

Die approbierte Originalversion dieser Diplom-/ Masterarbeit ist in der Hauptbibliothek der Technischen Universität Wien aufgestellt und zugänglich. http://www.ub.tuwien.ac.at



The approved original version of this diploma or master thesis is available at the main library of the Vienna University of Technology. http://www.ub.tuwien.ac.at/eng



**Diploma** Thesis

# Appearance of heterogeneities during the pumping of cementitious mixtures

Submitted in satisfaction of the requirements for the degree of Diplom-Ingenieur of the TU Wien, Faculty of Civil Engineering

DIPLOMARBEIT

# Auftreten von Heterogenitäten beim Pumpen von Zementmischungen

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-Ingenieurs eingereicht an der Technischen Universität Wien, Fakultät für Bauingenieurwesen

von

# Kushtrim Kurrumeli, BSc

Matr.Nr.: 01429644

unter der Anleitung von

# Univ.-Prof. Agathe Robisson, PhD

Institut für Werkstofftechnologie, Bauphysik und Bauökologie Forschungsbereich für Baustofflehre und Werkstofftechnologie Technische Universität Wien, Karlsplatz 13/207-01, A-1040 Wien

Wien, im März 2019

# Vorwort

Hiermit möchte ich mich bei all jenen bedanken, die mir bei der Fertigstellung dieser Diplomarbeit geholfen haben.

Mein ganz besonderer Dank gilt Frau Prof. Agathe Robisson, die mir ermöglicht hat meine Diplomarbeit in diesem Bereich zu schreiben. Bei ihr möchte ich mich auch sehr für die Betreuung, Geduld und unermüdliche Unterstützung während der gesamten Zeit bedanken.

Zusätzlich bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Forschungsbereiches für Baustofflehre und Werkstofftechnologie, für das angenehme und freundschaftliche Arbeitsklima während dieser Zeit. Mein besonderer Dank gilt dabei Johannes Kirnbauer, Christian Lebeda und Roland Stöttner, die mit ihrer fachlichen Beratung und Unterstützung, zur Fertigstellung dieser Diplomarbeit beigetragen haben.

# Kurzfassung

Das Auftreten von Heterogenitäten im Frischbeton während der Betonierphase ist generell auf die relative Bewegung zwischen den einzelnen Komponenten der Betonmischung zurückzuführen. Wenn die Betonmischung nicht stabil ist dann bewegen sich größere und schwerere Körner aufgrund der Schwerkraft nach unten und das Wasser bewegt sich dabei im Gegenzug nach oben. Das Ausmaß dieser Heterogenitäten kann beim Pumpen von Beton noch größer sein, da neben der schwerkraft-induzierten Faktoren, zusätzlich noch scher-induzierte Faktoren hinzukommen. Diese Heterogenitäten können den Pumpvorgang und die mechanischen Eigenschaften des Betons erheblich beeinflussen.

Um diese Heterogenitäten zu untersuchen werden im Rahmen dieser Diplomarbeit Experimente durchgeführt, die das Verhalten von Zementmischungen unter Strömung bzw. Scherbeanspruchung analysieren. Vor diesen Experimenten werden rheologische Messungen der Zementmischungen, mit dem Rotationsrheometer "Viskomat NT" zusammen mit der Korbzelle bzw. Vane-Messzelle durchgeführt. In diesem Teil der Arbeit wird das Verhalten der Zementmischungen unter Scherbeanspruchung untersucht und die dabei auftretenden Phänomene (Sedimentation, Thixotropie, Partikelmigration, etc.) dargestellt und erläutert. Die rheologischen Kenngrößen der Zementmischungen, werden durch Messungen mit der Korbzelle die eine Doppelringspaltgeometrie aufweist, bestimmt. Durch Anpassen eines Herschel-Bulkley Modells an diese Kenngrößen, werden auch die theoretischen Strömungsprofile der Zementmischungen während den Experimenten bestimmt.

Bei den Experimenten handelt es sich um Pumpversuche von Zementmischungen durch transparente Glasrohre mit einem Durchmesser von d = 16 mm, die mit Hilfe einer selbstgebauten Kolbenpumpe durchgeführt werden. Für die Pumpversuche werden zwei Zementmischungen (mit farbigen Glaskugeln als Zuschlag) die sich vom Glaskugelanteil unterscheiden (20% bzw. 30%), verwendet. Die Auswertung der Glaskugelkonzentration erfolgt dabei nach dem Aushärten des Betons in den Rohren, indem mikroskopische Bilder der Rohrproben durch die Software "Imagel" bearbeitet werden. Die Glaskugelkonzentration wird dabei als Funktion der radialen Entfernung von der Rohrmitte sowie der Entfernung von der Einpumpstelle, dargestellt. Die Ergebnisse dieser Analyse zeigen, dass in Abhängigkeit des Glaskugelanteils der (höhere Zementmischung, Heterogenitäten sowohl entlang des Rohres Glaskugelkonzentration am Kopf der Strömung) als auch radial im Rohr (höhere Glaskugelkonzentration im Zentrum) auftreten.

# Abstract

The appearance of heterogeneities in concrete structures during the placement of concrete is due to the relative movement between the components of the concrete mixture. If the concrete mixture is not stable, bigger and heavier aggregates settle down because of the gravity and in return water moves up. The appearance of these heterogeneities could become even more relevant during the pumping of concrete, because additionally to the mentioned gravity factor, there is also a shear induced factor which may lead to particle migration. These heterogeneities may have a major impact on the pumping process and the mechanical properties of the concrete.

In order to investigate these heterogeneities, experiments are carried out wich enable to analyze the behavior of cementitious mixtures under flow respectively shear stress. Prior to these experiments, rheological measurements of the cementitious mixtures are performed with the rotational rheometer "Viskomat NT" in combination with the "Korbzelle" and the vane tool. In this part, the behavior of the cementitious mixtures under shear stress is investigated. The formation of heterogeneities during these tests (sedimentation, thixotropy, particle migration, etc.) are examined and explained. The rheological parameters of these cementitious mixtures are determined by measurements with the "Korbzelle" which has a double-ring gap geometry. Finally, by fitting a Herschel-Bulkley model to these parameters, the theoretical flow profiles of the cementitious mixtures during the experiments, are also determined.

Then, the cementitious mixtures are pumped through transparent glass pipes with a diameter of d = 16 mm, with a costum-built piston pump. For these experiments, two cementitious mixtures (with colored glass beads as a filler) differing in glass beads content (20% and 30%) are used. The evaluation of the particle concentration is made after the concrete sets in the pipe, with microscopic photos of the pipe samples which are then processed by the software "ImageJ". The glass beads concentration is analyzed as a function of the distance from the pipe center and from the injection point. Results of these analysis show that depending on the glass beads content, heterogeneities occur both along the pipe (higher solid volume fraction at the front) and radially in the pipe (higher solid volume fraction in the center).

Vorwort Kurzfassung			
In	Inhaltsverzeichnis		
1	Einleitung	1	
	1.1. Allgemeines	1	
	1.2. Vorteile von Betonpumpen	2	
	1.3. Motivation und Problemstellung	2	
2	Grundlagen	4	
	2.1. Rheologie	4	
	2.1.1. Kenngrößen und Definitionen	4	
	2.1.2. Newtonsche Substanzen	5	
	2.1.3. Nicht-newtonsche Substanzen	6	
	2.1.4. Rheologische Modelle	8	
	2.1.5. Viskosimetrie	10	
	2.2. Newtonsche Suspensionen	12	
	2.2.1. Strömungsverhalten von newtonschen Suspensionen	12	
	2.2.2. Partikelmigration bei newtonschen Suspensionen	14	
	2.3. Zementsuspensionen	21	
	2.3.1. Strömungsverhalten von nicht-newtonschen Suspensionen	21	
	2.3.2. Einfluss der Fließgrenze bei Zementsuspensionen	24	
	2.3.3. Partikelmigration bei Zementsuspensionen	25	
	2.3.4. Formung der Gleitschicht während des Pumpvorgangs	27	
3	Materialien	31	
	3.1. Allgemeine Beschreibung	31	
	3.2. Partikelgrößenanalyse	31	
	3.2.1. Partikelgrößenanalyse Zement	32	
	3.2.2. Partikelgrößenanalyse Sand	33	
	3.2.3. Partikelgrößenanalyse Glaskugeln	36	
	3.2.4. Partikelgrößenverteilung aller untersuchten Materialien	38	
	3.3. Betonzusatzmittel	38	

Л	Rho	ologische Messungen	30	
Ŧ			39	
	4.1.	Funktionsweise des Rotationsrheometers	39	
	4.2.	Kalibrierung des Rotationsrheometers	40	
	4.3.	Einfluss der Korngröße auf die dynamische Viskosität	46	
	4.4.	Bestimmung der rheologischen Kenngrößen	48	
	4	.4.1. Geschwindigkeitsgesteuertes Verfahren zur Ermittlung der		
		Fließgrenze und dynamischen Viskosität	49	
	2	4.4.2. Drehmomentgesteuertes Verfahren zur Ermittlung der Fließgrenze	52	
	4	4.4.3. Ermittlung der rheologischen Kenngrößen bei hohen Scherraten	54	
	4.5.	Ermittlung der theoretischen Strömungsprofile	58	
	4.6.	Partikelmigration im Rotationsrheometer	62	
5	Exp	erimentelle Messungen	66	
	5.1.	Versuchsaufbau	66	
	5.2.	Zementmischungen und Mischvorgang	69	
	5.3.	Bestimmung der Fließgrenze durch das Fließmaß	70	
	5.4.	Pumpversuche	71	
	5.5.	Auswertung der Partikelmigration durch Bilderbearbeitung der Proben	76	
	5.6.	Interpretation der Ergebnisse	80	
6	Zusa	ammenfassung und Ausblick	82	
Lit	Literaturverzeichnis			
Ab	Abbildungsverzeichnis			
Та	Tabellenverzeichnis			
7	Anh	ang	95	

# 1 Einleitung

# **1.1 Allgemeines**

Das Transportieren und Einbringen von Frischbeton auf Baustellen in vertikaler und horizontaler Richtung wie z.B. für hohe Gebäude, lange Spannbetonbrücken oder Tunnelarbeiten, wird in den letzten Jahrzehnten fast ausschließlich mit Hilfe von Betonpumpen durchgeführt. Diese Methode der Betonförderung hat sich als sehr effektiv und wirtschaftlich bewiesen, vorallem dort wo beim Transport des Frischbetons große Distanzen zu überwinden sind oder wo schwer zugängliche Stellen zu betonieren sind. Frischbeton der durch diese Methode befördert wird, bezeichnet man als Pumpbeton, wobei das Pumpen durch stationäre Betonpumpen oder durch mobile Autobetonpumpen erfolgt.

