



SINTEF

2023:01276 - Fortrolig

Prøvingsrapport

Undersøkelser av injiseringsmasse fra kabelkanal til Herøysund bru - 2023

Undertittel

Forfatter(e)

Tobias Danner

<https://www.hblad.no/2020/nyheter/det-blir-ny-bru/>



SINTEF Community

Arkitektur, byggematerialer og konstruksjoner

2023-11-10



SINTEF

SINTEF Community
Postadresse:
Postboks 4760 Torgarden
7465 Trondheim

Sentralbord: 40005100
info@sintef.no

Foretaksregister:
NO 919 303 808 MVA

Prøvingsrapport

Undersøkelser av injiseringsmasse fra kabelkanal til Herøysund bru - 2023

Undertittel

EMNEORD:

Injiseringsmasse, klorid, pH, XRD, TGA, CWE, thaumasitt

Versjon

1

Dato

2023-11-10

Forfatter(e)

Tobias Danner

Oppdragsgiver(e)

SINTEF Narvik, NTNU, SVV

Oppdragsgivers ref.

Roy Johnsen

Prosjektnummer

402000028

Antall sider og vedlegg

12

Prøveobjekt

Injiseringsmasse

Prøveobjekt mottatt

2023-09-01

Prøveprogram

XRD, XRF, TGA, CWE, pH, klorid

Prøvested

Trondheim

Prøvedato

2023-09-18

Sammendrag

Det ble undersøkt syv prøver av injiseringsmasse fra samme kabelkanal i det søndre steget på Herøysund bru. Porevannet og faststoff ble undersøkt med tanke på en mulig påvirkning fra det ytre miljø. Prøvene kunne bli delt inn i 2 hovedgrupper som hadde ulik fargetone og konsistens. Prøver fra Gruppe 1 ligner på vanlig herdet sementpasta i utseende mens prøver fra gruppe 2 var veldig fuktige, relativt myke (og delvis klumpete) og hadde en lys farge som er utypisk for uskadet sement. Prøver fra begge grupper hadde lavt totalt kloridinnhold og relativt høy pH > 12. Det ble funnet mulig thaumasitt dannelse i prøver fra gruppe 2 som kunne forklare den myke/muligens nedbrutte konsistens.

Utarbeidet av

Tobias Danner

 SIGNATUR

Kontrollert av

Harald Justnes

 SIGNATUR

Godkjent av

Carine Lausset

 SIGNATUR

Rapportnummer

2023:01276

Gradering

Fortrolig

COMPANY WITH
MANAGEMENT SYSTEM
CERTIFIED BY DNV
ISO 9001 • ISO 14001
ISO 45001

Historikk

| Versjon | Dato | Versjonsbeskrivelse |
|---------|------------|--------------------------------------------------------|
| 1 | 2023-11-10 | Første utkast til diskusjon med kunden/ prosjektgruppe |

Innholdsfortegnelse






| | | |
|----------|----------------------------|-----------------------------------------|
| 1 | Prøveoversikt | 4 |
| 2 | Undersøkelser | 6 |
| 3 | Resultater | 7 |
| 3.1 | Fukttinnhold | 7 |
| 3.2 | Total kloridinnhold | Feil! Bokmerke er ikke definert. |
| 3.3 | Porevannsanalyse | 7 |
| 3.4 | pH av porevann | 8 |
| 3.5 | XRD | 9 |
| 3.6 | TGA | 10 |
| 4 | Konklusjon | 11 |

Bilag/vedlegg



1 Prøveoversikt

September 2023 ble det mottatt 7 prøver med injiseringsmasse fra Herøysund bru. Etter en visuell sjekk ble prøvene delt i 2 grupper basert på utseende.

