

BeFo



STIFTELSEN BERGTEKNISK FORSKNING
ROCK ENGINEERING RESEARCH FOUNDATION

OM MÄTNINGEN AV REOLOGI HOS CEMENTBASERADE INJEKTERINGSMEDEL

Almir Draganović

Ulf Håkansson

Johan Funehag

OM MÄTNINGEN AV REOLOGI HOS CEMENTBASERADE INJEKTERINGSMEDEL

On the measurement of rheology of cementitious grouts

Almir Draganović

Ulf Håkansson

Johan Funehag

FÖRORD

Injektering av berget kring undermarksanläggningar utförs bland annat för att minimera påverkan på grundvatten. Det är speciellt viktigt i urbana miljöer när en sänkning av grundvattnet kan orsaka sättningar och på så sätt skada ovanförliggande hus och infrastruktur. De reologiska egenskaper hos bruket som används vid injekteringen har en stor betydelse för resultatet och utgör en bra indikator på medlets kvalitet.

Trots detta finns det idag ingen standard eller fastställd procedur för mätning av reologiska egenskaper, vilket gör det svårt att jämföra data från mätningar med stipulerade krav. Föreliggande arbete syftar till att sammanställa kunskapsläget och utifrån det ta fram ett förslag till en standardiserad procedur för mätning av cementbruks reologiska egenskaper.

Projektet har fått stöd av en referensgrupp som bestod av Håkan Stille, Magnus Zetterlund, Magnus Eriksson, Tommy Ellison, Pentti Koski, Lars Martinsson, Johan Wiklund och Per Tengborg.

BeFo har finansierat projektet med in-kind bidrag från KTH, LTU och Skanska.

Stockholm

Patrik Vidstrand

SAMMANFATTNING

Inom undermarksbyggande vill man minimera påverkan på grundvattennivå och dränering av berget kring byggnader och konstruktioner. Man vill också minimera vatteninflödet 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.

INNEHÅLL

Förord.....	i
Sammanfattning	iii
Summary	v
Innehåll.....	vii
1 Introduktion.....	1
1.1 Bakgrund	1
1.2 Behov att standardisera reologimätningen av cementbaserat bruk	1
1.3 Syfte med projektet	4
2 Litteraturstudie.....	5
2.1 Mätning av viskositet av cementbruk.....	5
2.1.1 Befintliga instrument.....	5
2.1.2 Marshkon i kombination med rotationsviskometer (Binghammodellen).....	5
2.1.3 Marshkon i kombination med rotationsviskometer (Herschel–Bulkleymodellen)....	7
2.1.4 Marshkon i kombination med rotationsviskometer (modifierad Binghammodell) .	11
2.1.5 Rotationsviskometer.....	13
2.1.6 ”Wall slip” i mätningar med rotationsviskometer.....	16
2.2 Slutsats	17
2.3 Mätning av flytgräns av cementbruk.....	18
2.3.1 Befintliga instrument och utvärderingsmetoder.....	18
2.3.2 Flytgräns av TiO ₂ -suspension uppmätt med olika metoder.....	19
2.3.3 Flytgräns av cementbruk uppmätt med olika metoder	21
2.3.4 Flytgräns hos bruk (INJ30, vct = 0,7, inga tillsatser) uppmätt med olika metoder .	22
2.3.5 Tidspåverkan på flytgräns	24
2.3.6 Tidspåverkan på flytgräns uppmätt med Vane.....	25
2.3.7 Jämförande mätningar mellan Yieldstick och rotationsviskometer	26
2.4 Slutsats	27
3 Egna mätningar med rotationsreometrar enligt DIN-53019	29
3.1 Introduktion.....	29
3.1.1 Använda reometrar, geometrin, provade bruk och blandning.....	29
3.2 Kalibreringsmätningar med hög- och lågviskosa vätskor med TA AR2000 reometer enligt DIN-53019.....	32
3.2.1 Syfte	32

3.2.2	Resultat.....	32
3.2.3	Slutsats	32
3.3	Reologiprovnings på bruk med TA AR2000-reometer enligt DIN-53019 i laboratoriet.....	33
3.3.1	Syfte	33
3.3.2	Resultat.....	33
3.3.3	Slutsats	33
3.4	Reologiprovnings på bruk direkt och cirka 15 minuter efter blandning	35
3.4.1	Syfte	35
3.4.2	Material och metod.....	35
3.4.3	Resultat.....	35
3.4.4	Slutsats	35
3.5	Kalibreringsmätningar med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog med olika geometrier.....	37
3.6	Provningar med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog enligt DIN-53019 i laboratorium.....	37
3.6.1	Syfte	37
3.6.2	Material och metod.....	37
3.6.3	Resultat.....	38
3.6.4	Slutsats	38
3.7	Provningar med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog enligt DIN-53019 i fält	40
3.7.1	Syfte	40
3.7.2	Material och metod.....	40
3.7.3	Resultat.....	40
3.7.4	Slutsats	41
3.8	Slutsats	42
4	Frågor för diskussion	43
4.1	Val av instrument	43
4.1.1	Sensitivitetsanalys av viskositet och flytgräns	43
4.1.2	Val av instrument för mätning av viskositet.....	44
4.1.3	Val av instrument för mätning av flytgräns.....	44
4.2	Relevant skjuvhastighetsintervall och reologisk modell	45
4.2.1	Relevant skjuvhastighetsintervall.....	45
4.2.2	Utvärderingsmetod (kurvanpassning till reologisk modell)	47

4.2.3	Förslag till skjuvhastighetsintervall och utvärderingsmetod.....	48
4.3	Tid för mätning.....	48
4.4	Upp eller ner kurva.....	48
5	Förslag till mätprocedur.....	49
5.1	Förslag till mätprocedur i laboratorium.....	49
5.2	Förslag till mätprocedur för förprovning i fält	49
5.3	Förslag till mätprocedur för löpande förprovningar i fält	49
6	Referenser.....	51
7	Bilaga 1: Definition av viskositet och flytgräns.....	53
7.1	Bingham flöde i en 1D-planparallell spricka	54
8	Bilaga 2: Mätmetoder för bestämning av viskositet och flytgräns	57
8.1	Mätmetoder för bestämning av viskositet	57
8.1.1	Viskositetsmätning med rotationsviskosimetrar och koaxialcylindergeometri enligt DIN 53019	57
8.1.2	Viskositetsmätning med marshkon	58
8.1.3	Viskositetsmätning med glas kapillär viskosimeter, Ostwald typ	59
8.1.4	Extrusionskapillär viskosimeter.....	59
8.2	Mätmetoder för bestämning av flytgräns	59
8.2.1	Flytgränsmätning med Vane (direkt metod)	59
8.2.2	Flytgränsmätning med Slotted plate (direkt metod).....	60
8.2.3	Flytgränsmätning med Stressramp (Spänningskontrollerad reometer, direkt metod)	61
8.2.4	Kryp-metoden (Spänningskontrollerad reometer, direkt metod)	61
8.2.5	Stressrelaxationstest. (Spänningskontrollerad reometer, direkt metod).....	62
8.2.6	Flytgränsmätning med Lutande plan (direkt metod, 1995).....	62
8.2.7	Flytgränsmätning med cylindrisk penetrometer (direkt metod, 2002).....	64
8.2.8	Flytgränsmätning med Yieldstick (direkt metod, 2006).....	65
8.2.9	Flytgränsmätning med Raise-pipe (direkt metod, 1993).....	66
8.2.10	Utvärderingsmetoder från reometermätningar (Bingham-, Casson-, Herschel- och Bulkley-model).....	67

1 INTRODUKTION

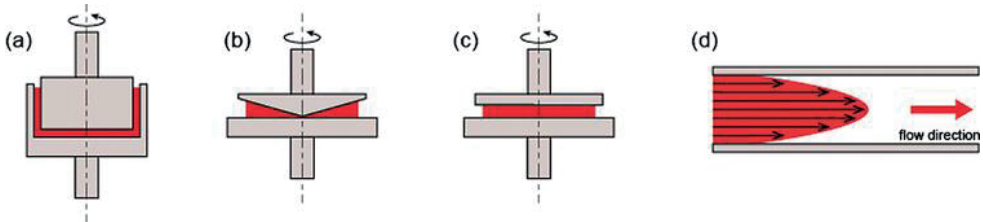
1.1 Bakgrund

I undermarksbyggande vill man minimera dränering av berget kring konstruktioner och påverkan på grundvattennivån. Man vill också minimera vatteninflödet till konstruktionerna, vilket kan påverka både funktion och produktion negativt. Injektering med cementbaserat bruk är den vanligaste metoden som används idag för att minimera inläckage av vatten. Spridningslängden av bruket är en faktor som påverkar ett injekteringsresultat och för att kunna uppskatta denna behöver man bestämma brukets reologi, det vill säga viskositet och flytgräns. Det finns fler olika definitioner av viskositet och flytgräns. En kortfattad beskrivning och definition av viskositet och flytgräns kan man hitta i bilaga 1.

1.2 Behov att standardisera reologimätningen av cementbaserat bruk

Idag finns det varken föreskrifter eller en standard i Sverige som beskriver hur man ska mäta och utvärdera viskositet och flytgräns för cementbaserade bruk, trots att detaljerade krav förekommer i de flesta av dagens handlingar för undermarksprojekt.

Internationellt finns Tysk standard DIN 53019 från 1980 (uppdaterad 2008) och USA:s standard ASTM C1749 från 2012, som beskriver mätning av viskositet. DIN 53019-1 som heter "Viscometry-Measurement of viscosities and flow curves by means of rotational viscometers" beskriver hur man mäter viskositet av vätskor generellt med olika typer av rotationsviskosimeter. Geometrier som beskrivs i standarden och som kan användas i en rotationsviskosimeter kan vara cylindriska, kon-platta eller parallella plattor. Se Figur 1. Problemet är att det inte finns någon klar beskrivning av val av geometrier eller mätprocedurer. Instruktioner är oftast generella för att de ska passa till alla möjliga vätskor. Detta leder till att man i praktiken idag använder olika geometrier och mätprocedurer vid mätningen av viskositet för cementbaserat bruk, vilket resulterar i att uppmätt viskositet skiljer mellan olika mätningar.



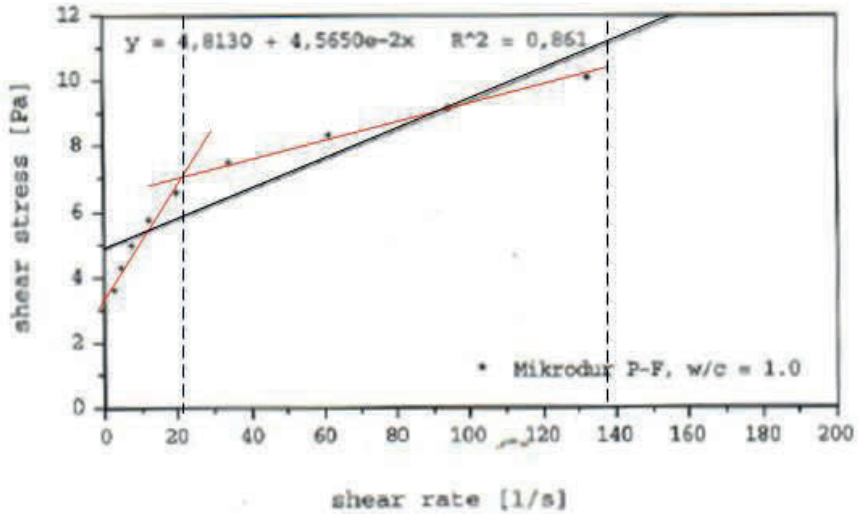
Figur 1: Illustration av olika geometrier vid mätning med rotationsviskosimeter: a) koaxialcylinder, b) kon och platta, c) parallella plattor och d) skjuvning av vätskan vid flöde mellan två parallella plattor.

För att illustrera denna problematik kring mätningen av reologiska egenskaper hos cementbruk visas ett resultat från mätningen av viskositet och flytgräns hos ett cementbruk i Figur 2. Mätningen visar att skjuvspänningen varierar med

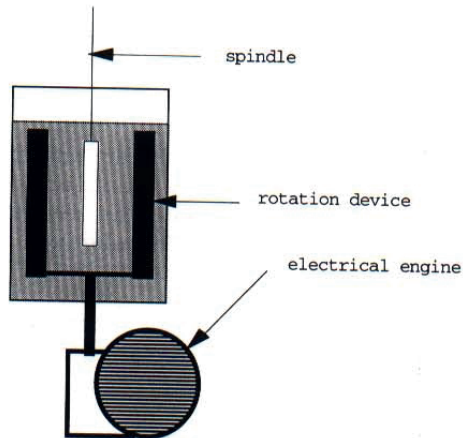
skjuvhastigheten. Mätningen har genomförts med rotationsviskosimeter med koaxial cylindergeometri (spindel-cylinder) med en cylinderradie på 30 mm. En speciell anordning har också tagits fram för att blanda bruk mellan mätningar vid olika skjuvhastigheter, se Figur 3. Dessutom har spindeln behandlats med sand för att få en grov yta och därmed minimera glidning.

Det finns fler frågor för diskussion:

- 1 Skulle resultat vara olika med kon och platta eller system med parallella plattor? I så fall vilken geometri ska man välja?
- 2 Kan man använda andra instrument?
- 3 Hur mycket påverkar den speciellt framtagna geometrin och proceduren resultat jämfört med koaxialcylinder enligt DIN 53019 där gapet är mindre och spindeln har en slät yta? Hur ska vi värdera dessa resultat relaterat till andra mätningar? Dimensioner på koaxialcylinder enligt DIN 53019 finns beskrivet i bilaga 2.
- 4 Från mätningar presenterade i Figur 2 kan man observera att skjuvspänningen är ganska linjär för skjuvhastigheter högre än 20 [1/s] medan för lägre skjuvhastigheter är den icke-linjär. Hur ska man utvärdera viskositet från denna mätning? Ska man bestämma viskositet baserat på mätningar för hela skjuvhastighetsintervallet eller är det bättre att bestämma viskositeten för ett relevant skjuvhastighetsintervall?
- 5 Vilken utvärderingsmodell ska man använda: Bingham, Casson, Herschel-Bulkley?
- 6 Finns det en osäkerhet i mätningen vid mycket låga och mycket höga skjuvhastigheter? Är de uppmätta skjuvspänningarna, i detta fall vid låga skjuvhastigheter, riktiga eller är det fel på mätningen?
- 7 Egenskaper hos cementbruk kan ändras med tiden på grund av hydratation. Då är det lämpligt att bestämma tiden för mätning efter att blandningen av bruket är färdig och när egenskaperna är stabilare. Annars är det svårt att jämföra dem om de mäts vid olika tidpunkter.
- 8 Vi vet också att mätning med stigande skjuvhastigheter ("upp-kurva") eller sjunkande skjuvhastigheter ("ner-kurva") kan ge olika resultat. Sättet att mäta måste även definieras i mätproceduren.



Figur 2: Viskositet uppmätt med rotationsviskometer med koaxialcylindergeometri. Inre diameter av behållare (cylinder) är 30 mm. Håkansson (1993).



Figur 3: Blandningsanordning använd av Håkansson 1993 för att åstadkomma ett omrört bruk.

Dessutom finns det inte någon standard som beskriver mätning av flytgränsen. Vanligtvis extrapolerar man mätningen av viskositet vid olika skjuvhastigheter för att bestämma

flytgräns och trots att mätningen vanligtvis följer Herschel-Bulkley modellen används Binghammodellen på grund av att den är linjär och enkel att använda. Det finns fler andra modeller utöver Binghammodellen, vilka ger olika flytgräns och viskositet se bl.a. Nehdi and Rahman (2004).

I fält vid fortlöpande provningar i Sverige mäts de reologiska egenskaperna med relativt enkla metoder som till exempel Marshkon och yield-stick. Marshkonen är ett enkelt redskap men resultatet utgör en kombination av viskositet och flytgräns. Det är svårt att särskilja parametrarna och att veta vilken som är dominerande. Dessutom kan man ifrågasätta om fullt utbildad strömning råder i det mycket korta röret på Marshkonen. Yield-stick är också ett enkelt verktyg men spridningen i resultat och handhavandet ger stora osäkerheter i utvärderingen.

Under senare tid har man forskat på att utveckla in-line-mätning av de reologiska egenskaperna av bruket i fält med hjälp av ultraljud (UVP-PD). Det handlar om kontinuerliga och beröringsfria mätningar direkt på injekteringsriggen under pågående injekteringsprocess. Instrumentet ger hastighetsprofiler i realtid, cirka 10 gånger per sekund, från vilka de reologiska egenskaperna och flödet kan utvärderas (Wiklund et al. 2012; Rahman et al. 2015). En av fördelarna är att det är en direkt metod, det vill säga de reologiska egenskaperna erhålls från hastighetsprofilen och det behövs inte någon anpassning till matematiska reologiska modeller, som till exempel Binghammodellen. Denna forskning med fokus på mätning av reologi hos bruket har gjort betydande framsteg men det återstår en del frågeställningar som måste klargöras innan en praktisk implementering kan ske. Därför finns det ett behov av att standardisera mätningen av reologiska egenskaper baserat på nuvarande teknik, för att kunna jämföra resultat från olika mätningar och ställa krav på bruket tills den nya tekniken är färdigutvecklad för industriell användning.

1.3 Syfte med projektet

Det finns ingen standard idag för mätning av reologiska egenskaper av cementbruk. Syftet med projektet är att systematisera beskrivningen av nuvarande mätmetoder och utifrån dagens kunskap föreslå en standard för mätning av brukets reologiska egenskaper.

2 LITTERATURSTUDIE

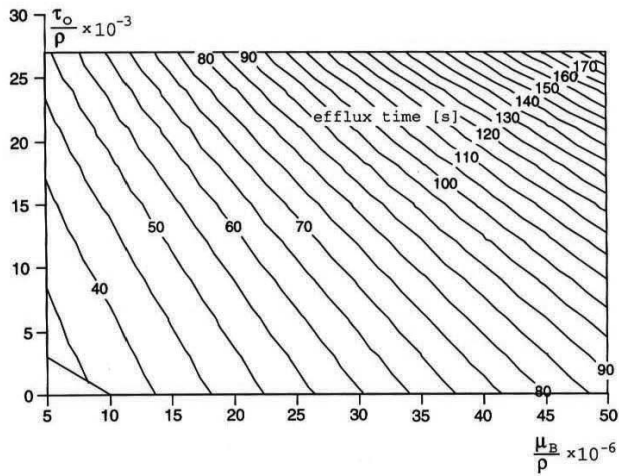
2.1 Mätning av viskositet av cementbruk

2.1.1 Befintliga instrument

Det finns fler olika instrument för mätning av viskositet. Några av dem är: (1) rotationsviskosimeter eller rotationsreometer, (2) Marshkon, (3) kapillärviskosimeter, av Ostwaldtyp, (4) extrusion kapillärviskosimeter, (5) ”falling ball” viskosimetrar, (6) konsistometer, (7) tuning fork vibration-viskosimetrar och så vidare. Olika instrument används för olika typer av vätskor. Vissa av dessa instrument presenteras kortfattat i bilaga 2. Av de listade instrumenten är det bara rotationsviskosimeter/reometer och Marshkon som har presenterats i litteraturen för mätning av viskositet för cementbruk. De andra instrumenten har inte granskats noggrannare i denna rapport eftersom de inte har använts för provning av cementbruk.

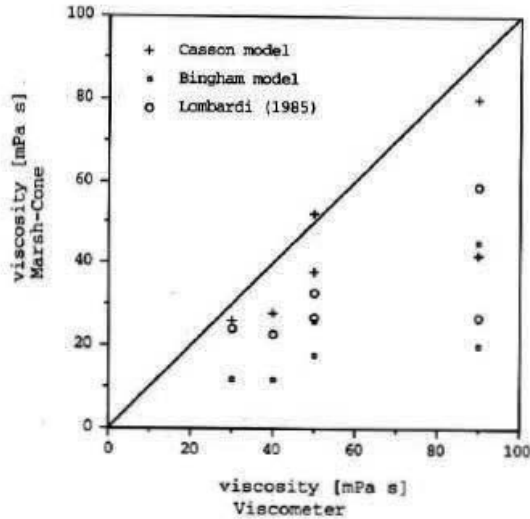
2.1.2 Marshkon i kombination med rotationsviskosimeter (Binghammodellen)

Det första som måste göras är att välja ett lämpligt instrument för bestämning av viskositet. Marshkonen är ett mätinstrument som kommer från oljeindustrin för mätning av borrhätskors strömningsegenskaper. Man fyller konen med en bestämd mängd vätska och registrerar den tid det tar för en viss volym att rinna ut genom ett rör längst ner i konen. Marshkonen är enkel att använda och lämpar sig väl för fältmätning. Med Marshkonen kan man inte bestämma viskositeten direkt utan den tid som mäts utgör en kombination av viskositet och flytgräns. Håkansson (1993) har presenterat en metod för att omvandla Marshkonens utströmningstid till viskositet hos cementbruk (se Figur 4). Metoden baseras på en teoretisk behandling av Binghammodellen. Man kan observera att utöver utströmningstiden, måste brukets flytgräns och densitet vara kända för att bestämma Binghamviskositeten. Man kan också, i figur 4, observera att upplösningen för utströmningstiden mellan 30 och 40 sekunder är relativt låg, vilket är den tid som gäller för dagens bruk med relativt låga flytgränser. Modellen inkluderar mätning av flytgräns och densitet av bruket vilket innebär ytterligare osäkerheter. Det är en nackdel att mätning med Marshkon inte räcker för bestämning av viskositet, eftersom flytgränsen måste bestämmas separat.



