

Invloed van sulfaten op de maximale glijdingsmodulus en hydraulische eigenschappen van cement-bentoniet mengsels

Jonathan Mawet

Promotoren: dr. Ramiro Verastegui Flores, Gemmina Di Emidio
Begeleiders: dr. Ramiro Verastegui Flores, Gemmina Di Emidio

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van
Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde

Vakgroep Civiele Techniek
Voorzitter: prof. dr. ir. Julien De Rouck
Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur
Academiejaar 2011-2012



Voorwoord

Graag had ik van deze pagina gebruik gemaakt om iedereen die de verwezenlijking van mijn thesis mogelijk heeft gemaakt te bedanken voor de geboden raadgevingen, steun en bereidwilligheid.

In de eerste plaats wil ik graag mijn promotoren dr. ir. Gemmina Di Emidio en dr. ir. Daniel Ramiro Verástegui Flores bedanken voor de ondersteuning en de waardevolle feedback.

Graag had ik ook de technici van het labo bedankt voor de technische bijstand.

Mijn ouders wil ik bedanken voor de kans die ze me gegeven hebben om verdere studies mogelijk te maken.

Mijn vrienden bedank ik voor de momenten van ontspanning naast de vele uren die in deze thesis gekropen zijn.

Labovriendjes, dank jullie wel om de tijd in het laboratorium op een fijne manier door te brengen.

Tot slot bedank ik mijn vriendin Nathalie, die steeds zonder morren mijn thesisperikelen aanhoorde en me de nodige energie, motivatie en (spreekwoordelijke) schop onder de kont gaf.

Toelating tot bruikleen

De auteur geeft de toelating deze masterproef voor consultatie beschikbaar te stellen en delen van de masterproef te kopiëren voor persoonlijk gebruik. Elk ander gebruik valt onder de beperkingen van het auteursrecht, in het bijzonder met betrekking tot de verplichting de bron uitdrukkelijk te vermelden bij het aanhalen van resultaten uit deze masterproef.

Copyright notice

The author gives permission to make this master dissertation available for consultation and to copy parts of this master dissertation for personal use. In the case of any other use, the limitations of the copyright have to be respected, in particular with regard to the obligation to state expressly the source when quoting results from this master dissertation.

Jonathan Mawet, juni 2012

Invloed van sulfaten op de maximale glijdingsmodulus en hydraulische eigenschappen van cement-bentoniet mengsels

Jonathan J. P. A. Mawet

*Universiteit Gent, Faculteit Ingenieurswetenschappen en Architectuur, Vakgroep Civiele Techniek
Academiejaar 2011-2012*

Overzicht

Masterproef ingediend tot het behalen van de academische graad van
Master in de ingenieurswetenschappen: bouwkunde

Promotoren: Dr. ir. Verástegui Flores, R. D.; Dr. ir. Di Emidio, G.

Begeleiders: Dr. ir. Verástegui Flores, R. D.; Dr. ir. Di Emidio, G.

Voorzitter vakgroep: Prof. dr. ir. De Rouck, J.

Samenvatting

In deze studie wordt de invloed van natriumsulfaat op de maximale glijdingsmodulus (G_0) en hydraulische eigenschappen van hoogovenslakcement-bentoniet (SCB) mengsels experimenteel onderzocht. De onderzochte mengsels, die qua kwaliteit van het bentoniet van elkaar verschillen, hebben een samenstelling die typisch is voor verticale schermwanden die gebruikt worden voor het inkapselen van stortplaatsen voor gevaarlijk afval. Sulfaten, die erg schadelijk kunnen zijn voor cementproducten, zouden de lage hydraulische conductiviteit van dergelijke schermwanden in gevaar kunnen brengen. In dit onderzoek wordt er gebruik gemaakt van een niet-destructieve testmethode die toelaat om de maximale glijdingsmodulus en de hydraulische conductiviteit van een monster gelijktijdig op te volgen. De desbetreffende proefopstelling bestaat uit een permeameter met flexibele wand waarin piëzo-keramische buigelementen werden geïntegreerd. Bij permeatie met water zal, door verharding van het cement en door de puzzolane reactie van bentoniet, de glijdingsmodulus toenemen en de hydraulische conductiviteit afnemen. Er blijkt een sterke overeenkomst te bestaan tussen de ontwikkeling van G_0 en de sterkteontwikkeling zoals verkregen uit vrije prismaproeven. Bij permeatie met de sulfaatoplossing blijkt G_0 te dalen. De aanvang van het dalingsverloop is hierbij afhankelijk van de verhardingstijd die voorafging aan de permeatie met sulfaten. Na een zekere tijd treedt er een bruuske daling op van G_0 gevolgd door een lichte stijging tot het einde van de metingen. De hydraulische conductiviteit neemt dan weer versneld af na de start van de permeatie. Gelijktijdig met de bruuske daling van G_0 , gaat de conductiviteit echter sterk toenemen. De toename van de permeabiliteit zal vervolgens steeds minder sterk worden. Tegen het einde van de proeven bleek de conductiviteit quasi constant te blijven. Het gecombineerde toestel levert aldus cijfermateriaal op die een beter zicht geeft op de wisselwerking tussen mechanische en hydraulische eigenschappen van het SCB-materiaal. De verkregen informatie kan verder aangevuld worden door de pH en EC van het effluent op te volgen.

Trefwoorden: cement-bentoniet, sulfaataantasting, hydraulische conductiviteit, maximale glijdingsmodulus

Impact of sulphates on the small-strain shear modulus and hydraulic behaviour of cement-bentonite mixtures

Jonathan Mawet

Supervisors: Dr. Ir. R.D. Verástegui Flores, Dr. Ir. G. Di Emidio

Abstract – In this study, the hydraulic characteristics and small-strain shear modulus of cement-bentonite mixtures exposed to sulphates are assessed using a non-destructive method which allows for both to be monitored at the same time. Monitoring of G_0 was shown to provide valuable additional information to study the impact of sulphates on the mechanical and hydraulic behaviour of cement-bentonite mixtures. The obtained results will be presented and discussed on the basis of the most probable occurring interaction mechanisms.

Keywords – cement-bentonite, sulphate, hydraulic conductivity, small-strain shear modulus

I. INTRODUCTION

Vertical cut-off walls or barriers (e.g. cement-bentonite or soil-bentonite mixtures) are often used to limit pollutant migration in subsoil. It is therefore imperative for the cut-off wall material to resist all kinds of severe conditions and preserve a low hydraulic conductivity. A non-negligible raise in hydraulic conductivity can lead to an unacceptable flow of contaminants through the barrier, resulting in the end of service life of the cut-off wall.

Deterioration of concrete by sulphates of an external source is a commonly observed durability problem in cement-based materials exposed to seawater, contaminated soils or groundwater containing high concentrations of sulphate ions. Sulphate attack on concrete or cement mortars leads to the conversion of the hydration products of cement to ettringite, gypsum and other phases. It also leads to the destabilization of the primary strength providing calcium silicate hydrate gel. The expansion resulting from sulphate attack is generally attributed to the formation of both ettringite and gypsum [1].

For the design and the quality control of cut-off walls, cement-bentonite samples are studied to evaluate their strength and hydraulic conductivity. In previous research it was shown that the small-strain shear modulus (G_0) can be used to correlate the strength of cemented-kaolinite-clay mixtures [2]. G_0 can be obtained by shear-wave velocity measurements using bender elements [3].

In this study, experiments have been carried out to analyse the impact of sulphate attack on slag-cement-bentonite mixtures. Samples of both investigated mixtures – which had a different bentonite type and quality – were installed in flexible-wall cells modified with piezoceramic benders to monitor the impact of sulphate attack on their mechanical and hydraulic behaviour.

II. MATERIALS AND SAMPLE PREPARATION

The mixture compositions were chosen based on literature review [4]. The samples were prepared using bentonite-water slurry which was allowed to hydrate for 22 hours before being mixed with cement-water slurry. Blast-furnace slag cement (CEM III/B 32.5 N LH HSR LA) – consisting of 26% Portland clinker, 70% blast-furnace slag and 4% limestone – accounted for 16% of the total sample mass. Sodium bentonite (Bentosund AU) accounted for 4.5% of the total sample mass of the first mixture whereas activated calcium bentonite (CEB 2) – which was of higher quality than the sodium bentonite used for the first mixture – accounted for 4% of the total sample mass of the second mixture. The remainder of the sample mass consisted of deionised water, produced using a water purification system.

A 25 g/l sodium sulphate (Na_2SO_4) solution was used to study the impact of sulphate attack on the hydraulic conductivity and stiffness of the proposed cement-bentonite mixtures.

III. METHODS AND PROCEDURES

The so-called ‘PermeaBender’ – which is a flexible-wall permeability cell modified with bender elements - was proposed and successfully applied for assessing the development and deterioration of the hydraulic conductivity and the small-strain shear modulus of a cement-kaolinite-clay mixture by Verástegui Flores and Di Emidio [5].

Bender elements used for G_0 determination consist of a pair of piezoceramic plates which are attached to a metal shim and to outer electrodes. One bender – the transmitter – will receive generated electrical input signals and will convert them into shear and compression waves which will travel through the sample. The bender on the opposite side of the sample will act as the receiver, converting the displacement caused by the waves into an output signal.

By measuring the travel time t of the shear wave through the sample, the shear wave velocity V_s can be determined as: $V_s = L / t$, where L is the tip-to-tip distance between the bender elements. G_0 can then be estimated by the following equation: $G_0 = \rho * V_s^2$, where ρ is the bulk density of the sample.

Other tests were conducted in addition to the PermeaBender test: the height of the sample in the PermeaBender was monitored using a cathetometer, the EC and pH values of the PermeaBender effluent were monitored as well, unconfined compression testing was performed on samples in ideal curing circumstances and bender elements testing was performed on a sample which was not exposed to sulphates as an additional reference.

IV. RESULTS AND DISCUSSION

A. Small-strain shear modulus

Figure 1 shows an increase of G_0 of the sample permeated with deionized water due to hardening of the cement and pozzolanic reaction of the clay minerals. Strong correlation between G_0 and UCS – which had previously been reported for cemented-kaolinite-clay – was observed for cement-bentonite mixtures cured in water.

A sudden decrease of G_0 – probably indicating the formation of expansive ettringite and gypsum which can cause micro cracks and deterioration of interparticle cementation in the sample – was observed after the start of permeation with the Na_2SO_4 solution. This decrease in G_0 was accompanied by a raise in height, confirming the occurrence of expansive reactions.

This sudden decrease is followed by a slight increase of G_0 . A few weeks after the first a second sudden decrease of G_0 was noticed.

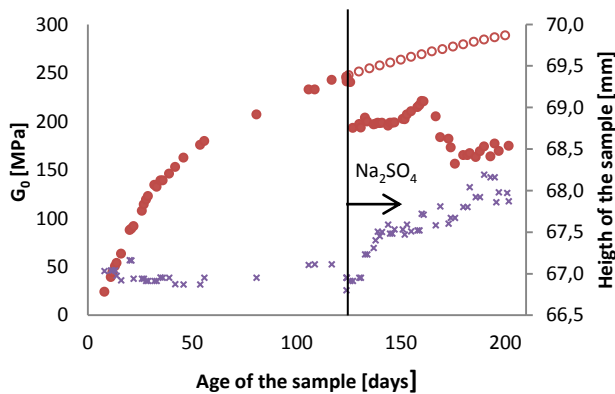


Figure 1: Deterioration of G_0 and increase in height due to sulphate attack (results belonging to the first mixture)

B. Hydraulic conductivity

Figure 2 shows a decrease of hydraulic conductivity (k) of the sample permeated with deionized water during the cement hydration process. After permeation with sulphates, the figure shows a noticeably faster decrease of k . This initial rapid reduction during the first pore volumes of flow – which has been reported in literature as being part of the standard behaviour of cement-bentonite samples under sulphate attack [6] – is expected to be predominantly due to the clogging of the gypsum formation.

The rapid decrease of k is followed by an increase which is evident due to the expansive reactions. Furthermore, the increase of k starts occurring simultaneously with the second sudden decrease of G_0 . This indicates the expansion of one or more cracks – due to the expansive reactions of both ettringite and gypsum – to the point that the expanded cracks cannot be clogged any longer.

The increase in k becomes slower with time (and thus with increasing pore volumes) because the created fissures give rise to preferential pathways through the sample, which does not allow for the reaction between permeant and sample to occur everywhere in the sample mass.

The presence of a big fissure was noticed during visual inspection of the sample after the experiment, as can be seen on Figure 3. The area around the fissure has a much brighter colour than the rest of the sample.

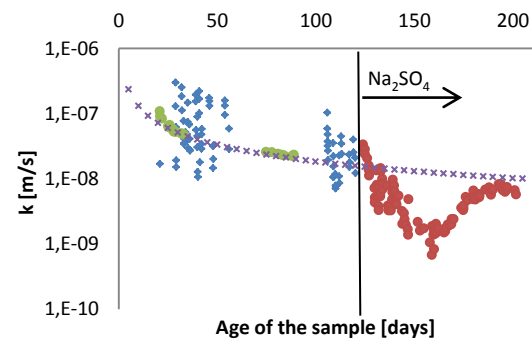


Figure 2: Rapid decrease of k followed by an increase, both due to sulphate attack (results belonging to the first mixture)

This colour change is probably caused by a higher degree of oxidation which would be caused by increased permeant flow in the area, further confirming the existence of preferential pathways.

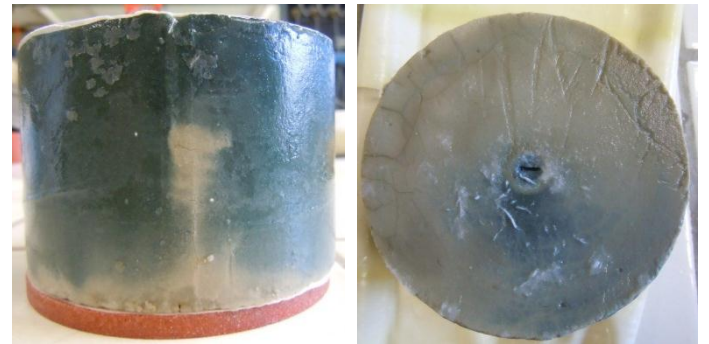


Figure 3: Presence of a fissure in the side of the sample, with a distinct difference in colour of the surrounding area.

V. CONCLUSIONS

In this research, a relatively new testing method was used to monitor both the hydraulic conductivity and the small-strain shear modulus of a cement-bentonite sample. Therefore a flexible-wall hydraulic conductivity cell was combined with bender elements.

The simultaneous monitoring of G_0 and k was shown to provide valuable additional information to study the deterioration of cement-bentonite mixtures exposed to sulphates.

REFERENCES

- [1] M. Santhanam, M. Cohen and J. Olek, "Mechanism of Sulfate Attack: a Fresh Look - Part 2: Proposed Mechanisms," *Cement and Concrete Research*, vol. 33, no. 3, pp. 341-346, 2003.
- [2] R. D. Verástegui Flores, G. Di Emidio and W. Van Impe, "Small-strain shear modulus and strength increase of cement-treated clay," *Geotechnical Testing Journal*, no. 37, pp. 62-71, 2010.
- [3] G. Viggiani and J. Atkinson, "Interpretation of bender element tests," *Géotechnique*, vol. 45, no. 1, pp. 149-154, 1995.
- [4] S. Opdyke and J. Evans, "Slag-Cement-Bentonite Slurry Walls," *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, pp. Vol. 131 No. 6, June, 2005.
- [5] R. D. Verástegui Flores and G. Di Emidio, "Impact of sulfates on the mechanical and hydraulic behavior of a cement-clay mix," *Laboratory of Geotechnics*, Ghent University, Gent, België, 2011.
- [6] E. Fratolocchi and E. Pasqualini, "Long term performance of cut-off walls in sulphate solutions," in *2nd Int. Conf. on New Developments in Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, Nicosia, Cyprus, 2009.

Inhoud

1.	Inleiding.....	1
1.1	Situering van het onderzoeksdomein	1
1.2	Doelstellingen	3
1.3	Structuur van de thesis	4
2.	Literatuurstudie.....	5
2.1	Cement-bentoniet schermwanden	5
2.1.1	Vervaardigingstechnieken	5
2.1.2	Vereisten	6
2.1.3	Samenstelling en bereiding mengsel	9
2.1.4	Kwaliteitscontrole	10
2.2	Sulfaataantasting	11
2.2.1	Situering	11
2.2.2	Chemische sulfaataantasting	12
2.2.3	Fysische sulfaataantasting	15
2.2.4	Effect van verschillende soorten sulfaten.....	17
2.3	Piëzo-elektrische buigelementen.....	19
2.3.1	Glijdingsmodulus.....	19
2.3.2	Werking buigelementen.....	20
2.3.3	Opbouw buigelementen	23
2.3.4	Signaalinterpretatie.....	26
3.	Materialen en testmethodes	32
3.1	Mengselsamenstellingen en vervaardiging.....	32
3.1.1	Samenstelling eerste mengsel	32
3.1.2	Samenstelling tweede mengsel	32
3.1.3	Vervaardiging mengsel en proefstukken	32
3.2	Materialen.....	34
3.2.1	Water	34
3.2.2	Cement.....	36
3.2.3	Bentoniet.....	40
3.2.4	Natriumsulfaatoplossing	41

3.3	Testmethodes	45
3.3.1	Viscositeitstest met de trechter van Marsh	45
3.3.2	Bleed-test	46
3.3.3	Vrije prismaproeven.....	47
3.3.4	Doorlatendheidsbepaling met afnemend hoogteverschil	49
3.3.5	Bepalen maximale glijdingsmodulus met buigelementen	52
3.3.6	Chemische analyse	55
4.	Resultaten en bespreking.....	57
4.1	Controleproeven	57
4.1.1	Controleproeven eerste mengsel.....	57
4.1.2	Controleproeven tweede mengsel.....	58
4.2	Vrije prismaproeven.....	59
4.2.1	Resultaten	59
4.2.2	Bespreking.....	60
4.3	Maximale glijdingsmodulus.....	62
4.3.1	Signaalinterpretatie.....	62
4.3.2	Resultaten	65
4.3.3	Vergelijking G_0 en UCS.....	71
4.4	Doorlatendheidsproeven	74
4.5	Chemische analyse	78
4.6	Afsluitende inspectie.....	81
4.6.1	Visuele waarnemingen	81
4.6.2	Penetrometer-proeven	83
5.	Conclusies.....	87
	Referenties	89

Figurenlijst

Figuur 1: Voorstelling inkapselingsmethode [1]	1
Figuur 2: Voorstelling verticale schermwand [1]	1
Figuur 3: Voorbeeld SCB-schermwand [3]	2
Figuur 4: Vervaardiging van een SCB-schermwand [4]	5
Figuur 5: Invloed van hoogovenslak op de hydraulische conductiviteit [8] [9] [10] [11]	6
Figuur 6: Hydraulische conductiviteit na één maand verharding [12]	7
Figuur 7: Hydraulische conductiviteit na drie maanden verharding [12]	7
Figuur 8: UCS van monsters met verschillende samenstellingen na één maand verharding [12]	8
Figuur 9: Invloed van hoogovenslakvervangingspercentage op rek bij grondbreuk [12]	9
Figuur 10: Invloed van pH en concentratie van de sulfaatoplossing op de vorming van gips [22]	13
Figuur 11: Reacties tussen gehydrateerde cementpasta en natriumsulfaat [20]	17
Figuur 12: Fasediagram van natriumsulfaat [34]	18
Figuur 13: Reactie tussen gehydrateerde cementpasta en magnesiumsulfaat [20]	18
Figuur 14: Definitieschets glijdingsmodulus [37]	19
Figuur 15: Variërende glijdingsmodulus bij verschillende schuifrekken [42]	20
Figuur 16: Meetapparatuur voor glijdingsmodulus bij diverse vervormingsniveaus [43]	20
Figuur 17: Werking van een piëzo-elektrisch element [44]	22
Figuur 18: Werkingsmechanisme buigelement [45]	22
Figuur 19: Buigelementen (a) schematische voorstelling, (b) seriële type, (c) parallelle type [55]	24
Figuur 20: Directiviteit van buigelementen [55]	25
Figuur 21: Frequentieresponsiefuncties bij een meetopstelling met buigelementen [55]	26
Figuur 22: Doorsnee ontvangen S-golf signaal [55]	27
Figuur 23: Visueel vaststellen van de reistijd	28
Figuur 24: Opgevouwen fasediagram [63]	30
Figuur 25: Ontvouwd fasediagram [63]	30
Figuur 26: De Hobart deegmixer en bijhorende mengspatel [66]	33
Figuur 27: Manuele extrusie UCS-monstertjes	34
Figuur 28: Elektronisch extrusie-toestel	34
Figuur 29: Doorlopen waterzuiveringsproces PureLab Option-R [67]	35
Figuur 30: Aantastingsmechanisme van natriumsulfaat [71]	42
Figuur 31: Verloop van natriumsulfaataantasting in mortel [72]	43
Figuur 32: Situering puzzolane reactie [75]	44
Figuur 33: Sterkteontwikkeling in de tijd [76]	44
Figuur 34: Trechter van Marsh	46
Figuur 35: <i>Bleed</i> -test op drie verschillende proefmengsels	47
Figuur 36: Opstelling vrije prismaproef	48
Figuur 37: <i>Benchtop bender element</i> -toestel	52
Figuur 38: Opbouw piëzo-elektrisch buigelement [41]	53
Figuur 39: Opbouw <i>benchtop bender element</i> -toestel [41]	53
Figuur 40: Schematische voorstelling <i>benchtop bender element</i> -proefopstelling [41]	54
Figuur 41: PermeaBender proefopstelling	54
Figuur 42: Foto werkelijke PermeaBender proefopstelling met cathetometer	55
Figuur 43: Meettoestel pH	56

Figuur 44: Meettoestel EC.....	56
Figuur 45: Resultaten vrije prismaproeven.....	59
Figuur 46: Weergave verband CEC, <i>swell</i> en vloeigrens zoals voorgesteld door Yilmaz [82]	61
Figuur 47: Evolutie uitgangssignaal PermeaBender mengsel 2	63
Figuur 48: Cross-correlatie in- en uitgangssignaal PermeaBender mengsel 2.....	65
Figuur 49: Evolutie G_0 in de tijd, weergave sulfaataantasting (mengsel 1)	67
Figuur 50: Evolutie G_0 in de tijd, weergave sulfaataantasting (mengsel 2).....	67
Figuur 51: Evolutie G_0 in de tijd voor en na blootstelling aan sulfaatoplossing (mengsel 1)	69
Figuur 52: Evolutie G_0 in de tijd voor en na blootstelling aan sulfaatoplossing (mengsel 2)	71
Figuur 53: Vergelijking genormaliseerde UCS met genormaliseerde G_0 (mengsel 1).....	72
Figuur 54: Vergelijking genormaliseerde UCS met genormaliseerde G_0 (mengsel 2).....	73
Figuur 55: Verloop van de waterdoorlatendheid in de tijd (eerste mengsel)	74
Figuur 56: Verloop van k i.f.v. aantal poriënvolumes doorstroming (eerste mengsel)	74
Figuur 57: Verloop van de waterdoorlatendheid in de tijd (tweede mengsel)	75
Figuur 58: Verloop van k i.f.v. aantal poriënvolumes doorstroming (tweede mengsel)	75
Figuur 59: Evolutie pH- en EC-waarde effluent mengsel 1 in de tijd	79
Figuur 60: Evolutie pH-en EC-waarde effluent mengsel 2 in de tijd	79
Figuur 61: Duidelijke scheur in langsrichting (PB-monster).....	81
Figuur 62: Scheurpatroon onderzijde (PB-monster).....	82
Figuur 63: Scheurpatroon onderzijde en scheur in langsrichting (PB-monster).....	82
Figuur 64: Afbrokkeling hoeken UCS-monstertjes in natriumsulfaatoplossing	83
Figuur 65: Proefopstelling penetrometer	84
Figuur 66: Spanning-vervormingsrelatie zoals verkregen met de penetrometer.....	85

Tabellenlijst

Tabel 1: Overzicht mengselsamenstellingen.....	10
Tabel 2: Samenstelling eerste mengsel.....	32
Tabel 3: Samenstelling tweede mengsel.....	32
Tabel 4: Eigenschappen verschillende types water volgens ASTM D1993-99e1 [68]	36
Tabel 5: Bestanddelen gebruikte hoogovencement	37
Tabel 6: Chemische samenstelling gebruikte hoogovencement	37
Tabel 7: Chemische samenstelling klinker	38
Tabel 8: Eigenschappen hoogovenslak	38
Tabel 9: Richtgetallen chemische samenstelling hoogovenslak [69].....	39
Tabel 10: Samenstelling kalksteen	39
Tabel 11: Chemische samenstellingen Bentosund en CEB 2	41
Tabel 12: Fysische eigenschappen BentoSund en CEB 2	41
Tabel 13: Chemische analyse natriumsulfaatoplossing	41
Tabel 14: Aangewezen maximale hydraulische gradiënten in functie van K volgens ASTM D 5084-0351	
Tabel 15: Resultaten controleproeven op testmengsels (eerste mengsel)	57
Tabel 16: Resultaten controleproeven op testmengsels (tweede mengsel)	58
Tabel 17: Vergelijking gemiddelde UCS-waarden	60
Tabel 18: Watergehaltes en massadichtheden.....	60

Afkortingen- en symbolenlijst

Deze summierende lijst bevat enkel afkortingen en symbolen die in deze thesis regelmatig gebruikt worden zonder aangegeven verklaring.

PB	PermeaBender
BTBE	<i>Benchtop bender element(s)</i> (-toestel)
ICE	The Institution of Civil Engineers
BRE	Building Research Establishment
CEC	Cation exchange capacity
SCB	Hoogovenslakcement-bentoniet
UCS	<i>Unconfined compressive strength</i>
HDPE	Hogedichtheidpolyetheen
C-S-H	Calciumsilicaathydraat
CH	Calciumhydroxide
C-A-H	Calciumaluminaathydraat
Aft	Ettringiet
Afm	Mono-sulfoaluminaat
G	Glijdingsmodulus of schuifmodulus
G_0	Maximale glijdingsmodulus
SCC	Self-consolidating concrete
UGT	Uiterste grenstoestand

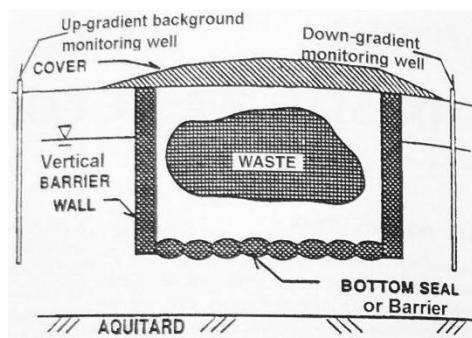
1. Inleiding

1.1 Situering van het onderzoeksdomein

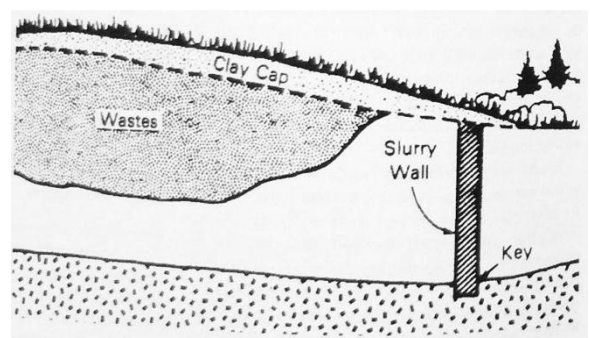
Vervuilde, gecontamineerde gronden vormen een gevaar voor de menselijke gezondheid, het ecosysteem en voor nabijgelegen gebouwen. Bodemverontreiniging wordt doorgaans aangetroffen in de zones waar zich huishoudelijke en industriële vuilnisbelten bevinden, alsook in vroegere industriezones. De contaminanten, die door lekkage van vloeistoffen en gassen gegenereerd worden, kunnen zich buiten de sites verspreiden en zo het grondwater, het oppervlaktewater en de nabij liggende grond verontreinigen. In dergelijke gevallen is het van kapitaal belang dat er rap ingegrepen wordt: de verspreiding van contaminanten moet worden tegengehouden. Op sommige sites vormt gecontamineerde grond mogelijk geen probleem voor de toepassing waarvoor de site gebruikt wordt. Indien de grond echter een andere doelbestemming toegewezen krijgt, kan remediëring verplicht zijn en kunnen de werken aanzienlijke vertraging oplopen. Het hergebruik van gecontamineerde grond vormt een kostbare bijdrage tot de stedelijke regeneratie. Bovendien zal het aantal verontreinigde sites, die in de toekomst bebouwd zullen worden, sterk blijven toenemen.

De basisoptie voor remediëring van gecontamineerde sites bestaat uit behandeling, uitgraving en verwijdering van de grond om die vervolgens te dumpen op daarvoor voorziene plaatsen. Op plaatsen waar grondverwijdering niet mogelijk is (omwille van technische, financiële of andere redenen) worden er vaak inkapselingstechnieken angewend. Deze omvatten het gebruik van daarvoor geschikte afschermingen of zogenaamde *cut-off*-muur-systemen (zie Figuur 1 en Figuur 2).

Inkapseling mag echter niet gezien worden als een definitieve oplossingsmethode, het contaminant zelf blijft namelijk aanwezig in de afgescheiden grond. Het is echter wel een kost-efficiënt, passief, in-situ systeem dat gebruik maakt van geavanceerde ingenieurstechnieken om grondvervuiling in te sluiten.



Figuur 1: Voorstelling inkapselingsmethode [1]



Figuur 2: Voorstelling verticale schermwand [1]

Eén van de meest gebruikte inkapselingstechnieken in Europa en Japan maakt gebruik van waterkerende cement-bentoniet schermwanden of *slurry trench cut-off walls*. Deze verticale barrières, bestaande uit een zelfverhardend mengsel van cement en bentoniet, werden oorspronkelijk ontwikkeld als waterkeringswanden of hydraulische *cut-offs*, bijvoorbeeld bij de funderingen van dammen (als scherm tegen onder- en/of achterloopsheid) of bij bouwputten. Tegenwoordig worden ze echter vaker gebruikt als barrières om laterale migratie van

contaminanten, afkomstig van vroegere industriële sites en vuilnisbelten, onder controle te houden. In situaties waarbij de barrières aangrenzend aan stortplaatsen gebouwd worden, en de migratie van gassen moet worden verhinderd, worden geomembranen (doorgaans uit hogedichtheidpolyetheen of kortweg HDPE) geïncorporeerd in de barrière.

De belangrijkste eigenschap van hoogovenslaccement-bentoniet wanden is hun lage permeabiliteit of waterdoorlatendheid. Deze is vereist om de muur in staat te stellen om de grondwaterstroming door haar vlak tegen te houden en af te buigen. Daarnaast moet ook het transport van contaminanten tegengehouden worden.

Hoewel deze wanden al sinds het begin van de jaren '80 gebruikt worden, stromen de onderzoeksresultaten over het langetermijngedrag ervan slechts met mondjesmaat binnen. Tot deze werken hoort onder meer het onderzoek van Joshi et al. [2] op materiaal afkomstig van een 11 jaar oude cement-bentoniet schermwand.

Daar cement-bentoniet schermwanden vaak gebruikt worden om vervuilde, gecontamineerde gronden in te kapselen, is het belangrijk om te weten wat de effecten van deze stoffen kunnen zijn op de eigenschappen van de schermwand.



Figuur 3: Voorbeeld SCB-schermwand [3]

Mede omwille van het gekende, destructieve fenomeen van 'sulfaataantasting' bij cementproducten zoals beton en mortel, richt dit onderzoek zich op de invloed van sulfaten op de maximale glijdingsmodulus en de hydraulische eigenschappen van hoogovenslaccement-bentoniet mengsels.

1.2 Doelstellingen

Het doel van deze thesis bestaat er in om de evolutie van de hydraulische eigenschappen, de maximale glijdingsmodulus en de sterkte van hoogovenslakcement-bentoniet-mengsels, die blootgesteld worden aan sulfaten, te onderzoeken gebruik makend van een niet-destructieve testmethode die toelaat om de hydraulische conductiviteit en de verharding/degradatie van het monster gelijktijdig op te volgen.

Deze niet-destructieve proefopstelling bestaat uit een permeameter met flexibele wand waarin piëzo-elektrische buigelementen of *bender elements* werden geïnstalleerd. Hierdoor kan zowel de hydraulische conductiviteit als de maximale glijdingsmodulus van eenzelfde monster gelijktijdig opgevolgd worden gedurende een lange tijdsperiode.

In eerste instantie wordt er dus getracht om de effecten die sulfaten op cement-bentoniet-mengsels hebben vast te stellen en die te verklaren aan de hand van de verkregen resultaten uit de diverse metingen. Er wordt eveneens getracht om een antwoord te geven op de vraag of metingen met een dergelijke niet-destructieve proefopstelling toegevoegde informatie bieden in het onderzoek naar de invloed van sulfaten op de mechanische en hydraulische eigenschappen van cement-bentoniet mengsels.

Daarnaast wordt onderzocht of het aantastingsmechanisme van sulfaten op mortels, mits de nodige aanpassingen ook geldig is voor cement-bentoniet-mengsels.

Door de proeven uit te voeren op twee mengsels, die samengesteld werden met verschillende types bentoniet waarvan de kwaliteit duidelijk verschillend is, wordt er bijkomende informatie verkregen over de rol van de kwaliteit van het bentoniet bij sulfaataantasting van cement-bentoniet mengsels.

1.3 Structuur van de thesis

Deze thesis is onderverdeeld in vijf hoofdstukken.

Het **2^{de} hoofdstuk** van deze thesis omvat de literatuurstudie. Deze kan opgedeeld worden in drie grote onderdelen:

- Het eerste deel handelt over de vervaardigingstechnieken, vereiste eigenschappen, mengsel samenstellingen en kwaliteitscontrole van **cement-bentoniet schermwanden**.
- In het tweede onderdeel wordt het fenomeen ‘**sulfaataantasting**’ van naderbij bekeken en besproken.
- In het derde en laatste deel wordt de nodige toelichting gegeven over de werking en opbouw van piëzo-elektrische **buigelementen**. Ook de signaalinterpretatie, die zoals verder zal blijken vaak geen sinecure is, wordt hier toegelicht.

In het **3^{de} hoofdstuk** kunnen de gekozen mengselsamenstellingen teruggevonden worden, alsook een bespreking van de gebruikte materialen en oplossingen. In ditzelfde hoofdstuk wordt er ook informatie verschaft over de gehanteerde proefmethodes.

Het **4^{de} hoofdstuk** omvat een overzicht en een uitvoerige bespreking van de belangrijkste proefresultaten uit het thesisonderzoek.

Tot slot worden de belangrijkste conclusies samengevat weergegeven in **hoofdstuk 5**.

2. Literatuurstudie

2.1 Cement-bentoniet schermwanden

2.1.1 Vervaardigingstechnieken

Hoogovenslakcement-bentoniet wanden, of kortweg SCB-wanden, worden in één enkele fase vervaardigd. Hierbij wordt er gebruik gemaakt van gelijkaardig materieel als voor het graven en mengen van grond-bentoniet slibwanden. Een belangrijk verschilpunt tussen grond-bentoniet slibwanden en SCB-schermwanden is, behalve de samenstelling, dat de verharding van het SCB-slib optreedt in de uitgegraven sleuf, waar het op die manier een permanente scheidingsmuur vormt.

SCB wordt vervaardigd door eerst een mengsel van bentoniet en water te bereiden. Doorsnee mengsels bestaan voor 95% van hun massa uit water en voor 5% uit bentoniet. Dit mengsel krijgt de nodige tijd om te hydrateren, waarna er hoogovenslakcement aan toegevoegd wordt. Doorgaans bestaat 80% van de massa van het mengsel uit de eerder gemaakte bentonietslurry en 20% uit hoogovenslakcement. Bij de bepaling van de vereisten, in paragraaf 2.1.2, wordt dieper ingegaan op de mengselsamenstelling.



Figuur 4: Vervaardiging van een SCB-schermwand [4]

De diepte van een SCB-schermwand wordt zo bepaald dat de teen van de wand zou reiken tot in een natuurlijke of door de mens gemaakte bodem barrière. In vele gevallen gaat het om een sterk ondoorlatende grondlaag. Als de polluenten in hoofdzaak drijven op het water, kan het volstaan om een zogenaamde hangende schermwand te installeren die reikt tot net onder de waterspiegel.

Voor de horizontale opstelling van schermwanden bestaan er meerdere configuraties. In het geval dat de stromingscondities niet voldoende gekend zijn, wordt er geopteerd om de schermwand rondom de volledige vervuilde site te installeren. De schermwand kan ook aan de stroomopwaartse

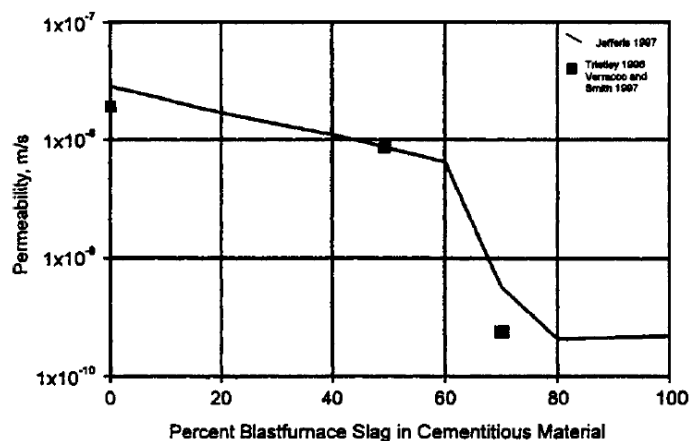
zijde van de site geplaatst worden. Hierdoor treedt er geen grondwaterstroming op door de gecontamineerde zone en is er geen verdere verspreiding van contaminanten. Een schermwand aan de stroomafwaartse zijde, gecombineerd met een systeem voor grondwaterextractie, wordt gebruikt om het grondwater de mogelijkheid te geven om door de gecontamineerde zone te stromen en zo de contaminanten weg te spoelen uit de verontreinigde site. Vervolgens wordt het vervuilde water via het extractiesysteem opgepompt en behandeld.

2.1.2 Vereisten

2.1.2.1 Hydraulische conductiviteit (k)

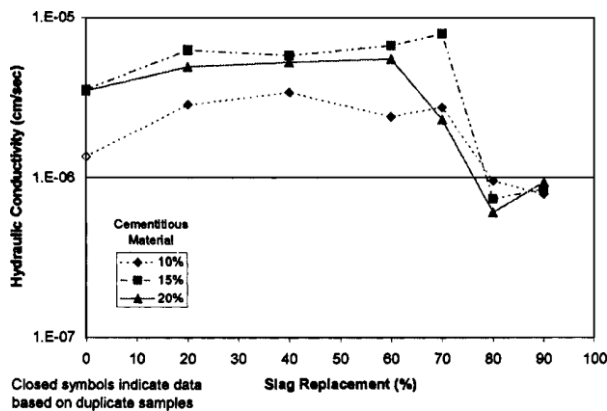
Een lage hydraulische conductiviteit is voor SCB-schermwanden ontegensprekelijk de belangrijkste vereiste. Omwille van de aanwezigheid van cement is de verharding van het mengsel sterk tijdsgebonden. Het ogenblik waarop de hydraulische conductiviteit getest wordt is daarom van groot belang. Doorgaans wordt de vereiste permeabiliteit daarom gespecificeerd op 28 of 90 dagen verharding. Het ICE [5] legt een maximale permeabiliteit op van 1×10^{-9} m/s op 90 dagen ouderdom van het mengsel. Omwille van de heterogeniteit van het gestorte mengsel in de sleuf, wordt er tevens gespecificeerd dat minstens 80% van de resultaten lager moet zijn dan 1×10^{-9} m/s en minstens 95% lager moet zijn dan 1×10^{-8} m/s, waarbij geen enkel individueel resultaat hoger mag zijn dan 5×10^{-8} m/s. Daar de hydraulische conductiviteit ook na 90 dagen verder afneemt, wordt de eerder gespecificeerde waarde aanzien als vrij conservatief.

Voor mengsels waarin cement zonder hoogovenslak gebruikt wordt blijkt de hydraulische conductiviteit doorgaans tussen de 1×10^{-7} en 1×10^{-8} m/s te liggen. Deze permeabiliteitswaarden zijn vrij hoog te noemen in vergelijking met deze voor grond-bentoniet-mengsels, die gemakkelijk een hydraulische conductiviteit tussen 1×10^{-9} en 1×10^{-10} m/s halen. Dit is te wijten aan het Portland cement dat de zweleigenschappen van het bentoniet vermindert [6]. Jefferis [7] toonde echter aan dat, door een deel van het Portland cement te vervangen door hoogovenslak, een lagere hydraulische conductiviteit verkregen kan worden die wel aan de hydraulische vereisten van het ICE voldoet. Op Figuur 5 wordt het verband weergegeven tussen het vervangingspercentage hoogovenslak en de permeabiliteit van het cement-bentoniet mengsel na minimaal drie maanden verharding. De resultaten van het onderzoek van Jefferis [8] worden als volle lijn aangegeven. Deze resultaten zijn in overeenstemming met de bevindingen van Trietley [9], Veracco en Smith [10].

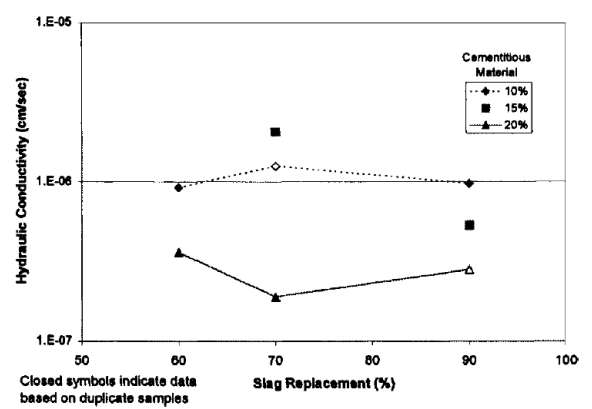


Figuur 5: Invloed van hoogovenslak op de hydraulische conductiviteit [8] [9] [10] [11]

De resultaten in Figuur 5 tonen aan dat, voor een hoogovenslakpercentage boven 60%, de permeabiliteit sterk afneemt. De minimale hydraulische conductiviteit wordt aangetroffen rond 80% hoogovenslak. Daarom wordt er in de praktijk vaak cement aangewend met een hoogovenslakpercentage tussen 70 en 80%.



