

FLUIDE DE INECȚIE PE BAZĂ DE CIMENTURI ECOLOGICE CU FINEȚE AVANSATĂ

FLUIDS OF INJECTION BASED ON ECOLOGICAL CEMENTS WITH ADVANCED FINENESS

IONELA PETRE¹, ADRIANA MOANȚĂ^{1*}, ROXANA TRUȘCĂ², MARCELA MUNTEAN³

¹S.C. CEPROCIM S.A., Bd. Preciziei nr.6, Sector 6, București, România

²METAV-CERCETARE DEZVOLTARE SA, Str. C.A.Rosetti, nr.31, Sector 3, București, România

³Universitatea POLITEHNICA București, Str. Gheorghe Polizu nr.1, Sector 1, București, România

În condițiile actuale de extindere și perfecționare a tipurilor de materiale utilizate la lucrările de injectare, determinate de diversificarea cazurilor pentru a căror rezolvare este indicată injectarea, utilizarea cimenturilor cu finețe avansată prezintă numeroase avantaje și oportunități de ordin tehnic, ecologic și economic.

Lucrarea prezintă rezultatele obținute în urma cercetărilor efectuate în laborator privind obținerea unor cimenturi mixte cu finețe avansată de măcinare. Au fost realizate și caracterizate din punct de vedere fizico-mecanic cimenturi cu adaos unic de 15% zgură granulată de furnal, respectiv cenușă de termocentrală. Finețea de măcinare a cimenturilor, exprimată ca suprafață specifică Blaine a fost de 8000 cm²/g. Cu cimenturile obținute au fost realizate fluide de inecție cu rapoarte apă/ciment variind între 0,4 și 0,8 și diferite proporții de aditiv superplastifiant Conplast SP430. Fluidele de inecție au fost caracterizate din punct de vedere reologic și reotehnic.

In present conditions of extension and perfection of the types of materials used at injection works, determined by diversifying of cases of which solving is indicated the injection, using of the cements with advanced fineness present numerous advantages and opportunities of technical, ecological and economic order.

The paper presents the results obtained as consequence of researches made in laboratory regarding obtaining of some mix cements with advanced grinding fineness. It were performed and characterized from physical-mechanical point of view with unique addition of 15% granulated blast furnace slag, fly ash respectively. Grinding fineness of cements, expressed as Blaine specific surface was of 8000 cm²/g. With obtained cements were performed fluids of injection with ratios water/cement varying between 0.4 and 0.8 and different proportions of superplasticizer SP430. Fluids of injection were characterized from rheological and reotechnical point of view.

Keywords: Cement with advanced fineness, Granulated blast furnace slag, Fly ash, Fluids of injection, Rheology

1. Introducere

O provocare permanentă pentru ingineria națională și nu numai o constituie realizarea de materiale care să combine eficient tehnologia de vârf cu costuri competitive, astfel încât să răspundă cerințelor de ordin tehnic, economic și nu în ultimul rând și ecologic. Astfel, în condițiile actuale de extindere și perfecționare a tipurilor de materiale utilizate la lucrările de injectare, determinate de diversificarea cazurilor pentru a căror rezolvare este indicată injectarea, utilizarea cimenturilor cu finețe avansată devine din ce în ce mai extinsă, având avantaje evidente atât față de cimentul portland uzual cât și față de materialele de natură organică, în particular rășini [1-3]. Având în vedere faptul că, fisuri de foarte mici dimensiuni, de numai 2 – 4μm, pot provoca în timp distrugerii în structuri se justifică necesitatea injectării acestora cu cimenturi cu granulație foarte restrânsă (D_{95} sub 16μm). În acest context, o regulă stabilită în lucrările de injectare

1. Introduction

A permanent challenge for national engineering and not only is constituted by performing of materials that combine efficiently top technology with competitive costs, so that to fulfill the requirements of technical, economical order and not last time also ecological. Thus, in actual conditions of extension and perfection of the types of materials used at injection works, determined by cases diversification of which solving is indicated the injection, using of the cements with advanced fineness become more extended, having obvious advantages both in comparison with usual Portland cement and the materials of organic nature, resins particularly [1-3]. Taking into account that, cracks of very low dimensions, of only 2 – 4μm, may provoke on time destroys in structures has justified the necessity of their injection with cements with very low granulation (D_{95} below 16μm). In this context, a rule established in the injection works is

* Autor corespondent/Corresponding author,
Tel.: 004 021 3188893, e-mail: adriana.moanta@ceprocim.ro

este aceea că, pentru a pătrunde într-o fisură, dimensiunea maximă a particulelor de ciment trebuie să fie de maximum 1/3 din deschiderea fisurii [4].

Comportamentul reologic al fluidelor pe bază de ciment cu finețe avansată este decisiv în reușita unei operații de injectare, de unde și interesul deosebit în investigare a acestuia în corelație cu multitudinea factorilor ce-l influențează [5]:

- factori fizici (suprafață specifică și spectrul granulometric, raport a/c);
- factori chimici (compoziția chimico-mineralogică a cimentului);
- condiții de preparare-amestecare (tipul și turația agitatoarelor, timpul de agitare);
- prezența aditivilor superplastifianți.

Recent tehnica injectării folosită pe scară largă în consolidări de construcții sau geotehnică, utilizează cimenturi cu adaos cu finețe avansată [6-8]. Aceste materiale au avantajul ecologic și al durabilității, la care se adaugă avantajul unor costuri mai reduse. Fluidul de injecție pe bază de ciment este un amestec de apă, ciment cu adaosuri și aditivi. Adaosurile minerale influențează semnificativ reologia sistemului cimentoid în stare proaspătă, ceea ce condiționează dezvoltarea rezistenței, durabilității și proprietăților importante la punerea în operă ale structurilor întărite [9-12].

Lucrarea prezintă aduce informații obținute prin cercetări proprii, referitoare la obținerea și caracterizarea unor cimenturi cu adaos cu finețe avansată de măcinare (suprafață specifică Blaine – 8000 cm²/g). Sunt prezentate, de asemenea caracteristicile reologice și reotehnice ale fluidelor de injecție realizate cu aceste cimenturi la diferite rapoarte apă/ciment și proporții de aditiv superplastifiant.

2. Materiale și proceduri experimentale

2.1. Materiale utilizate și condiții experimentale

La prepararea cimenturilor cu finețe avansată s-a folosit clincher portland, zgură granulată de furnal, cenușă de termocentrală și ghips. Compoziția oxidică a acestora, determinată conform SR EN 196-2 [13], este prezentată în tabelul 1. Pentru clincherul portland se prezintă, de asemenea, în tabelul 2, compoziția mineralogică potențială (calculată cu formulele lui Bogue), precum și caracteristicile modulare.

Aditivul surfactant utilizat (HEA2) este fabricat de firma GRACE Construction Products și este o soluție apoasă de acetat de trietanolamină, cu densitate 1,15 g/cm³ și viscozitate 33 cP la 21°C.