Im Gegensatz zum herkömmlichen Beton, muss Pumpbeton einige technologische Anforderungen erfüllen. Um ein reibungslosen Pumpvorgang sicherzustellen muss der Beton eine bestimmte Fließfähigkeit bzw. Konsistenz haben. Betone mit einer plastischen bis fleßfähigen Konsistenz eignen sich aus wirtschaftlicher- und betontechnologischer Sicht am besten zum Pumpen [6]. Diese Konsistenz wird durch bestimmte Anforderungen an den Zement, an die Gesteinskörnung (Korngrößenverteilung, Kornform, Größtkorn, Mehlkorngehalt, Feinmörtelvolumenanteil, etc.) und durch die Nutzung von Zusatzstoffen und Zusatzmitteln erreicht. Ein wichtiger Aspekt bei diesen Betonen mit plastischer- bis fließfähiger Konsistenz ist die Stabilität der Betonmischung, die dafür sorgt, dass es zu keiner Sedimentation kommt. Damit der Beton später auch die gewünschten Eigenschaften aufweist und damit es zu keiner Verstopfung der Pumpschläuche kommt, darf die Zusammensetzung der Mischung während des Pumpvorgangs nicht maßgeblich verändert werden, sprich es soll eine Entmischung vermieden werden. Daraus ergibt sich, dass Beton mit einem Ausbreitmaß von 380 mm bis 480 mm besonders gut zum Pumpen geeignet ist [20].

Diese Anforderungen erfüllen immer sogenannte selbstverdichtende Betone (SVB) bzw. Self Compacting Concrete (SCC). Diese Art von Beton zeichnet sich durch eine hohe Fließfähigkeit aus, die in der Regel durch die Nutzung von Hochleistungsverflüssigern erreicht wird. Selbstverdichtende Betone haben eine sehr niedrige Fließgrenze im Gegensatz zu normalen Beton. Diese Eigenschaft ermöglicht das Betonieren von schwer zugänglichen Stellen, Bauteilen mit komplexer Form sowie stark bewehrten Bauteilen, wo die Entlüftung des Betons alleine durch die Schwerkraft und ohne die Nutzung von Verdichtungshilfsmitteln (z.B. elektrische Betonrüttler) erreicht wird. Eine andere Eigenschaft von selbsverdichtenden Betonen ist die hohe Resistenz gegen Sedimentation, die aufgrund der Zusammensetzung der Mischung erreicht wird [20]. Damit all diese Eigenschaften in einem hohen Maß erreicht werden, bedarf es einer sehr genauen Überprüfung der Zusammensetzung des Betons, speziell was die Auswahl der Zusatzmittel und Zusatzstoffe betrifft.

# **1.2 Vorteile von Betonpumpen**

Die Betonförderung durch Pumpen ist heute bei den immer höher werdenden Ansprüchen die an Bauwerke gestellt werden, unerlässlich. Die Vorteile die sich durch diese Art der Betonförderung im Gegensatz zu den klassischen Methoden ergeben sind:

- Überwinden von großen Distanzen und Höhen
- Einbau auch bei schwer zugänglichen Stellen
- kurze Einbauzeiten
- geringerer Personaleinsatz
- kontinuierlicher und schneller Einbau mit optimaler Qualität
- kein Kran notwendig
- sauberes Einbringen in die Schalung
- Vermeidung von großen Fallhöhen des Betons.

# **1.3 Motivation und Problemstellung**

In Rahmen dieser Diplomarbeit wird das Strömungsverhalten von Beton mit einer niedrigen Fließgrenze (Pumpbeton, SVB, etc.) und das mögliche Auftreten von Heterogenitäten (strömungs-induzierte Heterogenitäten) untersucht. Im Gegensatz zu newtonschen Suspensionen, stellt die Pumpfähigkeit von Zementsuspensionen ein sehr komplexes Problem dar und hängt von vielen Faktoren ab. Nichtsdestotrotz muss diese Art von Beton ein problemloses Pumpen durch die Rohre ermöglichen und während dieses Prozesses darf es zu keinen wesentlichen Veränderungen der Betoneigenschaften kommen [22].

Für große Bauteile ist Beton an sich ein heterogener Baustoff, die mögliche Segregation<sup>1</sup> des Aggregates während des Einbringens und in der Zeit nach dem Einbringen, müssen berücksichtigt werden [40].

In der Literatur wird für selbstverdichtetende Betone (SVB) oder anders gesagt Mischungen mit einer niedrigen Fließgrenze, die in der Regel als Pumpbeton benutzt werden, zwischen der "dynamischen Segregation" und der "statischen Segregation" unterschieden [19]. Bis heute haben sich die meisten Untersuchungen und Experimente mit der Partikelsedimentation im ruhenden Zustand, also in der Phase

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Segregation: Trennung, Absonderung

nach dem Einbringen des Betons in den Bauteilen, befasst. Dieses Phänomen tritt aufgrund der unterschiedlichen Rohdichten der einzelnen Komponenten der Betonmischung auf. Durch die vielen Arbeiten die sich mit dieser Art von Migration beschäftigt haben, kann man festhalten, dass dieses Phänomen in großem Maße von der Fließgrenze und Thixotropie der Zementmischungen beeinflußt wird [19].

Im Gegensatz dazu gibt es viel weniger Untersuchungen der Partikelmigration aufgrund der Strömung während des Pumpens von Frischbeton durch Rohre. Diese strömungs-induzierte Partikelmigration sorgt dafür, dass sich die Partikel von Bereichen mit hoher Scherrate zu Bereichen mit niedrigerer Scherrate bewegen, wodurch nicht homogene Schichten innerhalb der Rohre enstehen [29]. Diese scher-induzierte Partikelmigration ist im Gegensatz zu der schwerkraft-induzierten Partikelmigration viel komplexer und hängt von vielen Faktoren ab wie z. B. der verwendeten Betonmischung, dem Durchströmungsdruck, dem Volumenanteil des Aggregates.

Diese Arbeit konzentriert sich vorallem auf die Partikelmigration des Aggregates im Frischbeton während des Pumpens durch Rohre. Dazu werden Experimente in Form von Pumpversuchen durchgeführt, durch die das Verhalten von Betonmischungen während des Pumpvorgangs analysiert werden soll. Vor diesen Experimenten werden rheologische Messungen mit einem Rotationsrheometer durchgeführt, die helfen sollen das Verhalten der Betonmischungen während der Pumpversuche besser zu verstehen. Durch diese Messungen werden die Phänomene wie Sedimentation, Thixotropie, Partikelmigration, etc., der jeweiligen Zementmischung dargestellt und erklärt. Anhand dieser Messungen werden auch die rheologischen Kenngrößen der Zemetnmischungen die zum Einsatz kommen, bestimmt. Durch Anpassung der entsprechenden rheologischen Modelle an diese Kenngrößen, werden zusätzlich auch die theoretischen Strömungsprofile die während der Pumpversuche auftreten, ermittelt.

In den Experimenten werden verschiedene Zementmischungen mit Hilfe einer selbsgebauten Kolbenpumpe, durch transparente Glasrohre bei unterschiedlichen Randbedingungen gepumpt. Durch diesen Versuchsaufbau soll eine mögliche Partikelmigration des Aggregates während des Pumpvorgangs festgestellt werden. Die Auswertung der Ergebnisse erfolgt nach dem Aushärten des Betons in den Rohren, indem mikroskopische Bilder der Rohrproben (die nach jedem Meter geschnitten werden), mit der Software "ImageJ" bearbeitet werden. Die Partikelkonzentration wird dabei als Funktion der radialen Entfernung von der Rohrmitte sowie der Entfernung der Einpumpstelle dargestellt.

# 2 Grundlagen

# 2.1 Rheologie

# 2.1.1 Kenngrößen und Definitionen

Rheologie ist die Wissenschaft, die sich mit dem Verfomungs- und Fließverhalten von Substanzen unter äußerer Krafteinwirkung beschäftigt. Die rheologischen Größen mit denen man das Verformungs- und Fließverhalten beschreibt, lassen sich am besten durch laminare Strömungen zwischen zwei parallelen Platten (Abb. 2.1) bestimmen.



Abb. 2.1: Plattenmodell für einfache Scherströmungen.