Figuur 6: Hydraulische conductiviteit na één maand verharding [12]



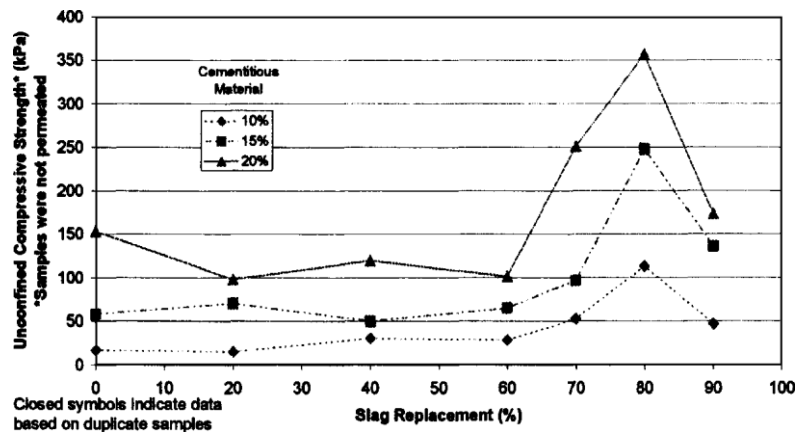
Figuur 7: Hydraulische conductiviteit na drie maanden verharding [12]

Deze bevindingen worden bevestigd door onderzoek van Opdyke en Evans [12]: Figuur 6 weergeeft de resultaten van het onderzoek voor mengsels na één maand verharding en Figuur 7 na drie maanden verharding. Uit deze figuren blijkt tevens ook dat, voor hoogovenslakpercentages boven 70%, de laagste hydraulische conductiviteit verkregen wordt bij mengsels met 20% cement. In hetzelfde onderzoek waren het enkel de mengsels met 20% cement, met meer dan 60% hoogovenslak, die de richtwaarde van 1×10^{-9} m/s gehaald hebben.

2.1.2.2 Druksterkte (q_u)

Het ICE [5] eist een minimale druksterkte of *unconfined compressive strength* van 100 kPa op 28 dagen. In de praktijk bestaat er echter geen consensus wat betreft de vereiste druksterkte van cement-bentoniet. Momenteel worden er zowel minimale als maximale sterktes voorgeschreven met sterk variërende groottes (vb. minimaal 50 kPa of 300 kPa, maximaal 500 kPa) [5]. De tendens bestaat er echter in dat de ontwerper van een verticale barrière, binnen de context van zijn project, de eisen qua sterkte zelf kiest. Deze keuze moet echter stroken met sterktes die haalbaar zijn met cement-bentoniet materiaal. Indien dit niet het geval is, dient er een ander type verticale barrière gekozen te worden.

Opdyke en Evans [12] toonden aan dat er een verband bestaat tussen de *unconfined compressive strength* (UCS) van SCB-monsters en hun hoogovenslakvervangingspercentage. Voor vervangingspercentages onder 60% is de invloed op de UCS zeer gering. Daarboven stijgt de UCS bij toenemende hoogovenslakvervangingspercentage. Een maximale sterkte werd bereikt bij 80%. Een verdere toename tot 90% leidt tot een vermindering van de sterkte. Dit wijst op een optimaal hoogovenslakvervangingspercentage van ca. 80%. Daarnaast werd eveneens de vaststelling gemaakt dat, voor een constant hoogovenslakvervangingspercentage, de UCS toeneemt bij stijgende cementshoeveelheden. Deze vaststellingen zijn duidelijk te zien op Figuur 8.

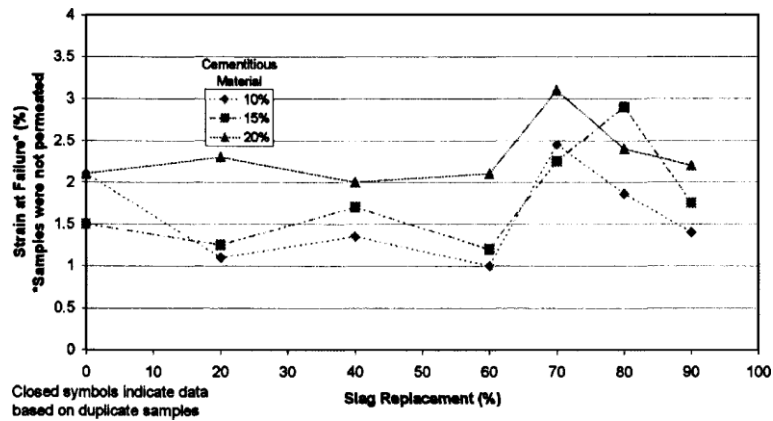


Figuur 8: UCS van monsters met verschillende samenstellingen na één maand verharding [12]

2.1.2.3 Rek bij grondbreuk

Door de potentieel broze aard van cement-bentoniet wanden werd de minimale rek bij falen van de grond dikwijls vastgelegd op 5%, gemeten bij een geconsolideerde, gedraineerde triaxiaalproef. Deze waarde blijkt echter onrealistisch hoog te liggen als aan de overige materiaalvereisten moet voldaan worden. Vooreerst moet het falen van de grond correct gedefinieerd worden: het gaat om het begin van scheurvorming in het materiaal, waarbij er een mogelijke toename van de permeabiliteit zou kunnen optreden. Deze definitie verschilt van het mechanische falen: het punt waarbij de spanning begint te dalen in een samendrukkingsproef. In het verleden, toen de doorlatendheidseis nog beperkt was tot 1×10^{-8} m/s, was een rek bij falen van 5% nog enigszins haalbaar. Maar sinds de richtlijn een k-waarde van 1×10^{-9} m/s specificeert is deze 5%-waarde niet langer haalbaar indien de correcte effectieve insluitingsdruk (, met andere woorden: de insluitingsdruk die in realiteit op de grond inwerkt,) op het monster wordt aangebracht tijdens de beproeving. Om te voorkomen dat leveranciers proeven zouden uitvoeren bij afwijkende insluitingsdrukken, om alsnog deze 5%-waarde op kunstmatige manier te behalen, werd er opzettelijk voor gekozen om geen vereiste rek bij grondbreuk op te nemen in de voorschriften [13].

Bij vrije prismaproeven kan er eveneens een rek bij mechanisch falen vastgesteld worden. Voor cement-bentoniet liggen de gemeten waarden doorgaans tussen 0,2 en 2%. Opdyke en Evans [12] toonden eveneens een verband aan tussen deze rek bij grondbreuk en het hoogovenslakvervangingspercentage. Tot een vervangingspercentage van 60% is de rek bij grondbreuk vrij constant te noemen, met waarden tussen 1 en 2,5%. Bij toename van het vervangingspercentage tussen 60 en 70% stijgt de rek bij falen. De maximale rek bij falen werd telkens verkregen voor vervangingspercentages tussen 70 en 80%. Dit is te zien op Figuur 9. De maximale sterkte en maximale rek bij grondbreuk treden beiden op in het zelfde interval van hoogovenslakpercentages als de minimale hydraulische conductiviteit.



Figuur 9: Invloed van hoogovenslakvervangingspercentage op rek bij grondbreuk [12]

2.1.2.4 Fysische en chemische duurzaamheid

Verticale barrières worden vaak verondersteld de stroming van agressieve vloeistoffen te belemmeren. Deze vloeistoffen kunnen allergeende chemische stoffen bevatten waarvan zowel de samenstelling als de concentratie sterk kunnen variëren naargelang de beschouwde plaats van de verontreinigde site, alsook in de tijd. Op dit moment is er vrij weinig bruikbare informatie over het gedrag van cement-bentoniet wanden, en zelfs van beton, in dergelijke omgevingen. Het bestuderen van het effect van sulfaten op de mechanische en hydraulische eigenschappen van cement-bentoniet vormt een belangrijk onderdeel van deze thesis.

2.1.3 Samenstelling en bereiding mengsel

Een hoogovenslakcement-bentoniet mengsel wordt vervaardigd door in eerste instantie een oplossing van water en bentoniet te maken. Doorgaans bestaat dergelijke oplossing voor 95% van de massa uit water en voor 5% uit bentoniet. Het mengen gebeurt met een *high speed colloidal shear mixer*. Alvorens deze oplossing van water en bentoniet met cement te vermengen, krijgt de oplossing tussen de 8 en 24 uur om te hydrateren. Indien een *low shear energy mixer* gebruikt wordt voor het mengen, worden hydratatie tanks gebruikt om de hydratatie tijd binnen de perken te houden.

Het SCB-mengsel wordt vervolgens gemaakt door cement (ongeveer 20% van de totale massa SCB-mengsel) toe te voegen aan de water-bentoniet-oplossing (ongeveer 80%). Het cement bestaat voor 20 à 25% uit Portland cement en voor 75 à 80% uit hoogovenslak. Het cement kan zowel in droge poedervorm als in oplossing toegevoegd worden aan het mengsel. Het mengen wordt uitgevoerd in een afzonderlijke *low-energy mixer*. Eenmaal dat een homogeen mengsel verkregen wordt, wordt het SCB-slib naar de bouwsleuf verpompt. Het SCB verhardt in de sleuf en vormt zo een verticale barrière.

In Tabel 1 wordt een overzicht gegeven van verscheidene mengselsamenstellingen die in de literatuur gevonden kunnen worden. De samenstellingen die voorafgegaan worden door een * zijn uitgevoerde praktijkvoorbeelden.

Tabel 1: Overzicht mengselsamenstellingen

	Bentoniet	Cement		Water
		Portland cement	Hoogovenslak	
U.S. EPA (1984) [1]	4 - 7	1,6 - 5	6,4 - 20	65 - 88
Ryan & Day (1986) [14]	2,5 - 4,5	13 - 25		70 - 85
Keith & Murray (1994) [15]	6	18	5,4 - 8,1	55-70
Jefferis (1992) [16]	2,4 - 5,4	1,4 - 3,6	5,7 - 14,3	79,4 - 89,3
Opdyke & Evans (1995) [12]	4,2 - 4,3	2,6 - 3,3	10,4 - 13,3	79,2 - 82,6
*Barker et al. (1997) [17]	3,13	2,7	10,7	83,5
*Demars et al. (2009) [18]	4,8	14,5		81

2.1.4 Kwaliteitscontrole

2.1.4.1 Water-bentoniet-mengsel

Op het gehydrateerde mengsel van water en bentoniet worden, vooraleer het cement er aan toegevoegd wordt, controleproeven uitgevoerd. Zowel het volumegewicht (of *specific gravity*) als de viscositeit (zie 3.3.1) worden gecontroleerd. Gewoonlijk schommelt het volumegewicht van het water-bentoniet-mengsel rond 1090 kg/m³.

Voor de viscositeit van het water-bentoniet-mengsel wordt vaak een minimum waarde van 30 seconden gespecificeerd [15]. De maximale waarde die voor de Marsh-viscositeit wordt voorgeschreven is afhankelijk van het toestel dat gebruikt wordt om het mengsel te verpompen. In vele gevallen wordt een richtwaarde van 50 seconden voorgesteld [15] [19]. In de literatuur kunnen echter richtwaarden tot zelfs 90 seconden gevonden worden [14]. Deze viscositeitstest werd in de specificaties van het ICE [5] niet voorgeschreven voor het SCB-mengsel omdat de test, door een te lage viscositeit van het resulterend mengsel of door volledige verstopping van de trechter, vaak geen bruikbare waarden oplevert.

2.1.4.2 SCB-mengsel

Op het SCB-mengsel worden eveneens controleproeven uitgevoerd: zowel het volumegewicht als de *bleeding* worden gecontroleerd. Het volumegewicht van het SCB-mengsel schommelt rond 1300 kg/m³. De *bleeding* of de vochtafstoot van het monster, wordt opgemeten 24 uur na het mengen, gebruik makend van een maatcilinder van 1000 ml. Het volume vaste stof moet op dat ogenblik minstens 980 ml zijn. Verdere toelichting over deze test is te vinden onder 3.3.2 op pagina 46. De eerder genoemde controles hebben hoofdzakelijk tot doel om, op een eenvoudige en snelle manier, te controleren of het mengsel dat in de sleuf gegoten is overeenstemt met het mengsel dat de ontwerper voor ogen heeft en vooraf in het laboratorium getest en geoptimaliseerd werd. Deze kwaliteitscontrole, gebaseerd op de rheologie van de suspensie, is echter van vrij beperkte waarde als het er op aan komt diverse mengsels met verschillende samenstellingen onderling te vergelijken. Indien dit alsnog de bedoeling is, is het van groot belang dat de proeven uitgevoerd worden op suspensies van exact dezelfde ouderdom en met een gelijke belastingsgeschiedenis (met andere woorden: de gebruikte mengprocedures moeten identiek zijn).

2.2 Sulfaataantasting

2.2.1 Situering

Verticale barrières worden vaak aangewend om de stroming van agressieve vloeistoffen te belemmeren. Deze vloeistoffen kunnen allergeende chemische stoffen bevatten waarvan zowel de samenstelling als de concentratie sterk kunnen variëren naargelang de beschouwde plaats van de verontreinigde site, alsook in de tijd. Op dit moment is er vrij weinig bruikbare informatie over het gedrag van cement-bentoniet wanden, en zelfs van beton, in dergelijke omgevingen. Het bestuderen van het effect van sulfaten op de mechanische en hydraulische eigenschappen van cement-bentoniet vormt een belangrijk onderdeel van deze thesis.

Bij het testen van de chemische compatibiliteit is het van belang dat volgende zaken in beschouwing genomen worden:

- De relatieve hoeveelheden van de testvloeistof en het schermwandmateriaal. Agressieve materialen in de testvloeistof, zoals zuren of sulfaten, kunnen namelijk uitgeput raken door reactie met het schermwandmateriaal. De resultaten bekomen met deze kleinere relatieve volumes van de testvloeistof kunnen weinig representatief zijn voor het langetermijngedrag van het materiaal in-situ. De relatieve volumes moeten dus steeds in beschouwing genomen worden.
- De duurtijd van de test.
- De insluitingsdruk. De *confining pressure* in testomstandigheden kan sterk verschillen van deze die in-situ optreedt. *Unconfined* proefmonsters zullen bij expansieve reacties, zoals bij sulfaataanval, scheuren en verweren. Onder gematigde insluitingsdruk kan de scheurvorming in grote mate verhinderd worden zodat de permeabiliteit slechts beperkt toeneemt. Onder hogere insluitingsdrukken kan het zijn dat, als de chemische aanval het materiaal verzwakt, consolidatie optreedt die er zelfs toe kan leiden dat er een reductie is van de permeabiliteit. Dus, er kan consolidatie op lange termijn optreden van het cement-bentonietmateriaal in agressieve gronden.

In dit onderdeel van de thesis wordt het proces van sulfaataantasting in beton van naderbij bekeken. Volgens de definitie voorgesteld door Jan Skalný et al. [20] is sulfaataantasting een overkoepelend begrip voor een reeks complexe en overlappende chemische en fysische processen die veroorzaakt worden door de reacties van tal van cementcomponenten met sulfaten die zowel van externe of interne bron afkomstig kunnen zijn. Er treden dus niet alleen chemische maar ook fysische reacties op tijdens het sulfaataantastingsproces van beton.

Er zijn tal van verschillende sulfaten die beton kunnen aantasten. Deze kunnen zowel afkomstig zijn van de omgeving als aanwezig zijn in de aggregaten. De reactie tussen deze sulfaten en de gehydrateerde cementpasta is vrij ingewikkeld (en zo ook het proces van sulfaataantasting van beton) in die mate dat er geen eensgezindheid over bestaat in de onderzoekswereld. Dit wordt mede in de hand gewerkt doordat sulfaataantasting van beton een erg langzaam proces is, waardoor het vaak onmogelijk is om alle gewenste proeven in het veld uit te voeren. Om die reden worden agressievere condities gebruikt om het experimenteel proces te versnellen in laboratoria. De hiertoe gebruikte methodes zijn onder andere: het aanwenden van sulfaatoplossingen met hoge

concentratie, het uitvoeren van korte nat-droog-cycli, het gebruik van kleine proefmonsters en het pH van de sulfaatoplossing op een zekere waarde houden. Dit leidt er toe dat bepaalde wetenschappers stellen dat de resultaten die in laboratoria verkregen zijn, sterk overdreven weergaven zijn die in werkelijkheid in veel minder ernstige mate optreden.

Bij sulfaataantasting kan er onderscheid gemaakt worden tussen chemische en fysische aantasting.

2.2.2 Chemische sulfaataantasting

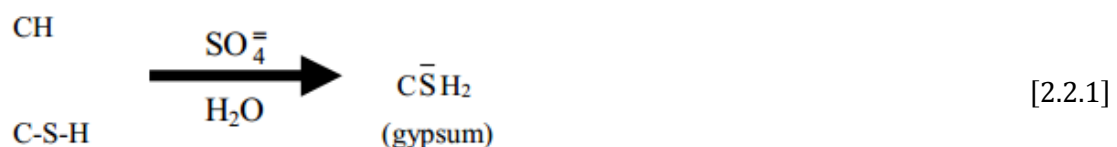
Alvorens externe sulfaataantasting kan optreden moeten er drie voorwaarden vervuld zijn:

- het beton moet voldoende doorlatend zijn;
- de omgeving moet rijk zijn aan sulfaten;
- er moet water aanwezig zijn.

Indien één van deze elementen ontbreekt, zal schade door externe sulfaataantasting niet optreden. Zo zal bijvoorbeeld poreus beton niet leiden aan sulfaataantasting in een sulfaatrijke omgeving als er geen water aanwezig is. De ionen kunnen namelijk niet migreren doorheen de geïnterconnecteerde poriën.

De belangrijkste bestanddelen van gehydrateerde cementpasta zijn calciumsilicaathydraat (C-S-H), calciumhydroxide (CH), calciumaluminaathydraat (C-A-H), ettringiet (Aft) en mono-sulfoaluminaat (AFm). De drie gehydrateerde componenten (C-S-H, C-H en C-A-H) zijn niet stabiel in een externe omgeving die sulfaten bevat. De schade die gerelateerd kan worden aan externe sulfaataantasting kan zich voordoen als scheurvorming of afsplintering. De specifieke manier waarop externe sulfaataantasting zich manifesteert hangt af van welk van de hieronder beschreven chemische processen predominant is [21].

2.2.2.1 Sulfaataantasting van CH en C-S-H en vorming van gips



Dit proces kan uitzetting en afsplintering veroorzaken. De belangrijkste eigenschap is echter het verlies aan sterkte en adhesie van de cementpasta door decalcificatie van het C-S-H die verantwoordelijk is voor de bindingscapaciteit van de cementpasta. Dit proces kan optreden bij alle sulfaat-zouten (o.a. deze die Na⁺ en K⁺ bevatten) behalve calcium- en magnesiumsulfaat.

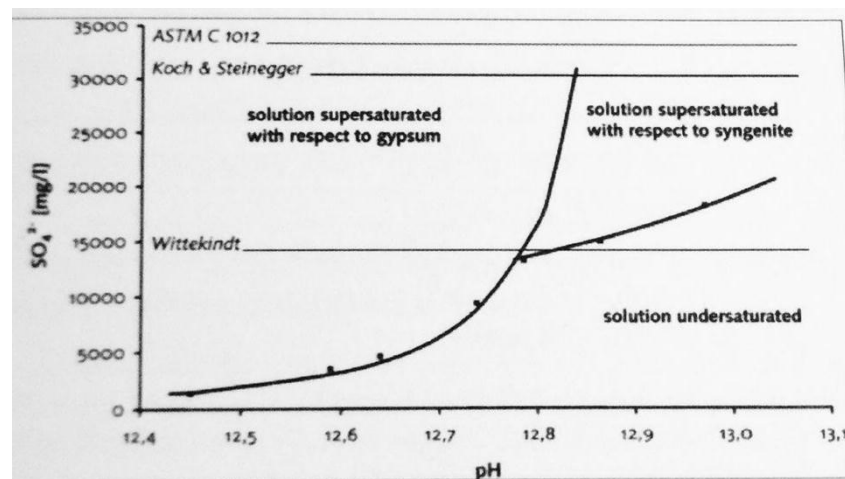
Volgens bovenstaande betrekking zijn CH en C-S-H, die beiden belangrijke componenten van de gehydrateerde cementpasta zijn, de bron voor de vorming van gips. De vorming van gips hangt echter af van externe condities. De belangrijkste zijn de pH-waarde en de concentratie van de sulfaatoplossing.

De chemische reactie die de conversie van portlandiet tot gips beschrijft is de volgende:



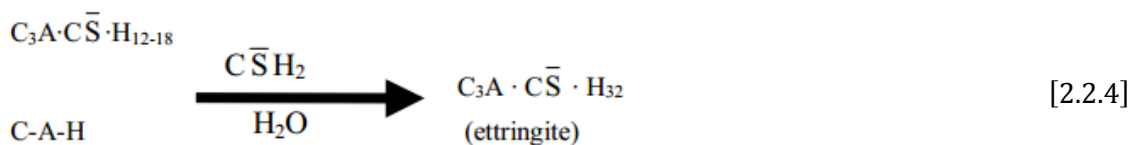
Figuur 10 weergeeft de invloed van de pH-waarde en de concentratie van de sulfaatoplossing op de vorming van gips [22]. Op deze figuur is te zien dat portlandiet zal reageren tot gips bij een minimale sulfaatconcentratie van ongeveer 1400 mg/l (pH = 12,45). Bij toenemende pH zijn hogere concentraties sulfaationen noodzakelijk om de reactie te activeren. Tussen pH-waarden van 12,45 en 12,7 neemt de benodigde sulfaatconcentratie geleidelijk toe, terwijl deze sterk toeneemt boven een pH van 12,7. De vorming van gips kan plaatsvinden zolang de pH-waarde lager blijft dan 12,9. Eenmaal dat deze waarde overschreden is zal een verdere toename van de sulfaatconcentratie niet langer leiden tot gipsvorming.

Als de pH-waarde van de poriënoplossing in de gehydrateerde cementpasta onder 11,4 daalt, dan zal decompositie van C-S-H optreden. Dit leidt tot de vorming van gips volgens onderstaande reactievergelijking:



Figuur 10: Invloed van pH-waarde en concentratie van de sulfaatoplossing op de vorming van gips [22]

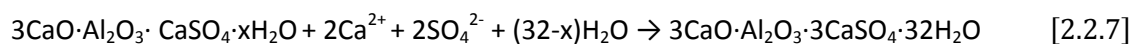
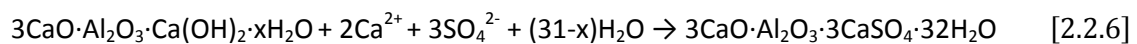
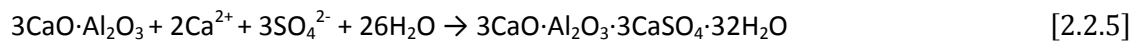
2.2.2.2 Sulfaataantasting van C-A-H en monosulfaathydraat en vorming van ettringiet



Dit proces is hoofdzakelijk verantwoordelijk voor scheurvorming en afsplintering als resultaat van expansie veroorzaakt door de vertraagde vorming van ettringiet. Dit proces kan optreden bij blootstelling aan gelijk welk sulfaat-zout, behalve MgSO_4 . Zo ook bij blootstelling aan calciumsulfaat,

het reactieproduct uit [2.2.1], die rechtstreeks inwerkt op het C-A-H en/of op het monosulfaathydraat.

De vorming van ettringiet werd vaak als belangrijkste oorzaak van schade aan beton door sulfaataantasting beschouwd. Door de penetratie van sulfaationen in het beton gaat het om een fysisch-chemisch proces. Er wordt secundair ettringiet ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot3\text{CaSO}_4\cdot32\text{H}_2\text{O}$) gevormd in het beton. Er wordt aangenomen dat secundair ettringiet het reactieproduct is van sulfaationen, portlandiet en tricalciumaluminaat (C_3A) of zijn hydratatieproducten. De vorming van ettringiet wordt weergegeven in de hier op volgende reactievergelijkingen:

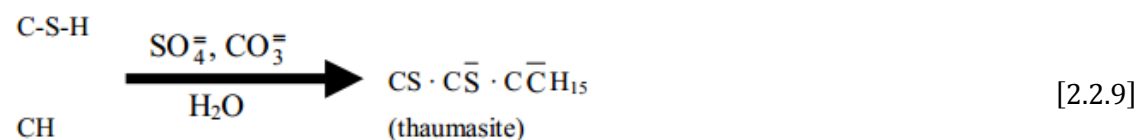


Er moet eveneens opgemerkt worden dat ettringiet niet stabiel is in een omgeving met een pH lager dan 11,5 à 12. Bij dergelijk lage pH-waardes zal het ettringiet zicht ontbinden tot een vorm van gips volgens reactie [2.2.8] [23]:



Samengevat kan er gesteld worden dat de vorming van ettringiet ook afhankelijk is van de pH-waarde van de oplossing waaraan het beton onderworpen wordt.

2.2.2.3 *Sulfaataantasting van C-S-H en CH in de aanwezigheid van carbonaationen en de vorming van thaumasiet*



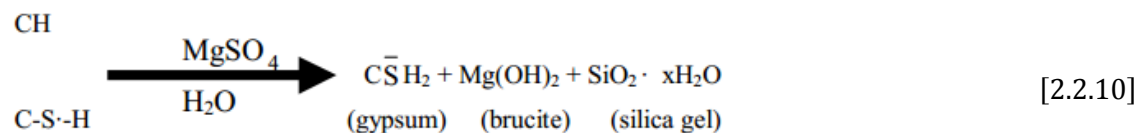
De vorming van thaumasiet ($\text{CaSiO}_3\cdot\text{CaSO}_4\cdot\text{CaCO}_3\cdot15\text{H}_2\text{O}$) gaat gepaard met ernstig verlies aan sterkte en adhesie, die in staat zijn om verhard beton te transformeren in een pulp. Dit doordat een significant aandeel van het C-S-H vernietigd kan worden door reactie [2.2.9]. Dit proces kan optreden bij elk type sulfaat-zout en treedt vaak op in vochtige omstandigheden bij lage temperaturen (lager dan 10°C).

Er bestaat echter heel wat onenigheid over thaumasiet:

- Het vormingsmechanisme van thaumasiet is een twistpunt. Enerzijds is er een groep onderzoekers die stelt dat thaumasiet ontstaat uit de directe reactie van C-S-H met carbonaten, sulfaten, Ca^{2+} -ionen en overtollig water [24]. Anderzijds stelt een andere groep onderzoekers dat het thaumasiet ontstaat uit de reactie van ettringiet met C-S-H, Ca^{2+} , carbonaat en overtollig water [25].

- De rol van de omgevingstemperatuur. In het algemeen treedt de vorming van thaumasiet op bij sulfaataantasting die plaats vindt bij lage temperaturen (onder 10°C). Heel wat resultaten uit zowel laboproeven als veldproeven tonen echter aan dat thaumasiet ook boven deze temperatuur gevormd kan worden en de temperatuur dus geen allesbepalende factor is voor de vorming van thaumasiet [26].
- Het effect van de pH-waarde van de oplossing op de vorming van thaumasiet. Experimentele resultaten hebben aangetoond dat hoge pH-waarden, boven 10,5, gunstig zijn voor de vorming van thaumasiet [27]. Als de pH-waarde echter onder deze 10,5 daalt, in het extreme geval zelfs tot een waarde van 7, dan wordt het thaumasiet instabiel: er zullen calciumhoudende componenten ontstaan, waaronder calciëet of kalkspaat. De resultaten van veldproeven door het BRE [28] betwisten echter deze pH-grenswaarde. De resultaten die via laboratoriumproeven verkregen werden stroken dus niet met deze uit veldproeven.

2.2.2.4 *Sulfaataantasting van C-S-H door de inwerking van magnesiumsulfaat*



Het gaat om sulfaataantasting van C-S-H door de inwerking van magnesiumsulfaat (MgSO_4) die echter niet rechtstreeks gerelateerd is aan de vorming van ettringiet. Zelfs in dit type aantasting, waarbij er geen ettringiet gevormd wordt, kan er verlies aan sterkte en adhesie van de cementpasta optreden door decalcificatie van C-S-H zoals eerder gezien in [2.2.1].

2.2.3 **Fysische sulfaataantasting**

Fysische sulfaataantasting van beton kan opgedeeld worden in drie groepen: verandering van het vaste volume gedurende de transformatie van anhydrisch zout tot zijn gehydrateerde vorm, drukverandering door zouthydratatie en drukverandering door zoutkristallisatie.

2.2.3.1 *Verandering van het vaste volume*

Deze verandering van het vaste volume wordt toegeschreven aan het mechanisme van fysische sulfaataanval in beton [29]. Bijvoorbeeld de transformatie van anhydrisch natriumsulfaat of thenardiet (Na_2SO_4) tot de gehydrateerde vorm mirabiliet ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$):



2.2.3.2 *Drukverandering door zouthydratatie*

De drukverandering door zouthydratatie kan eveneens toegeschreven worden aan de expansie door de transformatie van thenardiet tot mirabiliet. Recent experimenteel onderzoek [30] heeft aangetoond dat de transitie tussen beide fasen tot stand komt door ontbinding en neerslag. Bij een kleine toename in relatieve vochtigheid boven 70% zal thenardiet oplossen en met een afname in

vochtigheid en temperatuur slaat mirabiliet of thenardiet opnieuw neer. Deze studies tonen aan dat de kristallisatiedruk het meest relevante fysisch aantastingsmechanisme vormt van sulfaataantasting.

2.2.3.3 *Drukverandering door zoutkristallisatie*

De kristallisatiedrukformule van Correns [31] is één van de meest gebruikte formules bij het bestuderen van de duurzaamheid van poreuze materialen.

$$P = \frac{RT}{v} * \ln\left(\frac{C}{C_s}\right)$$

met:

- P = ideale gasconstante;
- T = absolute temperatuur;
- v = molaire volume;
- C = concentratie van de oplossing;
- C_s = concentratie van de verzadigde oplossing;
- C/C_s = oververzadiging.

Correns [31] gaf eveneens aan dat er steeds een dunne film waterachtige oplossing aanwezig is tussen het kristal en de interne vaste wand van het poreuze netwerk. Deze dunne film laat diffusie van de oplossing toe vanuit de poriënoplossing naar het oppervlak van het groeiende kristal. Indien deze dunne film niet zou bestaan, dan zou het kristal in contact komen met de binnenwand van de porie. Hierdoor zou de groei van het kristal gestopt worden en zou er geen kristallisatiedruk ontstaan. Het kristal zal groeien tot de oververzadiging opgebruikt is. Deze oververzadiging is de externe bepalende factor voor de kristallisatie van zouten en kan bespeeld worden door afkoeling, evaporatie en het optreden van droog-nat-cycli. Zo zal sterke evaporatie leiden tot een hoge oververzadiging en een sterke groei van de kristallen, wat leidt tot hoge spanningen. Dit is de reden waarom sterke evaporatie leidt tot ernstige schade door zout kristallisatie.

De interne bepalende factor voor zoutkristallisatie is dan weer het poreuze netwerk met een grote hoeveelheid aan poriën van verschillende vormen en groottes. Vooral de doorgang tussen twee poriën in (ook wel de keeldoorgang genoemd), speelt een grote rol voor de kristallisatiedruk. De kromtestraal van de keel bepaalt de kristallisatiespanning. Hoe kleiner deze kromtestraal, hoe hoger de spanning. Een kleine keeldoorgang zorgt echter voor een beperking van het evaporatie-condensatie-proces. Hoewel zoutkristallisatie in kleine poriën hoge kristallisatiespanningen kan opwekken, is het nog niet zo dat er breuk zal optreden. Er dient een toename van de grootte van de kristallen op te treden in een zeker aan-een-gesloten gebied in de massa van het beton.

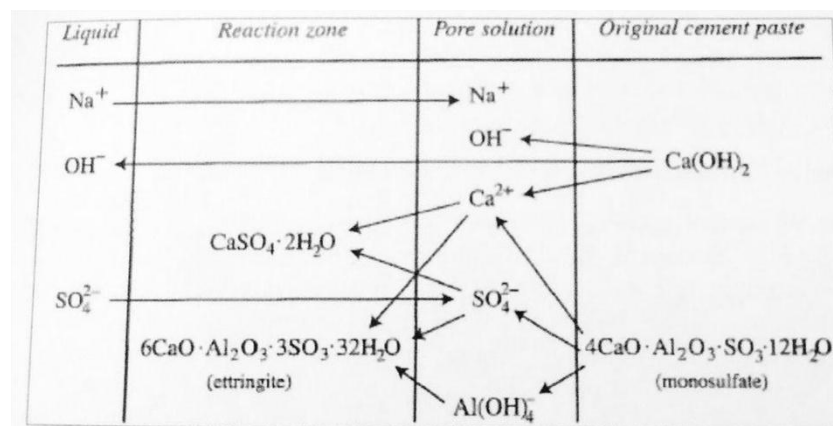
Zoals eerder al werd aangehaald zijn C-S-H en CH de belangrijkste gehydrateerde componenten van cementpasta. Volgens de theorie van de thermodynamica kunnen deze componenten echter niet stabiel zijn in oplossingen die sulfaten met kationen Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺ en NH₄⁺ bevatten. Er bestaat chemische absorptie tussen deze gehydrateerde componenten en de zouten. Als de sulfaatoplossing oplost in de poriën van de gehydrateerde cementpasta, dan zal de poriënwand de sulfaten aantrekken en niet afstoten. Hierdoor kan de eerder besproken dunne film, bestaande uit oplossing tussen de poriënwand en het zoutkristal, niet ontstaan. Hieruit kan er opgemaakt worden dat er geen zoutkristallisatie kan optreden in de gehydrateerde cementpasta [32].

2.2.4 Effect van verschillende soorten sulfaten

In grondwater kunnen diverse ionen aangetroffen worden. Sulfaationen komen vaak voor in combinatie met alkali-, magnesium- of calciumkationen. Ook ammoniumsulfaat kan vaak in grondwater aangetroffen worden. Meestal is de aanwezigheid van dit sulfaat het gevolg van het gebruik van meststoffen of allerlei industriële activiteiten. Via diffusie of capillaire opzuiging dringen zij het beton binnen. Natriumsulfaat (Na_2SO_4) en magnesiumsulfaat (MgSO_4) zijn de sulfaten die het vaakst aangewend worden in de studie van sulfaataantasting.

2.2.4.1 Natriumsulfaat

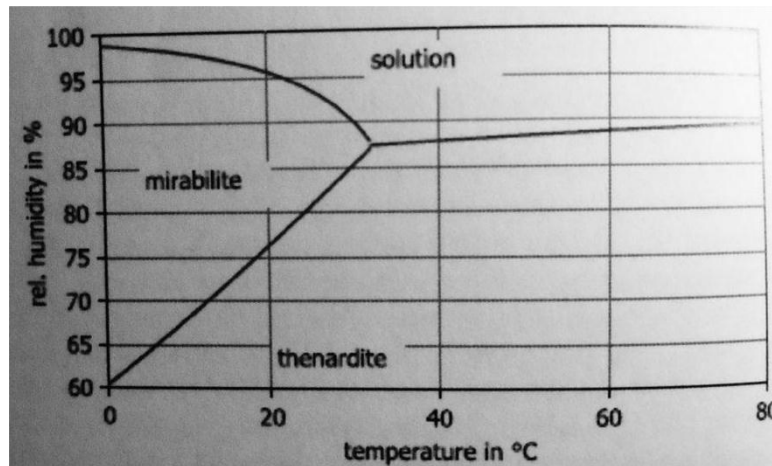
Figuur 11 geeft de reacties aan die optreden tussen de gehydrateerde cementpasta en de natriumsulfaatoplossing. De belangrijkste reactieproducten zijn hier gips en ettringiet.



Figuur 11: Reacties tussen gehydrateerde cementpasta en natriumsulfaat [20]

Natriumsulfaat wordt algemeen beschouwd als het zout dat de ernstigste schade door kristallisatie veroorzaakt bij poreuze materialen. Dit is de reden waarom het wereldwijd op grote schaal gebruikt wordt voor versnelde duurzaamheidsproeven. Het natriumsulfaatsysteem moet echter met enige omzichtigheid behandeld worden omdat het, onder verschillende temperatuurscondities en relatieve vochtigheden, twee stabiele componenten vormt (thenardiet en mirabiliet) of één metastabiele component (heptahydraat $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$). De metastabiele component wordt gevormd gedurende de rehydratie van de anhydrische natriumsulfaatcomponent tot de kiemvorming van mirabiliet. De kristallisatiedruk uitgeoefend door het heptahydraat veroorzaakt geen waarneembare schade [33].

Sommige onderzoekers vermoeden dat de kristallisatie van thenardiet het destructiefst is omdat deze hogere drukken kan opwekken dan mirabiliet bij eenzelfde oververzadiging. Anderen weerleggen deze stelling omdat, met de ontbinding van het thenardiet, de vorming van een sterk oververzadigde oplossing gepaard gaat, althans in vergelijking met mirabiliet [33]. Deze oplossing zorgt ervoor dat het mirabiliet neerslaat wat leidt tot schade aan het poreus materiaal. Het fasediagram van natriumsulfaat wordt weergegeven in Figuur 12.



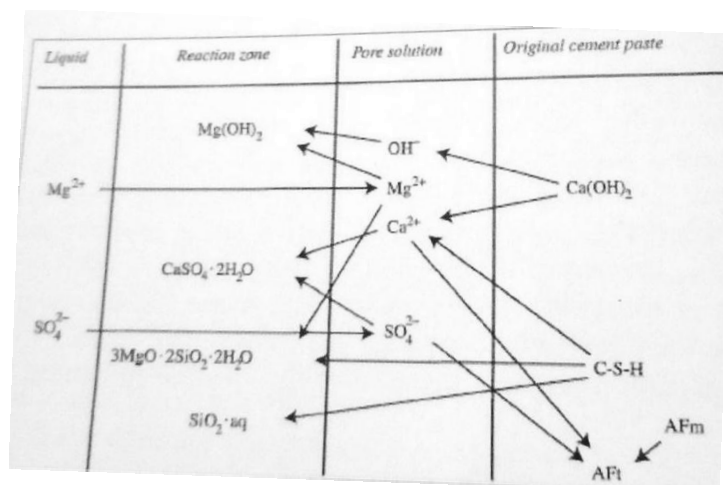
Figuur 12: Fasediagram van natriumsulfaat [34]

Er zijn echter vrij strikte randvoorwaarden verbonden aan de vorming van het mirabiliet. Uit [34] blijkt dat het ontkiemen van mirabiliet uit een evaporerende natriumsulfaatoplossing niet voor komt, zelfs bij hoge oververzadigingswaarden. En bij temperaturen waarbij thenardiet de enige stabiele component is ontkiemt het thenardiet en groeit het bij lage oververzadigingswaarden.

Het mechanisme van natriumsulfaataantasting wordt in paragraaf 3.2.4 verder toegelicht.

2.2.4.2 Magnesiumsulfaat

Figuur 13 geeft de reacties aan die optreden tussen de gehydrateerde cementpasta en de magnesiumsulfaatoplossing. De belangrijkste reactieproducten zijn hier bruciet, gips, ettringiet, M-S-H ($3\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en $\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Bij magnesiumsulfaataantasting van de cementpasta treedt er een aanzienlijke ontbinding van de C-S-H component op. Deze decompositie treedt gelijktijdig op met de vorming van gips en ettringiet waardoor er door velen aangenomen wordt dat de destructieve werking van magnesiumsulfaat groter is dan deze van natriumsulfaat [35]. Dit wordt echter weerlegd door veldonderzoek op lange termijn [36] waaruit net bleek dat het aantastend effect van natriumsulfaat op mortel groter is dan dat van magnesiumsulfaat. Er is hoe dan ook meer onderzoek nodig naar het specifieke effect van natriumsulfaat en magnesiumsulfaat bij sulfaataantasting van beton en cementpasta.



Figuur 13: Reactie tussen gehydrateerde cementpasta en magnesiumsulfaat [20]

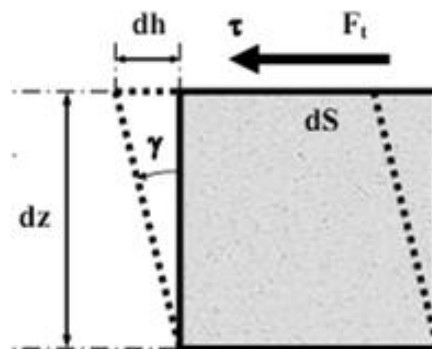
2.3 Piëzo-elektrische buigelementen

2.3.1 Glijdingsmodulus

De glijdingsmodulus of schuifmodulus G van een materiaal wordt gedefinieerd als:

$$G = \tau_{xy} / \gamma_{xy}$$

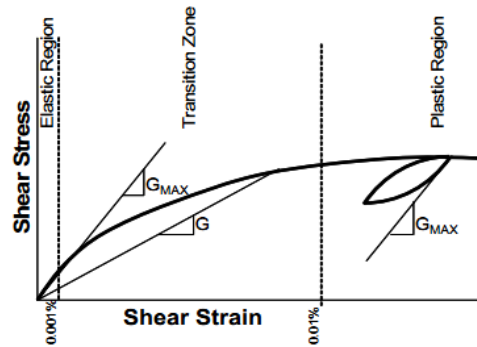
Hierbij is τ_{xy} de schuifspanning ($=dF_t/dS$) en γ_{xy} de optredende hoekverdraaiing ten gevolge van een tangentiële verplaatsing, zoals aangeduid op onderstaande definitieschets (zie Figuur 14).



