}\text{C}$) otrzymujemy równania:

$$\hat{y}_{1t_2} = -73.63 + 1.314N \quad [13]$$

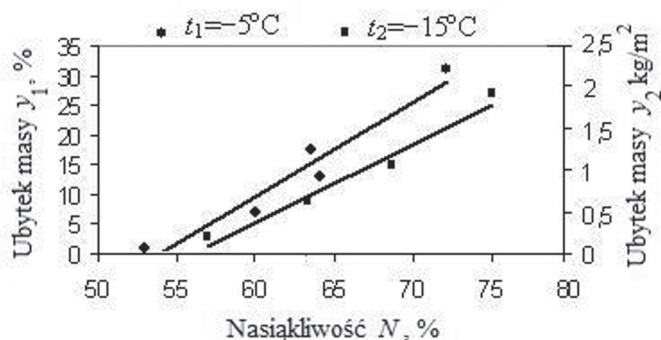
$$\hat{y}_{2t_2} = -4.9291 + 0.0885N \quad [14]$$

Zależności te przedstawione na rysunku 2, prowadzą do wniosku, że w przypadku próbek o jednakowej nasiąkliwości zmniejszenie temperatury zamrażania z $t_1 = -5^{\circ}\text{C}$ do $t_2 = -15^{\circ}\text{C}$ powoduje zmniejszenie ubytku masy y_1 i y_2 . Dla weryfikacji statystycznej istotności tego wpływu wykonano analizę reszt $e_i = y_i - \hat{y}_i$ określających odchylenie danych doświadczalnych y_i od linii regresji otrzymanej na podstawie tych danych.

Przy rozpatrywaniu rysunku 2 można zauważyć, że między wartościami e_i i \hat{y}_i nie ma jawnej zależności. To pozwoli założyć, że wariancje σ_1^2 i σ_2^2 zmiennych losowych y_1 i y_2 nie zależą od wartości tych wielkości.

Do oceny σ_1^2 zmiennej losowej y_1 zastosowano średni kwadrat $s_{y_1}^2$ obliczony na podstawie danych pierwszej ($n_1 = 5$) i drugiej ($n_2 = 4$) serii próbek:

$$s_{y_1}^2 = \left(\sum_{i=1}^{n_1} e_i^2 + \sum_{i=1}^{n_2} e_i^2 \right) / (n_1 + n_2 - 4) = 7,706$$



Rys. 2. Zależność ubytku masy próbek y_1 i y_2 od nasiąkliwości i temperatury zamrażania

Fig. 2. The dependence of mass loss y_1 and y_2 on absorbability and freezing temperature

Table 1, residence time in the freezing chamber and the freezing temperature correspond to the middle of the plan.

Results of the experiment are given in Table 4. They show that apparent density and absorbability of samples differ to a considerable extent. Fluctuations of density and absorbability of samples cut out from different parts of cellular concrete blocks can be explained by inhomogeneity of porous structure of this composite. Such fluctuations make the evaluation of temperature effect difficult, therefore it was necessary to reduce inhomogeneity of samples. The correlation analysis has shown that values of apparent density and absorbability correlate with mass loss.

In the case of the first series of samples frozen at -5°C , the correlation coefficients between factors N and y_1 are $r_{Ny1} = 0,972$, and between N and y_2 $r_{Ny2} = 0,973$. In the case of the second series of samples frozen at -15°C the coefficients are $r_{Ny1} = 0,990$ and $r_{Ny2} = 0,983$. High values of correlation coefficients prove that the experimental data are well described by the straight-line dependence $\hat{y} = b_0 + b_1N$.