Die zwei ebenen Platten haben einen bestimmten Abstand h voneinander. Zwischen den zwei Platten befindet sich die zu untersuchende Substanz, wobei eine Platte gegenüber der anderen Platte verschiebbar ist und mit der Kraft F beansprucht wird. Die Substanz zwischen den Platten mit der Fläche A wirkt dieser Kraft F entgegen und bewirkt so eine **Schubspannung**  $\tau$ , die in [8] folgendermaßen definiert wird:

$$\tau = \frac{F}{A} \tag{2.1}$$

mit:

τ - Schubspannung [N/m<sup>2</sup>] F - Kraft [N] A - Fläche [m<sup>2</sup>] Durch die Kraft F bewegen sich die Platten mit einer bestimmten Geschwindigkeit v. Im Falle einer laminaren Strömung der Substanz zwischen den Platten, kann die Schergeschwindigkeit y folgendermaßen definiert werden [8]:

$$\dot{\gamma} = \frac{v}{h} \tag{2.2}$$

mit:

 $\dot{\gamma}$  - Schergeschwindigkeit oder Scherrate  $[s^{\text{-}1}]$ 

v - Geschwindigkeit [m/s]

h - Plattenabstand [m]

Die Schubspannung  $\tau$  kann als Funktion der Scherrate  $\dot{\gamma}$  graphisch dargestellt werden, diese Kurvendarstellung wird dann als **Fließkurve** bezeichnet (Abb. 2.2).

Die **Viskosität n** wird in DIN 1342-2 [8] folgendermaßen definiert: "Eigenschaft eines fließfähigen (vorwiegend flüssigen oder gasförmigen) Stoffsystems, unter Einwirkung zu fließen und irreversibel deformiert zu werden. Die bei der Verformung aufgenommene Spannung hängt dabei nur von der Verformungsgeschwindigkeit ab." Mit anderen Worten kann man die Viskosität auch als Zähigkeit eines Stoffes beschreiben, je größer die Viskosität desto dickflüssiger ist das Fluid.

Die **dynamische Viskosität**  $\eta$  hat die Einheit [Pa·s] und ist in [8] wie folgt definiert:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \tag{2.3}$$

Neben der dynamischen Viskosität  $\eta$  gibt es auch die **kinematische Viskosität v** mit der Einheit [m<sup>2</sup>/s], die das Verhältnis der dynamischen Viskosität  $\eta$  zur Dichte  $\rho$  eines Stoffes darstellt [8]:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \tag{2.4}$$

#### 2.1.2 Newtonsche Substanzen

Einfache Substanzen bei denen die dynamische Viskosität unabhängig von der Scherrate ist, nennt man reinviskose- oder newtonsche Substanzen. In diesem Fall hat die Fließkurve die Form einer Geraden die durch den Ursprung läuft (Abb 2.2). Bei diesen Substanzen ist die Viskosität nicht nur eine Materialeigenschaft, sondern auch eine Materialkonstante, die sich nur mit der Temperatur ändern kann [14].



Abb. 2.2: Fließkurve für newtonsche Suspensionen.

## 2.1.3 Nicht-newtonsche Substanzen

Bei nicht-newtonschen Substanzen ist die Viskosität keine Materialkonstante mehr, sondern hängt von der Scherrate ab. Diese Substanzen weisen wegen der komplexen Struktur der Materialien kein normales Fließverhalten auf. Bei nicht-newtonschschen Substanzen unterscheidet man zwischen:

- strukturviskosem (scherverdünnenden) Verhalten und
- dilatantem (scherverdickenden) Verhalten.

Strukturviskose Substanzen zeichnen sich dadurch aus, dass deren dynamische Viskosität mit zunehmender Scherrate abnimmt. Im Gegensatz dazu zeichnen sich dilatante Substanzen dadurch aus, dass deren dynamische Viskosität mit zunehmender Scherrate zunimmt.

Die graphische Darstellung der dynamischen Viskosität  $\eta$  als Funktion der Scherrate  $\dot{\gamma}$  oder Schubspannung  $\tau$  stellt eine **Viskositätskurve** dar [7] (Abb. 2.3/ rechts).



Abb. 2.3: Vergleich von unterschiedlichen Fließkurven (links) und Viskositätskurven (rechts).

Bei nicht-newtonschen Substanzen kann die Viskosität außer von der Scherrate, noch zusätzlich von der Zeitdauer der Krafteinwirkung abhängig sein. Hier unterscheidet man zwischen:

- thixotropem Verhalten und
- rheopexem Verhalten.

Thixotropie zeichnet sich dadurch aus, dass die Viskosität bei konstanter mechanischer Beanspruchung mit der Zeit abnimmt und nach dem Ende der Beanspruchung wieder zunimmt [7]. Bei der Rheopexie haben wir das Gegenteil, die Viskosität steigt bei konstanter Beanspruchung an und nach dem Ende der Beanspruchung wieder ab [8].



**Abb. 2.4:** Zeitabhängiges Verhalten der Viskosität unter Scherbeanspruchung bei nicht-newtonschen Suspensionen.

Die **Fließgrenze**  $\tau_0$  ist die Grenzspannung oberhalb der eine Substanz zu fließen beginnt [7]. Belastungen die diese Grenzspannung überschreiten bewirken plastische (bleibende) Verformungen. Unterhalb dieser Grenzspannung verhält sich die Substanz wie ein elastischer Festkörper.

## 2.1.4 Rheologische Modelle

Rheologische Modelle beschreiben in der Regel das Verformungsverhalten eines Körpers in Abhängigkeit der äußeren Krafteinwirkung. In der Rheologie wird der Zusammenhang zwischen Viskosität, Schubspannung und Scherrate, meist in Form von Diagrammen als Fließ- und Viskositätskurven dargestellt. Diese mathematischen Modelle weisen aber immer noch Unterschiede zum realen Verhalten (physikalischen) der Materialien auf, da sie in der Regel von einem linearen Zusammenhang zwischen Deformation und Spannung ausgehen, was nicht bei jeder Substanz der Fall ist. Aus diesem Grund ist die Auswahl des geeigneten rheologischen Modells maßgebend um möglichst realitätsnahe Ergebnisse zu haben.

Es gibt verschiedene rheologische Modelle um das Verhalten von unterschiedlichen Materialien, mit unterschiedlichem Verhalten zu beschreiben. Für nicht-newtonsche Suspensionen bei denen die rheologischen Eigenschaften von der Schergeschwindigkeit abhängen (z.B. Zementsuspensionen) werden in den meisten Fällen die Modelle nach *Bingham* und *Herschel-Bulkley* verwendet.

Das **Bingham-Modell** beschreibt die Kombination aus einem viskosen und plastischen Materialverhalten. Mathematisch gesehen zeigt es den Verlauf der Schubspannung  $\tau$  in Abhängigkeit der Scherrate  $\dot{\gamma}$  unter Berücksichtigung der Fließgrenze  $\tau_0$ :

$$\tau = \tau_0 + \eta_{\rm pl} \cdot \dot{\gamma} \tag{2.5}$$

mit:

τ - Schubspannung [Pa] τ<sub>0</sub> - Fließgrenze [Pa] η<sub>pl</sub> - plastische Viskosität [Pa·s] γ΄ - Scherrate [s<sup>-1</sup>]

Ideale Bingham-Substanzen Verhalten sich bei kleinen Schubspannungen, also bis zum Erreichen der Fließgrenze  $\tau < \tau_0$  wie ein elastischer Festkörper. Bei hohen Schubspannungen, also nach Überschreitung der Fließgrenze  $\tau > \tau_0$  fängt die Substanz an zu fließen und verhält sich wie eine newtonsche Substanz (siehe Abb. 2.3/ plastisch). Das **Herschel-Bulkley Modell** ist ein rheologisches Modell mit Hilfe dessen das Verhalten von nicht-newtonschen Substanzen mit Fließgrenze beschrieben werden kann:

$$\tau = \tau_0 + \mathbf{k} \cdot \dot{\gamma}^n \tag{2.6}$$

mit:

 $\tau$  - Schubspannung [Pa]

```
\tau_0 - Fließgrenze [Pa]
```

```
K - Konsistenz-Index [Pa·s]
```

 $\dot{\gamma}$  - Scherrate [s<sup>-1</sup>]

n - Herschel-Bulkley- oder Fließ-Index [/]

Der Fließ-Index ermöglicht es einen nicht-linearen Zusammenhang zwischen Schubspannung und Scherrate darzustellen. Für n = 1 erhält man das Bingham-Modell, für n > 1 ergibt sich ein dilatantes (scherverdickendes) Materialverhalten und für n < 1 ein strukturviskoses (scherverdünnendes) Materialverhalten. Das Herschel-Bulkley Modell stellt eine Erweiterung des Bingham-Modells dar und geht davon aus, dass sich die Substanz nach Überschreitung der Fließgrenze nicht wie eine newtonsche Substanz verhält. Eine Gegenüberstellung der beiden Modelle ist in Abbildung 2.5 zu sehen.



**Abb. 2.5:** Fließkurve für nicht-newtonsche Suspensionen, nach dem Bingham-Modell (links) und nach dem Herschel-Bulkley Modell (rechts).

# 2.1.5 Viskosimetrie

Die Messung von Viskositäten und Fließkurven von Substanzen, wird durch verschiedene Typen von Viskosimetern durchgeführt. In Abhängigkeit der Eigenschaften der zu untersuchenden Substanz (newtonsche Substanz oder nichtnewtonsche Substanz) wird hier zwischen zwei Haupttypen unterschieden:

**Kapillarviskosimeter** sind für die Messung der Viskositäten von newtonschen Flüssigkeiten geeignet. Es gibt verschiedene Ausführungen von Kapillarviskosimetern, in der Regel werden sie verwendet um die Viskositäten von Ölen zu messen. Das Ostwald-Viskosimeter (Abb. 2.6) ist eines der ältesten und gebräuchlichsten Kapillarviskometer für die Bestimmung der dynamischen Viskosität von Flüssigkeiten. Die kinematische Viskosität der Flüssigkeit wird dabei so bestimmt, dass die Zeit gemessen wird die ein bestimmtes Messvolumen benötigt um durch Kapillare zu strömen [44]. Die kinematische Viskosität v ergibt sich aus dem Gesetz von Hagen-Poiseuille:  $v = K \cdot t$  (dabei stellt K die Kapillarkonstante dar, die von der Bauart des Viskosimeters abhängt). Die dynamische Viskosität für diese Flüssigkeiten kann dann ganz einfach mit Hilfe der Formel (2.4) ermittelt werden:  $\eta = v \cdot \rho$ .