Figur 4: Omvandling av brukets utströmningstid till Binghamviskositet. Håkansson (1993).

Med rotationsviskosimeter kan viskositeten utvärderas direkt från mätdata genom en anpassning till olika reologiska modeller, som till exempel Binghammodellen. Osäkerheter kommer ifrån mätdata och hur bra modellen passar till dessa. Figur 5 visar en jämförelse av viskositet uppmätt med Marshkonen och reometer utvärderad med olika modeller. Dessa mätningar visar att Marshkonen ger en lägre viskositet jämfört med reometer och viskositet utvärderad med Binghammodellen.



Figur 5: Jämförelse av viskositet uppmätt med Marshkon och reometer utvärderad med olika modeller. Håkansson (1993).

2.1.3 Marshkon i kombination med rotationsviskosimeter (Herschel–Bulkleymodellen)

Nguyen m.fl. (2006) studerade Marshkonflöde hos cementbruk med olika vct-tal. De gjorde en del experiment med Marshkon och reometer och numerisk analys av rinntiden. Baserad på detta skapade de en semianalytisk lösning. Den semianalytiska lösningen baseras på reologiparametrar från Herschel–Bulkleymodellen (τ_0 , K , n) bestämda med rotationsviskosimeter med koaxialcylindergeometri. En jämförelse mellan numerisk och semi-empirisk analys och experiment visas i Figur 6. I figuren visas också en tabell med recept av testade bruk och resultat från reometer- och Marshkonmätningar. Numerisk och semianalytisk analys stämmer ganska bra med Marshkonmätningarna. Den beräknade rinntiden är en funktion av Herschel–Bulkley parametrar vilket betyder att man kan uppskatta τ_0 , K , n på testade bruk. Det är viktigt att påpeka att tolkningen är känslig om man ändrar kvaliteten på cementen, tillsätter tillsatser och liknade.

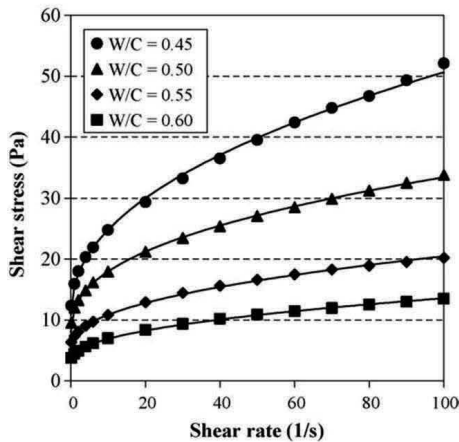
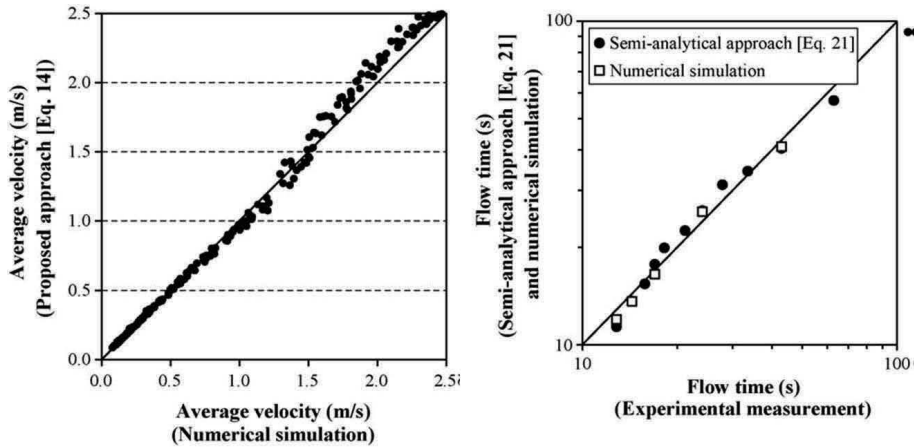


Table 1

Rheological characteristics and flow time of the studied cement grouts, determined experimentally

No.	W/C	Rheological characteristics				Flow time (s)
		ρ (kg/m ³)	τ_0 (Pa)	K (Pa s ^{<i>n</i>})	<i>n</i>	
1	0.40	1931	15.7	14.28	0.390	107.7
2	0.41	1919	15.1	7.45	0.472	63.0
3	0.42	1907	13.8	9.08	0.403	42.9
4	0.43	1895	12.6	5.33	0.478	33.6
5	0.44	1884	11.6	4.99	0.478	27.9
6	0.45	1873	10.8	4.90	0.455	24.1
7	0.46	1860	9.5	4.61	0.441	21.2
8	0.48	1842	8.6	5.30	0.390	18.2
9	0.50	1816	8.1	3.87	0.408	17.0
10	0.52	1802	7.3	2.69	0.429	15.8
11	0.55	1766	5.6	1.84	0.454	14.4
12	0.60	1726	3.2	1.32	0.447	12.8

$$t = - \int_{H_1}^{H_2} \frac{(R + H_t \tan \varphi)^2}{\bar{V}_\beta R^2} dH_t \quad \beta = \frac{1}{2\lambda} \sqrt{\frac{\alpha R}{H}} \left[\frac{n}{2(3n+1)} \right]^{n/2} (1 - e^{-0.1\sqrt{Re}}) \times \left(\sqrt{Re} + \frac{1.5}{n} \sqrt[4]{Re} \right) + 1$$

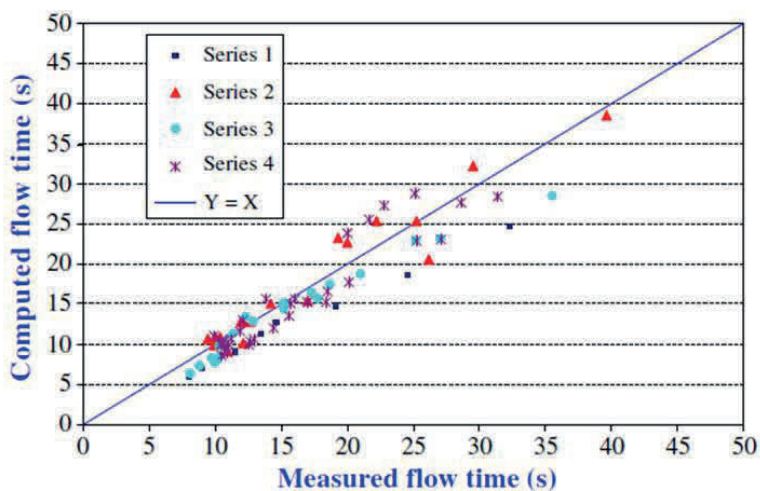
Figur 6: Marshkontider och reologi av bruk uppmätta med reometer av olika bruk. Nguyen (2006).

Nguyen m.fl. (2011) testade möjlig användning av Marshkon för bestämning av reologiska egenskaper av cementbruk med tillsatser, vilket är en skillnad från Nguyen m.fl. (2006). Samma testprocedur har använts som i Nguyen m.fl. (2006). Figur 7 visar provade bruk och resultat från dessa provningar. Uppmätta tider stämmer ganska bra med beräknade tider men det är en del parametrar som måste tas fram för beräkning. Man kan observera att de testade brukerna är relativt tjocka och de är avsedda för en annan typ av injektering. Vct varierar mellan 0,35 och 0,6 emedan bruk som vi normalt använder har vct mellan 0,6 och 1,2. Det är inte säkert att mätningar med tunnare bruk skulle ge en

sådan bra överensstämmelse som med tjocka.

Det ska också noteras att Nguyen m.fl. (2006, 2011) i sina studier har gjort ytan rå på spindeln med sandpapper för att reducera ”wall slip”. Det gör att det blir svårt att jämföra deras mätningar med andra mätningar och kanske också svårt att repetera.

Det betyder att man måste göra dessa provningar med både rotationsreometer och Marshkon med våra aktuella bruk och skapa en databas. Därefter om resultaten är bra kan man använda Marshkon för att uppskatta de reologiska egenskaperna av bruken.



Series 1		
w/c	0.42, 0.43, 0.44, 0.45, 0.46, 0.48, 0.50, 0.52, 0.55, 0.60	
Series 2		
w/c	HRWRA dry content	
0.45	0.00%; 0.05%; 0.10%; 0.20%; 0.30%; 0.40%; 0.50%	
0.40	0.05%; 0.10%; 0.15%; 0.20%; 0.30%; 0.40%; 0.50%	
0.35	0.20%; 0.25%; 0.30%; 0.35%; 0.40%; 0.50%	
Series 3		
w/c	VMA content	
0.45	0.00%; 0.05%; 0.10%; 0.15%; 0.20%; 0.25%; 0.30%	
0.50	0.00%; 0.10%; 0.20%; 0.30%; 0.40%; 0.50%	
0.55	0.00%; 0.20%; 0.40%; 0.60%; 0.80%; 1.00%	
Series 4		
w/c	HRWRA Dry content	VMA content
0.50	0.00%; 0.05%; 0.10%; 0.20%; 0.30%; 0.40%; 0.50%	0.50%
0.45	0.00%; 0.05%; 0.10%; 0.20%; 0.30%; 0.40%; 0.50%	0.25%
0.45	0.25%	0.00%; 0.20%; 0.40%; 0.60%; 0.80%; 1.00%
0.40	0.30%	0.00%; 0.10%; 0.20%; 0.30%; 0.40%; 0.50%
0.35	0.40%	0.00%; 0.05%; 0.10%; 0.15%; 0.20%; 0.25%

Figur 7: Jämförelse mellan mätt och beräknad rinntid med Marshkon för provade bruk. Nguyen m.fl. (2011).

2.1.4 Marshkon i kombination med rotationsviskosimeter (modifierad Binghammodell)

Sahmaran m.fl. (2008) har gjort en analys av reologiska egenskaper på cementbruk med Marshkon, mini-slumpkon (ASTM C-143) och rotationsreometer med koaxialcylinder. Dimensionerna på koaxialcylindern har inte rapporterats. Bruket är baserat på Portlandcement (CEM I.42,5R) med $d_{95} = 100 \mu\text{m}$, $v_{ct} = 0,6$ och olika tillsatsmedel. De jämförde viskositet och flytgräns uppmätt med reometer och utvärderat med en modifierad Binghammodell med Marshkon och med mini-slumpkonflöde.

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \dot{\gamma} + c \dot{\gamma}^2$$

$$\tau = \text{skjuvspänning} [Pa]$$

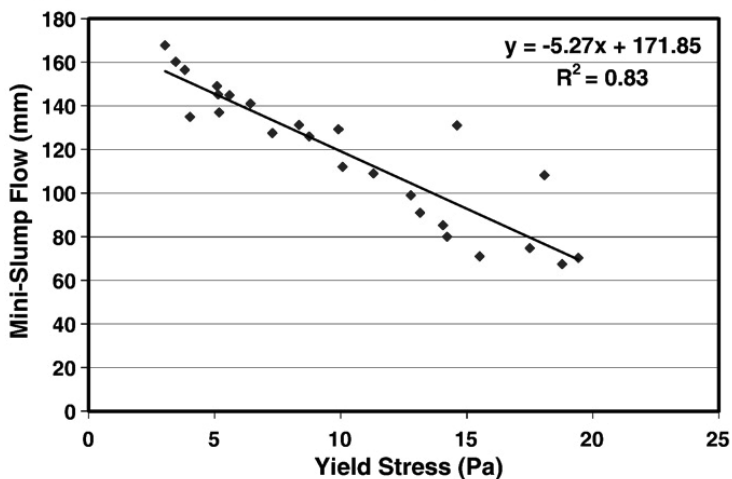
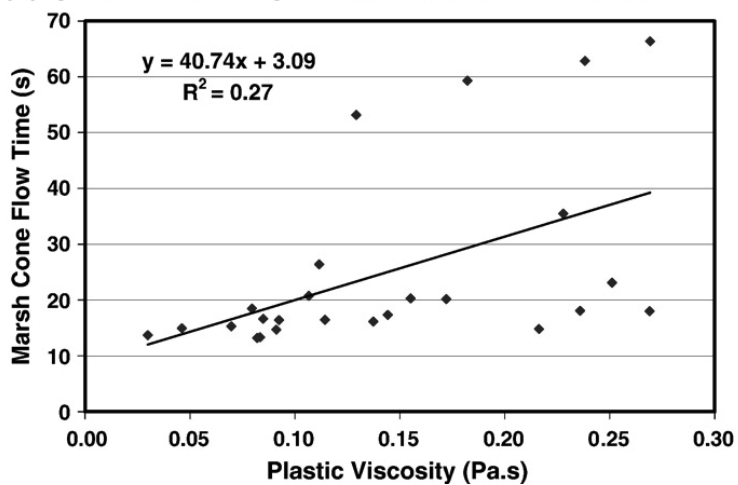
Modifierad Binghammodell: $\tau_0 = \text{flytgräns} [Pa]$

$$\mu_p = \text{pl.viskositet}$$

$$\dot{\gamma} = \text{skjuvhastighet} [1/s]$$

$$c = \text{konstant}$$

Resultatet visas i Figur 8. De har gjort ganska många mätningar och man kan se från figuren att relationen mellan viskositet och Marshkonrinntid inte är så enkel. Det räcker inte att bara göra en vanlig kurvanpassning och bestämma viskositet från Marshkonrinntiden. Däremot fick de en bra linjär relation mellan flytgränsen och mini-slumpflödet.

(a) yield stress vs. mini-slump flow**(b) plastic viscosity vs. marsh cone flow time**

Figur 8: Viskositet mot Marshkonflöde och flytgräns mot mini-slumpkonflöde. Sahmaran m.fl. (2008).

2.1.5 Rotationsviskosimeter

I den övervägande delen av publicerade artiklar används rotationsviskosimeter med koaxial cylindergeometri för bestämning av reologiska egenskaper av cementbruk. Några exempel visas i Tabell 1. I tabellen redovisas också den använda geometrin. Även om koaxialcylindergeometri har använts i samtliga mätningar finns det fortfarande en hel del skillnader. Exempel som kan skilja mellan mätningar är:

- storlek på cylinder och spindel
- ytans råhet på spindel
- skjuvhastighetsområde
- ”upp-” eller ”ner-kurva” vid mätning
- ”pre-shearing” av bruk innan mätningen
- utvärderingsmodeller.

Det leder till att resultat från dessa mätningar är svåra att jämföra. Till exempel Refererade Nguyen m.fl. (2006) till DIN 53018 med den råa spindelytan med sandpaper för att minimera glidning vid mätningar vid låga skjuvhastigheter. Det gör att resultaten från dessa mätningar är svåra att jämföra med andra. Vidare är recept på provade bruk olika i de publicerade artiklarna. Sammantaget blir det svårt att analysera resultaten, vilket medför att en mer detaljerad standardisering av mätningen på bruk behövs.

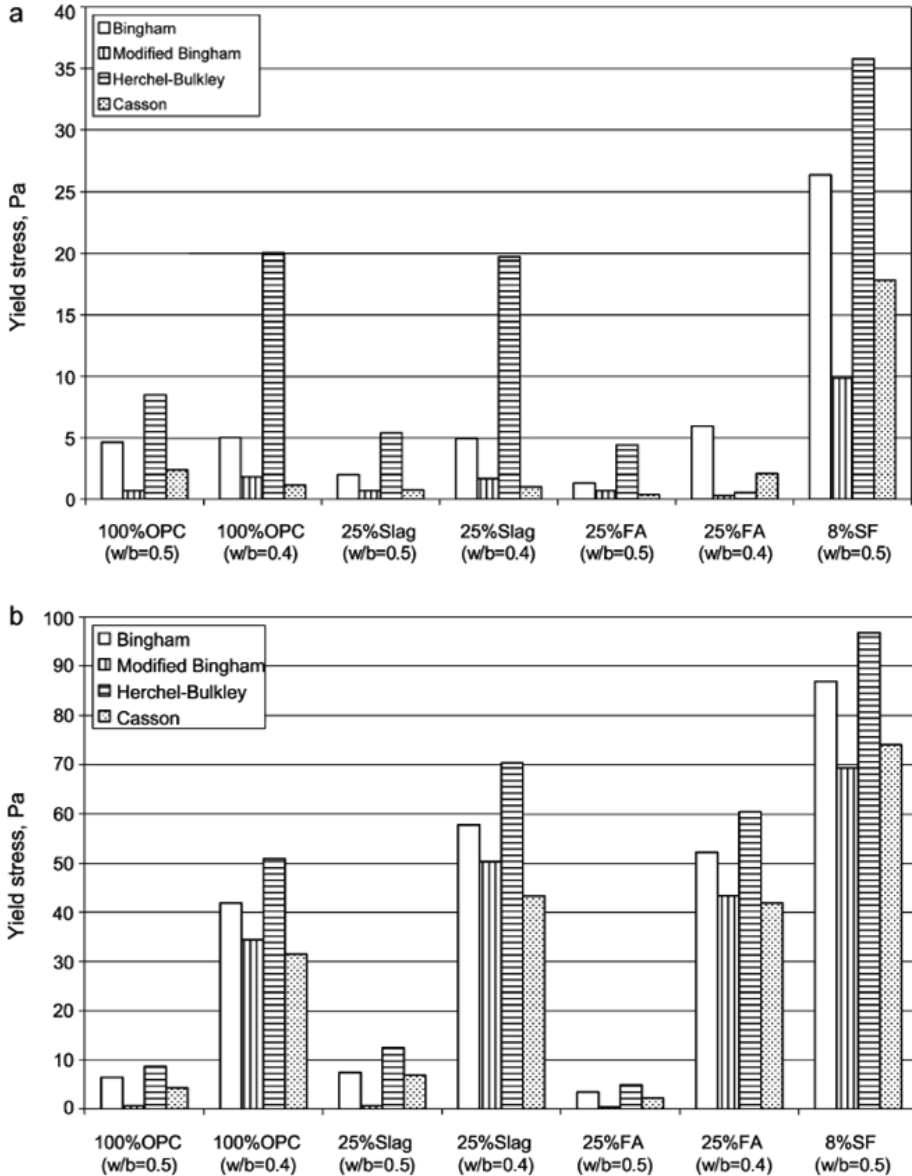
Nehdi och Rahman (2004) påpekade också behovet av standardisering av mätningar. De gjorde en studie med rotationsreometer om hur olika utvärderingsmodeller, testgeometrier, gap och ytfriktion av instrument påverkar bestämningen av viskositet och flytgräns. I deras studie använde de en ”smooth” spindel och vane, ”smooth” och ”serrated” parallella plattor med olika gap (avstånd mellan plattor). Deras slutsats var att reologiska egenskaper av cementsuspensioner inte bara beror på vatten/ballast förhållande och tillsatser utan också på: geometri använd i reometersmätningar, gap, ytfriktion av använd skjuvningsyta och utvärderingsmodell. Några resultat från deras studie visas i Tabell 2 och Figur 9.

