STANDARDISERAD MÄTNING FÖR CEMENTBASERADE INJEKTERINGSMEDELS REOLOGI

STANDARDISED MEASUREMENT FOR RHEOLOGICAL PROPERTIES OF CEMENT BASED GROUTS

Ulf Håkansson, Skanska/KTH
Almir Draganovic, KTH
Johan Funehag, Tyréns/LTU

Sammanfattning

Inom undermarksbyggande vill man minimera påverkan på grundvattennivå och dränering av berget kring byggnader och konstruktioner. Man vill också minimera vatteninflöde till undermarksanläggningen vilket kan påverka både produktion av anläggningen och dess funktion negativt. Injektering med cementbaserade medel är idag den vanligaste metoden, för att minimera dessa problem.
Injekteringsmedels reologiska egenskaper har en avgörande påverkan på ett injekteringsresultat och utgör också en bra indikator på medlets kvalitet. Trots detta finns det ingen standard eller procedur för mätning av de reologiska egenskaperna, vilket gör det mycket svårt att jämföra data från dagens mätningar och uppfylla stipulerade krav.
Föreliggande arbete syftar till att sammanställa dagens kunskap för att därigenom komma fram till ett förslag på en standardiserad procedur för mätning av cementbaserade injekteringsmedels reologiska egenskaper.

Summary

Within underground construction, one wants to minimize the impact on ground water levels and drainage in the vicinity of surrounding buildings and structures. An aim is also to reduce water inflow to the excavation, which can affect both the production of the facility and its future operation adversely. Grouting with cement-based grouts are currently the most common method, in order to minimize these problems. The used grouts rheological properties have a crucial influence on a grouting result and are

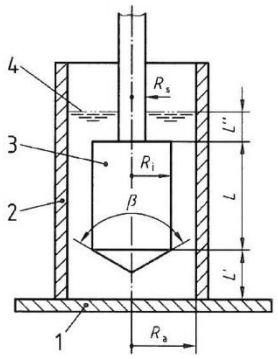
also a good indicator of grout quality. Despite this, there is no standard or procedure for measuring the rheological properties, which makes it very difficult to compare the data from today's measurements and fulfill stipulated requirements. The present work aims to compile current knowledge to come up with a proposal for a standardized procedure for the measurement of cement-based grout´s rheological properties.

Inledning

Inom undermarksbyggandet vill man minimera påverkan på grundvattennivå och dränering av berget kring byggnader och konstruktioner. Man vill också minimera vatteninflöde till undermarksanläggningen vilket kan påverka både produktion av anläggningen och dess funktion negativt. Injektering med cementbaserade medel är idag den vanligaste metoden, för att minimera dessa problem.
I samtliga undermarksprojekt i Sverige utförs en miljöprövning med resulterande miljödom som dikterar maximal tillåtet inläckage till anläggningen. De flesta infrastrukturprojekt är idag förlagda till urbana miljöer och kostnaderna för att undvika vattenrelaterade problem och uppfylla miljödomar utgör i storleksordningen 10 % av projektets totalkostnad.
De reologiska egenskaperna hos injekteringsbruket, såsom viskositet och flytgräns, påverkar inträngningslängden av vilket i sin tur är en avgörande faktor för det slutliga tätningsresultatet. Egenskaperna är också viktiga styrparametrar för att kunna kontrollera och säkerställa en hög och jämn kvalitet på injekteringsarbetet. Trots detta mäts reologiska strömningsegenskaper än idag främst med hjälp av enkla empiriska mätanordningar eller i bästa fall med konventionella roterande viskometrar eller reometrar (där den förstnämnda är av enklare, fältmässigare, karaktär).
Idag finns inga procedurer eller standarder i Sverige som beskriver hur man ska mäta och utvärdera flytgräns och viskositet av cementbaserade injekteringsmedel, trots att detaljerade krav förekommer i de flesta av dagens handlingar och kontrakt för undermarksprojekt. Det kan antas att denna brist på procedur och standard ofta är en källa till tidskrävande irrelevant arbete, onödiga diskussioner och motsättningar mellan parterna i dagens undermarksprojekt.

Den Tyska standarden DIN 53019 (2008) beskriver principerna för mätning av viskositet och reogram (grafisk representation mellan skjuvspänning och skjuvdeformation) med rotationsreometrar och i standarden definierade geometrier (Figur 1). Som framgår av figuren kan olika geometriska förhållanden användas,

beroende på hur hög ”viskositet” som vätskan har. Standarden beskriver inte hur de reologiska parametrarna skall utvärderas.