Tabell 1: Gruppe 1 materialer

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>1NA</p>  | <p>2 NA</p>  |
| <p>1SA</p>  | <p>2SA-3</p>  |
| <p>3SA-2</p>  | |

Tabell 2: Gruppe 2 materialer

| 2SA-1 | 2SA-4 |
|-----------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|
|  |  |

Gruppe 1 materialer virket tørr og lignet på herdet sementpasta med en mørk grå farge. Noen prøver hadde brune/rødbrune flekker (2SA-3 and 3SA-2) på overflaten av noen partikler, som kan tyde på kontakt med rust. Materialene er tatt ut uten SINTEF sin medvirkning og kjennskap på lokasjon eller forhold i nærheten av prøvene. Ifølge oppdragsgiver ble det observert overflatekorrosjon av spennkabler ved lokasjon av prøve 1SA, 2SA-3 og 2SA-1.

Gruppe 2 materialer hadde en lysere farge sammenlignet med materialer fra gruppe 1 og spesielt prøve 2SA-4 virket veldig fuktig. Prøve 2SA-4 hadde en større bit metallisk materiale som ble fjernet før videre analyse. Prøvene hadde også en tilsynelatende mindre fasthet, dvs. mindre motstand mot knusing. Gruppe 2 materialene lignet på prøver som ble mottatt tidligere i 2020 (SINTEF Rapportnr. 3039-282 og Rapportnr. 340-163).

I de to nevnte rapporter ble det utført følgende analyser i 2020: Total kloridinnhold, kjemisk analyse med XRF, tynnslippanalyse med polarisasjonsmikroskop, termogravimetrisk analyse, fuktinnhold, og porevannsanalyse.

2 Undersøkelser

Tabell 3 gir en oversikt over de utførte analysene av hver prøve samt prøvevekt ved mottagelse.

Tabell 3: Prøvevekt og oversikt over utførte analyser

| Gruppe | Navn | Vekt (g) | Fukt | XRD | TGA | Tot. klorid | CWE + ICP-MS | pH |
|--------|-------|----------|------|-----|-----|-------------|--------------|----|
| 1 | 2SA-1 | 1,2 | X | X | X | | | |
| | 2SA-4 | 6,2 * | X | X | X | X | | X |
| 2 | 3SA-2 | 8,1 | X | X | | | X | X |
| | 2SA-3 | 3,6 | X | X | | X | | |
| | 1SA | 5,2 | X | X | X | | | |
| | 1NA | 5,4 | X | X | | | | |
| | 2NA | 9,2 | X | X | | X | X | X |

* Ren prøvevekt etter fjerning av metallbit

Alle prøver fra gruppe 1 ble malt ned for hånd til fint pulver. Prøvene som ble undersøkt med CWE (Eng. Cold water extraction) ble videre malt ned til <80 µm i henhold til prosedyren beskrevet i [1,2]. På grunn av høy fuktighet var det ikke mulig å knuse prøvene 2SA-1 og 2SA-4 til fint pulver, da pulver bare ville danne klumper.

Analyse av fuktinnhold ble utført gjennom tørking ved 105 °C over natt. Prøvene ble veiet før og etter tørking, og fuktinnhold er beregnet i vektprosent. Den tørkede prøven ble forkastet, dvs. for videre analyse ble det kun tatt originale prøver før tørking.

Røntgendiffraksjon (XRD) ble utført på en DaVinci diffraktometer fra Bruker. Alle prøvene ble preparert med "front-loading" teknikk og skannet mellom 5-75 ° 2θ. Kvalitativt analyse av krystalline faser ble gjort med hjelp av DIFFRAC.EVA V4.3 programvare.

Termogravimetrisk analyse (TGA) ble utført med en Mettler Toledo. Prøvene ble først tørket i TGA instrumentet i 2h ved 50 °C. Etter tørking ble prøvene automatisk varmet opp til 950 °C med 10 °C/min. Hele eksperimentet ble utført under N₂ atmosfære for å hindre mulig karbonatisering.

Det totale kloridinnhold i prøven ble bestemt iht. SINTEF metoden for analyse av betongstøv (Metode 14-05-04-577). Prinsippet er at prøven blir løst i salpetersyre og kloridinnholdet bestemmes ved potensiometrisk titrering med sølvnitrat.

