

## Kalorymetria – narzędzie informacyjne w erze cyfrowej technologii betonu. Stan obecny i perspektywy

## Calorimetry – an informative tool of digital era concrete technology. Current state and prospects

Aleksandr Usherov-Marshak<sup>1</sup>, Ivan Mikheev<sup>2</sup>, Pavlo Kryvenko<sup>3,\*</sup>, Danute Vaiciukyniene<sup>4</sup>

<sup>1</sup>O.M. Beketov National University of Urban Economy, Kharkiv, Ukraine

<sup>2</sup>Simon Kuznets Kharkiv National University of Economics, Kharkiv, Ukraine

<sup>3</sup>Kyiv National University of Construction and Architecture, Kyiv, Ukraine

<sup>4</sup>Kaunas University of Technology, Kaunas, Lithuania

\*corresponding author: P. Kryvenko, e-mail: [pavlo.kryvenko@gmail.com](mailto:pavlo.kryvenko@gmail.com)

### Streszczenie

Przeprowadzono analizę aktualnych trendów w technologii betonu. Możliwość zintegrowania metod cyfrowych w system „skład-struktura-proces-właściwości-funkcje” została ustalona na podstawie fundamentalnych zasad nauki. Dyskusja koncentruje się na roli funkcjonalno-kinetycznego monitorowania danych o wydzielaniu ciepła, które służy jako nośnik informacji technologicznej o reaktywności, kierunkowości, intensywności i kompletności przebiegu różnych termodynamicznie uzasadnionych procesów w trakcie hydratacji. Potwierdzono skuteczność wykorzystania danych kalorymetrycznych do oceny oddziaływań poszczególnych czynników podczas projektowania składu i kontroli procesu dojrzewania. Ponadto badano skuteczność proponowanego podejścia funkcjonalno-kinetycznego w rozwiązywaniu problemów technologicznych za pomocą adaptacyjnych [samoregulujących] algorytmów monitorowania kalorymetrycznego. Zaproponowano metody cyfryzacji informacji kalorymetrycznych, która polega na przekształcaniu analogowych zależności termokinetycznych i/lub temperaturowych na format cyfrowy w czasie rzeczywistym.

**Słowa kluczowe:** beton, cement, proces utwardzania, wydzielanie ciepła, algorytm adaptacyjny

### Summary

An analysis of current trends in concrete technology has been conducted. The feasibility of integrating digital methods into the “composition-structure-process-properties-functions” system has been established on the basis of fundamental concrete science principles. The discussion focusses on the role of functional-kinetic monitoring of heat evolution data, which serves as a carrier of technological information about the reactivity, directionality, intensity, and completeness of the progression of various thermodynamically substantiated spontaneous hardening reactions. The efficacy of using calorimetric data to evaluate the interaction parameters of functionally integrated components during the design of concrete compositions and the operational control of hardening regimes has been confirmed. In addition, the effectiveness of the suggested functional-kinetic approach in addressing technological challenges through adaptive [self-adjusting] algorithms for calorimetric monitoring is explored. Methods for digitising calorimetric information, which involves converting analogue thermokinetic and/or temperature dependencies into a digital format in real time, are also proposed.

**Keywords:** concrete, cement, hardening process, heat evolution, adaptive algorithm

### 1. Wprowadzenie

Obecny stan rozwoju technologii betonu – podstawowego budulca ludzkości – charakteryzuje się złożonym składem i zwiększoną funkcjonalnością na etapie technologicznym i eksploatacyjnym

### 1. Introduction

The current state of concrete technology development – the primary building material of humanity – is characterized by complex compositional construction and increased functionality at the

(1-4). Naukowe podejście do zadań technologicznych pogłębia się w obrębie systemu pojęciowo-kognitywnego inżynierii betonu „kompozycja-struktura-proces-właściwość-funkcja” (5-9). W tym kontekście istotne jest zbadanie sposobów dostarczania informacji w czasie rzeczywistym w oparciu o zasady cyfrowej technologii betonu.

Egzotermiczny charakter procesów utwardzania cementu i betonu (6, 8) z góry determinuje potencjał ciągłego monitorowania kalorymetrycznego w celu ilościowej oceny natężenia procesu i parametrów opisujących wydzielanie ciepła w formatach analogowych i cyfrowych. Celem jest opracowanie elementów cyfrowej technologii betonu w oparciu o dane kalorymetryczne dotyczące wydzielania ciepła cementu i betonu w formatach analogowych i cyfrowych.

Cele główne:

- sformułować podstawowe zasady cyfrowej technologii betonu w ramach systemu kognitywnego „kompozycja-struktura-proces-właściwość-funkcja”,
- określenie możliwości kalorymetrii w cyfrowej technologii betonu,
- udowodnienie koncepcji funkcjonalno-kinetycznego monitorowania procesów dojrzewania za pomocą trajektorii szybkości wydzielania ciepła,
- ocenić wykonalność zastosowania algorytmu adaptacyjnego do przetwarzania cyfrowych sygnałów dyskretnych monitorowania kalorymetrycznego,
- wdrożenie informacji kalorymetrycznych w celach badawczych i praktycznych w celu optymalizacji rozwiązań technologicznych.

## 2. Kognitywny system inżynierii betonu

Dialektyka nauki o betonie, w ramach kształtowania technologii chemicznej materiałów budowlanych, rozwijała się już od czasów starożytnych. Metodologia technologii opiera się na różnych metodach badań, monitorowania i kontroli z wykorzystaniem metod planowania eksperymentów, modelowania matematycznego, a obecnie cyfryzacji i sztucznej inteligencji (10-12).

Strukturę interdyscyplinarnego postrzegania technologii i nauki o betonie, z powodzeniem zaadaptowaną przez Van Damme’a w pracy przeglądowej (13), pokazano jako pięcioelementowy schemat na rys. 1.

Celem systemu kognitywnego [od łac. cognito – poznanie] jest proces podejmowania decyzji, a jego głównymi cechami są efektywność, algorytmiczność, zdolność adaptacji i wykonalność. Fundamentalne znaczenie ma uzupełnienie tradycyjnych schematów poznawczych w materiałoznawstwie o element o charakterze kinetycznym – funkcji opisującej dane zjawisko/proces. Z technologicznego punktu widzenia funkcja jest celem, ale w ujęciu fizykochemicznym jest to opis zjawiska, które zmienia się podczas reakcji hydratacji,

technological and operational stages (1-4). The scientific intensity of the technological tasks deepens within the conceptual-cognitive system of concrete science: “composition-structure-process-property-function” (5-9). In this context, exploring ways to provide real-time information based on the principles of digital concrete technology is relevant.

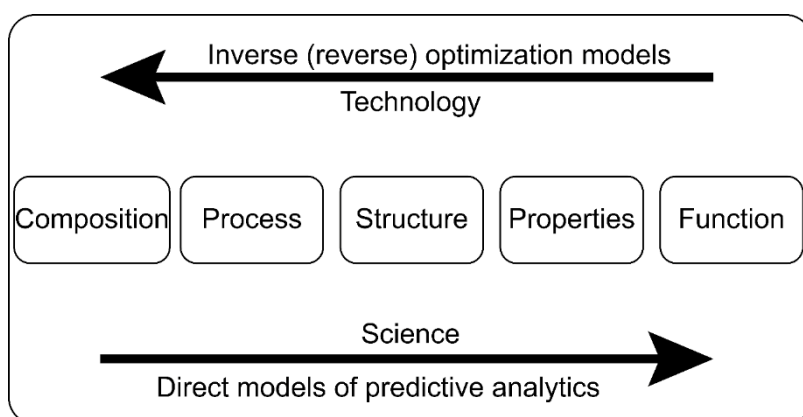
The exothermic nature of cement and concrete hardening processes (6, 8) predetermines the potential for continuous calorimetric monitoring to quantitatively assess the intensity and completeness of heat evolution parameters in analogue and digital formats. The goal is to develop elements of digital concrete technology based on calorimetric data about the heat evolution of cement and concrete in analogue and digital formats.

Main objectives:

- formulate the basic principles of digital concrete technology within the cognitive system “composition-structure-process-property-function”,
- determine the capabilities of calorimetry in digital concrete technology,
- prove the concept of functional-kinetic monitoring of hardening processes by the trajectories of heat evolution rate and completeness,
- evaluate the feasibility of using an adaptive algorithm for processing digital discrete signals of calorimetric monitoring,
- implement calorimetric information in research and practical purposes to optimize technological solutions.

## 2. Cognitive system of concrete science

The dialectic of concrete science, within the framework of forming chemical technology of building materials, has developed since ancient times. The concrete technology methodology is built upon various research, monitoring, and control methods using methods of experiment planning, mathematic modeling, and now, digitization and artificial intelligence (10-12). The structure of the cross-disciplinary system of concrete cognition, successfully adapted by Van Damme in the review (13), is represented by a five-element scheme [Fig. 1].



Rys. 1. Schemat układu kognitywnego nauki o betonie.

Fig.1. Cognitive system of concrete science.

gdy składniki wchodzi w interakcję. Zestaw określonych funkcji, które są płynnie realizowane podczas twardnienia betonu i jego użytkowania, można nazwać funkcjonalnością.

W wielu źródłach funkcjonalność jest reprezentowana przez angielski termin „performance” [wydajność, efektywność działania] z szeregiem interpretacji: produktywność, wykonanie, wydajność itp. (4). W tym przypadku cement i beton są postrzegane jako całość funkcjonalnie zintegrowanych składników, których właściwości zmieniają się w trakcie twardnienia i żywotności betonu. Dodatki-modyfikatory w cemencie i betonie zaliczane są do składników o największym potencjale funkcjonalnym. Wszelkie dodatki eksponują selektywność kinetyczną wpływającą na szybkość hydratacji, szczególnie istotną na początku oddziaływania, zmieniającą właściwości reologiczne i technologiczne mieszanin oraz zdolność do pełnienia funkcji - zachowania urabialności, wzrostu wytrzymałości itp. (2, 6).