$L/R_i = 3$
$L'/R_i = 1$
$L''/R_i = 1$
$R_s/R_i = 0.3$
$R_a/R_i = 1.0847$
$\beta = 120^o \pm 1^o$

Figur 1. Geometriska förhållanden i DIN 53019

Ett viktigt bidrag från 30 års forskning är att utnyttja den kunskap som erhållits till att föreslå ett standardiserat sätt att mäta parametrar som har betydelse för ett lyckat injekteringsresultat.

Syftet med föreliggande projekt har varit att beskriva de vanligaste frågeställningarna och utifrån dagens kunskap ge förslag på en standardiserad mätprocedur för cementbaserade injekteringsmedels reologiska egenskaper, både i fält och i laboratorium.

Inom ramen för detta projekt har vi ställt följande krav på en standardiserad mätmetod för cementbaserade injekteringsmedels reologiska egenskaper. Metoden skall vara:

- Baserad på forskning och erfarenhet
- Relevant för rådande applikation
- Ingenjörsmässig och robust
- Praktisk och beprövad
- Följa en existerande standard

Efter att tidigt ha konstaterat behovet av en standard inom injektering, har en strategi för projektarbetet inledningsvis tagits fram och innehållit följande steg för att nå målet med ett förslag på mätstandard – litteraturstudie, mätning av kalibreringsvätskor och cementbruk enligt DIN 53019 (med två olika reometrar) samt besvarande av de frågeställningar som framkommit under arbetets gång.

Litteraturstudie

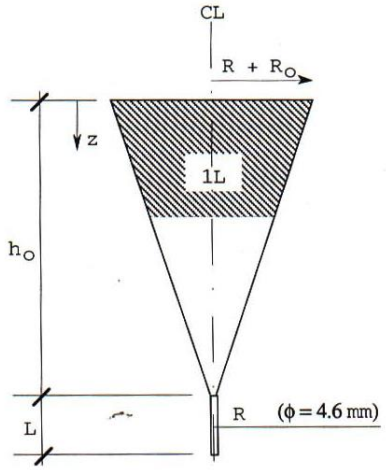
Det kan konstateras att det finns ett stort urval av standardiserade instrument för att bestämma vätskors viskositet men inga standardiserade metoder då det gäller att bestämma icke-Newtonska vätskor och deras vanligen förekommande flytgräns, beskrivna i litteraturen.
För mätning av viskositet på cementbaserade injekteringsmedel är litteraturen begränsad till olika sorters rotationsviskometrar, främst de som är baserade på koncentriska cylindrar, och den så kallade Marshkonen, trots att den inte mäter viskositet direkt.
För mätning av flytgräns är man hänvisad till en stor mängd, mer eller minde enkla, metoder framtagna inom olika forskningsprojekt.
Samtliga studerade metoder baseras på att ett prov tas bort från processen (injekteringsriggen) och att mätningen sker off-line, i ett laboratorium eller i fält.
På senare tid har därför förslag kommit fram på metoder som mäter de reologiska egenskaperna in-line, dvs direkt i föreliggande injekteringsprocess, med hjälp av ultraljud (Håkansson et al, 2012; Rahman, 2015; Håkansson & Wiklund, 2017).

<u>Mätning av viskositet</u>

Vanligen mäts de reologiska egenskaperna med hjälp av en rotationsreometer, bestående av ett statiskt kärl (cup) och en roterande cylinder (bob), sk. koaxialcylinder. Andra geometrier förekommer också (t.ex. ”cone-and-plate” och ”parallel-plate”) liksom utrustning där kärlet i stället roterar och cylindern är stilla.
Med en rotationsreometer kan viskositeten utvärderas från mätdata genom en kurvanpassning till olika reologiska modeller, såsom t.ex. Bingham modellen. Osäkerheter är relaterade till operatören, proceduren, mätdata och hur bra modellen passar till data. Ett kroniskt problem med denna typ av utrustning är glidning (slip) mellan vätska och fasta begränsningsytor. Vid analys och teoribildning antas ofta att vätskan har noll relativ hastighet vid fasta begränsningsytorna (väggarna) vilket dessvärre oftast inte är fallet (Håkansson, 1993, 1994; Eriksson et al, 2004; Nehdi & Rahman, 2004; QD Nguyen, 2006, 2012; Rahman, 2015, Zou et al, 2018). Olika sätt att minska detta problem är t.ex. genom sandning, blästring eller svarvade skåror och i vissa fall genom att använda en vinge, som vid bestämning av lerors skjuvhållfasthet. Problemet med slip förekommer främst vid låga skjuvhastigheter, säg mindre än 10 1/s (Shamu & Håkansson, 2019).