Analysis of the results presented in Table 2, based on the method of least squares, leads to straight line regression. For the first series of samples ($t_1 = -5^{\circ}\text{C}$) we have:

$$\hat{y}_{1t_1} = -85.79 + 1.589N \quad [11]$$

$$\hat{y}_{2t_1} = -5.7212 + 0.1064N \quad [12]$$

In the case of the second series of samples ($t_2 = -15^{\circ}\text{C}$) we obtain the following equations:

$$\hat{y}_{1t_2} = -73.63 + 1.314N \quad [13]$$

$$\hat{y}_{2t_2} = -4.9291 + 0.0885N \quad [14]$$

The above relationships, presented in Fig. 2, lead to the conclusion that in the case of samples of the same absorbability, a decrease in freezing temperature from $t_1 = -5^{\circ}\text{C}$ to $t_2 = -15^{\circ}\text{C}$ results in a reduction in mass loss y_1 and y_2 . To verify statistical significance of the above effect, an analysis of residuals $e_i = y_i - \hat{y}_i$ was carried out, which determined the deviation of experimental data y_i from regression line obtained on the basis of these data.

When analyzing Fig. 2, it can be noticed that there is no blatant dependence between the values e_i and \hat{y}_i . This enables us to assume that variances σ_1^2 and σ_2^2 of random variables y_1 and y_2 do not depend on values of these parameters.

To evaluate σ_1^2 of random variable y_1 , mean square $s_{y_1}^2$ calculated on the basis of data for the first ($n_1 = 5$) and the second ($n_2 = 4$) series of samples was applied:

$$s_{y_1}^2 = \left(\sum_{i=1}^{n_1} e_i^2 + \sum_{i=1}^{n_2} e_i^2 \right) / (n_1 + n_2 - 4) = 7.706$$

o stopniach swobody $\nu = n_1 + n_2 - 4 = 5$. Taka sama ocena parametru σ_2^2 zmiennej losowej y_2 daje wynik $s_{y_2}^2 = 0,03447$ o stopniu swobody $\nu = 5$. Następnie w przypadku średniej nasiąkliwości $N = 64\%$ na podstawie równań [11] i [13] obliczono parę wartości $\hat{y}_{1t_1} = 15,906$ i $\hat{y}_{1t_2} = 10,466$, a na podstawie równań [12] i [14] wyznaczono parę wartości $\hat{y}_{2t_1} = 1,0884$ i $\hat{y}_{2t_2} = 0,7362$. Dla sprawdzenia istotności różnic wartości dla każdej z tych par obliczono statystyki

$$t_1 = \frac{\hat{y}_{1t_1} - \hat{y}_{1t_2}}{\sqrt{s_{y_1}^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} = 2,922 \quad \text{i} \quad t_2 = \frac{\hat{y}_{2t_1} - \hat{y}_{2t_2}}{\sqrt{s_{y_2}^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} = 2,829$$

które mają rozkład t -Studenta o stopniach swobody $\nu = 5$. Dla wybranego poziomu istotności $\alpha = 0,05$ w tablicy t -Studenta znaleziono wartość krytyczną $t_{0,05;5} = 2,57$. Jest ona mniejsza od wartości weryfikowanych statystyk. Pozwala to na stwierdzenie, że wpływ temperatury zamrażania jest statystycznie istotny, co potwierdza wcześniejszy wniosek, że obniżenie temperatury z -5 do -15°C powoduje zmniejszenie wskaźników ubytku masy y_1 i y_2 .

5. Podsumowanie

Przeprowadzono badania odporności na mróz betonu komórkowego na próbkach sześciennych o różnej wielkości. Warunki zamrażania różniły się temperaturą i czasem przetrzymywania próbek. Ponadto zmieniano liczbę cykli zamrażania i rozmrażania, przy czym maksymalną liczbę cykli wybrano w taki sposób, żeby początkowy, względnie powolny proces wzrostu uszkodzeń wyrażony ubytkiem masy nie przechodził w lawinowy. W wyniku analizy statystycznej uzyskanych danych doświadczalnych ustalono, że w rozpatrywanej czteroczynnikowej przestrzeni procentowy ubytek masy y_1 zależy tylko od temperatury zamrażania i liczby cykli zamrażania i rozmrażania. Analiza danych doświadczalnych pokazała, że największy wpływ na ubytek masy ma początek zamrażania. Po 2 godzinach zamrażania w stałej temperaturze praktycznie nie występuje dalszy ubytek masy. Największy ubytek masy występuje w temperaturze -5°C , a nie w -15°C lub -20°C , jak wcześniej oczekiwano.