Dane dotyczące ewolucji stanu twardniejącego cementu i betonu oraz ich zdolności do realizacji określonych funkcji pod wpływem czynników wewnętrznych i zewnętrznych stanowią podstawę informacji funkcjonalnej. Istotnym osiągnięciem naukowców jest próba powiązania różnych aspektów transformacji ewolucyjnych w systemach złożonych w ramach uniwersalnego „Prawa wzrostu informacji funkcjonalnej”, które opisuje ewolucję systemów i procesów złożonych, takich jak twardnienie betonu, poprzez priorytetową selekcję funkcji na podstawie danych termokinetycznych przedstawionych w postaci trajektorii analogowych. Specyfika zbioru procesów elementarnych, uzasadniona termodynamicznie, w znacznym stopniu determinuje wybór określonych funkcji.

### 3. Koncepcje technologiczne

Przez ponad stulecie koncepcja betonu o zdefiniowanych właściwościach [*Defined Properties Concrete*, DPC] odzwierciedlała ewolucyjny charakter rozwoju przemysłu betonowego. Jej podstawę stanowiło prawo D. Abramsa – prawo zależności wytrzymałości betonu od stosunku woda/cement (8).

Koncepcja betonu wysokowydajnego [z ang. *High-Performance Concrete*, HPC], charakteryzującego się wysokimi parametrami technologicznymi i eksploatacyjnymi (4), została zaproponowana przez kanadyjskiego naukowca P.-C. Aïtcina pod koniec XX wieku. Koncepcja ta uzyskała powszechne uznanie i została uzupełniona o ideę betonu o zdefiniowanych parametrach użytkowych [z ang. *Defined Performance Concrete*, DPC]. Obie interpretacje klasyfikują betony według poziomu ich funkcjonalności oraz zdolności do realizacji określonych funkcji w ramach różnorodnych zadań technologicznych.

Warto podkreślić, że zawartość dodatków pucolanowych lub hydraulicznych [z ang. *Supplementary Cementitious Materials*, SCM] w cemencie klinkierowym wzrosła do 30% lub więcej. Koncepcja współczynnika *k*, opisującego efektywność dodatków SCM [z ang. *k-value*] zakłada równoważność właściwości takich betonów – pod względem wytrzymałości, trwałości oraz odporności – z beto-

The purpose of the cognitive system [from the Latin *cognito* – cognition] is a decision-making process, and its main features are efficiency, algorithmicity, adaptability, and feasibility. It is fundamentally important to supplement the traditional cognition schemes in materials science with a kinetic character element – the function. Technologically speaking, the function is a purpose, but in physicochemical terms, it is a phenomenon that changes during hydration reactions when components interact. The set of specified functions that are smoothly executed while the concrete is hardening and being used is called functionality.

In many sources, the functionality is represented by the term «performance» with a series of interpretations: productivity, execution, efficiency, etc (4). Here, cement and concrete are seen as an entity of functionally integrated components, the properties of which change during the hardening and lifetime of concrete. Additives-modifiers in cement and concrete are counted among the components with the highest functionality potential. Any additives expose kinetic selectivity influencing the rate of hydration, notably important at the start of the interaction, changing the rheological and technological properties of mixtures and the ability to perform functions – preserving workability, strength growth, etc. (2, 6).

Data on the evolution of the state of hardening cement and concrete and their ability to provide functions in a specific direction under the influence of internal and external factors form the basis of functional information.

A relevant effort made by U.S. scientists is trying to link different aspects of evolutionary transformations in complex systems into a universal «Law of increasing functional information», which foresees the evolution of complex systems and processes like concrete hardening with priority selection of functions based on thermokinetic data in the form of analog trajectories. The specifics of elementary processes set, justified thermodynamically, largely determine the choice of specified functions.

### 3. Technological concepts

For over a century, the concept of Defined Properties Concrete [DPC] represented the evolutionary nature of the concrete industry development. The main one remained the law of D. Abrams – the law of the dependence of concrete strength on the water-cement ratio (8).

The concept of high-performance concrete [HPC], demonstrating high technological and efficiency indicators of concrete (4), was proposed by the Canadian scientist P.-C. Aïtcin at the end of the 20<sup>th</sup> century. This concept has received universal recognition and was supplemented by the concept of Defined Performance Concrete [DPC]. Both interpretations categorize concretes by the level of functionality and their ability to perform functions in implementing various technological tasks.

It is significant that the content of supplementary cementitious materials [SCM] with hydraulic or pozzolanic properties in clinker

nami zawierającymi funkcjonalnie zintegrowane dodatki [z ang. *Functionally Graded Additives*, FGA] w cemencie i mieszankach betonowych (9).

Główne cechy współczesnych betonów – wieloskładnikowa struktura, efektywność i funkcjonalność dodatków oraz złożoność mieszanek betonowych – utrudniają ocenę procesów twardnienia i kształtowania właściwości betonu, co podkreśla konieczność dalszego rozwijania podstawowych zasad nauki o betonie (14).

#### 4. Podstawowe zasady cyfrowej technologii betonu

Tablica 1 / Table 1

PODSTAWOWE ZASADY NAUKI O BETONIE.

BASIC PRINCIPLES OF CONCRETE SCIENCE.

| Blok / Block                       | Zasada / Principle                                                 |
|------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| Fizykochemiczny<br>Physicochemical | Termodynamika – samoregulacja /<br>Thermodynamic - self-regulation |
|                                    | Termokinetyka – ciągłość / Thermokinetic –<br>continuity           |
| Technologiczny<br>Technological    | Efektywność technologiczna / Technological<br>efficiency           |
|                                    | Zgodność / Functional compatibility                                |
| Informatyczny<br>Informational     | Symetria informacji / Information symmetry                         |
|                                    | Zarządzanie danymi / Data management                               |

Struktura systemu została ukształtowana w oparciu o trzy bloki, z których każdy obejmuje dwie zasady [tabela 1].

Blok fizykochemiczny łączy zasady termodynamiczne i termokinetyczne, które determinują możliwości równoległego przebiegu reakcji i procesów, takich jak: zwilżanie, adhezja, oddziaływania chemiczne, krystalizacja nowo powstających faz itp. (15).

Termodynamiczna zasada samoregulacji [samouzgodnienia] elementarnych procesów twardnienia. Miara samorzutności jest energia swobodna Gibbsa  $[\Delta G]$ , która pozostaje w związku z termodynamicznymi funkcjami stanu — entalpią wytwarzanego ciepła  $[\Delta H = -Q]$  oraz entropią  $[T\Delta S]$  — zgodnie z relacją:  $\Delta G = \Delta H - T\Delta S$ .

Termokinetyczna zasada ciągłości opiera się na zjawisku jedności czasu, energii [temperatury] oraz informacji o kierunku i stopniu zupełności egzotermicznych przemian hydratacyjnych. Odpowiednie zależności kinetyczne [tabela 2] są wyznaczane na poziomie fenomenologicznym na podstawie zależności termokinetycznych  $Q = f(t)$  oraz  $dQ/dt = f(t)$ , w formacie analogowym i/lub cyfrowym. Analiza tych zależności umożliwia identyfikację głównych okresów etapów procesu twardnienia — indukcji, przyspieszenia oraz spowolnienia — na potrzeby modelowania matematycznego oraz oceny rozwiązań technologicznych.

Blok technologiczny determinuje optymalizację rozwiązań recepturowo-technologicznych.

cement has increased to 30 percent or more. The concept of SCM-additives' efficiency [ $k$ -value] provides for the equivalence of characteristics of such concretes - strength, durability, resistance - with functionally integrated additives [Functionally Graded Additives – FGA] in cement and concrete (9).

The main features of modern concrete – multicomponent structure, the efficiency and functionality of additives, and concrete mixes - complicate the evaluation of hardening processes and the formation of concrete properties; this dictates the importance of developing the basic principles of concrete science (14).

#### 4. Basic principles of digital concrete technology

The structure of the system is formed from three blocks, each of which includes two principles [Table 1]:

The physicochemical block combines thermodynamic and thermokinetic principles, which determine the possibilities of competing spontaneous elemental acts – reactions and processes: wetting, adhesion, chemical interactions, crystallization of neoplasms, etc (15).

The thermodynamic principle of self-regulation [self-agreement] of elementary hardening acts. The measure of arbitrariness is the Gibbs free energy  $[\Delta G]$ , which is related to the thermodynamic functions of the state – enthalpy heat generation  $[\Delta H = -Q]$ , and entropy  $[T\Delta S]$  by the relation  $\Delta G = \Delta H - T\Delta S$ .

The thermokinetic principle of continuity is based on the phenomenon of the unity of time, energy [temperature], and information about the direction and completeness of exothermic hydration transformations. The adequate kinetic dependencies [Table 2] are found at the phenomenological level by the thermokinetic dependencies  $Q = f(t)$  and  $dQ/dt = f(t)$  in an analog and/or digital format. Dependency analysis allows to identify the main periods of hardening processes - induction, acceleration and deceleration, for mathematical modeling and evaluation of technological solutions.

The technological block predetermines the optimization of recipe-technological solutions.

The principle of functional compatibility of cement system components and hydration products extends to all stages of the concrete life cycle. Compatibility is considered as the ability to perform and maintain assigned functions and properties at the required time, considering the phenomenon of kinetic selectivity of component interaction.