Ett ytterligare problem vid mätning med rotationsviskometer är separation mellan den fasta och den flytande fasen, dvs. mellan cementpartiklarna och vattnet. Denna separation kan vara initierad antingen av gravitationen eller genom att partiklarna slungas bort från mätcylindern vid höga rotationshastigheter. Oavsett fenomen så innebär detta att man erhåller en koncentrationsgradient i mätkärlet och att man till slut mäter något annat än vad som är representativt för injekteringsbruket.

Marshkonen (Figur 2) är ett instrument som kommer från oljeindustrin för mätning av borrvätskors strömningsegenskaper. Man fyller konen med en bestämd mängd vätska och registrerar den tid det tar för en liter att rinna ut ur ett rör längst ned i konen. Med Marskonen kan man inte bestämma viskositeten direkt utan den tid som mäts utgör en kombination av densitet, viskositet och flytgräns. För att kunna separera viskositet och flytgräns krävs att den ena är känd á-priori (Håkansson, 1993, 1994; H Nguyen, 2006; Sahmaran, 2008; H Nguyen, 2011; Sadrizadeh et al, 2017). Densiteten kan enkelt bestämmas, med t.ex en mud-balance. Marshkonen är enkel att använda och lämpar sig väl för kvalitetskontroll i fält.



Figur 2. Marshkon för uppskattning av strömningsegenskaper hos borrvätskor inom oljeindustrin, L = 50 mm (2”), h_o = 305 mm (12”), R+R_o = 76 mm (6”)

<u>Mätning av flytgräns</u>

Mätning av flytgräns kan indelas i direkta och indirekta metoder. Med direkta metoder fås ett värde på flytgränsen emedan man i indirekta metoder måste extrapolera fram flytgränsen med hjälp av mätdata och anpassade reologiska modeller. Felkällor förekommer dels i data som reometern genererar, beroende på

mätprocedur och operatör, och dels i den reologiska modell som data måste anpassas till, t.ex. Bingham modellen.
Med rotationsreometern kan man även direkt bestämma flytgränsen. Detta görs med hjälp av att använda en vinge i stället för cylinder (QD Nguyen, 1983), göra ett kryp test eller ”stress-relaxation” (Rahman et al, 2016), dvs. stänga av rotationen och se vid vilket vridmoment som cylindern stannar.

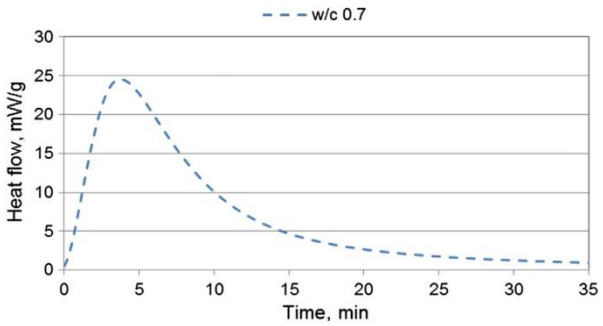
För att direkt bestämma flytgränsen, utan reometer, har ett antal, mer eller mindre enkla, metoder tagits fram av vilka ett urval är följande:

- Plate Cohesion Meter (Lombardi, 1985)
- Raise-pipe (Håkansson, 1993, 1994)
- Lutande plan (Cousot & Boyer, 1995)
- Slotted-plate (Zhu et al, 2001)
- Cylindrisk penetrometer (Uhlherr et al, 2002)
- Yield-stick (Axelsson & Gustafson, 2005)

Slutsatser från litteraturstudien

Generellt kan sägas att cementbaserade injekteringsmedel (en suspension) har en komplex reologi (icke-Newtonsk med flytgräns), som är svår att mäta, är tids- och historieberoende (pga. hydratisering och tixotropi), och ger ett resultat som beror på metod, operatör och procedur.
Ovanstående medför att det är mycket angeläget att definiera en mätstandard som gör det möjligt att mäta på ett likartat sätt och där resultat går att jämföra från gång till gång. Det skulle också vara bra om man kunde erhålla både viskositet och flytgräns med en och samma metod.
Slutsatsen från litteraturstudien är att mätmetoden bör baseras på rotationsreometer (off-line) eller mätning med ultraljud (in-line). För den sistnämnda krävs dock ytterligare utveckling innan metoden kan appliceras under pågående injektering.