Abb. 2.6: Skizze eines original Ostwald-Viskosimeter [44].

**Rotationsviskosimeter** sind im Gegensatz zu Kapillarviskometern auch zur Messung von Viskositäten, von nicht-newtonschen Substanzen geeignet. In DIN 53019-1 [10] wird dieser Viskosimetertyp folgendermaßen definiert: "Das Rotationsviskosimeter besteht aus einem mechanischen Grundgerät (z. B. Stativ mit Haltervorrichtung), welches die Justierung der beiden Messsystemkomponenten sicherstellt, aus dem Messsystem (koaxialer Zylinder, Kegel-Platte oder Platte-Platte) zur Erzeugung eines definierten Fließfeldes und einer Antriebsvorrichtung sowie Einrichtungen zur Messung des Drehmoments und der Winkelgeschwindigkeit". Im Prinzip wird bei diesen Systemen der Widerstand gemessen, mit der die Substanz der Rotationsbewegung entgegenwirkt, der ein Maß für die dynamische Viskosität ist. In der Regel wird ein bestimmtes Drehmoment oder eine Winkelgeschwindigkeit vorgegeben und die sich daraus ergebende Antwort gemessen. Durch Umrechnungsfaktoren für die Scherrate  $\dot{\gamma}$  und Schubspannung  $\tau$  (die von der Geometrie der Meszelle abhängen) wird dann die dynamische Viskosität n ermittelt. Rotationsviskosimeter sind oft mit Temperatureinrichtungen ausgestattet, die eine Temperierung des Messsystems ermöglichen. Zur Messung der Temperatur der Probe werden in der Regel direkt in die Probe eintauchende Thermometer verwendet, wobei die Temperaturmessung jeweils vor und nach der Messung erfolgt. Die Standardgeometrie für einen Zylinder-Rotationsviskosimeter ist in Abbildung 2.7 [10] dargestellt.



Abb. 2.7: Standardgeometrie für einen Zylinder-Rotationsviskosimeter [10].

Neben diesen zwei Typen von Viskosimetern gibt es auch andere Ausführungen, unter anderem: Fallkörperviskosimeter, Englerviskosimeter, Prozessviskosimeter, Viskositäts-Messbecher (Ford-Becher), Quarzviskosimeter, etc.

# 2.2 Newtonsche Suspensionen

## 2.2.1 Strömungsverhalten von newtonschen Suspensionen

In diesem Teil der Arbeit werden die wichtigsten physikalischen Phänomene erläutert, die in den newtonschen Suspensionen während des Pumpens bzw. unter Strömung vorkommen. Das soll als Grundlage und als Vergleich, zum eigentlichen Thema dieser Arbeit, also dem Pumpen von Zementsuspensionen dienen.

Das Strömungsprofil einer newtonschen Flüssigkeit bei laminarer Strömung weist eine parabolische Form auf (Abb. 2.8).



Abb. 2.8: Strömungsprofil von newtonschen Suspensionen bei laminarer Strömung.

Die maximale Geschwindigkeit der Suspension stellt sich dabei im Zentrum des Rohres ein und ist folgendermaßen definiert:

$$u_0 = \frac{2 Q}{\pi R^2}$$
(2.7)

mit:

u<sub>0</sub> - maximale Geschwindigkeit [m/s]

Q - Volumenstrom [m<sup>3</sup>/s]

R- Rohrradius [m]

Die mittlere Strömungsgeschwindigkeit im ganzen Rohrquerschnitt ergibt sich indem man die maximale Geschwindigkeit halbiert:

$$u_{\text{mittel}} = \frac{u_0}{2} = \frac{Q}{\pi R^2}$$
 (2.8)

Der Volumenstrom von newtonschen Suspensionen durch ein Rohr kann durch das **Hagen-Poiseuilles Gesetz** berechnet werden:

$$Q = \frac{\pi R^4 \Delta p}{8 \eta L}$$
(2.9)

mit:

Q - Volumenstrom [m<sup>3</sup>/s]

R - Rohrradius [m]

 $\eta$  - dynamische Viskosität [Pa·s]

L - Länge des Rohres [m]

 $\Delta p$  - Druckdifferenz zwischen Anfang und Ende des Rohres [Pa]

Mit der Gleichung (2.9) kann man nur den Volumenstrom von Flüssigkeiten bei laminaren Strömungen bestimmen. Bei höheren Strömungsgeschwindigkeiten bei denen es zu turbulenten Strömung kommen kann, sind aufgrund des höheren Strömungswiderstandes, andere Gleichungen zu verwenden (z. B. Formeln von *Blasius* oder *Nikuradse*) [18].

Zur Differenzierung zwischen laminarer Strömung und turbulenter Strömung, wird die **Reynolds-Zahl Re** herangezogen:

$$R_e = \frac{u D \rho}{\eta}$$
(2.10)

mit:

u - mittlere Strömungsgeschwindigkeit [m/s]

```
D-Rohrdurchmesser [m]
```

ρ- Dichte [kg/m<sup>3</sup>]

η - dynamische Viskosität [Pa·s]

Ein Übergang von laminarer zu turbulenter Strömung findet dann statt, wenn die kritische Reynolds-Zahl überschritten wird  $\mathbf{R}_{e} > \mathbf{R}_{e,krit}$ . Bei Strömungen durch Kreisquerschnitte bzw. Rohre (Geometrie die in den Experimenten dieser Arbeit verwendet werden) findet man in der Literatur meist den Wert  $\mathbf{R}_{e,krit} = 2300$  [18]. Das bedeutet, dass bis zu diesem Wert mit einer laminaren Strömung gerechnet werden kann.

#### 2.2.2 Partikelmigration bei newtonschen Suspensionen

Die Theorie über die newtonschen Suspensionen ist im Gegensatz zu den nichtnewtonschen Suspensionen weit fortgeschritten. Es gibt viel Studien, Experimente und Publikationen die sich mit dem Verhalten dieser Suspensionen befasst haben. In diesem Teil der Arbeit wird auf das Verhalten von festen Partikeln in konzentrierten newtonschen Flüssigkeiten, bei niedrigen Reynolds-Zahlen (laminarer Strömungszustand) eingegangen. Eine der ältesten Arbeiten über das Verhalten von Suspensionen unter Strömung, ist die von Karnis et al. [1]. In dieser Arbeit wurden die Strömungsprofile und Partikelverteilung von festen sphärischen Partikeln in einer newtonschen Flüssigkeit (synthetisches Öl) gemessen, während die Suspension durch ein Rohr gepumpt wurde. Es wurden Glasrohre mit einem Radius  $R_0 = 0.2$  bis 1.0 cm verwendet. Die Strömungsprofile werden dabei bestimmt in den man Bilder von der Suspension während des Fließens durch die Rohre mit einer Kamera macht. Diese Bilder wurden auf eine 2D Fläche projektiert und ausgewertet. Durch die Messung der Geschwindigkeit der Markerkugeln die sich in der Suspension befanden, konnte die mittlere Geschwindigkeit der Partikel festgestellt werden. Für verschiedene Verhältnisse von b/R<sub>0</sub>, (wobei b den Radius der Partikel und R<sub>0</sub> den Radius des Rohrs darstellt) und verschiedene Partikelvolumenanteile (c), wurde eine deutliche Abstumpfung der Strömungsprofile im Zentrum (Abb. 2.9) festgestellt.



**Abb. 2.9:** Einfluss der Partikelvolumenanteile (c) auf die Strömungsprofile einer newtonschen Suspension, für  $R_0=0.4$  cm und b/  $R_0=0.028$  [1].

Für ein Partikelvolumenanteil von 14% (c=0.14) gibt es lt. diesen Ergebnissen (Abb. 2.9) keinen Unterschied zum parabolischen Strömungsprofil einer newtonschen Flüssigkeit. Mit ansteigendem Partikelvolumenanteil (siehe c=0.22 und c=0.38) wird die Abstumpfung der Strömungsprofile immer deutlicher. Die Abweichung vom parabolischen Strömungsprofil mit ansteigenden solidem Partikelvolumenanteil wurde auf die ansteigende Kontaktfläche (Wechselwirkung) zwischen Partikel-Partikel und Partikel - Rohrwand (die dazu führen, dass es eine andere Viskosität der Suspension in Nähe der Rohrwand und eine andere Viskosität im Zentrum gibt), zurückgeführt [1]. Jedoch wurde bei diesem Experiment keine Partikelmigration festgestellt, das bedeutet, dass bei diesem Experiment keine Heterogenitäten was die Partikelverteilung angeht festgestellt worden sind, die Suspensionen wiesen eine gleiche Verteilung der Partikel wie vor dem Pumpvorgang auf. Der Grund wieso keine Heterogenitäten festgestellt worden sind, wird später erläutert.

Mit dem Phänomen der Partikelmigration in Suspensionen unter Strömung haben sich auch *P. R. Nott* und *J. F. Brady* in [31] beschäftigt. Fokusiert haben Sie sich dabei auf die Partikelmigration aufgrund von nicht homogenen Schubspannungen und Scherfeldern die während des Pumpens von Suspensionen auftreten. Es war schon vorher bekannt, dass die Partikel unter Strömung von Bereichen mit einer hohen Scherrate zu Bereichen mit einer niedrigen Scherrate migrieren [5].