The principle of technological efficiency expresses the measure of the completeness of the implementation of technological actions at the stages of preparation, molding, hardening, and functioning of concrete. Efficiency indicators include standardized amounts of main and additional technological effects, productivity, and cost.

The information block includes principles, the significance of which is associated with the effectiveness of informatization of traditional and new, additive concrete technologies.

Tablica 2 / Table 2

ZALEŻNOŚCI ANALITYCZNE KINETYKI PROCESU TWARDNIENIA.

ANALYTICAL DEPENDENCIES OF HARDENING PROCESS KINETICS.

| Zależność / Dependency              | Procesy, reakcje / Process, reaction | Funkcja analityczna / Analytical function |                          |
|-------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------|
|                                     |                                      | Postęp / Completeness [finality]          | Intensywność / Intensity |
| Kinetyczna / Kinetic                | Transformacja / Transformation       | $\alpha = f(\tau)$                        | $da/d\tau = f(\tau)$     |
| Termokinetyczna / Thermokinetic     | Hydratacja / Hydration               | $Q = f(\tau)$                             | $dQ/d\tau = f(\tau)$     |
| Temperatura-czas / Temperature-time | Twardnienie / Hardening              | $tr = f(\tau)$                            | $tr = f(\tau)$           |

Zasada funkcjonalnej kompatybilności składników kompozytu cementowego oraz produktów hydratacji odnosi się do wszystkich etapów cyklu życia betonu. Kompatybilność jest rozumiana jako zdolność do realizacji i utrzymania przypisanych funkcji oraz właściwości w wymaganym czasie, z uwzględnieniem zjawiska kinetycznej selektywności oddziaływań pomiędzy składnikami.

Zasada efektywności technologicznej wyraża stopień realizacji działań technologicznych na etapach przygotowania, formowania, twardnienia oraz eksploatacji betonu. Do wskaźników efektywności zalicza się normowane wielkości podstawowych i dodatkowych oddziaływań technologicznych, wydajność oraz koszty.

Blok informacyjny obejmuje zasady, których znaczenie jest związane z efektywnością informatyzacji tradycyjnych oraz nowych, addytywnych technologii betonowych.

Zasada symetrii informacyjnej polega na adekwatności i wystarczalności informacji niezbędnej do wdrażania rozwiązań recepturowo-technologicznych. Środowisko informatyczne jest podzielone na uzgodnione grupy: bazę wiedzy na potrzeby badań i modelowania oraz bazy danych normatywnych i technologicznych.

Zasada zarządzania i wykorzystania danych, zapożyczona z międzynarodowo uznanego systemu czterech zasad przewodnich M. Wilkinsona — FAIR (16): możliwe do znalezienia, dostępne, interoperacyjne oraz możliwe do ponownego wykorzystania [z ang. *Findable, Accessible, Interoperable, Reusable*]. System FAIR precyzuje i rozszerza możliwości zautomatyzowanego wyszukiwania zintegrowanych danych, zapewniając nieograniczony dostęp do nich podczas realizacji rozwiązań technologicznych.

## 5. Kalorymetria w technologii cementu i betonu

Kalorymetria stanowi zbiór urządzeń oraz metod służących do pomiaru ilości i szybkości wydzielania [pochłaniania] ciepła, tworzącego różnorodnym procesom fizykochemicznym (17-20). Wspólną zasadą kalorymetrii jest wyznaczanie ilości lub tempa wydzielania [pochłaniania] ciepła na podstawie pomiaru temperatury w trakcie zachodzących procesów.

Kalorymetria cementu i betonu obejmuje dwie podstawowe metody — izotermiczną oraz adiabatyczną — które różnią się obecnością bądź brakiem wymiany ciepła pomiędzy osłoną aparatu a właściwym układem kalorymetrycznym zawierającym próbkę.

The principle of information symmetry lies in its adequacy and sufficiency for implementing recipe-technological solutions. The information environment is separated into harmonized groups: a cognitive knowledge base for research and modeling and regulatory and technological data databases.

The principle of data management and usage borrowed from M. Wilkinson's internationally recognized system of four guiding principles — FAIR (16): Findable, Accessible, Interoperable, Reusable. The FAIR system specifies and expands the possibilities for automated searches of integrated data, with unlimited access during implementing technological solutions.

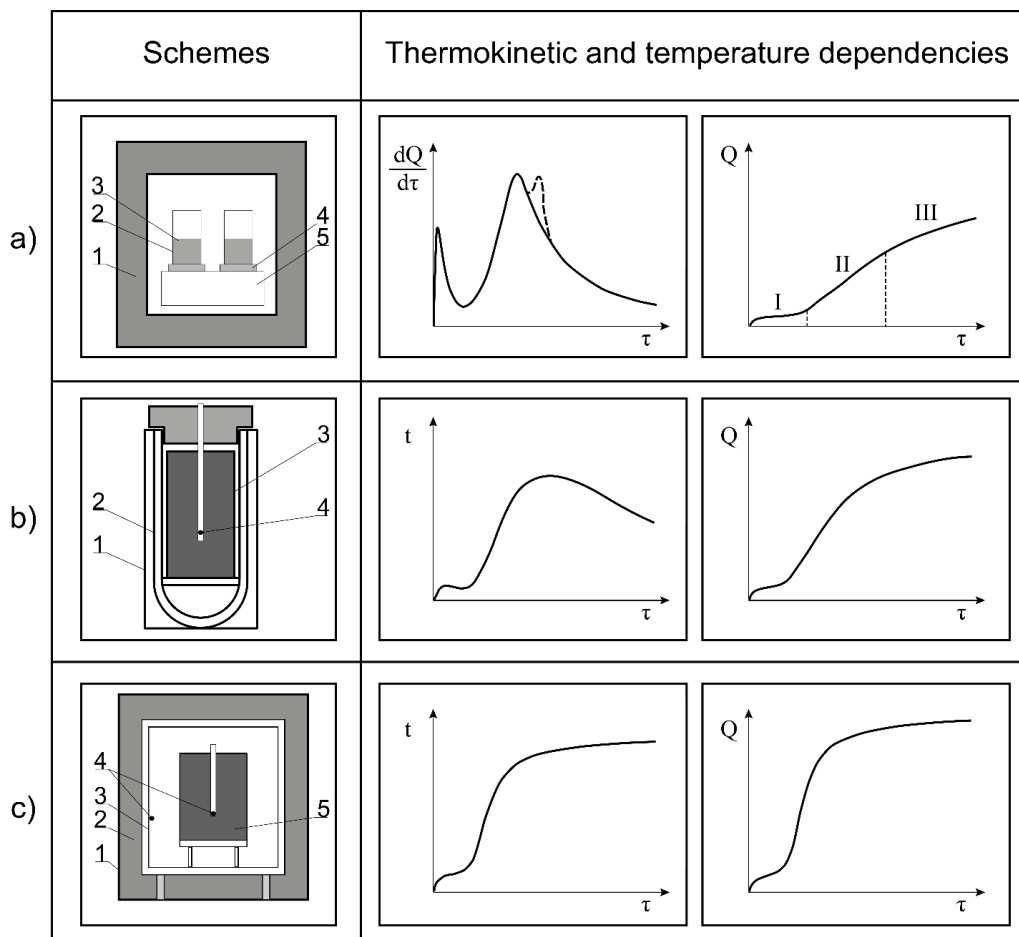
## 5. Calorimetry in cement and concrete technology

Calorimetry is a collection of devices and methods for measuring quantities and rates of heat evolution [absorption] accompanying various physicochemical processes (17-20). The common principle of calorimetry is to determine the amount or rate of heat evolution [absorption] by measuring the temperature during processes.

Calorimetry of cement and concrete has two main methods — isothermal and adiabatic, which differ in the presence or absence of heat exchange between the apparatus shell and the actual calorimetric system with a sample placed in it. Semi-adiabatic method also uses with allowances for the loss of some amount of heat into the environment (21-24). Figure 2 presents a diagram of calorimetry methods in the chemistry and technology of cement and concrete.

In the isothermal mode [Fig. 2a], the temperature indicators of the calorimeter system are equal and constant over time. Heat evolution registration begins from the moment cement is mixed with water. Slow hydration processes with small thermal effects are quantitatively described by precision differential microcalorimetry results, using thermokinetics (18). The characteristic periods that reflect the course of hardening processes at the phenomenological level are distinguished by thermokinetics dependencies of speed —  $dQ/d\tau = f(\tau)$  and completeness of heat evolution —  $Q = f(\tau)$ .

The semi-adiabatic method [Fig. 2b] allows heat losses into the environment no more than 100 J/h·K. This is sufficient for a correct evaluation of temperature changes in hardening concrete. The method's advantages include proximity to phase transformations for predicting temperature changes with asymptotic nature.



Rys. 2. Metody kalorymetrii:

a) izotermiczna: 1 – termostat, 2 – komora (cela), 3 – próbka, 4 – czujnik, 5 – odprowadzenie ciepła. I, II oraz III – okresy hydratacji: indukcji, przyspieszenia i spowolnienia; b) póładiabatyczna: 1 – obudowa, 2 – termos, 3 – próbka, 4 – czujnik; c) adiabatyczna: 1 – obudowa, 2 – izolacja, 3 – grzałka, 4 – czujniki, 5 – próbka.

Fig. 2. Methods of calorimetry:

a) Isothermal: 1 – thermostat, 2 – cell, 3 – sample, 4 – sensor, 5 – heat sink. I, II, and III – induction, acceleration, and deceleration periods of hydration; b) Semi-adiabatic: 1 – body, 2 – thermos, 3 – sample, 4 – sensor; c) Adiabatic: 1 – body, 2 – insulation, 3 – heater, 4 – sensors, 5 – sample.