För att erhålla representativa värden på egenskaperna, eftersom de ändras pga. hydratiseringen då cementen blandas med vatten, bör mätningarna påbörjas efter en viss tid. Mätningar av värmeutvecklingen efter blandning med vatten indikerar att man bör vänta ca. 20 minuter innan man påbörjar de reologiska mätningarna, se Figur 3.



Figur 3 Värmeutveckling (mW/g) med tid efter blandning av cement och vatten för vct 0.7, Rahman et al, (2016)

Material och mätinstrument

Litteraturstudien visade att mycket få har använt DIN 53019 standarden och följt den strikt vid mätningen av reologiska egenskaper av cementbruk. Variationen av använda metoder och instrument har varit stor.
Syfte med de egna mätningarna är att testa en rotationsreometer enligt DIN 53019 på bruk och utvärdera möjligheten att använda denna för ett detaljerat standardiseringsförslag. Mätningarna syftar också till att finna en möjlig bärbar viskometer för förprovning i fält samt att ge ett ytterligare underlag för diskussionen kring val av instrument, tid för mätning och val av skjuvhastighetsintervall.
Utöver försök på bruk har en del kalibreringsmätningar med hög och lågviskösa vätskor genomförts för att verifiera noggrannheten hos reometrarna, speciellt vid mätning av skjuvspänning vid låga skjuvhastigheter.

Material

Cementa Injekteringscement, IC30, max kornstorlek (diameter): 30 µm
Vattencementtal, vct: 0,6; 0,8 och 1,2
Tillsatser: flytmedel, iFlow (0,2 % av cementvikten)
Kalibreringsvätska: högviskös (500 mPas) och lågviskös (10 mPas)

Mätinstrument

Reometer: TA AR2000
Viskometer: Brookfield LV-II

Blandare 1: laboratorieblandare Dispermat CV3, RPM: 10000
Blandningstid: 4 minuter + 1 minut efter tillsats av flytmedel, iFlow
Blandare 2: fältblandare Atlas Copco Unigrout
Mätningstidpunkt: direkt efter blandning och efter 15 min (med omrörning 3000 RPM under väntetiden)
Temperatur: 23°C (lab), 7°C (fält)

Resultat

Kalibreringsvätska

Reometer TA AR2000 har en stor noggrannhet. Mätningar med låg viskösa vätskor vid låga skjuvhastigheter kan dock vara osäkra. En bidragande faktor kan vara glidning mellan vätskan och väggen på cylindern eller kärlet, dvs ”slip”.

Referensmätningar med cementbruk

Repeterbarheten är bra med låg standardavvikelse för TA AR2000. Mätningar med bruk med låga vct har något lägre repeterbarhet. Resultat är förväntat och rimligt. Mätningar vid låga skjuvhastigheter (< 25 1/s) kan vara problematiska.

För Brookfield LV-II kan dess kapacitet överskridas om bruket har en flytgräns över 10 Pa. Jämförelse mellan laboratorie- och fältmätningar var svårt att utföra pga. den stora temperaturskillnaden. Trots detta fungerade mätningarna tillfredsställande.

Diskussion

Val av instrument för mätning av viskositet

Den sensitivitetsanalys som har gjorts inom projektet visar att viskositeten har en stor påverkan på brukets spridning och därför bör denna bestämmas direkt med reometer. Litteraturstudien visade också att i de flesta publicerade artiklar med provning av cementbruk använder koaxialcylinder geometri. Egna mätningar med denna geometri enligt DIN-53019 visade inga betydande problem, utom möjligtvis mätningar vid låga skjuvhastigheter.

Allt detta tyder på att val av rotationsreometer/viskometer med koaxialcylinder geometri enligt DIN 53019 standard är det mest rimliga valet.