Tabell 1: Olika geometrier vid mätning av reologi med rotationsviskosimeter/reometrer

Referens	Cup radie [mm]	Spindel radie [mm]	gap	Skjuvhastighetsintervall s^{-1}	Anmärkning
Håkansson (1993)	30	9,4; 5,1; 2,9		0–130	
Eriksson m.fl. (2004)	30	9,4	20,6	13,81; 8,49; 4,97; 2,62; 1,04 [rad/s]	
Nehdi och Rahman (2004)					Studie med olika geometrier (koaxialcylinder, släta parallella plattor, ”serrated” parallella plattor, Vane.
Nguyen m.fl. (2006 a)	Haake RS150 (Z43)	Z31(”grooved” med sand paper) (DIN 53018)		100–0, 1 (15 steg) total tid 5 min.	”Pre shearing”: 3 min. (30 s från 0 till $500 s^{-1}$, 120 s vid $500 s^{-1}$, 30 s från 500 till $0 s^{-1}$. Vila 1 min.
Nguyen m.fl. (2011)	21,7	15,8 (grooved med sand paper)	5,9	100–0,1 (15 steg) total tid 5 min.	”Pre shearing”: 3 min. (30 s från 0 till $500 s^{-1}$, 120 s vid $500 s^{-1}$, 30 s från 500 till $0 s^{-1}$. Vila 1 min.
Yahia och Tanimura (2015)	18,415	17,245	1,17	240–1,7 s (90 s per steg) total tid 10–15 min.	”Pre shearing”: 60 s vid $240 s^{-1}$.
Hoang m.fl. (2015)		21,7	2,69	0–300	”Pre shearing” 120 s vid $500 s^{-1}$.
Güllü (2016)	Inte rapporterat	Inte rapporterat		0,17, 0,34, 0,85, 1,70, 3,40, 6,8,17 och 34	20 s/steg
Rahman m.fl. (2017)	15, rå (”grooved”)	14	1,0	0–250	
Shucaí Li m.fl. (2017)	500 ml		stor	60, 30, 12, 6 och 3, 1, 5, 0,6, 0,3 rpm	

Tabell 2: Viskositet bestämd med olika geometrier och reologiska modeller av cementpastor av olika vatten-ballast förhållande och tillsatser. Nehdi och Rahman (2004)

Test geometry	Cement paste	Bingham	Modified Bingham	Casson	Sisko	Williamson
<i>(a) Tested by coaxial cylinders and vane rotor</i>						
Coaxial cylinders	100% OPC (w/b=0.5)	0.34	0.76	0.15	2.62e-08	2.00
	100% OPC (w/b=0.4)	1.28	2.05	0.79	1.86e-07	4.50
	25% Slag (w/b=0.5)	0.38	0.76	0.18	7.85e-08	2.11
	25% Slag (w/b=0.4)	1.21	1.78	0.86	6.01e-07	5.09
	25% FA (w/b=0.5)	0.29	0.76	0.13	8.96e-07	1.39
	25% FA (w/b=0.4)	0.91	1.43	0.59	2.22e-06	2.63
Vane rotor	8% SF (w/b=0.5)	1.37	3.51	0.72	4.76e-06	1697.00
	100% OPC (w/b=0.5)	0.16	0.76	0.03	1.49e-05	15.87
	100% OPC (w/b=0.4)	0.69	2.09	0.21	5.95e-07	245.00
	25% Slag (w/b=0.5)	0.13	0.76	0.03	1.92e-08	37.90
	25% Slag (w/b=0.4)	0.57	4.51	0.11	2.41e-06	2000.00
	25% FA (w/b=0.5)	0.14	0.76	0.13	8.95e-07	1.39
	25% FA (w/b=0.4)	0.35	1.04	0.06	1.48e-08	478.60
	8% SF (w/b=0.5)	0.22	0.64	0.02	3.65e-06	1072.00
<i>(b) Tested by smooth and serrated plates</i>						
Smooth plate	100% OPC (w/b=0.5)	0.37	0.76	0.19	6.50e-07	0.80
	100% OPC (w/b=0.4)	1.62	2.13	1.32	1.68	3465.00
	25% Slag (w/b=0.5)	0.34	0.76	0.23	5.10e-06	0.48
	25% Slag (w/b=0.4)	1.61	2.05	1.33	1.58	3834.00
	25% FA (w/b=0.5)	0.32	0.76	0.24	4.56e-06	1119.00
	25% FA (w/b=0.4)	1.05	1.85	0.74	3.10e-01	0.82
Serrated plate	8% SF (w/b=0.5)	0.80	2.91	0.29	1.20e-05	40.58
	100% OPC (w/b=0.5)	0.22	0.76	0.08	8.70e-07	18.09
	100% OPC (w/b=0.4)	0.90	1.86	0.25	0.25	3.16e+05
	25% Slag (w/b=0.5)	0.23	0.76	0.09	3.82e-06	23.72
	25% Slag (w/b=0.4)	1.29	2.27	0.37	0.62	1.18e+06
	25% FA (w/b=0.5)	0.14	0.46	0.06	2.27e-08	6.68
	25% FA (w/b=0.4)	0.80	1.93	0.18	0.08	6.45e+05
	8% SF (w/b=0.5)	0.84	3.11	0.14	3.91e-06	1.28e+06

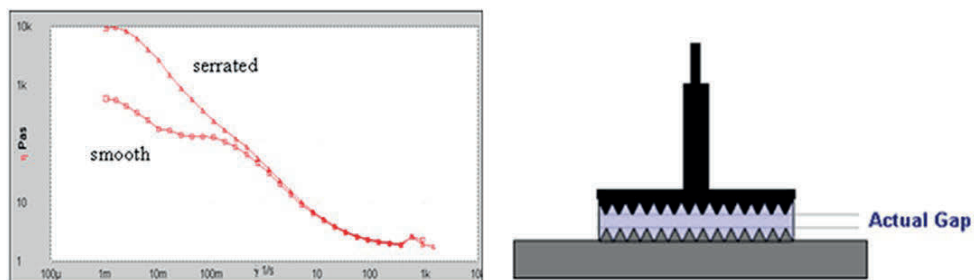


Figur 9: Flytgräns för cementpastor provade med a) slät platta och b) "serrated" platta.

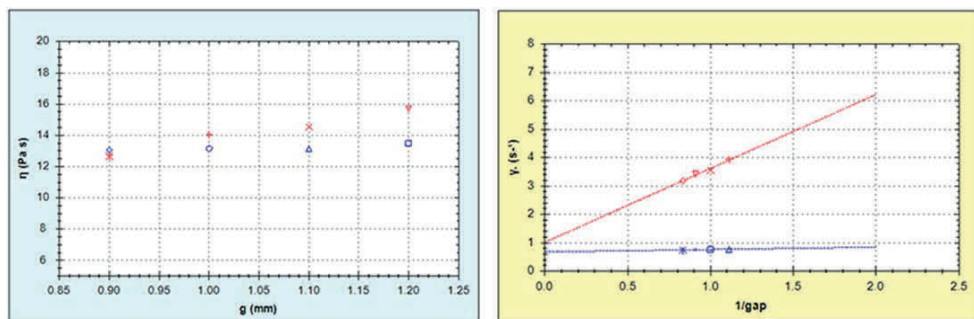
2.1.6 "Wall slip" i mätningar med rotationsviskosimeter

Det kan förekomma många osäkerheter vid mätning med rotationsviskosimeter. En av dessa är "wall slip", det vill säga att spindel eller platta glider i kontakten med vätskan eller vätskan glider i kontakten med den fasta kroppen (behållare). Glidningen beror på att den fasta kroppen

eller spindeln inte har tillräcklig råhet för att vätskan närmast ytan skall ha samma hastighet som den roterande kroppen. Figur 10 visar ett exempel där mätningen med släta ("smooth") och grova ("serrated") parallella plattor ger olika resultat. Anledningen till denna skillnad är enligt Malvern Instruments (2015) "wall slip". Wall slip i denna mätning förekommer vid låga skjuvhastigheter (< 3 [1/s]). Wall slip kan förebyggas med olika åtgärder som användning av råa geometrier, till exempel att applicera sand på ytan. Enligt Malvern Instruments (2015) kan förekomsten av "wall slip" fastställas med spänningskontrollerade mätningar vid olika gap. Figur 11 visar ett exempel på denna mätning. Man kan se att "wall slip" inte förekommer i duschgelé (blåkurva: viskositet kontra skjuvhastighet är konstant) men i hudkräm (rödkurva: viskositet kontra skjuvhastighet ökar). Det är viktigt att undvika "wall slip" eftersom det ger en felaktig bild av vätskans reologiska egenskaper.



Figur 10: Viskositet hos en koncentrerad dispersion uppmätt med släta ("smooth") och råa ("serrated") parallella plattor. Malvern Instruments (2015).



Figur 11: Vänster: viskositet mot $1/\text{gap}$. Höger: "Apparent" skjuvhastighet mot $1/\text{gap}$ för hudkräm (röd) och duschgelé (blå). Malvern Instruments (2015).

2.2 Slutsats

Marshkon är en indirekt metod för mätning av viskositeten. I Håkansson (1993) modell måste flytgräns och densitet hos bruket vara kända för att bestämma viskositeten. Nguyen m.fl. (2006) har också presenterat en modell för att bestämma reologiska egenskaper med Marshkon. De provade bruken har en högre viskositet och flytgräns än våra bruk, vilket innebär att man måste skapa ett nytt dataunderlag. Frågan är också vad man ska göra om resultaten inte skulle

överstämna som i Nguyen m.fl. (2006, 2011). Problemen kan också vara blandningskvaliteten. I dessa jämförelser är det underförstått att blandningskvaliteten måste vara densamma vilket oftast inte är fallet, speciellt vid jämförelse mellan labb- och fältmätningar.

Sadrizadeh m.fl. (2017) gjorde en intressant numerisk analys av flöde genom Marshkon. Ekvationen i den numeriska ansatsen innehåller direkt viskositet och densitet på vätskan. De gjorde jämförande experimentella mätningar med vatten och de stämde bra med den numeriska analysen. Framtida forskning kanske kan koppla Marshkontid direkt till viskositet hos suspensioner som cementbaserade injekteringsbruk.

Vid mätningen av viskositet måste vi göra ett val mellan Marshkon i kombination med rotationsviskosimeter och bara rotationsviskosimeter. Marshkon är en indirekt metod och det finns stora osäkerheter vid omvandlingen av rinntid till viskositet. Problemen är förknippade med val av omvandlingsmodell, ändringar av recept om den inte finns i databasen, kvalitet på blandningen om man jämför resultat från bruk blandade med olika blandare och så vidare. Marshkon kan vara ett bra komplement i fält för en snabb kontroll av bruk om man har en databas med resultat över samma bruk provade med reometer. För förprovningar i fält vid till exempel valet av bruk i ett projekt och labbprovningar är reometer att föredra som en direkt metod. Men mätningar med reometer måste också standardiseras annars blir det svårt att jämföra resultat från olika provningar.

2.3 Mätning av flytgräns av cementbruk

2.3.1 Befintliga instrument och utvärderingsmetoder

Jämfört med val av instrument och utvärderingsmetoder för mätning av viskositet är mätning av flytgräns ännu mer komplicerad på grund av att det finns ännu fler olika instrument, definitioner av flytgräns och utvärderingsmetoder att välja mellan. De kan karakteriseras som direkta och indirekta metoder.

Direkta metoder:

- Vane-teknik (reometer)
- ”Slotted” plattor
- Stressramp (reometer)
- Krypmetoden (reometer)
- Stressrelaxation (reometer)
- Lutande plan
- Cylindrisk penetrometer
- Yieldstick
- Raise pipe

Indirekta metoder (anpassning till reologiska modeller):

- Bingham
- Modifierad Bingham
- Casson
- Casson-Shulman
- Herschel-Bulkley

I direkta metoder använder man speciellt framtagna instrument med egna definitioner eller en reometer med olika geometrier där mätproceduren och definitionen av flytgränsen skiljer sig åt. Indirekta metoder refererar till mätningar med reometer där flytgränsen extrapoleras med hjälp av de reologiska modellerna. Man bör vara observant när man jämför resultat från publicerade artiklar på att geometri och utvärderingsmetod som använts kan vara olika, vilket påverkar resultatet. Direkta och indirekta metoder presenteras kortfattat i bilaga 2.

2.3.2 Flytgräns av TiO₂-suspension uppmätt med olika metoder

Tabell 3 visar jämförande mätningar av flytgränsen uppmätta med olika direkta och indirekta metoder av två TiO₂-suspensioner från Nguyen m.fl. (2006 b). Flytgränsen på 50 procent TiO₂-varierar mellan 7 och 19 Pa och flytgränsen på 60 procent TiO₂-varierar mellan 32 och 61 Pa; Tabell 4 visar att skillnaderna kan vara upp till 53 procent. I denna analys är receptet av vätskan detsamma. En del av skillnaden kan bero på blandningskvaliteten men den beror troligen mer på instrumenten och definitionen av flytgränsen. Till exempel visar Figur 12 en typiskt spänning-tid-kurva från "Vane":s eller "Slotted":s platta mätteknik. A och B föreställer definitionen av flytgränsen i de respektive metoderna. Även om de olika instrumenten skulle ge samma mätkurva skulle flytgränsen ändå vara betydligt olika på grund av olika definitioner. Detsamma gäller de indirekta metoderna där samma mätdata utvärderas på olika sätt. Hur ska man avgöra vilket instrument och vilken definition som är bäst i vårt användningsområde? Det är mycket svårt. Slutsatsen är att en standardisering är viktig för att jämförelsen ska vara korrekt. Vilken metod som skulle vara bäst för oss är kanske av mindre betydelse.

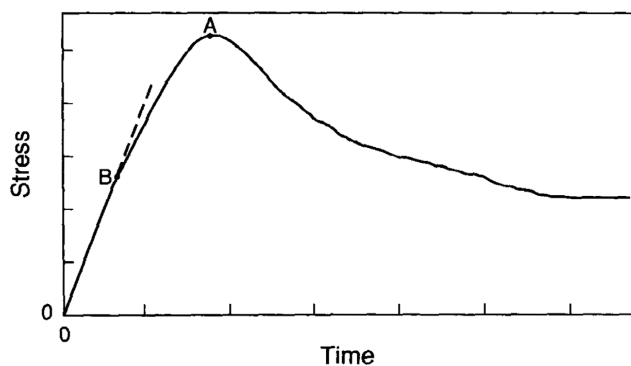
Tabell 3: Jämförelse av flytgränsen uppmätt med olika metoder för 50 och 60 wt procent av TiO₂-suspensionen. Nguyen m.fl. (2006 b).

Metod	No.	50-% TiO ₂		60-% TiO ₂	
		Lab	Mean σ (Pa)	STD (Pa)	Mean σ (Pa)
<i>Direkt metod – Statiskt</i>					
Vane	3	19,2	2,0	56,8	4,9
Slotted-platta	1	10,5	-	32,0	-
Penetrometer	1	10,7	1,0	60,9	-
Lutande plan	1	14,8	-	40,3	-
<i>Direkt metod – Rheometric</i>					
Stress ramp	4	14,5	8,9	46,5	23,7
Creep	3	8,3	2,4	39,3	19,6
<i>Indirekt metod – Extrapolation</i>					
Flödeskurva extrapolation	4	15,0	6,8	48,0	20,0
Casson modell	4	14,5	9,0	43,7	26,3
Herschel-Bulkley-modell	2	7,6	3,5	39,0	18,5
Alla metoder	6	13,5	6,6	45,8	18,1

Tabell 4: Flytgräns (min., max. och diff.) av resultaten presenterade i Tabell 3

	50-% TiO ₂		
	Direkt metod – Statiskt	Direkt metod – Rheometric	Indirekt metod – Extrapolation
Min. [Pa]	10	8	7
Max.* [Pa]	19	14	15
Diff. [%]	47	43	53
	60-% TiO ₂		
Min. [Pa]	32	39	39
Max.* [Pa]	56	46	48
Diff. [%]	43	15	19

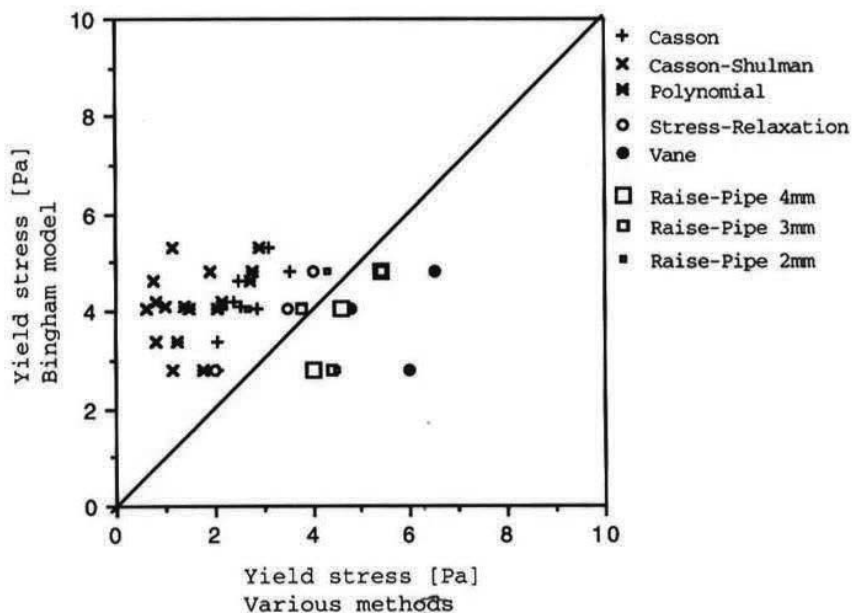
* referens



Figur 12: Typisk spänning-tid-kurva från "Vane" eller "Slotted" platta vid mätteknik av flytgräns. Nguyen m.fl. (2006).

2.3.3 Flytgräns av cementbruk uppmätt med olika metoder

Håkansson (1993) har utvecklat Raise-pipe-metoden för att direkt bestämma flytgränsen och har jämfört resultatet med indirekta metoder. De jämförande mätningarna visar ett ganska spritt resultat. Mätningar med till exempel 4 mm Raise-pipe och Vane ger en högre flytgräns medan Casson, Casson-Shulman och Polynomial-metoden ger en lägre flytgräns jämfört med Bingham-flytgränsen. Även resultat mellan olika Raise-pipe-diametrar skiljer sig åt. Skillnaden som extrapoleras från data uppmätta med reometer påverkas av olika reologiska modeller och utvärderingsmetoder. Denna studie visar tydligt att mätning och utvärdering av flytgränsen hos cementbruk är komplex.



Figur 13: Flytgräns uppmätt med Raise-pipe-metoden och indirekta metoder. Håkansson (1993).

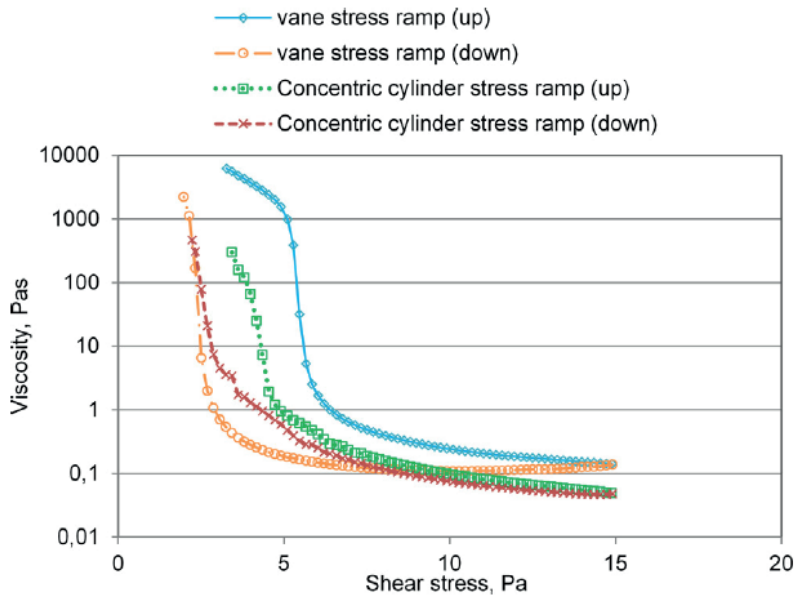
2.3.4 Flytgräns hos bruk (INJ30, vct = 0,7, inga tillsatser) uppmätt med olika metoder

Rahman m.fl. (2017) studerade flytgränsen hos bruk (INJ30, vct = 0,7 utan tillsatser) med olika metoder. Tabell 5 visar resultaten av denna studie. Flytgränsen varierar mellan 2,5 och 6,5 Pa vilket är en relativ stor variation. Skillnaden är ett resultat av olika sätt att mäta. Ytterligare en gång visar denna studie på ett behov av standardisering av mätningen.