Metoda póładiabatyczna uwzględnia ponadto straty części ciepła do otoczenia (21–24). Na rysunku 2 przedstawiono schemat metod kalorymetrycznych stosowanych w chemii i technologii cementu oraz betonu.

W trybie izotermicznym [rys. 2a] wskaźniki temperatury układu kalorymetrycznego są jednakowe i stałe w czasie. Rejestracja wydzielania ciepła rozpoczyna się w momencie zmieszania cementu z wodą. Powolne procesy hydratacji o niewielkich efektach cieplnych są ilościowo opisywane za pomocą wyników precyzyjnej różnicowej mikrokalorymetrii, z wykorzystaniem aparatu pojęciowego termokinetyki (18). Charakterystyczne okresy, odzwierciedlające przebieg procesów twardnienia na poziomie fenomenologicznym, są wyodrębniane na podstawie zależności termokinetycznych: szybkości procesu —  $dQ/d\tau = f(\tau)$  oraz stopnia zupełności wydzielania ciepła —  $Q = f(\tau)$ .

Metoda póładiabatyczna [rys. 2b] dopuszcza straty ciepła do otoczenia nieprzekraczające 100 J/h·K, co jest wystarczające do prawidłowej oceny zmian temperatury w twardniejącym betonie. Do

The adiabatic method [Fig. 1c] excludes heat exchange between the shell and the calorimetric system. The exothermia of hardening concrete accumulates with a subsequent adiabatic rise in temperature [ATP]. The result of experiments – dependencies  $t = f(\tau)$  and  $Q = f(\tau)$ .

Calorimetry and temperature dependencies shown in Figure 2 can be considered schematic trajectories of the hardening processes in cements and concretes.

In concrete science, additional methods like dissolution calorimetry of binders and differential low-temperature microcalorimetry (18) are used. The choice of calorimeter type, measurement techniques, data processing, modeling, and results utilization are defined by specific technological tasks.

Concrete science uses methods of binder dissolution calorimetry and differential low-temperature microcalorimetry (18). The choice of calorimeter type, measurement methods, processing, modelling, and use of results is determined by technological tasks.

zalet tej metody należy bliskość rzeczywistych przemian fazowych, co umożliwia prognozowanie zmian temperatury o charakterze asymptotycznym.

Metoda adiabatyczna [rys. 2c] wyklucza wymianę ciepła pomiędzy osłoną aparatu a układem kalorymetrycznym. Egzotermia twardniejącego betonu ulega akumulacji, prowadząc do następczego adiabatycznego wzrostu temperatury [ATP]. Wynikiem badań są zależności:  $t = f(\tau)$  oraz  $Q = f(\tau)$ .

Zależności kalorymetryczne i temperaturowe przedstawione na rys. 2 mogą być traktowane jako schematyczne trajektorie procesów twardnienia cementów i betonów.

W nauce o betonie stosowane są również metody uzupełniające, takie jak kalorymetria rozpuszczania spoiw oraz różnicowa niskotemperaturowa mikrokalorymetria (18). Dobór typu kalorymetru, technik pomiarowych, sposobów opracowania danych, modelowania oraz wykorzystania wyników jest determinowany przez konkretne zadania technologiczne.

Zgromadzono obszerne doświadczenie w stosowaniu kalorymetrii w technologiach spoiw i betonów. Do najważniejszych prac należą badania prawidłowości hydratacji substancji wiążących, takich jak: gips (6, 18), cementy ogniotrwałe (18), geopolimery (24–26) oraz cementy specjalne z dodatkami (27–29). Kalorymetria znajduje również zastosowanie w cyfrowych technologiach betonu 3D (30, 31), a także rozwijane są prace nad standaryzacją metod do celów technologicznych (32, 33). Niemniej jednak wieloletnie doświadczenia w wykorzystaniu metod kalorymetrycznych do celów budowlano-technologicznych wskazują na fragmentaryczny i często opisowy charakter uzyskiwanych wyników pomiarowych. Możliwości kalorymetrii w zakresie badania, oceny, modelowania, regulacji oraz sterowania procesami twardnienia nie zostały dotychczas w sposób wystarczający wyodrębnione i usystematyzowane. Funkcjonalne możliwości kalorymetrii w technologii betonu pozostają w praktyce niedostatecznie odzwierciedlone.

## 6. Funkcjonalność kalorymetrii w technologii betonu

Pierwsza próba usystematyzowania naukowo-aplikacyjnej funkcjonalności metod kalorymetrycznych została przedstawiona w tabeli 3.

Funkcja metodologiczna determinuje dobór typu kalorymetru, warunki planowania i prowadzenia pomiarów oraz opracowania danych z wykorzystaniem elektronicznych zasobów obliczeniowych i narzędzi matematycznych, służących podejmowaniu decyzji technologicznych w czasie rzeczywistym. Monitorowanie szybkości oraz stopnia zupełności wydzielania ciepła pozwala na określenie wskaźników oddziaływań pomiędzy składnikami betonu, a także na ocenę kryteriów ich zmian w trakcie twardnienia pod wpływem wewnętrznych i zewnętrznych

Extensive experience has been accumulated in the use of calorimetry in the technologies of binders and concretes. Among the most significant works are the patterns of hydration of binding substances: gypsum (6, 18), refractory cements (18), geopolymers (24–26), special cements with additives (27–29). Calorimetry is emerging in digital 3D concrete technologies (30, 31), and standardization of methods for technological purposes is being developed (32, 33). Nevertheless, the many years of experience using calorimetry methods for construction-technological purposes reflect a fragmented and often descriptive nature of measurement results. The capabilities of calorimetry to explore, assess, model, regulate, and manage hardening processes are not sufficiently delineated and systematized. The functional capabilities of calorimetry in concrete technology are practically unreflected.

## 6. Calorimetry functionality in concrete technology

The first attempt to systematize the scientific-applied functionality of calorimetry methods is reflected in Table 3.

The methodological function determines the choice of calorimeter type, the conditions for planning and conducting data measurements using electronic computing resources and mathematical tools for making technological decisions in real-time. Monitoring the rate and completeness of heat evolution defines the interaction indicators of concrete components, assessing the criteria of their changes during hardening under the influence of internal and external modifying factors, according to the algorithm [Fig. 3].

Effectiveness criteria for the application of temperature, chemical, or complex effects on heat evolution rate and completeness are calculated as a ratio of kinetic parameters - quantities of measured and basic indicators.

Continuous thermo-kinetic dependencies of the rate  $dQ/d\tau = f(\tau)$  and the completeness of heat evolution  $Q = f(\tau)$  include the common time parameter  $\tau$ . The calculated index of functional compatibility of components,  $E_D$ , is significantly important.

The technological function of calorimetry is applicable for justifying the selection of components, compositions, and optimization of concrete hardening modes. At the phenomenological level, this ensures the performance of prescribed functions with high potential for component compatibility, for example, cements with additives, taking into account the influence of technological, structural, and climatic factors.

Tablica 3 / Table 3

Użyteczność metody kalorymetrycznej w technologii betonu.

Calorimetry functionality in concrete technology.

| Funkcje / Functions              |                                 |                           |                                 |                              |
|----------------------------------|---------------------------------|---------------------------|---------------------------------|------------------------------|
| Metodologiczne<br>Methodological | Technologiczne<br>Technological | Energetyczne<br>Energetic | Służące predykcji<br>Predictive | Informatyczne<br>Informative |

czynników modyfikujących, zgodnie z algorytmem przedstawionym na rysunku 3.

Kryteria efektywności stosowania oddziaływań temperaturowych, chemicznych lub złożonych na szybkość oraz ilość wydzielania ciepła są obliczane jako iloraz parametrów kinetycznych — wartości wskaźników mierzonych i bazowych.

Ciągłe zależności termokinetyczne szybkości procesu  $dQ/d\tau = f(\tau)$  oraz ułamka wydzielonego ciepła całkowitego  $Q = f(\tau)$  zawierają wspólny parametr czasu  $\tau$ . Istotne znaczenie ma obliczany wskaźnik funkcjonalnej kompatybilności składników ED.

Funkcja technologiczna kalymetrii znajduje zastosowanie w uzasadnianiu doboru składników, projektowaniu składów oraz optymalizacji reżimów twardnienia betonu. Na poziomie fenomenologicznym zapewnia to realizację przypisanych funkcji przy wysokim potencjale kompatybilności składników, na przykład w przypadku cementów z dodatkami, z uwzględnieniem wpływu czynników technologicznych, strukturalnych oraz klimatycznych.

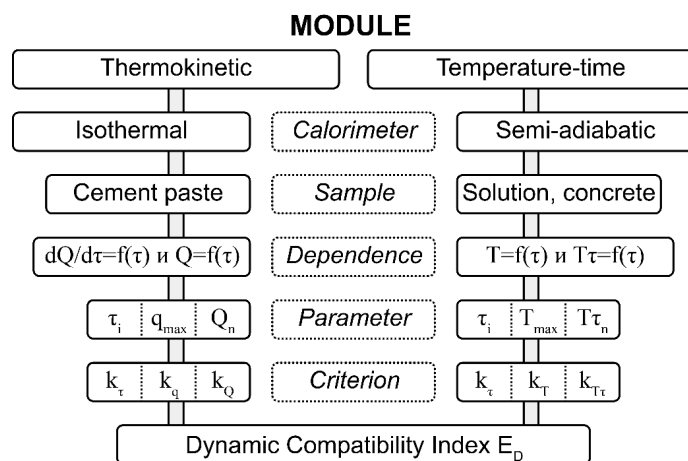
Funkcja energetyczna. Twardnienie betonu jest rozpatrywane jako złożony proces niestacjonarny z wewnętrznym nieliniowym źródłem ciepła – egzotermiczną reakcją twardniejącego cementu. Parametry temperaturowe oraz przewodność cieplna ulegają zmianom przy obliczaniu pól temperatury w wyrobach i konstrukcjach betonowych w celu zapobiegania powstawaniu destrukcyjnych stanów naprężeń i zarysowań. Ocena oraz uwzględnienie egzotermii betonu stanowią zasadnicze zadania realizacji funkcji energetycznej.