Val av instrument för mätning av flytgräns

Jämfört med viskositet är det mera osäkert hur man ska mäta flytgränsen. Litteraturstudien visar att det finns flera instrument att mäta flygträns med, direkt eller indirekt. Dessutom är själva definitionen av flytgränsen varierande vid utvärderingen av mätdata och både statisk och dynamisk flytgräns förkommer (Rahman et al, 2016).
En stor fördel skulle vara att använda viskositetsmätningen och bestämma flytgränsen med en av de indirekta metoderna än att göra en separat mätning. Sensitivitetsanalysen visar också att flytgränsen inte har så stor påverkan under de första 5 meters spridning. Om man dessutom exkluderar värdena från mätningen med rotationsviksometer vid låga skjuvhastigheter, blir skillnad i flytgränsen mindre mellan de olika utvärderingsmodellerna. Baserat på detta föreslås det därför att extrapolera flytgränsen enligt Bingham modellen från viskositetsmätningar med reometer. För att kunna göra detta krävs att intervallet för extrapolationen definieras, dvs. över vilket spann av skjuvhastigheter som skall användas.

Skjuvhastighetsintervall och kurvanpassning med Bingham modellen

Litteratur och referensmätningar med TA AR2000 reometer enligt DIN-53019 visar att mätningar vid framförallt låga skjuvhastigheter kan vara störda och osäkra (Shamu & Håkansson, 2019). Därför är det väsentligt att betrakta de skjuvhastigheter som förekommer i bruket under spridning i en verklig spricka. Skjuvhastigheterna vid 2D radiell strömning kan beräknas enligt följande ekvation (personlig kommunikation, Zou 2018):

$$\dot{\gamma} = \frac{\tau_0}{\mu}\left(\frac{1}{I_D} - 1\right)\frac{I_D \cdot \gamma}{1 + (I_D \cdot \gamma)}\frac{1}{\ln\left(1 + I_D \cdot \gamma\right)}; \gamma = \frac{\mathrm{Imax}}{r_{bh}}$$

En referensberäkning har gjorts med följande indata: viskositet 30 mPas, flytgräns 2 Pa, tryck 2 MPa och sprickköppning 100 µm.
Den övre relevanta skjuvhastighetsgränsen är relaterad till spridning av bruket i början av injekteringen där de beräknade skjuvhastigheterna är mycket höga (oändliga). Vid vår referensspricka och 0.9 m spridning är den beräknade

skjuvhastigheten vid sprickväggen 1025 1/s. Den nedre relevanta skjuvhastighetsgränsen är relaterad till önskad spridning av bruket. Önskad spridning i denna referensspricka kan exempelvis vara 5 m, där den beräknade skjuvhastigheten, enligt ovanstående formel, är ca. 113 1/s.

För tunnare bruk (vct=0.8 och 1.2) är påverkan på flytgränsen och viskositet nästan obetydlig. För tjockare bruk (vct=0.6) är den väsentlig pga. att mätning vid skjuvhastighet 1 [1/s] inte följer den linjära trenden och är osäker. Den övre gränsen för skjuvhastighet ges av de olika instrumentens maxkapacitet och det är därför nödvändigt att välja ett rimligt värde. Mätningar med höga skjuvhastigheter kräver speciell mätutrusning och vi har inte någon mäterfarenhet med så höga skjuvhastigheter. Erfarenhet visar att 250 1/s är lämpligt.
Den undre gränsen styrs av osäkra mätvärden vid låga skjuvhastigheter. Uppmätta spänningar för 1 – 25 1/s anses inte relevanta i vår applikation för bestämning av flytgräns och viskositet. Detta beror på glidning (slip) och tixotropi, dvs. att partiklarna börjar flockulera vid liten relativ rörelse mellan dessa. Erfarenhet visar att ett lämpligt värde är 25 1/s.

Upp/ner kurva

Eftersom mätningar med upp- och nerkurva ger olika resultat bör dessa göras med nerkurva pga. att skjuvningen i bruket börjar från en högre skjuvhastighet och minskar med inträngningen under injekteringsprocessen. På så sätt återspeglar mätningsprocessen bättre verkligheten.

Tidpunkt för mätningen

Med hänvisning till Figur 3 är det lämpligt att förlägga mätningen efter att den största värmeutvecklingen har passerat, dvs. efter ca. 20 minuter. Detta för att erhålla representativa värden som inte störs av den initiala fasen av hydratiseringen (C3A).