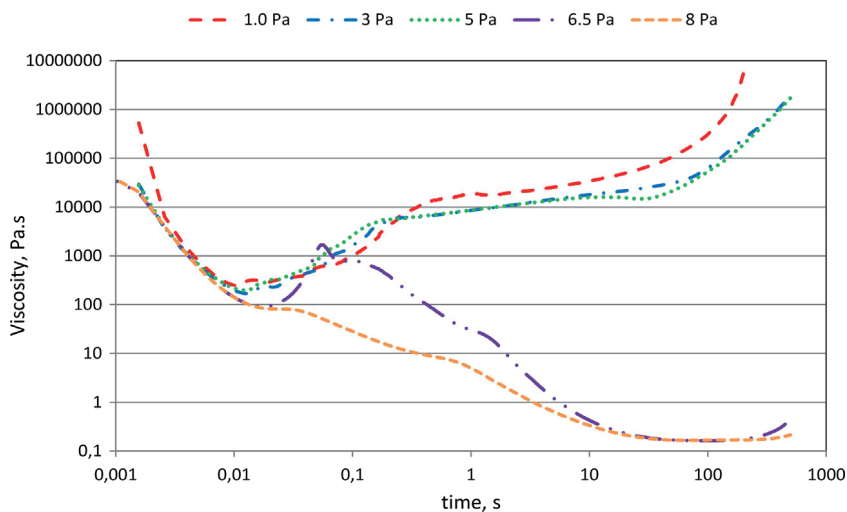
Tabell 5: Flytgräns hos bruk (cement INJ30, vct = 0,7, utan tillsatser) uppmätt med olika metoder. Rahman m.fl. (2017).

Metod	Geometri	Anmärkning	Flytgräns [Pa]
Stressramp	Vane (r = 7 mm)	Upp kurva	6
Stressramp	"grooved cup" r = 15 mm	Ner kurva	2,5
Stressramp	Koncentrisk cylinder	Upp kurva	4,5
Stressramp		Ner kurva	2,5
Krypmetoden	Vane (r = 7 mm)		5–6,5
Stress relaxation-test	Koncentrisk cylinder	10 rpm	6,5
Stress relaxation-test		100 rpm	3
Stress relaxation-test		200 rpm	1

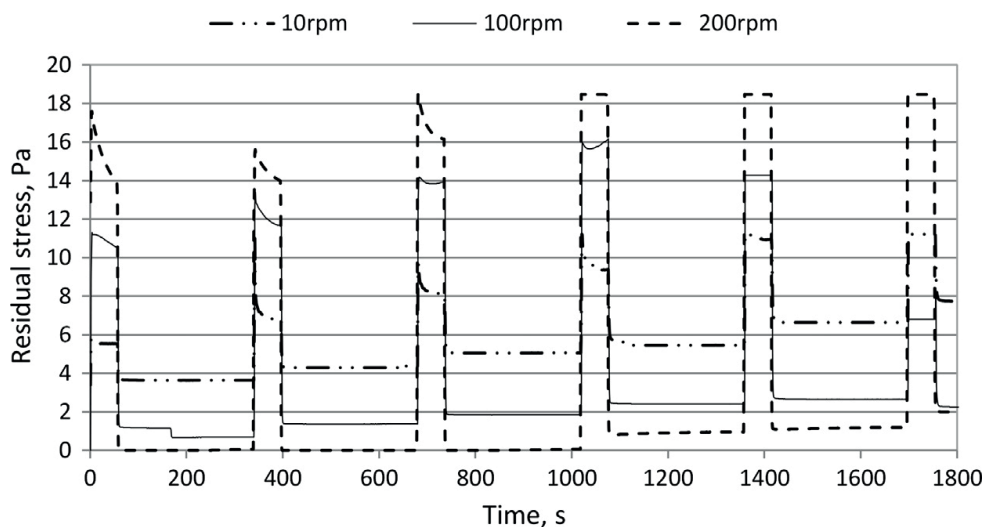
Resultaten från mätningar gjorda av Rahman m.fl. (2017) presenteras också i Figur 14, Figur 15 och Figur 16. Figur 14 visar resultat som provades med stressrampmetoden och Figur 15 visar resultat som provades med kryptest. Uppmätt resultat med kryptest stämmer ganska bra med stressramp för statisk flytgräns (upp-kurvan). Figur 16 visar flytgräns uppmätt med stress-relaxation test. Resultatet visar att mätning med en lägre skjuvhastighet ger en högre ”dynamisk” flytgräns.



Figur 14: Mätning av flytgränsen med Vane. Stressramptest med olika geometrier. CSS-mätningar (Controlled shear stress). Bruk: Cement INJ30, vct = 0,7 utan tillsatser. Rahman m.fl. (2017).



Figur 15: Statisk flytgräns uppmätt med kryptest med vane ($r = 7$ mm). Bruk: cement INJ30, $vct = 0,7$ utan tillsatser. Rahman m.fl. (2017).

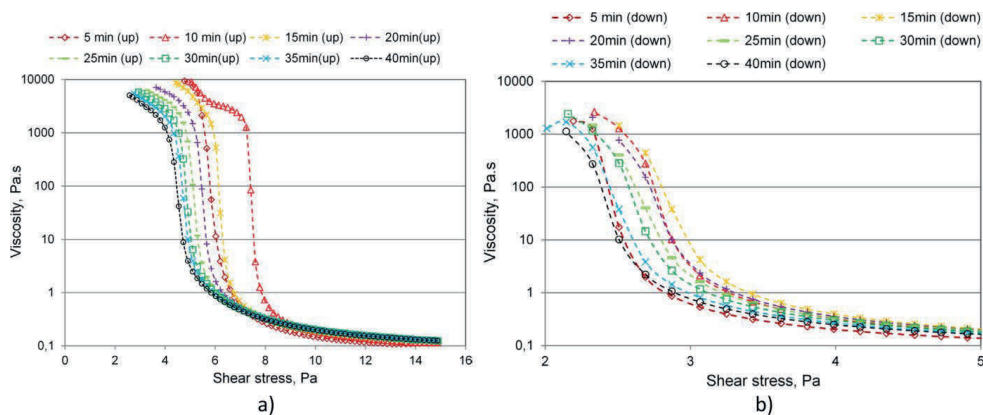


Figur 16: Flytgräns uppmätt med stressrelaxationstest. Bruk: cement INJ30, $vct = 0,7$ utan tillsatser. Rahman m.fl. (2017).

2.3.5 Tidspåverkan på flytgräns

Mätningar som presenteras i Figur 17 visar hur flytgräns och viskositet påverkas med tiden beroende på hur lång tid som har passerat efter blandningen. Man kan observera att skillnaden också beror på om man mäter med "up"- eller "down"-kurva. Flytgränsen med "up"-kurvan varierar mellan 5 och 8 Pa medan med "down"-kurvan blir den mellan 2,5 och 3 Pa.

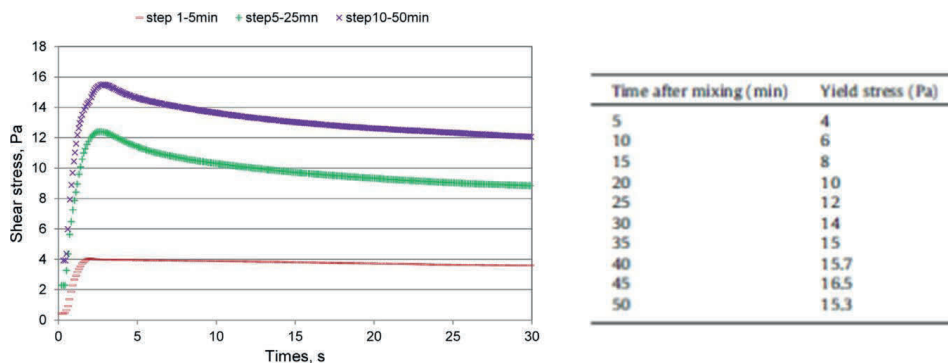
Resultat kan också bli olika om man ändra mätmetod. Figur 18 visar mätning av flytgräns för samma bruk i tid uppmätt med Vanetekniken. Flytgränsen varierar i tid mellan 4 och 16 Pa i detta fal. Vi vet att flytgränsen kan variera i tid på grund av hydratation men mätmetoden är också viktig. Figur 19 visar värmeutveckling av (INJ30, vct = 0,7) bruk i tid. Man ser att den största delen av den tidiga reaktionen sker under 15 till 20 minuter. Sedan avtar den under en period av 4 timmar (sk ”dormant period”) och efter det tar den fart igen under hydratationen. I vår applikation är förändringen under de första 15 minuterna viktigast.



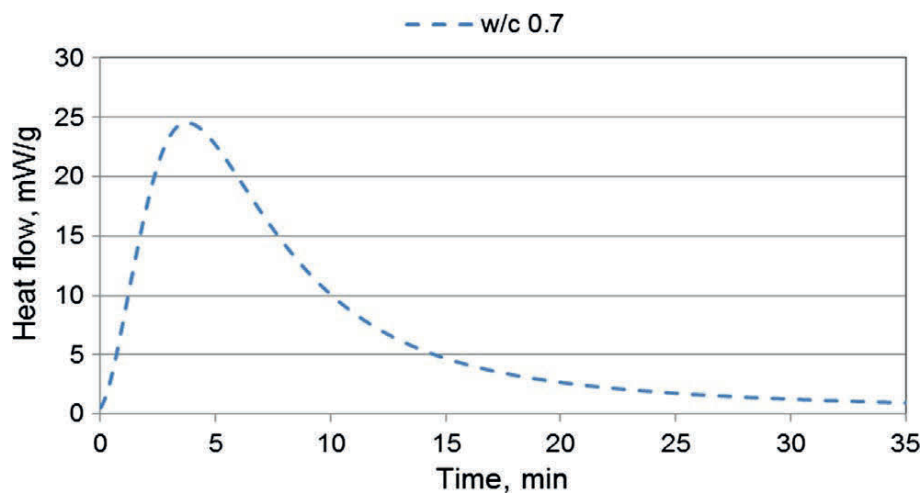
Figur 17: Uppmätt flytgräns med stressramp med vanegeometri med a) up- och b) down-kurva för olika tider. Bruk: Cement INJ30, vct = 0,7 utan tillsatser. Rahman m.fl. (2017).

2.3.6 Tidspåverkan på flytgräns uppmätt med Vane

Figur 18 visar uppmätt flytgräns med Vanetekniken mellan 5 och 50 minuter efter blandningen. Den uppmätta flytgränsen varierar mellan 4 och 15 Pa för respektive mättid. Bruket mellan mätningarna har stått kvar i cylindern och har inte skjuvats mellan mätningarna. Dessa mätningar visar att tiden när vi mäter flytgräns och viskositet påverkar resultaten. De visar också att mätproceduren inte bör vara för lång.



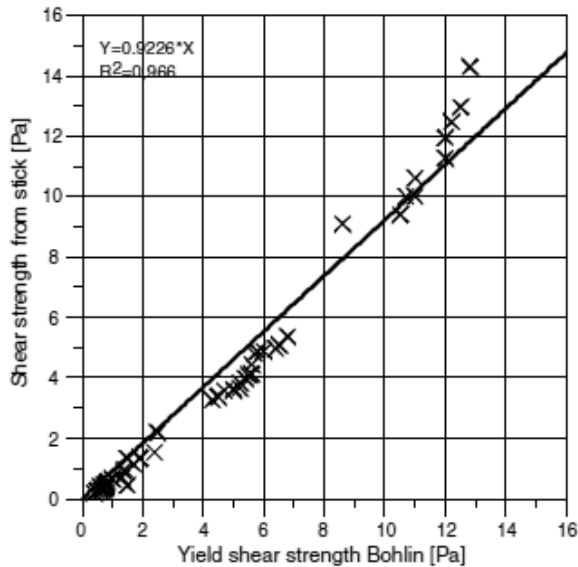
Figur 18: Uppmätt flytgräns med Vane vid 0,01 s⁻¹ skjuvhastighet för olika tider. Bruk: cement INJ30, vct = 0,7 utan tillsatser. Rahman m.fl. (2017).



Figur 19: Uppmätt värmeutveckling under hydratation av bruk: cement INJ30, vct = 0,7 utan tillsatser. Rahman m.fl. (2017).

2.3.7 Jämförande mätningar mellan Yield-stick och rotationsviskosimeter

Figur 20 visar flytgräns uppmätt med Yield-stick och rotationsviskosimeter där flytgränsen utvärderats med Binghammodellen. Båda metoder ger ganska lika resultat. Det provade bruket baseras på Myanit med $d_{95} = 16 \mu\text{m}$ och vatten/Myanit-talet har varierats mellan 0,8 och 2. Inkonsekventa resultat har oftast förekommit i mätningar i fält med cementbruk. Det var också problematiskt att hålla yield-stick i balans speciellt vid provningar av tunnare bruk.



Figur 20: Jämförande mätningar mellan Yield-stick och rotationsviskosimeter. Bruk (Myanit, $d_{95} = 16 \mu\text{m}$, $vct = 0,8-2,0$). Geometri (Behållare med radie = 30 mm, "grooved" spindelradie = 25 mm), Bingham's flytgräns. Axelsson och Gustafson (2006).

2.4 Slutsats

Vid mätning av flytgränsen finns det fler instrument och metoder att välja mellan. En stor fördel skulle vara att använda viskositetsmätning och från den utvärdera flytgräns istället för att göra en ytterligare separat mätning. Förutsättningen är naturligtvis att man mäter viskositeten med en reometer. Frågan är också kopplad till en sensitivitetsanalys, det vill säga hur viskositet och flytgräns påverkar injektering inom 5 till 10 meters brukspridning och vilken noggrannhet som behövs.

Litteraturstudien visar att det finns fler olika instrument för mätning av viskositet och flytgräns. Dessutom kan utvärderingsmetoderna också skilja sig från varandra. Samma mätdata kan ge olika resultat beroende på utvärderingen. Det betyder att resultatskillnaden kan vara summan av olika sätt att mäta, definitioner och utvärderingsmetoder. Nehdi och Rahman (2004) Nguyen m.fl. (2006 b) påpekade också behovet på standardisering av mätning och provberedning.

3 EGNA MÄTNINGAR MED ROTATIONSREOMETRAR ENLIGT DIN-53019

3.1 Introduktion

Litteraturstudien visade att mycket få har använt DIN-53019-standarden och följt den strikt vid mätningen av reologiska egenskaper av cementbruk. Variationen av metoder och instrument är stor.

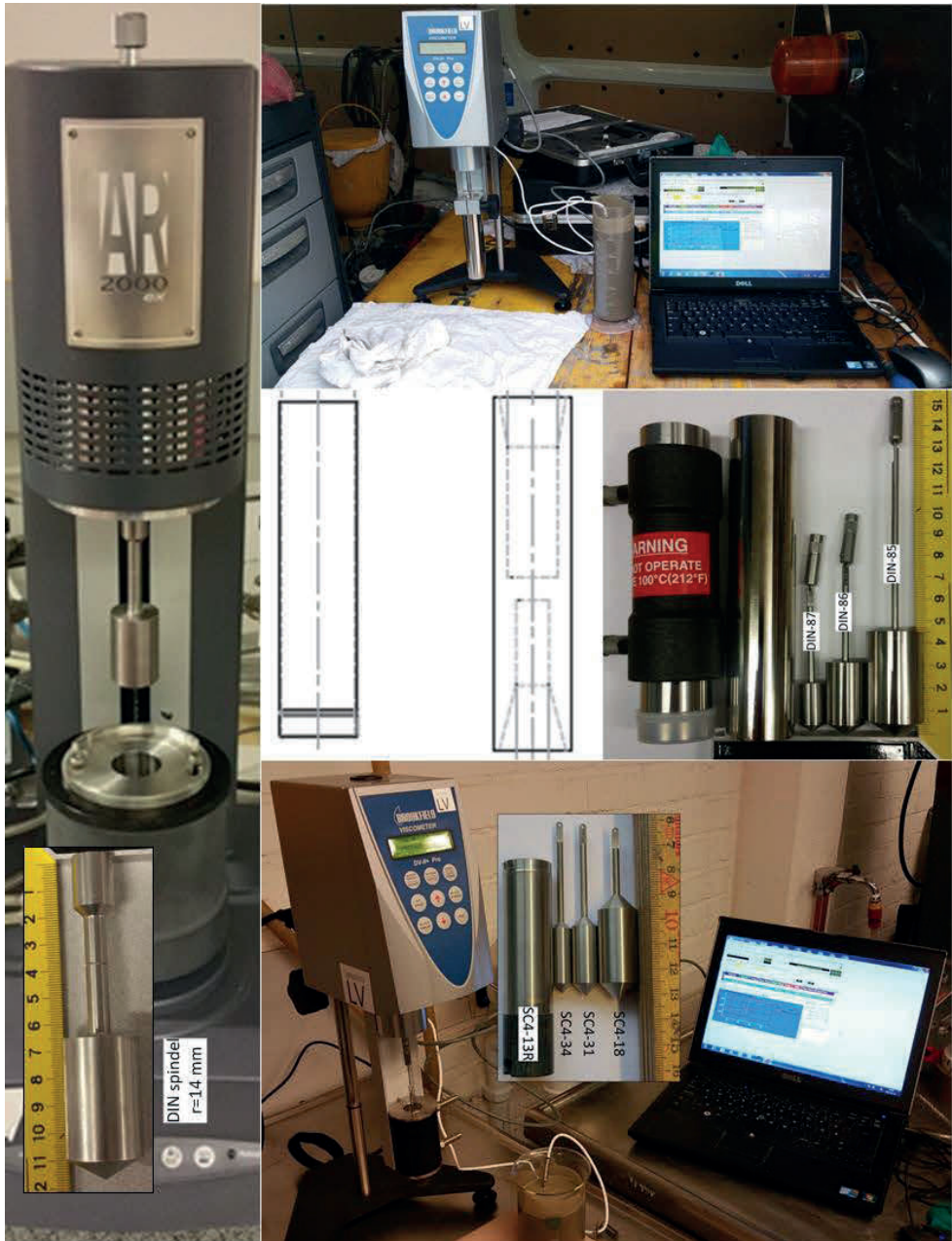
Syftet med egna mätningar var att testa:

- en rotationsreometer enligt DIN-53019 på bruk och se möjligheten att använda denna för ett detaljerat standardiseringsförslag,
- en möjlig användning av bärbara reometrar för förprovning i fält, och
- att ta fram ytterligare ett underlag för diskussioner kring val av instrument, tid för mätning, val av skjuvhastighetsintervall och så vidare.

Utöver försök på bruk har en del kalibreringsmätningar med hög- och lågviskosa vätskor genomförts för att se noggrannheten hos reometrarna speciellt vid mätning av skjuvspänning vid låga skjuvhastigheter.

3.1.1 Använda reometrar, geometrin, provade bruk och blandning

Egna provningar i laboratorium har genomförts med TA AR2000-reometer och Brookfield LV-II+ Programmable viskometer. Dessa instrument och använd geometri visas i Figur 21. Dimensioner av spindlar, cylindrar och gap mellan spindlar och cylindrar redovisas också i Tabell 6. Recept på de provade bruk som baseras på cement INJ30 visas i Tabell 7. Figur 22 visar labblandaren som har använts i provningen. Bruket har blandats i totalt 4 minuter med rotor-stator-geometri med hastigheten 10000 RPM. Flytmedel har tillsats till bruket efter 1 minut. Vid reologimätningarna, cirka 15 minuter efter blandningen, har bruket under väntetiden omrörts med 3000 RPM.



Figur 21: TA AR2000 reometer med DIN 53019-spindel. Brookfield LV-II+ Programmable viskometer med DIN- och SC4-spindlar.

Tabell 6: Reometrar och geometrin

Reometer	Spindel	Spindelradie	Cylinder (Cup)	Cylinder (Cup) radie	GAP
		mm		mm	mm
TA AR2000	DIN	14	Stand Cup	15,16	1,16
”	”	”	Large Cup	22	8,00
BROOKFIELD	DIN87	5,91	ULA-DIN-6Y	6,41	0,50
”	DIN86	8,83	ULA-DIN-6Y	9,57	0,74
”	DIN85	12,73	DAA-1	13,81	1,07
”	SC4-34	4,69	SC4-13R	9,52	4,83
”	SC4-31	5,88	”	”	3,64
”	SC4-18	8,74	”	”	0,78

Tabell 7: Recept av provade bruk. Bruk baseras på cement INJ30.

Bruk	vct	Tillsats iFlow % cementvikt.	Antal blandningar
1	0,6	0,2	3 (Mix 1, Mix 2, Mix 3)
2	0,8	0,2	3 (Mix 1, Mix 2, Mix 3)
3	1,2	0,2	2 (Mix 1, Mix 2)



Figur 22: Labblandare Dispermat CV3 från Vma-Getzmann

3.2 Kalibreringsmätningar med hög- och lågviskosa vätskor med TA AR2000 reometer enligt DIN-53019

3.2.1 Syfte

Före referensmätningarna av bruken genomfördes kalibreringsmätningar på vätskor med känd viskositet. Syftet med kalibreringsmätningar med TA AR2000-reometer var att testa noggrannheten hos denna reometer med koaxialcylindergeometri enligt DIN-53019-standard vid olika skjuvhastigheter.