Figuur 14: Definitieschets glijdingsmodulus [37]

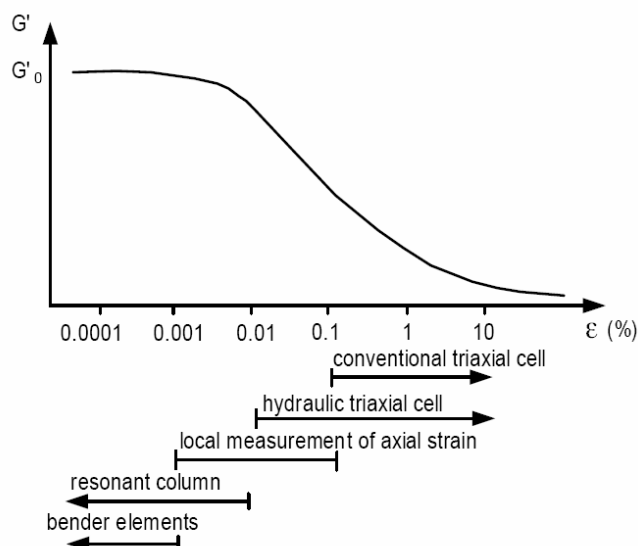
De afschuiving die een materiaal ondergaat wanneer het belast wordt, hangt af van de hoeveelheid aangebrachte spanning. Voor doorsnee gronden is de waargenomen modulus bij grote hoekverdraaiingen kleiner dan deze bij kleine hoekverdraaiingen. Dit zorgt ervoor dat het vergelijken van materialen op basis van hun glijdingsmoduli erg moeilijk is (zie Figuur 15); er dienen eenduidig bepaalde grenzen voor de hoekverdraaiingen vastgelegd te worden. Zowel Atkinson en Sallfors [38] als Lai en Rix [39] stellen dat de hoekverdraaiing-schuifspanningscurve van ongecementeerde grofkorrelige gronden lineair is voor schuifrekken onder 0,001%. De helling van dit lineaire gedeelte van de curve blijkt overigens dezelfde te zijn als de helling van de ontlastings-herbelastingscurve. De moduluswaarde van het lineaire gedeelte van de curve staat gekend als de maximale modulus van het materiaal (E_{max}), de maximale Young modulus of de maximale afschuifmodulus G_{max} . In het Engels wordt de term *small-strain shear modulus* of, letterlijk vertaald, “glijdingsmodulus bij kleine hoekverdraaiingen” G_0 dikwijls gehanteerd. De bovengrens van de schuifrekken wordt, zoals eerder al aangehaald werd, vaak vastgelegd op $10^{-3}\%$.

Doorgaans wordt G_0 beïnvloed door tal van factoren waaronder de belastingsgeschiedenis, het poriëngehalte, het type grond en de stijfheid van het grondskelet. Dit laatste wordt op zijn beurt bepaald door het contact tussen de korrels onderling [40]. Een toename van G_0 kan verwacht worden bij een toename van de cementatie tussen de korrels. Dergelijke toename van G_0 in de tijd, gedurende het hydratatieproces van het cement, werd onder meer beschreven door Verástegui et al. [41] bij met cement behandelde kaolinet klei. Uit desbetreffend onderzoek bleek het monitoren van G_0 van met cement behandelde gronden kostbare informatie te verschaffen over het verhardingsgedrag van het geteste materiaal.



Figuur 15: Variërende glijdingsmodulus bij verschillende schuifrekken [42]

De maximale glijdingsmodulus G_0 verschaft nuttige informatie over de beproefde grond en kan in heel wat ingenieurstoepassingen gebruikt worden. Zo onder meer bij het ontwerpen van funderingen die onderhevig zijn aan dynamische belastingen, bij de beoordeling van liquefactie en bij de opvolging van grondverbetering. De waarde van G_0 kan verkregen worden door het meten van de schuifgolfsnelheid gebruik makend van piëzo-elektrische omzeters.



Figuur 16: Aan te wenden meetapparatuur voor opmeten van de glijdingsmodulus bij diverse vervormingsniveaus [43]

2.3.2 Werking buigelementen

Eén van de laboratoriummethodes om de glijdingsmodulus bij kleine rekken vast te stellen, maakt gebruik van zogenaamde *bender elements* of buigelementen. Er bestaan verscheidene variaties van *bender elements* die voor grondonderzoek gebruikt kunnen worden. Desondanks is het concept van deze buigelementen telkens hetzelfde. Twee kleine elementen worden aan beide uiteinden van het grondmonster aangebracht. Eén van de elementen wordt geëxciteerd en produceert afschuif- en samendrukkingsgolven. Deze golven planten zich voort doorheen het monster. Het element aan het andere uiteinde van het monster ontvangt de golven en zet deze om in elektrische signalen. Het verloop van het ontvangen signaal kan vervolgens uitgezet worden in functie van de verlopen tijd.

Door het precieze ogenblik waarop de afschuif- en samendrukkingsgolven aankomen bij het ontvangend element te identificeren, kan de tijd bepaald worden die het signaal nodig had om zich doorheen de grondmassa te verplaatsen. Daar de afgelegde afstand van het signaal gekend is, kunnen, met behulp van de reistijd van het signaal, zowel de poissoncoëfficiënt als de maximale glijdingsmodulus van de geteste grond bepaald worden.

De schuifgolfsnelheid V_S kan bepaald worden als:

$$V_S = L/t$$

waarbij:

L = afgelegde afstand van de schuifgolf;

t = reistijd van de schuifgolf.

Vervolgens kan G_0 bepaald worden met behulp van volgende formule:

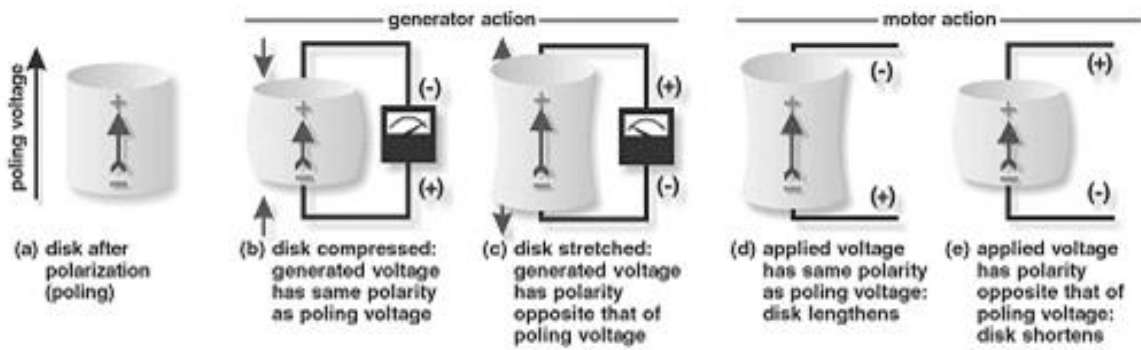
$$G_0 = \rho * V_S^2$$

met:

ρ = schijnbaar soortelijk gewicht van het grondmonster.

Het spreekt vanzelf dat niet om het even welk materiaal dat elektrische geëxciteerd wordt een vervorming ondergaat, en omgekeerd: dat een materiaal waaraan een vervorming wordt opgelegd een elektrisch signaal voortbrengt. Het waren Jacques en Pierre Curie die in 1880 het verschijnsel van piëzo-elektriciteit ontdekten. Ze stelden vast dat de kristallen van sommige kristallijne mineralen elektrisch gepolariseerd worden wanneer de mineralen onderworpen worden aan een mechanische kracht. Trek en druk genereerden spanningen van tegengestelde polariteit en in proportie met de aangewende kracht. Ook de tegengestelde werking van dit verband werd aangetoond: als een dergelijk kristal onderworpen wordt aan een elektrisch veld neemt de grootte van het kristal toe of af, afhankelijk van de polariteit van het elektrisch veld en in proportie met de sterkte van dit veld.

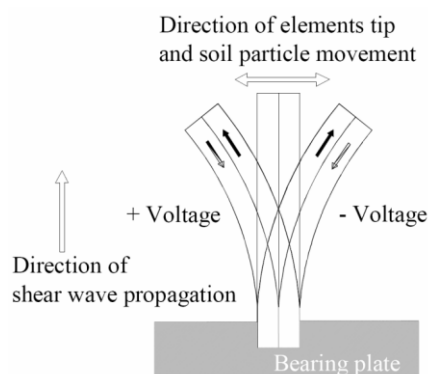
Piëzo-elektriciteit ontstaat door een gebrek aan kristalsymmetrie of door de elektrisch polaire natuur van kristallen. Wanneer een mechanische belasting wordt aangebracht op een piëzo-materiaal, verstoort het rasterwerk het dipool moment van het kristal en wordt een voltage gegenereerd. De uitgezonden spanning neemt toe bij toenemende kristalasyymetrie. Anderzijds zal het kristal vervormen wanneer een voltage wordt aangebracht. Het teken van de spanning of de richting waarin de mechanische vervorming optreedt, hangt af van de polariteit of polarisatie van het kristal. Deze verschijnselen worden respectievelijk het piëzo-elektrisch effect en het inverse piëzo-elektrisch effect genoemd (zie Figuur 17).



Figuur 17: Werking van een piëzo-elektrisch element [44]

Ondanks het feit dat de grootte van de opgewekte piëzo-elektrische spanningen of vervormingen dermate klein is dat het gebruik van een versterker vaak vereist is, worden piëzo-elektrische materialen tegenwoordig aangewend voor tal van toepassingen. Het piëzo-elektrisch effect wordt onder meer gebruikt voor kracht- of vervormingssensoren terwijl het inverse piëzo-elektrisch effect gebruikt wordt voor het genereren van sonische en ultrasone signalen alsook voor toestellen waarbij positiecontrole van primordiaal belang is. De testmethode met buigelementen die voor grondonderzoek aangewend wordt, maakt gebruik van zowel het piëzo-elektrische effect als van het inverse piëzo-elektrische effect.

De *bender elements test* is een niet-destructieve testmethode voor het bepalen van de glijdingsmodulus bij kleine afschuivingen G_0 in laboratoria. Buigelementen zijn in essentie een paar piëzo-elektrische, bimorfe omzeters: de 'zender' genereert een buigbeweging wanneer deze geëxciteerd wordt door een kleine spanning, terwijl de 'ontvanger' de vibraties die door het medium gepropageerd worden detecteert en hierbij een uitgaand voltage produceert. Dit is te zien op Figuur 18. De verzonden en ontvangen elektrische signalen worden geregistreerd als golfvormen op een oscilloscoop en kunnen vervolgens verder onderzocht worden.



Figuur 18: Werkingsmechanisme buigelement [45]

De toegenomen interesse voor deze testmethode kan grotendeels toegeschreven worden aan het feit dat het om een relatief eenvoudige en snelle testmethode gaat. Daar hetzelfde monster op verschillende ogenblikken getest kan worden is tevens het aantal benodigde monsters minimaal. Verder hebben recente ontwikkelingen in de opnamekwaliteit van digitale signalen en meer gesofisticeerde analysemethoden deze testmethode aantrekkelijker gemaakt. Een bijkomend voordeel is dat de test niet noodzakelijk op losse monsters uitgevoerd hoeft te worden. De

proefopstelling kan namelijk geïntegreerd worden in andere meettoestellen zoals onder andere oedometers en triaxiaalcellen.

Lawrence [46] [47] was vermoedelijk de eerste die piëzo-elektrische omzetters toegepast heeft voor het testen van grondmonsters met schuifgolven. Hij voerde zijn proeven uit op klei- en zandmonsters met behulp van schuifplaat-omzetters die ingewerkt zaten in de onderste en bovenste afsluitkap van een triaxiaaltoestel. Shirley en Anderson [48] introduceerden keramische buigers in plaats van schuifplaten voor proeven op droog zand. Deze genoten de voorkeur omdat ze sterkere signalen genereerden bij lagere elektrische excitatie. Dyvik en Madshus [45] wisten met succes buigelementen te ontwikkelen voor het testen van gesatureerde gronden. Ze introduceerden een epoxy-coating voor de keramische buigers die ze moest isoleren tegen de potentieel conductieve aard van de grond, die mogelijk het ontvangen signaal zou kunnen verstoren. Deze aanpassing betekende een doorbraak voor het gebruik van proeven met buigelement in laboratoria. Bovendien wisten ze ook het verband aan te tonen tussen de $G_{\max}$ die opgemeten werd met buigelementen en deze opgemeten met de resonante kolom.

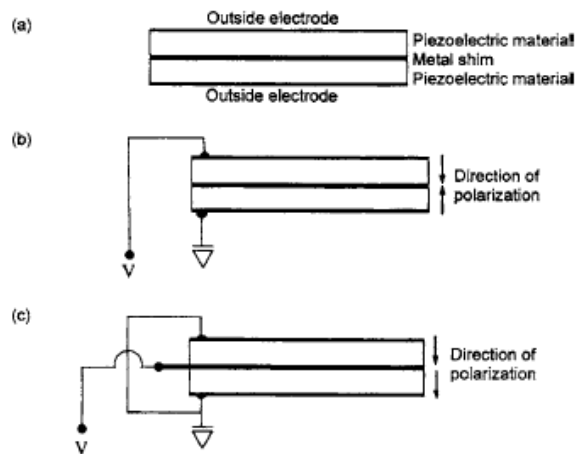
Een belangrijke stap in de ontwikkeling van betrouwbare technieken voor het bepalen van de schuifgolfsnelheid bestond er in om de kwaliteit van het ontvangen signaal substantieel te verbeteren. Dit wordt verkregen door de kabels die aan de buigelementen verbonden zijn zorgvuldig af te schermen, zodanig dat externe interferenties zoveel mogelijk voorkomen worden [49]. Dit leidt er toe dat het signaal geen amplificatie, filtering of uitmiddeling van de data vereist. Pennington et al. [50] stelden vast dat de meest stabiele signalen bekomen worden als de aarding van het ontvangend buigelement in elektrische connectie is met het grondmonster. Verder dienen alle mogelijke overige aardingen van het zendend buigelement achterwege gelaten te worden om te voorkomen dat er aardingsinductielussen zouden ontstaan in het monster, gericht naar de ontvanger. Jovičić et al. [49] stelden vast dat, om een objectief interpreteerbaar signaal te verkrijgen, een sinusoidale ingangsimpuls de voorkeur geniet ten opzichte van een rechthoekige ingangsgolf. Deze laatste bleken te complex te zijn wat betreft signaalanalyse daar ze een breed spectrum aan frequenties bevatten die aanleiding kunnen geven tot zogenaamde *near-field* effecten.

De triaxiaalcel met geïncorporeerde buigelementen is zonder twijfel de meest voorkomende vorm waarin buigelementen in de praktijk aangetroffen worden. Dergelijke meetopstelling werd onder meer gedemonstreerd door Jovičić et al. [49], Fioravante en Capoferri [51], Pennington et al. [50], Teachavorasinskun en Lukkanaprasit [52], Leong et al. [53] en Chan et al. [54].

2.3.3 Opbouw buigelementen

Standaard S-golf piëzo-elektrische omzetters zijn niet bruikbaar voor het opmeten van de schuifgolfsnelheid in gronden door de zwakke S-golf directiviteit, zwakke koppeling met de grond, hoge operationele frequentie en/of groot verschil in impedantie. Deze problemen kunnen vermeden worden door buigelementen of *bender elements* aan te wenden.

Een buigelement is een dubbellagige piëzo-elektrische omzetter bestaande uit twee conductieve buitenste elektrodes, twee piëzo-keramische vellen en een dunne, conductieve metalen wig in het centrum (zie Figuur 19). De buitenste elektrodes worden doorgaans vervaardigd uit afgezet nikkel of zilver.



Figuur 19: Buigelementen (a) schematische voorstelling, (b) seriële type, (c) parallelle type [55]

Er bestaan twee types buigelementen: de seriële en de parallelle buigelementen. In het seriële type is de richting van de polarisatie van de twee piëzo-elektrische lagen tegengesteld aan elkaar en is het buigelement verbonden met de buitenkant van de elektrode. In het parallelle type hebben de twee piëzo-elektrische lagen dezelfde polarisatierichting. De aarding is verbonden met beide buitenkanten van de elektrodes en de kerndraad is verbonden met de metalen wig. Voor dezelfde toegepaste spanning zal het parallelle type een dubbel zo grote verplaatsing veroorzaken als het seriële type. Omwille van deze reden raden producenten vaak aan om een parallel type te gebruiken als zender en een serieel type als ontvanger.

Er zijn echter ook moeilijkheden die eigen zijn aan proefopstellingen met buigelementen: elektrische *crosstalk* veroorzaakt door elektromagnetische koppeling door de grond, gemengde radiatie van zowel P- als S-golven, het zogenaamde nabije-veld-effect of *near field effect* en onzekerheid bij de detectie van het eerste aankomstmoment van het signaal. Deze moeilijkheden en de aanpassingen die aan de meetopstelling gemaakt moeten worden om ze in te perken, worden hieronder kort besproken.

- **Elektromagnetische koppeling**

De elektromagnetische koppeling tussen de zender en ontvanger manifesteert zich in het uitgaand signaal als een component die quasi gelijktijdig optreedt met hetingangssignaal. Deze zogenaamde *crosstalk* kan vrij aanzienlijk zijn in geleidende gronden zoals natte klei. Dit verschijnsel kan gereduceerd worden door ofwel de zender, ofwel de ontvanger te aarden [55].

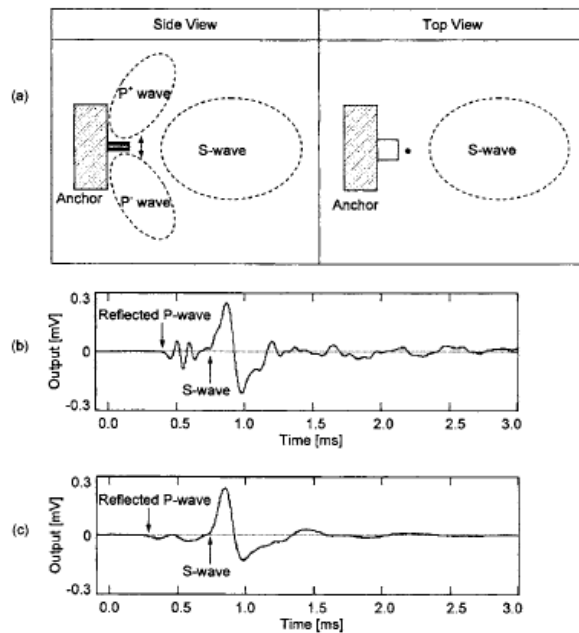
- **Directiviteit**

De directiviteit in het vlak en de transversale directiviteit van buigelementen (zowel van zenders als van ontvangers) beïnvloeden de meting van de S-golven in geïnstrumenteerde opstellingen zoals oedometers of triaxiaalcellen.

Buigelementen genereren twee P-golf zijdelingse kwabben (loodrecht op hun vlak, de ene in samendrukking en de ander in dilatantie) en een frontale S-golf kwab. De verhouding tussen de snelheden van P-golven en S-golven is:

$$\frac{V_P}{V_S} = \sqrt{\frac{2 * (1 - \nu)}{1 - 2 * \nu}}$$

Voor droge, onverzadigde gronden is de coëfficiënt van Poisson $\nu \approx 0,1$ en is de verhouding $V_P/V_S \approx 1,5$. Voor verzadigde gronden is deze verhouding echter afhankelijk van de spanning en kan deze een waarde van 20 overschrijden indien de grond onderhevig is aan lage effectieve spanningen. De reflectie van P-golven op de wanden van de cel kunnen interfereren met de aankomst van de S-golven. De interferentie tussen P en S signalen is afhankelijk van de geometrie van de cel en de verhouding V_P/V_S , of met andere woorden: van de spanningstoestand en verzadiging van de grond.



Figuur 20: Directiviteit van buigelementen [55]

Op Figuur 20 is de P-golf interferentie te zien in een droog monster en in een partieel verzadigd monster. De P-golven die gereflecteerd werden op de celwand komen vroeger aan dan de rechtstreekse S-golven. Dit is geen nabije-veld-effect. Interferentieproblemen kunnen verwaarloosd worden als de P-golf significant vroeger aankomt dan de S-golf. Gereflecteerde P-golven kunnen onderzocht worden door de cel te testen in open lucht en gevuld met water zonder grond.

- **Resonantiefrequentie**

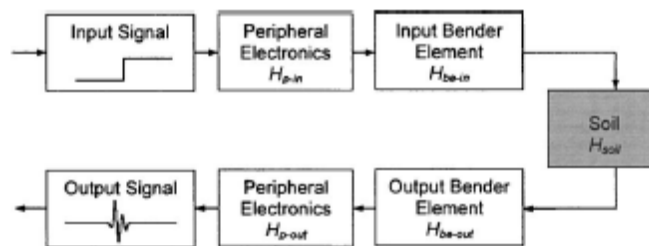
De resonantiefrequentie van buigelementen beïnvloedt de grootte van het nabije-veld-effect, de bepaling van de reistijd van het signaal, de resolutie en de huiddikte. Dat maakt van de resonantiefrequentie een belangrijke ontwerpparameter bij de installatie van buigelementen.

De resonantiefrequentie van buigelementen in grond hangt af van de grondstijfheid (m.a.w. de schuifgolfsnelheid), de stijfheid van het buigelement zelf en de uitkragende lengte. De frequentie is des te meer afhankelijk van de parameters bepaald door het buigelement zelf wanneer de uitkragende lengte korter is. In dat geval is de resonantiefrequentie in lucht hoger dan in grond. Omgekeerd wordt de frequentie des te meer bepaald door de grondparameters als de uitkragende lengte groter is [55].

2.3.4 Signaalinterpretatie

2.3.4.1 In-en uitgangssignaal

Het elektrisch ingangssignaal dat door een meetopstelling met buigelementen trekt wordt geconvolveerd door een reeks frequentieresponsiefuncties (zie Figuur 21). Vooreerst door H_{p-in} afkomstig van de randelektronica zoals de versterkers en de kabels. H_{be-in} , van de responsie tussen buigelement en grond aan de bron. H_{grond} , van de grond. H_{be-out} , van de responsie tussen buigelement en grond aan de ontvanger. En tot slot H_{p-out} , van de responsie van de perifere elektronica aan de output. Voor quasi lineaire gronden en elektronica van degelijke kwaliteit wordt de globale frequentieresponsie in grote mate bepaald door H_{be-in} en H_{be-out} .



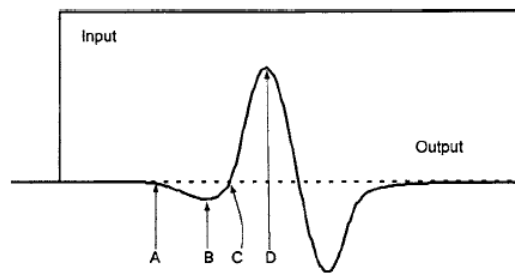
Figuur 21: Frequentieresponsiefuncties bij een meetopstelling met buigelementen [55]

De responsie van de buigelementen wordt versterkt wanneer de frequentie van het ingangssignaal nadert tot de resonantiefrequentie van het buigelement-grondsysteem [49] [56]. Het ogenblik waarop het eerste aankomstpunt of *first arrival* optreedt, wordt niet beïnvloed door de gekozen ingangsfrequentie. De mogelijkheid om het aankomsttijdstip vlot te kunnen identificeren kan echter sterk vergemakkelijkt worden door het aanpassen van deze ingangsfrequentie.

2.3.4.2 Methoden van signaalinterpretatie

In de literatuur worden verschillende richtlijnen aangetroffen voor het bepalen van de reisafstand en reistijd van het signaal. Voor de afgelegde afstand van de schuifgolf wordt doorgaans de afstand tussen de toppen van de buigelementen gekozen. Deze keuze wordt gerechtvaardigd door een onderzoek waarin de resultaten verkregen met een resonante-kolom-proef werden vergeleken met de resultaten van de testmethode met buigelementen [45]. Dit wordt tevens bevestigd door proeven waarin de reistijd onderzocht werd in functie van variërende monsterlengten [57].

Over de keuze van het aankomsttijdstip bestaat meer onenigheid. Zoals ook Figuur 22 aangeeft: welk punt moet er gekozen worden? De criteria en aanbevelingen hieromtrent hangen af van de gebruikte opstelling, de toepassing en het gebruikte ingangssignaal. Naast de waarnemergebonden, visuele keuze van het aankomsttijdstip, worden er tevens alternatieve, niet-waarnemergebonden signaalverwerkingsprocedures angewend. Tot deze alternatieven behoren onder meer cross-correlatie en analyse in het frequentiedomein. Echter, dergelijke technieken moeten signalen van dezelfde natuur in verband kunnen brengen of moeten kunnen omgaan met de verscheidene frequentieresponsiefuncties, zoals deze eerder aangegeven werden. Enkel H_{grond} is namelijk gewenst [58].



Figuur 22: Doorsnee ontvangen S-golf signaal [55]

Methodes in het tijdsdomein zijn rechtstreekse metingen gebaseerd op de plots van het elektrisch signaal in functie van de tijd. Voorbeelden hiervan zijn onder meer terug te vinden bij Viggiani en Atkinson [57] en Clayton et al. [59]. Methodes in het frequentiedomein omvatten de analyse van de spectrale breakdown van de signalen en het vergelijken van de faseverschuivingen van de componenten. Voorbeelden hiervan kunnen aangetroffen worden bij Viggiani en Atkinson [57] en Arroyo [60]. Het is echter van belang er op te wijzen dat geen enkele methode tot op heden heeft kunnen bewijzen superieur te zijn ten opzichte van de andere interpretatiemethodes. Dit werd bevestigd door Yamashita et al. [61] in een internationaal en parallel verlopend onderzoek naar buigelementen.

Greening en Nash [62] opperden dat interpretatiemethodes in het frequentiedomein meer informatie opleveren over de relatie tussen het verzonden en het ontvangen signaal bij proeven met buigelementen. De auteurs stelden vast dat de interpretatiemethodes in het tijdsdomein de neiging hadden om de aankomsttijd van de schuifgolf te onderschatten, en dus de schuifgolfsnelheid en G_0 te overschatten. Arroyo [60] toonde door middel van statistische analyse aan dat er geen duidelijk optimum was wat betreft de verschillende methodes die gebruikt worden om G_0 te bepalen. Echter bleek dat het vergelijken van resultaten verkregen met eenzelfde meettechniek de betrouwbaarheid en vergelijkbaarheid van de cijfers sterk verbeterd; resulterend in een variatiecoëfficiënt van 10 à 20% voor de schuifgolfsnelheid en dus 20 à 40% onzekerheid op G_0 . Een onderzoek van de histogrammen van de schuifgolfsnelheid, gebaseerd op data verkregen met verschillende meetmethodes, wijst uit dat enkel bij de cross-spectrum methode een normale distributie verkregen wordt. Dit zou erop kunnen wijzen dat deze methode betrouwbaarder is dan de andere [60] [62]. Hoewel interpretaties in het frequentiedomein mogelijk meer informatie kunnen vrijgeven over de interactie tussen de grond en het signaal, leidt de daarbij horende toegenomen hoeveelheid dataverwerking er toe dat de simpelheid van de methode, wat één van de grote voordelen van de proef met buigelementen is, ten dele verloren gaat.

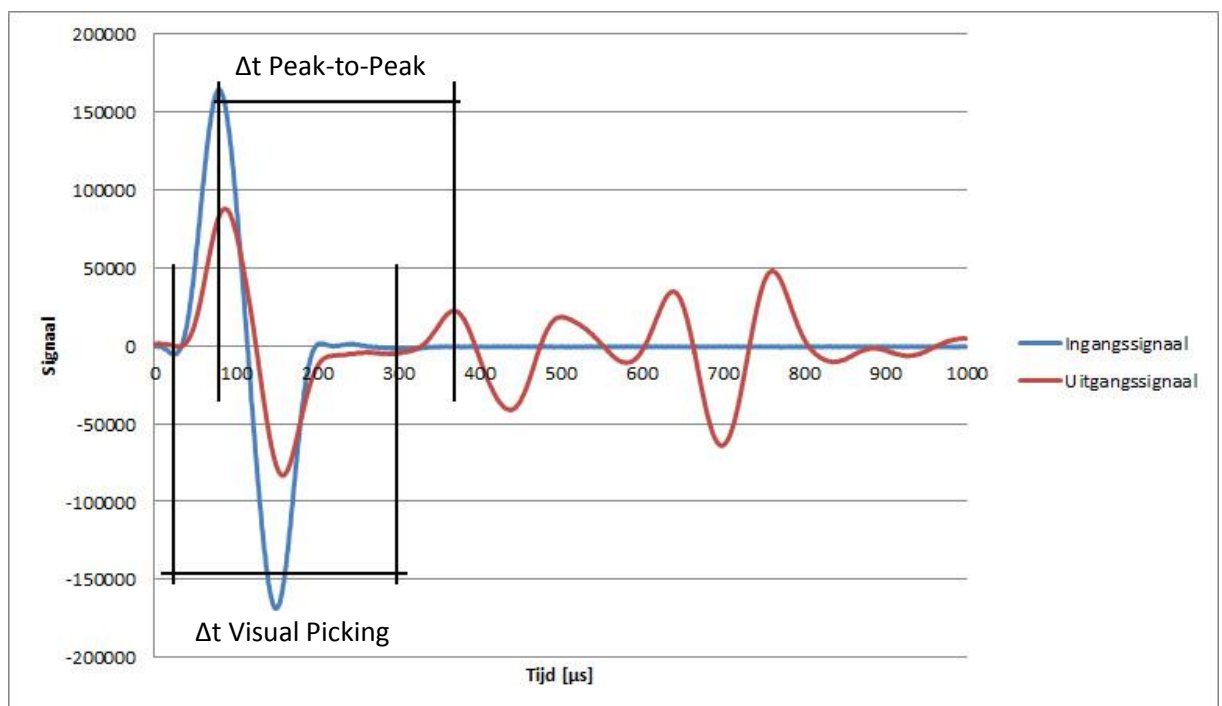
Hieronder worden de belangrijkste en meest gebruikte interpretatiemethodes kort toegelicht.

- **Visueel vaststellen** [49], [56], [57]

Dit is veruit de meest gebruikte methode voor de identificatie van de reistijd van het signaal. In deze methode wordt er aangenomen dat de eerste grote afwijking van het ontvangen signaal het aankomstogenblik is van de schuifgolf. Deze methode dankt zijn grote populariteit aan het feit dat het een eenvoudige en snelle techniek is. Het eerste significante opgemeten signaal, vertrekkend vanaf de nul amplitude, kan zowel positief als negatief zijn, afhankelijk van de testopstelling en de polariteit van de buigelementen. Om de identificatie te vergemakkelijken hebben Teachavorasinskun en Lukkanaprasit [52] gebruik gemaakt van een paar signalen met tegengestelde polarisatie. Dit werd verkregen door de polarisatie van de zender aan te passen. Er moet echter voor opgepast worden dat het inverteren van de polarisatie effectief leidt tot een volledige inversie van de golfvorm, inclusief de nabije-veld-componenten van het signaal die de eigenlijke aankomsttijd kunnen verbergen [53].

Het grote nadeel van de visuele methode stelt zich wanneer het ontvangen signaal geen uitgesproken en helder afwijkingspunt vertoont. In vele gevallen is het eerste aankomstpunt gemaskeerd door nabije-veld-effecten of andere interferenties zoals ruis.

Figuur 23 toont aan hoe de reistijd bepaald kan worden uit het in- en uitgangssignaal. Op deze figuur is de eerste grote piek van het uitgangssignaal, die bijna gelijktijdig optreedt met de piek van het ingangssignaal, een storingssignaal dat vermoedelijk veroorzaakt werd door *crosstalk*.



Figuur 23: Visueel vaststellen van de reistijd

- **First major peak-to-peak** [57] , [63]

Deze methode steunt op de onderstelling dat het ontvangen signaal een sterke gelijkenis vertoont met het uitgezonden signaal. Het tijdsverloop tussen de piek van het verzonden signaal en de eerste aanzienlijke piek van het ontvangen signaal wordt beschouwd als de schuifgolfvoortplantingstijd. Door het dispersie-effect, veroorzaakt door de geometrie van het monster en de energie-absorberende eigenschap van grond, is het ontvangen signaal vaak verstoord. In vele gevallen is het bepalen van de eerste aanzienlijke piek geen sinecure omdat het signaal meerdere opeenvolgende pieken, met licht verschillende amplitudes, kan vertonen. Net als de visuele methode is ook deze methode sterk afhankelijk van de kwaliteit van het ontvangen signaal.

Figuur 23 weergeeft eveneens hoe de reistijd bepaald kan worden uit het in- en uitgangssignaal met de *major peak-to-peak*-methode.

- **Cross-correlatie** [57]

De cross-correlatie methode werd, zij het in een aangepaste vorm van de conventionele methode die in de signaalanalyse gebruikt wordt, aangewend door Viggiani en Atkinson ter bepaling van de reistijd van het signaal bij proeven met buigelementen. De cross-correlatie analysemethode meet de graad van overeenkomst tussen twee signalen: het verzonden signaal $T(t)$ en het ontvangen signaal $R(t)$. De graad van overeenkomst wordt uitgedrukt als $CC_{TR}(t_s)$:

$$CC_{TR}(t_s) = \lim_{T_r \rightarrow \infty} \frac{1}{T_r} \int_{T_r}^{T_r + T_r} T(t + t_s) R(t) dt$$

hierbij is:

- T_r = tijdsopname;
- t_s = tijdsverschil tussen de twee signalen.

Om deze methode te kunnen gebruiken is het doelmatig om de signalen in het tijdsdomein om te zetten naar het frequentiedomein, waarbij decompositie van de signalen groepen van harmonische golven produceert met gekende amplitude en frequentie. Een veel gebruikt algoritme voor deze decompositie is de Fast Fourier Transform (FFT). Deze transformeert de signalen naar hun lineaire spectra en geeft de grootte en de faseverschuiving van elke harmonische component van het signaal. Het complex toegevoegde van het lineaire spectrum van het verzonden signaal wordt vervolgens berekend en het cross-power spectrum (of cross-spectrale dichtheid) van de twee signalen wordt ontwikkeld.

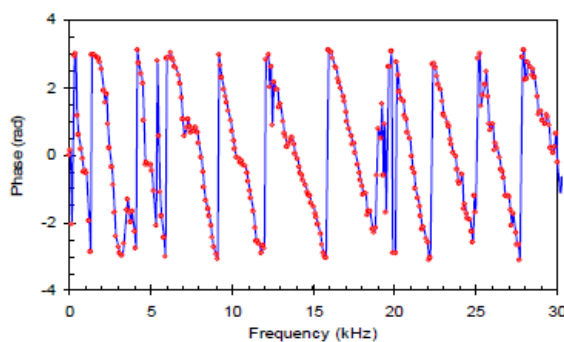
Daar de grootte en de fase van het cross-power spectrum het product zijn van de grootte en het faseverschil van de componenten in de twee signalen bij een welbepaalde frequentie, kan het interval van veelvoorkomende frequenties afgeleid worden uit de grootte van het cross-power spectrum. De maximale $CC_{TR}(t_s)$ weergeeft het corresponderend tijdsverschil tussen de signalen die geanalyseerd worden, welke tevens de voortplantingstijd is van de schuifgolf. Let wel dat de cross-correlatie methode een meer consistente methode is in vergelijking met de twee eerder besproken methodes, maar dit enkel zo is in het geval dat de verzonden en ontvangen signalen uit voldoende gelijkaardige frequentiecomponenten bestaan.

Het is voor de hand liggend dat de analyse in het tijdsdomein enige onzekerheden met zich meebrengt door de inherente karakteristieken van de signalen. Een manier om de signalen te analyseren zonder dergelijke beïnvloeding bestaat erin om de sporen te decomponeren in hun frequentie spectra en daarop de analyse toe te passen in het frequentiedomein, zoals hieronder uitgelegd wordt.

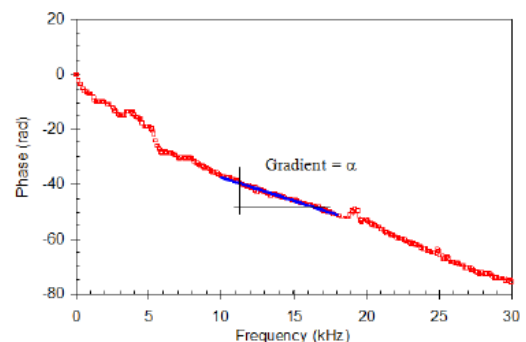
- **Cross-spectrum** [57] , [62]

De implementatie van de cross-spectrum methode in de analyse van de testresultaten van proeven met buigelementen werd eveneens voor het eerst voorgesteld door Viggiani en Atkinson. De cross-spectrale methode is werkzaam in het frequentiedomein van de signalen. De aankomsttijd van de schuifgolf wordt er afgeleid uit het fasediagram.

Figuur 24 stelt een fasediagram voor dat nog niet ontvouwd is. Iedere negatieve helling stelt een ontbrekende cyclus voor. Door de fasegegevens te onderwerpen aan een ontvouwingsproces worden de ontbrekende cycli aangevuld en ontstaat er een monotoon fasediagram zoals te zien in Figuur 25.



Figuur 24: Opgevouwen fasediagram [63]



Figuur 25: Ontvouwd fasediagram [63]

De helling van de lineaire regressielijn die gepast wordt op de datapunten over een interval van frequenties, waarvan aangenomen wordt dat deze gemeenschappelijk zijn aan beide signalen, geeft de zogenaamde groepsreistijd [57]. Er dient opgemerkt te worden dat enige niet-lineariteit van de plot wijst op incompatibiliteit tussen de fase en groepssnelheden.

De klassieke techniek waarbij faseveranderingen gebruikt worden om de reistijd te bepalen, leiden echter onder fysische, materiaal gebonden storingen. Deze kunnen echter vermeden worden door, in plaats van een sinusoidaal impulssignaal, een continu harmonisch signaal te gebruiken. Hierdoor wordt het rechtstreeks aflezen van de reistijd zo goed als onmogelijk, maar er bestaan technieken om deze informatie uit de verkregen data te extraheren. Eén van deze technieken wordt de *method of π – point phase comparison* genoemd en werd voorgesteld door Sachse en Pao [64]. Deze methode werd verder onderzocht en op punt gesteld voor gebruik in proeven met buigelementen door Greening en Nash [62].

- **Meervoudige reflectie methode**

Meervoudige reflecties gedetecteerd met hetzelfde buigelement leveren een simpele, maar robuuste methode op om onzekerheden inzake reistijd en –lengte weg te werken.

De cross-correlatie tussen de eerste waargenomen gebeurtenis $x(t)$ en de tweede gebeurtenis $z(t)$, beiden gedetecteerd met dezelfde omzetter, wordt berekend om zo de reistijd te verkrijgen. De reistijd t_{cc} correspondeert met de piek van de cross-correlatie. Deze methode lost de onzekerheden op wat betreft reistijd- en lengte: de reislangte tussen het eerste en het tweede optreden is namelijk altijd het dubbele van de afstand tussen de twee uiterste platen of $2*(L+2*L_b)$ met L de afstand tussen de toppen van het buigelement en L_b de lengte van één buigelement. De snelheid van de schuifgolf wordt aldus:

$$V_s = \frac{2 * (L + 2 * L_b)}{t_{cc}}$$

Proeven van Santamarina en Lee [55] toonden aan dat de waarde die op deze manier bekomen wordt, overeen komt met punt C op Figuur 22. Dit betekent dat de kleine afwijkingen voor het signaal verwaarloosd kunnen worden.

Als de twee gebeurtenissignalen $x(t)$ en $z(t)$ met dezelfde vervormer opgemeten werden, zal de frequentieresponsie tussen beide $H(\omega) = \text{FFT}[z(t)]/\text{FFT}[x(t)]$ automatisch alle perifere effecten ongedaan maken en is $H(\omega) = H_{\text{grond}}$. Deze meettechniek wordt een *self healing measurement* genoemd en werd uitvoerig beschreven door Fratta en Santamarina [65].

3. Materialen en testmethodes

3.1 Mengselsamenstellingen en vervaardiging

3.1.1 Samenstelling eerste mengsel

De samenstelling van dit mengsel werd gekozen in overeenstemming met de gekende richtwaarden uit de literatuur (zie paragraaf 2.1.3) en na controleproeven op testmengsels. De resultaten van deze controleproeven op de testmengsels worden besproken in paragraaf 4.1. De definitieve samenstelling van het mengsel staat weergegeven in Tabel 2 en staat uitgedrukt als percentage ten opzichte van de totale massa van het mengsel.

Tabel 2: Samenstelling eerste mengsel

	Massapercentage [%]
Water	79,50
Cement (CEM III/b 32,5 N LH HSR LA)	16,00
Bentoniet (Bentosund AU)	4,50

3.1.2 Samenstelling tweede mengsel

De samenstelling van dit mengsel werd gekozen in overeenstemming met de gekende richtwaarden uit de literatuur (zie paragraaf 2.1.3) en na controleproeven op testmengsels. De resultaten van deze controleproeven op de testmengsels worden besproken in paragraaf 4.1. De definitieve samenstelling van het mengsel staat weergegeven in Tabel 3 en staat uitgedrukt als percentage ten opzichte van de totale massa van het mengsel.

Tabel 3: Samenstelling tweede mengsel

	Massapercentage [%]
Water	80,00
Cement (CEM III/b 32,5 N LH HSR LA)	16,00
Bentoniet (CEB 2)	4,00

Een belangrijk verschilpunt tussen beide mengsels ligt in het feit dat er twee verschillende types bentoniet gebruikt werden. Het onderscheid tussen deze twee types wordt verder toegelicht in paragraaf 3.2.3.

3.1.3 Vervaardiging mengsel en proefstukken

De vervaardiging van de mengsels gebeurde in overeenstemming met de richtlijnen uit de literatuur die beschreven staan in paragraaf 2.1.3. Uit de ervaringen die opgedaan werden bij het vervaardigen van de testmengsels, bleek dat een homogene menging met een minimum aan klontering van het cement-bentoniet mengsel verkregen werd bij het vermengen van een bentoniet-water-mengsel en een cement-water-mengsel. Het toevoegen van cementpoeder aan het gehydrateerde mengsel van bentoniet en water bleek de menging moeilijker te maken en leed tot de vorming van klonters in het

mengsel. Omwille hiervan werd er geopteerd voor een vervaardigingsprocedure met twee slurries. De vervaardigingsprocedure zag er als volgt uit:

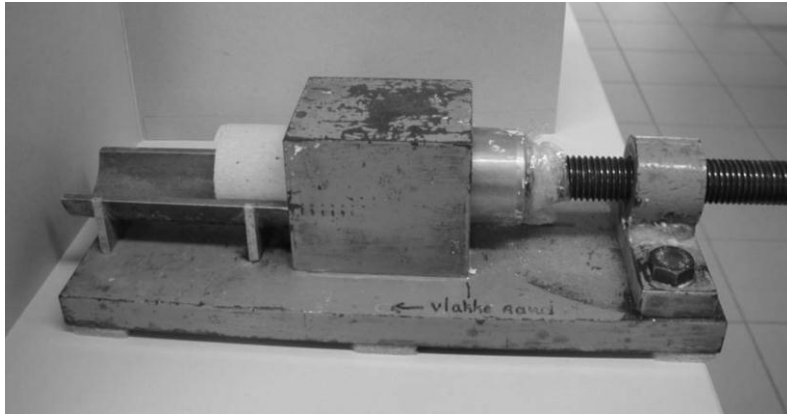
- a) De eerste stap bestond uit het vervaardigen van een oplossing van bentoniet en water. Er werd voor het eerste mengsel een water-cement-factor van 0,40 vooropgesteld voor de cementslurry. Dit resulteerde in een mengsel van bentoniet met water dat voor **5,80%** uit bentoniet bestond. Voor het tweede mengsel werd er een water-cement-factor van 0,50 vooropgesteld voor de cementslurry, resulterend in een bentonietslurry die voor **5,26%** uit bentoniet bestond en voor 94,74% uit water. Het mengen gebeurde met een hoge-snelheids-mixer waarin telkens een maximaal slurryvolume van 750 ml gemengd werd gedurende ca. **7 minuten**.
- b) De bentonietslurries kregen vervolgens **ca. 22 uur** de tijd om te hydrateren in plastieken opslagcontainers. Gedurende deze periode werden de opslagcontainers afgeschermd met plasticfolie ten einde het vochtverlies zoveel mogelijk te beperken.
- c) De cementslurries, met respectievelijke water-cement-factoren van **0,40** en **0,50**, werden gemengd met dezelfde hoge-snelheids-mixer als deze die gebruikt werd voor de bentonietslurry.
- d) Meteen na het mengen van de cementslurry werd deze toegevoegd aan de bentonietslurry en werden beiden vermengd in een lage-energie-mixer gedurende ca. **10 min**. De gebruikte mixer was een Hobart deegmixer (zie Figuur 26) waarbij zowel het toestel als de mengspatel rotaties uitvoeren; respectievelijk 61 en 107 rotaties per minuut.