In ihrer Arbeit [31] haben sich *Nott* und *Brady*, auf den Einfluss der Flächenanteile der Partikel  $\phi_B$  und der normalisierten Kanalbreite H/a (wobei H die Höhe des Kanals und a den Radius der Partikel darstellt) auf die Partikelverteilung unter Strömung konzentriert. Es wurden Simulationen (insgesamt 14) mit unterschiedlichen Parametern durchgeführt, wobei als Ergebnisse die Partikelkonzentrationen und die Strömungsprofile graphisch dargestellt wurden. Die Einheitszelle für die Simulation (Abb. 2.10) wurde so entworfen, dass die Partikel in zwei Gruppen geteilt sind. Zu einem gibt es die Partikel in Nähe der Wand (Wand-Partikel) die alle auf einer Ebene liegen. Es wird angenommen, dass sie sich während der Simulation nicht bewegen (v=0). Weiters gibt es die inneren Partikel, die sich unter Druckbeanspruchung frei in x und y Richtung bewegen können.



**Abb. 2.10:** Einheitszelle für die Simulation zur Ermittlung der Partikelmigration nach *Nott* und *Brady* [31].



In Abbildung 2.11 ist die Partikelverteilung einer Simulation unter konstantem Druckgradient für  $\phi_B$  =0.4 und dem Verhältnis H/a= 18.32 dargestellt.

**Abb. 2.11:** Partikelverteilung für die Simulation in Abhängigkeit der Zeitintervalle t für einen Flächenanteil der Partikel  $\phi_B = 0.4$  und ein Verhältnis H/a= 18.32 [31].

Aus den Bildern ist deutlich zu sehen, dass mit zunehmender Zeit (also mit Näherung an den stationären Zustand) sich die Partikel in Richtung des Zentrums bewegen. Die Zeit  $t_s$  die notwendig ist damit der endgültige stationäre Zustand für die Partikelmigration erreicht wird, wurde im Rahmen dieser Simulation mit der der Formel (2.11) [31] berechnet:

$$t_s = \left(\frac{H}{a}\right)^3 \frac{a}{u}$$
(2.11)

mit:

H - Kanalbreite [m]

u - mittlere Strömungsgeschwindigkeit [m/s]

a - Radius der Partikel [m]

#### Einfluss der normalisierten Kanalbreite H/a

Der Einfluss der normalisierten Kanalbreite H/a wurde durch Durchführung von Simulationen mit unterschiedlichen Werten von H/a bei konstant bleibenden Partikelflächenanteil  $\phi_B = 0.4$  bestimmt (Abb. 2.12).





Aus den Ergebnissen ist zu sehen, dass mit Vergrößerung der normalisierten Kanalbreite H/a auch die Konzentration der Partikel in Richtung des Zentrums leicht ansteigt (Abb. 2.12/ a), folglich gibt es eine deutlich zunehmende Abstumpfung der Strömungsprofile im Zentrum (Abb. 2.12/ b).

#### **Einfluss der Partikelkonzentration**

Der Einfluss des Partikelflächenanteils  $\phi_B$  wurde durch Durchführung von Simulationen mit unterschiedlichen Werten von  $\phi_B$  bei konstanter normalisierter Kanalbreite H/a bestimmt (2.13/b).



**Abb. 2.13:** Partikelkonzentration im stationären Zustand (a) und die Strömungsprofile (b) für die Simulationen mit  $\phi_B$  = 0.15, 0.30, 0.45 und H/a = 18.32. Die parabolische Linie stellt das Strömungsprofil einer newtonschen Flüssigkeit dar [31].

Die Ergebnisse zeigen, dass mit zunehmendem Partikelflächenanteil  $\phi_B$  die Partikelkonzentration im Zentrum ansteigt (Abb. 2.13/ a) und die Strömungsprofile im Zentrum abstumpfen (Abb. 2.13/ b). Sogar beim geringsten Partikelflächenanteil ( $\phi_B$  =0.15) ist eine Partikelmigration in Richtung Zentrum zu sehen. Interessant ist auch das bei  $\phi_B$ =0.15 eine Schicht in Nähe der Kanalwand ensteht wo keine Partikel mehr vorhanden sind, der sogenannte "lubrification layer" bzw. die "Gleitschicht".

Wenn man die Ergebnisse dieser Simulation mit den Ergebnissen von *Karnis et al.* [1] vergleicht, sieht man einige Unterschiede. Zu einem wurde in [1] keine Heterogenität der Partikelverteilung bzw. eine Partikelmigration in Richtung Zentrum festgestellt und zum anderen wurde für einen Partikelvolumenanteil von  $\phi = 0.14$  keine Abstumpfung der Strömungsprofile im Zentrum festgestellt. Im Gegensatz dazu sieht man in der Arbeit von *Nott* und *Brady* [31], selbst bei  $\phi = 0.10$  ( $\phi_B = 0.15$ ) eine Abweichung der Strömungsprofile vom parabolischen Strömungsprofil die nur ideale newtonsche Flüssigkeiten aufweisen. Diese Unterschiede sind auf die verschiedenen Messdurchführungen und Auswertungen zurückzuführen. Die experimentellen Messungen in [1] wurden bis zu einer Entfernung von 50 cm von der Eingangsstelle der Suspensionen gemacht, in dieser kurzen Distanz ist es eher unwahrscheinlich das ein stationärer Zustand erreicht wird und somit ist es nicht möglich eine Partikelmigration festzustellen [31].

In den 90er Jahren kammen immer mehr MRT (Magnetresonanztomographie) Systeme zum Einsatz um die Strömungsprofile bzw. Partikelverteilungen in den Suspensionen zu messen. Dieses Methode um das Verhalten der Suspensionen unter Strömung darzustellen wurde auch in der Arbeit von *Hampton et al.* [35] angewendet. Die Experimente wurden für Suspensionen mit verschiedenen Partikelvolumenanteile  $\phi$  (0.1 <  $\phi$  <0.50) und zwei verschiedenen Verhältnissen von a/R (a/R = 0.0256 und a/R = 0.0625) durchgeführt, wobei a den Radius der Partikel und R den Radius des Rohrs darstellt. Die Mesungen der Strömungsprofile und Partikelverteilung wurde an verschiedenen Stellen des 70 m langen Rohrs durchgeführt.

Die Ergebnisse der Partikelverteilung der Suspension für die Anfangsströmung (in den ersten Metern nach dem Einpumpen der Suspension) und nach dem Erreichen des stationären Zustands, wurde mit Hilfe von MRT Bildern dargestellt (Abb. 2.14).



**Abb. 2.14:** MRT Fotos der Partikelkonzentration für a/R=0.0256 (links) bzw. a/R=0.0625 (rechts), für verschiedene Partikelvolumenanteile φ [35].

Aus den Bildern ist zu sehen, dass für einen Partikelvolumenanteil von  $\phi = 0.10$  (Abb. 2.14/ b) keine sichtbare Migration der Partikel in Richtung Zentrum festzustellen ist. Das deutet darauf hin, dass bei diesen Suspensionen, der Partikelvolumenanteil zu klein ist bzw. nicht genug Kontaktflächen oder Wechselwirkungen zwischen den Partikel gibt, um eine Partikelmigration zu verursachen [35]. Ab einem Partikelvolumenanteil von  $\phi = 0.20$  migrieren die Partikel für beide Verhältnisse von a/R Richtung Zentrum, also zu den Bereichen mit niedrigeren Scherraten. Die Migration steigt mit größer werdenden Partikelvolumenanteil  $\phi$ . Dabei sieht man, dass die Spitzen bei einem kleineren Verhältnis von a/R ausgeprägter sind als bei einem größeren Verhältnis von a/R [35].

Zusammenfassend kann man sagen, dass alle genannten Experimente, Simulationen und Studien sich darüber einig sind, das bei gut gemischten newtonschen Suspension mit einem bestimmten Anteil von festen Partikeln, es unter Strömung zu einer nicht homogenen Partikelverteilung kommt. Während sich die meisten Arbeiten bei dem Einfluss der Partikelvolumenanteile auf die Strömungsprofile einig sind, gibt es einige quantitative Unterschiede was die Partikelmigration angeht. Jedoch muss man sagen, dass die Abstumpfung der Profile im Zentrum mit einer höheren Viskosität in diesem Bereich verbunden ist, die aufgrund der höheren Konzentration der Partikel (durch Partikelmigration) entsteht [26]. Es ist jedoch festzuhalten, dass ab einem bestimmten Anteil von Partikeln in der Suspension es zur Partikelmigration von Bereichen mit hoher Scherrate zu Bereichen mit einer niedrigeren Scherrate kommt. Generell kann man sagen, dass ab einem Partikelvolumenanteil von  $\phi = 0.20$  unter Voraussetzung eines stationären Zustands, eine Partikelmigration zu sehen ist. Diese Erkenntnisse sollen als Grundlage für die kommenden Experimente mit Zementmischungen im Rahmen dieser Arbeit dienen.

# 2.3 Zementsuspensionen

### 2.3.1 Strömungsverhalten von nicht-newtonschen Suspensionen

Im Gegensatz zu den newtonschen Suspensionen, gibt es bei Zementspensionen eine viel komplexere physikalische Problemstellung was die Pumpfähigkeit betrifft. Das ist auch ein Grund warum die Wissenschaft was die Pumpfähigkeit dieser Mischungen angeht, nicht so weit vortgeschritten ist wie die Wissenschaft bei newtonschen Suspensionen. Die Pumpfähigkeit von Zementsuspensionen bzw. Frischbeton hängt im großen Maße von den betontechnologischeneigenschaften (Zusammensetzung, Rheologie, Aushärtzeit etc.) der Mischung ab. Neben diesen Eigenschaften sind aber auch die Randbedingungen (Standort, Pumpentyp, Länge der Transportrohre, Material der Rohre etc.) nicht zu vernachlässigen.