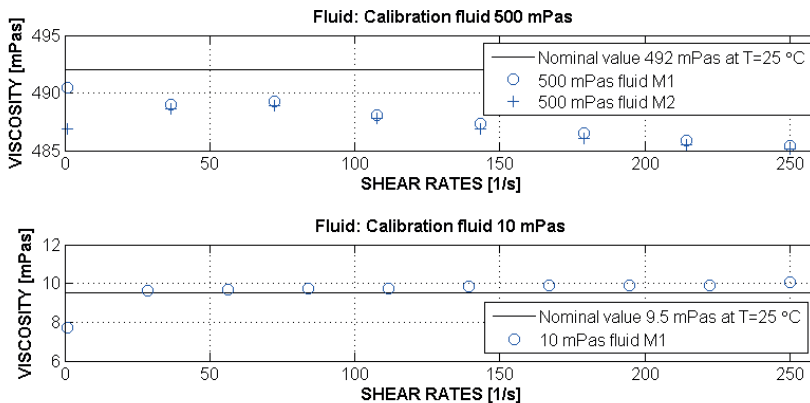
3.2.2 Resultat

Figur 23 visar resultat från kalibreringsmätningar med 500 respektive 10 mPas kalibreringsvätskor. Den uppmätta skillnaden hos 500 mPa:s vätska ligger på maximalt 1,4 procent under nominellt värde för hela det testade skjuvhastighetsintervallet. Det är ett bra resultat. Temperaturen på den testade vätska var 23 °C vilket ligger 2 °C under den nominella temperaturen. Det kan vara en bidragande faktor att resultatet är något lägre.

Den uppmätta skillnaden hos 10 mPas vätska överensstämmer nästan perfekt med nominellt värde för hela det testade skjuvhastighetsintervallet, utom vid skjuvhastighet 1 [1/s]. Vid skjuvhastighet 1[1/s] avviker den uppmätta viskositeten 19 procent. En bidragande faktor kan vara glidning mellan vätska och spindel. En så stor skillnad förekommer inte i motsvarande mätning av den högviskösa vätskan. Glidningen borde vara mindre i högviskösa vätskor på grund av en högre friktion.

3.2.3 Slutsats

Reometer TA AR2000 har en stor noggrannhet men mätningar hos lågviskösa vätskor, som exempelvis cementbruk, vid låga skjuvhastigheter kan vara osäkra. En bidragande faktor kan vara glidning.



Figur 23: Kalibreringsmätningar med TA AR2000-reometer. Geometri (spindel $r = 15$ mm, cylinder $r = 14$ mm) enligt DIN-53019.

3.3 Reologiprovnings på bruk med TA AR2000-reometer enligt DIN-53019 i laboratoriet

3.3.1 Syfte

Syfte med dessa referensmätningar är att testa om det finns problem med att mäta viskositet och flytgräns av cementbruk med reometer enligt DIN-53019-standarderna med spindel-cylindergeometri och med att identifiera detaljer i mätproceduren som saknas i DIN-53019. Fokus ligger också på repeterbarhet och rimlighet i uppmätta resultat. Repeterbarheten kan utvärderas med analys av standardavvikelse (std) och variationskoefficient (cov) från erhållna resultat. Variationskoefficienten (cov) har definierats som relation mellan std och mean eller medelvärde. Rimligheten kan man till exempel bedöma genom att jämföra resultat mellan bruk med olika cementkoncentration. Bruk med lägre vct-tal borde ge högre viskositet och flytgräns.

3.3.2 Resultat

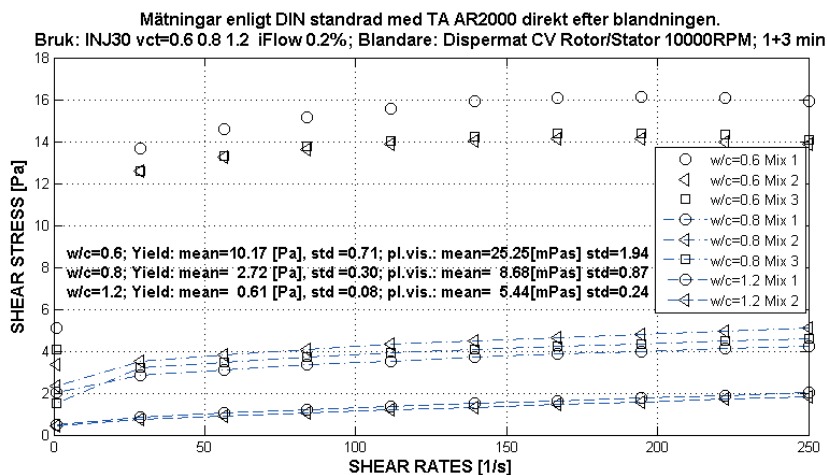
Figur 24 och Tabell 8 visar resultat från genomförda mätningar direkt efter blandningen. Repeterbarheten är bra. Std och cov både för flytgräns och viskositet är låga. De ligger mellan 7 och 13 procent. Man kan tycka att relativ skillnad av viskositet hos vct = 0,6 (32 %) och vct = 1,2 bruk (41 %) är hög men den absoluta skillnaden är inte så stor. Resultaten är också rimliga och förväntade. Både viskositet (μ) och flytgräns (τ_0) ökar med högre cementkoncentration det vill säga lägre vct.

Utvärderingen av flytgräns och viskositet med inkluderade uppmätta skjuvspänningar vid låga skjuvhastigheter ger en lägre flytgräns och en högre viskositet jämfört med referensutvärdering, det vill säga utvärderingen inom skjuvhastighetsintervallet 25–250 [1/s]. Skillnaden är särskilt stor för bruk med lägre vct-tal. Flytgränsen och den viskositeten utvärderade på detta sätt blir varken representativa för förhållandet spänning-skjuvning vid låga eller höga skjuvningshastigheter. På grund av stora osäkerheter i mätningen i detta intervall borde man kanske exkludera mätningar under 25 [1/s] vid utvärdering av viskositet och flytgräns. Man borde kontrollera om skjuvningsintervallet mellan 1–25[1/s] är relevant för praktisk injektering.

3.3.3 Slutsats

Repeaterbarheten av reologimätningarna var bra. Std och cov var låga och resultaten var rimliga. Mätningar av bruk med låga vct-tal kan ha något lägre repeterbarhet. Mätningar vid låga skjuvhastigheter (< 25 [1/s]) kan också vara problematiska och om de är irrelevanta för praktisk injektering bör de exkluderas vid utvärderingen av flytgräns och viskositet.

Generellt ger reologimätningar i laboratoriet med TA AR2000-reometer enligt DIN-53019-geometri (cylinder r = 15 mm; spindel r = 14 mm) repeterbara och rimliga resultat inom skjuvhastighetsintervall 25–250 s [1/s].



Figur 24: Mätningar med TA AR2000-reometer på bruk direkt efter blandningen. Geometri (cylinder $r = 15$ mm, spindel $r = 14$ mm) enligt DIN-53019. Bruk: cement INJ30, vct = 0,6, 0,8 och 1,2, tillsatser iFlow 0,2 procent cementvikt. Blandare: Dispermat CV3 rotor/stator 10000 RPM, 1+3 minuter.

Tabell 8: Analys av mätningar presenterade i Figur 24. Referensvärde är från utvärdering mellan 25–250 [1/s]

Bruk	Skjuvhastighetsintervall 1-250 [1/s]						Skjuvhastighetsintervall 25-250 [1/s] (referensvärde)						Diff.	
	τ_0 [Pa]			μ [mPas]			τ_0 [Pa]			μ [mPas]			$\Delta\tau_0$	$\Delta\mu$
vct	mean	std	cov [%]	mean	std	cov [%]	mean	std	cov [%]	mean	std	cov [%]	[%]	[%]
0,6	10,17	0,71	7	25,25	1,94	8	13,36	0,64	5	7,11	2,29	32	-24	+255
0,8	2,72	0,3	11	8,68	0,87	10	3,13	0,34	11	6,35	0,36	6	-13	+37
1,2	0,61	0,08	13	5,44	2,24	41	0,69	0,09	13	4,99	0,15	3	-12	+9

cov = std/mean

3.4 Reologiprovnings på bruk direkt och cirka 15 minuter efter blandning

3.4.1 Syfte

På grund av den tidiga reaktionen mellan cement och vatten kan de reologiska egenskaperna variera under de första minuterna efter blandningen. Se till exempel värmeutvecklingskurvan som presenteras i Figur 19. Skillnaden kan till exempel vara av betydelse på sommaren vid höga lufttemperaturer. Skillnaden är också större hos bruk med högre cementkoncentration på grund av att en större cementmängd ger en högre temperatur i bruket. Då blir avståndet mellan partiklarna också mindre och förändringar på cementpartiklarnas yta och förändringar i porvatten kan ha en större betydelse på viskositet och flytgräns. Ska man mäta reologiska egenskaper direkt efter blandningen eller ska man vänta en viss tid för att bruket ska "stabilisera" sig, är en väsentlig fråga. Är bruket mer representativt efter 10 till 20 minuters väntetid med omröring? Förlorar vi något om vi väntar 10 till 20 minuter med mätning? Syftet med denna mätning är att undersöka om reologin ändras betydligt 20 minuter efter blandningen hos cementbruk.

3.4.2 Material och metod

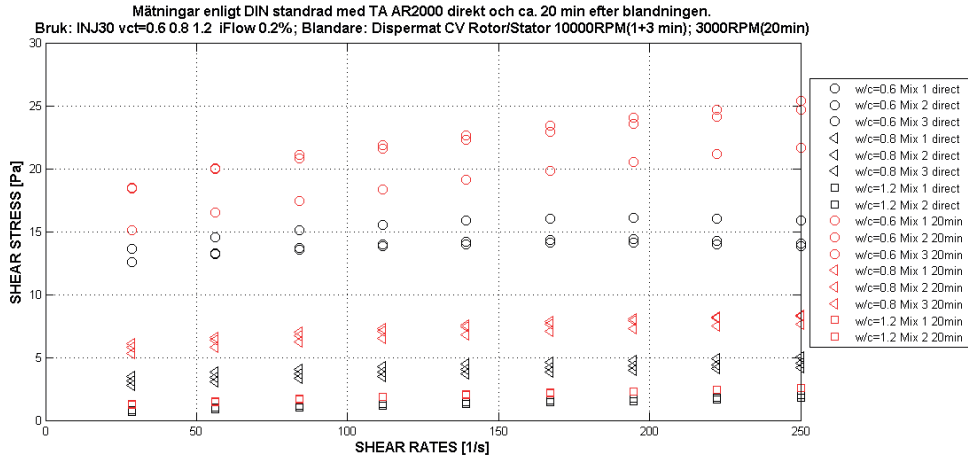
Recept på provade bruk och blandningsprocess presenterades i kapitel 3.1.1. Under väntetiden har bruket omrörts med blandare med 3000 RPM.

3.4.3 Resultat

Figur 25 visar resultat från provningen och Tabell 9 visar flytgräns och viskositet utvärderade från dessa mätningar. Provning direkt eller efter cirka 20 minuter på bruk med högre vct (vct = 1,2) har ingen stor betydelse varken på flytgräns (τ_0) eller viskositet (μ) även om den relativa skillnaden kan vara stor. Med cementkoncentrationen ökar skillnaden. För "normalt tjocka bruk" (vct = 0,8) och tjocka bruk (vct = 0,6) är skillnaden av större betydelse. Det betyder att man borde mäta reologi cirka 15 minuter efter blandningen. Då har bruket i omröraren haft tid att stabilisera sig och är mest representativt för bruk som ska injekteras i berget.

3.4.4 Slutsats

Från blandning till start av injektering av sprickor kan det normalt gå mer än cirka 10 till 20 minuter. Bruk med en högre cementkoncentration påverkas mer av väntetiden. Eftersom reologin för vanligt använda bruk kan påverkas under de första 20 minuterna efter blandningen borde man mäta de reologiska egenskaperna efter cirka 20 minuters omröring.



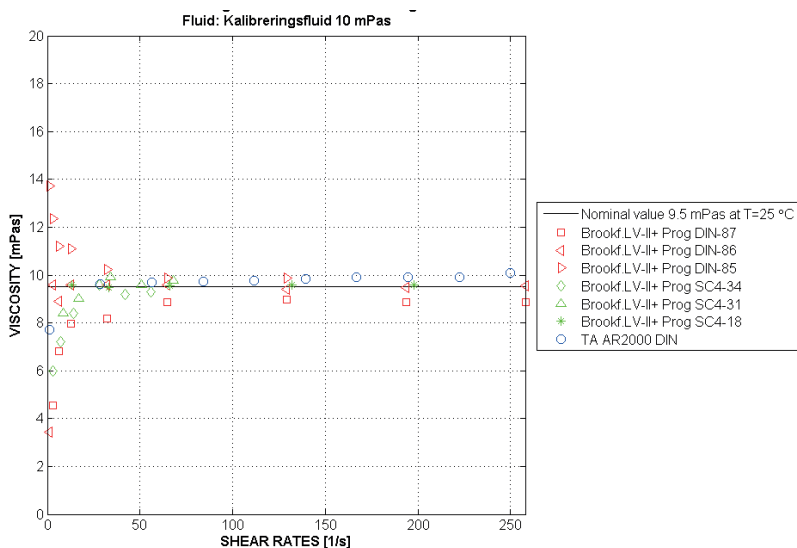
Figur 25: Reologimätningar direkt och cirka 20 minuter efter blandningen.

Tabell 9: Flytgräns och viskositet uppmätta direkt och cirka 20 minuter efter blandningen utvärderade från mätningar presenterade i Figur 25.

Bruk	Mätningar Ca 15–20 min. efter bl.				Mätningar direkt efter bl. (referens)				Diff.			
	τ_0 [Pa]		μ [mPas]		τ_0 [Pa]		μ [mPas]		$\Delta\tau_0$ mean		$\Delta\mu$ mean	
vct	mean	std	mean	std	mean	std	mean	std	[Pa]	[%]	[mPas]	[%]
0,6	17,9	2,01	28,36	1,60	13,36	0,64	7,11	2,29	4,54	34	21,25	299
0,8	5,72	0,41	10,38	0,49	3,13	0,34	6,35	0,36	2,59	83	4,03	63
1,2	1,20	0,05	5,80	0,21	0,69	0,09	4,99	0,15	0,51	74	0,81	16

3.5 Kalibreringsmätningar med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog med olika geometrier

Syftet med dessa mätningar är att testa noggrannheten hos Brookfield LV –II Prog enligt DIN-53019-standarden och med spindlar från SC4-serien som tidigare har använts i flera andra mätningar i fält. Resultatet som presenteras i Figur 26 visar att mätningar med skjuvhastigheter under 25 [1/s] är osäkra medan i mätningar med skjuvhastigheter större än 25 [1/s] är noggrannheten bra. Det måste påpekas att kalibreringsvätskan inte innehåller partiklar, vilket kan betyda att ett eventuellt trångt gap har en mindre påverkan på resultat än hos suspensioner med partiklar i.



Figur 26: Kalibreringsmätningar med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog med olika geometrier.

3.6 Provingar med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog enligt DIN-53019 i laboratorium

3.6.1 Syfte

Noggranna reometrar är oftast dyra och fast installerade i laboratorium. Men det finns också billigare varianter som dessutom är bärbara och kan användas i fält för till exempel förprovingar. Syftet med dessa mätningar är att kontrollera noggrannheten hos dessa reometrar/viskometrar och deras möjliga användning vid fältprovingar.

3.6.2 Material och metod

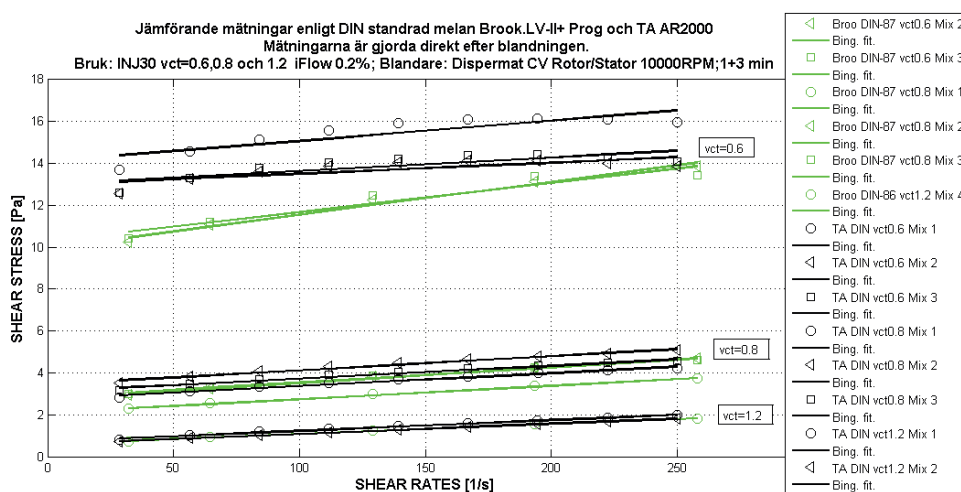
Bruken har provats med Brookfield LV –II Prog-viskometer enligt DIN-53019-standarden, direkt och efter cirka 15 minuter efter blandningen. Recept på provade bruk och blandning har presenterats i kapitel 3.1.1. Det är likvärdigt bruk som det som provades med en TA A2000-reometer.

3.6.3 Resultat

Figur 27 och Figur 28 visar resultat från dessa mätningar, direkt och cirka 15 minuter efter blandningen. Flytgräns och viskositet utvärderat från dessa mätningar och skillnad mellan resultat uppmätta med de två reometrarna visas i Tabell 10 och Tabell 11. Mätningar med Brookfield och TA A2000-reometer, direkt efter blandningen med (vct = 1,2 och 0,8) bruk, visade ingen betydande skillnad. Mätning med vct = 0,6 bruk visade däremot en skillnad. Skillnaden ökar med cementkoncentrationen (lägre vct-tal). Skillnaden i gap och cementkoncentration kan vara en bidragande faktor. En större cementkoncentration i ett mindre gap påverkar resultaten. Samma resultat visade också mätningarna cirka 15 minuter efter blandningen. Ett annat observerat problem var att vct 0,6-bruk, som hade en relativ stor flytgräns och viskositet, låg utanför mätområdet för Brookfields reometer inom skjuvhastighetsintervallet mellan 25 och 250 [1/s].

3.6.4 Slutsats

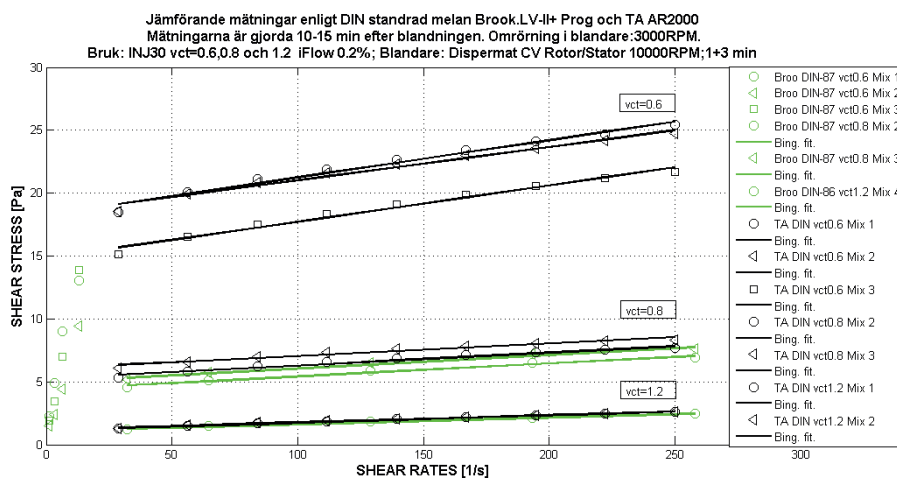
Bärbar Brookfield LV –II Prog viskometer kan användas för förprovning av bruk i fält. För normaltjocka bruk är skillnaden i noggrannheten liten. Problemen kan uppstå med tjocka bruk om flytgränsen är större än cirka 10 Pa. Lösningen kan vara användning av ännu en mindre DIN-spindel som skulle kunna täcka detta mätområde.