Sammensetning av porevann ble bestemt med CWE-metoden (Eng . Cold Water Extraction). Detaljer om metoden finnes i [1, 2]. I motsetning til vanlig prosedyre (vann/prøve-forhold = 1) ble det tilsatt cirka 12 g vann til cirka 4 g tørr injiseringsmasse; vann/prøve-forholdet ble altså økt til 3. Etter 5 min blanding ble prøven filtrert, fortynnet og nøytralisert. En komplett elementanalyse av porevannet ble foretatt med ICP-MS hos NTNU.

pH av porevannet ble målt fra samme løsning før fortynning og nøytralisering med en pH-elektrode. Ut ifra det ble pH tilbakeregnet til pH av porevann.

3 Resultater

3.1 Fuktinnhold

Tabell 4 viser fuktinnhold i prøvene. På grunn av små prøvemengde som var tilgjengelig er fuktinnhold kun målt på veldig små mengder, som fører en viss usikkerhet med seg.

Prøvene i gruppe 1 har fuktinnhold rundt 10% unntatt prøve 1SA som har litt mer fukt med rundt 14 %. Fuktinnhold i prøvene fra gruppe 2 er betydelig høyere sammenlignet med gruppe 1. Prøve 2SA-4 har et fuktinnhold på 45 % mens prøve 2SA-1 har 25 % fukt. Dette stemmer godt overens med en prøve som ble undersøkt tidligere (Rapport 3039-282). Det ble da mottatt 2 prøver som hadde et fuktinnhold på henholdsvis 21 og 44 %.

Tabell 4: Beregnet fuktinnhold i prøvene fra gruppe 1 og gruppe 2

| Gruppe | Prøve | Vekt før tørking (g) | Vekt etter tørking (g) | Fuktinnhold (%) |
|--------|-------|----------------------|------------------------|-----------------|
| 1 | 1NA | 0,65 | 0,59 | 9,2 |
| | 2NA | 0,49 | 0,44 | 10,2 |
| | 1SA | 0,51 | 0,44 | 13,7 |
| | 2SA-3 | 0,49 | 0,44 | 10,2 |
| | 3SA-2 | 0,83 | 0,74 | 10,8 |
| 2 | 2SA-1 | 0,2 | 0,15 | 25,0 |
| | 2SA-4 | 1,02 | 0,56 | 45,1 |

3.2 Totalt kloridinnhold

Tabell 5 viser det totale kloridinnholdet i prøvene 2NA, 2SA-3 og 2SA-4. Det var ikke nok materiale tilgjengelig til å utføre måling på alle prøver. Samtidig var det viktig å velge prøver fra hver gruppe. Prøve 2SA-3 ble undersøkt siden det ble observert overflatekorrosjon i nærheten av uttaksstedet.

Tabell 5: Total kloridinnhold i prøvene

| | 2NA | 2SA-3 | 2SA-4 |
|-------------------|-------|-------|-------|
| Kloridinnhold (%) | 0,061 | 0,070 | 0,039 |

3.3 Porevannsanalyse

Porevannsanalyse ble kun gjennomført med prøver fra gruppe 1. Årsaken til dette er at metoden krever at materiale skal males ned og siktes på <80 µm. Dette var ikke mulig med prøver fra gruppe 2 på grunn av høy fuktighet (2SA-4) eller for lite prøvemateriale (2SA-1). Det er ikke anbefalt å tørke prøvene i ovn før analyse siden dette kan ha betydelig effekt på porevannsmengde og sammensetning gjennom reaksjoner med luft og mulig delvis oppløsning av hydratfaser.

Det ble oppdaget i siste rapport (3039-282; 2020) at prøvene ble tørket ved 105 °C før utførelse av CWE prosedyre og porevannsanalyse med ICP. Det er dermed en større usikkerhet knyttet til disse resultatene. Dessuten er interpretasjon av resultatene vanskelig siden det er ingen litteratur å sammenligne med. Metoden er utviklet for betong og forfatteren er ikke kjent med andre publiserte analyser gjennomført på injiseringsmasse. Resultatene for nåværende analyse iht. til [1,2] er gitt i Tabell 6 og Tabell 7.