Um eine genaue Bestimmung der Pumpbarkeit von Frischbeton zu treffen, bedarf es einer genauen Analyse der Betonzusammensetzung und der Eigenschaften der Pumpe inklusive Rohre. In Abhängigkeit des Fließverhaltens der Suspensionen, können zwei verschiedene Strömungsprofile auftreten: parabolisches Strömungsprofil wie bei den newtonschen Flüssigkeiten oder ein "plug/slip" Strömungsprofil [40]. Parabolische Strömungsprofile beschreiben das Strömungsverhalten von newtonschen Flüssigkeiten bei laminarer Strömung, die im Abschnitt 2.2 dargestellt sind. Bei Zementsuspension (Bingham-artiges Verhalten) kann jedoch die Strömung auch durch das "plug/slip" Modell beschrieben werden. Dieses Modell nimmt an dass sich zwischen der Rohrwand und dem Frischbeton eine Gleitschicht enwickelt und im Zentrum eine Art Propfen formt, der im weiteren Verlauf als "plug" bezeichnet wird [40]. Dieser "plug" ensteht aufgrund der Fließgrenze die Bingham-artige Suspensionen aufweisen und kann zusätzlich durch eine eventuelle Partikelmigration beeinflusst werden. Dadurch, dass sich lt. diesem Modell im Bereich des "plug" die Partikel mit gleicher Geschwindigkeit bewegen, gibt es eine Abstumpfung der Strömungsprofile (Abb. 2.15).



**Abb. 2.15:** Verteilung der Schubspannungen τ und Geschwindigkeitsprofil für Bingham-artige Suspensionen, beim Pumpen durch Rohre.

Die Strömungsgeschwindigkeit durch das Rohr kann in diesem Fall durch die **Buckingham-Reiner Gleichung** berechnet werden:

$$\nu = \frac{\pi r^2}{8 \mu} \cdot \frac{\mathrm{d}p}{\mathrm{d}x} \left[ 1 - 4 \left( \frac{\mathrm{R}_0}{\mathrm{3}r} \right) + \left( \frac{\mathrm{R}_0}{\mathrm{3}r} \right)^4 \right]$$
(2.12)

mit:

v - Strömungsgeschwindigkeit [m/s]

R<sub>0</sub> - Radius des "plug" [m]

r - Rohrradius [m]

- μ Viskosität [Pa·s]
- dp/dx Druckgefälle [Pa/m],

Unter Berücksichtigung der Fließgrenze  $\tau_0$ , ergibt sich der Radius des "plug"  $R_0$  aus:

$$R_0 = 2\tau_0 \frac{dp}{dx}$$
(2.13)

Das ist ein wichtiges Modell um das Pumpverhalten von nicht-newtonschen Substanzen zu verstehen. Es wurde jedoch festgestellt, dass die Werte der Strömung v fast immer niedriger sind als die gemessenen Werte [40]. Später wurden auch andere Studien durchgeführt in denen die rheologischen Eigenschaften der Suspensionen durch Messungen mit Viskosimetern bestimmt und dadurch entsprechende Modelle entwickelt wurden, jedoch konnte keines die Pumpfähigkeit eindeutig vorhersagen. Deshalb sind direkte Beobachtung der Strömungsprofile während des Pumpvorgangs erforderlich, so kann eindeutig das Auftreten einer "Gleitschicht" sowie die Entstehung des "plug" im Zentrum des Rohrs festgestellt werden [40].

Eine Methode um die Strömungsprofile von Betonmischungen darzustellen ist durch Nutzung von farbigem Beton. Diese Methode wurde im Experiment von Jacobsen et al. [40] benutzt. Die farbige Betonmischung (durch Pigmente) wurde durch Rohre geleitet in denen zuvor eine normale Betonmischung (ohne Pigment) durchgefloßen ist. Es wurden drei unterschiedliche Rohre benutzt (Plexiglasrohr, PVC-Rohr und Stahlrohr) mit einem Durchmesser von 45 mm. Die Obsevationsrohre mit einer Länge von 1.75, standen in einem Winkel 45° zu horizontalen und waren mit einem vertikalen Rohr verbunden in denen die Betonmischungen nur durch Einwirkung der Schwerkraft vertikal eingeführt wurden. Zunächst wurden 6 kg des normalen Betons durch die Rohre geführt, nach dem die Observationsrohre zur Hälfte gefüllt waren, wurden die vertikalen Rohre geleert und der farbige Beton (11 kg damit ein höhere Volumenstrom erzeugt wird) wurde durch die Rohre geleitet. Der Beton wurde für 4 Tage in den Observationsrohren zum Aushärten belassen, bevor die Rohre in Längsrichtung aufgeschnitten wurden und die Strömungsprofile anhand des Übergangs des farbigen Betons im normalen Beton dargestellt wurden (Abb. 2.16) [40].



**Abb. 2.16:** Ermittlung der Strömungsprofile anhand des Übergangs vom farbigen Beton in den nicht-farbigen Beton: durch das PVC Rohr (oben) und durch das Plexiglasrohr (unten) [40].

Bei diesem Experiment wurden je nach Rohrmaterial unterschiedliche Strömungsprofile beobachtet. Die PVC Rohre zeigten dabei längere und ausgeprägtere Strömungsprofile (Abb. 2.16/ oben) im Gegensatz zu den Plexiglasrohren, die angestumpfte und kürzere Strömungsprofile (Abb. 2.16/ unten) zeigten [40]. Der Zusammenhang dieser Strömungsprofile zu den auftretenden Gleitschichten wird später dargestellt.

Der große Einfluss des Rohrmaterials (Rauigkeit) auf die Strömungsprofile in diesem Experiment kann aufgrund des niedrigen Drucks (bei ca. 8.5 Pa) und der relativ kurzen Beobachtungslänge (1.75 m) auftreten [40]. Ob dieser Einfluss auch bei Hochleistungspumpen in dieser Größe vorhanden ist, wo andere Phänomene wie Segregation und scher-induzierte Partikelmigration maßgebend sind, wurde in dieser Arbeit nicht behandelt.

# 2.3.2 Einfluss der Fließgrenze bei Zementsuspensionen

Ein grundlegender Unterschied zwischen Zementsuspensionen (nicht-newtonschen Suspensionen) und newtonschen Suspsensionen ist das Zementsuspensionen eine bestimmte Fließgrenze  $\tau_0$  haben. Das bedeutet, dass diese Suspensionen erst nach Überschreitung dieser Grenzspannung zu fließen beginnen. Aufgrund dieser Eigenschaft werden Zementsuspensionen in der Regel mit Hilfe des Bingham- oder Herschel-Bulkley Modells berschrieben.

Die Mischungen die zum Pumpen benutzt werden, müssen eine hohe Fließfähigkeit aufweisen, das bedeutet sie haben eine sehr niedrige Fließgrenze. Diese niedrige Fließgrenze soll dazu dienen, dass es zu keinen Blockierungen während des Pumpvorgangs kommt und ermöglicht dazu noch eine saubere Füllung der Schalung. Die wichtigsten Faktoren die diese Fließgrenze beeinflussen sind der W/Z-Wert, die Betonzusatzmittel und der Sandpartikelvolumenanteil.

Eine Fließgrenze ergibt sich aus einer Strukturierung der Materie, bei der sich aufgrund der Wechselwirkung zwischen den Partikeln (z.B. durch van der Waals-Kräfte) ein Netzwerk formt, das eine bestimmte Last aufnehmen kann. Durch Verwendung eines hohen W/Z-Wertes kann man dafür sorgen, dass die Partikel so weit auseinander sind, dass diese interpartikulären Kräfte vernachlässigbar sind [27]. In diesem Fall kan man damit rechnen, dass sich die Suspension wie eine newtonsche Flüssigkeit verhält, dabei beläuft sich dieser Wert lt. Angaben von verschiedenen Autoren zwischen W/Z = 0.6 - 1.2 [27]. Da heutzutage in der Regel Mischungen mit einem niedrigen W/Z-Wert zum Einsatz kommen, werden Hochleistungsverflüssiger verwendet um diese Kräfte zwischen den Partikeln in einem bestimmten Maß zu halten und um die Mischung verarbeitbar zu machen (z.B. bei SVB, UHPC, etc.).

Generell ist es bekannt, dass die Fließgrenze mit höher werdendem Sandpartikelvolumenanteil kontinuierlich ansteigt. Der maximal kritische Sandpartikelvolumenanteil  $\Phi_{krit}$  bei dem die Suspension immer noch fließfähig ist, hängt von verschiedenen Faktoren ab wie z.B. Eigenschaften des Zements, Nutzung von Betonzusatzmitteln, Nutzung von Betonzusatzstoffen, etc. [27].

Die Bestimmung der Fließgrenze von Frischbeton ist wesentlich, um eine Vorhersage der Pumpbarkeit zu treffen. Es gibt verschiedene Methoden um die Fließgrenze zu bestimmen. Eine Möglichkeit ist die Messung mit einem Rheometer, indem man die Schubspannung als Funktion der Scherrate ermittelt (Fließkurve) und diese Ergebnisse durch ein passendes Modell darstellt (z. B. Bingham Modell oder Herschel-Bulkley Modell). In der Praxis dagegen wird die Fließgrenze anhand von Ausbreitversuchen bestimmt, indem man mit Hilfe des Fließmaßes die Fließgrenze ableitet. Je nach Geoemetrie der Probekörper gibt es mittlerweile sehr gute Übereinstimmungen zwischen den Ergebnissen von Ausbreitversuchen und den Ergebnissen von Messungen durch Rheometer [28].

## 2.3.3 Partikelmigration bei Zementsuspensionen

Wie schon früher erwähnt, unterscheidet man bei Frischbeton zwischen statischer Segregation (Partikelmigration nach dem Einbringen des Betons, im Ruhezustand) und dynamischer Segregation (strömungs-induzierte Partikelmigration) [19].