Figur 27: Jämförande mätningar mellan labbreometer och bärbar reometer direkt efter blandning i laboratoriet.

Tabell 10: Flytgräns och viskositet utvärderade från mätningar direkt efter blandning presenterade i Figur 27.

Bruk	Flytgräns [Pa]				Viskositet [mPas]			
	TA*	Brook.**	Diff. [Pa]	Diff. [%]	TA	Brook.	Diff. [mPas]	Diff. [%]
0,6	13,3	10,1	-3,2	-24	7,1	14,8	7,7	108
0,8	3,1	2,6	-0,5	-16	6,3	7,2	0,9	14
1,2	0,7	0,6	-0,1	-14	5,0	4,7	-0,3	-6



Figur 28: Jämförande mätningar mellan labb- och bärbar-reometer efter cirka 15 minuters blandning i laboratoriet.

Tabell 11: Flytgräns och viskositet utvärderade från mätningar efter cirka 15 minuter efter blandning presenterade i Figur 28.

vct	Flytgräns [Pa]				Viskositet [mPas]			
	TA*	Brook.**	Diff. [Pa]	Diff.[%]	TA	Brook.	Diff. [mPas]	Diff.[%]
0,6	17,2	-			28,4	-		
0,8	5,7	4,7	-1	-18	10,1	10,6	0,5	5
1,2	1,2	1,1	-0,1	-8	5,8	5,3	-0,5	-9

3.7 Provingar med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog enligt DIN-53019 i fält

3.7.1 Syfte

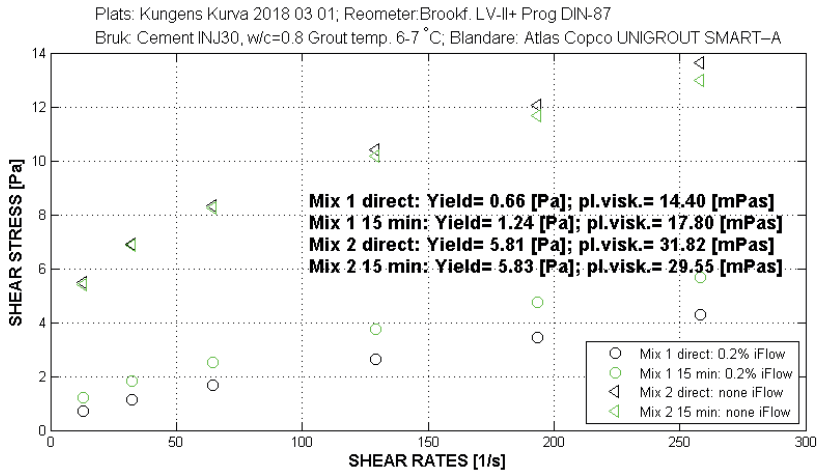
Under de senaste två åren har vi provat bruk i fält med bärbar reometer Brookfield LV –II Prog och spindlar från SC4-serien men inte med spindlar enligt DIN-53019-standarden. Syftet med dessa mätningar är att visa om det finns några problem att använda koaxial cylindergeometri enligt DIN-53019-standarden vid mätning i fält.

3.7.2 Material och metod

Bruk som har provats: cement INJ30, vct = 0,8 utan tillsatser och med iFlow 0,2 procent av cementvikten. Bruket har blandats i fält med Atlas Copco UNIGROUT SMART-A. Bruket har provats på Skanskas arbetsplats i Kungens kurva.

3.7.3 Resultat

Resultatet från denna provning visas i Figur 29. Man ser att bruket utan tillsatsmedel har betydligt större flytgräns. Provingarna gick utan några uppmärksammade problem även om det var mycket kallt ute. Utetemperaturen var runt – 10 °C. Brukstemperaturen var cirka 7 °C jämfört med normala 15 till 17 °C om man mäter i laboratorium. I Tabell 12 redovisas flytgräns och viskositet hos bruk (NJ30, vct = 0,8, iFlow 0,2 procent av cementvikten) uppmätt i fält och i laboratorium. Som man kan observera finns det en stor skillnad. Skillnaden kan bero på temperaturen hos bruket samt blandningen.



Figur 29: Reologimätning av bruk med Brookfield LV-II Prog enligt DIN-53019 i fält. Bruk: INJ30, vct = 0,8, utan tillsatser och med iFlow 0,2 procent av cementvikten.

Tabell 12: Jämförande resultat mellan laboratorie- och fältmätningar för bruk: INJ30, vct = 0,8, iFlow 0,2 procent cementvikt.

Tid för mätning	Plats	Flytgräns [Pa]	Viskositet [mPas]	Bruktemp. [°C]
direkt	Lab	2,6	7,2	16
	Fält	0,7	14,4	7,1
15 min. efter blandning	Lab	4,7	10,6	17
	Fält	1,2	17,8	6,2

3.7.4 Slutsats

Jämförelsen mellan fält och laboratorie-provningar var svår på grund av stor temperaturskillnad hos bruken, men provningar i fält med bärbar reometer Brookfield LV-II Prog enligt DIN-53019 visade inga direkta problem trots mycket svåra temperaturförhållanden.

3.8 Slutsats

Kalibreringsmätningarna enligt DIN-53019 i laboratorium med reometer TA AR2000 visade att denna reometer har en stor noggrannhet. Mätningarna med lågviskösa vätskor vid låga skjuvhastigheter kan vara något osäkra. Anledningen kan vara glidning.

Mätningarna på bruk enligt DIN-53019 i laboratorium med reometer TA AR2000 visade förväntade och rimliga resultat. Repeterbarheten var också bra. Mätningarna vid låga skjuvhastigheter (< 25 [1/s]) kan vara problematiska. Om de är irrelevanta vid praktisk injektering bör de exkluderas vid utvärderingen av flytgräns och viskositet.

Provningarna på bruk direkt och cirka 15 minuter efter blandning visade att bruk med en högre cementkoncentration kan påverkas med väntetiden. Eftersom injekteringen av bruket kan ta upp till 20 minuter från blandningen borde man då mäta reologiska egenskaper cirka 15 minuter efter blandningen. Då blir bruket mer representativt.

Jämförelsemätningar mellan TA AR2000 och bärbar reometer Brookfield LV –II Prog enligt DIN-53019 visade att Brookfields reometer kan användas också i laboratoriet och fält för bestämning av reologiska egenskaper av cementbruk.

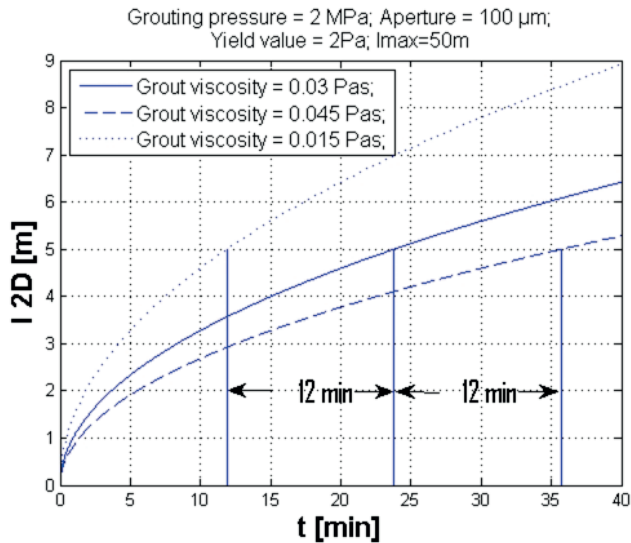
4 FRÅGOR FÖR DISKUSSION

4.1 Val av instrument

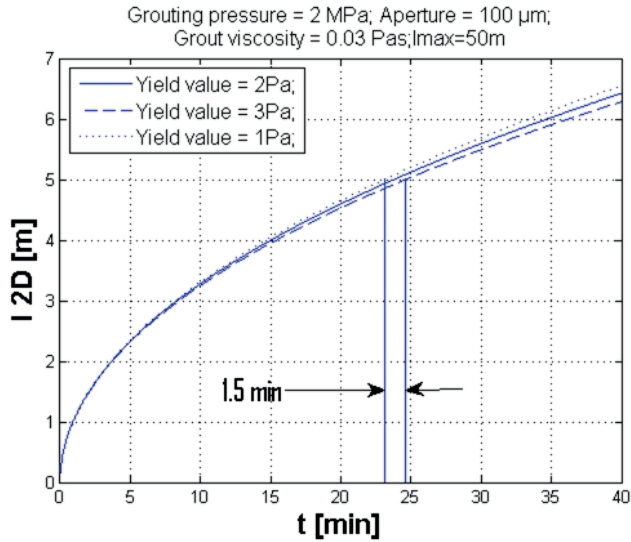
4.1.1 Sensitivitetsanalys av viskositet och flytgräns

Figur 30 visar resultatet från en sensitivitetsanalys av brukets spridning vid en varierande viskositet. Resultatet visar att en varierande viskositet påverkar spridningen betydligt. En 50 procent lägre viskositet ger en cirka 50 procent kortare tid och vice versa, en 50 procent högre viskositet ger en cirka 50 procent längre tid. Beräkningen baseras på referensinjektering som visas i Figur 32.

Figur 31 visar resultatet från en sensitivitetsanalys av brukets spridning beroende på variationen av flytgränsen. Man kan se att en 50 procentig ökning eller minskning av flytgränsen påverkar tiden av en 5 meter lång spridning endast marginellt. Injekteringstiden blir cirka 40 sekunder längre eller kortare relaterat till den 24 minuter långa injekteringen. Sensitivitetsanalysen visade att spridningen är mycket känsligare för viskositet än för flytgräns.



Figur 30: Sensitivitetsanalys av viskositeten.



Figur 31: Sensitivitetsanalys av flytgräns.

4.1.2 Val av instrument för mätning av viskositet

Vid mätning av viskositet står valet mellan Marshkon och rotationsviskosimeter. Litteraturstudien visade att Marshkonen ger en kombinerad effekt av viskositet och flytgräns. Det är svårt att konvertera rinntid till viskositet. Eftersom sensitivitetsanalysen visade att viskositet har en stor påverkan på brukets spridning bör viskositeten bestämmas direkt med reometer. Litteraturstudien visade också att i de flesta publicerade artiklar vid provning av cementbruk användes koaxialcylindergeometri och inte kon och platta eller parallella plattor. Egna mätningar med koaxialcylinder enligt DIN-53019 visade inga betydande problem, utom möjligtvis mätningar vid låga skjuvhastigheter. Allt detta tyder på att val av rotationsreometer/viskosimeter med koaxialcylindergeometri enligt DIN-53019-standarderna är det rimligaste valet.

4.1.3 Val av instrument för mätning av flytgräns

Jämfört med viskositet är det mer osäkert hur man ska mäta flytgräns. Litteraturstudien visade att det finns fler instrument att mäta flytgräns med, direkt eller indirekt. Dessutom varierar själva definitionen av flytgränsen vid utvärderingen av mätdata. Detta bidrar också till att mätningen är problematiskt.

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 på en 5 meter lång spridning. Om man dessutom exkluderar värdena från mätningen med rotationsviskosimeter vid låga skjuvhastigheter, blir skillnad i flytgränsen mindre mellan de olika utvärderingsmodellerna. Baserat på detta föreslås därför att man extrapolerar flytgränsen enligt Binghammodellen från viskositetsmätningar med reometer.

4.2 Relevant skjuvhastighetsintervall och reologisk modell

4.2.1 Relevant skjuvhastighetsintervall

Litteratur och referensmätningar med TA AR2000-reometer enligt DIN-53019 visar att mätningar vid låga skjuvhastigheter kan vara osäkra och icke-linjära. Därför är det avgörande att titta på de skjuvhastigheter som sker i bruket under spridning i fält. Tabell 13 visar skjuvhastigheter i kontakten mellan spricka och bruk för 20 meters spridning av bruk vid en referensinjektering som visas i Figur 32. Skjuvhastigheter har beräknats enligt ekvationen (Zou, 2018):

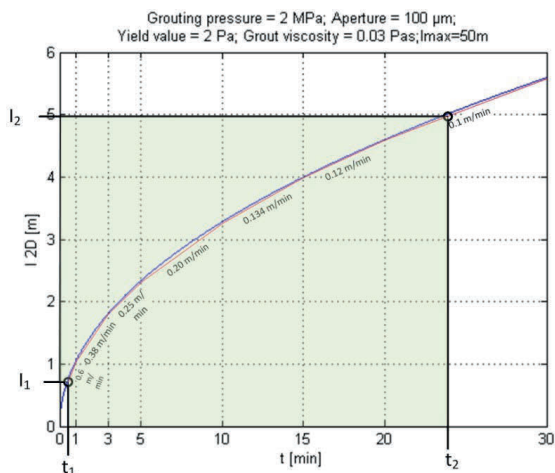
$$\dot{\gamma} = \frac{\tau_0}{\mu} \left(\frac{1}{I_D} - 1 \right) \frac{I_D \cdot \gamma}{1 + (I_D \cdot \gamma)} \frac{1}{\ln(1 + I_D \cdot \gamma)}; \gamma = \frac{I_{max}}{r_{bh}}$$

Den övre relevanta gränsen för skjuvhastighet är relaterad till spridning av bruket i början av injekteringen där de beräknade skjuvhastigheterna är mycket höga. Vid 0,6 m spridning är den beräknade skjuvhastigheten vid kontakten med sprickan 1717 [1/s]. Vid mätningar med reometer används och redovisas medelskjuvhastighet. Därför redovisas också medelskjuvhastighet av bruket i Tabell 13. Det är medelskjuvhastigheten som man borde relatera till vid mätningen med reometer. Den övre gränsen som är möjlig men inte enkel att mäta med vanlig reometer nås efter cirka 1 meters spridning. Då är skjuvhastigheten vid väggen cirka 1000 [1/s] och medelskjuvhastigheten cirka 500 [1/s].

Den nedre relevanta skjuvhastighetsgränsen är relaterad till önskad spridning av bruket. Vår referensinjektering baseras på en spricka på 100 µm. Önskad spridning i denna spricka kan exempelvis vara 5 meter. I större sprickor kan vi begränsa den önskade spridningen till 10 meter. Då den minsta relevanta skjuvhastighet vid väggen kan vara runt 45 [1/s] eller medelskjuvhastighet runt 23 [1/s].

Tabell 13: Skjuvhastigheter vid väggen mellan spricka och bruk vid spridningen upp till 20 meter. Baseras på referensinjektering som visas i Figur 32.

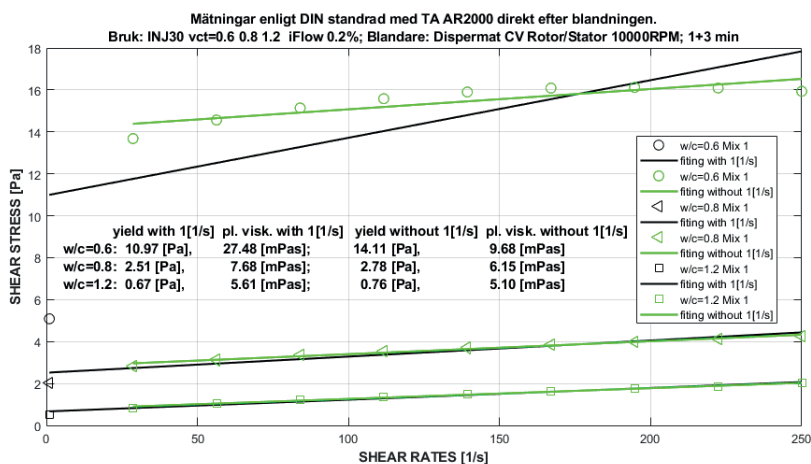
Brukspridning för referensinjektering, I 2D	Skjuvhastighet vid väggen i sprickan $r_{bh} = 0,03$ m	Medel skjuvhastighet = Skjuvhastighet vid väggen /2	Relevans	Svårighet att mäta
[m]	[1/s]	[1/s]		
0,26	5040	2520	Relevant	Svår att mäta
0,6	1717	859	“	“
0,9	1025	512	Relevant	Svårt, speciell reometer
1,4	586	293	“	Svårt, speciell reometer
2,1	351	176	“	Lätt att mäta
2,8	244	122	“	“
3,7	171	86	“	“
4,3	141	71	“	“
5,1	113	57	“	“
10,0	45	23	?	
20,0	15	8	Irrelevant	Svår att mäta



Figur 32: Inträngning av bruk enligt RTGCM för referensinjektering. Tiden t_2 och spridning I_2 är kopplade till den nedre relevanta skjuvhastighetsgränsen och t_1 och I_1 till den övre.

4.2.2 Utvärderingsmetod (kurvanpassning till reologisk modell)

Figur 33 visar uppmätta skjuvspänningar för olika skjuvhastigheter och utvärderade flytgränser och viskositeter enligt Binghammodellen från tre mätningar på bruk med tre olika vct-tal (vct = 0,6, 0,8 och 1,2). Beroende på vald skjuvhastighetsintervall vid utvärderingen fås olika resultat. För tunnare bruk (vct = 0,8 och 1,2) är påverkan på flytgräns och viskositet nästan obetydlig. För tjockare bruk (vct = 0,6) är den väsentlig på grund av att mätningen vid skjuvhastighet 1 [1/s] inte följer den linjära trenden och ger en betydlig mindre skjuvspänning. Det kan vara ett sant beteende men också resultatet av mätfel som vid kalibreringsmätning på 10 mPa:s kalibreringsvätska.



Figur 33: Utvärdering av flytgräns och viskositet beroende på den nedre skjuvhastighetsgränsen.

4.2.3 Förslag till skjuvhastighetsintervall och utvärderingsmetod

Förslag på nedre skjuvhastighetsgräns är 25 [1/s]. Uppmätta spänningar för 1–25 [1/s] är osäkra och möjligen också irrelevanta i vår applikation för bestämning av flytgräns och viskositet. En anledning att mäta spänningar i detta område kan dock vara en bestämning av den ”riktiga” flytgränsen. I detta fall måste vi veta om mätningarna är korrekta det vill säga att det inte förekommer glidning eller liknande.

Förslag på övre skjuvhastighetsgräns är 250 [1/s]. Även om det kan förekomma skjuvningar i bruket upp till 2000 [1/s] eller högre bör vi nu begränsa mätningar upp till 250 [1/s]. Mätningar med höga skjuvhastigheter kräver speciell mätutrustning och det finns inte någon mäterfarenhet med så höga skjuvhastigheter. Med tiden kan man undersöka det och uppdatera den övre gränsen om behovet uppstår. Om vi väljer det föreslagna skjuvhastighetsområdet mellan 25 och 250 [1/s] blir Binghammodellen tillräckligt bra.

4.3 Tid för mätning

Tabell 14 visar skillnader i flytgräns och viskositet utvärderade från mätningar med TA AR2000-reometer direkt och cirka 15 minuter efter blandning, vilket presenteras i Tabell 10, Tabell 11, Figur 27 och Figur 28. Man kan se att den absoluta skillnaden ökar med minskad vct-tal både för flytgräns och för viskositet. Skillnaden kan vara väsentlig för vct 0,8- och 0,6-bruk. Litteraturstudien visade också att flytgräns och viskositet kan ändras väsentlig under de första 20 minuterna. Eftersom det kan ta upp till 15 eller 20 minuter från blandning till injektering av sprickor så borde reologiprovnings genomföras cirka 15 minuter efter blandning. Bruket efter blandningen måste vara under konstant omröring.

Tabell 14: Flytgräns och viskositet utvärderade från mätningar med TA AR2000-reometer direkt och cirka 15 minuter efter blandning presenterade i Tabell 10 och Tabell 11.

Bruk	Flytgräns [Pa]				Viskositet [mPas]				
	vct	Direkt (ref)	ca. 15 min.	Diff. [Pa]	Diff.[%]	Direkt (ref)	ca. 15 min.	Diff. [mPas]	Diff.[%]
0,6		13,3	17,2	3,9	29	7,1	28,4	21,3	300
0,8		3,1	5,7	2,6	84	6,3	10,1	3,8	60
1,2		0,7	1,2	0,5	71	5,0	5,8	0,8	16

4.4 Upp eller ner kurva

Eftersom mätningar med upp- och ner-kurva ger olika resultat bör provningar göras med ner-kurva på grund av att skjuvningen i bruket börjar från en högre skjuvhastighet och minskar med inträngningen under injekteringsprocessen. På så sätt återspeglar mätningens processen bättre injekteringsprocessen.