Tabell 6: Resultater fra ICP-MS analyse (mg/L) av filtrert løsning (porevann) tilbakeregnet til mengde løsning før fortynning og nøytralisering

| (mg/L) | 2NA | 3SA-2 | blank |
|--------|-------|-------|--------|
| Na | 120,3 | 19,8 | 0,01 |
| Mg | 0,004 | 0,006 | 0,003 |
| Al | 0,02 | 0,02 | 0,004 |
| S | 5,8 | 1,6 | 0,002 |
| K | 69,9 | 10,5 | 0,001 |
| Ca | 24,8 | 63,1 | 0,12 |
| Fe | 0,001 | 0,003 | 0,0005 |
| Cl | 0 | 3,2 | 0 |

Tabell 7: ICP-MS resultater omregnet til mmol/g prøve (faststoff)

| (mmol/g) | 2NA | 3SA-2 | blank |
|----------|-------|-------|-------|
| Na | 0,016 | 0,003 | 0 |
| Mg | 0 | 0 | 0 |
| Al | 0 | 0 | 0 |
| S | 0,001 | 0 | 0 |
| K | 0,005 | 0,001 | 0 |
| Ca | 0,002 | 0,005 | 0 |
| Fe | 0 | 0 | 0 |
| Cl | 0 | 0 | 0 |

3.4 pH av porevann

Etter utførelse av CWE ble pH verdien målt på samme løsningen, dvs. før løsningen ble fortynnet og nøytralisert og videresend til ICP-MS analyse. Prøven er altså blandet med vann i forhold 1:3 (4 g prøve + 12 g vann) i 5 min og så filtrert og analysert. I tillegg er pH målt på samme måte på prøve 2SA-4 fra gruppe 1. Det var imidlertid lite prøve igjen sånn at det er kun 1,45 g prøve blandet med 4,35 g vann. Resultatet er gitt i tabell 8.

Til omregning av pH i porevann ble det antatt at verdien fra fuktmåling tilsvarer fritt vann og dermed porevann.

Tabell 8: pH verdien direkte målt på filtrert løsning og omregnet til pH i porevann

| | 2NA (gruppe 1) | 3SA-2 (gruppe 1) | 2SA-4 (gruppe 2) |
|-----------------------|-------------------|---------------------|---------------------|
| Prøve (g) | 3,999 | 4,001 | 1,45 |
| Tilsatt vann (g) | 11,979 | 11,914 | 4,35 |
| Porevann (g)* | 0,37 | 0,41 | 0,65 |
| pH CWE løsning | 12,58 | 12,28 | 11,56 |
| pH porevann | 14,10 | 13,76 | 12,44 |

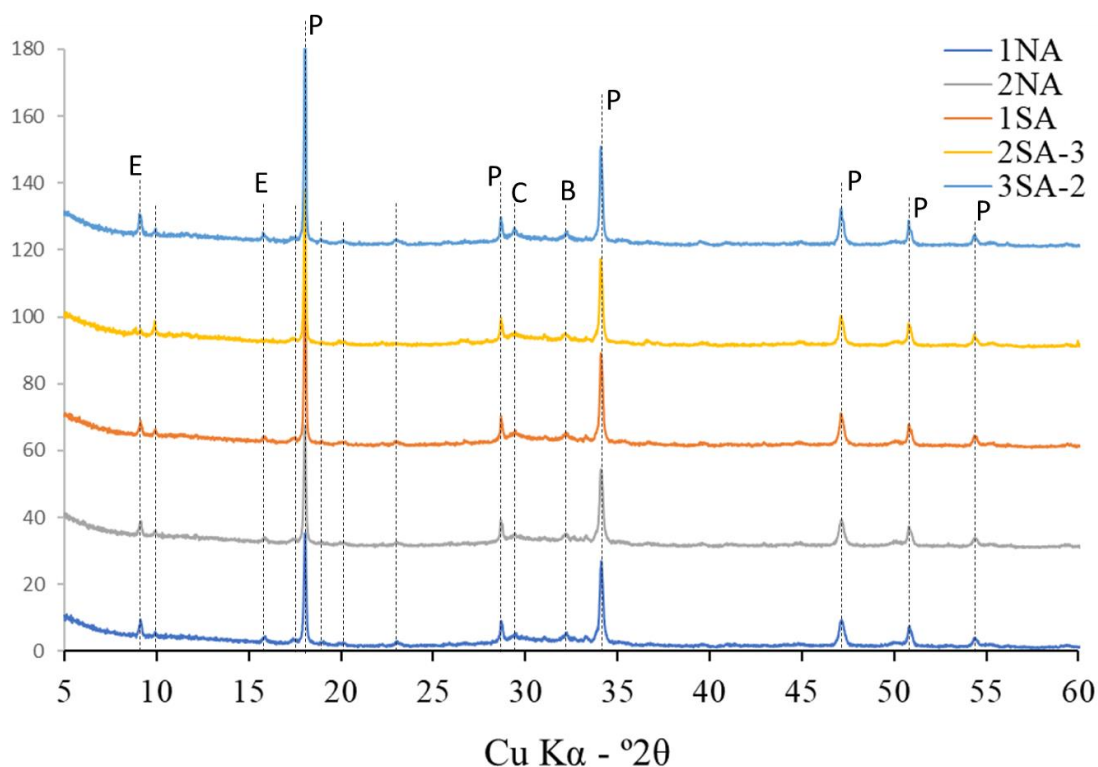
* beregnet basert på fuktinnhold i prøvene