Materiały wiążące wnoszą istotny wkład do bilansu energetycznego twardnienia betonu, zależny od ich reaktywności oraz czynników konstrukcyjno-technologicznych. Na rysunku 4 przedstawiono dane dotyczące udziału egzotermii dwóch rodzajów cementu w całkowitym bilansie procesu twardnienia.

Funkcja prognostyczna opiera się na analitycznej ocenie intensywności oraz ilości wydzielanego ciepła podczas hydratacji cementu w betonie. Informacje wynikające z zależności termokinetycznych  $dQ/d\tau = f(\tau)$  oraz  $Q = f(\tau)$  są przeznaczone do określenia stopnia użyteczności i wiarygodności wyników pomiarów oraz ich integracji w analizie efektywności podejmowanych decyzji.

Metodyka analityki prognostycznej wyznacza potencjał regulowania składów betonu z uwzględnieniem funkcjonalnej kompatybilności składników. Skuteczność funkcji prognostycznej wzrasta w połączeniu z innymi metodami badawczymi, takimi jak analiza przemian fazowych, reologia czy wytrzymałość. Znane są próby prognozowania wytrzymałości na podstawie tzw. wskaźnika dojrzałości, mierzonego w stopniogodzinach — umownego parametru pozbawionego bezpośredniego znaczenia fizykochemicznego (34).

Funkcja informacyjna polega na dostarczaniu danych dotyczących właściwości, reaktywności, intensywności oraz stopnia procesów twardnienia, a także danych niezbędnych do obliczeń i modelowania kinetycznego, z odzwierciedleniem konfiguracji — trajektorii kształtowanych pod wpływem czynników modyfikujących.



Rys. 3. Algorytm monitorowania kalorymetrycznego, gdzie:  $\tau_i$  – czas trwania początkowego okresu indukcyjnego;  $Q$  oraz  $T$  – maksymalne wartości wydzielania ciepła i temperatury;  $Q_\tau$  oraz  $T_\tau$  – wskaźniki termokinetyczne w danym czasie;  $k_\tau$ ,  $k_q$ ,  $k_Q$ ,  $k_T$  oraz  $k_{T\tau}$  – kryteria efektywności.

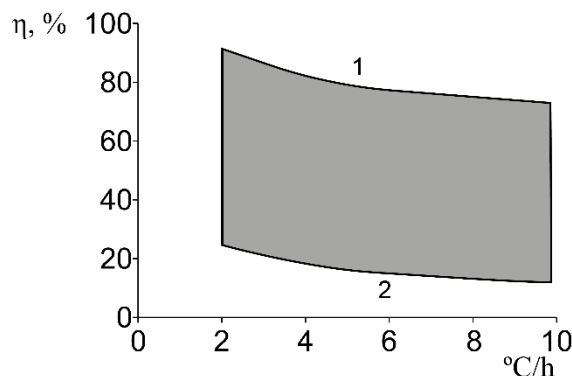
Fig. 3. Calorimetric monitoring algorithm, where:

$\tau_i$  - duration of the initial induction period;  $Q$  and  $T$  – maximums of heat evolution and temperature;  $Q_\tau$  and  $T_\tau$  – thermokinetic indicators at a given time;  $k_\tau$ ,  $k_q$ ,  $k_Q$ ,  $k_T$  and  $k_{T\tau}$  – effectiveness criteria

The technological function of calorimetry is significant for justifying the choice of components and optimizing concrete hardening modes. At the phenomenological level, the smooth performance of assigned functions with a high potential of component compatibility is ensured, for example, cements with additives, taking into account the influence of technological, structural, and climatic factors.

Energy function. The hardening of concrete is considered a complex non-stationary process with an internal nonlinear source of heat – the exothermic reaction of hardening cement. Temperature parameters and thermal conductivity vary when calculating temperature fields in concrete products and structures with the aim of preventing destructive stress conditions and cracking. Assessment and consideration of the exothermy of concrete are tasks for implementing the energy function.

Binding materials make a significant contribution to the energy balance of concrete hardening depending on the reactivity and



Rys. 4. Wpływ cementu na bilans energetyczny twardnienia betonu.

1 – cement portlandzki; 2 – cement portlandzki żuźlowy.

Fig. 4. Cement influence on the energy balance of concrete hardening.

1 – Portland cement; 2 – Portland slag cement.

## 7. Monitorowanie funkcjonalno-kinetyczne

Należy podkreślić fragmentaryczny charakter oraz często ilustracyjne wykorzystanie metod kalorymetrycznych do celów technologicznych (21–24). Informatyzacja technologii betonu stwarza jednak możliwość — w oparciu o ciągłe monitorowanie termokinetyczne procesów twardnienia — usystematyzowania pozyskiwania oraz wykorzystania wyników o istotnym znaczeniu praktycznym.

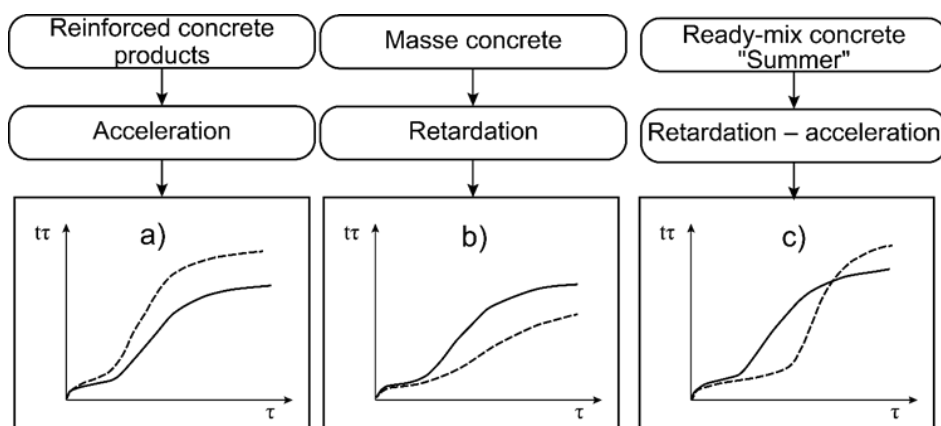
Najbardziej efektywną metodą technologiczną regulowania składów oraz reżimów twardnienia jest stosowanie środków chemicznych [domieszek], zdyspergowanych minerałów [dodatków] oraz dodatków kompleksowych do cementów i betonów (1, 2, 7). W tym kontekście w pełni uzasadnione jest wprowadzenie pojęcia monitorowania funkcjonalno-kinetycznego [FKM] (34). FKM stanowi system ciągłej obserwacji, kontroli oraz regulacji parametrów procesu twardnienia, oparty na danych kalorymetrycznych. Celem FKM jest konstruowanie graficzno-analitycznych schematów–trajektori, które w sposób ilościowy odzwierciedlają wpływ czynników technologicznych, w tym różnego rodzaju dodatków [rys. 5].

Funkcje dodatków w betonie na poszczególnych etapach twardnienia, z punktu widzenia fizykochemicznego i technologicznego, dzieli się na trzy podstawowe kategorie: przyspieszające, opóźniające oraz neutralne, a także ich kombinacje — łącznie do około 20 typów, takich jak „opóźnienie–przyspieszenie” i inne. Na rysunku 5 przedstawiono funkcjonalno-kinetyczne schematy–trajektorie odniesione do określonych technologii betonowych.

Twardnienie cementu w obecności dodatków uplastyczniających badano metodą kalorymetrii póładiabatycznej, z zastosowaniem surfaktantów o zróżnicowanej skuteczności, superplastyfikatora polikarboksyłanowego [SP] oraz technicznego plastyfikatora lignosulfonianowego [LST] [rys. 6].

Ze względu na różnice w mechanizmach działania domieszek uplastyczniających — odpychanie elektrostatyczne [LST] oraz steryczne [SP] — oceniane na podstawie zależności  $t = f(\tau)$  oraz  $\tau = f(t)$ , skuteczność superplastyfikatora polikarboksyłanowego (SP) jest wyższa niż lignosulfonianu technicznego [LST]. Działanie opóźniające dodatków, wynikające z tworzenia warstw adsorpcyjnych na ziarnach cementu, prowadzi do zmiany czasu trwania okresu indukcyjnego, zmniejszenia zapotrzebowania na wodę oraz wydłużenia czasu zachowania właściwości reologicznych mieszanki betonowej. Przy niskim stężeniu domieszek — 0,25% — na zależnościach  $\tau = f(t)$  obserwuje się przyspieszenie tempa twardnienia: po 24 godzinach dla SP oraz po 40 godzinach dla LST.

Wyniki badań przedstawione na rysunku 6 stanowią przykład oceny wpływu dodatków na proces twardnienia na podstawie danych z kalorymetrii analogowej.



Rys. 5. Funkcjonalno-kinetyczne schematy wpływu dodatków.