Literatura / References

1. C. Watała, Jak skutecznie wykorzystywać metody statystyczne w planowaniu i przeprowadzaniu eksperymentu naukowego?, s. 5, StatSoft Polska 2005.
2. R. Zieliński, W. Zieliński, Podręczne tablice statystyczne. WNT. Warszawa 1987.
3. H.D. Everett, Thermodynamics of frost damage to porous solids. Trans. Farad. Soc., 57, s. 1541 (1961).
4. A. S. Sadunas, R. A. Šaučūlis, Morozostojkost' stenovych keramičnih izdeli i skorostnyje metody eë opredeleniã. VNIIESM 1979.
5. J. M. Hynes, Frost action as capillary effect. Trans. Brit. Ceram. Soc. Nr 11, 1964.
6. J. H. Van der Velden, Wasserabsorption vor Baukeramik. Ziegelind. Intern., Nr 12, 1981.
7. M. J. Setzer, Micro-ice-lens formation in porous solid. Journal of colloid and interface science. 243, s. 193 (2001).
8. A. P. Merkin, G. A. Fokin, Ocenka morozostojkosti betonov, Rabotospособnost' kompozicionnyh stroitel'nyh materialov v usloviah vozdeistij različných ekspluatacionnyh faktorov: Mežvuz. Sb. KHTI-Kazan', s. 19, 1982.

(degrees of freedom $\nu = n_1 + n_2 - 4 = 5$). The same evaluation of parameter σ_2^2 of random variable y_2 gives the result $s_{y_2}^2 = 0,03447$ with the degree of freedom $\nu=5$. Then, in the case of mean absorbability $N=64\%$ a pair of values $\hat{y}_{1t_1} = 15,906$ and $\hat{y}_{1t_2} = 10,466$ was calculated on the basis of equations [11] and [13], whereas on the basis of equations [12] and [14] a pair of values $\hat{y}_{2t_1} = 1,0884$ and $\hat{y}_{2t_2} = 0,7362$ was determined. To check the significance of the difference of values for each of these pairs, statistics were calculated

$$t_1 = \frac{\hat{y}_{1t_1} - \hat{y}_{1t_2}}{\sqrt{s_{y_1}^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} = 2,922 \quad \text{and} \quad t_2 = \frac{\hat{y}_{2t_1} - \hat{y}_{2t_2}}{\sqrt{s_{y_2}^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}} = 2,829$$

that have t -Student distribution of degrees of freedom $\nu = 5$. For a selected significance level $\alpha = 0.05$ the critical value $t_{0,05;5} = 2.57$ was found in t -Student table. It is smaller from the values of statistics verified. This permits to establish that the effect of freezing temperature is statistically significant, thus confirming our earlier conclusion that a decrease in temperature from -5 to -15°C results in a reduction in mass loss indicators y_1 and y_2 .

5. Summary

The research analyzed the resistance of cellular concrete to frost using cube samples of different size. Freezing conditions differed in temperature and residence time of samples in the freezing chamber. Moreover, the number of freezing-thawing cycles was varied and the maximum number of cycles was selected in the way which prevented the transition from initial relatively slow process of damage accumulation (expressed by mass loss) to the avalanche process. As a result of statistical analysis of the obtained experimental data, it was established that in the considered four-factor space the percent mass loss y_1 depends only on freezing temperature and number of freezing-thawing cycles. The analysis of experimental data has shown that the greatest influence on mass loss has the initial stage of freezing. After 2 hours of freezing at a constant temperature no further mass loss is observed in practice. The greatest mass loss occurs at -5°C , and not at -15°C or -20°C , as it was expected previously.