Die statische Segregation oder Partikelmigration ist ein Phänomen, das nach dem Einbringen vom Frischbeton bzw. Zementmischung in die Bauteile, also im Ruhezustand auftritt. Die Partikelmigration ensteht in diesem Fall aufgrund der unterschiedlichen Rohdichten der einzelnen Komponenten der Zementmsichung, im Ruhezustand kommt es dann durch die Schwerkraft zur einer Partikelsedimentation der schwereren Partikel in Richtung Boden. Mit dieser Art von Partikelmigration haben sich viele Arbeiten und Studien befasst und man kann festhalten, dass diese Art von Migration im großen Maße von der Fließgrenze und Thixotropie der Zementmischung abhängt [19].

Im Gegensatz zur statischen Segregation gibt es bei der dynamischen Segregation viel weniger Arbeiten, die sich mit der Partikelmigration während des Pumpens von Frischbeton beschäftigt haben. Diese strömungs-induzierte Partikelmigration sorgt dafür, dass es zu einer Umverteilung der einzelnen Komponenten der Betonmischung im Rohr kommt. In der Arbeit von *Spangenberg et al.* [19] wurden drei Hauptformen der strömungs-induzierten Partikelmigration identifiziert:

- scher-induzierte Partikelmigration
- schwerkraft-induzierte Partikelmigration
- granulare Blockierung.

Während des Pumpens von Frischbeton ist die scher-induzierte Partikelmigration maßgebend, dagegen ist die schwerkraft-induzierte Partikelmigration maßgebend nach dem Einbringen des Frischbetons, also im Ruhezustand [19]. Die granulare Blockierung ist ein möglicher Grund für Partikelmigration der generell vernachlässigt werden kann, vorausgesetzt wird hier natürlich eine gute Mischung des Frischbetons so wie gute Planung der zu betonierenden Bauteile (z.B. Distanz zwischen den Bewehrungsstäben) [19].

Da sich diese Arbeit mit dem Auftreten von Heterogenitäten während des Pumpens befasst, wird hier genauer auf die scher-induzierte Partikelmigration eingegangen. Der Grund warum es zu dieser scher-induzierten Partikelmigration kommt, ist das Auftreten von unterschiedlichen Scherbereichen im Rohr während des Pumpvorgangs. In diesem Fall kommt es aufgrund des Zusammenstoßes zwischen den Partikeln zur Migration von Bereichen mit einer hohen Scherrate in Richtung von Bereichen mit einer niedrigen Scherrate [19]. Im Falle eines Pumpvorgangs durch Rohre, migrieren also die Partikel von außen (hohe Schergeschwindigkeit im Bereich zwischen der Rohrwand und der Zementmischung) nach innen (ins Zentrum des Rohrs mit niedrigen Schergeschwindigkeiten). Dieser Effekt hat zufolge, dass es in den Bereichen wo die Partikel migrieren, also im Zentrum einen Anstieg der Viskosität gibt. Diese Migration hört an einem Punkt auf, und zwar dann, wenn aufgrund der steigenden Viskosität es in diesem Bereichen zum sogenannten "random loose packing" kommt, das beudeutet, dass es zu einem Stopp der Partikelmigration aufgrund des maximal möglichen Partikelvolumenanteils in diesem Bereich kommt [19].

Eine analytische Beziehung, wann dieser Punkt erreicht wird, ist durch die Gleichung von *Spangenberg* [19] gegeben:

$$\Delta \Phi^{s} = \Phi_{0} \left( 1 - \frac{\Phi_{0}}{0.8 \, \Phi_{m}} \right) \tag{2.14}$$

mit:

 $\Delta \Phi^s$ -scher-induzierte Partikelmigration [/]  $\Phi_m$  - maximal möglicher Partikelvolumenanteil [/]  $\Phi_0$  - Partikelvolumenanteil der Mischung [/]

Das beudeutet, dass bevor dieser Wert (oder spätestens wenn dieser Wert) erreicht wird es zu einem Stopp der scher-induzierten Partikelmigration kommt. Diese Formel nimmt dabei als Basis den von *Yammine* [20] gegebenen Wert für die Abschätzung des "random loose packing" und zwar 0.8  $\Phi_m$ .

Eine wichtige Kenngröße ist auch die charakteristische Zeit in der es eine scherinduzierte Partikelmigration gibt. Das ist jene Zeit, die vergeht bis es zu einem stationären Zustand kommt, es also aufrgrund der maximalen Partikelvolumenanteile, keine Migration der einzelnen Partikel mehr gibt. Diese charakteristische Zeit  $T_c^s$  wird in [19] mit folgender Formel angegeben:

$$T_c^s = \frac{H^2}{10 a^2 \phi^2 \dot{\gamma}}$$
(2.15)
mit:

- H Dicke der Strömung/ Durchmesser des Rohrs [m]
- a Durchmesser der Partikel [m]
- Φ- Partikelvolumenanteil [/]
- $\dot{\gamma}$  Scherrate [s<sup>-1</sup>]

Damit ist jene Zeit bestimmt in der die scher-induzierte Partikelmigration ihr volles Ausmaß erreicht und sich nicht mehr verändert.

Durch diese zwei Beziehungen (2.14 und 2.15) sind zwei wichtige Kenngrößen der scher-induzierten Partikelmigration bei Zementsuspenionen gegeben, die das Verhalten von Zementsuspensionen während des Pumpens gut vorhersagen lassen. Diese Formeln wurden auch mit den Ergebnisse von Experimenten und Simulationen verglichen, wobei es eine gute Übereinstimmung gibt [19].

### 2.3.4 Formung der Gleitschicht während dem Pumpvorgang

Während des Pumpens von Frischbeton durch Rohre formt sich aufgrund der höheren Scherbeanspruchung an der Kontaktfläche zur Rohrwand, eine flüssigere Schicht die in der Literatur als "lubrification layer" bzw. "Gleitschicht" bezeichnet wird [21]. Im inneren des Rohrs ist dagegen die Scherbeanspruchung am niedrigsten (wobei es eine Ansammlung der Materials gibt) und es ensteht eine Art Kern der in der Literatur als "Bulk" bezeichnet wird [21]. Das Pumpen der Mischung durch die Rohre wird in diesem Fall durch die Formung der Gleitschicht an der Rohrwand ermöglicht [41].



**Abb. 2.17:** Skizze der Schichten die während des Pumpens von Betonmischungen durch Rohre auftreten [21].

Das Auftreten dieser Gleitschicht wurde als erstes von *Aleeksev* [42] und *Weber* [37] vermutet ohne es nachweisen zu können. Später hat *Morinaga* [41] festgestellt dass das Pumpen von Frischbeton ohne Entstehung dieser Gleitschicht gar nicht möglich ist.

Die Entstehung dieser Gleitschicht wurde unter anderen im Experiment von Jacobsen et al. [40] untersucht und nachgewiesen. Der Versuchsaufbau zu diesen Experiment wurde bereits im Abschnitt 2.3.1 dargestellt. Durch Rohre aus unterschiedlichen Materialien und mit unterschiedlichen Durchmessern wurde zunächst normaler Beton (ohne Pigment) geleitet (nur unter Einwirkung der Schwerkraft). Dannach wurden verschiedene farbige Betone (mit Pigment) durch die gleichen Rohre mit einem höheren Druck durchgeführt um die Strömungsprofile und eventuell auftretende Gleitschicht anhand des Übergangs der farbigen Betonmischung in den Normalbeton, zu erkennen. Der Beton wurde für vier Tage in den Rohren belassen, bevor die Rohre in Längsrichtung aufgeschnitten wurden. Die Auswertung bezüglich der Gleitschicht erfolgte dabei indem man den Beton aus den Rohren genommen hat und die Länge der farbigen Schicht (dunkle Schicht) an den Rohrwänden gemessen hat (Abb. 2.18/ unten).



**Abb. 2.18:** Strömungsprofile anhand des Übergangs vom farbigen Beton in den nichtfarbigen Beton (oben) und Rohrwandoberfläche nach dem Ausschalen (unten) [40].

Die Länge der Gleitschicht wurde so bestimmt, dass die Distanz zwischen dem Anfang (Abb. 2.18/ linke Seite) und jenen Punkt wo es einen Übergang zwischen farbigen und grauen Beton gibt, gemessen wurde. Da in den Fotos keine genaue Grenze zu sehen war, wurden die Werte bis zur Mitte des Übergangs zwischen farbig und nicht-farbig, gemessen. Mit diesem relativ einfachen Experiment wurde das Auftreten einer Gleitschicht in der Nähe der Rohrwände eindeutig nachgewiesen, auch wenn keine quantitativen Werte bezüglich der Dicke dieser Schicht ermittelt wurden.

Eine quantitativ genauere Analyse der Eigenschaften dieser auftretenden Gleitschicht wurde in der Arbeit von Choi et al. [21] durchgeführt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Pumpverhalten von unterschiedlichen Betonmischungen untersucht. Bei allen Mischungen handelt es sich um Betone mit einer sehr niedrigen Fließgrenze d.h. sehr flüssigen Mischungen (Ausbreitmaß = 620 ± 20 mm). Diese Mischungen wurden durch ein 170 m langes Rohr (mit acht 180° und drei 90° Biegungen) mit einem Durchmesser von D = 125mm gepumpt. Das Pumpen erfolgte durch eine Hochdruck Kolbenpumpe, mit der drei verschiedene Volumenströme für jede Mischung erzeugt wurden. Entlang des Rohrs wurden 11 Manometer angesetzt um den enstandenen Druck zu messen. Die Strömungs- und Geschwindigkeitsprofile der Betonmischung wurde mit Hilfe von Ultraschallwellen durch ein Ultraschallim Rohr Geschwindigkeitssmesssystem (Ultrasonic Velocity Profiler) gemessen. Anhand dieses Systems ist es möglich die Dicke der Gleitschicht zu bestimmen. Die Ergebnisse einer Mischung bei drei unterschiedlichen Volumenströmen (50m<sup>3</sup>/h; 40m<sup>3</sup>/h und  $30m^3/h$ ) sind in Abbildung 2.19 dargestellt.