Figuur 26: De Hobart deegmixer en bijhorende mengspatel [66]

- e) Meteen na het mengen werd de cement-bentoniet-slurry gegoten in de proefvormen: de triaxiaalhulsjes ($\varnothing$ 38 mm en hoogte 85 mm) voor de UCS-proef, de U-vormige mal van het *benchtop bender element*-toestel en de ringvormige mal van de *PermeaBender* ($\varnothing$ 100 mm en hoogte 70 mm). De triaxiaalhulsjes en de mal van de *PermeaBender* werden aan de onderkant voorzien van strak bevestigde plasticfolie en aan de binnenzijde ingesmeerd met vaseline ten einde de ontkisting of extrusie te vergemakkelijken. Na het gieten werd ook de bovenzijde van de monstertjes afgedekt met plasticfolie om verdamping te voorkomen.

- f) De monsters werden bewaard in een ruimte op constante temperatuur (20 ± 2 °C) tot ze klaar waren voor extrusie na **7 dagen** verharding. Voor de extrusie van de triaxiaalhulsjes werd een manueel extrusie-toestel gebruikt, zoals te zien op Figuur 27. Voor de extrusie van de *PermeaBender*-monstertjes werd een elektronisch extrusie-toestel gebruikt, zoals te zien op Figuur 28. Het *benchtop bender element*-monster bleef gedurende de volledige duurtijd van de beproevingen in dezelfde mal en hoefde niet geëxtrudeerd te worden.



Figuur 27: Manuele extrusie UCS-monstertjes



Figuur 28: Elektronisch extrusie-toestel

- g) Na extrusie werden de grondmonsters lichtjes herbevochtigd met gedemineraliseerd water alvorens ingepakt te worden in plasticfolie. Deze ingepakte monstertjes werden eveneens bewaard in een ruimte op constante temperatuur (20 ± 2 °C) tot dat ze voor beproeving gebruikt werden.

3.2 Materialen

3.2.1 Water

3.2.1.1 Aanbevelingen

Het ICE [5] stelt dat het gebruikte water drinkbaar moet zijn, moet voldoen aan de norm BS 3148 en het lokaal geleverd moet kunnen worden. Waar dit niet mogelijk is kunnen andere bronnen aangewend worden op voorwaarde dat de verantwoordelijke ingenieur deze test en goedkeurt. In vele landen, waaronder het Verenigd Koninkrijk, werd het tapwater geschikt bevonden voor gebruik in cement-bentoniet schermwanden. Het water van meren en kleine rivieren is echter vaak onbruikbaar.

Verticale barrières vergen aanzienlijke hoeveelheden water waardoor de watertoelevering een beperkende factor kan worden. Zowel de locatie van de waterbron als de beschikbare stroming en druk moet gespecificeerd worden.

Water dat aanzienlijke hoeveelheden opgeloste zouten bevat kan een degelijke verspreiding van het bentoniet verhinderen. De schaal waarop opgeloste ionen de verspreiding hinderen hangt af van het type en de afkomst van het bentoniet. Zo blijkt dat het bentoniet dat in het Verenigd Koninkrijk hoofdzakelijk wordt gebruikt het meest gevoelig is aan magnesium ionen [5]. Deze hinderen de verspreiding van het bentoniet vanaf concentraties hoger dan 50 mg/liter. Voor calcium is dit vanaf 250 mg/liter. Het is echter moeilijk om enkel op basis van de chemische samenstelling een bepaalde waterbron al dan niet goed te keuren. Indien er enige twijfel bestaat moeten er hydratatieproeven

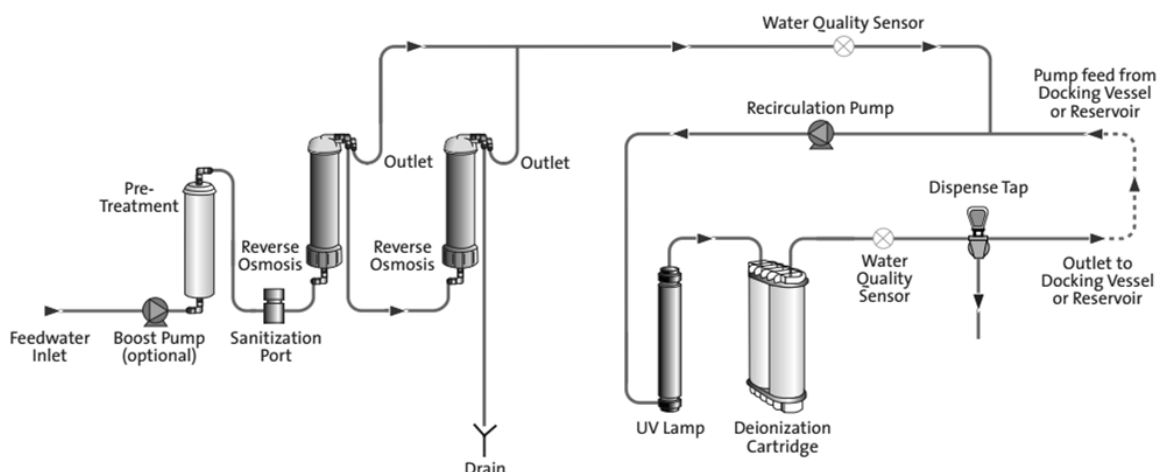
uitgevoerd worden. In dergelijk onderzoek kunnen onder meer de *bleed*, rheologie en *fluid loss* van bentonietmengsels onderzocht worden.

Er moet benadrukt worden dat zuiver water agressief is voor alle cement-gebaseerde materialen. Dit omdat het calciumhydroxide kan logen uit de cementpasta, wat uiteindelijk kan leiden tot de degradatie ervan. Vreemd genoeg blijkt de permeatie met water van cement-bentoniet materialen te leiden tot een reductie van de permeabiliteit en niet tot een toename. De redenen hiervoor zijn vermoedelijk:

- Het logen van calciumhydroxide leidt tot enig verlies aan sterkte. Het gevolg is dat er mogelijk consolidatie kan optreden van het geloogde materiaal wat kan bijdragen tot een reductie van de permeabiliteit.
- De meeste permeanten, waaronder gedistilleerd water, zullen, indien ze in contact komen met de atmosfeer, een zekere hoeveelheid opgeloste koolstofdioxide bevatten of andere carbonaat derivaten. Deze zullen reageren met het calciumhydroxide in het cement-bentoniet tot calciumcarbonaat, een reactieproduct waarvan geweten is dat het de poriën kan blokkeren en de permeabiliteit kan reduceren van beton. Dit zou ook het geval moeten zijn bij cement-bentoniet. Bij gebruik van permeanten die rijk zijn aan koolstofdioxide, zoals lekstromen van storten, is er een aanzienlijke, ogenblikkelijke reductie van de permeabiliteit. Later optredende reacties, zoals onder andere de vorming van oplosbaar calciumbicarbonaat, kunnen leiden tot een toename van de permeabiliteit. Echter, het ogenblik waarop dit begint kan vrij laat na de vervaardiging van het cement-bentoniet optreden. Een schatting van deze tijd kan gemaakt worden door reactiemodellering.

3.2.1.2 Toegepast

Voor beide mengsels werd gedemineraliseerd water van uniforme kwaliteit gebruikt. Het water werd voor gebruik behandeld in een purificatietoestel dat uit een reeks filters bestaat, waaronder een de-ionisatiefilter, omgekeerde osmose en een UV-filter. Het toestel is van het type ELGA PureLab Option-R [67].



Figuur 29: Doorlopen waterzuiveringsproces PureLab Option-R [67]

Na de volledige zuivering doorlopen te hebben kan het water geklasseerd worden als type 2 water volgens ASTM D1193-99e1 [68]. Dit betekent dat de elektrische conductiviteit EC van het water lager is dan 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ en de elektrische weerstand minstens 1 M $\Omega\cdot\text{cm}$ bedraagt.

Tabel 4: Eigenschappen verschillende types water volgens ASTM D1993-99e1 [68]

	Type I	Type II	Type III	Type IV
Electrical conductivity, max, $\mu\text{S}/\text{cm}$ at 298 K (25°C)	0.056	1.0	0.25	5.0
Electrical resistivity, min, M$\Omega\cdot\text{cm}$ at 298 K (25°C)	18	1.0	4.0	0.2
pH at 298 K (25°C)	^A	^A	^A	5.0-8.0
Total organic carbon (TOC), max, $\mu\text{g}/\text{L}$	50	50	200	no limit
Sodium, max, $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50
Chlorides, max, $\mu\text{g}/\text{L}$	1	5	10	50
Total silica, max, $\mu\text{g}/\text{L}$	3	3	500	no limit

3.2.2 Cement

3.2.2.1 Aanbevelingen

Het ICE [5] stelt dat het gebruikte Portland cement moet voldoen aan de Britse norm BS 12:1996 en de hoogovenslak aan BS 6699:1992. De normale specificaties voor zowel Portland cement als hoogovenslak werden opgesteld in functie van de benodigde eigenschappen van beton. Toepassingsdoeleinden zoals SCB worden in deze normen echter niet in beschouwing genomen. Er wordt dus geen rekening gehouden met de typische problemen die in dergelijke toepassingen kunnen optreden, zoals problemen met de rheologie van het slib.

Verder moet er in acht genomen worden dat het cement dat op de werf geleverd wordt, afkomstig kan zijn van verschillende bronnen. Zelfs indien er uitdrukkelijk gesteld werd dat het van een unieke bron afkomstig moest zijn. Dergelijke problemen liggen echter buiten de wil en mogelijkheden van de aannemer en zijn zodus onvermijdelijk en niet uit te sluiten.

3.2.2.2 Gebruikte cementtype

Voor beide mengsels werd hetzelfde type hoogovenslaccement gebruikt: Benor-gekeurde **CEM III/B 32,5 N LH HSR LA** afkomstig van Gaurain en geleverd door *CCB Italcementi Group*. Dit cement, met een nominale sterkte van 32,5 MPa, werd verkregen door het simultaan mengen van Portlandklinker met hoogovenslak en een kleine hoeveelheid calciumsulfaat, die dienst doet als bindingsregulator.

Het cement heeft een lage hydratatiwarmte, die gegarandeerd wordt door de karakteristiek "LH" die voldoet aan de norm NBN EN 197-1. Deze lage hydratatiwarmte laat toe om grote betonmassieven te betonneren met een verlaagd risico op scheurvorming. De chemische reacties bij de hydratatie en verharding van het cement veroorzaken namelijk een niet te voorkomen opwarming van de verse betonmassa met een daaropvolgende geleidelijke afkoeling en volumevermindering: de zogenaamde thermische krimp. Zeer massieve bouwwerken zijn vaak onderhevig aan scheurvorming als gevolg van deze verhinderde thermische bewegingen. De thermische uitzetting, die het gevolg is van de warmteontwikkeling bij het begin van de verharding, wordt geneutraliseerd door de nog

voldoende grote vervormbaarheid van het beton op dat ogenblik, terwijl de krimp veroorzaakt door de latere afkoeling in het reeds minder vervormbare beton, scheuren verwekt [69].

Verder bezit het cement eveneens de karakteristiek “HSR” die voldoet aan de norm NBN 12-108, wat een hoge weerstand tegen sulfaten aangeeft. Sulfaten zijn, van alle agressieve stoffen, de voornaamste vijand van verharde cement, omdat ze voorhanden zijn in tal van natuurlijke milieus zoals zeewater en sommige grondwaters. Van zodra het water meer dan 500 mg SO_4^{2-} per liter bevat, moet het cement er op zichzelf tegen bestand zijn [69].

De karakteristiek “LA” (volgens NBN B12-109) wijst op een beperkt gehalte aan alkalisch materiaal, wat vooral belangrijk is voor betontoepassingen waarbij granulaten gebruikt worden die gevoelig zijn aan alkali-silica-reactie.

In Tabel 5 staan de bestanddelen van het gebruikte hoogovencement weergegeven. Het aandeel in de totale massa van de hoogovenslak (nl. 70%) werd gekozen in overeenstemming met de eerder vooropgestelde vereisten in paragraaf 2.1.2 op pagina 6.

Tabel 5: Bestanddelen gebruikte hoogovencement

Bestanddelen [%]	
Klinker van Gaurain	26,0
Hoogovenslak	70,0
Kalksteen	4,0

In Tabel 6 staat de chemische samenstelling van het gebruikte hoogovencement weergegeven.

Tabel 6: Chemische samenstelling gebruikte hoogovencement

Samenstelling hoogovencement [%]	
SiO_2	29,30
Al_2O_3	8,80
Fe_2O_3	1,20
TiO_2	0,60
MnO	0,30
CaO	47,10
MgO	6,70
SO_3	2,80
K_2O	0,43
Na_2O	0,23
P_2O_5	0,10
S^{2-}	0,67
Cl^-	0,03
Gloeiverlies	2,50

3.2.2.3 Klinker

Portlandklinker is een hydraulisch materiaal dat voor minstens twee derde van de massa moet samengesteld zijn uit tri- en dicalciumsilicaten, respectievelijk $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (of kortweg C_3S) en $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (of C_2S). De rest bestaat uit aluminiumoxide Al_2O_3 (afgekort tot A), ijzeroxide Fe_2O_3 (afgekort tot F) en andere oxiden. De massaverhouding CaO/SiO_2 mag niet kleiner zijn dan 2,0.

In Tabel 7 wordt de chemische samenstelling van de gebruikte klinker weergegeven. De som van C_3S en C_2S is $79,0\% > 66,6\%$ en $\text{CaO}/\text{SiO}_2 = 3,0 > 2,0$.

Tabel 7: Chemische samenstelling klinker

Klinker van Gaurain [%]	
MgO	2,4
C_3S	69,0
C_2S	10,0
C_3A	9,0
C_4AF	7,0

De klinkermineralen C_3S en C_2S zijn de belangrijkste hydraulische verbindingen. Met water vormen ze hydratatieproducten met ongeveer dezelfde gemiddelde samenstelling: $\text{C}_3\text{S}_2\text{H}_3$ of Tobermoriet. Dit cementhydraat is het eigenlijke bindmiddel in beton. Het belangrijkste onderscheid tussen C_3S en C_2S is dat C_3S verantwoordelijk is voor een goede beginsterkte terwijl C_2S pas op langere termijn fundamenteel bijdraagt tot de sterkteontwikkeling [69].

De overige kleimineralen, C_3A en C_4AF , hebben een sterke invloed op de binding van de verse specie, maar dragen weinig bij tot de sterkteontwikkeling. De grondstoffen die aan de basis liggen van deze cementmineralen worden vooral aan het grondstoffenmengsel toegevoegd omdat ze fungeren als smeltmiddelen bij het sinterproces [69].

De calciumsilicaten C_3S en C_2S zijn als kristallen in de klinker aanwezig. De verbindingen C_3A en C_4AF zijn ontstaan uit de smeltfase en bevinden zich als interstitiële fasen tussen de C_3S en C_2S kristallen [69].

3.2.2.4 Hoogovenslak

Gegranuleerde hoogovenslak is een latent hydraulisch materiaal. Dit betekent dat het een materiaal is dat hydraulische eigenschappen bezit wanneer het op de juiste wijze geactiveerd wordt. Het moet voor minstens twee derde van de massa bestaan uit de som van CaO , MgO en SiO_2 (dit is glasachtige slak). De resterende hoeveelheid bevat Al_2O_3 met bovendien kleine hoeveelheden andere oxiden. De massaverhouding $(\text{CaO}+\text{MgO})/\text{SiO}_2$ moet 1,0 overschrijden. In Tabel 8 is duidelijk te zien dat het gebruikte hoogovenslak aan deze voorwaarden voldoet.

Tabel 8: Eigenschappen hoogovenslak

Hoogovenslak	
$(\text{CaO}+\text{MgO})/\text{SiO}_2$	1,4
$\text{CaO}+\text{MgO}+\text{SiO}_2$ [%]	85,3
Andere [%]	13,3

De scheikundige samenstelling van slak verschilt sterk van deze van Portlandklinker en is terug te vinden in Tabel 9. Hoewel dezelfde soort verbindingen voor komen in beide producten, verschillen de verhoudingen aanzienlijk.

Tabel 9: Richtgetallen chemische samenstelling hoogovenslak [69]

Volledige formule	Korte formule	Gewone benaming	Gewichtsverhouding [%]
CaO	C	Kalk	40
SiO ₂	S	Siliciumdioxide	35
Al ₂ O ₃	A	Aluminiumoxide	15
MgO	M	Magnesiumoxide	10

In Portlandklinker is MgO een ongewenste stof omdat ze uitzettingsverschijnselen kan geven in verhard beton. In slak is MgO echter ongevaarlijk en levert het een belangrijke bijdrage in de sterkteontwikkeling, vergelijkbaar met deze van CaO [69].

Al₂O₃ en het daaruit ontstane C₃A spelen in Portlandcement enkel een rol als gangmaker tijdens de binding. Ze leveren vrijwel geen bijdrage in de sterkte. In hoogovencement levert Al₂O₃ echter een belangrijke bijdrage aan de reactiviteit van de slak. Deze reactiviteit bepaalt hoeveel activator, en dus Portlandcementklinker, gebruikt moet worden om een hoogovencement te verkrijgen met de gewenste sterkteontwikkeling [69].

Slak met hydraulische eigenschappen moet een glasachtige structuur bezitten en mag dus bijna geen componenten in kristalvorm bevatten. In glasachtige slak is de kristallisatie-energie geblokkeerd en wordt deze pas bij de hydratatie weer vrijgemaakt. Bij reactie van slak met water verloopt de hydratatie echter zeer langzaam. Men neemt aan dat een dunne, maar zeer dichte laag van hydratatieproducten het slakoppervlak afsluit en verdere hydratatie bemoeilijkt. De hydraulische eigenschappen van de slak zijn dus latent aanwezig en moeten opgewekt worden door activerende stoffen zoals klinker en/of calciumsulfaat, waardoor het gevormde huidje kan doorbroken worden [69].

3.2.2.5 Kalksteen

Wanneer kalksteen gebruikt wordt als hoofdbestanddeel van cement dient het gehalte CaCO₃, berekend aan de hand van het gehalte CaO, groter dan of gelijk te zijn aan 75%. De kalksteen die aanwezig is in het gebruikte hoogovencement voldoet aan deze voorwaarde, zoals te zien in Tabel 10.

Tabel 10: Samenstelling kalksteen

Kalksteen [%]	
CaCO ₃	83,2
Andere	16,8

Kalksteen bezit geen hydraulische of puzzolane eigenschappen. De granulometrie en de fysische kenmerken van kalksteenfiller hebben wel een invloed op bepaalde eigenschappen van cement, zoals op de verwerkbaarheid van het mengsel en de verhouding tussen de begin- en eindsterkte.

3.2.3 Bentoniet

3.2.3.1 Aanbevelingen

Het ICE [5] stelt dat het gebruikte bentoniet-poeder natuurlijk natriumbentoniet, natrium-geactiveerde bentoniet of een ander type bentoniet, waarvan het succesvolle gebruik reeds experimenteel of in de praktijk is aangetoond, moet zijn.

Het bentoniet dat in het Verenigd Koninkrijk gebruikt wordt is bijna steeds een calciumbentoniet dat in de natrium-vorm geconverteerd is met natriumcarbonaat. Het gaat met andere woorden om natrium-geactiveerde bentoniet. In Europa, en in het bijzonder in Duitsland, wordt calciumbentoniet evenzeer als natrium-geactiveerde bentoniet gebruikt voor SCB-schermwanden. Calciumbentoniet verspreidt zich niet op dezelfde manier als natriumbentoniet in het mengsel. Door calciumbentoniet te gebruiken kan de kleihoeveelheid van een slib verhoogd worden, zonder dat dit slib onaanvaardbaar dik wordt. Dit omdat met calciumbentoniet een thixotroop en niet-zettend mengsel verkregen wordt. Hiervoor zijn er echter speciale ontwerpprocedures nodig.

Op dit moment bestaan er geen algemeen aanvaarde specificaties voor het bentoniet dat gebruikt wordt voor SCB-wanden. De DFCP-4 norm van *The Oil Companies Materials Association* (OCMA) wordt dikwijls genoemd, maar omvat slechts een vrij beperkt gamma aan proeven.

Hoewel de herkomst van een bentoniet-poeder gemakkelijker te achterhalen is dan deze van cement, blijft het een natuurlijk materiaal en kunnen er variaties optreden in de eigenschappen. Dit zelfs voor materiaal afkomstig van dezelfde bron, in het bijzonder indien er een aanzienlijk tijdsverschil is tussen twee winningen of indien er een nieuwe groeve geopend werd.

3.2.3.2 Toegepast

Het bentoniet dat voor het eerste mengsel gebruikt werd is een natriumbentoniet van het type *Bentosund AU* (*Laviosa Chimica Mineraria S.p.A.*). In tegenstelling tot het eerste mengsel werd er voor het tweede mengsel een natrium-geactiveerd calciumbentoniet gebruikt van het type *CEB 2*.

De chemische samenstelling van beide types bentoniet staat weergegeven in Tabel 11. De (voor deze thesis) relevante fysische eigenschappen staan in Tabel 12. Uit deze laatste tabel valt meteen op dat zowel de plasticiteitsindex als de *swell index* (of *free swell index*) van het CEB 2 bentoniet veel hoger liggen dan deze van het BentoSund bentoniet. In het domein van de SCB-wanden en de geosynthetische klei-voeringen zijn deze eigenschappen van groot belang daar ze de hydraulische doorlatendheid beïnvloeden [70]. Om die reden kan er gesproken worden van een groot kwaliteitsverschil tussen de twee gebruikte types bentoniet. Hoewel het een natrium-geactiveerd calciumbentoniet betreft, is het CEB 2 bentoniet dus van hogere kwaliteit dan het BentoSund AU natriumbentoniet.

Tabel 11: Chemische samenstellingen Bentosund en CEB 2

	Bentosund [%]	CEB 2 [%]
SiO ₂	56,88	53,70
Al ₂ O ₃	20,40	23,44
Fe ₂ O ₃	4,44	5,96
TiO ₂	0,40	1,06
MnO	0,12	0,02
CaO	2,82	1,92
MgO	3,59	2,43
K ₂ O	0,62	2,90
Na ₂ O	3,17	2,29
P ₂ O ₅	0,07	-
Gloeiverlies	7,49	5,76

Tabel 12: Fysische eigenschappen BentoSund en CEB 2

	BentoSund	CEB 2
Swell index [ml/2g]	16	34
Vloeigrens [%]	378,11	541,99
Uitrolgrens [%]	63,00	67,08
Plasticiteitsindex [%]	315,11	474,91
CEC [meq/100g]	n/a	73

3.2.4 Natriumsulfaatoplossing

3.2.4.1 Gekozen oplossing

In eerdere onderzoeken naar de effecten van sulfaataantasting op mortels en beton, werd een wijd gamma aan verschillende testcondities gebruikt. Naast de afmetingen van de proefmonsters, de temperatuur waarop getest wordt en de concentratie van de gebruikte oplossingen, worden er ook oplossingen met verschillende ionen gebruikt. Veelal worden natriumsulfaat Na₂SO₄ en magnesiumsulfaat MgSO₄ gebruikt. In deze thesis is er geopteerd om de aantasting van SCB door natriumsulfaat te bestuderen. Om de schadeverschijnselen voldoende snel te doen optreden, zodanig dat er bruikbare resultaten waarneembaar zouden zijn binnen de proefperiode van deze thesis, werd een natriumsulfaatoplossing gebruikt van hoge concentratie, namelijk **25 g/l**.

Op de gebruikte natriumsulfaatoplossing werd er eveneens een chemische analyse (zie paragraaf 3.3.6) uitgevoerd, teneinde de nodige referentiewaarden te bekomen. De resultaten van deze analyse staan weergegeven in Tabel 13.

Tabel 13: Chemische analyse natriumsulfaatoplossing

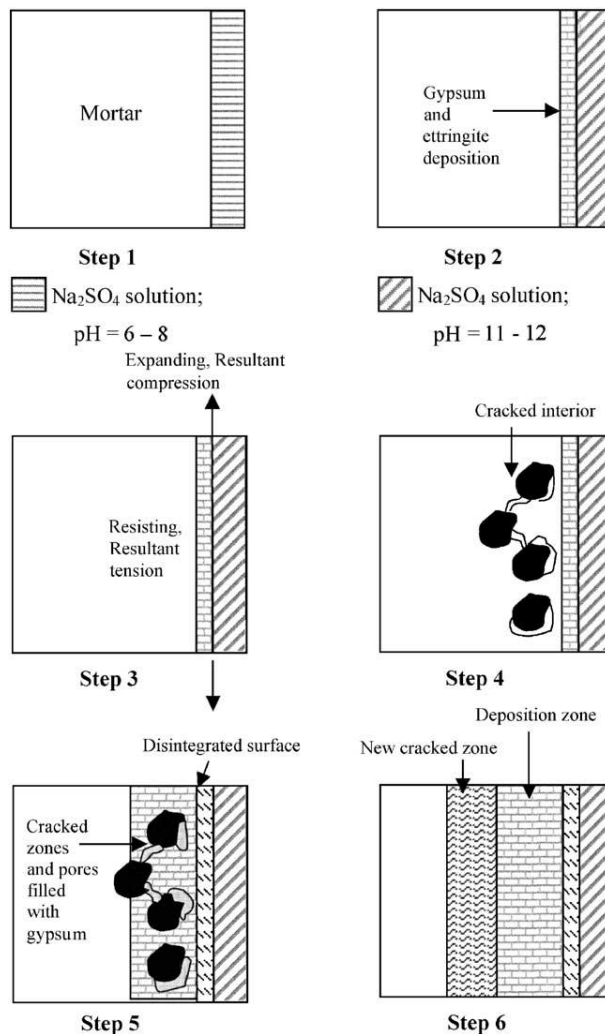
Na ₂ SO ₄ -oplossing 25 g/l	
pH [-]	7,60
Eh [mV]	217
EC [mS/cm]	25,9
Salinity [PSU]	15,7
Temperatuur bij testen [°C]	18,1

3.2.4.2 Schademechanisme

- Aantastingsmechanisme van natriumsulfaat op mortel

Santhanam et al. [71] stelden het aantastingsmechanisme van natriumsulfaat op mortel voor zoals schematisch te zien is op Figuur 30. De eerste stap is de blootstelling van de mortel aan de

natriumsulfaatoplossing, die op dat ogenblik nog een pH heeft van 6 à 8. De pH van de oplossing die in contact is met de mortel zal binnen slechts enkele minuten stijgen tot 11 à 12.



Figuur 30: Aantastingsmechanisme van natriumsulfaat [71]

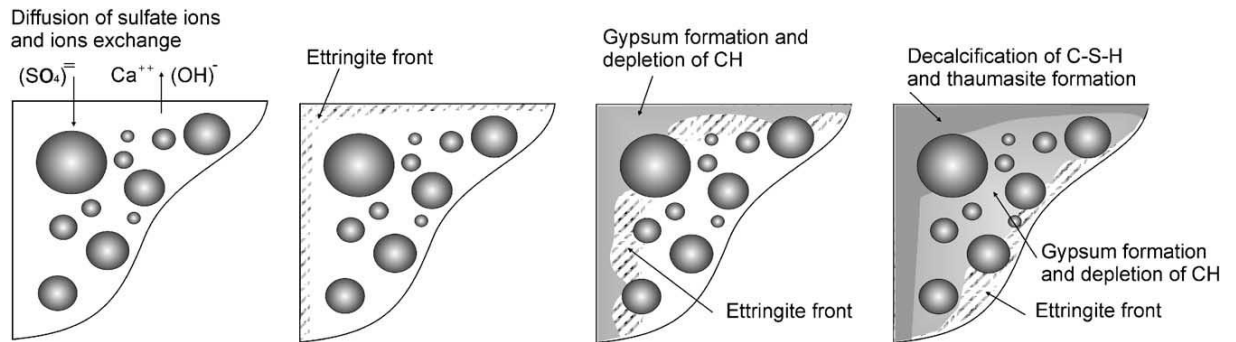
In de volgende stap begint de vorming van zowel gips als ettringiet in de buitenste laag van de mortel, die in contact is met de oplossing. Door het expansieve karakter van het gips en het ettringiet, zal de oppervlaktelaag zich trachten uit te zetten. De mortel die zich onder de oppervlaktelaag bevindt ondergaat geen chemische wijzigingen en verzet zich dus tegen deze uitzetting. Hierdoor ontstaat er een resultante drukkracht in de oppervlaktelaag terwijl de bulk van de mortel onderhevig is aan trekkrachten. Hierdoor ontstaan er scheurtjes in het inwendige van de mortel, zoals te zien is in stap vier. Na verloop van tijd zal de oppervlaktelaag aftakelen door de continue indringing van de natriumsulfaatoplossing.

Wanneer de oplossing de gescheurde zone bereikt heeft, zal deze reageren met de hydratatieproducten wat er toe leidt dat er aantastingsproducten afgezet worden in zowel de cementpasta als de scheuren. Gips zal voornamelijk afgezet worden in de scheuren en poriën omdat deze de beste locaties vormen voor kiemvorming.

Hierdoor ontstaat er, zoals in stap vijf te zien is, een nieuwe zone van afzetting in de mortel. Deze zone probeert vervolgens uit te zetten waardoor er resultante trekkrachten in het inwendige van de mortel ontstaan, die op hun beurt leiden tot nieuwe scheurvorming. De buitenste, ondertussen verweerde laag is bovendien vatbaar voor de vorming van thaumasiet. Dit omdat de sulfaatoplossing in die zone rechtstreeks toegang heeft tot gedecalcificeerd C-S-H en ettringiet.

Dit aantastingsmechanisme stelt dus dat er verschillende zones gevormd worden in de mortel, die zich progressief naar de kern van de mortel voortplanten, tot het monster uiteindelijk breekt. Hierbij is de expansie van de mortel in de beginfase relatief beperkt, kent deze vervolgens een plotse stijging en blijft deze constant (, op het niveau dat na de plotse stijging bereikt werd,) tot er breuk optreedt.

Uitgebreide XRD- en SEM-analyse door Irassar et al. [72] bevestigde het bovenstaande verloop van het aantastingsmechanisme. Bovendien kon er uit de analyses opgemaakt worden dat de ettringietvorming het front vormt van de sulfaataantasting en dat de gips-vorming daarop volgt, zoals weergegeven op Figuur 31.



Figuur 31: Verloop van natriumsulfaataantasting in mortel [72]

In eerste instantie zal het sulfaation SO_4^{2-} , afkomstig van de natriumsulfaatoplossing, reageren met calciumaluminaathydraat C-A-H tot ettringiet. Eenmaal dat het C-A-H opgebruikt is, zal het SO_4^{2-} reageren met Ca^{2+} , die afkomstig is van CH en C-S-H, en gips vormen. Door het consumeren van het calciumion zal CH decomponeren naar de poriën en vervolgens uitlogen. Dit logen veroorzaakt tevens een verdere toename van de porositeit. Eenmaal dat al het CH opgelost is, verdwijnt de beschermende hoge pH en treedt er decalcificatie op van C-S-H. De silica die hierbij vrijkomen kunnen tenslotte reageren met het sulfaation en calciumcarbonaat en zo thaumasiet vormen. In paragraaf 2.2 (op pagina 11 en verder) staan de reactievergelijkingen volledig uitgeschreven

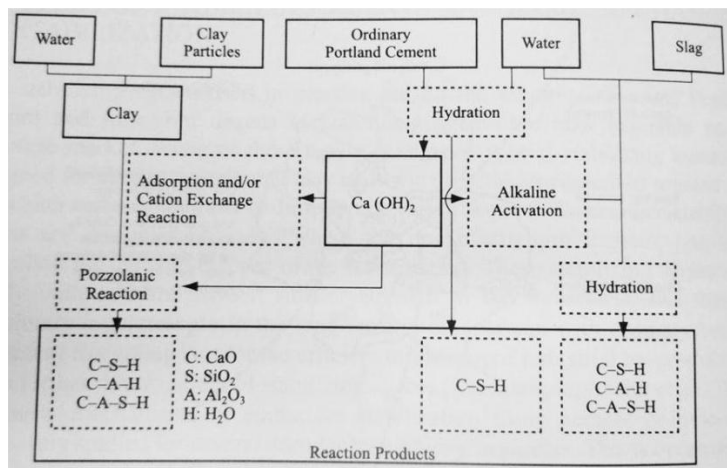
- Aanpassingen in functie van het onderzoek

Een belangrijke randvoorwaarde van het onderzoek is de **temperatuur** waarop de monsters bewaard worden en waarop de sulfaataantasting plaats vindt. De monsters werden bewaard in een kamer op constante temperatuur van 20 ± 2 °C. Dit betekent dat er geen thaumasiet-vorming te verwachten zal zijn. Bensted [73] bevestigde dat thaumasiet-vorming optreedt voor temperaturen onder 15 °C. Bij temperaturen van 20 °C en meer werd er geen thaumasiet-vorming vastgesteld. Ludwig en Mehr [74] stelden vast dat de vorming van ettringiet de bepalende factor is bij temperaturen van 20 °C. De eerste sporen van thaumasiet werden bij deze temperatuur pas vastgesteld na 600 dagen.

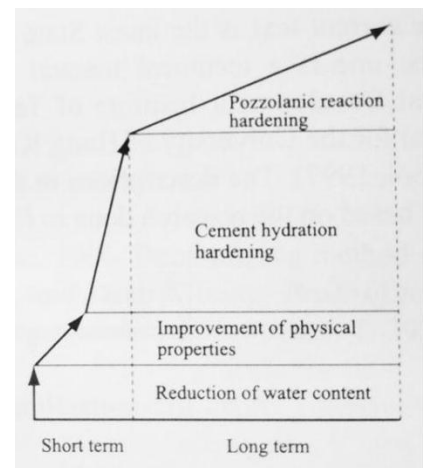
De **aanwezigheid van bentoniet** in een SCB-mengsel zal ervoor zorgen dat het aantastingsmechanisme afwijkingen vertoont ten opzichte van het mechanisme voor 'zuivere' mortel, dat hierboven beschreven werd. Vooreerst zullen de kleimineralen zorgen voor een lagere permeabiliteit dan van een mortel zonder kleimineralen. Hierdoor wordt de penetratie van de sulfaationen in de mortel ingeperkt.

Daarnaast zullen de kleipartikels een bijkomende puzzolane reactie voortbrengen, waarbij CH (of $\text{Ca}(\text{OH})_2$) geconsumeerd wordt. Door deze consumptie van CH zal de vorming van gips gereduceerd worden. Er is immers minder CH beschikbaar voor de gipsvormende reactie. De puzzolane reactie wordt schematisch weergegeven in Figuur 32.

De puzzolane reactie zorgt er ook voor dat de sterkteontwikkeling in de tijd afwijkt van deze van 'zuivere' mortel. Zoals Figuur 33 aangeeft, is de puzzolane reactie een erg trage reactie die nog volop bezig is wanneer de verharding door cementhydratatie zo goed als afgelopen is.



Figuur 32: Situering puzzolane reactie [75]



Figuur 33: Sterkteontwikkeling in de tijd [76]

3.3 Testmethodes

3.3.1 Viscositeitstest met de trechter van Marsh

3.3.1.1 Beschrijving en situering

De viscositeit van het mengsel van bentoniet en water wordt gemeten met de viscositeitstest van Marsh. De proef wordt uitgevoerd volgens de aanbevelingen van het ICE [5]. De verkregen waarde, uitgedrukt in seconden, is een indicatie voor het type pomp dat gebruikt zal moeten worden om de bentonietslurry te verpompen naar de installatie waar deze vermengd zal worden met de betonslurry. Bentonietslurries met Marsh-viscositeitswaarden tussen 30 en 50 seconden kunnen verpompt worden met de waterpompen die onder meer voor boorinstallaties gebruikt worden [19]. Verder kan de viscositeitswaarde gebruikt worden als vergelijkingsmiddel tussen bentonietslurries, op voorwaarde dat deze van dezelfde ouderdom zijn en dezelfde mengprocedure ondergingen.

3.3.1.2 Uitvoering van de proef

Benodigd materiaal

a) Trechter van Marsh (of *Marsh funnel*)

Een trechter van Marsh is gekalibreerd om 946 ml zuiver water met een temperatuur van 21 ± 3 °C) door te laten stromen in $26 \pm 0,5$ seconden. Er wordt een maatbeker gebruikt als recipiënt.

Specificaties

Trechter

Lengte	305mm
Diameter aan de top	152mm
Capaciteit tot bodem van het scherm	1500 ml

Uitstoomopening

Lengte	50,8 mm
Binnendiameter	4,7 mm

Scherf (12 mesh US)

Heeft openingen van 1,6 mm en is bevestigd op 19,0 mm onder de top van de trechter.

b) Maatbeker (946 ml)

c) Chronometer

d) Thermometer (bereik: 0 – 105°C)



Figuur 34: Trechter van Marsh

Procedure

- a) Bedek de uitstroomopening met de vinger en giet de bentoniet suspensie door het scherm in de propere, rechtopstaande trechter. Vul bij tot er vloeistof de bodem van het scherm bereikt.
- b) Neem de vinger weg en start de chronometer. Meet de tijd die nodig is opdat het slib de maatbeker zou vullen tot aan de maatstreep op één vierde van de top van de beker.
- c) Meet de temperatuur van het slib in °C.
- d) Noteer de tijd (afgerond tot de meest nabije seconde) als zijnde de Marsh trechter viscositeit.

3.3.2 Bleed-test

3.3.2.1 Beschrijving en situering

Van het SCB-mengsel wordt verwacht dat het stabiel is en een minimum aan segregatie vertoont. Dit houdt in dat de vaste stoffen niet neerslaan en dat er geen significante hoeveelheid vrij water (*bleed*) aan het oppervlakte ontstaat. Elke vorm van *bleeding* resulteert in een verlies aan bruikbaar volume van het mengsel. Excessief *bleed*-gedrag kan wijzen op een instabiel mengsel.

Daarnaast kan ook de stabiliteit van de sleuf, waarin het SCB-scherm zich bevindt, in het gedrang komen indien er teveel *bleeding* optreedt. Dit is een probleem waarvoor nauwlettend uitgekeken moet worden indien de oppervlaktelagen van de grond, in de directe omgeving van de SCB-wand, doorlatend zijn. In dit geval kan het *bleed*-water snel wegvloeien langs de rand van de pas-gegoten wand, wat tot instabiliteit van de sleuf kan leiden.

In gronden waarbij de oppervlaktelagen minder doorlatend zijn, zal het optreden van *bleed* opvallender zijn daar het accumulerende water bovenop het vaste gedeelte van de SCB-wand trager zal wegvloeien. Het al of niet visueel vaststellen van *bleed* op de werf is aldus geenszins een indicatie voor een goed, stabiel mengsel.

Bij het onderzoeken van *bleed*-problemen bij een zeker mengsel moet er rekening gehouden worden met tal van factoren waaronder: de hoeveelheid *bleed* die in laboproeven optreedt, de

drainagecondities aan de zij- en onderkant van de sleuf en de consolidatiespanningen die optreden in het mengsel onder eigengewicht. *Bleed* is eveneens een vrij traag optredend verschijnsel, wat er toe kan leiden dat het voortijdig stopt, voor dat de volledige *bleed*-capaciteit bereikt is, in diepe schachten door het verharden van het mengsel.

3.3.2.2 *Uitvoering van de proef*

Het SCB-mengsel wordt meteen na het mengen zorgvuldig in een (plastieken) maatcilinder gegoten tot een volume van 1000 ml. Hierbij moet er op gelet worden dat er geen luchtballen in de massa ingesloten zijn. De maatcilinder wordt afgedekt met een membraan om evaporatie te voorkomen. Dit is te zien op Figuur 35.

Vervolgens krijgt het mengsel 24 uur rust. Na deze 24 uren rust moet er vastgesteld worden welk volume er ingenomen wordt door vast materiaal. Om aan de ICE richtlijnen [5] te voldoen moet het volume vast materiaal minimaal 980 ml innemen.



Figuur 35: *Bleed*-test op drie verschillende proefmengsels

3.3.3 Vrije prismaproeven

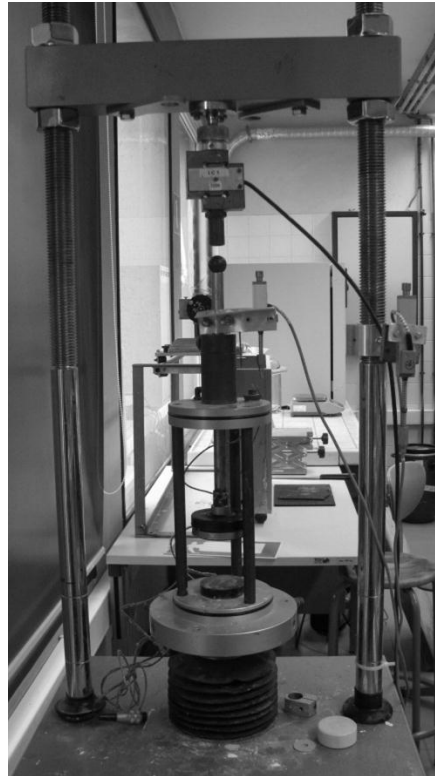
3.3.3.1 *Beschrijving en situering*

Vrije prismaproeven zijn vervormingsgestuurde proeven die gebruikt worden ter bepaling van de druksterkte van cohesief materiaal. Het proefstuk wordt belast in compressie, zonder toepassing van zijdelingse steundruk (m.a.w. $\sigma_1 \neq 0$ en $\sigma_3 = 0$), tot bezwijken of tot er 15% vervorming optreedt. Het resultaat van de proef is de q_u -waarde of UCS (*unconfined compressive strength*) van het gecementeerde grondmonster, of de maximale spanning die het gecementeerde grondmonster kan weerstaan alvorens het bezwijkt.