Pentru realizarea fluidelor de injecție a fost utilizat un aditiv superplastifiant pe bază de naftalină sulfonată – Conplast SP430 (lichid cu densitatea de 1,2 g/cm³), fabricat de firma Fosroc Limited și comercializat de IRIDEX Group.

that, in order to penetrate in a crack, maximum dimension of cement particles must be of maximum 1/3 from crack opening [4].

Rheological behavior of the fluids based on cement with advanced fineness is decisive in success of injection operation, from where special interest in its investigation in correlation with the multitude of factors that influences it [5]:

- physical factors (specific surface and grain size spectrum, ratio w/c);
- chemical factors (chemical-mineralogical composition of the cement);
- conditions of preparation-mixing (type and mixers speed, stirring time);
- presence of superplasticizer additives.

Recently injection technique used at large scale in consolidations of constructions or geotechnique, use cements with addition of advanced fineness [6-8]. These materials have ecological advantage and of durability, at which is add the advantage of lower costs. The fluid of injection based on cement is a mixture of water, cement with additions and additives. Mineral additions influence significant the rheology of cementitious system, in fresh state, fact that condition strength development, durability and important properties at placement of hardened structures [9-12].

This paper brings information on the development and characterisation of in-house obtained composite cement with advanced fineness (Blaine specific surface – 8000 cm²/g). There are also presented, rheological and reotechnical characteristics of the fluids of injection performed with these cements at different ratios water/cement and proportions of superplasticizer.

2. Materials and experimental procedures

2.1. Used materials and experimental conditions

At preparation of cements with advanced fineness Portland clinker, granulated blast furnace slag, fly ash and gypsum were used. Oxide composition, according with SR EN 196-2 [13], of these is presented in the Table 1. Also for Portland clinker, is presented in the Table 2, potential mineralogical composition (calculated with Bogue formula), and also modular characteristics.

Used surfactant additive (HEA2) is manufactured by GRACE Construction Products company and is an aqueous solution of acetate of triethanolamine, with density 1.15 g/cm³ and viscosity 33 cP at 21°C.

In order to perform injection fluids was used a superplasticizer based on sulfonated naphthalene – Conplast SP430 (liquid with density of 1.2 g/cm³), manufactured by Fosroc Limited company and commercialized by IRIDEX Group.

It were prepared, according to SR EN 197-1 [14], cements type CEM II/A-S with addition of

Tabelul 1

Compoziția chimică a materialelor utilizate / *Chemical composition of the materials*

Caracteristica <i>Characteristics</i> (%)	Clincher <i>Clinker</i>	Zgură granulată de furnal <i>Granulated blast furnace slag</i>	Cenușă de termocentrală <i>Fly ash</i>	Ghips <i>Gypsum</i>
PC/L.O.I	2.81	2.47	4.66	–
SiO ₂ + ins. HCl	20.58	34.60	54.68	0.68
Al ₂ O ₃	6.23	11.87	24.20	0.61
Fe ₂ O ₃	3.66	0.6	7.08	0.16
CaO	64.80	42.24	4.81	32.56
MgO	0.82	4.71	0.0	0.00
Rez.ins.HCl-Na ₂ CO ₃	0.27	0.8	-	–
SO ₃	0.58	0.84	0.56	44.33
CaO liber/ <i>Free CaO</i>	0.25	-	0.0	–
SiO ₂ reactiv	-	-	39.95	–
CaSO ₄ · 2H ₂ O	-	-	-	93.40
CaSO ₄	-	-	-	1.50
Subst. argiloase / <i>Clayey matter</i>	-	-	-	1.56

Tabelul 2

Compoziția mineralogică și caracteristicile modulare ale clincherului folosit la prepararea cimenturilor cu finețe avansată
Mineralogical composition and modular characteristics of the clinker used to obtain cement sorts with advanced fineness

Compoziție mineralogică <i>Mineralogical composition (%)</i>		Compoziție modulară/ <i>Modular composition</i>	
C ₃ S	62.32	S _k / LM	0.98
C ₂ S	12.47	M _{Si} / SM	2.0
C ₃ A	10.32	M _{Al} / AM	1.7
C ₄ AF	11.13		

$$LM : Lime Modulus = \frac{\%CaO}{2.8 \%SiO_2 + 1.1 \%Al_2O_3 + 0.7 \%Fe_2O_3}; SM : Silicate Modulus = \frac{\%SiO_2}{\%Fe_2O_3 + \%Al_2O_3}$$

$$AM : Aluminate Modulus = \frac{\%Al_2O_3}{\%Fe_2O_3}$$

Au fost realizate, conform SR EN 197-1 [14], cimenturi tip CEM II/A-S cu adaos de 15% zgură granulată de furnal și CEM II/A-V cu 15% cenușă de termocentrală. Finețea de măcinare a cimenturilor, exprimată ca suprafață specifică Blaine a fost de 8000 cm²/g. Pentru obținerea acestei fineți aditivul HEA2 a fost dozat în proporție de 0,05%, raportat la masa cimentului [15]. Ca regulator de priză s-a folosit ghips în proporție de 5%.

Cu cimenturile obținute au fost realizate fluide de injecție cu rapoarte apă/ciment 0,4; 0,6 și 0,8 neaditivat și aditivat cu aditiv superplastifiant Conplast SP430 în proporție de 0,9%, 1,2%, 1,5% și 1,8%.

2.2. Proceduri experimentale

Cimenturile cu finețe avansată s-au obținut prin măcinarea concomitentă a componentelor, în moară de laborator cu funcționare discontinuă, de tip tambur rotativ, cu capacitate de măcinare de maxim 10 kg/șarjă. Încărcătura cu corpuri de măcinare, pentru prima fază a măcinării (grosieră), a fost: 76,90 kg bile cu Φ 65 – 75 mm; 38,55 kg bile cu Φ 55 – 65 mm; 28,85 kg bile cu Φ 45 – 55 mm. Măcinarea finală s-a realizat cu o încărcătură echivalentă de cilpebsuri (~ 144,3 kg).

Cimenturile realizate au fost caracterizate din punct de vedere fizico-mecanic prin determinări

15% granulated blast furnace slag and CEM II/A-V with 15% fly ash. Grinding fineness of cements, expressed as Blaine specific surface, was of 8000 cm²/g. In order to obtain this fineness the additive HEA2 was dosed in proportion of 0.05%, reported as cement mass [15]. As setting regulator was used gypsum in proportion of 5%.

With obtained cements were prepared fluids with ratios water/cement 0.4; 0.6 and 0.8 non-additived and additived with superplasticizer Conplast SP430 in proportion of 0.9%, 1.2%, 1.5% and 1.8%.