Förslag till mätprocedur

Följande provningsprocedur rekommenderas för mätning av cementbaserade injekteringsmedels reologiska egenskaper i laboratorium:

Använd rotationsreometer med koaxialcylindrar enligt standarden DN 53019 och skjuvhastigheter i fallande ordning (dvs. mätningen börjar med det högsta värdet och sedan avtagande, sk ”down-curve”):

1. Använd skjuvhastighetsintervall: 250, 175, 150, 125,100, 75, 50 och 25 [1/s]
2. Starta mätningen efter 5 min blandning + 15 min omrörning
3. Utvärdera flytgräns och plastisk viskositet enligt den linjära Bingham modellen (kurvanpassning till ovanstående skjuvhastigheter)
4. Repetera mätningen 3 gånger
5. Presentera alla mätningar grafiskt, inklusive den linjära kurvanpassningen
6. Presentera tabell med flytgräns och viskositet för varje mätning, inklusive medelvärde och standardavvikelse
7. Presentera brukstemperatur för varje mätning. Bör utföras vid 8°C
8. Beskriv använd reometer, råhet och geometri
9. Beskriv bruk (cementsort, vct, tillsatser), blandare och blandningsprocedur

Förprovning i fält: samma procedur som ovanstående men med en bärbar, robust enklare viskometer (typ Brookfield). Om instrumentet inte klarar de högsta skjuvhastigheterna, tas dessa bort före den linjära kurvanpassningen. Referensmätningar görs samtidigt med mud-balance (densitet) och Marshkon (utströmningstid).

Fortlöpande provning i fält: kvalitetskontroll görs med mud-balance och Marshkon.

Referenser

- Axelsson M, Gustafson G. 2006. A robust method to determine the shear strength of cement-based injection grouts in the field. Tunnelling and Underground Space Technology 21, 499–503
- Coussot, P. and S. Boyer, 1995, Determination of yield stress fluid behaviour from inclined plane test, Rheol. Acta 34, 534-543.
- Nehdi M, Rahman M-A (2004) Estimating rheological properties of cement pastes using various rheological models for different test geometry, gap and surface friction. Cem Concr Res 34:1993–2007. doi: 10.1016/j.cemconres.2004.02.020
- Nguyen, Q.D., Boger, D.V., 1983. Yield stress measurement for concentrated suspensions. J. Rheol. 27, 321.

- Nguyen Q. D, Akroyd T, Daniel C. De Kee and Lixuan Zhu . 2006. Yield stress measurements in suspensions: an inter-laboratory study; Korea-Australia Rheology Journal Vol. 18, No. 1, pp. 15-24
- Nguyen H., Remond S., Gallias J.L, Bigas J.B., Muller P., 2006. Flow of Herschel–Bulkley fluids through the Marsh cone, J. Non-Newtonian Fluid Mech. 139 128–134.
- Nguyen H., Remond S., Gallias J.L., 2011. Influence of cement grouts composition on the rheological behaviour. Cement and Concrete Research, Volume 41, Issue 3, pg 292-300.
- Rahman M. 2015. Rheology of cement grout –Ultrasound based in-line measurement technique and grouting design parameters. Doctoral Thesis, KTH.
- Rahman M., Wiklund J., Kotzé R., Håkansson U. 2016.Yield stress of cement grouts. Tunnelling and Underground Space Technology 61, 50–60.
- Sadrizadeh, S., A. N. Ghafar, A. Halilovic, and U. Håkansson. 2017. “Numerical, Experimental and Analytical Studies on Fluid Flow through a Marsh Funnel.” Journal of Applied Fluid Mechanics. 10(6): 1501-1507.
- Sahmaran M., Özkan N., Keskin S.B., Uzal B., Yaman İ.Ö., Erdem T.K. 2008. Evaluation of natural zeolite as a viscosity-modifying agent for cement-based grouts. Cement and Concrete Research 38. 930–937.
- Uhlherr, P.H.T., J. Guo, T.-N. Fang and C. Tiu, 2002, Static measurement of yield stress using a cylindrical penetrometer, Korea-Australia Rheology J. 14, 17-23.
- Zhu, L., N. Sun, K. Papadopoulos and D. De Kee, 2001, A slotted plate device for measuring static yield stress, J. Rheol. 45, 1105-1122.
- Zou L., Håkansson U., Cvetkovic V. 2018. Two-phase cement grout propagation in homogeneous water-saturated rock Fractures. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences. Volume 106, pg 243-249.
- Håkansson, U., Hässler, L. Stille, H. 1993. Rheological properties of cement-based grouts – measuring techniques and factors of influence. Proc. Int. Conference on grouting in rock and concrete, Salzburg 11-12 Oct. Editor R. Widman, Balkema.
- Håkansson, U. 1994. Injekteringsmedels strömningsegenskaper. SveBeFo Rapport 15.
- Shamu, J., Håkansson, U. 2019. Rheology of cement grouts: on the critical shear rate and no-slip regime in the Couette geometry. Cement and Concrete Research. (submitted)