Tijdens de proef wordt de vervorming [mm] uitwendig gemeten met behulp van een lineair variabele differentiaaltransformator, kortweg LVDT. Dit is een sensor waarmee lineaire verplaatsingen opgemeten kunnen worden. Daarnaast wordt ook de belasting, in [N], geregistreerd tijdens de proef.

De bezweken grondmonsters worden nadien nog gebruikt ter bepaling van het watergehalte. De watergehaltebepaling verloopt in overeenstemming met ASTM D2216-98 [77].

De bedoeling van deze proef, binnen het kader van deze thesis, is het opvolgen van de sterkte- en stijfheidsevolutie in functie van de tijd van de referentie grondmonsters. Deze werden bewaard in een omgeving op 20 °C met een relatieve vochtigheid van 100% en zonder permeante vloeistof.



Figuur 36: Opstelling vrije prismaproef

3.3.3.2 Vervormingssnelheid

De aanbeveling van ASTM D2166-00 [78] stelt dat de vervormingssnelheid tussen 0,5 % en 2 % per minuut moet liggen. Overigens dient de vervormingssnelheid zo gekozen te worden dat de totale duur van de proef niet langer duurt dan 15 minuten. Er wordt eveneens aangeraden om stijvere materialen, die een bros breukgedrag vertonen, te beproeven tegen een lagere vervormingssnelheid. Slappere materialen, die grote vervormingen vertonen bij breuk, worden best tegen een grotere vervormingssnelheid beproefd.

De gebruikte grondmonsters hebben een hoogte van ± 80 mm. De vervormingssnelheid moet dus tussen 0,4 en 1,6 mm/min liggen om in overeenstemming met ASTM D2166-00 [78] te zijn. Het ICE [5] werkt volgens de norm BS 1377:1990, waarin een vervormingssnelheid van 0,1% per minuut aanbevolen wordt. Deze aanbeveling zou een vervormingssnelheid van 0,08 mm/min vergen. Uitgaande van deze aanbeveling en de verwachting dat het materiaal zich bros gedraagt, werd een vervormingssnelheid gekozen die de ondergrens van het toelaatbaar interval van het ASTM benadert: namelijk 0,5 mm/min.

3.3.3.3 Verwerking resultaten

Voor de correcte berekening van σ_c moet er een correctie toegepast worden op de grootte van het belaste oppervlak. Er wordt aangenomen dat het materiaal volumevast is.

Vooreerst wordt de axiale rek bij een gegeven belasting ϵ_1 berekend tot op 0,1 %:

$$\epsilon_1 = \Delta L / L_0$$

hierbij is:

ΔL = lengteverandering van het proefmonster, zoals opgemeten met de vervormingsmeter [mm];
 L_0 = initiële lengte van het proefmonster [mm].

Vervolgens kan de gemiddelde oppervlakte van de doorsnede als volgt bepaald worden:

$$A = \frac{A_0}{1 - \epsilon_1}$$

waarbij:

A_0 = initiële gemiddelde oppervlakte van de doorsnede van het monster [mm²].

Tenslotte kan de drukkracht voor een gegeven belasting σ_c berekend worden:

$$\sigma_c = P / A$$

waarbij:

P = aangebrachte belasting [kPa].

3.3.4 Doorlatendheidsbepaling met afnemend hoogteverschil

3.3.4.1 Proefprocedure

Voor doorlatendheidsbepalingen met een afnemend hoogteverschil wordt een zogenaamde *falling head permeameter* gebruikt. De proefprocedure verloopt in overeenstemming met de norm ASTM D 5084-03 “*Standard test methods for measurement of hydraulic conductivity of saturated porous materials using a flexible wall permeameter*” [79]. Deze testmethode wordt in laboratoria aangewend voor het meten van de hydraulische conductiviteit van verzadigde poreuze materialen, omsloten met een flexibel membraan en bij temperaturen tussen 15 en 30 °C.

Binnen de eerder genoemde ASTM-norm valt de gebruikte testmethode onder de noemer “*Falling-head test with increasing tailwater pressure*”. Er worden betrouwbare resultaten verkregen met deze methode bij monsters met een hydraulische conductiviteit die lager is dan 1×10^{-6} m/s. Voor monsters met hogere permeabiliteit wordt een test met constant hoogteverschil (*constant head*

permeameter) aanbevolen, in overeenstemming met ASTM D 2434 "Test method for permeability of granular soils (constant head)".

De testmethode veronderstelt dat er eendimensionale, laminaire stroming van het water optreedt doorheen de beproefde rots- of grondmonsters. Er wordt eveneens aangenomen dat de wet van Darcy geldig is en dat de hydraulische conductiviteit, in essentie, onafhankelijk is van de hydraulische gradiënt. De wet van Darcy stelt:

$$q = -K * i$$

waarin:

- q = het specifieke debiet [m^3/s];
- K = de doorlatendheidscoëfficiënt van de onderzochte grond [m^3/s];
- i = het verhang [-].

Bij een doorlatendheidsbepaling met afnemende waterhoogte verandert het debiet q met de tijd. De flux in het grondmonster is op ieder ogenblik evenredig met het hoogteverschil h . De veranderingssnelheid van het volume van het doorgestroomde water kan als volgt uitgedrukt worden:

$$\frac{dV}{dt} = -K * h * A/L$$

Ten gevolge van de doorstroming daalt echter ook de hoogte van het waterniveauverschil in de standbuis. De volumeverandering is uit te drukken als een functie van de verandering van de niveauhoogte.

$$dV = a * dh$$

Uit deze twee vergelijkingen kan volgende betrekking opgesteld worden:

$$\frac{dh}{h} = \frac{-K * A * dV * dt}{a * L * dV} = \frac{-K * A * dt}{a * L}$$

Integratie van deze betrekking geeft:

$$K = \frac{a_1 * L}{A * (t_2 - t_1)} * \ln \frac{h_1}{h_2}$$

waarbij:

- h_1 = beginhoogteverschil van het waterniveau [m];
- h_2 = eindhoogteverschil van het waterniveau [m];
- L = lengte van het grondmonster [m];
- A = oppervlakte dwarsdoorsnede van het grondmonster [m^2];
- a_1 = oppervlakte dwarsdoorsnede van het reservoir met het influent [m^2];
- $t_2 - t_1$ = tijdverschil tussen begin en einde van de meting [s].

Voor testmethodes waarbij de druk op het uitgangsreservoir toeneemt in de tijd (ten gevolge van de doorstroming) volstaat het echter niet om enkel de oppervlakte van de dwarsdoorsnede van het reservoir met het influent a_1 te beschouwen. Deze term moet vervangen worden door:

$$a_1 \rightarrow \frac{a_{in} * a_{out}}{a_{in} + a_{out}}$$

met:

- a_{in} = oppervlakte van het reservoir met influent (of instromende vloeistof) [m²];
- a_{out} = oppervlakte van het reservoir met effluent (of uitstromende vloeistof) [m²].

Voor het geval waarbij $a_{in} = a_{out} = a$ wordt volgende vergelijking verkregen:

$$K = \frac{a * L}{2 * A * \Delta t} * \ln\left(\frac{h_1}{h_2}\right)$$

3.3.4.2 Materiaal

De doorlatendheidsproef werd uitgevoerd in een ruimte met gecontroleerde temperatuur van 20 ± 2 °C op monsters die in de testopstelling gemonteerd werden na zeven dagen verharding (zoals beschreven in paragraaf 3.1.3). Naast water moesten ook sulfaatoplossingen gebruikt kunnen worden als permeante vloeistof. Daarom werden er zowel voor het influent als voor het effluent zogenaamde *bladders* gebruikt die door middel van een membraan afgeschermd zijn van het drukpaneel. De *inlet bladder* bevat het gedemineraliseerd water of de natriumsulfaatoplossing waarmee het monster gepermeëerd wordt. Deze *bladder* wordt bij aanvang van de proef gevuld met permeant en tijdens het verder verloop van de proef telkens weer bijgevuld. De *outlet bladder* dient om het water, dat door het monster is gedrongen, op te vangen. Deze bladder is leeg op het moment dat de proef gestart wordt en wordt doorheen het verloop van de proef regelmatig leeg gemaakt. De vloeistof die hierbij uit de bladder gehaald wordt, wordt bewaard en gebruikt voor verdere (chemische) beproeving.

Het hoogteverschil h wordt gecreëerd met behulp van het drukpaneel. Naast een fysiek hoogteverschil tussen de standpijp verbonden met de ingaande vloeistof en deze verbonden met de uitgaande vloeistof, biedt het drukpaneel de mogelijkheid om verschillende, bijkomstige drukken aan te brengen aan de in- en uitgang. Deze drukken werden telkens gekozen afhankelijk van de gemeten hydraulische conductiviteit en in overeenstemming met ASTM D 5084-03 om een zekere hydraulische gradiënt te verkrijgen. De aangewezen maximale hydraulische gradiënten voor zekere K-waarden worden weergegeven in Tabel 14.

Tabel 14: Aangewezen maximale hydraulische gradiënten in functie van K volgens ASTM D 5084-03

Hydraulische conductiviteit [m/s]	Aangewezen maximale hydraulische gradiënt
1×10^{-5} à 1×10^{-6}	2
1×10^{-6} à 1×10^{-7}	5
1×10^{-7} à 1×10^{-8}	10
1×10^{-8} à 1×10^{-9}	20
Minder dan 1×10^{-9}	30

Door druk aan te brengen op de vloeistof rondom het grondmonster (=backpressure) werd een isotrope effectieve spanning aangebracht op het monster. De eerste 14 dagen bedroeg de effectieve spanning 2,2 Psi $\approx$ 15 kPa. Na deze eerste 14 dagen werd de effectieve spanning opgevoerd tot 4,45 Psi $\approx$ **30 kPa**. Deze spanning werd in het volledige vervolg van de proef aangehouden.

3.3.5 Bepalen maximale glijdingsmodulus met buigelementen

Er worden per mengsel telkens twee verschillende toestellen gebruikt om de G_0 te monitoren. In het ene toestel zijn er enkel buigelementen aangebracht en wordt het grondmonster enkel met water verzadigd. Het andere toestel is een gecombineerd toestel waarin, naast de G_0 , ook de permeabiliteit van het monster kan gemonitord worden. Dit laatste toestel wordt daarom toepasselijk 'PermeaBender' genoemd; een omschrijving die eerder al gebruikt werd door Verástegui en Di Emidio [80].

Beide toestellen hebben het grote voordeel dat het om niet-destructieve testmethodes gaat. Er dient, per toestel, slechts één enkel monster aangemaakt te worden om de stijfheidsevolutie doorheen de tijd op te volgen.

3.3.5.1 Benchtop bender element-toestel

Deze proefopstelling is gebaseerd op de 'Freshcon', een toestel dat in oorsprong aan de Universiteit van Stuttgart ontwikkeld werd door Reinhardt en Grosse [81] met de bedoeling om de stijfheidsontwikkeling van mortels en beton te monitoren.

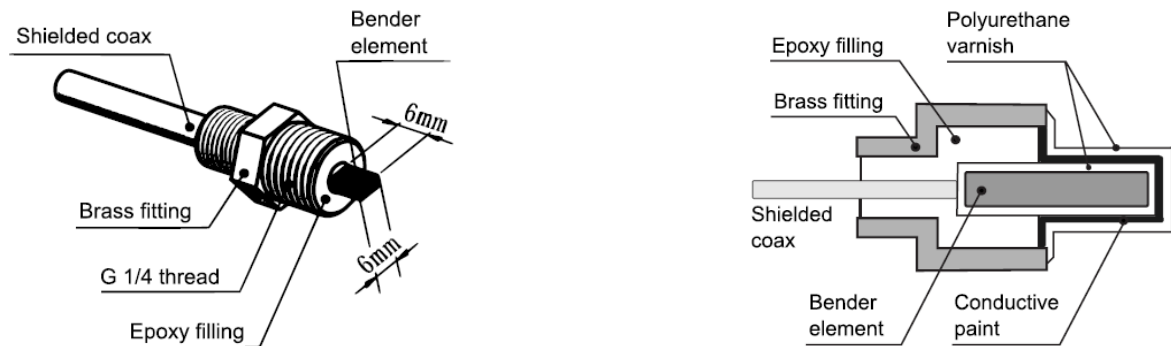
Deze proefopstelling werd eerder al met succes aangewend voor het opvolgen van de stijfheidsevolutie van gecementeerde kaolinetklei door D. Snoeck [66] en Verástegui et al. [41]. Figuur 37 toont een duidelijke foto van de gebruikte proefopstelling.



Figuur 37: Benchtop bender element-toestel

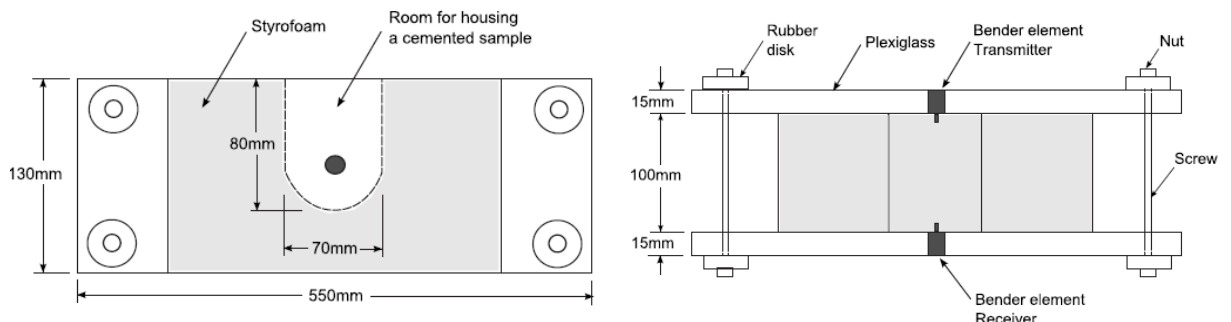
De buigelementen die in deze proefopstelling gebruikt werden zijn van het type T220-A4-203x (*Piezo Systems, Inc.*). Ze hebben een lengte van 12 mm, een breedte van 6 mm en een dikte van 0,5 mm (zie Figuur 38). Er werden elementen in serie gebruikt voor de zender en de ontvanger. Deze werden

bekabeld en kregen een coating bestaande uit verschillende lagen polyurethaanvernis zodanig dat deze waterbestendig zouden zijn. Het buigelement en de bekabeling werden gemonteerd in een koperen huls. De elementen werden vastgezet in de huls door alle resterende openingen op te vullen met epoxy. Om een aarding te voorzien werd een laag geleidende verf aangebracht rond het buigelement die in contact was met de huls, die op zijn beurt geaard was. Bovenop deze verflaag werd een afwerkingslaag polyurethaanvernis aangebracht ter verdere bescherming. De effectieve lengte van het buigelement, dat buiten de huls uitsteekt, bedroeg 6 mm.



Figuur 38: Opbouw piëzo-elektrisch buigelement [41]

Het toestel zelf bestaat uit twee polymethyl methacrylaat platen (500 x 130 x 15 mm³) die een U-vormige, rubberen mal omsluiten. De U-vormige opening dient om het monster in aan te brengen. De buigelementen (zowel de zender als de ontvanger) worden tegenover elkaar en in elkaars' verlengde vastgemaakt in het plexiglas. Alle onderdelen worden samengehouden gebruik makend van vier lange schroeven die aan beide kanten worden vastgemaakt met bouten die rusten op rubberen rondellen. Deze laatste worden aangebracht om te voorkomen dat de trillingen zich doorheen het apparaat zelf zouden kunnen voortplanten.

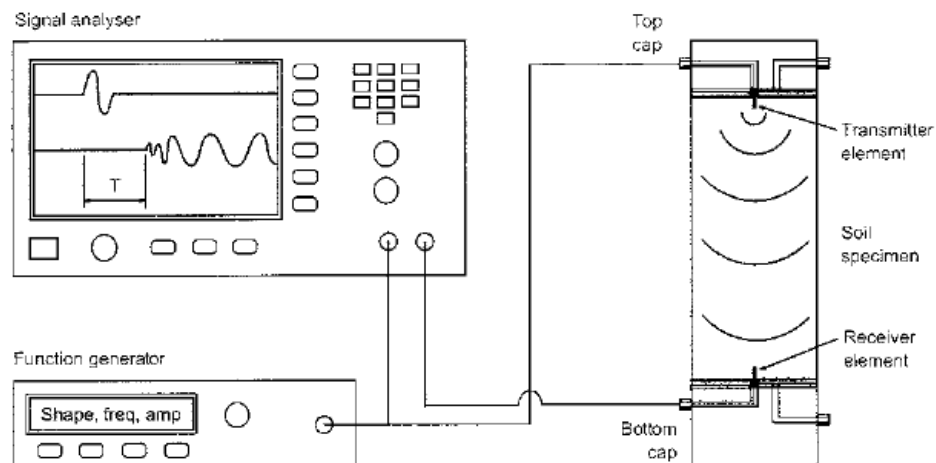


Figuur 39: Opbouw benchtop bender element-toestel [41]

Bij het opstarten van deze proef wordt het verse, nog vloeibare mengsel van cement-bentoniet in de rubberen U-vormige mal gegoten. Om het watergehalte op peil te houden en om te voorkomen dat het monster zou krimpen ter hoogte van de buigelementen, wordt aan de bovenzijde van het monster een laagje water voorzien. Daarbovenop wordt het monster afgeschermd met plasticfolie. Het monster wordt tijdens de volledige looptijd van de proef bewaard in een ruimte met gecontroleerde temperatuur van 20 ± 2 °C.

Een schematische voorstelling van het werkingsprincipe van deze opstelling is te zien op Figuur 40. Er wordt een signaal met een zekere frequentie gegenereerd door de functie generator. In werkelijkheid gaat het om een signaal dat via de geluidskaart van de computer gegenereerd wordt en

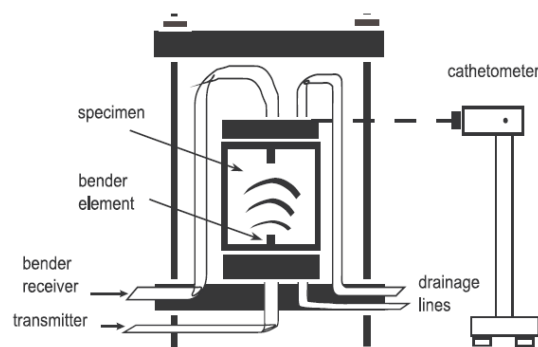
via een versterker naar één van de buigelementen loopt. Dit signaal wordt, alvorens het buigelement te bereiken, ook afgekoppeld naar een oscilloscoop die het verloop van het ingangssignaal registreert. Het betreft een USB oscilloscoop van het type *PicoScope* (*Pico Technology*). Het signaal wordt door het buigelement omgezet in een trilling. De S-golven die zich doorheen het monster, in horizontale richting voortplanten, worden ontvangen door het buigelement aan de overstaande zijde. Dit laatste buigelement zet de opgenomen vervorming om in een signaal dat verstuurd wordt naar de oscilloscoop. Deze registreert dus ook het verloop van het uitgangssignaal. Met behulp van beide geregistreerde signalen kan de glijdingsmodulus bepaald worden met één van de methoden beschreven in paragraaf 2.3.4.



Figuur 40: Schematische voorstelling *benchtop bender element*-proefopstelling [41]

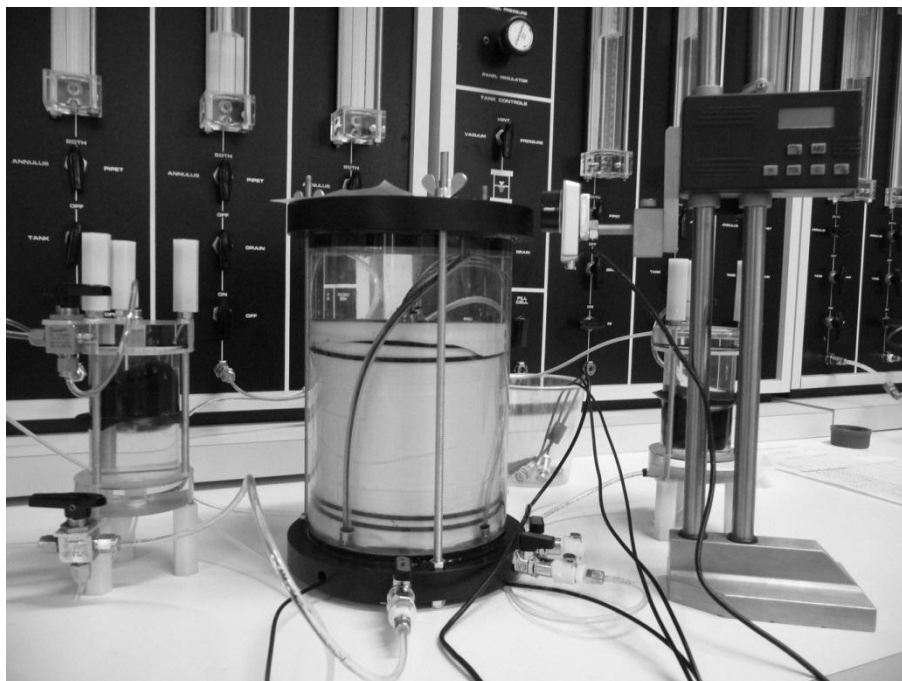
3.3.5.2 *PermeaBender*

De *PermeaBender* is een combinatietoestel waarbij buigelementen aangebracht werden in een permeabiliteitscel met flexibel membraan (zie Figuur 41 en Figuur 42). Hierdoor biedt deze opstelling de mogelijkheid om zowel de hydraulische eigenschappen als de glijdingsmodulus van het cement-bentoniet-monster op te volgen. De doorlatendheidsproef staat beschreven in paragraaf 3.3.4. Voor de bepaling van de glijdingsmodulus werden identieke buigelementen gebruikt zoals voor de *benchtop bender element*-proef, namelijk van het type T220-A4-203x (*Piezo Systems, Inc.*). Na de plaatsing van deze buigelementen dient de effectieve uitkragende lengte opgemeten te worden. Het werkingsprincipe komt echter volledig overeen met hetgeen in paragraaf 3.3.5.1 beschreven staat.



Figuur 41: *PermeaBender* proefopstelling

Om de verandering van de grootte van het monster door sulfaataantasting op te volgen werd de hoogte van het monster gemeten met behulp van een cathetometer.



Figuur 42: Foto werkelijke PermeaBender proefopstelling met cathetometer

3.3.6 Chemische analyse

Zoals eerder vermeld werd de uittredende vloeistof uit de doorlatendheidsproef bewaard voor verdere chemische analyse. Tot deze analyse behoorden onder meer het bepalen van de pH en de elektrische conductiviteit of EC.

3.3.6.1 pH-metingen

De pH van het effluent werd opgemeten met behulp van een pH-meter en een verwerkingsstation van het type *Schott CG 840* (zie Figuur 43). De pH-meter is opgebouwd uit een pH-gevoelige glaselektrode en een zilver/zilverchloride-elektrode waartussen het potentiaalverschil wordt opgemeten. De zilver/zilverchloride-elektrode is hierbij de referentie-elektrode en heeft een potentiaal die vast ligt, terwijl het potentiaal van de glaselektrode afhankelijk is van de concentratie H^+ in de geteste oplossing. De omzetting van elektrode-spanning naar een zekere pH-waarde gebeurt volgens de wet van Nernst. De glaselektrode-spanning is echter temperatuurafhankelijk. Omwille hiervan is het toestel eveneens uitgerust met een thermometer zodat het aan temperatuurcompensatie kan doen: het toestel compenseert automatisch voor de verandering van het spanningsverschil per pH-eenheid bij verschillende temperaturen.

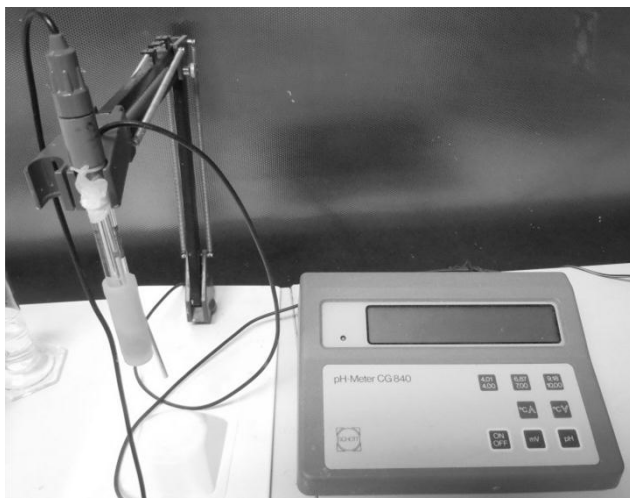
3.3.6.2 Elektrische conductiviteit

De elektrische conductiviteit is een maat voor het vermogen van een vloeistof om een elektrische stroom te geleiden en is afhankelijk van de concentratie van de ionen (hoe hoger de concentratie, hoe hoger de EC), van de soort ionen (hoe hoger de specifieke conductiviteit en valentie, hoe hoger de EC) en van de temperatuur van de vloeistof (hoe hoger, hoe hoger de EC).

De EC werd bepaald met een EC-meettoestel van het type *WTW inoLab Cond 720* (zie Figuur 44) dat eveneens aan temperatuurcompensatie doet.

De elektrische conductiviteit is tevens een maat voor de saliniteit van de onderzochte vloeistof: hoe hoger de EC, hoe meer zout er in de oplossing aanwezig is. In deze thesis wordt de elektrische conductiviteit, zoals toepasselijk is voor waterachtige vloeistoffen, uitgedrukt in micro-Siemens per centimeter $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Hetzelfde meettoestel is eveneens in staat om de saliniteit uit te drukken volgens de praktische saliniteitsschaal welke de conductiviteit van de geteste vloeistof uitdrukt in verhouding tot deze van een standaard kaliumchlorideoplossing. Hoewel deze verhouding een dimensieloos getal oplevert wordt vaak de term PSU gehanteerd als eenheid.



Figuur 43: Meettoestel pH



Figuur 44: Meettoestel EC

4. Resultaten en bespreking

4.1 Controleproeven

In een eerste fase van het onderzoek werd er geopteerd voor de vervaardiging van testmengsels. Deze mengsels moesten enerzijds een duidelijk beeld scheppen over de verwerkbaarheid van de gekozen mengselsamenstellingen en anderzijds dienden ze als indicatie voor de manier waarop de toekomstige mengsels verwerkt zouden moeten worden.

De controleproeven op de finaal gekozen mengsels moeten eveneens een beeld schetsen van de verwerkbaarheid. De verkregen cijferwaarden dienen als mogelijke referentie bij het nadien reproduceren van gelijkaardige mengsels.

4.1.1 Controleproeven eerste mengsel

Ter voorbereiding van het eerste mengsel (, met 4,5% bentoniet van het type BentoSund,) werden drie verschillende oplossingen van water en bentoniet gemaakt met een massaverhouding van bentoniet ten opzichte van water van 5%, 7% en 9%. Na 24 uur hydratatie werd zowel de viscositeit als de massadichtheid van deze oplossingen bepaald. De resultaten staan weergegeven in Tabel 15.

Tabel 15: Resultaten controleproeven op testmengsels (eerste mengsel)

Bentoniet / Water [%]	Viscositeit van Marsh [s]	Massadichtheid [kg/m ³]
5	30,96	1024,06
7	37,44	1039,44
9	55,96	1050,56

Deze resultaten gecombineerd met de visuele observatie van de mengsels wezen er op dat elk van deze mengsels in de praktijk gemakkelijk te verpompen is. Voor de mengsels met verhoudingen van 5% en 7% kan zelfs een klassieke waterpomp aangewend worden. Ter vergelijking: de viscositeit van water bij eenzelfde temperatuur als dat van de geteste monsters (nl. 20,7 °C) bedraagt 26 seconden. Visueel kon er ook geen *bleeding* vastgesteld worden.

Samen met de gegevens uit de literatuur speelden de lage viscositeitsresultaten mee in de keuze van de samenstelling van het eerste mengsel (zie Tabel 2). De bentonietslurry van dit mengsel, die na hydratatie vermengd werd met de cementslurry, had een verhouding van bentoniet ten opzichte van water van **6,16%**. Ter controle werd de viscositeit van het mengsel gemeten. Deze bedroeg **36,56 seconden**. Voor waterpompen van boorinstallaties wordt vaak een bovengrens aan de viscositeit opgelegd van 50 seconden [19]. Deze bentonietslurry is aldus verpompbaar met dergelijke installaties.

Meteen na het vermengen van de bentonietslurry met de cementslurry werd een maatcilinder van 1000 ml gevuld met het verse SCB-mengsel ten einde de **bleeding-test** uit te kunnen voeren. Na 24 uur rust bleek het vaste volume **925 ml** in te nemen. Deze waarde ligt onder de aanbevolen waarde van 980 ml die in paragraaf 3.3.2 gespecificeerd werd. Deze afwijkende waarde lag mede aan de basis voor het maken van een tweede mengsel.

4.1.2 Controleproeven tweede mengsel

De voorbereiding van het tweede mengsel (, met 4% bentoniet van het type CEB 2,) werd aangepast om te voorkomen dat er, zoals in het eerste mengsel, excessief *bleeding*-gedrag zou optreden van het finale mengsel. Daarom werden er proefmonsters gemaakt van verschillende SCB-mengsels waarvan het *bleeding*-gedrag, de massadichtheid en de UCS onderzocht werden. De resultaten staan weergegeven in Tabel 16.

Tabel 16: Resultaten controleproeven op testmengsels (tweede mengsel)

Nr.	Water [massa%]	Bentoniet [massa%]	Cement [massa%]	Bleeding op 1000 ml [ml]	Massadichtheid [kg/m ³]	UCS op 6 dagen [kPa]
M1	80,33	3,50	16,17	995	1135,98	58,75
M2	79,50	4,50	16,00	1000	1138,13	64,16
M3	78,67	5,50	15,83	1000	1179,32	57,84

Uit bovenstaande resultaten blijkt dat enkel het mengsel dat het minste bentoniet en het meeste cement bevat *bleeding* vertoont. De beste UCS-waarde werd bekomen met het mengsel bestaande uit 4,50% bentoniet. Uit de visuele observatie bleek dat de vloeibaarheid veel lager was dan van het eerste mengsel, wat toe te schrijven is aan het gebruikte type bentoniet. Omwille van deze bijkomende reden werd een samenstelling gekozen met 4% bentoniet zoals weergegeven staat in Tabel 3.

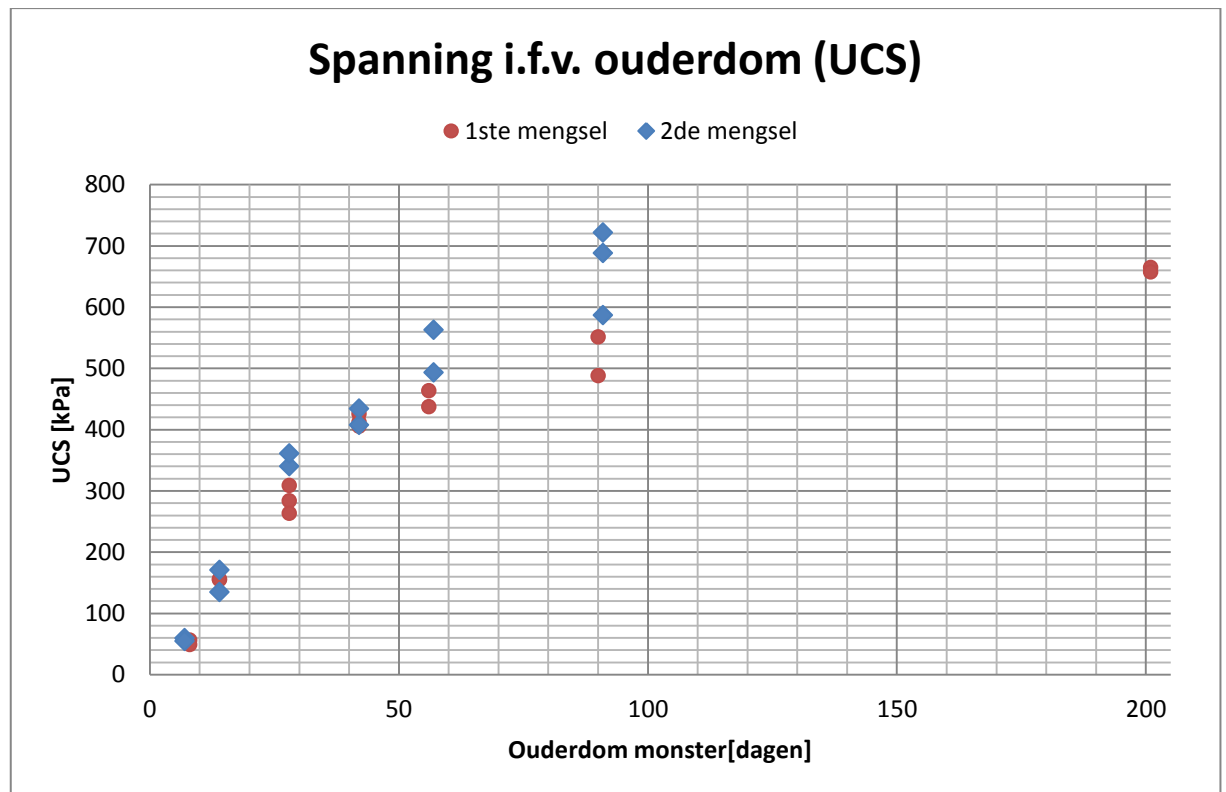
Als controle en referentie werd er zowel een *bleeding*-test als een viscositeitsmeting uitgevoerd op het finale mengsel. Er werd lichte *bleeding* vastgesteld, namelijk **984 ml** vaste stof op 1000 ml, wat aanvaardbaar is volgens de richtlijnen uit paragraaf 3.3.2. De bentonietslurry had een verhouding van bentoniet ten opzichte van water van **5,56 %**. De viscositeit van deze slurry bedroeg **141,5 seconden**. Desondanks een lager bentoniet-aandeel ligt de viscositeitswaarde van deze slurry, zoals eerder vermeld, ruim boven deze van de bentonietslurry van het eerste mengsel. Indien er in de praktijk voor dit type bentoniet gekozen wordt, zal een SCC-betonpomp (of gelijkaardig) gebruikt moeten worden voor het verpompen van de bentonietslurry. De grenswaarde van 50 seconden voor de waterpompen van boorinstallaties wordt namelijk ruim overschreden.

4.2 Vrije prismaproeven

4.2.1 Resultaten

Er werden vrije prismaproeven uitgevoerd op monsters van beide mengsels die gedurende hun volledige verhardingsperiode bewaard werden aan een constante temperatuur van 20 ± 2 °C. De monsters werden na herbevochtiging met gedemineraliseerd water ingepakt in plastic folie. De ingepakte monsters werden op hun beurt gestockeerd in een plastic afsluitzak waarvan de bodem van gedemineraliseerd water voorzien was. De monsters zijn op geen enkel ogenblik in contact gekomen met de sulfaatoplossing.

De vrije prismaproeven werden uitgevoerd op monsters met een ouderdom van 7, 14, 28, 42, 56 en 90 dagen. Er werden eveneens vrije prismaproeven uitgevoerd op monsters van het eerste mengsel na 200 dagen verharding. De beproeving van monsters van het tweede mengsel op 200 dagen was binnen het tijdsbestek van deze thesis niet mogelijk. De proefresultaten staan weergegeven in Figuur 45. Op deze figuur staan de meetwaarden die verkregen werden voor elk individueel monster weergegeven.



Figuur 45: Resultaten vrije prismaproeven

Er kan vastgesteld worden dat de sterkteontwikkeling van beide mengsels vrij gelijkaardig verloopt tot een ouderdom van 42 dagen. De UCS-waarden van het eerste mengsel liggen in deze periode lichtjes lager dan deze van het eerste mengsel: 52,68 kPa ten opzichte van 56,68 kPa op 7 dagen, 155,43 kPa ten opzichte van 152,62 kPa op 14 dagen, 285,15 kPa ten opzichte van 350,48 kPa op 28 dagen en 414,57 kPa ten opzichte van 420,73 kPa op 42 dagen. Het verder verloop van de sterkteontwikkeling vertoont echter afwijkend gedrag: de sterkte van het eerste mengsel na 56 en 90 dagen lijkt op de figuur beduidend lager te zijn dan de sterkte van het tweede mengsel. Dit is

eveneens te zien aan het procentuele verschil van de gemiddelde waarden van het eerste mengsel ten opzichte van deze van het tweede mengsel in Tabel 17.

Tabel 17: Vergelijking gemiddelde UCS-waarden

Ouderdom [dagen]	Gem. σ_c 1 ^{ste} mengsel [kPa]	Gem. σ_c 2 ^{de} mengsel [kPa]	Afwijking [%]
7	52,68	56,79	+7,24
14	155,43	152,62	-1,84
28	285,15	350,48	+18,64
42	414,57	420,73	+1,46
56	450,45	528,06	+14,70
90	519,59	665,36	+21,91

Van de gebroken proefmonsters werd het watergehalte bepaald volgens ASTM D 2216-98 door ze te wegen alvorens ze gedurende minimaal 24 uur te drogen in een droogstoof op 110 ± 5 °C. Na de droogprocedure werden de monsters opnieuw gewogen en kon het watergehalte en de massadichtheid in zowel natte als droge toestand becijferd worden. De resultaten staan weergegeven in Tabel 18.

Tabel 18: Watergehaltes en massadichtheden

	Watergehalte [%]	Massadichtheid [kg/m ³]	Massadichtheid na drogen [kg/m ³]
Mengsel 1 (BentoSund)	287,87	1177,99	304,57
Mengsel 2 (CEB 2)	323,92	1159,57	273,84

De watergehaltes liggen lager dan de oorspronkelijke watergehaltes van het eerste mengsel (388%) en van het tweede mengsel (400%). De massadichtheid van het mengsel met natriumbentoniet ligt 1,59% hoger dan dat van natrium-geactiveerd calciumbentoniet.

4.2.2 Bespreking

De afwijking tussen de UCS-waarden van het eerste en het tweede mengsel, volgens het eerder beschreven verloop, kan verscheidene oorzaken hebben:

- Er moet vooreerst zeker in beschouwing genomen worden dat het **aantal proefmonsters** dat op iedere ouderdom beproefd werd, zeer beperkt is. Het gaat namelijk telkens om twee à drie monsters. Hierdoor kunnen mogelijke uitschieters of extreme waarden een vertekening geven van het resultaat. De verschillen kunnen vrij aanzienlijk zijn, zoals te zien bij de testresultaten van het tweede mengsel op 90 dagen, waar de spreiding betrekkelijk groot is.
- Het **verschil in mengselsamenstelling** is vrij beperkt: het cementaandeel is identiek terwijl het bentoniettaandeel van het eerste mengsel 0,5% meer bedraagt dan van het tweede mengsel. Louter op basis van deze proporties, zonder rekening te houden met het feit dat er twee verschillende types bentoniet gebruikt werden, is de logische verwachting dat het mengsel met het grootste aandeel bentoniet de hoogste sterkte haalt. Dit omdat er meer vaste stof opgenomen kan worden in het vaste SCB-raster. De resultaten tonen echter aan dat het tweede mengsel een hogere sterkte haalt dan het eerste, wat meteen een indicatie is

dat de mengselproporties niet de bepalende factor zijn voor het sterkteverschil tussen beide mengsels.

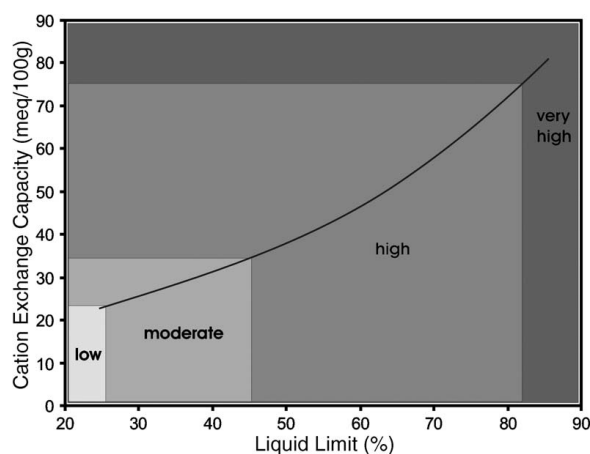
- De belangrijkste oorzaak voor het verschil in sterkteontwikkeling moet dus gezocht worden bij de **verschillende gebruikte bentoniettypes**.

Het tweede mengsel, waarvoor bentoniet van het type CEB 2 (d.i. een natrium-geactiveerd calciumbentoniet) gebruikt werd, blijkt na verloop van tijd hogere sterktes te halen dan het eerste mengsel, waarvoor bentoniet van het type BentoSund (d.i. een natriumbentoniet) gebruikt werd. Dit kan verklaard worden door het kwaliteitsverschil tussen deze twee bentoniettypes.

In paragraaf 3.2.3.2 werd aan de hand van de gekende fysische eigenschappen van beide bentoniettypes reeds de bedenking gemaakt dat CEB 2 bentoniet van hogere kwaliteit is dan het BentoSund bentoniet. Dit omdat zowel de *swell index* als de plasticiteitsindex van CEB 2 ruim deze van BentoSund overschrijden. Zo bedraagt de *swell index* van CEB 2 34 ml/2g ten opzichte van slechts 16 ml/2g voor BentoSund. De plasticiteitsindex van CEB 2 bedraagt 474,91% ten opzichte van 315,11% voor BentoSund. Deze fysische kenmerken werden ook gereflecteerd in de resultaten van de viscositeitsproef van Marsh in paragraaf 4.1: de bentonietslurry van het tweede mengsel had een viscositeitswaarde die bijna vier maal hoger lag dan deze van het eerste mengsel, ondanks een kleiner aandeel vaste stof.

Uit de literatuur blijkt er een sterk verband te bestaan tussen de vloeigrens, de *swell* en het vermogen om kationen uit te wisselen (= CEC of *cation exchange capacity*). Zo stelde Yilmaz [82] een meervoudig regressie model op dat deze drie parameters omvat, met een correlatiecoëfficiënt $R^2 = 0,91$.