Fig. 5. Functional-kinetic schemes of the additives influence.

constructive-technological factors. Figure 4 shows data on the contributions of exothermy from two types of cement to the overall hardening balance.

The predictive function is based on an analytical evaluation of the intensity and amount of heat evolution during cement hydration in concrete. The information from the thermo-kinetic dependencies is intended for establishing the degree of usefulness and reliability and integrate the measurement results in the analysis of the effectiveness of decisions made.

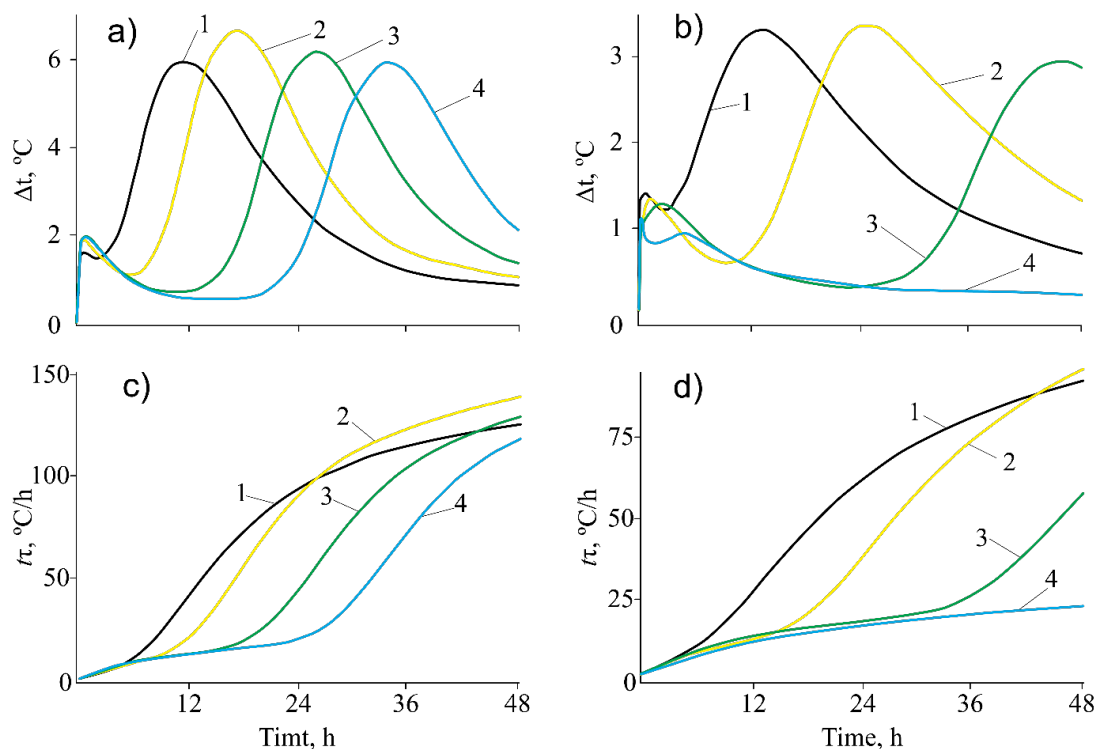
The methodology of predictive analytics determines the potential for regulating concrete compositions, taking into account the functional compatibility of components. The effectiveness of the predictive function increases in combination with other methods, such as phase transformations, rheology, and strength. There are known attempts to predict strength based on the so-called maturity index measured in degree-hours, a conventional indicator that lacks physicochemical meaning (34).

The informative function involves providing data on properties, reactivity, intensity, and completeness of the aggregation of spontaneous hardening processes, as well as for calculations and kinetic modeling with reflection of configuration - trajectories influenced by modifying factors.

## 7. Functional-kinetic monitoring

It is important to note the fragmentary nature and often illustrative use of calorimetry methods for technological purposes (21–24). The informatization of concrete technology creates the opportunity, based on continuous thermo-kinetic monitoring of hardening processes, to systematize the acquisition and use of practically significant results.

The most effective technological method for regulating the compositions and hardening modes is the use of chemicals [admixtures], dispersed minerals [additives], and complex additives into cements and concretes (1, 2, 7). In this case, the definition of functional-kinetic monitoring [FKM] (34) is quite acceptable. FKM



Rys. 6. Termokinetika twardnienia zapraw cementowych z dodatkami: 1 – próbka odniesienia; 2, 3 i 4 – 0,25; 0,5 oraz 1% SP [a, c], LST [b, d].

Fig. 6. Thermokinetics of the hardening of cement mortars with additives: 1 - control; 2, 3, and 4 - 0.25, 0.5, and 1% SP [a, c], LST [b, d].

Algorytm programowy FKM służący do analizy wpływu dodatków obejmuje:

- dobór schematu oddziaływania dodatku;
- obliczenie parametrów oraz kryteriów efektywności;
- konstrukcję schematu kinetycznego;
- wyznaczenie wektora i poziomu oddziaływania;
- ocenę stopnia funkcjonalności dodatku z uwzględnieniem specyfiki technologicznej;
- sformułowanie rekomendacji prognostycznej.

W przeciwieństwie do tradycyjnej kalorymetrii, dane FKM [rys. 7] ukazują funkcjonalność dodatków w technologiach betonowych. W pierwszym przypadku, zgodnie ze schematem „opóźnienie–przyspieszenie”, właściwości reologiczne mieszanki betonowej są zachowane przez długi czas wskutek hamowania reakcji, po którym następuje przyspieszenie twardnienia oraz tempa przyrostu wytrzymałości betonu. W drugim przypadku ujawnia się funkcja „opóźniania”, ograniczająca negatywny wpływ stanu naprężeń termicznych w maszynach konstrukcyjnych [rys. 7].

Kryteria efektywności działania oraz poziom oddziaływania dodatków uplastyczniających na procesy twardnienia są również oceniane ilościowo. Na tej podstawie określa się optymalne stężenie dodatków w betonie.

Z powyższego wynika zasadność oraz skuteczność prowadzenia monitorowania funkcjonalno-kinetycznego (FKM) w celu zapewnienia zakładanych funkcji i właściwości poprzez optymalizację składów betonowych oraz reżimów twardnienia.

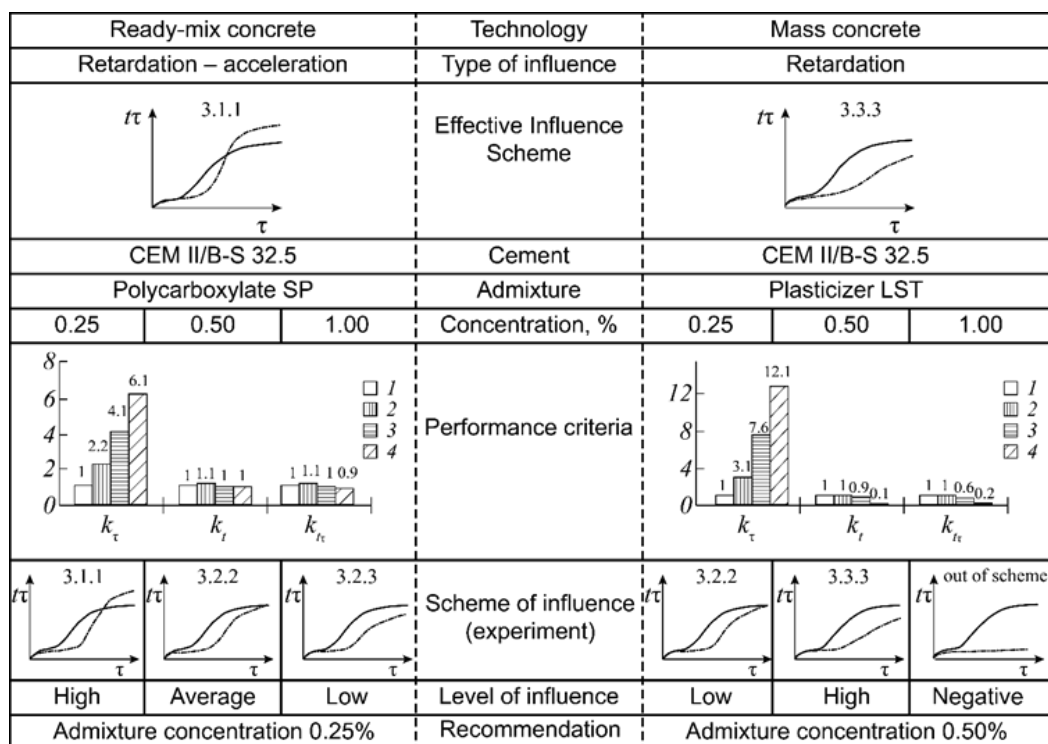
is a system of continuous observation, control, and regulation of hardening process parameters based on calorimetry data. FKM aims to construct graph-analytical schemes-trajectories that quantitatively reflect the influence of technological factors, including various additives [Fig. 5].

The functions of additives in concrete at different stages of hardening, from physicochemical and technological perspectives, are divided into three main categories: acceleration, retardation, and neutral action, and their combinations up to 20 types such as “retardation-acceleration” and others. Figure 5 presents functional-kinetic schemes-trajectories relative to specific concrete technologies.

The hardening of cement in the presence of plasticizing additives was studied using semi-adiabatic calorimetry: surfactants of varying efficiency, polycarboxylate superplasticizer [SP], and technical lignosulfonate plasticizer [LST] [Fig. 6].

Due to differences in the action mechanisms of dispersants – electrostatic [LST] and steric [SP] repulsion, as judged by the indicators and , the effectiveness of SP is higher than that of LST. The retarding action of additives due to the formation of adsorption layers on cement particles changes the duration of the induction period, reduces water content, and the time for maintaining the rheological properties of the concrete mix. At a low dispersant concentration – 0.25%, an acceleration in the pace of hardening is observed on the dependencies – 24 hours for SP and 40 hours for LST.