2.2. Experimental procedures

Cements with advanced fineness were obtained by concomitant grinding of the components, in laboratory mill of discontinue operation, of type rotary drum, with grinding capacity of maximum 10 kg/batch. Loading of grinding media, for the first phase of grinding (coarse), was: 76.90 kg balls with Φ 65 – 75 mm; 38.55 kg balls with Φ 55 – 65 mm; 28.85 kg balls with Φ 45 – 55 mm. The finished grinding was conducted using an equivalent charge (~ 144.3 kg) of double bevelled cones.

The cements performed were characterized from physical-mechanical point of view by determinations of: water demand, setting time, soundness, mechanical strength at flexural and

de: apă de consistență standard, timp de priză, stabilitate, rezistențe mecanice la încovoiere și compresie la 2, 7 și 28 zile conform SR EN 196-1, 3 [16,17]. Având în vedere faptul că în cazul cimenturilor cu finețe avansată pot apărea unele erori la determinarea acesteia prin metoda Blaine, finețea cimenturilor a fost apreciată și prin distribuția granulometrică, determinată cu ajutorul unui granulometru laser Malvern Mastersizer 2000E.

Fluidele de injecție pe bază de cimenturi cu finețe avansată au fost caracterizate din punct de vedere reologic și reotehnic prin determinări de fluiditate, stabilitate și coeziune.

Fluiditatea a fost determinată prin măsurarea timpului de curgere a unui volum constant de fluid de injecție prin conul Marsh, la timpul 0 de la prepararea pastei, precum și după 15, 30, 45 și 60 minute de repaus.

Stabilitatea, exprimată prin separarea de apă, s-a determinat utilizând un cilindru cu capacitatea de 250 cm³. Cilindrul se umple cu fluid, se lasă în repaus timp de două ore și se citește volumul de apă separată. Stabilitatea se exprimă în procente și se calculează cu formula:

$$\% \text{ apă separată} = A \cdot \frac{1}{250} \cdot 100$$

în care: A – volumul de apă separată, în cm³
250 – volumul fluidului, în cm³.

Coeziunea s-a măsurat după metoda lui G. Lombardi [18]. Dispozitivul, numit de autor „placă coezimetru” (figura 1), constă dintr-o placă de oțel, cu dimensiunile de 100 x 100 x 1,5 mm (tară). Placa se scufundă pentru câteva secunde (2–3 sec) în suspensie și se extrage ușor, prin rotirea manuală a tamburului. Placa se cântărește apoi prin agățarea ei de talerul unei balanțe cu precizia de 0,1g. Diferența dintre masa obținută și tară, împărțită la suma celor două suprafețe laterale ale plăcuței, dă parametrul coeziunii (C).

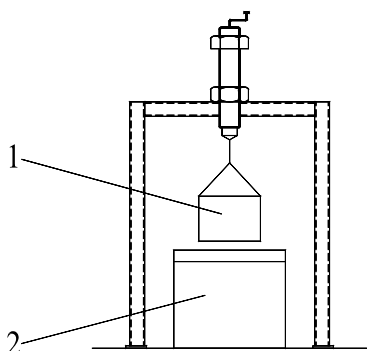


Fig.1 - Dispozitiv pentru măsurarea coeziunii / Device for cohesion measurement: 1 – plăcuță coezimetru/plate cohesion meter; 2 – recipient cu suspensie/suspension.

Coeziunea relativă se obține prin împărțirea coeziunii (C) la densitatea suspensiei (ρ).

compression at 2, 7 and 28 days according with SR EN 196-1, 3 [16,17]. Taking into account the fact that in case of the cements with advanced fineness may occur some errors at its determination by Blaine method, cements fineness was also appreciated through particle size distribution, determined with aid of laser granulometer Malvern Mastersizer 2000E.

Fluids of injection based on cements with advanced fineness were characterized from rheological and reotechnical point of view by determinations of fluidity, stability and cohesion.

Fluidity was determined by measuring of flowing time of a constant volume of injection fluid by Marsh cone, at the time 0 from slurry preparation, and also after 15, 30, 45 and 60 minutes of rest.

Stability, expressed by separation of water, was determined using a cylinder with capacity of 250 cm³. The cylinder is filled with fluid, is let in rest for two hours and the volume of separated water is read. The stability is expressed in percents and is calculated with the formula:

$$\% \text{ separated water} = A \cdot \frac{1}{250} \cdot 100$$

in which: A – volume of separated water, in cm³
250 – volume of fluid, in cm³.

Cohesion was determined using a method devised by G. Lombardi [18]. The device, named by author „plate coezimeter” (Figure 1), consists of a plate from steel, with the dimensions of 100 x 100 x 1.5 mm (tare weight). The plate is immersed for a few seconds (2–3 seconds) in suspension and is easy extracted, by manual rotation of the drum. The plate is then weighed by its hanging of a balance pan with accuracy of 0.1g. The difference between obtained mass and tare, divided at the sum of the two lateral surfaces of small plate, give cohesion parameter (C).

Relative cohesion is obtained by dividing of cohesion (C) at suspension density (ρ).

$$C_r = C/\rho \quad [\text{mm}]$$

Value C_r is in reality layer thickness which adheres at each face of the plate.

3. Results and discussions

3.1. Physical-mechanical characterization of the cements with advanced fineness

Particle size distributions of the two cements with advanced fineness, obtained in laboratory conditions, is presented in the Figure 2.

As consequence of analyzing the data presented in the Figure 2 it may remark that the two cements have a limited grain size spectrum, over 99.5% from particles are situated below 48 μm , in comparison with a cement with an usual fineness (about 3500 cm²/g) at which the fraction below 48 μm is of about 70%. The weight of

$$C_r = C/\rho \text{ [mm]}$$

Valoarea C_r este în realitate grosimea stratului care aderă la fiecare față a plăcii.

3. Rezultate și discuții

3.1. Caracterizarea fizico-mecanică a cimenturilor cu finețe avansată

Distribuția granulometrică a celor două cimenturi cu finețe avansată, obținute în condiții de laborator, este prezentată în figura 2.

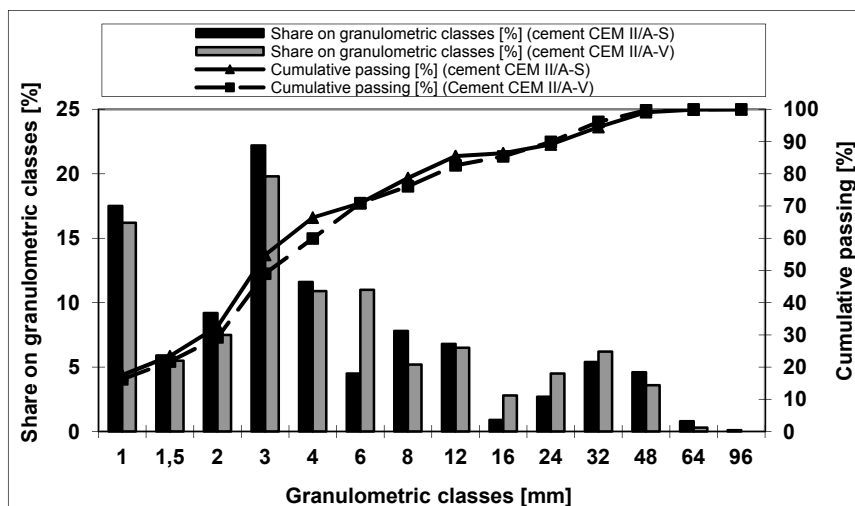


Fig.2 - Distribuția granulometrică laser a cimenturilor cu finețe avansată/ Particle size distributions of the cements with advanced fineness.