Yukselen en Kaya [83] voerden meervoudige lineaire regressieanalyses uit op verschillende grondparameters en vonden een sterk gecorreleerd verband tussen de CEC, de vloeigrens en de specifieke totale oppervlakte van de klei zoals verkregen met de EGME-proef. De EGME-proef is een testmethode die gebruik maakt van ethyleen-glycol-monoëthiel-ether en die geïntroduceerd werd door Cerato en Luttenegger [84]. De CEC blijkt toe te nemen bij toenemende vloeigrens, zoals te zien op Figuur 46.



Figuur 46: Weergave verband CEC, *swell* en vloeigrens zoals voorgesteld door Yilmaz [82]

Rekening houdend met de fysische eigenschappen van beide bentoniettypes en de hierboven beschreven verbanden, kan er verwacht worden dat de CEC van het CEB 2 bentoniet ruim hoger zal liggen dan deze van het BentoSund bentoniet. Deze CEC speelt, samen met de specifieke totale oppervlakte waarmee het gerelateerd is, een bepalende rol voor de puzzolane activiteit op korte en middellange termijn [85]. Dit betekent dat er een hogere graad van puzzolane activiteit te verwachten is in het mengsel met CEB 2, wat tot hogere sterktes zou moeten leiden daar de cementgehalten gelijk zijn.

In paragraaf 3.2.4.2 werd eerder al aangegeven dat de toegevoegde sterkte, afkomstig van de puzzolane reactie, pas echt merkbaar wordt vanaf dat de verharding van het cement quasi stilvalt (zie Figuur 33). Dit zou tevens een verklaring kunnen zijn voor het feit dat het sterkteverschil in de tijd groter wordt en dat het pas echt merkbaar wordt vanaf het meetpunt op 56 dagen.

4.3 Maximale glijdingsmodulus

4.3.1 Signaalinterpretatie

4.3.1.1 *Visual picking-methode*

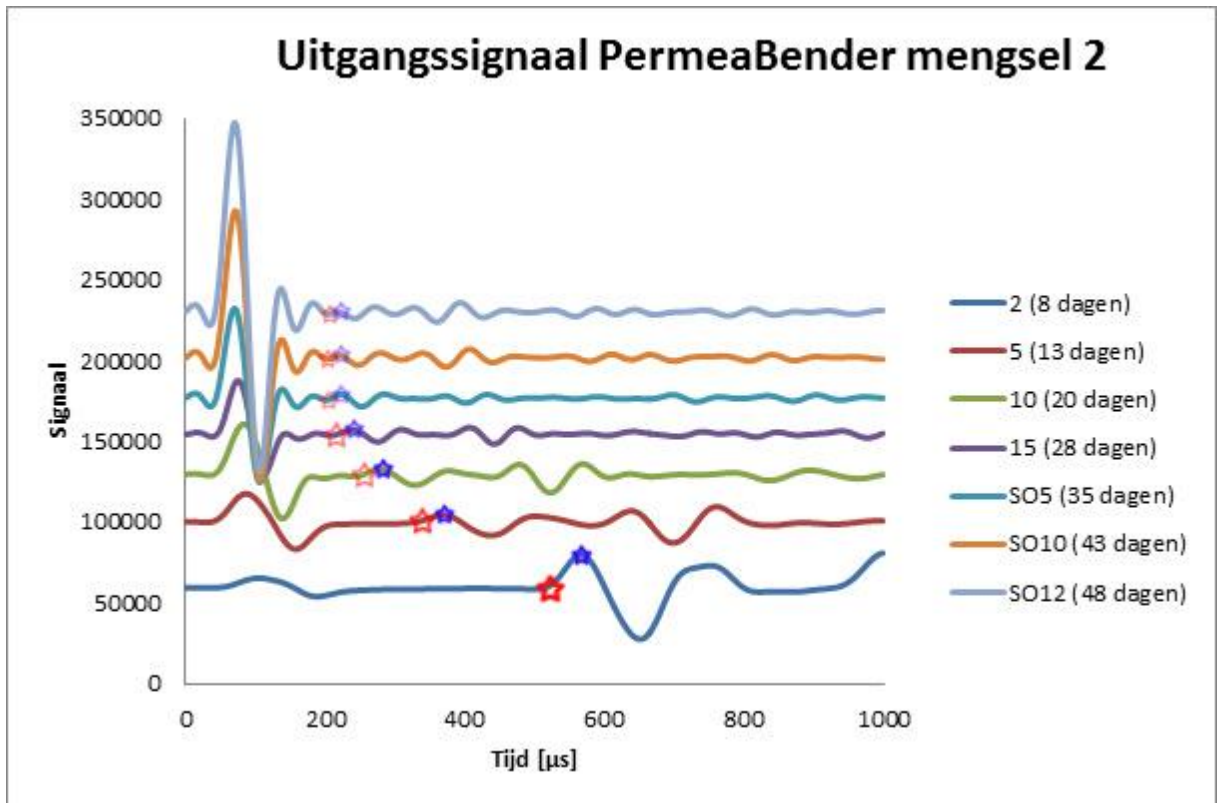
Om goede en betrouwbare resultaten te kunnen distilleren uit de proeven met buigelementen is een goede en consequente interpretatie van de verkregen resultaten onontbeerlijk. Een verscheidenheid aan interpretatiemethodes werd reeds uitvoerig besproken in paragraaf 2.3.4.2. Uit deze methodes werden er in eerste instantie twee methodes uitgekozen die voor de interpretaties in deze thesis zouden dienen, namelijk de klassieke visuele interpretatie en de cross-correlatie methode. De eerste omwille van zijn eenvoud en de tweede omwille van het minder waarnemergebonden karakter.

Beide interpretatiemethodes konden vlot gebruikt worden gedurende de eerste verhardingsweken van de mengsels in zowel de PermeaBender als in het *benchtop bender element*-toestel. Na een twintigtal dagen verharding werd echter een bijkomende storing in het uitgangssignaal van de PermeaBender zichtbaar, die zich vlak voor het bestudeerde signaal bevond. Deze waarneming kon bij beide mengsels gemaakt worden. Deze storing werd bij verdere uitharding steeds groter, zowel qua relatieve amplitude ten opzichte van het bestudeerde signaal als in tijd, en zou interfereren met het bestudeerde aankomstpunt. Het bestudeerde aankomstsignaal ondergaat bij verharding van het mengsel een afname in amplitude. Deze factoren hebben er toe geleid dat het bestudeerde aankomstpunt vanaf een zekere datum in de interferentiezone terecht kwam en niet langer correct afgelezen kon worden.

Dit probleem kon enigszins ingeperkt worden door de frequentie aan te passen zodanig dat deze zoveel mogelijk de eigenfrequentie van het monster zou benaderen. Dit betekende dat de frequentie verhoogd moest worden naarmate het mengsel verharde. Door technische redenen was de maximale frequentie van het ingangssignaal echter beperkt tot 18 kHz. Er kon zodus niet verhinderd worden dat het uitgangssignaal niet interpreteerbaar meer was met de klassieke *visual picking*-methode na ca. 40 dagen voor het eerste mengsel en ca. 30 dagen voor het tweede mengsel.

De evolutie van het uitgangssignaal van de PermeaBender met het tweede mengsel staat weergegeven op Figuur 47. Op deze figuur staan de geregistreerde uitgangssignalen op verschillende ouderdom aangegeven. De letters "SO" in de benaming van sommige reeksen duiden er op dat het monster op dat ogenblik al gepermeëerd werd met de sulfaatoplossing. De overschakeling van permeatie met gedemineraliseerd water naar permeatie met de sulfaatoplossing vond plaats na 29 dagen verharding bij het tweede mengsel.

Op Figuur 47 werd het eerste waarneembare aankomstpunt van de *visual picking*-methode aangegeven met een rode ster. De ontwikkeling van de storing vlak voor dit punt is duidelijk te zien op deze figuur en interfereert met het bestudeerde punt in de reeksen 15, SO5, SO10 en SO12. De verkregen waarde met de *visual picking*-methode uit deze reeksen is zodus foutief.



Figuur 47: Evolutie uitgangssignaal PermeaBender mengsel 2

4.3.1.2 Piek-tot-piek-methode

Nadat de vaststelling gemaakt werd dat de *visual picking*-methode onbetrouwbare resultaten opleverde vanaf een zekere ouderdom (lees: een zekere glijdingsmodulus), ontstond de noodzaak om een andere, simpele en snelle interpretatiemethode toe te passen.

Op basis van de evolutie van het uitgangssignaal van de PermeaBender van zowel mengsel één als twee (zie Figuur 47), bleek dat de eerste piek na het eerste aankomstpunt van de *visual picking*-methode weinig tot geen interferentie ondervond van het voorliggende storingssignaal. Ter verduidelijking werden de bedoelde punten met een blauwe ster aangegeven op de desbetreffende figuur.

Het tijdsverschil tussen de eerste piek van het ingangssignaal en de eerste piek na het aankomstpunt van het uitgangssignaal, werd gebruikt ter bepaling van de maximale glijdingsmodulus. Een vergelijking van de resultaten die op deze manier bekomen werden met de resultaten van de cross-correlatie en deze van de *visual picking*-methode (voor reeksen waarin wel nog een betrouwbaar resultaat werd verkregen), bevestigde de betrouwbaarheid van deze interpretatiemethode.

Binnen de specifieke omstandigheden van dit onderzoek (zijnde: de gebruikte proefopstelling, de mengselsamenstellingen en de ouderdom van de monsters) kan er gesteld worden dat de piek-tot-piek-methode resultaten oplevert die gedurende de volledige duur van het onderzoek betrouwbaar zijn. Dit is niet het geval met de *visual picking*-methode.

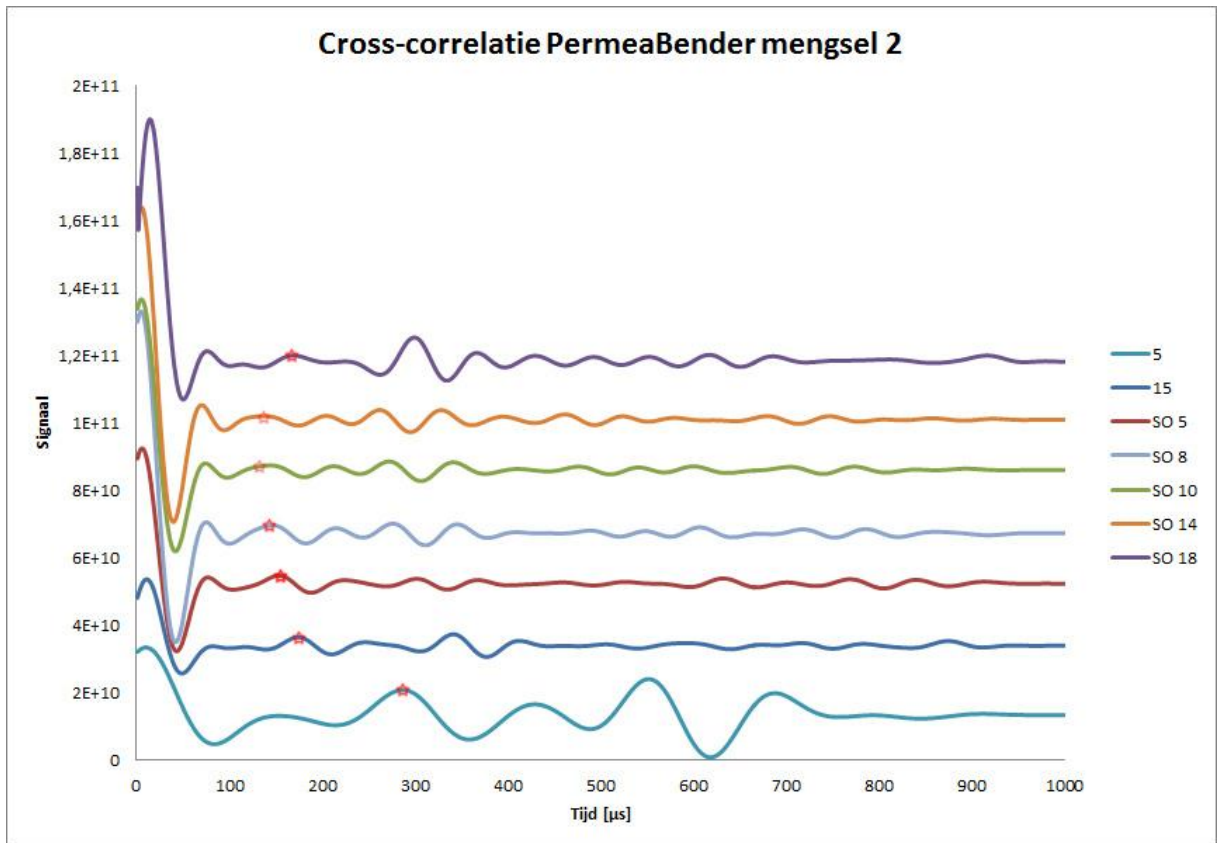
4.3.1.3 Cross-correlatie

De cross-correlatie-methode wordt in de literatuur vaak geprezen omwille van zijn niet-waarnemergebonden karakter en eenvoudige interpretatie. In dit onderzoek bleek dit echter niet het geval te zijn omwille van meerdere factoren. Vooreerst kan er op Figuur 47 vastgesteld worden dat er een grote piek optreedt van het uitgangssignaal zeer kort na het optreden van de piek van het ingangssignaal. Deze piek, die voor het bepalen van de glijdingsmodulus ongewenst en hinderlijk is, wordt mogelijk veroorzaakt door een combinatie van elektromagnetische koppeling en overdracht van het signaal langsheen de randen van de cel.

Figuur 48 toont de evolutie van de cross-correlatie van het in- en uitgangssignaal van de PermeaBender voor het tweede mengsel. Hierop is duidelijk te zien dat de storingspiek, waarvan hierboven sprake is, de grootste piek veroorzaakt in de cross-correlatie. Een bijkomend probleem is echter dat ook de reflectie van deze storingspiek duidelijk terug te vinden is in de cross-correlatie. Het is dan ook duidelijk dat er geen eenduidige en correcte waarde afgelezen kan worden uit de cross-correlatie. Meer nog, de hoogste piek komt niet overeen met de werkelijke aankomst van het signaal dat door het monster gedrongen is.

Door de oorsprong of oorzaak te zoeken van alle afwijkingen in het cross-correlatie-diagram, kon het punt dat de cross-correlatie geeft van het werkelijke aankomstpunt achterhaald worden. De verkregen waarde werd ter controle eveneens getoetst aan de waarden die visueel bekomen werden. Hierdoor kon in een vroeg stadium van de verharding het correcte punt opgespoord worden en kon dit punt vervolgens, bij toenemende verharding, gevolgd worden.

Uit Figuur 48 kan er echter ook opgemaakt worden dat de cross-correlatie-methode, vanaf een zekere glijdingsmodulus, te kampen heeft met dezelfde interferentieproblemen als de *visual picking*-methode. Zo vertonen de interpretatiepunten van de reeksen SO 10 en SO 14 geen duidelijke piek. Bij bepaalde waarden van de maximale glijdingsmodulus van de onderzochte grond blijkt cross-correlatie geen betrouwbare resultaten op te leveren. Er kan aldus besloten worden dat de interpretatie van de signalen steeds met de grootste omzichtigheid dient te geschieden en dat er meerdere interpretatiemethodes nodig zullen zijn om tot een betrouwbaar resultaat te komen.



Figuur 48: Cross-correlatie in- en uitgangssignaal PermeaBender mengsel 2

4.3.1.4 Reflectiemethode

De reflectiemethode heeft, in de omstandigheden van dit onderzoek, nog meer last van de aanwezigheid van storingen en interfererende signalen. Dit omdat het op te sporen reflectiepunt een nog lagere amplitude heeft en bovendien in een interferentiegebied ligt. Dit maakt de reflectiemethode alles behalve eenvoudig en bovendien tijdrovend, waardoor deze één van haar voordelen verliest.

Een cross-correlatie van het uitgangssignaal met zichzelf, of een autocorrelatie, zou theoretisch goede resultaten moeten opleveren. Deze bleken echter, voor de uitgangssignalen die in dit onderzoek verkregen werden, niet eenduidig interpreteerbaar.

Omwillen van deze redenen werd er in de loop van het thesisonderzoek voor geopteerd om andere interpretatiemethodes aan te wenden.

4.3.2 Resultaten

4.3.2.1 Betrouwbaarheid van de referentiecurves

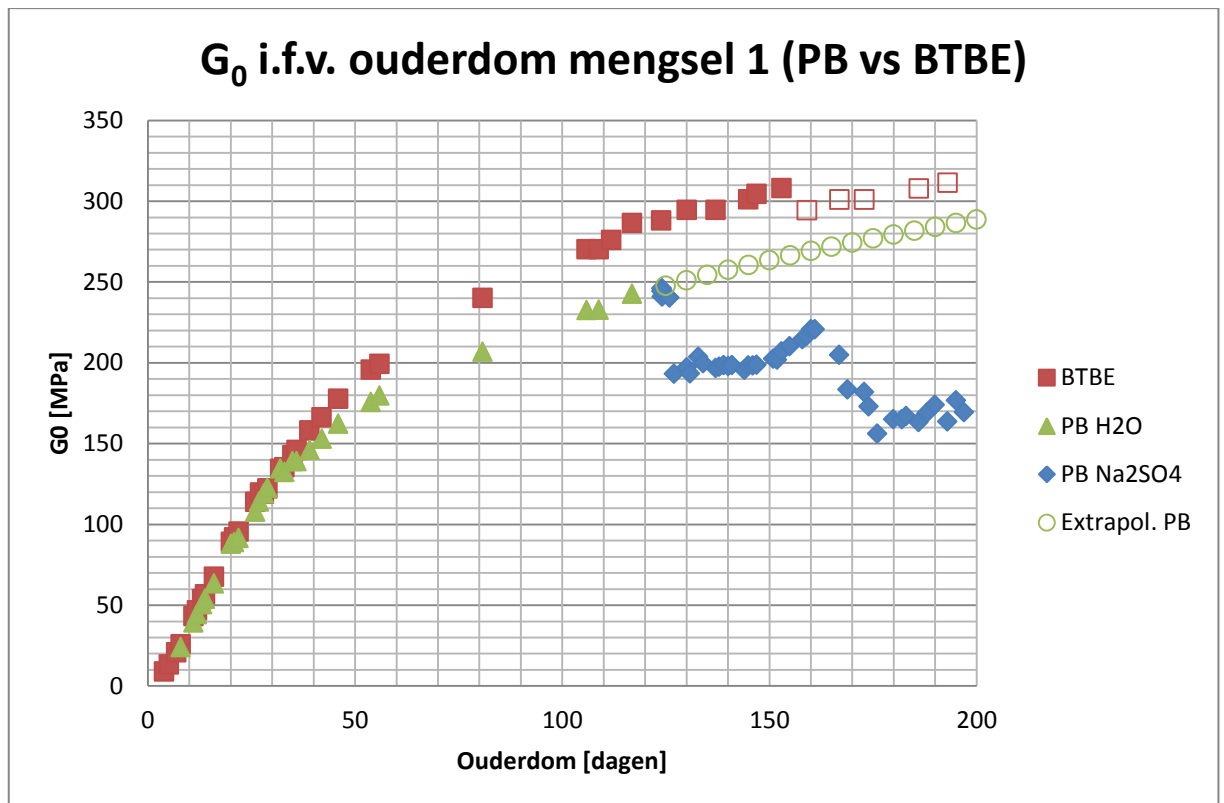
Op Figuur 49 en Figuur 50 wordt de evolutie van de maximale glijdingsmodulus in de tijd van beide mengsels weergegeven. In deze figuren zitten de resultaten die bekomen werden met het *benchtop bender element*-toestel en met de PermeaBender vervat. Hierbij dienen de resultaten uit de *benchtop bender element*-proef als referentie voor de sterkteontwikkeling van beide monsters bij bewaring in of permeatie met water.

De betrouwbaarheid van de referentiecurves bekomen met de BTBEs (= *benchtop bender element*-toestellen) kan beoordeeld worden door deze curves te vergelijken met de curves afkomstig van de PBs (= PermeaBenders) waarbij water nog als permeante vloeistof gebruikt werd. Op Figuur 49 en Figuur 50 worden de BTBE curves aangegeven met vierkantjes. Deze waarden werden verkregen door toepassing van cross-correlatie. De PB curves waarbij de permeante vloeistof water was, zijn aangegeven met driehoekjes. De waarden voor het eerste mengsel werden verkregen door middel van toepassing van cross-correlatie. Deze van het tweede mengsel werden bekomen gebruik makend van de piek-tot-piek-interpretatiemethode.

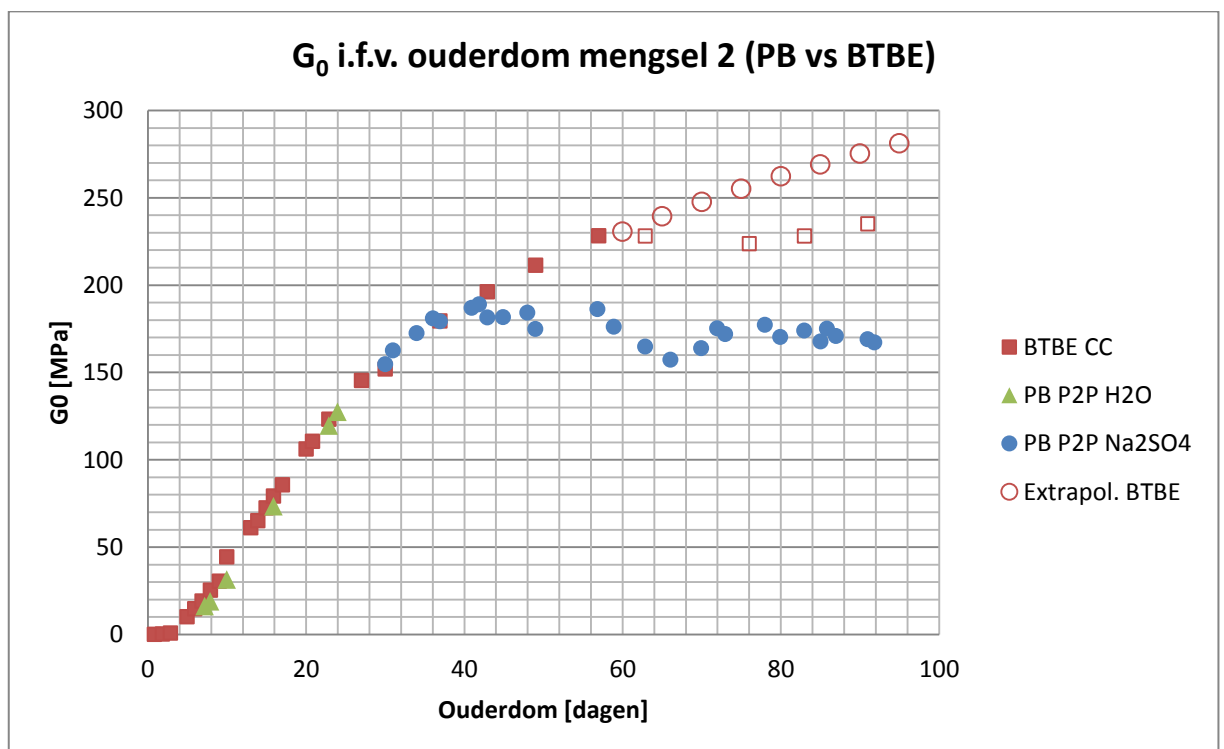
Wat meteen opvalt wanneer de BTBE-curves met de PB-curves vergeleken worden, is dat deze quasi samenvallend zijn gedurende de eerste acht weken van de verharding. Bij het tweede mengsel valt de volledige PB-curve bij blootstelling aan gedemineraliseerd water samen met de BTBE-curve. Bij het eerste mengsel, dat een veel langere verhardingstijd kreeg alvorens blootgesteld te worden aan de sulfaatoplossing, ontstaat er een afwijking tussen beide curves vanaf ca. 50 dagen verharding. Deze afwijking neemt toe naarmate de verharding verder toeneemt.

De meest waarschijnlijke verklaring voor deze afwijking is van technische aard en moet gezocht worden in de manier waarop de mengsels in contact zijn gekomen met de buigelementen van de respectievelijke toestellen. Het monster dat in het BTBE-toestel aanwezig is, is daar rechtstreeks, in vloeibare toestand, in gestort geweest. Hierdoor is de aansluiting tussen het monster en de buigelementen tot stand gekomen door verharding van het monster rond de buigelementen. Het gaat om een verbinding op maat die quasi perfect is en zonder toevoeging van bijkomende spanningen tot stand is gekomen. De verbinding tussen de buigelementen en het monster in het PB-toestel is niet van dezelfde kwaliteit. Het monster kreeg eerst zeven dagen tijd om te verharden in een stalen mal, werd vervolgens geëxtrudeerd en pas daarna werd het in het toestel gemonteerd. Bij de montage dienen de buigelementen in het monster, dat al in enige mate verhard is, gedrukt te worden. Deze handeling gebeurt manueel en is bovendien zeer foutgevoelig. Iedere beweging uit het vlak tijdens het plaatsen van de buigelementen, hoe klein ook, veroorzaakt enige mate van speling in het contactvlak tussen buigelement en monster. Hierbij kunnen ook microscheurtjes in het monster ontstaan ter hoogte van de buigelementen. Deze scheurtjes kunnen het monster in lichte mate verzwakken, wat mogelijk aan de oorsprong ligt van het verschil tussen de meetresultaten van beide toestellen.

Door interferentie van storingssignalen met het signaal dat opgevolgd werd, was een correcte interpretatie van de resultaten, bekomen met de *benchtop bender element*-toestellen, vanaf een zekere ouderdom quasi onmogelijk. Dit met gelijk welke van de toegepaste interpretatiemethoden. De curves van de maximale glijdingsmodulus van de SCB-mengsels die gepermeëerd werden met water volgen, in de zones waar interpretatie wel vlot mogelijk is, een logaritmisch verband. De punten afkomstig van de metingen met moeilijke interpretatie, dit zijn de punten vanaf dag 155 voor het eerste mengsel ($G_0 \approx 310$ MPa) en vanaf dag 60 voor het tweede mengsel ($G_0 \approx 230$ MPa), blijken hiervan af te wijken. Hierdoor dringt de nood aan een geëxtrapoleerde curve, op basis van de betrouwbare resultaten, zich op om de impact van de sulfaten op de glijdingsmodulus correct af te kunnen leiden.



Figuur 49: Evolutie G_0 in de tijd, weergave sulfaataantasting (mengsel 1)



Figuur 50: Evolutie G_0 in de tijd, weergave sulfaataantasting (mengsel 2)

Voor beide mengsels werd deze extrapolatiecurve opgesteld op basis van de betrouwbare meetwaarden. Dit zijn de meetwaarden met opgevulde markering op Figuur 49 en Figuur 50. Voor het eerste mengsel werden de resultaten van de PB-metingen met water als permeante vloeistof geëxtrapoleerd, teneinde de afwijking tussen de resultaten van de PB en de BTBE weg te werken.

De extrapolatiecurve van het eerste mengsel heeft volgende vergelijking: $y = 87,104 * \ln(x) - 172,94$. De determinatiecoëfficiënt bedraagt hiervoor $R^2 = 0,9984$.

De extrapolatiecurve van het tweede mengsel heeft volgende vergelijking: $y = 110,11 * \ln(x) - 220,15$. De determinatiecoëfficiënt bedraagt hiervoor $R^2 = 0,9932$.

4.3.2.2 *Effecten van sulfaataantasting*

Vooreerst dient er opgemerkt te worden dat een belangrijk verschilpunt tussen de aanpak van het onderzoek van beide mengsels hier voor het eerst aan bod komt: het eerste mengsel kreeg een veel langere periode om te verharden in contact met water alvorens aan de sulfaatoplossing blootgesteld te worden, dan het tweede mengsel. De **permeatie met de Na₂SO₄-oplossing** (, met een concentratie van 25 g/l,) van het **eerste mengsel** werd gestart na **124 dagen en 2,44 poriënvolumes** doorstroming met gedemineraliseerd water. Bij het **tweede mengsel** werd de permeatie met de Na₂SO₄-oplossing reeds gestart na **29 dagen en bij 1,67 poriënvolumes** doorstroming met gedemineraliseerd water. Hierdoor wordt er bijkomende informatie verkregen over de rol van de verhardingstijd van het SCB-mengsel in sulfaatvrije omgeving binnen het kader van uitgestelde sulfaataantasting. In de praktijk komt het er op neer dat de jonge SCB-wand met een folie beschermd kan worden tegen sulfaataantasting. Hierdoor kan de SCB-wand zich, gedurende de tijd dat deze folie aanwezig is, optimaal ontwikkelen. Het aanbrengen van deze beschermingslaag betekent echter dat de wand nog niet zoals gewenst functioneert. Vanuit financieel en milieutechnisch oogpunt wordt er naar gestreefd om deze beschermingstijd zo laag mogelijk te houden. Het verschil in verhardingstijd tussen de twee onderzochte mengsels en de afwijkende resultaten die dit met zich meebrengt, kunnen aldus een indicatie geven over de minimale beschermde verhardingstijd die benodigd is om zekere mechanische en hydraulische eigenschappen van het SCB tot ontwikkeling te laten komen.

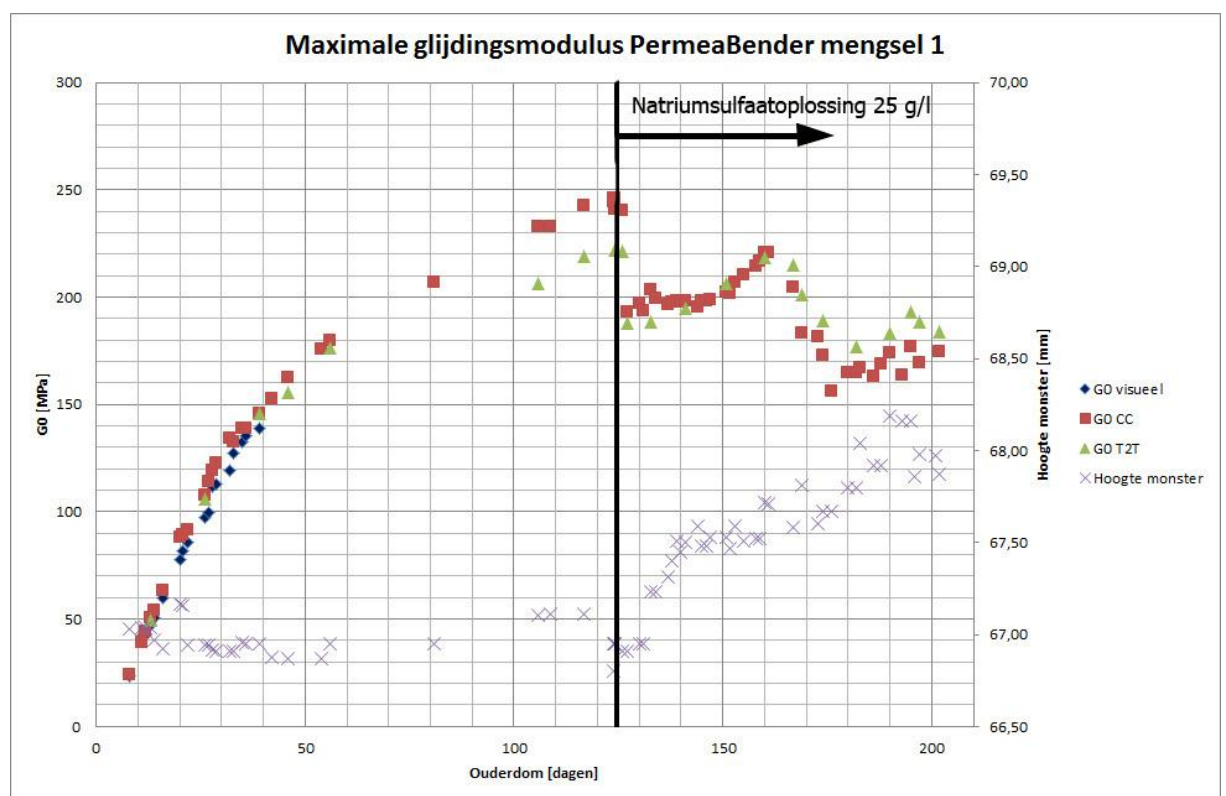
- Resultaten eerste mengsel

Op Figuur 51, die de ontwikkeling van de maximale glijdingsmodulus van het eerste mengsel voorstelt, is duidelijk te zien dat slechts één à twee dagen na de start van de permeatie van het monster met de sulfaatoplossing, een sterke terugval van de maximale glijdingsmodulus optreedt. Dit van 240,33 MPa tot 193,04 MPa of een terugval van 19,7%. De waarde van de glijdingsmodulus volgens de interpolatiecurve bedraagt op het ogenblik van het einde van de terugval 254,33 MPa. De gemeten waarde ligt 24,1% lager. Na deze bruuske daling treedt opnieuw een lichte stijging op van de maximale glijdingsmodulus, die op zijn beurt gevolgd wordt door een nieuwe bruuske daling vanaf de 36^{ste} dag van de permeatie: van 220,73 MPa tot 165,09 MPa of 25,2%. Deze daling komt ten einde na 62 dagen permeatie. Op dat ogenblik is de referentie maximale glijdingsmodulus, afkomstig van de interpolatiecurve, gelijk aan 279,39 MPa. De sulfaataantasting van het mengsel is dus op dat ogenblik verantwoordelijk voor een vermindering van de glijdingsmodulus met 40,9%. Deze tweede bruuske daling werd opnieuw gevolgd door een lichte stijging die aanhield tot het einde van de onderzoeksperiode, na 80 dagen permeatie met natriumsulfaat. Op dat ogenblik was de waarde van

de maximale glijdingsmodulus nog 169,33 MPa, dit tegenover een referentiewaarde van 288,56 MPa, hetzij 41,3% lager.

Figuur 51 toont eveneens het verloop van de hoogte van het monster in de tijd. De hoogte blijkt vrij constant te zijn gedurende de periode waarin gedemineraliseerd water als permeante vloeistof gebruikt werd. Dit wijst er op dat de verharding niet gepaard gaat met grote uitzettingen. Deze vrij constante hoogte houdt na de start van de permeatie met de sulfaatoplossing, nog steeds aan voor zes dagen. In de dagen die daarop volgen neemt de hoogte van het monster toe. Het is echter pas na tien dagen dat er uit de resultaten van de hoogtemetingen met enige mate van zekerheid kan opgemaakt worden dat er een stijging aan de gang is. De waarden van de hoogtemetingen tussen zes en tien dagen zijn namelijk van die orde dat ze toegeschreven zouden kunnen worden aan waarnemelijke fouten.

Ook bij de evolutie van de hoogte is er te zien dat de mechanische gevolgen van de sulfaataantasting vrij bruusk optreden. Zo is er een eerste bruuske stijging van de hoogte van 66,95 mm tot 67,51 mm of een stijging met 0,83%. Deze wordt gevolgd door een periode waarin de hoogte van het monster stabiliseert. Na deze periode treedt er opnieuw een stijging op van de hoogte van het monster van 67,52 mm tot 68,16 mm of 0,94%.



Figuur 51: Evolutie maximale glijdingsmodulus in de tijd voor en na blootstelling aan sulfaatoplossing (mengsel 1)

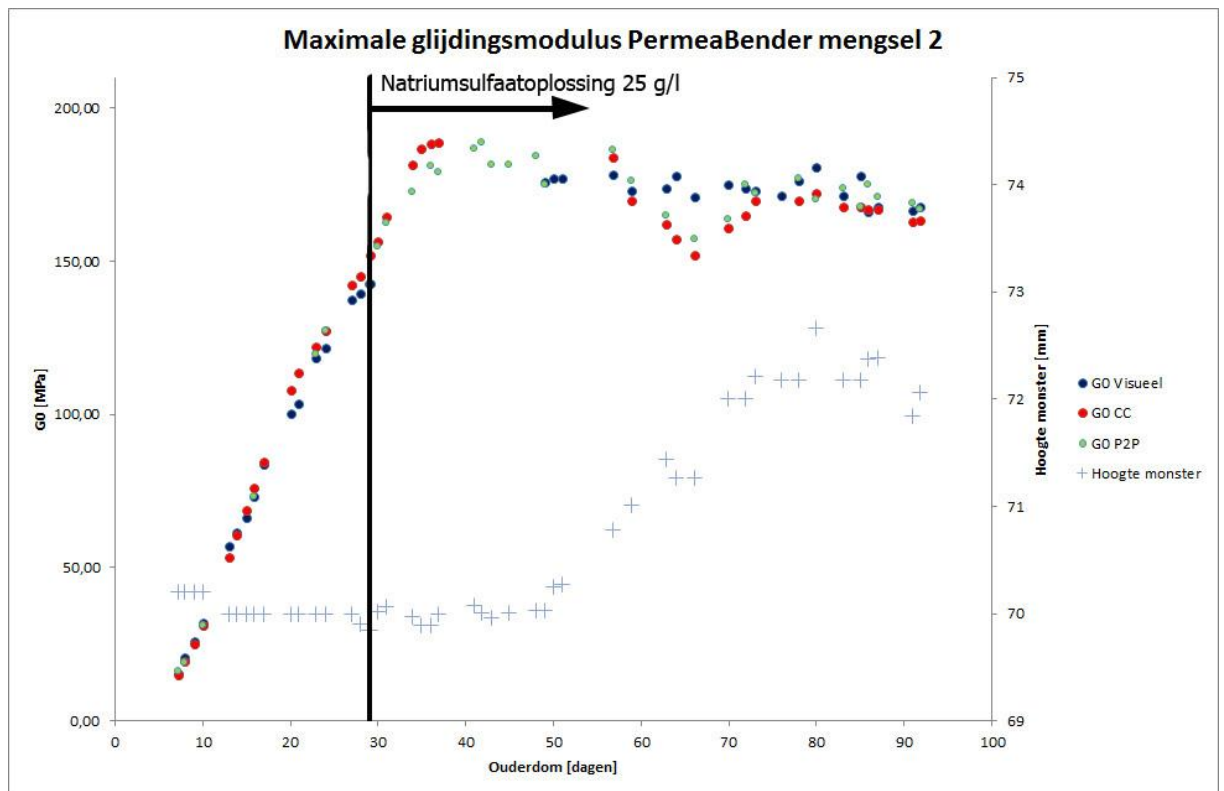
Eerder werd de vaststelling gemaakt dat de eerste waarneming van sulfaataantasting met de PB gemaakt kon worden na ca. twee dagen ($\pm 0,2$ poriënvolumes doorstroming met de sulfaatoplossing). De eerste betrouwbare indicatie van sulfaataantasting met de hoogtemetingen kan daarentegen pas gemaakt worden na tien dagen ($\pm 0,8$ poriënvolumes doorstroming met de sulfaatoplossing). Daarnaast blijkt de hoogtetoename van het monster ook telkens op te treden nadat de afname van de maximale glijdingsmodulus al ingezet is.

- Resultaten tweede mengsel

Figuur 52 toont de evolutie van zowel de maximale glijdingsmodulus als van de hoogte van het monster van het tweede SCB-mengsel. Net als in Figuur 51, werden in Figuur 52 de betrouwbare meetpunten weergegeven die verkregen werden met verschillende interpretatiemethodes. Hierbij staat de term “Visueel” in de legenda voor de *visual picking* interpretatiemethode, “CC” voor cross-correlatie en “P2P” voor de piek-tot-piek-methode. De PB-resultaten van het tweede mengsel ondervonden, in vergelijking met de PB-resultaten van het eerste monster, meer last van storingen in het uitgangssignaal. Hierdoor konden bepaalde interpretatietechnieken op bepaalde ogenblikken geen betrouwbare resultaten opleveren. Omwille van deze reden is het belangrijk om de resultaten bekomen met de verschillende interpretatiemethodes te bundelen en als aanvulling op elkaar te beschouwen, zoals gedaan werd in Figuur 52.

De metingen van de maximale glijdingsmodulus tonen het optreden van mechanische aantasting ten gevolge van sulfaatinwerking aan vanaf de zesde dag ($\pm 0,45$ poriënvolumes doorstroming met de sulfaatoplossing) na de start van de permeatie met de sulfaatoplossing. In een eerste fase slaat de ontwikkeling van de glijdingsmodulus om van teken. Een relatief sterke stijging wordt een relatief zwakke afname. Na ca. 30 dagen permeatie met de sulfaatoplossing en $\pm 1,6$ poriënvolumes doorstroming treedt er een vrij bruske afname van de glijdingsmodulus in werking. De glijdingsmodulus daalt van 186,28 MPa op de 30^{ste} dag tot 157,33 MPa na 36 dagen permeatie met sulfaten, of een daling van 15,54%. Op dat ogenblik ligt de glijdingsmodulus 34,3% onder de geëxtrapoleerde referentiewaarde van de BTBE. Deze bruske afname wordt gevolgd door een geleidelijke, zwakke toename van de glijdingsmodulus, waarna het eerdere afnamepatroon zich weer instelt. De proeven werden beëindigd na 61 dagen permeatie met natriumsulfaat. De glijdingsmodulus bedroeg op de laatste meting 169,04 MPa. Dit tegenover een referentiewaarde van 275,32 MPa. De sulfaataantasting is op dat ogenblik verantwoordelijk voor een afname van de glijdingsmodulus met 38,6%.

De hoogtemetingen tonen ook hier een vrij constant verloop van de hoogte van het monster aan tijdens de permeatie met water. De eerste, betrouwbare vaststelling van mechanische sulfaataantasting, op basis van de hoogtemetingen, kan gemaakt worden na 28 dagen permeatie met de sulfaatoplossing. Deze hoogteverandering treedt in gang kort na de start van de eerder beschreven, bruske afname van de glijdingsmodulus.



Figuur 52: Evolutie maximale glijdingsmodulus in de tijd voor en na blootstelling aan sulfaatoplossing (mengsel 2)

In het geval van het tweede mengsel (, met andere woorden: een monster dat minder tijd kreeg om in optimale omstandigheden te verharden alvorens blootgesteld te worden aan sulfaten,) kan de vaststelling van mechanische sulfaataantasting met hoogtemetingen pas 22 dagen later gemaakt worden dan met de metingen van de glijdingsmodulus met de PermeaBender.