The results of experiments in Fig. 6 – an example of evaluating the influence of additives on hardening based on analog calorimetry data.



Rys. 7. Monitorowanie funkcjonalno-kinetyczne wpływu uplastyczniaaczy na twardnienie betonu.

Fig. 7. Functional-kinetic monitoring of the impact of plasticizers on concrete hardening.

Kalorymetria jest szeroko wykorzystywana do wdrażania dodatków w sektorze budownictwa na Ukrainie, Litwie, w Azerbejdżanie oraz w innych krajach.

## 8. Cyfryzacja informacji kalorymetrycznej

W perspektywie dalszego rozwoju technologii betonu jej doskonalenie będzie realizowane poprzez cyfryzację informacji kalorymetrycznej. Cyfryzacja polega na przekształcaniu analogowych zależności termokinetycznych i/lub temperaturowych do postaci cyfrowej w czasie rzeczywistym.

Transformacja ta opiera się na trzech rodzajach sygnałów: analogowym, dyskretnym oraz cyfrowym (35). Sygnał analogowy  $S(t)$  jest opisywany zależnościami mierzonych parametrów w funkcji czasu. Sygnał dyskretny, nieciągły  $S_I(t)$ , jest rejestrowany poprzez wartości i częstotliwość pomiarów przy zadanym kroku próbkowania wzdłuż osi czasu. Sygnał cyfrowy  $S_D(t)$  jest określany wzdłuż osi poziomej i pionowej w postaci kodów binarnych w ustalonych odstępach czasu. Przy wysokim stopniu rozdzielczości zbiór możliwych wartości sygnałów cyfrowych zbliża się do charakteru sygnału analogowego.

Czas trwania i częstotliwość interwałów pomiarowych są związane z pojęciami procesów szybkich i wolnych. Do pierwszej grupy zalicza się zjawiska adsorpcji i zwilżania, reaktywność cementów oraz termodynamicznie istotne przemiany fazowe, takie jak rozkład siarczanoglinianów wapnia do gipsu i glinianów wapnia. Do drugiej grupy należą głównie reakcje chemiczne. Takie podejście determinuje objętość danych z uwzględnieniem przyspieszenia lub spowolnienia procesów twardnienia.

The FKM software algorithm for the influence of additives includes:

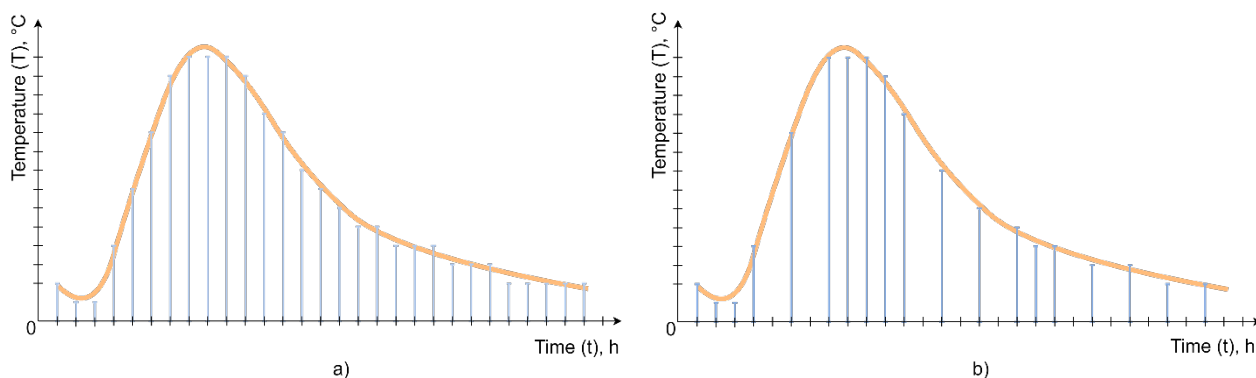
- Selection of influence schemes for the additive;
- Calculation of parameters and criteria of effectiveness;
- Construction of a kinetic scheme;
- Determination of the vector and level of influence;
- Evaluation of the degree of functionality of the additive, considering the technological specificity;
- Predictive recommendation.

Unlike traditional calorimetry, FKM data [Fig. 7] demonstrate the functionality of additives in concrete technologies. In the first case, according to the “retardation-acceleration” scheme, the rheological properties of the concrete mix are preserved for a long time due to the inhibition of reactions followed by acceleration in hardening and the rate of strength gain by the concrete. In the second case – the “retardation” function manifests, reducing the negative impact of the temperature-stress condition of massive structures [Fig. 7].

The criteria for the effectiveness of the action and the level of influence of plasticizing additives on the hardening processes are also quantitatively assessed. The concentration of additives in concrete is determined.

Thus, the appropriateness and effectiveness of conducting FKM to ensure designated functions and properties by optimizing concrete compositions and hardening regimes are evident.

Calorimetry is used to widely adopt additives in the construction sector in Ukraine, Lithuania, Azerbaijan, and other countries.



Rys. 8. Wizualizacja wyników przy stałych [a] oraz zmiennych [b] interwałach próbkowania.

Fig. 8. Visualization of results with constant [a] and variable [b] discretization intervals.

W celu realizacji zadań cyfryzacji proponuje się zastosowanie adaptacyjnego [fr. *adaptatif* – dostosowujący się], samonastawnego algorytmu z automatycznie zmiennym próbkowaniem – interwałem czasowym odpytywania czujników pomiarowych (36). Główna idea regulacji dyskretnej polega na zmniejszaniu lub zwiększaniu długości interwałów w technologicznie istotnych momentach zmian szybkości procesów twardnienia oraz wielkości efektów egzotermicznych, co prowadzi do ogólnego zwiększenia efektywności systemów informacyjnych. Podstawą algorytmu adaptacyjnego jest kodowanie sygnałów w trybie strumieniowym. Jeżeli wartości szybkości pomiarów w dowolnym punkcie wykresu  $n$  różnią się od poprzednich o więcej niż wartość  $\Delta$ , wówczas w trakcie realizacji algorytmu możliwe jest zwiększenie lub zmniejszenie interwału granulacji. Należy zaznaczyć, że dla dużych efektów egzotermicznych, charakterystycznych dla szybko przebiegających reakcji, interwały dyskretyzacji ulegają minimalizacji – nawet do 1 ms, natomiast dla wolno zachodzących reakcji o niewielkich efektach cieplnych mogą osiągać wartość do 1 h.

Na rysunku 8 przedstawiono przykłady wizualizacji wyników pomiarów wydzielania ciepła oraz temperatury przy stałych lub zmiennych interwałach dyskretyzacji, w zależności od czasu trwania i intensywności procesów twardnienia.

Cyfryzacja informacji zapewnia zatem sekwencję wartości liczbowych w zmiennych odstępach czasu, umożliwiając operacyjne zarządzanie danymi dotyczącymi stanu twardnienia cementowych układów wiążących. Podejście adaptacyjne jest celowe w modelowaniu funkcjonalno-kinetycznym oraz w prognozowaniu prawidłowości procesów twardnienia betonu.

Rzeczony cyfryzacji w technologii betonu wiąże się z wdrażaniem kalorymetrów cyfrowych. Są to urządzenia o wysokiej czułości, dostarczające w czasie rzeczywistym wyniki w postaci sygnałów dyskretnych dotyczących szybkości oraz stopnia zupełności wydzielania ciepła w cementach i betonach.

Beton zaprojektowany i wytworzony z wykorzystaniem informacji kalorymetrycznej dotyczącej procesów twardnienia jest jednoznacznie traktowany jako beton cyfrowy.

Beton cyfrowy to materiał budowlany projektowany i wytwarzany z funkcjonalnie kompatybilnych składników, którego procesy tward-

## 8. Digitalization of calorimetric information

In the future, the improvement of concrete technology will be achieved through the digitization of calorimetric information. Digitization involves converting analog thermo-kinetic and/or temperature dependencies into a digital format in real-time.

The transformation is based on three types of signals: analog, discrete, and digital (35). The analog signal is described by dependencies of measured parameters as a function of time. The discrete, intermittent signal is recorded by magnitude and frequency of measurements with a specified sampling interval along the time axis. The digital signal is determined along the horizontal and vertical axes in the form of binary codes at set time intervals. With a high degree of granularity, the set of possible values of digital signals is close to analog.

The duration and frequency of measurement intervals are related to the concepts of fast and slow processes. The former includes phenomena of adsorption and wetting, the reactivity of cements, as well as thermodynamically significant phase transformations like the decomposition of high-sulfate forms of hydrosulfoaluminate into gypsum and calcium aluminate. The latter predominantly includes chemical reactions. This approach predetermines the volume of data considering the acceleration or deceleration of hardening.

To address the tasks of digitization, it is suggested to use an adaptive [from French *adaptatif* – to adapt] self-adjusting algorithm with automatic variable granularity - a temporal interval for querying measurement sensors (36). The main idea of discrete regulation is to decrease or increase the duration of intervals at technologically important moments of changes in the speed of hardening processes and the magnitude of exothermic effects, thereby increasing the efficiency of information systems overall. The basis of the adaptive algorithm is the encoding of signals in a streaming mode. If the speed measurements at any point on the chart  $n$  differ from the previous by more than the value  $\Delta$ , then the granularity interval can be increased or decreased during algorithm development. Note that high values of exothermic effects, typical for fast-reacting reactions, minimize the discretization intervals, possibly up to 1 millisecond, and for slowly occurring reactions with small thermal effects, they reach up to 1 hour.

nienia są kontrolowane i regulowane na podstawie ciągłego monitorowania technologicznie istotnych danych w formie cyfrowej.