În urma analizării datelor prezentate în figura 2 se poate observa că cele două cimenturi au un spectru granulometric restrâns, peste 99,5% din particule se situează sub 48 μm , comparativ cu un ciment cu o finețe uzuală (cca.3500 cm^2/g) la care fracțiunea sub 48 μm este de cca. 70%. Ponderea particulelor sub 3 μm , care are influență atât asupra caracteristicilor fizico-mecanice ale cimenturilor cu finețe avansată cât și asupra caracteristicilor specifice fluidelor realizate cu acestea (fluiditatea, stabilitatea) [1] este influențată de tipul adaosului utilizat la obținerea cimentului. Astfel, în cazul cimentului cu adaos de zgură fracțiunea sub 3 μm a fost de 54,8% față de 49,0% în cazul cimentului cu adaos de cenușă. Această comportare se poate datora aptitudinii diferite la măcinare a celor două adaosuri și a tendinței mai mari de aglomerare a cenușii de termocentrală.

Rezultatele obținute în urma caracterizării cimenturilor cu finețe avansată din punct de vedere fizico-mecanic, conform SR EN 196-1,3 [16,17], sunt prezentate în tabelul 3.

Din punct de vedere al timpului de priză și al stabilității, cimenturile cu finețe avansată obținute s-au încadrat în limitele impuse de SR EN 197-1 [14] și anume:

- timpul inițial de priză: ≥ 75 min
- stabilitatea: ≤ 10 mm

particles below 3 μm , that have influence both on physical-mechanical characteristics of the cements with advanced fineness and on the characteristics specific to fluids performed with these (fluidity, stability) [1] is influenced by the type of addition used at cement obtaining. Thus, in case of the cement with addition of slag the fraction below 3 μm was of 54.8% in comparison with 49.0% in case of the cement with addition of fly ash. This behavior may be due to the different grindability of the two additions and of higher tendency of agglomeration for fly ash.

Obtained results as consequence of characterization for the cements with advanced fineness from mechanical point of view, in accordance with SR EN 196-1,3 [16,17], are presented in the Table 3.

From setting time and stability point of view, obtained cements with advanced fineness were within the limits imposed by SR EN 197-1 [14] as follow:

- Initial setting time: ≥ 75 min
- Soundness: ≤ 10 mm

As it was expected, advanced fineness of the cements have determined an increase of water necessary for the slurry of standard consistency with about 15% in comparison with similar cements with usual fineness of 3500 cm^2/g .

Analyzing the influence of the type of addition, used at obtaining the cements with advanced fineness, on physical characteristics it may remark that the presence of fly ash determine increases of about 9% of the water demand in comparison with the cement with addition of granulated blast furnace slag. Same influence it may also remark in the case of setting time, presence of fly ash determining increases both of initial and final setting time. Increase of setting time in case of the cement with fly ash may be assigned to larger grain size spectrum of this in

Tabelul 3

Caracteristici fizico-mecanice cimenturi cu finețe avansată / *Physical and mechanical properties of cement with advanced fineness*

Ciment cu finețe avansată <i>Cement with advanced fineness</i> (8000 cm ² /g)	Caracteristici fizice / <i>Physical properties</i>			Caracteristici mecanice / <i>Mechanical properties</i>						
	Apa de consistență standard <i>Water demand (%)</i>	Timp de priză <i>Setting time</i>		Stabilitatea Soundness (mm)	Rezistența la încovoiere <i>Flexural strength</i> (MPa)			Rezistența la compresiune <i>Compressive strength</i> (MPa)		
		Început <i>Initial</i> (min)	Sfârșit <i>Final</i> (h-min)		2 zile <i>days</i>	7 zile <i>days</i>	28 zile <i>days</i>	2 zile <i>days</i>	7 zile <i>days</i>	28 zile <i>days</i>
CEM II/A-S	31.8	200	4-00	1.0	6.8	7.9	9.0	31.9	50.9	62.6
CEM II/A-V	34.6	220	5-30	0.5	6.7	7.7	8.5	38.4	47.0	59.7

După cum era de așteptat, finețea avansată a cimenturilor a determinat o creștere a necesarului de apă pentru pasta de consistență standard cu cca. 15% comparativ cu cimenturi similare cu finețe uzuală de 3500 cm²/g.

Analizând influența tipului de adaos, utilizat la obținerea cimenturilor cu finețe avansată, asupra caracteristicilor fizice se poate observa că prezența cenușii de termocentrală determină creșteri de cca. 9% ale apei de consistență standard față de cimentul cu adaos de zgură granulată de furnal. Aceeași influență se observă și în cazul timpului de priză, prezența cenușii determinând creșteri atât ale începutului cât și sfârșitului de priză. Creșterea timpului de priză în cazul cimentului cu cenușă poate fi atribuită spectrului granulometric mai larg al acestuia față de cel al cimentului cu zgură granulată.

Rezistențele mecanice dezvoltate încadrează cele două cimenturi obținute într-o clasă superioară de rezistență - 52,5R.

3.2. Caracterizarea fluidelor de injecție pe bază de cimenturi cu finețe avansată

3.2.1 Fluiditatea prin conul Marsh

Normativul C149-87 [19] recomandă pentru fluidele de injecție un timp de curgere prin conul Marsh cuprins între 13-15 secunde. Având în vedere că în cazul aplicațiilor practice variația în timp a fluidității este o caracteristică foarte importantă pentru procesul de injecție, s-a urmărit evoluția în timp a acestui parametru. Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 4.

Analizând evoluția fluidității se constată următoarele:

- creșterea raportului apă/ciment și prezența aditivului superplastifiant, conduc, după cum era de așteptat, la îmbunătățirea fluidității;
- pentru raportului a/c=0,4 curgerea fluidelor se realizează numai în cazul utilizării aditivului superplastifiant. Valorile timpului de curgere scad odată cu creșterea proporției de aditiv, cea mai bună curgere înregistrându-se în cazul dozajului de 1,8% SP430. Cu toate acestea nu se obțin fluide de injecție corespunzătoare pentru niciuna din proporțiile de aditiv utilizate, în toate cazurile depășindu-se limita maxim admisă (15 sec) a timpului de curgere;
- fluidele cu raport a/c=0,6 respectiv 0,8

comparison with that of the cement with granulated blast furnace slag.