3.5 XRD

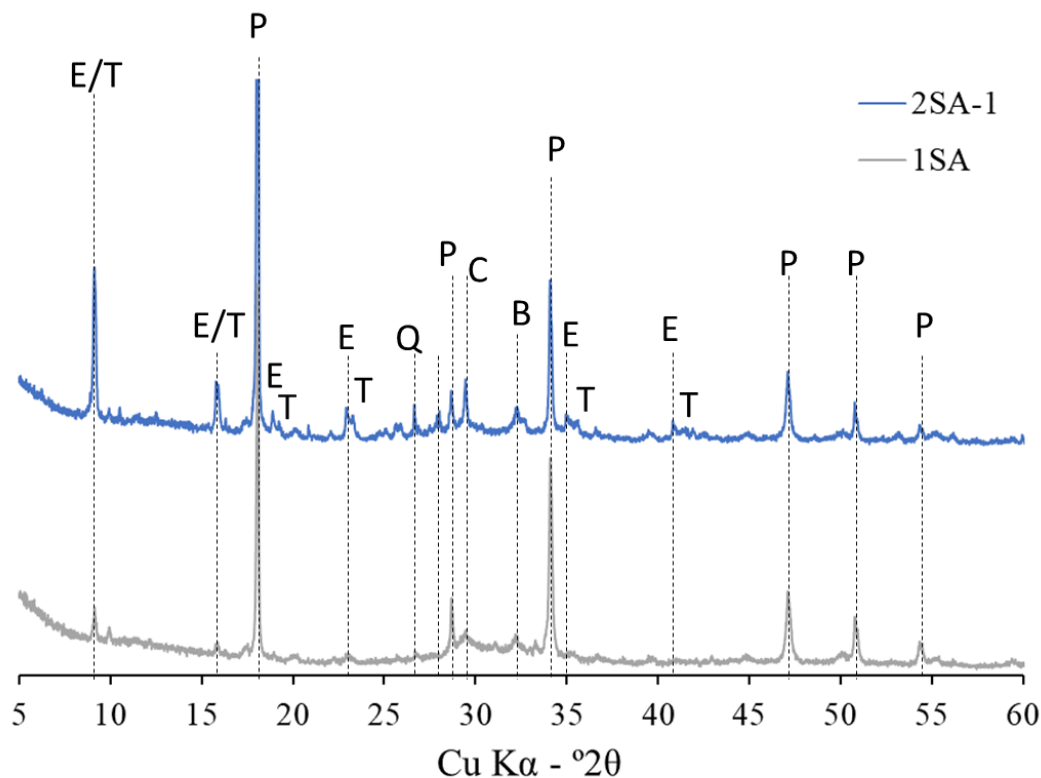
Figur 1 viser XRD resultater fra alle prøvene i gruppe 1. Diffraktogrammene av prøvene er svært like når det gjelder hvilke faser som er til stede. Sannsynligvis er også mengde av de ulike fasene ganske like i alle prøvene (lite forskjell i høyden av toppene). Prøvene viser hovedsakelig tilstedeværelse av portlanditt (kalsiumhydroksid) som er sammen med kalsium-silikat-hydrat (CSH) den hydratfasen som dannes mest under hydratisering av sement. Men CSH har ikke en veldig krystallin struktur og vises derfor ikke med XRD (røntgenamorf). CSH vises kun som en liten økning av bakgrunnsnivå mellom 25-35 °2θ. I tillegg finner man ettringitt (kalsium-aluminium sulfat hydrat). Ved siden av ettringitt er det også små mengder kalsium-aluminium monosulfat (AFm) til stede (til høyre for ettringitt peak ved 9.1 °2θ). Unntatt for prøven 2SA-3 er det mer ettringitt enn monosulfat i prøvene. Andre hydratfaser som ble identifisert i mindre mengder er kalsium-aluminium monokarbonat, katoitt og gibbsitt. Videre finner man små mengder kvarts, kalsitt og uhydratisert sementklinker faser som "Alite" og "Belite" (kalsium silikat) og kalsium aluminat-ferritt.