## 9. Wnioski

Z punktu widzenia fizykochemicznego i technologicznego podjęto oraz rozwiązano wybrane problemy poznawcze i aplikacyjne technologii betonu cyfrowego.

Po raz pierwszy sformułowano podstawowe zasady technologii informacyjnych w odniesieniu do betonu.

Określono funkcjonalność kalorymetrii w pozyskiwaniu danych dotyczących szybkości oraz stopnia zupełności wydzielania ciepła w betonach.

Zaproponowano koncepcję efektywnego monitorowania funkcjonalno-kinetycznego procesów poprzez trajektorie termokinetyczne, ukierunkowane na procesy twardnienia betonu oraz zmiany zachodzące pod wpływem czynników technologicznych.

Potwierdzono zasadność zastosowania algorytmu adaptacyjnego w pozyskiwaniu cyfrowych sygnałów dyskretnych z kalorymetrii dotyczących twardnienia betonu.

Wykazano praktyczne znaczenie informacji kalorymetrycznej w technologiach wytwarzania i stosowania cementów oraz betonów w sektorze budowlanym Ukrainy oraz innych krajów.

## Literatura / References

1. Z. Li et al., *Advanced Concrete Technology*. John Wiley & Sons, Inc., 2023. ISBN 9781119806257. <https://doi.org/10.1002/9781119806219>.
2. *Science and Technology of Concrete Admixtures*. Elsevier Ltd., 2016. ISBN 9780081006931. <https://doi.org/10.1016/C2015-0-00150-2>.
3. M. Shetty, *Concrete Technology: Theory and Practice*. S. Chand Publishing, 2006. ISBN 9788121900034.
4. P.-C. Aïtcin, High performance concrete – an overview. *Mater. Struct.* **31**, 111–117 (1998). <https://doi.org/10.1007/BF02486473>.
5. EN 206:2013+A1:2016. Concrete – Specification, performance, production and conformity.
6. A. Usharov-Marshak, *Science of Concrete: Modern Etudes*. Kharkov: Rarities Ukraine, 2016, 135 p. ISBN 978-966-2408-60-7.
7. A. Usharov-Marshak, V. Gotz, A. Kabus, *Concrete and mortars*. Teaching aid. Kyiv: Osнова, 2022, 92 p.
8. W. Kurdowski, *Cement and Concrete Chemistry*. Springer, 2014. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-7945-7>.
9. K. Scrivener, V. John, E. Gartner, Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO<sub>2</sub> cement-based materials industry. *Cem. Concr. Res.* **114**, 2–26 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.03.015>.
10. J. Kimmig, S. Zechel, U. Schubert, Digital transformation in materials science: A paradigm change in material development. *Adv. Mater.* **33**, 2004940 (2021). <https://doi.org/10.1002/adma.202004940>.
11. Y. Gamil, A. Cwirzen, Digital transformation of concrete technology – a review. *Front. Built Environ.* **8**, 835236 (2022). <https://doi.org/10.3389/fbuil.2022.835236>.

Figure 8 shows examples of visualization of measurement results of heat evolution and temperature with constant or changing discretization intervals depending on the duration and intensity of hardening processes.

Digitization of information thus ensures a sequence of numerical values in variable time intervals for operational management of data about the state of hardening cement systems. The adaptive approach is expedient in functional-kinetic modeling and predicting the patterns of concrete hardening processes.

The development of digitization in concrete technology involves the adoption of digital calorimeters. These are highly sensitive devices that provide results in the form of discrete signals about the rate and completeness of heat evolution of cements and concretes at fixed moments in real-time.

Concrete, designed and manufactured using calorimetric information about hardening processes, is definitely considered digital concrete.

Digital concrete is a construction material designed and manufactured from functionally compatible components whose hardening processes are controlled and regulated by continuous monitoring of technologically significant data in digital format.

## 9. Conclusion

From physicochemical and technological perspectives, some cognitive and applied problems of digital concrete technology have been addressed and solved.

The basic principles of information technology for concrete have been formulated for the first time.

The functionality of calorimetry in obtaining data on the rate and completeness of heat evolution in concretes has been determined.

A concept of effective functional-kinetic monitoring of processes through thermo-kinetic trajectories, oriented towards the processes of concrete hardening and changes influenced by technological factors, has been proposed.

The appropriateness of using an adaptive algorithm in obtaining digital discrete signals from calorimetry about concrete hardening has been confirmed.

The practical significance of calorimetric information in the technologies of production and use of cements and concretes in the construction sector of Ukraine and other countries has been proven.

12. T. Wangler, N. Roussel, F. Bos, T. Salet, R. Flatt, Digital concrete: a review. *Cem. Concr. Res.* **123**, 105780 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105780>.
13. H. Van Damme, Challenges and opportunities for concrete in the digital era. In: *Gulf Conf. Sustain. Built Environ.*, Springer, 2020, 27–56. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-39734-0\\_3](https://doi.org/10.1007/978-3-030-39734-0_3).
14. A. Usharov-Marshak, M. Ciak, Principles of modern concrete science. Dni Betonu, Krakow, 2018, 185–196.
15. S. Akhmetova, S. Abilkasova, Physical and Colloid Chemistry. Laboratory manual. Almaty: ATU, 2019, 138 p. ISBN 9786012635003.
16. M. Wilkinson et al., The FAIR guiding principles for scientific data management and stewardship. *Sci. Data* **3**, 160018 (2016). <https://doi.org/10.1038/sdata.2016.18>.
17. S. Sarge, G. Höhne, W. Hemminger, *Calorimetry: Fundamentals, Instrumentation and Applications*. Wiley-VCH, 2014, 300 p. <https://doi.org/10.1002/9783527649365>.
18. A. Usharov-Marshak, *Calorimetry of Cement and Concrete*. Kharkov: Fact, 2002, 180 p. ISBN 966-637-066-2.
19. *Principles of Thermal Analysis and Calorimetry*. Royal Society of Chemistry, 2016, 259 p. ISBN 9781782620518. <https://doi.org/10.1039/9781788017275>.
20. *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*. Vol. 1. Elsevier Science, 1998, 722 p. ISBN 9780444820853.
21. SP-241. *Concrete Heat Development: Monitoring, Prediction & Management*. ACI, 2007, 140 p. ISBN 9780870312403.
22. L. Wadsö, *Isothermal calorimetry for the study of cement hydration*. Lund, 2001, 34 p.
23. J. Sandberg, S. Liberman, Monitoring and evaluation of cement hydration by semi-adiabatic field calorimetry. *ACI SP* **241**, 13–24 (2007). <https://doi.org/10.14359/18648>.
24. A. Usharov-Marshak, D. Vaičiukynienė, P. Krivenko, G. Bumanis, Calorimetric studies of alkali-activated blast-furnace slag cements at early hydration processes. *Materials* **14**, 5872 (2021). <https://doi.org/10.3390/ma14195872>.
25. R. Mohamed, R. Abd Razak et al., Heat evolution of alkali-activated materials: A review. *Constr. Build. Mater.* **314**, 125651 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125651>.
26. M. Sanytsky, A. Usharov-Marshak, T. Kropyvnytska, I. Heviuk, Performance of multicomponent Portland cements containing granulated blast furnace slag, zeolite, and limestone. *Cem. Wapno Beton* **25**, 416–427 (2020). <https://doi.org/10.32047/CWB.2020.25.5.7>.
27. K. Scrivener, R. Snellings, B. Lothenbach (eds.), *A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials*. CRC Press, 2016, 560 p. ISBN 9781138747234.
28. A. Usharov-Marshak, A. Kabus, Calorimetric monitoring of early hardening of cement in the presence of admixtures. *Inorg. Mater.* **49**, 430–433 (2013). <https://doi.org/10.1134/S0020168513040183>.
29. H. Zeng et al., Performance evolution of low heat cement under thermal cycling fatigue. *Constr. Build. Mater.* **412**, 134863 (2024). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.134863>.
30. D. Bentz, S. Jones, I. Bentz, M. Peltz, Towards the formulation of robust and sustainable cementitious binders for 3-D additive construction by extrusion. *Constr. Build. Mater.* **175**, 215–224 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.167>.
31. T. Wangler, R. Pileggi, S. Gürel, R. Flatt, A chemical process engineering look at digital concrete processes: critical step design, inline mixing, and scaleup. *Cem. Concr. Res.* **155**, 106782 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106782>.
32. ASTM C1897-20. Standard Test Methods for Measuring the Reactivity of Supplementary Cementitious Materials by Isothermal Calorimetry and Bound Water Measurements. <https://doi.org/10.1520/C1897-20>.
33. ASTM C1074-19. Standard Practice for Estimating Concrete Strength by the Maturity Method. <https://doi.org/10.1520/C1074-19>.
34. A. Usharov-Marshak, A. Kabus, Functional kinetic analysis of the effect of admixtures on cement hardening. *Inorg. Mater.* **52**, 435–439 (2016). <https://doi.org/10.1134/S0020168516040129>.
35. S. Bakhturin, Analog, discrete and digital signals. [https://ru.dsplib.org/content/discrete\\_introduction/discrete\\_introduction.html](https://ru.dsplib.org/content/discrete_introduction/discrete_introduction.html).
36. V. Yashin, Adaptive algorithms in information-measuring systems. *Mod. Knowl.-Intensive Technol.* **8**, 96–102 (2023). <https://doi.org/10.17513/snt.39737>.