The mechanical strength values placed the two cement obtained into a superior resistance class, namely, 52.5R.

3.2. Characterization of injection fluids based on cements with advanced fineness

3.2.1 Fluidity by Marsh cone

The normative C149-87 [19] recommends for injection fluids a time of flowing through Marsh cone comprised between 13-15 seconds. Taking into account that in case of practical applications the variation on time of fluidity is a very important characteristic for the process of injection, was followed evolution on time of this parameter. Obtained results are presented in the Table 4.

Analyzing the evolution of fluidity it was stated the followings:

- increase of the ratio water/cement and the presence of superplasticizer additive, lead, as it was expected, at fluidity improving;
- for the ratio w/c=0.4 fluids flowing is performed only in case of superplasticizer additive. The values of flowing time decrease in the same time with increasing of additive proportion, the best flowing being registered in case of the dosage of 1.8% SP430. However, appropriate injection fluids are not obtained for none from proportions of used additive, in all cases exceeding maximum admitted limit (15 sec) of flowing time;
- fluids with the ratio w/c=0.6, 0.8 respectively additived with 1.2% and 1.5% SP430 have the best fluidities. It is stated that an interval of the values for flowing times very limited, for the whole interval of determination (0 min – 60 min), fact that indicate a good behavior at injection, by maintaining the fluidity on analyzed period of 60 minutes. The best results in case of additive dosing in proportion of 1.5%;
- increase of additive proportion at 1.8% lead to increase of flowing times through Marsh cone and at accentuation of thixotropic phenomenon;
- the best fluidity is obtained in case of fluids based on cement with addition of fly ash. It may affirm that, depending on processing

Tabelul 4

Timpul de curgere prin conul Marsh pentru fluidele pe bază de cimenturi cu finețe avansată
Flowing time through Marsh cone for the fluids based on cements with advanced fineness

Tip ciment/ Cement type	Raport a/c / Ratio w/c	Proportie aditiv SP430 / Proportion of additive SP430 (%)	Timp de curgere (sec) după/Flowing time (sec) after				
			0 min	15 min	30 min	45 min	60 min
CEM II/A-S	0.4	-	nu curge/no flow				
		0.9	47.2	61.5	72.4	nu curge/no flow	
		1.2	39.3	48.9	57.2	61.8	nu curge/no flow
		1.5	33.7	36.2	44.9	53.6	59.4
		1.8	22.0	25.1	30.2	37.3	39.6
	0.6	-	20.1	27.2	30.8	35.6	39.9
		0.9	16.8	19.4	23.8	26.9	29.5
		1.2	14.1	14.3	14.7	15.0	15.4
		1.5	13.5	13.5	13.9	14.2	14.6
		1.8	17.0	18.5	22.4	24.3	26.7
	0.8	-	14.5	15.7	17.1	18.0	20.8
		0.9	13.9	14.6	15.7	17.3	18.0
		1.2	12.6	12.8	12.8	13.5	14.1
		1.5	12.4	12.4	12.5	12.7	12.7
		1.8	15.8	17.3	19.6	21.7	22.9
	CEM II/A-V	0.4	-	nu curge/no flow			
0.9			45.1	56.7	68.6	nu curge/no flow	
1.2			35.7	40.2	48.9	55.8	64.5
1.5			30.6	34.3	41.4	51.7	58.2
1.8			20.2	23.7	28.2	34.6	38.1
0.6		-	21.7	28.2	31.5	37.4	42.1
		0.9	16.0	18.5	22.6	25.8	28.2
		1.2	14.1	14.2	14.8	15.1	15.6
		1.5	13.0	13.3	13.3	14.2	14.8
		1.8	16.2	17.5	19.7	23.5	24.7
0.8		-	14.7	16.2	17.5	19.6	22.4
		0.9	13.3	13.8	14.9	15.5	16.8
		1.2	12.0	12.0	12.4	12.9	13.4
		1.5	11.3	11.5	11.9	12.0	12.2
		1.8	15.4	16.6	18.2	19.0	20.0

aditivate cu 1,2% și 1,5% SP430 au cele mai bune fluidități. Se constată un interval al valorilor timpilor de curgere foarte restrâns, pentru întreg intervalul de determinare (0 min – 60 min), fapt ce indică o bună comportare la injectare, prin menținerea fluidității pe perioada analizată de 60 min. Cele mai bune rezultate s-au obținut în cazul dozării aditivului în proporție de 1,5%;

- creșterea proporție de aditiv la 1,8% conduce la creșterea timpilor de curgere prin conul Marsh și la accentuarea fenomenului de tixotropie;
- cea mai bună fluiditate se obține în cazul fluidelor pe bază de ciment cu adaos de cenușă de termocentrală.

Se poate afirma că, în funcție de parametri de procesare (tipul de ciment, raportul a/c și proporția de aditiv) se obțin fluide de injecție care pot fi utilizate in situ, timpii de curgere prin conul Marsh încadrându-se în limitele recomandate de normativul C149-87.

3.2.2 Stabilitatea

Stabilitatea, exprimată prin separarea de apă, conform C149-87 [19] trebuie să fie sub 3%. Rezultatele obținute în cazul fluidelor pe bază de

parameters (type of cement, ratio w/c and proportion of additive) it may obtain the fluids of injection that may be used in situ, flowing times through Marsh cone framing in the limits recommended by the normative C149-87.

3.2.2. Stability

Stability, expressed by water separation, in accordance with C149-87 [19] must be below 3%. Obtained results in case of the fluids based on cements with advanced fineness are presented in the figures 3 and 4. It is mentioned the fact that the stability could be determined only for the fluids of which flowing time through Marsh cone, measured immediately after preparation was lower than 35 seconds.

As it was expected, because of lower density of fly ash in comparison with that of granulated blast furnace slag, from the Figures 3 and 4 it may remark that, for all ratios w/c and proportions of superplasticizer, the fluids based on cement with addition of fly ash (CEM II/A-V) present a better stability in comparison with those based on granulated blast furnace slag.