- Gemeenschappelijke vaststellingen

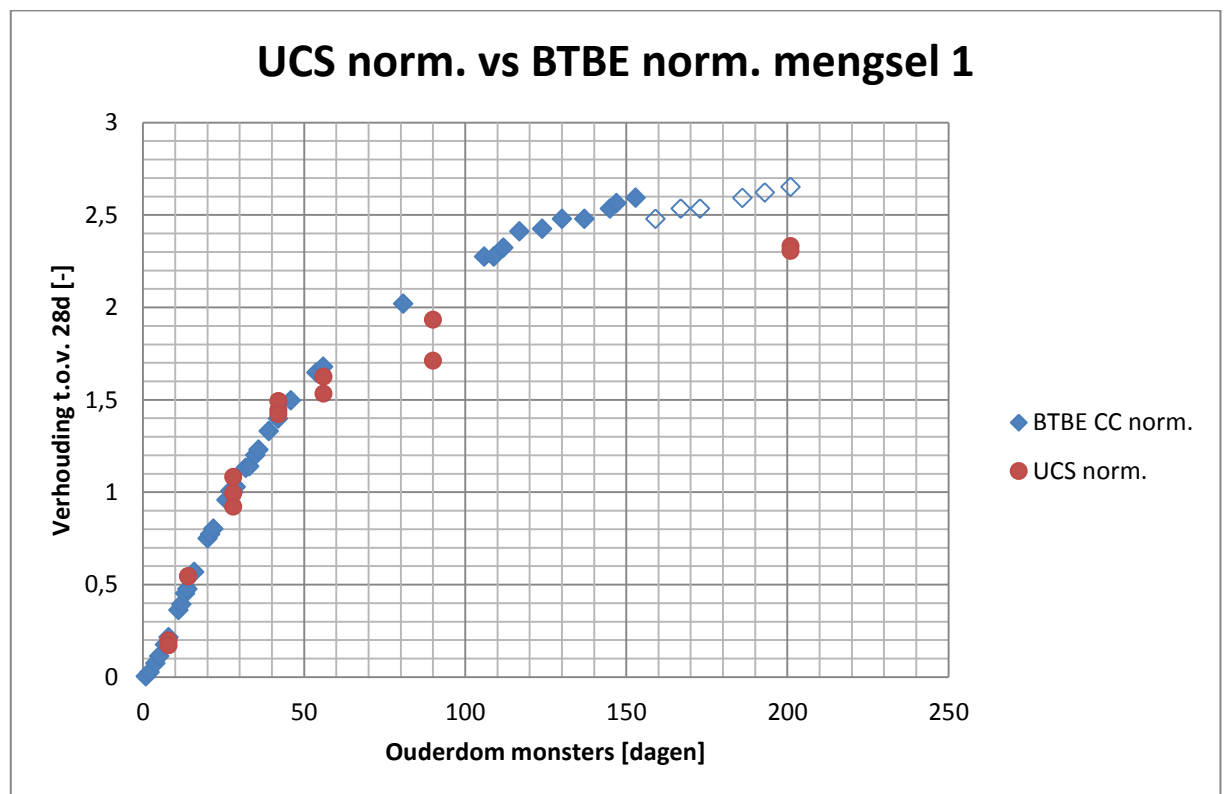
De eerder gemaakte vaststellingen tonen aan dat het meten van de maximale glijdingsmodulus met behulp van buigelementen het optreden van mechanische aantasting door sulfaten eerder in de tijd zal aantonen dan de hoogtemetingen. Uit de resultaten blijkt dat: hoe eerder het SCB-mengsel, na vervaardiging, aan sulfaten werd blootgesteld, hoe groter het verschil in tijd is tussen de eerste indicatie van sulfaataantasting met de PermeaBender en de eerste indicatie van sulfaataantasting via hoogtemetingen.

Uit de hoogtemetingen kan er vastgesteld worden dat beide mengsels toenemen in grootte ten gevolge van de permeatie met de sulfaatoplossing. Dit wijst op het optreden van expansieve reacties, wat strookt met het verwachte aantastingsmechanisme dat beschreven werd in paragraaf 3.2.4.2.

4.3.3 Vergelijking G_0 en UCS

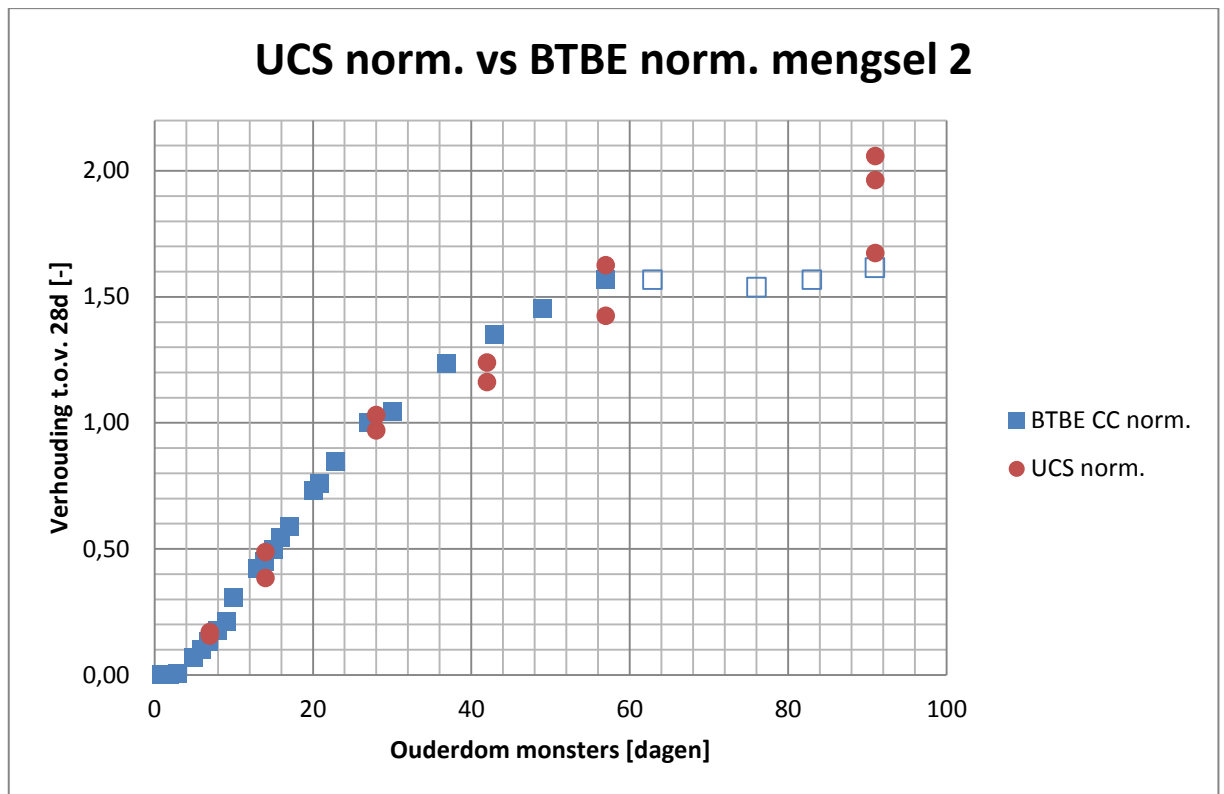
Verástegui Flores en Di Emidio [86] kwamen in eerder onderzoek tot de vaststelling dat er een goede correlatie bestaat tussen de genormaliseerde UCS ($= UCS/UCS_{28 \text{ dagen}}$) en de genormaliseerde G_0 ($= G_0/G_{0,28 \text{ dagen}}$) van gecementeerde kaolinet-kleigronden. In deze thesis werd nagegaan of deze overeenkomst ook bestaat voor SCB-mengsels. Figuur 53 en Figuur 54 stellen het verloop voor van de genormaliseerde UCS ten opzichte van het verloop van de genormaliseerde maximale

glijdingsmodulus van respectievelijk het eerste en het tweede mengsel. De waarden van de maximale glijdingsmodulus zijn hierbij afkomstig van de metingen met het *benchtop bender element*-toestel. Er werd gebruik gemaakt van cross-correlatie als interpretatiemethode.



Figuur 53: Vergelijking genormaliseerde UCS met genormaliseerde G_0 (mengsel 1)

Bovenstaande figuur toont dat er een goede overeenkomst bestaat tussen de genormaliseerde waarden van UCS en G_0 . Bij het eerste mengsel liggen de waarden afkomstig van de maximale glijdingsmodulus voor een ouderdom van 90 en 200 dagen, lichtjes hoger dan deze afkomstig van de UCS-proeven. Zo ligt de genormaliseerde UCS waarde op 90 dagen 9,9% lager dan de genormaliseerde G_0 , en op 200 dagen 12,5%. Deze afwijkingen kunnen veroorzaakt zijn door tal van factoren. Zo is er een klein verschil in bewaaromstandigheden en is het aantal geteste proefstukken, zowel voor de UCS-proef (2 à 3 proefstukken) als voor de BTBE-proef (één enkel proefstuk), zeer gering, wat de invloed van potentiële uitschieters op het resultaat niet ten goede komt.



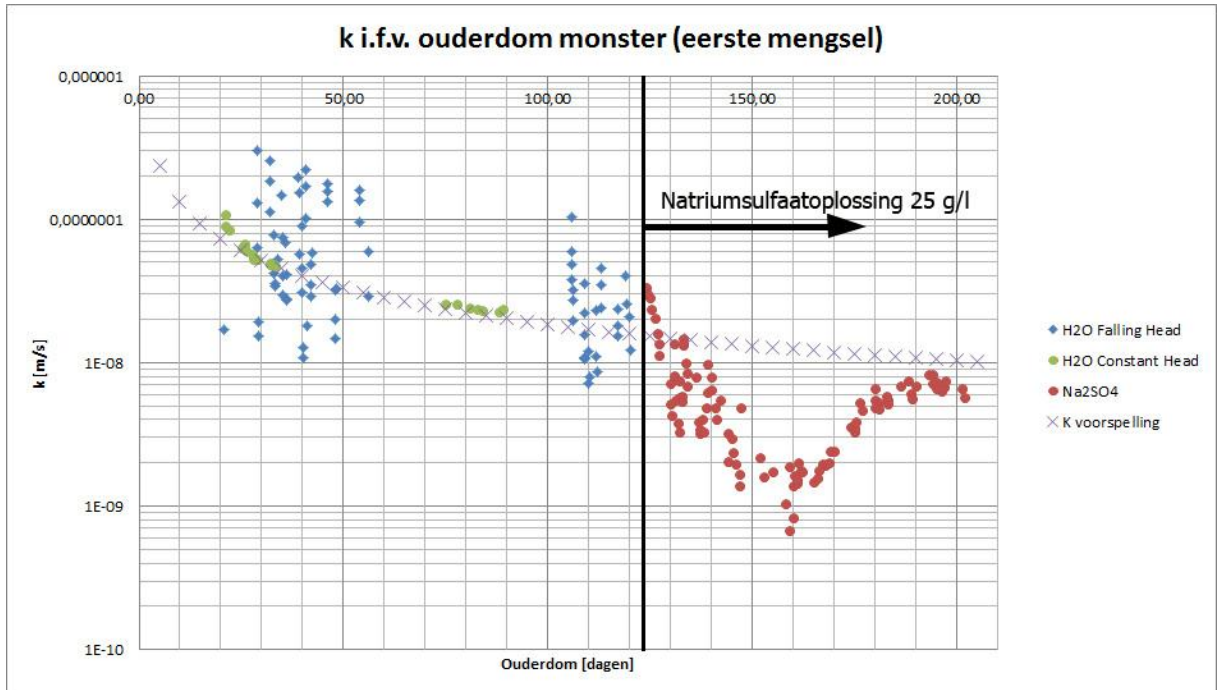
Figuur 54: Vergelijking genormaliseerde UCS met genormaliseerde G_0 (mengsel 2)

Ook voor het tweede mengsel kan de vaststelling gemaakt worden dat er een goede overeenkomst is tussen de resultaten tot en met een ouderdom van 58 dagen. Op 90 dagen ouderdom is er opnieuw enige discrepantie, al is het ditmaal zo dat de genormaliseerde BTBE-resultaten 14,6% lager liggen dan de genormaliseerde UCS-resultaten. Samen met het ongewone verloop van de kromtestraal van de G_0 -curve bevestigt deze bevinding dat de G_0 -waarden rond een ouderdom van 90 dagen licht onderschat werden. Deze onderschatting werd veroorzaakt door interfererende storingsignalen die het cross-correlatie diagram vertekenden. De punten waarbij twijfel bestaat over de correctheid van de interpretatie van het signaal, zijn aangegeven als rechthoekjes zonder opvulling op de grafieken.

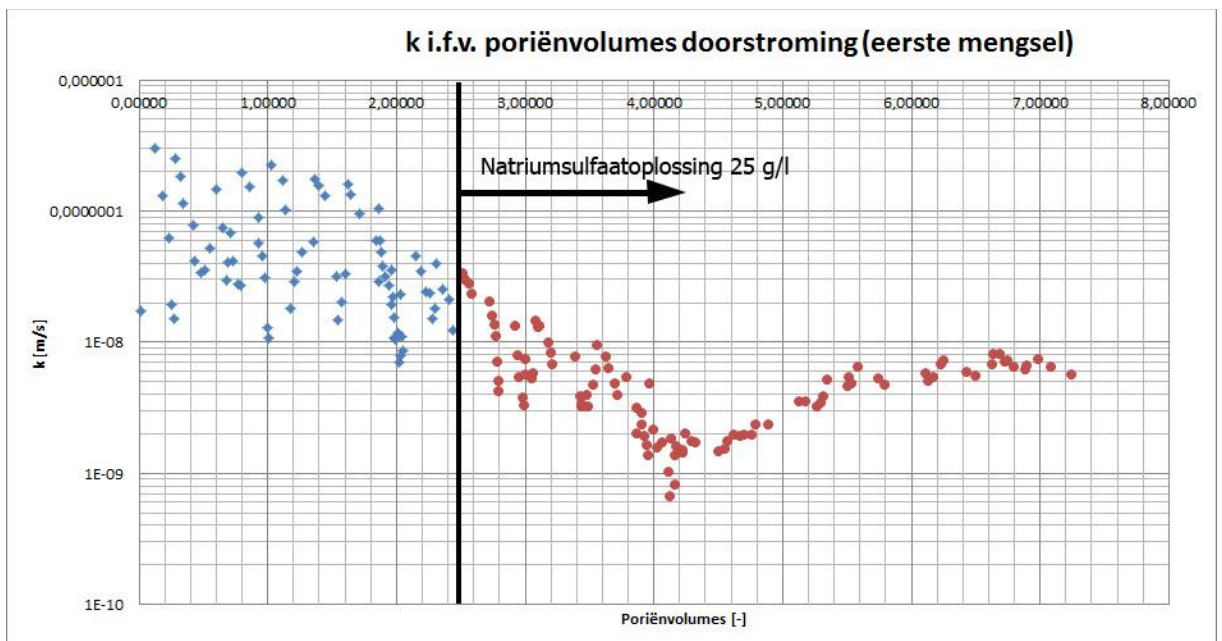
Hoewel er dus beperkte afwijkingen zijn tussen beide curves, voor beide mengsels, kan er gesproken worden van goede overeenkomst tussen de resultaten. Deze goede correlatie biedt het voordeel dat het verloop van de UCS van een SCB-mengsel vrij nauwkeurig benaderd kan worden met slechts één set UCS resultaten, verkregen op een zekere ouderdom van het mengsel (vb. 28 dagen), op voorwaarde dat de ontwikkeling van de maximale glijdingsmodulus opgevolgd en genormaliseerd wordt.

4.4 Doorlatendheidsproeven

Op onderstaande figuren staan de resultaten van de doorlatendheidsproeven met de PermeaBenders weergegeven. Figuur 55 toont het verloop van de doorlatendheid van het eerste mengsel in de tijd, terwijl Figuur 56 het verloop van de doorlatendheid in functie van het aantal doorstroomde poriënvolumes toont. Figuur 57 en Figuur 58 weergegeven dezelfde verbanden, maar voor het tweede mengsel.

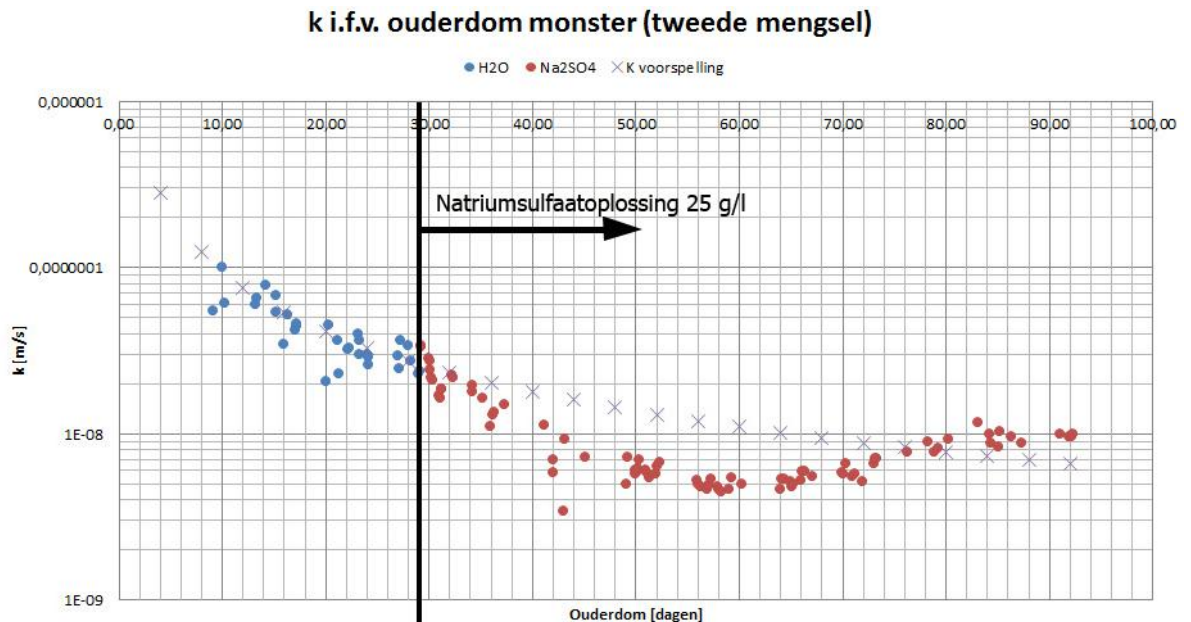


Figuur 55: Verloop van de waterdoorlatendheid in de tijd (eerste mengsel)

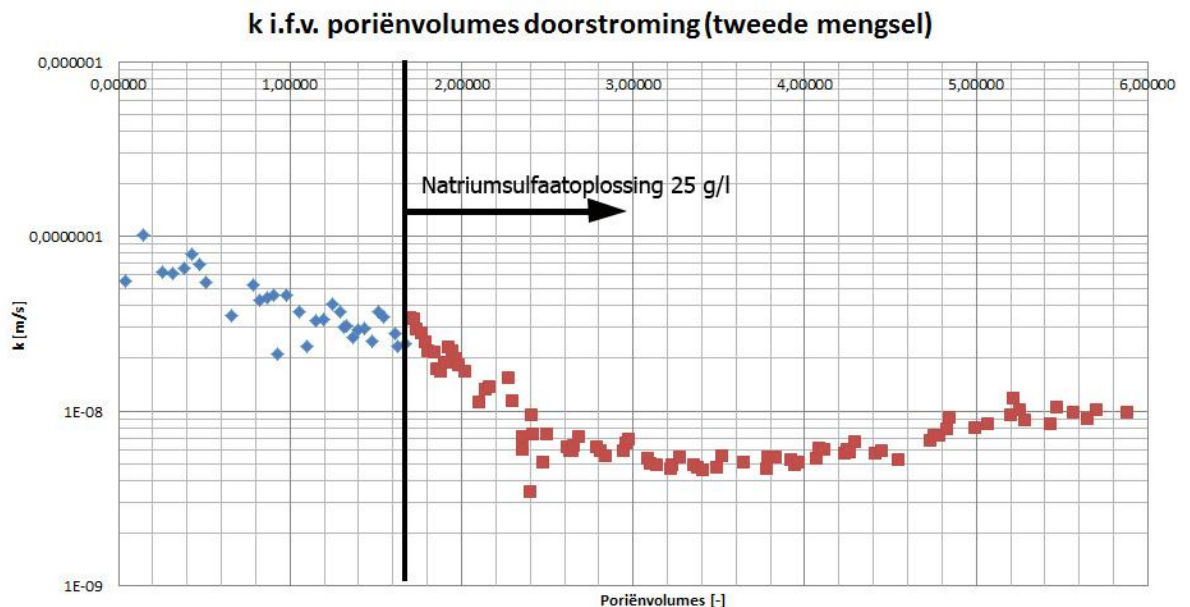


Figuur 56: Verloop van k i.f.v. aantal poriënvolumes doorstroming (eerste mengsel)

Opmerking: Daar de spreiding op de resultaten van het eerste mengsel, bij permeatie met water, relatief groot was, werd het reservemonster van dit mengsel ingebouwd in een *constant head*-permeameter (d.i. een doorlatendheidsmeettoestel met constant hoogteverschil) teneinde betrouwbare, aanvullende resultaten te verkrijgen.



Figuur 57: Verloop van de waterdoorlatendheid in de tijd (tweede mengsel)



Figuur 58: Verloop van k i.f.v. aantal poriënvolumes doorstroming (tweede mengsel)

Op de figuren van het verloop van de waterdoorlatendheid in de tijd staan ook voorspelde k-waarden weergegeven. Dit zijn k-waarden voor SCB-mengsels die in water verharden. De curve die deze waarden volgen werd door Fratalocchi et al. [87] voorgesteld en bevestigd en wordt door het ICE [5] voorgeschreven:

$$k_{(t)} = k_{28} * (t/t_{28})^{-n}$$

In deze formule wordt de k-waarde op een willekeurig tijdstip bepaald, uitgaande van de k-waarde op 28 dagen. n is een factor die doorgaans tussen 1 en 2 ligt. Door deze factor aan te passen konden voorspelde curves gevonden worden die nauw aansluiten op de betrouwbare, gemeten k-waarden van het eerste en het tweede mengsel tijdens de permeatie met gedemineraliseerd water. De n-factor van het eerste mengsel bedraagt $n = 0,85$. Voor het tweede mengsel is $n = 1,20$. De n-factor van het eerste mengsel ligt buiten het voorgestelde interval van het ICE. Om die reden moet de voorspelde curve van het eerste mengsel met enige behoedzaamheid gebruikt worden.

Een vergelijking van de waterdoorlatendheid van de twee mengsels op 28 dagen leert dat het tweede mengsel minder doorlatend is dan het eerste. De doorlatendheid van het eerste mengsel op 28 dagen is namelijk $5,47 * 10^{-8} \text{ m/s}$, voor het tweede mengsel is dit $2,74 * 10^{-8} \text{ m/s}$. De oorzaak voor dit verschil in doorlatendheid moet opnieuw gezocht worden bij de fysische eigenschappen van de twee bentoniettypes.

Onderzoek van Lee en Shackelford [88] heeft aangetoond dat een hogere bentoniet-kwaliteit in identiek samengestelde mengsels leidt tot een verlaging van de permeabiliteit. Eerder in deze thesis werd de vaststelling gemaakt dat het bentoniet dat voor het eerste mengsel gebruikt werd, de laagste kwaliteit van de twee bentoniettypes heeft. Deze stelling werd onderbouwd door vergelijking van de gekende fysische eigenschappen (nl. zwel-eigenschappen, vloeigrens, uitoelgrens en plasticiteitsindex), die nauw samenhangen met het montmorilloniet-gehalte, de effectieve oppervlakte (of met andere woorden de grootte van de partikels), het oppervlakte-lading-deficit en het percentage Na^+ van het bentoniet. Deze parameters bepalen de kwaliteit van het bentoniet [70]. Het verschil in doorlatendheid tussen de twee mengsels op 28 dagen is dus in overeenkomst met de literatuur.

Na de start van de permeatie met de natriumsulfaatoplossing kan bij beide mengsels een daling van de permeabiliteit vastgesteld worden, die bovendien sterker is dan de te verwachten daling bij permeatie met water. Na 35 dagen permeatie met de oplossing van het eerste mengsel werd een permeabiliteit vastgesteld van $k \approx 1,5 * 10^{-9} \text{ m/s}$. De voorspelde k-waarde op die datum bedraagt echter $k \approx 1,24 * 10^{-8} \text{ m/s}$ en is dus bijna een factor tien groter. Al is deze vergelijking slechts onder voorbehoud te maken, daar de betrouwbaarheid van de voorspelde curve in twijfel gesteld kan worden door de lage n-factor ervan. Bij het tweede mengsel werd een permeabiliteit van $k \approx 4,9 * 10^{-9} \text{ m/s}$ vastgesteld na 26 dagen permeatie met de oplossing. Dit terwijl de voorspelde waarde $k \approx 1,19 * 10^{-8} \text{ m/s}$ bedraagt.

Deze sterke afname van de conductiviteit in de weken na aanvang van de permeatie met natriumsulfaat, kan toegeschreven worden aan het *clogging*-fenomeen. Dit betekent dat de poriën van het SCB verstopt raken waardoor de hydraulische conductiviteit afneemt. Deze verstopping kan door meerdere verschijnselen veroorzaakt worden. Zo zijn poriën en scheuren een ideale locatie voor de ontkieming van expansief gips [71]. Dit gips kan in eerste instantie mogelijk een obstructie

vormen in de porie of in de scheur, waardoor de waterdoorstroming belemmerd wordt. Vanaf dat het gips een zekere grootte bereikt, kan de porie of scheur mogelijk volledig verstopt raken. De vorming van gips werd eerder al voorgesteld als oorzaak van dit *clogging*-fenomeen door Fratalocchi en Pasqualini [89]. Mogelijk kan de expansie van ettringiet dat, behalve in de cementgel ook in poriën en scheuren aanwezig kan zijn [90], bijdragen tot bijkomende verstopping. Daarnaast kunnen mogelijk ook loskomende SCB-partikels, afkomstig uit de buitenste, aangetaste laag van het SCB, meegevoerd worden met de stroming van de oplossing en zo bijdragen tot bijkomende verstopping.

Deze versnelde afname van de k-waarde houdt gedurende respectievelijk 36 en 30 dagen aan, waarna er een abrupt einde aan komt. In plaats dat de permeabiliteit verder afneemt, begint deze weer te stijgen. Dit betekent vermoedelijk dat er scheuren in het monster ontstaan zijn, door de expansie van vooral ettringiet en in mindere mate gips, die niet verstopt zitten. Deze scheuren worden groter met de tijd en laten een vlottere doorstroming van de vloeistof toe, waardoor de permeabiliteit toeneemt. Tevens mag er niet uitgesloten worden dat er mogelijk, deels ten gevolge van de scheurvorming, ook een aantal verstoppingsproducten weggespoeld worden, die verantwoordelijk waren voor de verminderde doorlatendheid.

Na het bereiken van het kenterpunt (waarbij een afnemende doorlatendheid verandert in een toenemende doorlatendheid), zal de hydraulische conductiviteit eerst relatief sterk toenemen en vervolgens steeds minder sterk tot de conductiviteit quasi niet meer verandert. Dit wordt vermoedelijk veroorzaakt doordat de expansieve reacties scheuren doen ontstaan die dan het preferentiële stromingspad vormen voor de oplossing. Hierdoor zal er ook geen reactie zijn tussen de oplossing en het overige volume van het monster dat niet in contact is met deze scheuren. Ook in het werk van Fratalocchi en Pasqualini [89] werd deze vaststelling gemaakt en werd er dezelfde verklaring aan gegeven.

Het vastgestelde verloop van de permeabiliteit, waarbij een initiële reductie gevolgd wordt door een toename, wordt door Jefferis [91] omschreven als het typegedrag van cement-bentoniet-mengsels wanneer deze onderworpen worden aan agressieve reacties.

Het aantal poriënvolumes doorstroomde oplossing bij de omslag in de evolutie van de doorlatendheid van het eerste mengsel, die optreedt na 36 dagen, bedraagt ca. 1,7. Voor het tweede mengsel treedt deze kentering op na 30 dagen bij eveneens ca. 1,7 poriënvolumes. Een vergelijking met het verloop van de maximale glijdingsmodulus toont meteen aan dat deze toename van de doorlatendheid tegelijkertijd verloopt met de afname van de glijdingsmodulus. Bij het eerste mengsel gaat het om de tweede bruuske afname van de glijdingsmodulus. Bij het tweede mengsel, waar de glijdingsmodulus een meer gelijkmatige afnamepatroon vertoont, komt het overeen met de enige bruuske daling. Deze overeenkomst kan gezien worden als een bevestiging van de verklaring voor de omslag van het verloop van de permeabiliteit; namelijk het ontstaan van relatief grote scheuren die niet verstopt zitten.

In de periode voor dat de toename van de doorlatendheid vastgesteld wordt, blijkt de maximale glijdingsmodulus echter ook af te nemen. Voor het eerste mengsel gaat het om een bruuske verzwakking, terwijl het tweede mengsel een meer geleidelijke verzwakking vertoont. Er wordt vermoedelijk ettringiet en gips gevormd, die beiden uitzetten en microscheurtjes veroorzaken. Deze microscheurtjes zorgen voor een meetbare verzwakking en uitzetting van het monster, maar zijn op

dat ogenblik nog verstopt waardoor de permeabiliteit niet toeneemt maar afneemt omdat ook de poriën met deze reactieproducten verstopt raken.

4.5 Chemische analyse

Om een uitgebreider zicht te hebben op de reacties die mogelijk optreden en om de eerder gemaakte verklaringen te staven of te ontkrachten, is het interessant om het verloop van de pH en de EC van het effluent in beschouwing te nemen. Voor het eerste mengsel worden deze eigenschappen weergegeven in Figuur 59 en voor het tweede mengsel in Figuur 60.

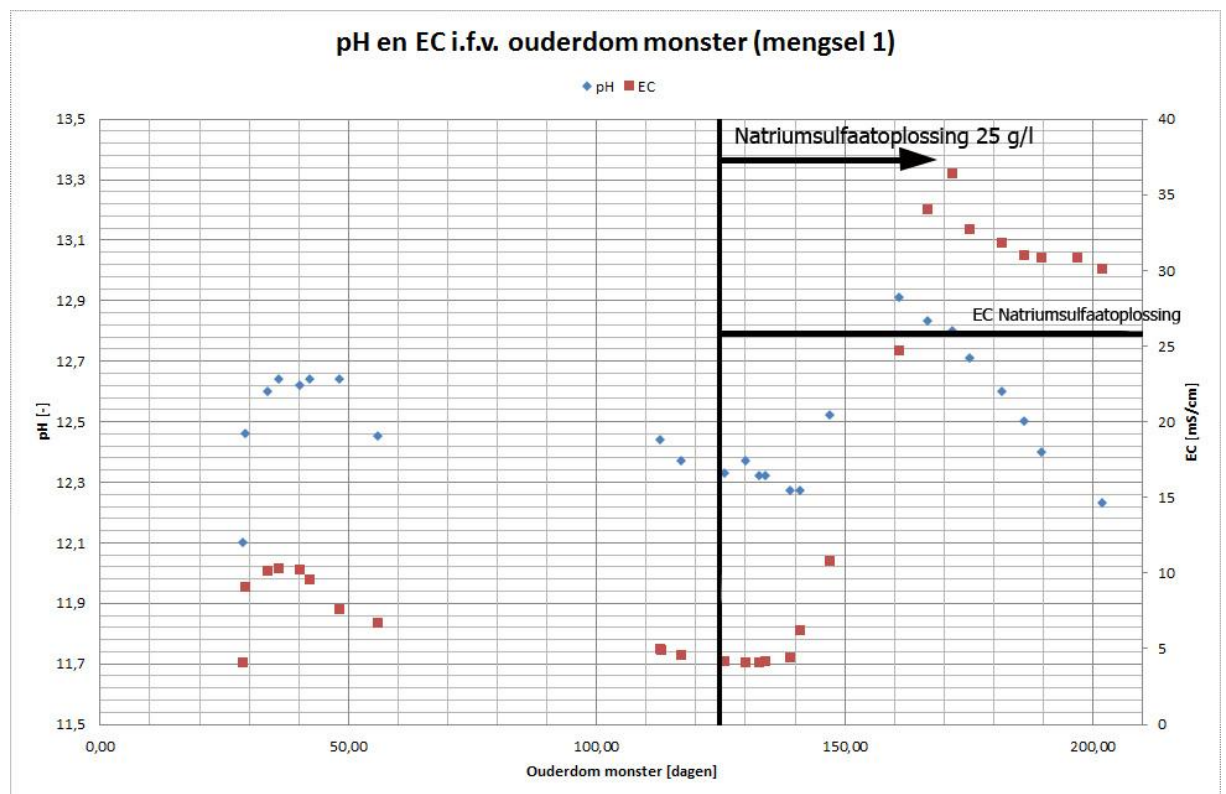
Tijdens de eerste verhardingsweken schommelt de pH tussen 12,5 en 12,7. Daarna vermindert de pH continu tot aan het moment waarop de permeatie met natriumsulfaat start. Deze vrij continue vermindering van de pH wordt waarschijnlijk veroorzaakt door de puzzolane reactie van het bentoniet. Tijdens deze reactie wordt er CH geconsumeerd (zie paragraaf 3.2.4.2) en, daar CH in aanzienlijke mate de pH bepaalt, daalt de pH gestaag. Om dezelfde reden neemt ook de EC gestaag af na een periode van schommeling. De hoeveelheid beschikbare Ca^{2+} , die meegevoerd kan worden door het doorstromende water, neemt af door de puzzolane reactie.

De pH bij aanvang van de permeatie met de natriumsulfaatoplossing was voor beide mengsels 12,3. De EC van het tweede mengsel lag op dat ogenblik hoger dan de EC van het eerste mengsel: 6,05 mS/cm tegenover 4,13 mS/cm.

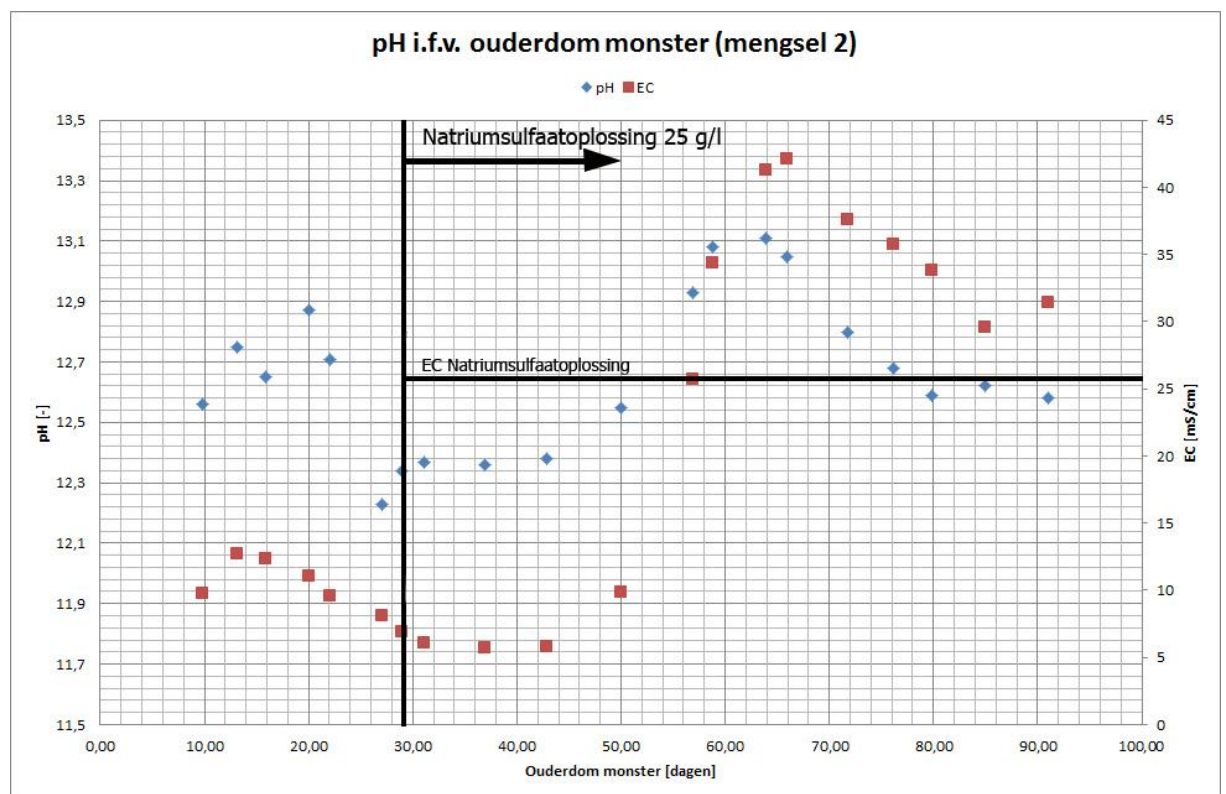
Na de aanvang van de permeatie met natriumsulfaat blijven de pH en de EC van beide mengsels gedurende twee weken zo goed als constant. Vervolgens beginnen zowel de pH als de EC sterk te stijgen en bereiken ze een piekwaarde na ca. 35 dagen permeatie met de sulfaatoplossing. Deze vaststellingen kunnen verklaard worden door het optreden van het eerder besproken *clogging*-fenomeen. Daar de poriën verstopt raken en de doorlatendheid afneemt, stijgt de contacttijd van de vloeistof met de poriënwanden van het SCB waardoor de pH van de permeante vloeistof toeneemt. Door de lagere verversingstijd zullen er meer ionen opgelost worden in de permeante vloeistof waardoor de EC stijgt. De sterke stijging van de pH kan tevens een indicatie zijn dat niet de vorming van gips maar wel de vorming van ettringiet dominant is in deze periode. Mocht de vorming van gips sterk dominant zijn, dan zou er een grote consumptie van $\text{Ca}(\text{OH})_2$ verwacht worden. Een hoog CH-verbruik zou zich reflecteren in een minder hoge pH (of minder sterke toename van de pH) en een minder hoge EC (of minder sterke toename van de EC).

De pH van het eerste mengsel stijgt tot een waarde van 12,9 terwijl de piekwaarde van de pH van het tweede mengsel 13,1 bedraagt. De piekwaarde van de EC van het eerste mengsel bedraagt 36,40 mS/cm en van het tweede mengsel 42,10 mS/cm (of 15,7% meer dan het eerste mengsel). De extreme waarden van het tweede mengsel liggen hoger dan van het eerste mengsel. Ook hier kan de verklaring gezocht worden bij de kwaliteit van het bentoniet. In het tweede mengsel zit bentoniet van hogere kwaliteit. De verwachting is dus dat het fijnere partikels heeft (en dus een hogere totale specifieke oppervlakte) en dat het bovendien meer en/of reactievere ionen bezit. Deze eerste eigenschap zou er in theorie moeten toe leiden dat zowel de pH als de EC van het effluent hoger liggen, terwijl de tweede eigenschap enkel zou moeten leiden tot een hogere EC. Daarnaast kan ook de ouderdom van het mengsel een rol spelen in dit waargenomen verschil in EC en pH: het cement van het tweede mengsel kreeg minder tijd om te verharden dan dat van het eerste mengsel waardoor er bij het tweede mengsel minder CH opgebruikt is door deze hydratatiereactie.

Deze verschilpunten tussen de mengsels liggen waarschijnlijk ook aan de basis van de iets hogere pH- en EC-waardes van het tweede mengsel tijdens de permeatie met water.



Figuur 59: Evolutie pH- en EC-waarde effluent mengsel 1 in de tijd



Figuur 60: Evolutie pH- en EC-waarde effluent mengsel 2 in de tijd

De hoge pH-waardes die bereikt worden hebben tevens implicaties voor de optredende reacties. Uit Figuur 10 kan er opgemaakt worden dat, voor een SO_4^{2-} -concentratie van 25000 mg/l de drempelwaarde van de pH voor gipsvorming **12,82** bedraagt. Boven deze waarde reageert het portlandiet niet meer met de sulfaten en wordt er geen gips meer gevormd.

De piekwaarden van de EC en de pH komen overeen met de start van de stijging van de permeabiliteit ten gevolge van sulfaataantasting. Naarmate dat de permeabiliteit opnieuw toeneemt dalen zowel de pH als de EC geleidelijk aan. Deze daling heeft meerdere oorzaken. Vooreerst neemt de contacttijd van de permeante vloeistof met de poriënwallen weer af. Van zodra de pH van het poriënwater opnieuw daalt onder 12,82 komt de gipsvorming weer op gang en stijgt de consumptie van CH, resulterend in een iets grotere daling van pH en EC.

In de afname van de EC kan, bij benadering, een asymptotisch verband gezien worden, met de EC-waarde van de natriumsulfaatoplossing als asymptoot. Het bereiken van deze waarde kan een indicatie zijn voor de uitputting van het $\text{Ca}(\text{OH})_2$ langs de preferentiële stromingspaden.

4.6 Afsluitende inspectie

4.6.1 Visuele waarnemingen

Na afloop van de PermeaBender- en *benchtop bender element*-proeven werden beiden monsters van het eerste mengsel uit hun proefopstelling gehaald en onderworpen aan een visuele inspectie. In additie werden er eveneens penetrometer-metingen op deze monsters uitgevoerd. Deze metingen werden ook uitgevoerd op het reservemonster van de PermeaBender-proef. Dit monster werd gedurende de volledige looptijd van het onderzoek bewaard in een permeameter met constant hoogteverschil, in een ruimte met een temperatuur van ± 10 °C.