5 FÖRSLAG TILL MÄTPROCEDUR

5.1 Förslag till mätprocedur i laboratorium

Använd rotationsreometer med koaxialcylindrar enligt standarden DN 53019 och skjuvhastigheter i fallande ordning (det vill säga mätningen börjar med det högsta värdet och sedan avtagande, en så kallad "down-curve"):

1. Använd skjuvhastighetsintervall: 250, 200, 150, 125, 100, 75, 50 och 25 [1/s]
2. Starta mätningen efter blandning + 15 minuters omrörning
3. Utvärdera flytgräns och viskositet enligt den linjära Binghammodellen (kurvanpassning till ovanstående skjuvhastigheter)
4. Repetera mätningen tre gånger
5. Presentera alla mätningar grafiskt, inklusive den linjära kurvanpassningen
6. Presentera en 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

5.2 Förslag till mätprocedur för förprovning i fält

Samma mätprocedur kan användas för förprovningar i fält med bärbar reometer. En bärbar reometer bör kontrolleras med en kalibreringsvätska och testas om den klarar mätningen för hela skjuvhastighetsintervallet mellan 250 och 25 [1/s]. I samband med förprovningar i fält bör man också göra densitetsprovningar med "mud balance" för att kontrollera valt recept och Marshkonmätningar. Syftet med Marshkonmätningar är att skapa en relation mellan utströmningstiden och de reologiska egenskaperna, som sedan kan användas som en jämförelse vid fortlöpande provningar i fält. Man bör definiera maximal och minimal utströmningstid för ett givet bruk som ska användas vid de fortlöpande provningarna.

5.3 Förslag till mätprocedur för löpande förprovningar i fält

En bärbar reometer är inte lämplig för fortlöpande provningar i fält. Mätningar relaterade till reologi av bruket bör i stället genomföras med "mud balance" och Marshkon.

6 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.

Brookfield Engineering Labs Inc. (2016), More solution to sticky problems. A guide to getting more from your Brookfield viscometers.

Coussot, P. and S. Boyer, (1995), Determination of yield stress fluid behaviour from inclined plane test, *Rheol. Acta* 34, 534–543.

Eriksson M, Friedrich M., Vorschulze Ch. (2004), Variations in the rheology and penetrability of cement-based grouts – an experimental study. *Cement and Concrete Research*, Volume 34, Issue 7, July 2004, Pages 1111–1119.

Güllü H., (2016), Comparison of rheological models for jet grout cement mixtures with various stabilizers. *Construction and Building Materials*. 127, 220–236.

Hoang Q. G., Kaci A., Kadri El-H., Gallias J.L. (2015), A new methodology for characterizing segregation of cement grouts during rheological tests. *Construction and Building Materials*. 96, 119–126.

Hässler L., (1991), Grouting of rock—simulation and classification [thesis], Department of Soil and Rock Mechanics, KTH, Stockholm, Sweden.

Håkansson U., (1993), Rheology of fresh cement-based grouts [thesis], Department of Soil and Rock Mechanics, KTH, Stockholm, Sweden.

Malvern Instruments. (2015), Application note: Overcoming and quantifying “Wall Slip” in measurements made on a rotational rheometer.
<https://cdn.technologynetworks.com/TN/Resources/PDF/AN140623OvercomQuantifyingWallSlip.pdf>.

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.

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*. 18, 15–24.

Nguyen H., Remond S., Gallias J.L, Bigas J.B., Muller P., (2006b), Flow of Herschel-Bulkley fluids through the Marsh cone, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 139, 128–134.

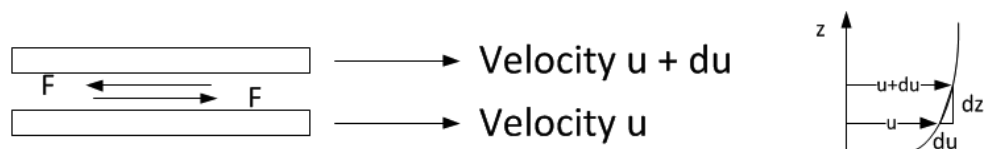
Nguyen H., Remond S., Gallias J.L., (2011), Influence of cement grouts composition on the rheological behaviour. *Cement and Concrete Research*. 41, 292–300.

Rahman M. (2015), Rheology of cement grout –Ultrasound based in-line measurement technique and grouting design parameters. [thesis], Department of Soil and Rock Mechanics, KTH, Stockholm, Sweden.

- Rahman M., Wiklund J., Kotzé R., Håkansson U. (2017), 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.
- Saiyouri N. , Bouasker M., Khelidj A. (2008), Gas permeability measurement on injected soils with cement grout. *Cement and Concrete Research*. 38, 95–103.
- Shucaí L., Fei S., Rentai L., Qingsong Z., Zhaofeng L. (2017), Investigation on fundamental properties of microfine cement and cement-slag grouts. *Construction and Building Materials*. 153, 965–974.
- 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.
- Vincent A., Hackley C., Ferraris F.. (2001), *Guide to Rheological Nomenclature: Measurements in Ceramic Particulate Systems*. National Institute of Standards and Technology Special Publication 945.Natl. Inst. Stand. Technol. Spec. Publ. 946, 31 pages . CODEN: NSPUE2.
- Wallner M, (1976), *Propagation of Sedimentation Stable Cement Pastes in Jointed Rock*, University of Aachen, Rock Mechanics and Waterways Construction, BRD, 1976.
- 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*. 106, 243–249.

7 BILAGA 1: DEFINITION AV VISKOSITET OCH FLYTGRÄNS.

Vid flöde motstår alla vätskor externa krafter som orsakar att ett lager av vätska flyter över en annan med olika hastigheter och när de externa krafterna är borta avtar flödet. Motståndet som orsakar att olika lager av vätska flyter över ett annat med olika hastigheter associeras med viskositet. Relativt flöde mellan lager kräver skjuvkrafter det vill säga krafter som verkar på ytan mellan två lager och är parallella med lager. Figur 34 illustrerar två lager vätska som förflyttar sig med olika hastigheter. Det övre lagret antas flyta snabbare. Så det övre lagret tenderar att ”dra” det nedre lagret med kraft F medan det nedre lagret tenderar att ”bromsa” det övre lagret med kraft F . Om kraften F verkar över en area A , då är spänning $\tau = \frac{F}{A}$.



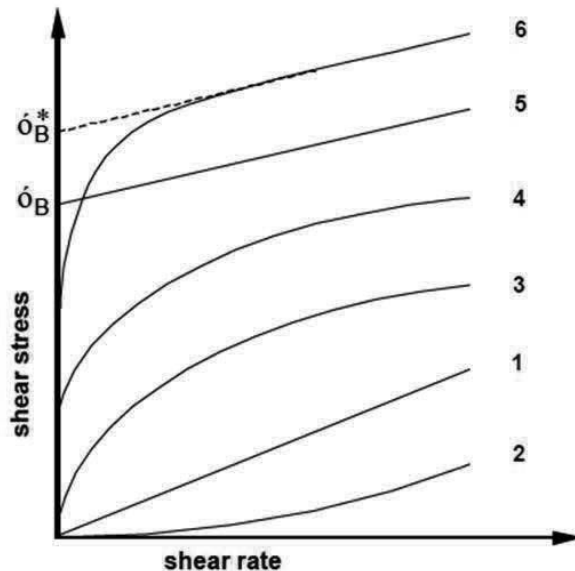
Figur 34: Två angränsade lager vätska vid ett flöde med olika hastigheter.

Newton (1642–1727) påstod att, vid ett rakt och parallellt flöde av en vätska, är skjuvspänningen mellan två angränsande lager direkt proportionell till flödesgradienten i vinkelrätt riktning mot flödet. Det vill säga

$$\tau = \frac{F}{A} = \mu \frac{du}{dz}; \text{ eller } \tau = \mu \frac{du}{dz}; \text{ Newton vätska}$$

där μ är den proportionalitetskoeficient som är konstant för en given fluid vid en given temperatur och är känd som viskositet. För Newtonvätskor är viskositeten oberoende av skjuvhastigheten. Det finns en del vätskor som inte följer denna lag. Figur 35 visar relationen mellan skjuvspänning och skjuvhastighet för några olika vätsketyper. Vätskor kallas, när viskositeten avtar med skjuvhastigheten, för pseudo-plastiska, eller om de ökar med skjuvhastigheten kallas de dilatanta. Dessutom finns det vätskor där man måste applicera en viss kraft för att de ska börja flyta. Dessa vätskor kallas för ”plastiska” och kraften som måste appliceras för att få dem i rörelse kallas flytgräns. Vätskor som har en flytgräns och konstant viskositet kallas för Binghamvätskor. Viskositeten i den linjera delen av kurvan kallas för plastisk viskositet.

1. **Newtonian** *Differential viscosity and coefficient of viscosity are constant with shear rate.*
2. **shear-thickening** *Differential viscosity and coefficient of viscosity increase continuously with shear rate.*
3. **shear-thinning [pseudoplastic]** *Differential viscosity and coefficient of viscosity decrease continuously with shear rate. No yield value.*
4. **shear thinning [pseudoplastic] with yield response** *Differential viscosity and coefficient of viscosity decrease continuously with shear rate once the apparent yield stress, σ_{app} , has been exceeded.*
5. **Bingham plastic (ideal)** *Obeys the Bingham relation ideally. Above the Bingham yield stress (σ_B in Figure 2) the differential viscosity is constant and is called the plastic viscosity, while the coefficient of viscosity decreases continuously to some limiting value at infinite shear rate.*
6. **Bingham plastic (non-ideal)** *Above the apparent yield stress the coefficient of viscosity decreases continuously, while the differential viscosity approaches a constant value with increasing shear rate. Extrapolation of the flow curve from the linear, high shear rate region (plastic region) to the stress axis gives the apparent Bingham yield stress (σ_B^* in Figure 2). The differential viscosity in the linear region is termed the plastic viscosity.*

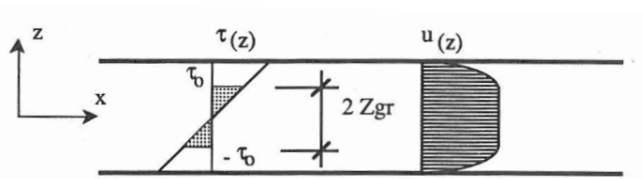


Figur 35: Newton- och Non-Newton-vätskor. Hackley och Ferraris (2001).

7.1 Bingham flöde i en 1D-planparallell spricka

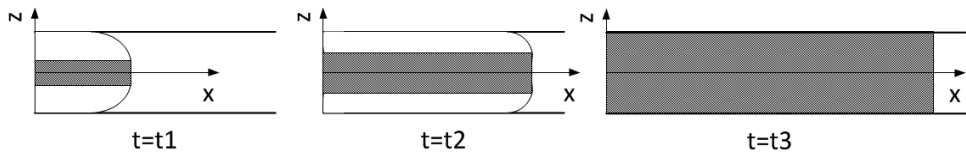
Figur 36 illustrerar flödet av en Binghamvätska i en planparallell spricka. Vätskan är skjuvad i kontakten med sprickan i området där skjuvspänningen är större än flytgränsen. I mitten, där skjuvspänningen är lägre än flytgränsen, är vätska inte skjuvad och strömmar som en plugg. Relationen mellan skjuvspänning och skjuvhastighet beskrivs med följande ekvation:

$$\tau = \mu \frac{du}{dz} + \tau_0; \text{ där } \mu \text{ är viskositet och } \tau_0 \text{ flytgräns.}$$



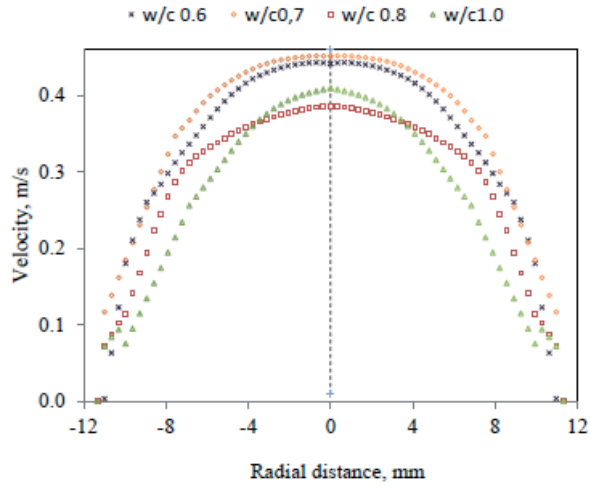
Figur 36: Illustration av flödet av en Binghamvätska i en planparallell 1D-spricka.

Figur 37 illustrerar flödet hos en Binghamvätska genom en planparallell spricka som funktion av tid. I början av flödet har vätskan en större hastighet och skjuvkrafterna mellan lagren är relativt stora. Det resulterar i en relativt tunn plugg i mitten där skjuvspänningen inte överstiger flytgränsen. Med tiden och inträngningen minskar hastigheten på grund av det ackumulerade motståndet och pluggen blir tjockare. Till slut blir drivkraften lika med den ackumulerade motståndskraften och skjuvspänningen kan inte längre bryta den inre strukturen i vätskan och flödet stannar. Då har vätskan nått sin maximala spridningslängd och pluggen är lika tjock som sprickan.



Figur 37: Illustration av utveckling av pluggen med tiden och inträngningslängden.

Enligt Wallner (1976), Hässler (1991), Håkansson (1993) och Rahman (2015) kan man normalt använda cementbaserade bruk som karakteriseras som Binghamvätskor. Figur 38 visar hastighetsprofil på olika bruk vid ett flöde i ett 22 mm:s rör uppmätt med UVP+DP-mätteknik. Man kan se att bruken med $v_{ct} = 0,6$ och $0,7$ har en någorlunda konstant hastighet i mitten det vill säga att bruken strömmar i detta område som en plugg och kan anses som en Binghamvätska medan bruk med $v_{ct} = 1,0$ inte har någon klart definierad plugg.



Figur 38: Hastighetsprofil av olika bruk uppmätta i ett rör på 24 mm diameter med UVP+DP-mätteknik. Rahman (2015).

8 BILAGA 2: MÄTMETODER FÖR BESTÄMNING AV VISKOSITET OCH FLYTGRÄNS

8.1 Mätmetoder för bestämning av viskositet

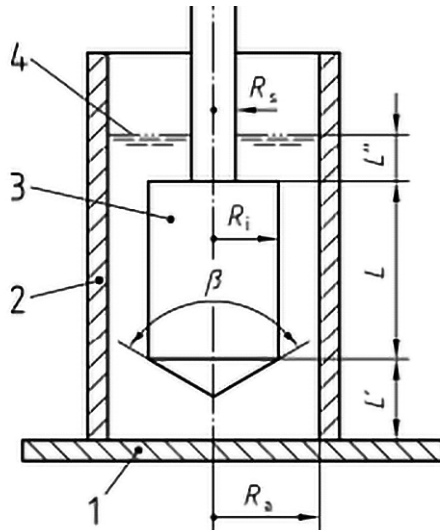
8.1.1 Viskositetsmätning med rotationsviskosimetrar och koaxialcylindergeometri enligt DIN 53019

Standarden DIN 53019 beskriver viskositetsmätning hos vätskor med rotationsviskosimetrar. Det finns tre olika geometrier: koaxialcylinder, kon och platta och parallella plattor. Se Figur 1. Val av geometri och respektive storlek av spindel eller kon är relaterat till vätskans förväntade viskositet och baseras på erfarenhet. Enligt Brookfield Engineering Labs, (2016, s. 4) är en koaxialcylinder lämplig för användning när det krävs att skjuvspänning och skjuvhastighet måste vara väl definierade. I parallella plattor varierar skjuvhastigheterna inom provet och är därför svåra att tolka. I kon-platta-systemet behåller man en konstant skjuvhastighet genom att man anpassar vinkeln på konen. I detta fall varierar gapet. Enligt TA-instrument är koaxialcylindern lämplig för vätskor med låg till medelhög viskositet medan kon och platta och parallella plattor är lämpliga för vätskor med låga till höga viskositetstal samt när höga skjuvhastigheter måste åstadkommas.

Figur 39 visar en koaxialcylinder för mätning av viskositet enligt DIN-53019. Spindel och cylinder måste uppfylla följande krav:

$$\frac{L}{R_i} = 3, \frac{L'}{R_i} = 1, \frac{L''}{R_i} = 1, \frac{R_s}{R_i} = 0.3; \delta = \frac{R_a}{R_i} = 1.0847$$

Vinkeln $\beta = 120^\circ \pm 1^\circ$.



Figur 39: Koaxialcylinder för mätning av viskositet enligt DIN-53019.

Skjuvhastigheten och skjuvspänningen i gapet mellan spindeln och cylindern enligt DIN-53019-standard beräknas:

$$Gap = Ra - Ri$$

$$\delta = \frac{Ra}{Ri}$$

$$Ri < r < Ra$$

$$\gamma(r) = \frac{Ri^2}{r^2} \cdot \frac{2 \cdot \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \Omega \quad (eq.1)$$

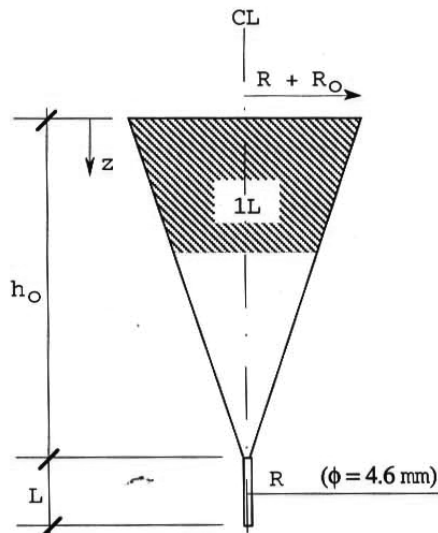
$$\tau(r) = \frac{M}{2\pi \cdot L} \cdot \frac{1}{r^2} \quad (eq.2)$$

Ω är vinkelhastighet s-1 (= 0,1047*RPM). M är moment [Nm]. Skjuvningen i gapet är störst i kontakten med spindeln och den minskar mot cylindern. Vid utvärdering av mätresultat används en representativ skjuvhastighet och motsvarande representativ skjuvspänning som bestäms enligt ekvationerna:

$$\dot{\gamma}_{rep} = \frac{\dot{\gamma}_{Ri} + \dot{\gamma}_{Ra}}{2}; \tau_{rep} = \frac{\tau_{Ri} + \tau_{Ra}}{2}; \quad (eq.3)$$

8.1.2 Viskositetsmätning med Marshkon

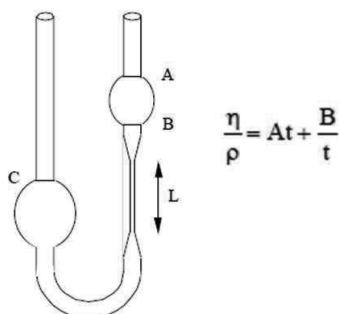
Marshkon är ett vanligt förekommande instrument för att mäta rinntid av bruk i fält och uppskatta viskositet. Marshkonen kommer från oljeindustrin där man mäter fluiditeten på borrhslam. Deere (1982) har rapporterat användningen av Marshkon för att mäta fluiditeten hos cementbentonitbruk inom daminjektering. Med Marshkon mäter man rinntiden för 1 liter (i USA 946 ml) bruk. Håkansson (1993) har presenterat en metod för att omvandla Marshkonrinntiden till viskositet hos cementbaserade bruk. Se Figur 4 som baseras på Binghammodellen. Håkansson (1993) har även presenterat ett liknade diagram som baseras på Cassonmodellen. Utöver rinntiden måste flytgräns och densitet av bruket också vara kända.



Figur 40: Marshkon. Håkansson (1993).

8.1.3 Viskositetsmätning med glas kapillär viskometer, Ostwald typ

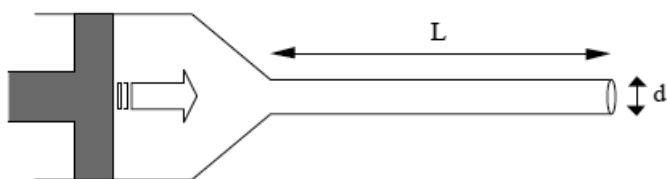
Vid en mätning med kapillära viskometrar flyter vätskan genom en trång tub på grund av hydrostatiskt eller applicerat tryck. Typisk mäter man tiden t som behövs för att en given volym ska flyta genom en definierad längd L . Flödestiden t relateras till viskositeten η med Poiseuilles lag. Se Figur 41. A och B är konstanter för instrument. Dessa instrument används för att mäta viskositeten hos Newtonvätskor, tunna lösningar och suspensioner.