As it may remark in the Figures 3 and 4, for all ratios w/c and proportions of superplasticizer additive, the fluids based on cement with addition of fly ash (CEM II/A-V) present a better stability in

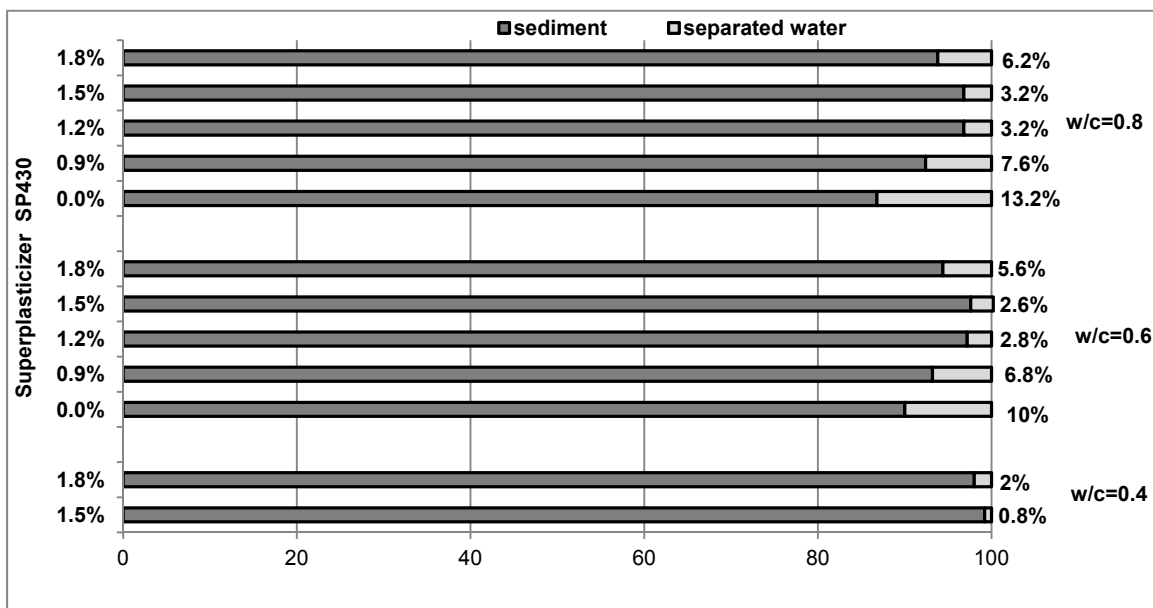


Fig. 3 – Stabilitatea fluidelor pe bază de ciment cu finețe avansată tip CEM II/A-S/ Stability of fluids based on cement with advanced fineness type CEM II/A-S.

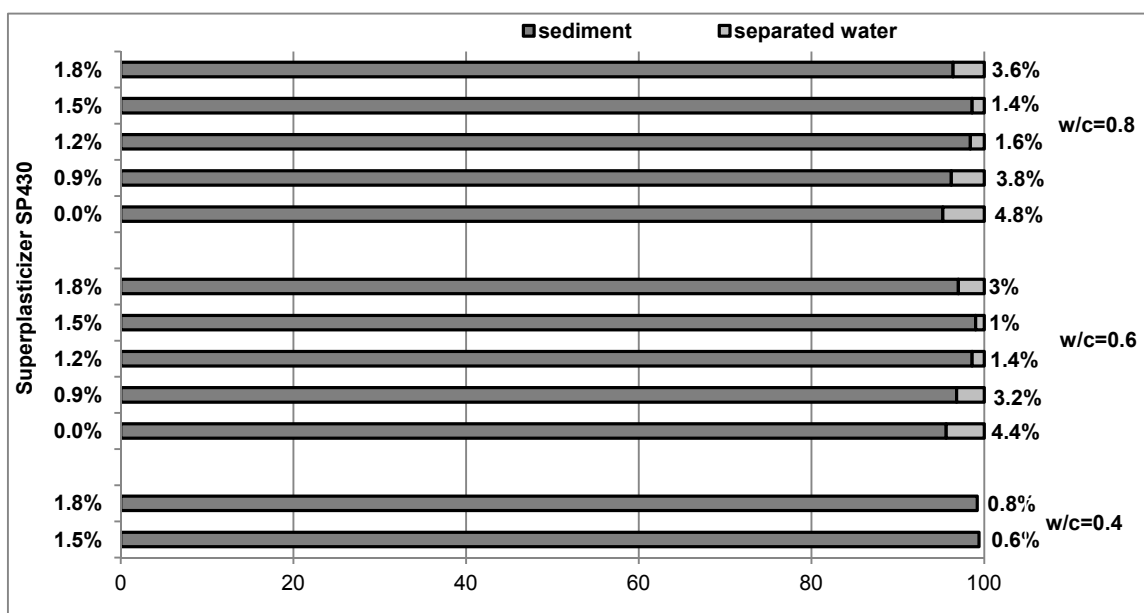


Fig. 4 – Stabilitatea fluidelor pe bază de ciment cu finețe avansată tip CEM II/A-V / Stability of fluids based on cements with advanced fineness type CEM II/A-V.

cimenturi cu finețe avansată sunt prezentate în figurile 3 și 4. Este de menționat faptul că stabilitatea a putut fi determinată numai pentru fluidele al căror timp de curgere prin conul Marsh măsurat imediat după preparare a fost mai mic de 35 secunde.

După cum era de așteptat, datorită densității mai mici a cenușii de termocentrală față de cea a zgurii granulate, din figurile 3 și 4 se poate observa că pentru toate rapoartele a/c și proporțiile de aditiv superplastifiant, fluidele pe bază de ciment cu adaos de cenușă de termocentrală (CEM II/A-V) prezintă o stabilitate mai bună comparativ cu cele pe bază de ciment cu adaos de zgură granulată de furnal.

comparison with those based on granulated blast furnace slag.

In case of investigated fluids, at ratio $w/c=0.4$ are obtained values of water separation lower than 3%. For the ratio $w/c=0.6$, values of water separation that must be within the condition imposed by the normative C149-87 are obtained for the fluids at which the additive SP430 was dosed in proportion of 1.2%, 1.5% respectively.

For the ratio $w/c=0.8$ values of sedimentation lower than 3% were obtained only in the case of fluids based on cement with addition of fly ash, added with 1.2% and 1.5% SP430 respectively.

În cazul fluidelor investigate, la raport $a/c=0,4$ se obțin valori ale separării de apă mai mici de 3%. Pentru raportul $a/c=0,6$, valori ale separării de apă care să se încadreze în condiția impusă de normativul C149-87 se obțin pentru fluidele la care aditivul SP430 a fost dozat în proporție de 1,2%, respectiv 1,5%.

Pentru raportul $a/c=0,8$ valori ale sedimentării mai mici de 3% s-au obținut numai în cazul fluidelor pe bază de ciment cu adaos de cenușă de termocentrală, aditivate cu 1,2% și respectiv 1,5% SP430.

Din punct de vedere al proporției optime de aditiv, pentru toate rapoartele a/c , ca și în cazul fluidității, aceasta este 1,5%. Dozarea unei proporții mai mari de aditiv (1,8%) determină creșterea instabilității sistemului, ceea ce conduce la o cantitate mai mare de apă separată.

Pentru îmbunătățirea stabilității, respectiv reducerea apei separate, se pot utiliza stabilizanți precum bentonita, argila coloidală, argila aerată [20, 21].

3.2.3 Coeziunea

Coeziunea oferă informații despre comportarea fluidelor în timpul lucrărilor de injecție precum și despre eficiența acestora. Creșterea coeziunii fluidului de injecție implică creșterea presiunii de injectare. Valorile optime pentru coeziunea relativă, menționate în literatura de specialitate, sunt cuprinse între 0,2 și 0,35 mm pentru suspensiile fără superplastifianți și între 0,08 – 0,15 mm pentru suspensiile cu superplastifianți [22].