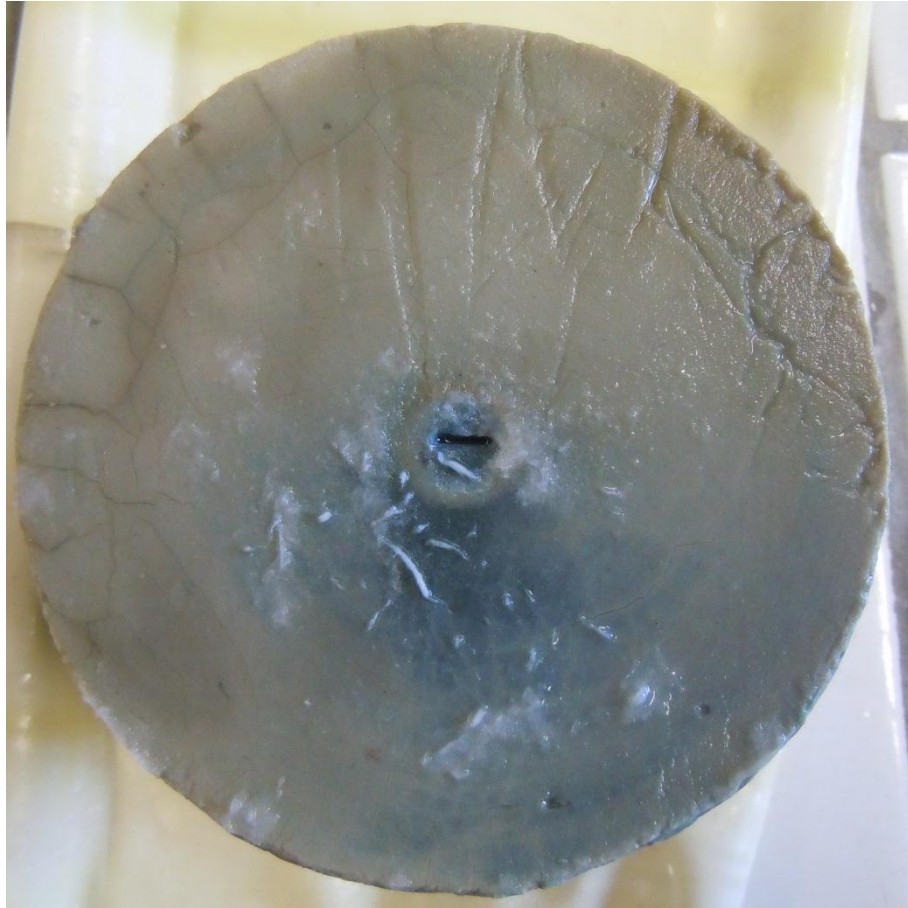
In het literatuuronderzoek betreffende chemische sulfaat-aantasting (zie paragrafen 2.2.2 en 3.2.4.2) werd uitvoerig beschreven dat de aantasting van het SCB van de buitenste laag naar binnen toe gebeurt.

Op Figuur 61 is het PermeaBender-monster te zien zoals het er aan toe was na afloop van het onderzoek. Op de figuur is duidelijk een scheur in langsrichting te zien die van de onderzijde naar boven toe loopt. De onderzijde van het monster stond in contact met de 'verse' natriumsulfaat-oplossing. De waargenomen scheur bevestigt aldus ook dat de sulfaataantasting gestart is aan de buitenste laag van het



Figuur 61: Duidelijke scheur in langsrichting (PB-monster)

proefmonster, aan de zijde waar de sulfaatoplossing onvervuild toekwam. Aan de bovenzijde van het monster, waar er uittrede was van de permeante vloeistof, is er geen waarneembare scheurvorming. Figuur 62 en Figuur 63 tonen het scheurpatroon aan de onderzijde van het monster. Hierop zijn tangentiële scheuren te zien aan de buitenrand van het monster. Meer naar binnen toe spreiden dezen tangentiële scheuren zich zijwaarts uit waardoor er een concentrische scheur ontstaat die de tangentiële met elkaar in verbinding stelt. Op Figuur 63 kan ook het begin van lichte afbrokkeling gezien worden. Het gaat hier vermoedelijk om een erg verzwakte zone aan de hoek van het monster waarvan een losgekomen brok is blijven kleven aan het membraan waar het monster in bewaard werd. Deze verzwakking en afbrokkeling van de hoeken van het monster was ook de visuele degradatie die merkbaar was bij UCS-monsters die permanent ondergedompeld werden in een natriumsulfaatoplossing die tweewekelijks verversd werd (zie Figuur 64). De monsters werden tot halverwege hun totale hoogte in de oplossing geplaatst op hetzelfde ogenblik als de start van de permeatie met de natriumsulfaatoplossing in de PermeaBender.

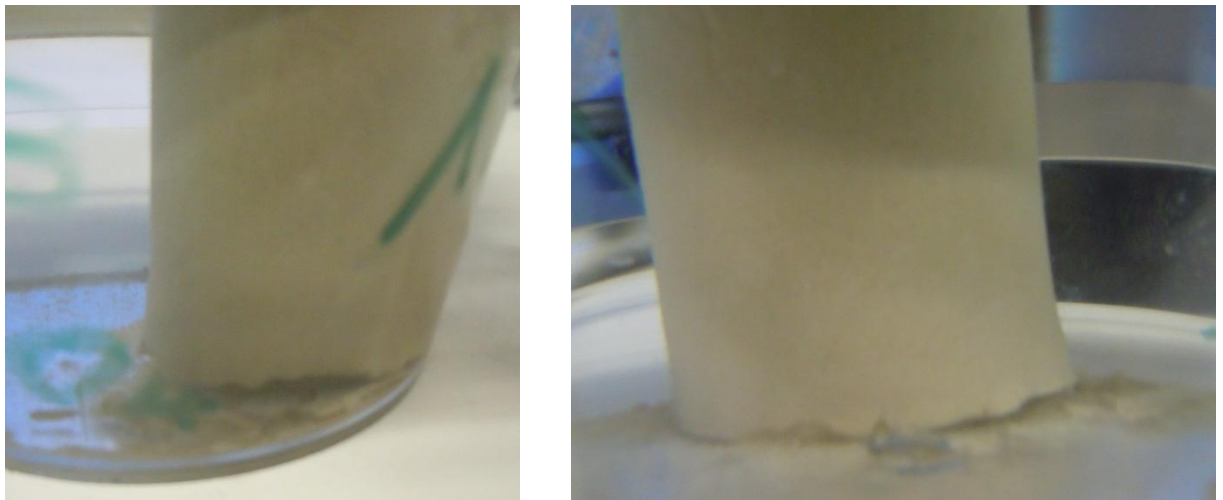


Figuur 62: Scheurpatroon onderzijde (PB-monster)



Figuur 63: Scheurpatroon onderzijde en scheur in langsricting (PB-monster)

Dergelijke onderdompeling- of immersieproeven zijn proeven in erg strenge condities. Dit omdat een veel grotere oppervlakte van het monster, in verhouding met het totale volume, in rechtstreeks contact staat met de sulfaatoplossing en omdat er bovendien geen druk of *confining pressure* op uitgeoefend wordt. Het gaat aldus om een proef die vrij rap de effecten van strenge sulfaataantasting weergeeft, maar kwantitatieve conclusies voor het gedrag van het SCB op lange-termijn kunnen hier echter niet uit getrokken worden.



Figuur 64: Afbrokkeling hoeken UCS-monstertjes in natriumsulfaatoplossing

Tot slot kan de aandacht er ook op gevestigd worden dat de verzwakte zones van het monster een kleurverandering hebben ondergaan, zoals duidelijk te zien is op Figuur 61 en Figuur 63. De niet verzwakte zones hebben een donkergroene, blauwachtige kleur. De zones waar duidelijke sporen van aantasting zijn (, waar de aanwezigheid van scheuren en/of afbrokkeling kan worden vastgesteld,) hebben een veel lichtere, grijsbruine kleur gekregen. Dergelijke kleurveranderingen werden in het recente verleden ook vastgesteld in onderzoek van Joshi et al [92]. In het desbetreffende onderzoek werden immersietesten uitgevoerd en bleek de buitenzijde van de monsters, tot enkele millimeter diepte, een blekere kleur gekregen te hebben, terwijl de kern nog steeds de oorspronkelijke, donkere kleur had. Het kleurverschil kan geattribueerd worden aan het optreden van oxidatie. Hoe meer oxidatie er kan optreden, hoe bleker de kleur zal zijn. De oxidatiegraad kan dan weer gekoppeld worden aan de stromingshoeveelheid in of door het beschouwde volume. Er kan dus aan de hand van de kleur van het monster opgemaakt worden dat de zichtbare scheur in langsrichting op Figuur 61 tevens een preferentieel pad is voor de stroming van de oplossing.

4.6.2 Penetrometer-proeven

Figuur 65 toont de proefopstelling van de penetrometer-proef. Er werd gebruik gemaakt van een penetrometer met een verbrede kop met een diameter van 6 mm. Door de schacht een kleinere diameter te geven werd er getracht de schachtwrijving zoveel mogelijk te elimineren. Er werd een indringingssnelheid gekozen van 10 mm/min. De proef werd meermaals uitgevoerd op zowel boven- als ondervlak van het PermeaBender-monster (blootgesteld aan sulfaten en bewaard bij ± 20 °C) en van het reservemonster (niet blootgesteld aan sulfaten en bewaard bij ± 10 °C).

De kracht bij breuk werd omgerekend tot de spanning bij breuk volgens:

$$q_{ult} = \frac{4 * F_{breuk}}{\phi^2 * \pi} = \frac{F_{breuk}}{28,27} \quad \left[\frac{N}{mm^2} \right]$$

De penetrometer kan benaderend beschouwd worden als een fundering op staal. Gebruikmakend van de formule voor het draagvermogen van een fundering op staal in UGT kan de ongedraineerde cohesie c_u bepaalde worden.

$$c_u = \frac{q_{ult}}{(\pi + 2) * s_c * d_c * i_c} \quad [kPa]$$

In deze formule zijn:

- s_c = vormfactor $= 1 + \frac{N_q}{N_c}$;
- $N_q = \left[\tan \left(\frac{\pi}{4} + \frac{\phi}{2} \right) \right]^2 * e^{\pi * \tan \phi} = 1$ (met $\phi = 0$ rad);
- $N_c = (N_q - 1) * \cot \phi = 5,14$;
- d_c = dieptefactor $= 1$;
- i_c = inclinatiefactor $= 1$.

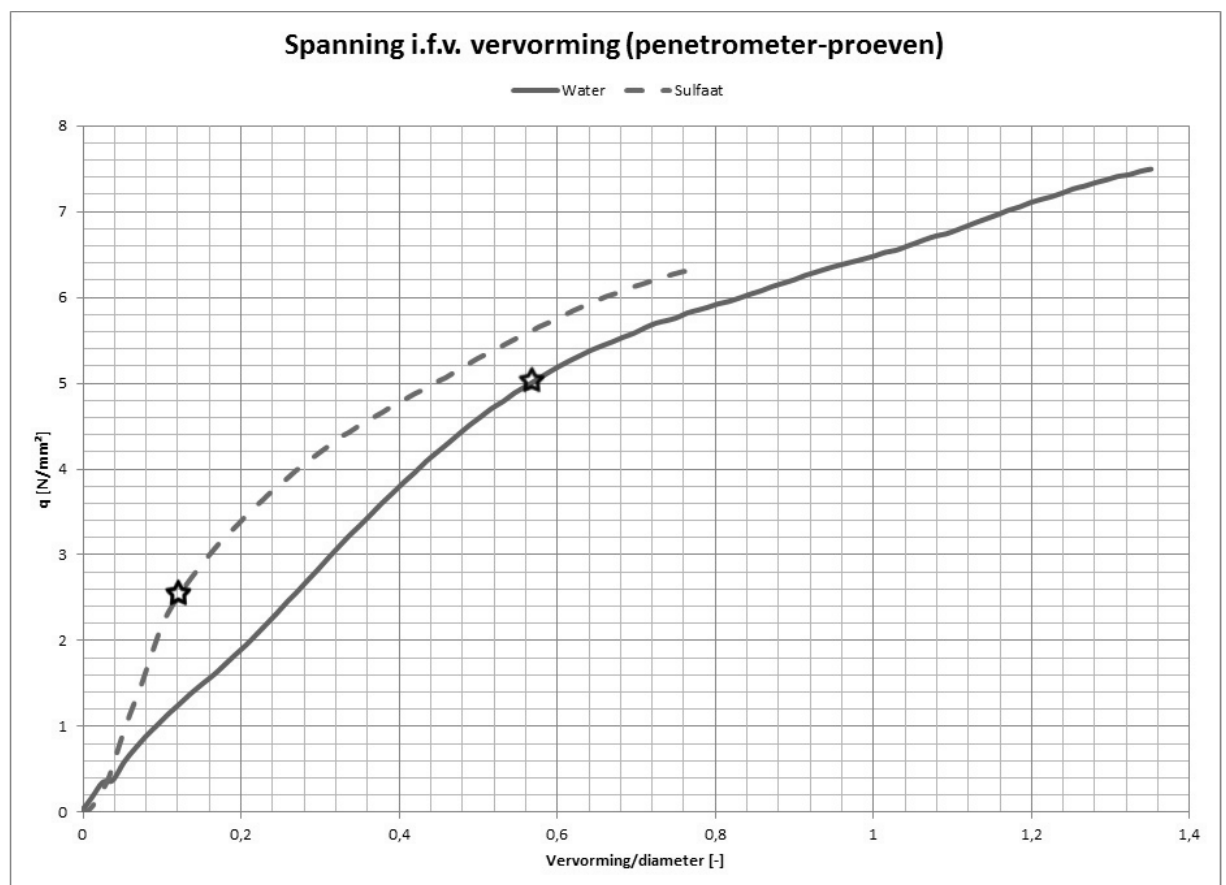


Figuur 65: Proefopstelling penetrometer

Hoewel er theoretisch een vergelijking mogelijk zou moeten zijn tussen de UCS-resultaten en de resultaten van de penetrometer-proef, door middel van de beschouwing $c_u = q_u/2$, bleek dit in de praktijk niet het geval te zijn. De resultaten zijn van dezelfde grootteorde, maar zijn niet te vergelijken. Dit wordt onder meer veroorzaakt door het feit dat de penetrometer zeer lokale condities test, op één zekere plaats van het monster. Dit terwijl vrije prismaproeven een eerder globaal resultaat geven en in zekere mate beïnvloed worden door alle verzwakkingen en scheuren in het monster. Bovendien berust het gebruik van de eerder vermelde formules op de veronderstelling dat de penetrometer zich als een fundering op staal gedraagt.

Het nut van deze penetrometer-resultaten ligt dan ook voornamelijk in de onderlinge vergelijking ervan. Zo kunnen de resultaten van het monster dat aangetast is door sulfaten vergeleken worden met de resultaten van een monster met dezelfde ouderdom en dezelfde mengselsamenstelling, die in water heeft kunnen verharden.

Figuur 66 weergeeft de spannings-vervormingsrelatie die met de penetrometer verkregen werd voor één meetreeks in zowel het aangetaste monster als in het niet-aangetaste monster. De overige meetreeksen verliepen telkens op gelijkaardige manier als de weergegeven reeksen. De q-waarde in de knik van de curve werd gelijkgesteld aan q_{ult} . Daar het knikpunt op het zicht moeilijk aan te duiden is, werd het verloop van de richtingscoëfficiënt opgevolgd en het knikpunt daaruit afgeleid.



Figuur 66: Spanning-vervormingsrelatie zoals verkregen met de penetrometer

Voor de metingen uit Figuur 66 is $q_{ult, \text{ sulfaat}} = 2,54 \text{ N/mm}^2$ bij een rek van 0,122 en $q_{ult, \text{ water}} = 5,04 \text{ N/mm}^2$ bij een rek van 0,573. Hieruit kan de ongedraineerde cohesie berekend worden: $c_{u, \text{ sulfaat}} = 413,57 \text{ kPa}$ en $c_{u, \text{ water}} = 820,63 \text{ kPa}$. De gemiddelde ongedraineerde cohesie van het mengsel dat blootgesteld werd aan sulfaten, afkomstig van zes metingen, bedraagt $c_{u, \text{ sulfaat}} = 391,05 \text{ kPa}$. De gemiddelde ongedraineerde cohesie van het mengsel dat niet blootgesteld werd aan sulfaten, afkomstig van vier metingen, bedraagt $c_{u, \text{ water}} = 847,74 \text{ kPa}$. Er kan gesteld worden dat de aantasting met sulfaten de ongedraineerde cohesie van het monster met 53,9% heeft verminderd.

Er kan opgemerkt worden dat er, op basis van de cijfers, geen duidelijk verband is tussen de vermindering van de maximale glijdingsmodulus ten gevolge van sulfaataantasting (41,3%) en de vermindering van de ongedraineerde cohesie zoals hierboven bepaald werd (53,9%). De penetrometer schets dus, althans in dit onderzoek, slechts een vrij ruw beeld van de mechanische aantasting van SCB door sulfaten.

5. Conclusies

✓ Verband tussen G_0 en UCS

Er bestaat voor hoogovenslak-cement-bentoniet-mengsels, net als voor gecementeerde kaolinit-kleigronden [86], een goede overeenkomst tussen de genormaliseerde UCS en de genormaliseerde maximale glijdingsmodulus G_0 . Hierbij is de genormaliseerde UCS gelijk aan $UCS/UCS_{28 \text{ dagen}}$ en de genormaliseerde maximale glijdingsmodulus gelijk aan $G_0/G_{0,28 \text{ dagen}}$. Het opvolgen van de glijdingsmodulus van een SCB-mengsel met piëzo-keramische buigelementen biedt het voordeel dat de evolutie van de UCS nauwkeurig benaderd kan worden met slechts één set UCS resultaten, verkregen op een zekere ouderdom van het mengsel (vb. 28 dagen), op voorwaarde dat de ontwikkeling van de maximale glijdingsmodulus opgevolgd en genormaliseerd wordt.

✓ Maximale glijdingsmodulus: betrouwbaarheid van de gebruikte meettechniek

Het gebruik van beide voorgestelde meetopstellingen, die gebruik maken van piëzo-keramische buigelementen, bleek op een snelle en relatief eenvoudige manier vrij betrouwbare meetresultaten op te leveren. Bovendien levert de combinatie met de doorlatendheidsproef in de PermeaBender cijfermateriaal op die een beter zicht geeft op de interactie tussen de mechanische en hydraulische eigenschappen van het SCB-materiaal.

Bij relatief hoge maximale glijdingsmoduli bleek echter dat een correcte interpretatie van het uitgangssignaal bemoeilijkt werd door interfererende storingen. Indien de doelstelling er in bestaat om bij dergelijk grote glijdingsmoduli (vanaf ca. 250 MPa voor het gebruikte *benchtop bender element*-toestel) volledig betrouwbare metingen te doen met piëzo-keramische buigelementen, zal de voorgestelde meetopstelling aangepast moeten worden. Er kan mogelijk ook geopteerd worden voor een verschillende, minder eenvoudige en minder snelle interpretatietechniek.

✓ Invloed van sulfaten op de maximale glijdingsmodulus en de hydraulische conductiviteit

De metingen van de maximale glijdingsmodulus met de PermeaBender vertoonden, binnen de eerste week van permeatie met de natriumsulfaatoplossing van 25 g/l, de eerste tekenen van aantasting. Het logaritmisch toenemende verloop dat bij permeatie met water vastgesteld werd, werd doorbroken. Bij het mengsel met de laagste verhardingstijd in water bleek G_0 eerst geleidelijk af te nemen of zelfs constant te blijven. De hoogtemetingen vertoonden op dat ogenblik nog geen verandering. Het mengsel met de langste verhardingstijd in water kende echter kort na de blootstelling aan de sulfaatoplossing een bruuske afname van G_0 . Enkele dagen na de start van deze sterke afname bleek ook de hoogte van het monster bruusk toe te nemen. Hierop volgde er een periode met quasi gelijkblijvende glijdingsmodulus en hoogte. Deze verschijnselen kunnen wijzen op de vorming en uitzetting van ettringiet en gips in het SCB-monster. De expansie van deze reactieproducten kan leiden tot het ontstaan van spanningen en microscheurtjes in het SCB, wat in overeenstemming is met het schademechanisme van natriumsulfaat zoals het in de literatuur beschreven staat. De kleinste scheurtjes zullen tijdens deze eerste periode nog dichtgedrukt worden door de toegepaste omgevingsdruk of *confining pressure* waardoor de stijging van de grootte van het mengsel beperkt wordt of nauwelijks voor komt.

Tevens treedt er vanaf het begin van de permeatie met natriumsulfaat verstopping of *clogging* van de poriën op waardoor de hydraulische conductiviteit versneld afneemt. Deze verstopping kan door meerdere verschijnselen veroorzaakt worden. Zo kan de expansie van gips in de poriën en scheuren een obstructie vormen waardoor de waterdoorstroming belemmerd wordt. Mogelijk kan ook de expansie van ettringiet en het loskomen van SCB-partikels, afkomstig uit de buitenste, aangetaste laag van het SCB, bijdragen tot bijkomende verstopping.

Na deze periode treedt er, bij beide mengsels, een bruuske daling op van de glijdingsmodulus. Gelijktijdig beginnen ook de hydraulische conductiviteit en de hoogte van het monster toe te nemen. Dit is waarschijnlijk een indicatie voor het ontstaan van één of meerdere grote scheuren die niet langer verstopt zijn. Bij beide mengsels kan nu ook een bruuske toename van de monstergrootte vastgesteld worden. De bruuske daling van de glijdingsmodulus wordt gevolgd door een lichte toename, die aanhoudt tot het einde van het onderzoek en waarschijnlijk veroorzaakt wordt door de, nog steeds optredende, puzzolane reactie. De hydraulische conductiviteit stijgt eerste relatief sterk om vervolgens steeds minder sterk toe te nemen in de tijd, tot de conductiviteit quasi constant blijft. De reden hiervoor is waarschijnlijk het ontstaan van preferentiële stromingspaden, waardoor er geen reactie is tussen de oplossing en het overige volume van het monster dat niet in contact is met deze scheuren. Deze theorie wordt kracht bijgezet door de visuele vaststelling van een grote langse scheur, waarrond de kleur van de grond veranderd is. De blekere kleur wijst op een hogere graad van oxidatie die vermoedelijk veroorzaakt is door de toegenomen stroming op die plaats.

Het vastgestelde verloop van de permeabiliteit, waarbij een initiële reductie gevolgd wordt door een toename, wordt door Jefferis [91] omschreven als het typegedrag van cement-bentoniet-mengsels wanneer deze onderworpen worden aan agressieve reacties.

✓ Meerwaarde van pH en EC opvolging

Het opvolgen van de pH en EC biedt de nodige bijkomende informatie. Tijdens de permeatie met water dalen zowel de pH als de EC in lichte mate, vermoedelijk door de consumptie van Ca(OH)_2 die gepaard gaat met de puzzolane reactie van het bentoniet. Daar CH in grote mate verantwoordelijk is voor de pH, zal deze dalen. Bovendien daalt de beschikbare hoeveelheid Ca^{2+} waardoor ook de EC afneemt. Door het optreden van het *clogging*-fenomeen stijgt de contacttijd van de vloeistof met de poriënwallen van het SCB, waardoor ook de EC en pH zullen toenemen. De pH waarde stijgt zelfs tot boven de maximale waarde voor de vorming van gips uit portlandiet bij een SO_4^{2-} -concentratie van 25 g/l. De piekwaardes van de EC en de pH komen overeen met de start van de stijging van de permeabiliteit ten gevolge van sulfaataantasting. Naarmate dat de permeabiliteit opnieuw toeneemt dalen zowel de pH als de EC geleidelijk aan. Dit vermoedelijk omdat de contacttijd van de permeante vloeistof met de poriënwallen weer afneemt. Van zodra de pH van het poriënwater weer onder de drempelwaarde voor gipsvorming daalt, zal de vorming van gips weer op gang komen waardoor de consumptie van CH stijgt, resulterend in een iets grotere daling van pH en EC. De EC daalt quasi asymptotisch in de richting van de EC van de natriumsulfaatoplossing. Het bereiken van deze waarde zou een indicatie kunnen zijn voor de uitputting van het Ca(OH)_2 langs de preferentiële stromingspaden.

Referenties

- [1] U.S. EPA, Slurry Trench Construction for Pollution Migration Control, Cincinnati, USA: U.S. EPA, 1984.
- [2] K. Joshi, K. Soga en P. Tedd, „Long-Term Performance of Cement-Bentonite Containment Wall,” in *Proceedings of the 17th International Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, 2009.
- [3] Portland Cement Association, „Slurry Walls for Groundwater Control,” [Online]. Available: http://www.cement.org/waste/wt_slurry_walls.asp. [Geopend 7 November 2011].
- [4] Ökosil, „Trench and diaphragm wall,” [Online]. Available: <http://www.ecosil.ee/index.php?page=105&>. [Geopend 29 Maart 2012].
- [5] G. Doe, S. Jefferis en P. Tedd, Specification for the construction of slurry trench cut-off walls (as barrier to pollution migration), London, England: The Institution of Civil Engineers, the Construction Industry Research and Information Association and the Building Research Establishment, Thomas Telford, 1999.
- [6] H. Sharma en K. Reddy, Geoenvironmental Engineering, Hoboken, New Jersey, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2004.
- [7] S. Jefferis, „Bentonite-cement slurries for hydraulic cut-offs,” *Proc. 10th Int. Conf. International Society for Soil Mechanics and Foundation Engineering*, nr. vol. 1, pp. 425-440, 1981.
- [8] S. Jefferis, „The origins of the slurry trench cut-off and a review of cement-bentonite cut-off walls in the U.K.,” *Proc. Int. Containment Technology Conf.*, pp. 52-70, 1997.
- [9] A. Trietlley, The effects of slag addition on the permeability of cement-bentonite., Lewisburg, Pa.: Departement of Civil Engineering, Bucknell University, 1996.
- [10] T. Veracco en B. Smith, „The effects of slag addition and curing on the permeability of cement-bentonite,” Departement of Civil Engineering, Bucknell University, Lewisburg, Pa., 1997.
- [11] J. Evans en A. Dawson, „Slurry walls for control of contaminant migration: A comparison of U.K. and U.S. practices,” *ASCE Specialty Conference on Geo-Engineering for Underground Facilities, ASCE Geotechnical Special Publication*, nr. 90, pp. 105-120, 1999.
- [12] S. Opdyke en J. Evans, „Slag-Cement-Bentonite Slurry Walls,” *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, pp. 673-681, Vol. 131, No. 6, June, 2005.
- [13] The Institution of Civil Engineers, the Construction Industry Research and Information Association and the Building Research Establishment, Specification for the construction of slurry

trench cut-off walls, London, England: Thomas Telford, 1999.

- [14] C. Ryan en S. Day, „Performance evaluation of cement-bentonite slurry wall mix design,” in *HMCRI Conference*, Washington, USA, 1986.
- [15] K. Keith en H. Murray, „Clay liners and barriers,” in *Industrial Minerals and Rocks*, Littleton, USA, Society of Mining, Metallurgy and Exploration, 1994.
- [16] S. Jefferis, „Remedial barriers and containment,” in *Contaminated Land Treatment Technologies*, London, England, SCI/Elsevier Applied Science, 1992, pp. 58-82.
- [17] P. Barker, A. Esnault en P. Braithwaite, „Containment barrier at Pride Park, Derby, England,” in *International Containment Technology Conference*, St. Petersburg, USA, 1997.
- [18] B. Demars, C. Pledger en B. Barrett, „A.V. Watkins Dam Modification: Cement-Bentonite cutoff wall,” in *United States Society on Dams 29th annual meeting and conference*, Nashville, USA, 2009.
- [19] D. M. Will, „Cement Bentonite Grouts Compatible with Compliant TDR Cables,” Infrastructure Technology Institute, Evanstone, USA, 1996.
- [20] J. P. Skalny, J. Marchand en I. Odler, *Sulfate Attack on Concrete*, London, Engeland: Spon, 2001.
- [21] M. Collepardi, „A State-of-the-Art Review on Delayed Ettringite Attack on Concrete,” Civil Engineering Faculty Leonardo Da Vinci, Politechnic Milan, Milan, Italië, 2003.
- [22] F. Bellmann, B. Möser en J. Stark, „Influence of Sulfate Solution Concentration on the Formation of Gypsum in Sulfate Resistance Tests Specimens,” *Cement and Concrete Research*, vol. 36, nr. 2, pp. 358-363, 2006.
- [23] K. P. Mehta, „Sulfate Attack on Concrete: Separating Myths from Reality,” *Concrete International*, vol. 22, nr. 8, pp. 57-61, 2000.
- [24] D. De-Hua, X. Jia en Y. Qiang, „On Thaumasite in Cementitious Materials,” *Jianzhu Cailiao Xuebao / Journal of Building Materials*, vol. 8, nr. 4, pp. 400-409, 2005.
- [25] J. Bensted, „Thaumasite-direct, Woodfordite and Other Possible Formation Routes,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, nr. 8, pp. 873-877, 2003.
- [26] S. Sahu, S. Badger en N. Thaulow, „Mechanism of Thaumasite Formation in Concrete Slabs on Grade in Southern California,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 24, nr. 3-4, pp. 379-384, 2002.
- [27] Q. Zhou, J. Hill en E. Byars, „The Role of pH in Thaumasite Sulfate Attack,” *Cement and Concrete Research*, vol. 36, nr. 1, pp. 160-170, 2006.

- [28] N. Crammond, G. Collet en T. Longworth, „Thaumasite Field Trial at Shipston on Stour: Three-year Preliminary Assessment of Buried Concretes,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, nr. 8, pp. 1035-1043, 2003.
- [29] N. Thaulow en S. Sahu, „Mechanism of Concrete Deterioration Due to Salt Crystallization,” *Materials Characterization*, vol. 53, nr. 2-4, pp. 123-127, 2004.
- [30] C. Rodriguez-Navarro, E. Doehne en E. Sebastian, „How does sodium sulfate crystallize? Implications for the decay and testing of building materials,” *Cement and Concrete Research*, vol. 30, nr. 10, pp. 1527-1534, 2000.
- [31] C. W. Correns, „Growth and Dissolution of Crystals Under Linear Pressure,” Department of Mineralogy, Georg August Universität, Göttingen, Göttingen, Duitsland, 1949.
- [32] Z. Liu, Study of the Basic Mechanisms of Sulfate Attack on Cementitious Materials, Gent, België: Universiteit Gent, 2010.
- [33] G. W. Scherer, „Factors Affecting Crystallization Pressure,” in *International RILEM TC 186-ISA workshop and internal sulfate attack and delayed ettringite formation*, Villars, Zwitserland, 2002.
- [34] L. Rijniers, „Salt Crystallization in Porous Materials: an NMR study,” Technische Universiteit Eindhoven, Eindhoven, Nederland, 2004.
- [35] S. Omar, B. AL-Amoudi en M. Maslehuddin, „Effect of Magnesium Sulfate and Sodium Sulfate on the Durability Performance of Plain and Blended Cement,” *ACI Materials Journal*, vol. 92, nr. 1, pp. 15-24, 1995.
- [36] M. Nehdi en M. Hayek, „Behavior of Blended Cement Mortars Exposed to Sulfate Solutions Cycling in Relative Humidity,” *Cement and Concrete Research*, vol. 35, nr. 4, pp. 731-742, 2005.
- [37] F. De Smedt, Grondmechanica, Brussel: Vrije Universiteit Brussel, 2010.
- [38] J. Atkinson en G. Sallfors, „Experimental determination of stress-strain-time characteristics in laboratory and in-situ tests,” in *Proc. 10th Eur. Conf. Soil Mechanics*, Florence, 1991.
- [39] C. G. Lai en G. J. Rix, „Solution of the Rayleigh Eigenproblem in Viscoelastic Materials,” *Bulletin of the Seismological Society of America*, pp. V92(6): 2297- 2309., 2002.
- [40] J. Santamarina, K. Klein en A. Fam, Soils and Waves: Particulate Materials Behaviour, Characterization and Process Monitoring, Chinchester, England: JohnWiley and Sons, Ltd., 2001.
- [41] R. D. Verástegui Flores, G. Di Emidio en W. Van Impe, „Small-strain shear modulus and strength increase of cement-treated clay,” *Geotechnical Testing Journal*, nr. Vol. 33 No. 1, 2010.
- [42] P. Davich, J. Labuz, B. Guzina en A. Drescher, „Small Strain and Resilient Modulus Testing of Granular Soils,” Minnesota Department of Transportation, St. Paul, USA, 2004.

- [43] J. Atkinson, M. Coop, S. Stallebrass en G. Viggiani, „Measurement of stiffness of soils and weak rocks in laboratory tests,” in *Proc. of the 26th Conference Engineering Group*, 1993, pp. 21-27.
- [44] APC International, Ltd., „Piezoelectric ceramics: principles and applications,” 2012. [Online]. Available: <http://www.americanpiezo.com>. [Geopend 18 Maart 2012].
- [45] R. Dyvik en C. Madshus, „Lab measurements of Gmax using bender elements,” in *Proceedings of the Conference on the Advances in the Art of Testing Soil under Cyclic Conditions. ASCE Geotechnical Engineering Division*, New York, USA, 1985.
- [46] F. Lawrence, „Propagation of ultrasonic waves through sand. Research Report R63-8,” Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, USA, 1963.
- [47] F. Lawrence, „Ultrasonic shear wave velocity in sand and clay. Research Report R65-05, Soil Publication No. 175,” Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, USA, 1965.
- [48] D. Shirley en A. Anderson, „Acoustical and engineering properties of sediments. Report No. ARL-TR-75-58,” Applied Research Laboratories, University of Texas, Austin, USA, 1975.
- [49] V. Jovičić, M. Coop en M. Simic, „Objective criteria for determining Gmax from bender element tests,” *Géotechnique*, vol. 46, nr. 2, pp. 357-352, 1996.
- [50] D. Pennington, D. Nash en M. Lings, „Horizontally mounted bender elements for measuring anisotropic shear moduli in triaxial clay specimens,” *ASTM Geotechnical Testing Journal*, vol. 24, nr. 2, pp. 133-144, 2001.
- [51] V. Fioravante en R. Capoferri, „On the use of multi-directional piezoelectric transducers in triaxial testing,” *ASTM Geotechnical Testing Journal*, vol. 24, nr. 3, pp. 243-255, 2001.
- [52] S. Teachavorasinskun en P. Lukkanaprasit, „Stress induced inherent anisotropy on elastic stiffness of soft clays,” *Soil and Foundations*, vol. 48, nr. 7, pp. 127-132, 2008.
- [53] E. Leong, J. Cahyadi en H. Rahardjo, „Measuring shear and compression wave velocities of soil using bender-extender elements,” *Canadian Geotechnical Testing Journal*, nr. 46, pp. 792-812, 2009.
- [54] K. Chan, T. Boonyatee en M. T., „Effect of bender element installation in clay samples,” *Géotechnique*, vol. 60, nr. 4, pp. 287-291, 2010.
- [55] J.-S. Lee en J. C. Santamarina, „Bender Elements: Performance and Signal Interpretation,” *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, ASCE*, vol. 2005, nr. September, pp. 1063-1070, 2005.
- [56] T. Kawaguchi, T. Mitachi en S. Shibuya, „Evaluation of shear wave travel time in laboratory bender element test,” in *Proc., 15th Int. Conf. on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, 2001.

- [57] G. Viggiani en J. Atkinson, „Interpretation of bender element tests,” *Géotechnique*, vol. 45, nr. 1, pp. 149-154, 1995.
- [58] M. Arroyo, P. D. Greening en D. M. Wood, „An estimate of uncertainty in current laboratory pulse test practice,” *Rivista Italiana di geotecnica*, nr. Maart, pp. 38-56, 2003.
- [59] C. Clayton, M. Theron en A. Best, „The measurement of vertical shear-wave velocity using side-mounted bender elements in the triaxial apparatus,” *Géotechnique*, vol. 54, nr. 7, pp. 495-498, 2004.
- [60] M. Arroyo, *Pulse Tests in Soil Samples*, Bristol, UK: University of Bristol, 2001.
- [61] S. Yamashita, T. Kawaguchi, Y. Nakata, T. Mikami, T. Fujiwara en S. Shibuya, „Interpretation of international parallel test on measurement of Gmax using bender elements,” *Soils and Foundations*, vol. 49, nr. 4, pp. 631-650, 2009.
- [62] P. D. Greening en D. F. Nash, „Frequency domain determination of G0 using bender elements,” *Geotechnical Testing Journal*, vol. 27, nr. 3, pp. 288-293, 2004.
- [63] C.-M. Chan, „Bender Element Test in Soil Specimens: Identifying the Shear Wave Arrival Time,” *Journal of Geotechnical Engineering*, nr. vol. 15, pp. 1263-1276, 2010.
- [64] W. Sachse en Y. Pao, „On the determination of phase and group velocities of dispersive waves in solids,” *Journal of applied physics*, vol. 49, nr. 8, pp. 4320-4327, 1978.
- [65] D. Fratta en J. C. Santamarina, „Wave propagation in soils: Multiple-mode, wide-band testing in waveguide device,” *Geotechnical Testing Journal*, vol. 19, nr. 2, pp. 130-140, 1996.
- [66] D. Snoeck, *Spannings-ervormingsgedrag van artificieel gecementeerde kaolinietklei*, Gent, België: Universiteit Gent, 2008.
- [67] ELGA LabWater, „PURELAB Option-S/R 7/15,” 2011. [Online]. Available: <http://www.elgalabwater.com/>. [Geopend 10 April 2012].
- [68] ASTM, „D1193-99e1 Standard Specification for Reagent Water,” ASTM International, West Conshohocken, V.S.A., 1999.
- [69] C. Ladang en C. Xhonneux, „Cement,” in *Betontechnologie*, Brussel, België, Belgische Betongroepeerings, 2006, pp. 23-66.
- [70] C. D. Shackelford, C. H. Benson, T. Katsumi, T. B. Edil en L. Lin, „Evaluating the hydraulic conductivity of GCLs permeated with non-standard liquids,” *Geotextiles and Geomembranes*, nr. 18, pp. 133-161, 2000.
- [71] M. Santhanam, M. Cohen en J. Olek, „Mechanism of Sulfate Attack: a Fresh Look - Part 2: Proposed Mechanisms,” *Cement and Concrete Research*, vol. 33, nr. 3, pp. 341-346, 2003.

- [72] E. Irassar, V. Bonavetti en M. González, „Microstructural study of sulfate attack on ordinary and limestone Portland cements at ambient temperature,” *Cement and Concrete Research*, vol. 33, nr. 1, pp. 31-41, 2003.
- [73] J. Bensted, „Thaumasite - background and nature in deterioration of cements, mortars and concretes,” *Cement and Concrete Composites Journal*, vol. 21, nr. 2, pp. 117-121, 1999.
- [74] U. Ludwig en S. Mehr, „Destruction of historical buildings by formation of ettringite and thaumasite,” in *Proc. 8th Int. Congr. Chem. Cem*, Brazilië, 1986.
- [75] S. Saitoh, Y. Suzuki en K. Shirai, „Hardening of Soil Improvement by Deep Mixing Method,” in *Proceedings of the 11th International Conference on Soil Mechanics and Foundation Engineering*, Helsinki, Finland, 1985.
- [76] Coastal Development Institute of Technology, *The Deep Mixing Method - Principle, Design and Construction*, Lisse, Nederland: Swets & Zeitlinger B.V., 2002.
- [77] ASTM, „D2216-98 Standard Test Method for Laboratory Determination of Water (Moisture) Content of Soil and Rock by Mass,” ASTM International, West Conshohocken, V.S.A., 1998.
- [78] ASTM, „D2166-00 Standard Test Method for Unconfined Compressive Strength of Cohesive Soil,” ASTM International, West Conshohocken, V.S.A., 2000.
- [79] ASTM, „D 5084-03 Standard test methods for measurement of hydraulic conductivity of saturated porous materials using a flexible wall permeameter,” ASTM International, West Conshohocken, V.S.A., 2000.
- [80] R. D. Verástegui Flores en G. Di Emidio, „Impact of sulfates on the mechanical and hydraulic behavior of a cement-clay mix,” *Laboratory of Geotechnics*, Ghent University, Gent, België, 2011.
- [81] H. Reinhardt en C. Grosse, „Continuous monitoring of setting and hardening of mortar and concrete,” in *Construction and Building Materials 18*, Stuttgart, Duitsland, Elsevier Ltd., 2004, pp. 145-154.
- [82] I. Yilmaz, „Indirect estimation of the swelling percent and a new classification of soils depending on liquid limit and cation exchange capacity,” *Engineering Geology*, nr. 85, pp. 295-301, 2006.
- [83] Y. Yukselen en A. Kaya, „Prediction of cation exchange capacity from soil index properties,” *Clay Minerals*, vol. 41, nr. 4, pp. 827-837, 2006.
- [84] A. B. Cerato en A. J. Lutenege, „Determination of surface area of fine-grained soils by the ethylene glycol monoethyl ether (EGME) method,” *Geotechnical Testing Journal*, vol. 25, nr. 3, 2002.
- [85] F. Massazza, „Properties and applications of natural pozzolans,” in *Structure and performance of*

cements, Londen, Engeland, Spon Press, 2002, pp. 326-352.

- [86] R. D. Verástegui Flores en G. Di Emidio, „Alternative Laboratory Technique to Monitor the Effect of Cementing Additives on Clay for Cut-off Walls,” *ASCE Geo-Frontiers*, pp. 967-975, 2011.
- [87] E. Fratalocchi, M. Manassero, E. Pasqualini, M. Roccato en C. Spanna, „Predicting hydraulic conductivity of cement-bentonite slurries,” in *Proc. 2nd Int. Conf. Environmental Geotechnics, Osaka*, Rotterdam, Nederland, Balkema, 1996, pp. 503-508.
- [88] J.-M. Lee en C. D. Shackelford, „Impact of Bentonite Quality on Hydraulic Conductivity of Geosynthetic Clay Liners,” *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, pp. 65-77, 2005.
- [89] E. Fratalocchi en E. Pasqualini, „Long term performance of cut-off walls in sulphate solutions,” in *2nd Int. Conf. on New Developments in Soil Mechanics and Geotechnical Engineering*, Nicosia, Cyprus, 2009.
- [90] J. Stark en K. Bollman, „Delayed Ettringite Formation in Concrete,” Bauhaus-University, Weimar, Duitsland, 1998.
- [91] S. Jefferis, „Long term performance of grouts and the effects of grout byproducts,” *Proc. 3rd Int. Conf. Grouting and Ground Treatments*, nr. ASCE Geotechnical Special Publication No. 120, 2003.
- [92] K. Joshi, C. Kechavarzi, K. Sutherland, M. Y. A. Ng, K. Soga en P. Tedd, „Laboratory and In Situ Tests for Long-Term Hydraulic Conductivity of a Cement-Bentonite Cutoff Wall,” *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, pp. 562-572, 2010.
- [93] Menard Bachy, „Mayfield former Newcastle Steelworks,” [Online]. Available: <http://www.menardbachy.com.au/docs/projects/Mayfield.pdf>. [Geopend 26 Maart 2012].
- [94] H. Sharma en K. Reddy, „Slurry Trench Barriers,” in *Geoenvironmental Engineering*, New Jersey, John Wiley & Sons, 2004, pp. 333-350.
- [95] D. Will, „Cement Bentonite Grouts Compatible with Compliant TDR Cables,” Evanston, Illinois, VSA, 1996.
- [96] I. Yilmaz en B. Civelekoglu, „Gypsum: An additive for stabilization of swelling clay soils,” *Applied Clay Science*, vol. 44, nr. 1-2, pp. 166-172, 2009.
- [97] P. Solanki en M. Zaman, „Microstructural and Mineralogical Characterization of Clay Stabilized using Calcium-Based Stabilizers,” in *Scanning Electron Microscopy*, Rijeka, Kroatië, InTech, 2012, pp. 771-798.