Lik gruppe 1er prøvene fra gruppe 2 veldig lik hverandre og man finner stort sett de samme fasene.

Samtidig er det noen forskjeller mellom prøvene fra gruppe 1 og prøvene fra gruppe 2. Figur 2 viser derfor en direkte sammenligning mellom prøve 1SA (gruppe 1) og 2SA-1 (gruppe 2). Det virker som at det er mer ettringitt i gruppe 2. I tillegg er det mer kalsitt i gruppe 2 som et tegn for en reaksjon med CO₂ fra luft (antatt at samme sement er brukt for begge prøvene og at dermed kalsitt innhold burde være lik i utgangspunkt). Ettringittoppene er ikke bare av økt intensitet, men viser også en asymmetrisk økning i bredde mot høyere diffraksjonsvinkler. Fra cirka 19 °2θ og oppover blir økningen i bredde større. Som resultat blir det en ekstra topp til høyre av ettringitt. Dette er en mulig indikasjon for thaumasittdannelse [3] i prøver fra gruppe 2.



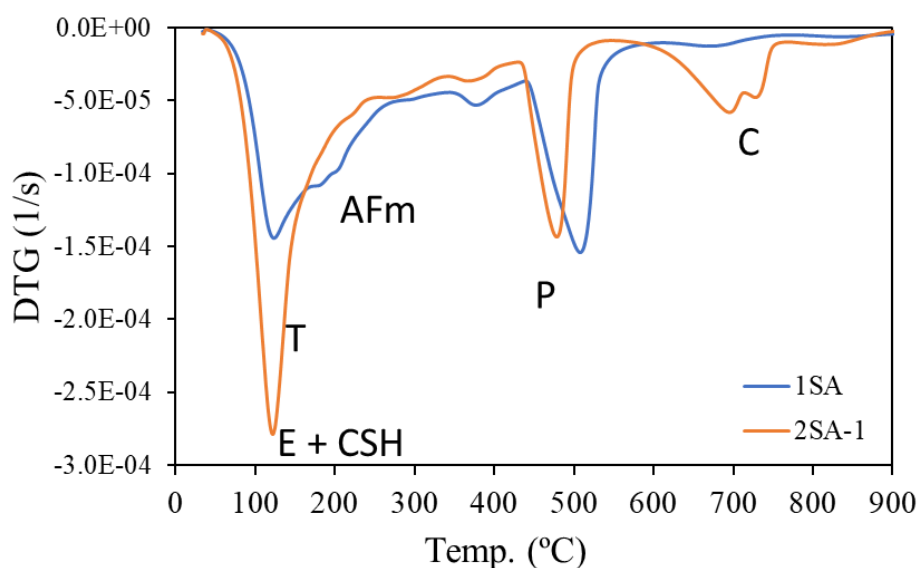
Figur 1: stablede diffraktogrammer fra gruppe 1 prøver; E= Ettringitt, P= Portlanditt, C = Kalsitt, B = Belitt (sementklinker)



Figur 2: Stabile diffraktogrammer fra gruppe 1 (1SA) og gruppe 2 (2SA-1) prøver; E= Ettringitt, T = thaumasitt, P= Portlanditt, C = Kalsitt, B = Belitt (sementklinker)

3.6 TGA

Figur 3 viser resultatet fra TGA analysen etter tørking i 2 h ved 50 °C i N₂ atmosfære.