Variația coeziunii relative în funcție de raportul apă/ciment și proporția de aditiv superplastifiant, pentru fluidele de injecție pe bază de cimenturi cu finețe avansată, este reprezentată grafic în figurile 5 și 6.

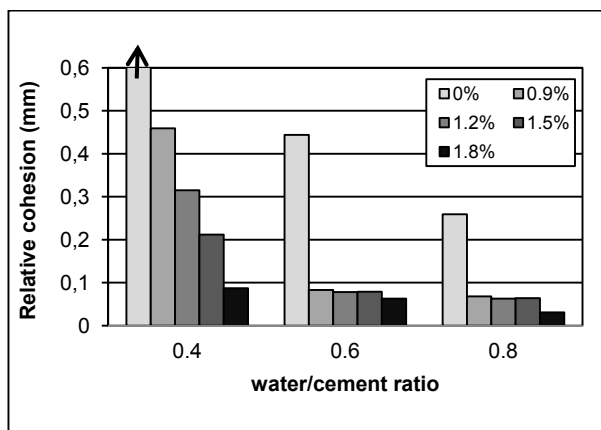


Fig. 5 – Coeziunea relativă a fluidelor pe bază de ciment cu finețe avansată tip CEM II/A-S, aditivate cu diferite proporții de aditiv superplastifiant SP430/ Relative cohesion of fluids based on cement with advanced fineness type CEM II/A-S, additived with different proportions of superplasticizer SP430.

From optimum proportion of additive point of view, for all ratios w/c , and also in fluidity case, this is 1.5%. Dosing of a high proportion of additive (1.8%) determine increasing of system instability, fact that lead at a higher quantity of separated water.

In order to improve the stability and decrease of separated water respectively may be used stabilizers such as bentonite, colloidal and aerated clays [20,21].

3.2.3 Cohesion

The cohesion offer information about fluids behavior on period of injection works and also about their efficiency. Increasing of cohesion for injection fluid involve increasing of injection pressure. Optimum values for relative cohesion, mentioned in specialty literature, are comprised between 0.2 and 0.35 mm for the suspensions without superplasticizers and between 0.08 – 0.15 mm for the suspension with superplasticizers [22].

Variation of relative cohesion depending on the ratio water/cement and proportion of superplasticizer additive, for the fluids of injection based on cements with advanced fineness, is graphical represented in the Figures 5 and 6.

Increase of the ratio w/c and of proportion of additive lead to decreasing of relative cohesion. The cohesion is influenced, also, by addition type from cement composition. Thus, higher values of relative cohesion are obtained in case of non-additived fluids, for the fluids with cement type CEM II/A-V, while in case of additived fluids, for the fluids with cement type CEM II/A-S. It may remark a correlation of obtained results in case of cohesion with those obtained for the fluidity by Marsh cone – increasing of fluidity lead to a decreasing of relative cohesion.

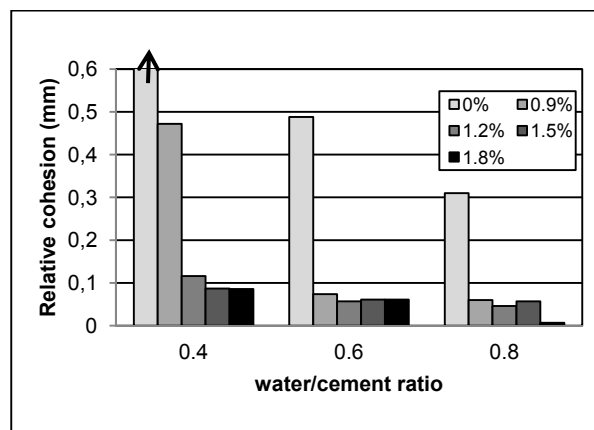


Fig. 6 – Coeziunea relativă a fluidelor pe bază de ciment cu finețe avansată tip CEM II/A-V, aditivate cu diferite proporții de aditiv superplastifiant SP430/ Relative cohesion of fluids based on cement with advanced fineness type CEM II/A-V, additived with different proportions of superplasticizer SP430.

Creșterea raportului a/c și a proporției de aditiv conduce la scăderea coeziunii relative. Coeziunea este influențată, de asemenea, de tipul adaosului din compoziția cimentului. Astfel, valori mai mari ale coeziunii relative se obțin în cazul fluidelor neaditivate, pentru fluidele cu ciment tip CEM II/A-V, în timp ce în cazul fluidelor aditivate, pentru fluidele cu ciment tip CEM II/A-S. Se poate observa o corelare a rezultatelor obținute în cazul coeziunii cu cele obținute pentru fluiditatea prin conul Marsh – creșterea fluidității conduce la o scădere a coeziunii relative.

În domeniul de coeziune relativă recomandat de literatura de specialitate (0,2 - 0,35 mm suspensii fără superplastifianți și 0,08 – 0,15 mm suspensii cu superplastifiant) [22] se încadrează fluidele de injecție pe bază de ciment cu finețe avansată:

- tip CEM II/A-S
 - raport a/c = 0,4 și 1,8% SP430
 - raport a/c = 0,6 și 0,9% SP430
 - raport a/c = 0,8, neaditativ
- tip CEM II/A-V
 - raport a/c = 0,4 și 1,2-1,8% SP430
 - raport a/c = 0,8, neaditativ.

4. Concluzii

Cercetările realizate au scos în evidență posibilitatea obținerii cimenturilor ecologice cu finețe avansată utilizate la prepararea fluidelor de injecție. Astfel, prin prelucrarea și interpretarea rezultatelor obținute, se pot formula următoarele concluzii:

- Au fost obținute cimenturi tip CEM II/A-S și CEM II/A-V cu finețea de 8000 cm²/g.
- Cimenturile au prezentat un spectru granulometric restrâns, peste 99,5% din particule se situează sub 48 μm, iar fracțiunea sub 3 μm a fost de 54,8% în cazul cimentului CEM II/A-S și de 49,0% în cazul cimentului CEM II/A-V.
- Rezistențele mecanice dezvoltate la termenul de 28 zile încadrează cimenturile cu finețe avansată obținute în clasa de rezistență 52,5R.
- S-au obținut fluide de injecție, pe bază de cimenturi cu finețe avansată, cu diferite proporții de aditiv superplastifiant și diferite rapoarte a/c.
- Fluidele de injecție au fost caracterizate din punct de vedere reologic și reotehnic:
 - creșterea raportului apă/ciment și prezența aditivului superplastifiant, conduc la îmbunătățirea fluidității, cea mai bună fluiditate obținându-se în cazul fluidelor pe bază de ciment cu adaos de cenușă de termocentrală (CEM II/A-V)
 - din punct de vedere al stabilității, fluidele pe bază de ciment cu adaos de cenușă de termocentrală (CEM II/A-V)