Figur 41: Glaskapillär viskometer, Ostwald typ. Hackley och Ferraris (2001).

8.1.4 Extrusionskapillär viskometer

Extrusionskapillär viskometer används för att mäta viskositet hos högviskosa vätskor som asfalt, polymerer och stabila koncentrerade suspensioner. I extrusionskapillär viskometer trycker man vätska med en kolv genom flera tuber med samma diameter d men med olika längd L . Man mäter tryckfall som funktion av flöde för olika tuber. Viskositeten bestäms som funktion av skjuvhastighet.



Figur 42: Extrusionskapillär viskometer. Hackly och Ferraris (2001).

8.2 Mätmetoder för bestämning av flytgräns

8.2.1 Flytgränsmätning med Vane (direkt metod)

Vane-teknik är en direkt metod framtagen för att mäta flytgräns. Metoden utvecklade av Nguyen och Boger (1983). Vane är en spindel med fyra blad som doppas i vätskan och roteras med konstant och relativt låg hastighet samtidigt som man mäter moment i tid. Figur 12 visar en

typisk kurva från en sådan mätning. Punkt A visar den största uppmätta spänningen. Man anser att vätska i denna punkt ”yield” genom en cylindrisk yta definierad med Vane-bladen. Denna spänning definieras som flytgräns. Flytgränsen relaterad till Vane-blad kan beräknas enligt följande ekvation (Nguyen m.fl., 2006):

$$\tau_0 = \frac{M_{\max}}{\frac{\pi D^3}{2} \left(\frac{L}{D} + \frac{1}{3} \right)}; M_{\max} = \text{högsta vridmoment}; D \text{ är diameter och } L \text{ är längd av Vane}$$

I denna metod sker skjuvningen bara mellan olika lager av vätska och inte mellan vätska och mätkropp. Denna metod eliminerar också ”wall slip”.

8.2.2 Flytgränsmätning med Slotted plate (direkt metod)

Enligt Zhu m.fl. (2001) är en nackdel med Vane-metoden ett möjligt sekundärt flöde mellan bladen och att spänningsfördelningen längs den cylindrisk yield-yta inte är lika fördelad. På grund av detta tog de fram slotted-plate-metod som visas i Figur 43. Enligt Zhu m.fl. (2001) är spänningen lika fördelad på plattor och suspensionen är skjuvad i kontaktytan mellan plattor och suspensionen.

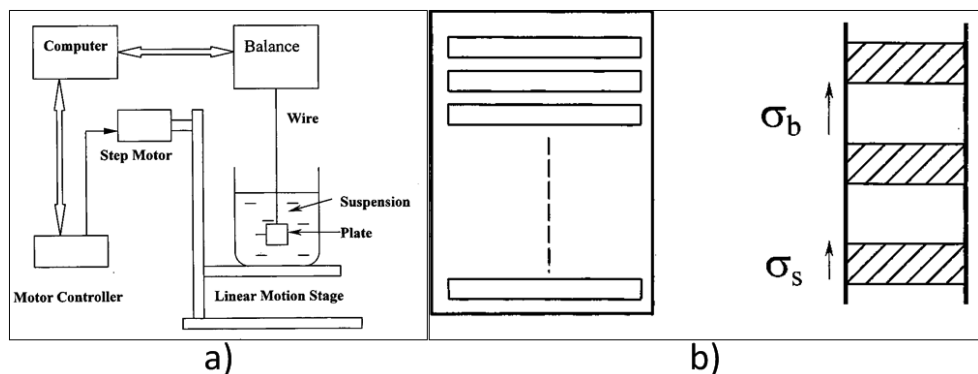
En annan synpunkt var definitionen av ”flytgränsen” som punkt A i Figur 12. Enligt Zhu m.fl. (2001) börjar plastisk deformation i vätskan tidigare. Zhu m.fl. (2001) definierade flytgräns som spänningen i punkt B det vill säga när spänning börjar avvika från det linjära, då börjar en plastisk deformation. Flytgränsen beräknas med följande ekvation:

$$\tau_0 = \frac{F_r}{S};$$

F_r – netto krafter som verkar på plattor;

S – plattors yta

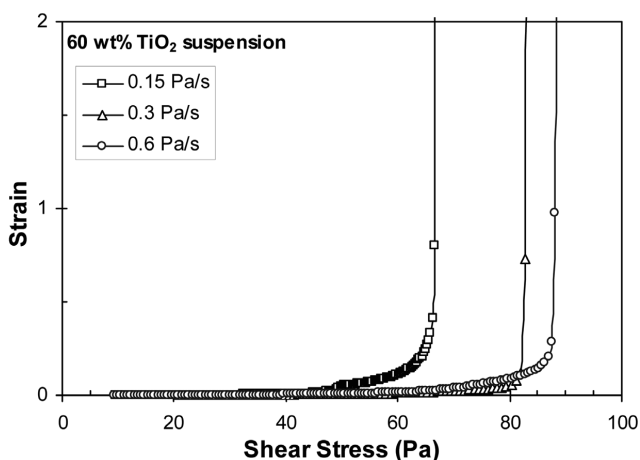
Enligt Zhu m.fl. är ”slotted plate”-metoden lämpligare för suspension med låg flytgräns.



Figur 43: Slotted plate a) instrumentering b) plattor. Zhu m.fl. (2001).

8.2.3 Flytgränsmätning med Stressramp (Spänningskontrollerad reometer, direkt metod)

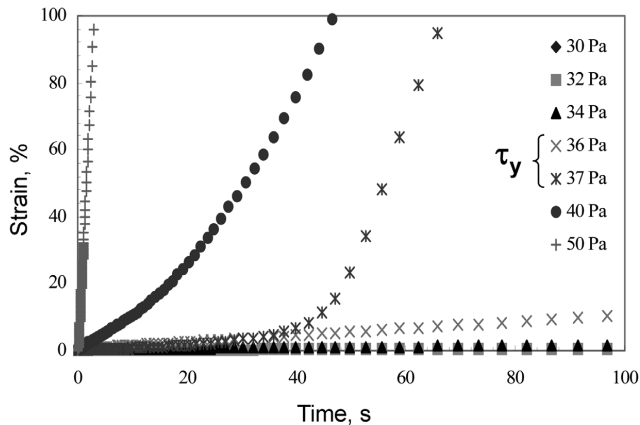
Stressramp-teknik är en direkt metod för mätning av flytgränsen med reometer med vane eller kon-platta geometri där spänning kontrolleras. I stressramp-metoden börjar man mätningen med låg spänning och ökar den linjärt med en konstant tillökning tills man får en oändlig deformation eller en kontinuerlig rotation av vane eller kon. Figur 44 visar en typisk kurva från en flytgränsmätning med stressramp-teknik där deformationen plötsligt blir stor och går till oändlighet. Man kan också se att flytgränsen beror på stressramptillökning använd i mätningen. En lägre stressramptillökning ger en lägre flytgräns.



Figur 44: Typisk profil från stress-ramp test. Nguyen m.fl. (2006).

8.2.4 Kryp-metoden (Spänningskontrollerad reometer, direkt metod)

Kryptestet är också en direkt teknik som stressramp-tekniken där man använder spänningskontrollerade mätningar med reometer och vane. I kryptestet utsätts provet för en skjuvspänning i området runt flytgränsen under en bestämd tid. Man kan börja med en lägre skjuvspänning och öka den succesivt med ett givet värde. Figur 45 visar ett typiskt resultat från ett kryptest. För en skjuvspänning som är lägre än flytgränsen uppmäts väldigt små deformationer och suspensionen uppförs som solid. För en skjuvspänning som är högre än flytgränsen erhålls stora deformationer. Den uppmätta flytgränsen för denna suspension är mellan 36 och 37 Pa. Det är en metod som lämpar sig för suspensioner med relativt hög flytgräns.



Figur 45: Typiskt profil från ett kryptest. Nguyen m.fl. (2006).

8.2.5 Stressrelaxationstest. (Spänningskontrollerad reometer, direkt metod)

I detta test roteras en spindel med en konstant hastighet under 60 sekunder och stoppas plötsligt. Om provet har en riktig flytgräns finns det kvar en återstående spänning mellan spindeln och provet. Motsvarande moment mäts och flytgränsen bestäms. Rahman m.fl. (2017)

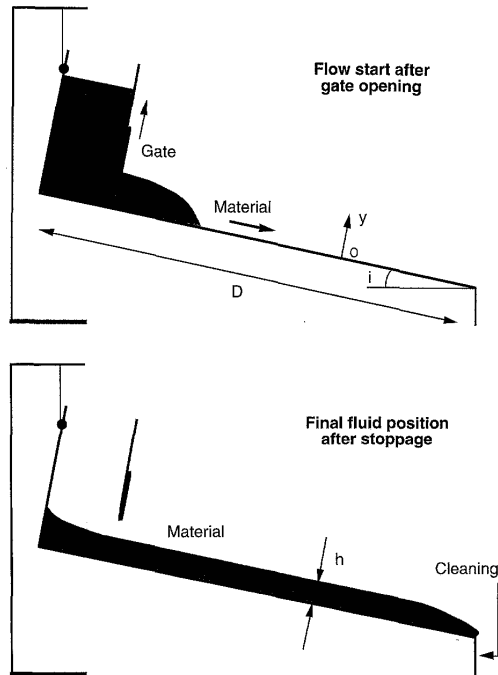
8.2.6 Flytgränsmätning med Lutande plan (direkt metod, 1995)

Coussot och Boyer (1995) har utvecklat en lutande platta för att mäta flytgränsen i suspensioner. Figur 46 illustrerar metoden. Man fyller behållaren med suspensionen som ligger på en ända av den lutande plattan med en bestämd vinkel i . Provningsen börjar genom att öppna öppningen på behållaren och suspensionen börjar flyta. Man mäter tjockleken på suspensionen h när flödet har stannat. Flytgränsen beräknas enligt ekvation

$$\tau_0 = \rho g h \cdot \sin i$$

där ρ är densitet av suspensionen och g är gravitation.

Denna metod är lämpligare för suspensioner med en relativt hög flytgräns och den är utvecklad för stora försök i fält. Coussot och Boyer (1995) experimenterade med kaolinvattenblandningar med en flytgräns mellan 35 och 90 Pa. Metoden är inte så lämplig för suspensioner med en relativt låg flytgräns där ytspänningen och andra fenomen påverkar resultatet mycket.



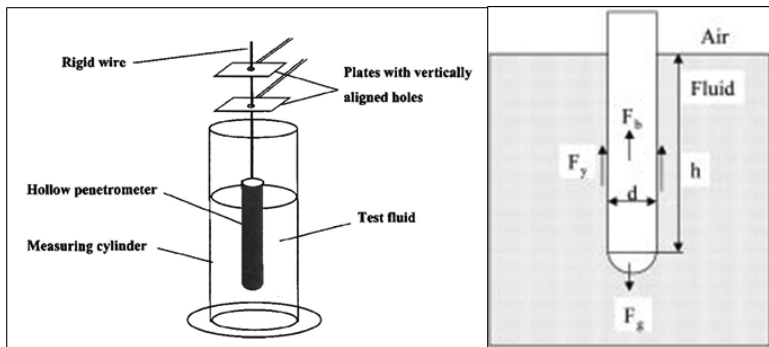
Figur 46: Lutandeplan-teknik a) början av test b) slut av test. Coussot och Boyer (1995).

8.2.7 Flytgränsmätning med cylindrisk penetrometer (direkt metod, 2002)

Cylindrisk penetrometer är en teknik utvecklad av Uhlherr, m.fl. (2002) för att mäta flytgränsen direkt i en suspension. Metoden består av en ihålig cylinder som man försiktigt släpper i en suspension. Cylindern kommer i jämvikt där gravitationskraften är balanserad med flytkraften och flytgränsen. Man mäter sjunkdjup h när penetrometern är i jämvikt. Se Figur 47. Flytgränsen beräknas enligt följande ekvation:

$$\tau_0 = \frac{g \left[m - \rho \pi d^2 \left(\frac{h}{4} + \frac{d}{12} \right) \right]}{\pi d \left[h + \frac{\pi d}{8} \right]}$$

där m är total massa av penetrometer, ρ är vätskans densitet och d är diameter av penetrometer.



Figur 47: Cylindrisk penetrometer. Uhlherr, m.fl. (2002).

Penetrometer har inte en definierad storlek och råhet på ytan. Man har experimenterat med olika storlekar på penetrometern för att kunna mäta i ett större mätområde. En nackdel med metoden är en odefinierad råhet på ytan. Tabell 15 och Tabell 16 visar resultat från några mätningar med en cylindrisk penetrometer och några jämförande mätningar med andra metoder. Som tabellerna visar handlar det mest om suspensioner med relativt hög flytgräns mellan 6 och 60 Pa.

Tabell 15: Mätningar med penetrometer. Uhlherr, m.fl. (2002)

Solution	Penetrometer	No of Measurements	Yield Stress, Pa (Mean Value)	Standard Deviation \square
0,1 % Carbopol	2, 4, 5	16	6,77	1,38
Carbopol A	2, 4	4	17,1	1,14
Carbopol B	1, 2, 3, 4	8	41,7	1,60
Carbopol C	1, 2, 3, 4	9	61,4	1,80
50 wt % TiO ₂	2, 4	3	10,7	1,03
60 wt % TiO ₂	4	1	60,9	-

Tabell 16 Jämförande mätningar mellan penetrometer och andra metoder. Uhlherr, m.fl. (2002)

Solution	Penetration $\tau_0, \text{Pa}/\sigma'$	Vanertorsion $\tau_0, \text{Pa}/\sigma'$	Extrapolated flow curve, τ_0, Pa		Stress-ramp τ_0, Pa	Creep τ_0, Pa
			Polynomial	Cass/He r.-Bullk.		
0,1 % Carbopol	6,8/1,38	7,3/0,15	6,9	- /5,6	6,2	6,0
Carbopol A	17,1/1,14	16,9/1,0				
Carbopol B	41,7/1,60	45,7/4,1				
Carbopol C	61,4/1,80	66,3/4,5				
50 % TiO2	10,7/1,03	18,4/2,8	6,9	4,1 /-	10,0	10,0
60 % TiO2	60,9 /-	56,6/4,1	21,0	8,8 /-	36,0	37,0

8.2.8 Flytgränsmätning med Yield-stick (direkt metod, 2006)

Axelsson och Gustafson (2006) utvecklade Yield-stick-metoden för att bestämma flytgräns på bruk i fält. Se Figur 48. Metoden är väldigt likt en cylindrisk penetrometer (Figur 47) och principen är densamma. Man doppar en yield-stick i ett bruk som kommer att sjunka en viss längd innan den kommer i balans. Krafter som verkar på en yield-stick enligt Axelsson och Gustafson (2006) är:

$$\text{Skjuvkrafter} : l \cdot 2\pi r \cdot \tau_0$$

$$\text{Tippkrafter} : 9 \cdot \tau_0 \cdot \pi r^2$$

$$\text{Flytkrafter} : l \cdot \pi r^2 \cdot \rho_g g$$

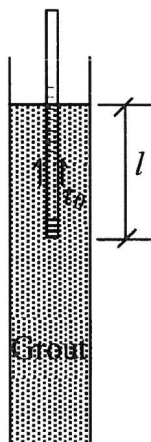
$$\text{Stickans vikt} : m_s \cdot g$$

$$\text{Balans} : l \cdot 2\pi r \cdot \tau_0 + 9 \cdot \tau_0 \cdot \pi r^2 + l \cdot \pi r^2 \cdot \rho_g g = m_s \cdot g$$

och när dessa krafter är i balans kan flytgränsen bestämmas enligt följande ekvation:

$$\tau_0 = \frac{m_s g - l \pi r^2 \cdot g \rho_g}{2\pi l r + 9\pi r^2}$$

Axelsson och Gustafson (2006) presenterade jämförande mätningar av en flytgräns uppmätta med yieldstick och reometer (Bohlins koaxialcylindergeometri). Resultaten var väldigt lika. Trendlinjen från regressionsanalysen hade regressionsfaktor $R = 0,966$.



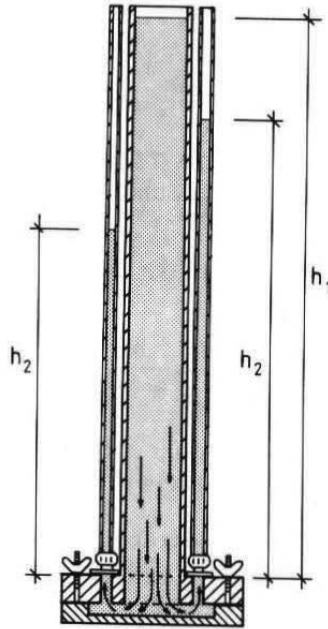
Figur 48: Yield-stick. Axelsson och Gustafson (2006).

8.2.9 Flytgränsmätning med Raise-pipe (direkt metod, 1993)

Raise-pipe är ett instrument som utvecklats av Håkansson (1993) för att mäta flytgränsen i laboratorium och i fält. Se Figur 49. Man håller injekteringsbruket i det stora röret med radien av 30 mm. Under fyllningen strömmar suspensionen upp i de smala rören och om bruket har en flytgräns kommer den inte att nå upp till samma höjd som i det stora röret. När strömningen i de smala rören har stannat är pluggdiametern lika stor som rördiametern och skjuvspänningen längs rørets vägg är lika med flytgränsen. Flytgränsen bestäms enligt följande ekvation:

$$\tau_0 = \frac{\gamma R}{2} \left(\frac{\Delta h}{h_1 - \Delta h} \right)$$

där γ är specifik vikt på bruket, R är radien i det smala röret och h_1 , h_2 och $\Delta h = (h_1 - h_2)$ är höjdskillnaden enligt Figur 49.



Figur 49: Raise-pipe, Håkansson (1993). $\Delta h = h_1 - h_2$, höjdskillnaden mellan stora och smala rör.

8.2.10 Utvärderingsmetoder från reometermätningar (Bingham-, Casson-, Herschel- och Bulkley-modell)

Det finns flera olika matematiska reologiska modeller för extrapolering av flytgränsen och viskositeter uppmätta med reometer. Några vanligen använda är:

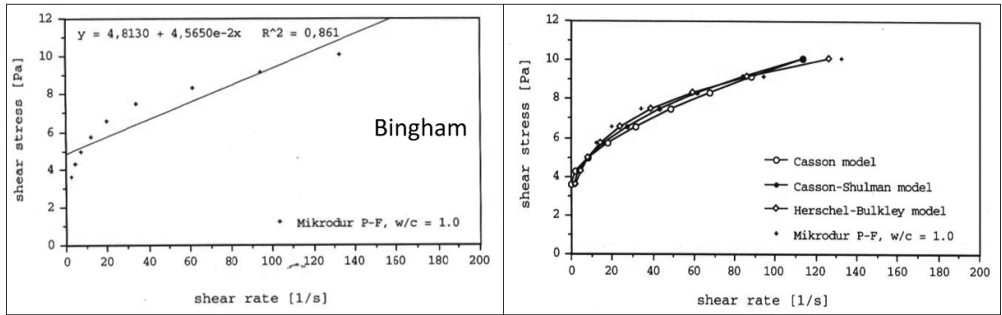
$$\tau = \mu_B \cdot \dot{\gamma} + \tau_0 ; \text{Bingham}$$

$$\tau^{1/2} = \mu_\infty \cdot \dot{\gamma}^{1/2} + \tau_0 ; \text{Casson}$$

$$\tau^{1/n} = \mu_\infty \cdot \dot{\gamma}^{1/n} + \tau_0 ; \text{Casson - Shulman}$$

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n + \tau_0 ; \text{Herschel - Bulkley}$$

Figur 50 visar kurvanpassningen till uppmätta data med de fyra ovan visade modellerna. Den enklaste modellen är Bingham och man kan se att den avviker betydligt från uppmätta data vid låga skjuvhastigheter. Binghammodellen överskattar i princip alltid flytgränsen och speciellt för tjockare suspensioner. De andra modellerna fokuserar mest på att uppnå bästa möjliga kurvanpassning till mätdata. Osäkerheten i själva mätdata diskuteras inte och en bättre kurvanpassning kan betyda att man tar in felet från mätningen. Det är viktigt att tillägga att olika geometrier och tillbehör förekommer vid reometermätningar, vilket påverkar utvärderingen. Därför är det viktigt att standardisera mätningen.



Figur 50: Indirekta metoder. Håkansson (1993).



Box 5501
SE-114 85 Stockholm

info@befoonline.org • www.befoonline.org
Besöksadress: Storgatan 19, Stockholm

ISSN 1104-1773