Figur 3: TGA/DTG analyse av en prøve fra gruppe 1 (1SA) og gruppe 2 (2SA-1)

Resultatet bekrefter det som ble funnet med røntgendiffraktometri. Prøver fra Gruppe 2 inneholder mere ettringitt (mulig også thaumasitt) og mer kalsitt. Bredden av portlanditttoppen (P) indikerer høyer portlandittinnhold i prøve 1SA fra gruppe 1. Kalsitt dannelse kan være pga eksponering til luft (karbonatiseringsreaksjon: $\text{Portlanditt (Ca(OH)}_2) + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$), eventuelt tilsats av kalksteinsfiller hvis dette var en egen sats. Ettringittdannelse (AFt) framfor kalsium aluminium monosulfat (AFm) kan være på grunn av eksponering til fukt og sulfat ioner (oppløsning og utfelling). Som vist over blir det også frigjort vann fra karbonatiseringsreaksjonen. For å danne thaumasitt er det nødvendig med tilgang til sulfat (SO_4^{2-}), karbonat (CO_3^{2-}), silikat fra C-S-H og fukt. Thaumasittdannelse skjer ved temperaturer $<15^\circ\text{C}$ men er også observert ved romtemperatur (20°C) når den først er dannet. Thaumasitt er ikke hydraulisk bindende og den er kjent for å mykne pastaen ved å omdanne det vanlige bindemidlet C-S-H.

4 Konklusjon

Det ble mottatt 7 prøver injiseringsmasse som ble delt inn i 2 grupper basert på første visuelle inntrykk. Prøver fra gruppe 1 ligner på vanlig herdet sementpasta i utseende mens prøver fra gruppe 2 var veldig fuktig, relativt mykt (og delvis klumpete) og hadde en lys farge som er utypisk for uskadet sementpasta. Alle prøvene hadde lavt totalt kloridinnhold, altså under det som er ansett kritisk for initiering av korrosjon. pH i porevann var høy for alle prøvene. Samtidig hadde prøvene fra gruppe 1 høyere pH (13-14) enn prøven som ble undersøkt fra gruppe 2 (12,5).

Mineralogisk analyse med XRD og TGA viste at alle prøvene var godt hydratisert med portlanditt og ettringitt som dominerende krystallinske hydratfaser. Prøvene fra gruppe 2 hadde derimot en høyere innhold av kalsitt og ettringitt og lavere innhold av portlanditt. I tillegg er det indikasjoner for thaumasitt dannelse i prøver fra gruppe 2. Thaumasitt er isostrukturell med ettringitt og det er derfor vanskelig å skille dem med XRD. Dette kunne forklare en mulig nedbrytning av sementpasta (myk masse) og den lyse fargen som er typisk i mange tilfeller av sulfatangrep. For å endelig avklare tilstedeværelse av thaumasitt er det anbefalt å undersøke materialet med sveipeelektronmikroskop (SEM).

REFERANSER

- [1] G. Plusquellec, M.R. Geiker, J. Lindgård, J. Duchesne, B. Fournier, K. De Weerd, Determination of the pH and the free alkali metal content in the pore solution of concrete: Review and experimental comparison, *Cement and Concrete Research*. 96 (2017) 13–26.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.03.002>.
- [2] G. Plusquellec, K. De Weerd, Cold water extraction (CWE) - Procedure for the determination of the alkali content and pore solution composition, Report No. R-3-17, NTNU, Trondheim, Norway, 2017.
- [3] S.J. Barnett, D.E. Macphee, E.E. Lachowski, N.J. Crammond, XRD, EDX and IR analysis of solid solutions between thaumasite and ettringite, *Cement and Concrete Research*. 32 (2002) 719–730.
[https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00750-5](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00750-5).



SINTEF