In range of relative cohesion recommended by specialty literature (0.2-0.35 mm for the suspensions without superplasticizers and 0.08 – 0.15 mm for the suspension with superplasticizers) [22] are the fluids of injection based on cement with advanced fineness:

- type CEM II/A-S
 - ratio a/c = 0.4 and 1.8% SP430
 - ratio a/c = 0.6 and 0.9% SP430
 - ratio a/c = 0.8, non-additived
- type CEM II/A-V
 - ratio a/c = 0.4 and 1.2-1.8% SP430
 - ratio a/c = 0.8, non-additived

4. Conclusions

Performed researches put into evidence the possibility of obtaining ecological cements with advanced fineness used at preparation of injection fluids. Thus, by processing and interpretation of obtained results, may be formulated the following conclusions:

- Cements type CEM II/A-S and CEM II/A-V with fineness of 8000 cm²/g were obtained.
- Cements have presented a limited grain size spectrum, over 99.5% from particles are situated below 48 μm, and the fraction below 3 μm was of 54.8% in case of the cement CEM II/A-S and of 49.0% in case of the cement CEM II/A-V.
- Mechanical strengths developed at the term of 28 days comprise the cements with advanced fineness obtained in class of resistance 52.5R.
- Fluids of injection were obtained, based on cements with advanced fineness, with different proportions of super-plastifiant additive and different ratios w/c.
- Fluids of injection were characterized from rheological and rheotechnical point of view.
 - increase of the ratio water/cement and presence of super-plastifiant additive, lead to fluidity improvement, the best fluidity obtaining in case of the fluids based on cement with addition of fly ash (CEM II/A-V)
 - from stability point of view, the fluids based on cement with addition of fly ash (CEM II/A-V) present a better stability in comparison with those based on cement with addition of granulated blast furnace slag (CEM II/A-S)
 - cohesion decreases in the same time with increasing of the ratio w/c and of proportion of additive both in case of fluids based on cement type CEM II/A-S and CEM II/A-V.
- Obtained results recommend using of ecological cements with advanced fineness in

prezintă o stabilitate mai bună comparativ cu cele pe bază de ciment cu adaos de zgură granulată de furnal (CEM II/A-S)

- coeziunea scade cu creșterea raportului a/c și a proporției de aditiv atât în cazul fluidelor pe bază de ciment tip CEM II/A-S cât și CEM II/A-V.
- Rezultatele obținute recomandă utilizarea cimenturilor ecologice cu finețe avansată în lucrări de consolidare prin metoda injectării.

Muțumiri

Autorii mulțumesc Ministerului Muncii, Familiei și Protecției Sociale prin Programul Operațional Sectorial Dezvoltarea Resurselor Umane 2007-2013, Contract nr. POSDRU/107/1.5/S/76909 .

REFERENCES

1. J. Shannag, Hight – performance cementitious grouts for structural repair, *Cement Concrete, Research*, 2002, **32**, 803.
2. Z. Huang, M. Chen , X. Chen, A developed technology for wet-ground fine cement slurry with its applications, *Cement Concrete Research*, 2003, **33** 729.
3. G. Skripkiunas, and M. Daukšys, Influence of Chemical Admixtures on Rheological Properties and Dilatancy of Cement Slurries. *Modern Building Materials, Structures and Techniques*, Abstracts of the 8-th International Conference, Vilnius, 2004, 75.
4. E. H. Ahrens, and M. Onofrei, Ultrafine Cement Grout for Sealing Underground Nuclear Waste Repositories”, *Proceedings of the Canadian Geotechnical Conference*, Montreal, october 2000, 245.
5. V. Viseur, and M. Barrioulet, Criteria of injectability of very fine cement grouts, *Materials and Structures*, 1998, **31**, 393.
6. K. Lee, and C. Hong, Development of the high and early-strength ultrafine cement grouting, *Proceeding of the World Tunnel Congress – Underground Facilities for Better Environment and Safety*, Agra, India, September 2008, 1037.
7. O.A.Chimal-Valencia, J.C.Arteaga-Arcos, D.J.Delgado-Hernandez, H.Yee-Madeira, and S.Diaz de la Tore, Preparation of rapid hardening mortars using ultrafine Portland cement, *Journal of Civil Engineering and Architecture*, 2010, **4**, 63.
8. K.B.Patel, N.H.Josbi, and P.A.Santvani, Chemically activated microfine slag cement grouts, *Proceedings of the Indian Geotechnical Conference*, Guntur, India, 2009, 4059.
9. I. Lazău, Z. Ecsedi, R. Ianoș, E. Andreescu, and A. Moanță, Composite cements with addition of fly ash, designed for grouting fluids, *Romanian Journal of Materials* 2007, **37** (4), 211.
10. J.C.Arteaga-Arcos, J.Trujillo-Reyes, D.J.Delgado-Hernandez, A.Santamaria-Ortega O.A.Chimal-Valencia, and H.Yee-Madeira, HEM as an environmental friendly alternative to produce UFC, *Proceedings of the ASME 2011 International Mechanical Engineering Congress*, Denver, Colorado, USA, November 2011, 511.
11. D.P.Bentz, C.Ferraris, M.Galler, A.Hansen, J.Guyn, Influence of particle size distribution on yield stress and viscosity of cement-fly ash pastes, *Cement and Concrete Research*, 2012, **42**, 404.
12. C.Ferraris, K.Obla, and R.Hill, The influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and concrete, *Cement and Concrete Research*, 2001, **31**, 245.
13. xxx, SR EN 196-2, Method of testing cement - Part 2: Chemical analysis of cement.
14. xxx, SR EN 197-1:2011, Cement – Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements
15. I.Petre, M.Muntean, and A.Moanță, The influence of surfactants upon grinding and hardening of cement with advanced fineness, *Romanian Journal of Materials*, 2013 **43** (1), 116.
16. xxx, SR EN 196-1/2006 Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength
17. SR EN 196-3+A1:2009, Methods of testing cement-Part 3: Determination of setting times and soundness.
18. G. Lombardi, The role of cohesion in cement grouting, *15th International Congress On Large Dams*, Lausanne, Switzerland, 1985, **3 Q.58–R.13**, 235.
19. xxx, C149-85, Technical instructions regarding procedures of repair to concrete and reinforced concrete elements.
20. A. Kaci, M. Chaouche, and P-A. Andréani, Influence of bentonite clay on the rheological behaviour of fresh mortars, *Cement and Concrete Research*, 2011, **41**, 373.
21. Wei-Hsing Huang, Properties of cement-fly ash grout admixed with bentonite silica fume, or organic fiber *Cement and Concrete Research*, 1997, **27**, 395.
22. G.Lombardi, and D.Deere, Grouting design and control using the GIN principle, www.lombardi.ch/publications/pdfviewer.php?ID=262, accessed in 2011.