**Abb. 2.19:** Ergebnisse der UVP Messung bezüglich der Dicke der Gleitschicht in Abhängigkeit des Volumenstroms [21].

Aus dem Diagramm ist am Beginn ein starker Anstieg der Geschwindigkeit zu sehen, was auf das Auftreten einer Gleitschicht zurückzuführen ist [21]. Dieser Bereich zeichnet sich folglich durch eine höhere Scherrate  $\dot{\gamma}$  im Gegensatz zum restlichen Verlauf aus. Interessant ist zu sehen, dass die Dicke der Gleitschicht unabhängig vom Volumenstrom gleich zu sein scheint [21]. Für alle drei Volumenströme bewegt sich die Dicke der Gleitschicht bei ca. 2mm. Aus dem Diagramm ist neben der Gleitschicht auch der innere Bereich ("bulk") klar und deutlich zu sehen (Bereich mit niedriger Scherrate  $\dot{\gamma}$ ). Im Gegensatz dazu ist aber kein "plug" erkennbar ( $\dot{\gamma} = 0$ ). Zu erwähnen ist jedoch, dass nur die ersten 15 mm des Rohres (D = 125 mm) von der Einpumpstelle mit UVP gemessen wurde, wo ein Auftreten des "plug" eher unwahrscheinlich ist [21]. Was die rheologischen Eigenschaften dieser Gleitschicht angeht, wurde angenommen, dass sie ähnlich mit den Eigenschaften des restlichen Materials im inneren ist. In den Mischungen die für die Experimente verwendet wurden, wurde neben dem Sand auch eine gröbere Gesteinskörnung benutzt (Kies). Die Korngröße der Sandpartikel ist im Vergleich zur Korngröße von Kies, im Durchschnitt eine Größenordnung kleiner. Aus der Formel (2.15) ergibt sich daher das aufgrund der Korngröße die Sandpartikel ca. 100 mal langsamer migrieren als der Kies [21]. Das bedeutet, wenn die Sandpartikel zum Bereich mit einer niedrigeren Scherrate migrieren wollen (Richtung Zentrum), kommen sie nicht durch, weil diese Bereiche durch das schnellere migrieren der Kiessteine schon den maximalen Partikelvolumenanteil erreicht haben [21]. Diese Annahme wurde durch Messungen mit zwei verschiedenen Rheometern überprüft. Zu einem wurde eine Mörtelprobe ohne Kiesanteil aus dem Frischebton herausgefiltert (soll die Gleitschicht darstellen) und mit mit einem Brookfield DV-II Viskosimeter gemessen. Parallel dazu wurde der Frischbeton (die komplete Mischung mit allen Komponenten) mit einem ConTec Viskosimeter (koaxialer Zylinder Viskosimeter) gemessen. Die Ergebnisse bestätigten die Annahme, dass sich die beiden Proben gleich Verhalten, mit dem Unterschied, dass die Werte bezüglich der Fließgrenze und der Viskosität für die Gleitschicht niedriger sind als die Werte für die innere Schicht [21].

# 3 Materialien

## **3.1 Allgemeine Beschreibung**

Für die Experimente und den dazugehörigen rheologischen Messungen wurde nach einer Mischung mit einer sehr guten Fließfähigkeit gesucht, die ein problemloses Pumpen beim Messvorgang ermöglicht. Diese gute Fließfähigkeit wurde durch einen niedrigen W/Z-Wert und der Nutzung von Betonzusatzmitteln erreicht. Diese zwei Komponenten sorgen dafür, dass neben der Fließfähigkeit auch eine gut verarbeitbare Mischung mit einer niedrigen Fließgrenze erreicht wird. Für die Mischung wurde ein Portlandzement CEM I 42.5 R (C<sub>3</sub>A-frei) mit einer Rohdichte von 3100 kg/m<sup>3</sup> benutzt. Der verwendete Sand ist ein Quarzsand mit einer Rohdichte von 2650 kg/m<sup>3</sup> und zwei unterschiedlichen Korngrößen, einmal von 0.50 mm bis 1.00 mm und einmal von 1.00 mm bis 1.60 mm. Als Fließmittel wurde das Master Glenium ACE 30 mit einer Dichte von 1.06 g/cm<sup>3</sup> der Firma BASF Performance Products GmbH verwendet. Um die Verarbeitbarkeit der Zementmsichung zu verlängern wurde zusätzlich der Verzögerer Sika-Tard 930 mit einer Dichte von 1.10 g/cm<sup>3</sup> der Firma Sika Österreich GmbH verwendet.

Für die Hauptversuche wurden für die Zementmischungen rote Glaskugeln verwendet, diese sind aufgrund des höheren Kontrastes zwischen Zement und Glaskugeln und somit wegen der genaueren Auswertung der Glaskugelkonzentration zum Einsatz gekommen. Die Glaskugeln haben eine Rohdichte von 2700 kg/m<sup>3</sup>, einen angegebenen Durchmesser von 1.00 mm bis 1.25 mm und weisen eine sphärische Form auf.

Die einzelnen Komponenten der Zementmischung wurden vor der Nutzung untersucht. Für den Portlandzement, Quarzsand und die Glaskugeln folgte eine Partikelgrößenanalyse die in diesem Kapitel dargestellt wird. Dagegen werden für die Betonzusatzmittel (Fließmittel und Verzögerer) die wichtigsten Produktdaten die für die Nutzung relevant sind dargestellt.

### 3.2 Partikelgrößenanalyse

Der Portlandzement, Quarzsand und die Glaskugeln werden vor den Versuchen einer Partikelgrößenanalyse bzw. Partikelgrößenbestimmung unterzogen. Die Messung wurde mit dem Mastersizer 3000 der Firma "Malvern Instruments", durchgeführt. Die Partikelgrößenbestimmung erfolgt dabei durch ein Laserbeugungsprinzip. Je nach Größe streuen die Partikel Licht im kleinen (große Partikel) oder großen (kleine Partikel) Winkel (Abb. 3.1). Während der Laserbeugungsmessung durchdringt ein Lasterstrahl eine bestimmte disperse Partikelprobe und misst dabei die winkelabhängige Streulichtintensität [16]. Aus den Streulichtdaten werden anschließend durch Anwendung der Mie-Theorie oder Frauenhofernäherung die Parikelgrößen bestimmt, und zwar so, dass dabei die Durchmesser der Kugeläquivalente ausgegeben werden [16].



**Abb. 3.1:** Schematische Darstellung der Laserbeugungsmessung der Partikel mit dem Mastersizer 3000 [16].

Der Mastersizer 3000 erlaubt eine Partikelgrößenbestimmung im Messbereich von 10 nm bis 3.5 mm. Dieser weite Partikelmessbereich wird durch eine Messkombination von zwei eingebauten Laserlichtquellen ermöglicht. Der Hauptdetektor (rote Lichtquelle) ermöglicht aufgrund seines kleinen Beugungswinkels die Messung von großen Partikeln, dagegen werden die sehr feinen Partikel mit Hilfe einer Rückstreu-Optik und einer blauen Lichtquelle (Blaulicht-Diode) gemessen [16].

#### 3.2.1 Partikelgrößenanalyse Zement

Für die Betonmischung wird ein Portland Zement CEM I 42.5R (Karawanken Zement,  $C_3A$ -frei) mit einer Rohdichte von 3100 kg/m<sup>3</sup> verwendet. Um möglichst genaue Ergebnisse der Partikelgrößenverteilung zu bekommen, wurde die Messung wie folgt durchgeführt:

- Behälter vom Mastersizer mit destillierten Wasser befüllt
- externe Dispergierung der Zementprobe (mit Ultraschall) für 5 min.
- Zugabe der Zementprobe im Behälter.

Für eine Probe werden 5 Messungen durchgeführt von denen der Mittelwert dargestellt wird. Die Ergebnisse sind in Form einer Verteilungsfunktion bzw. Durchgangskurve dargestellt (Abb. 3.2). Die Zementpartikel haben einen volumenbezogenen Anteil Dv(10), Dv(50) und Dv(90) von 3.25  $\mu$ m, 14.2  $\mu$ m und 37.6  $\mu$ m.



**Abb. 3.2:** Verteilungsfunktion (oben) und Durchgangskurve (unten) des Zements, gemessen mit dem Mastersizer 3000.

#### 3.2.2 Partikelgrößenanalyse Sand

Für die Betonmischung wird ein Quarzsand mit einer Rohdichte von 2650 kg/m<sup>3</sup> und zwei unterschiedlichen Korngrößen verwendet. Es wurde ein feiner Sand mit einer angegeben Korngröße von 0.5 mm bis 1.00 mm und ein grober Quarzsand mit einer angegebenen Korngröße von 1.00 mm bis 1.60 mm analysiert. Die Partikelanalyse des Sandes erfolgt hinsichtlich des Messvorgangs so wie bei der Zementprobe, mit dem Unterschied, dass beim groben Quarzsand aufgrund der größeren und schwereren Partikel, keine externe Dispergierung mit Ultraschall durchgeführt wurde. In diesem

Fall wurde die Sandprobe direkt in den Behälter gegeben und gemessen. Auch hier wurden 5 Messungen durchgeführt von denen der Mittelwert ermittelt wurde. Die Ergebnisse werden im weiteren Verlauf in Form einer Verteilungsfunktion bzw. Durchgangskurve dargestellt.



#### Feiner Quarzsand

**Abb. 3.3:** Verteilungsfunktion (oben) und Durchgangskurve (unten) vom feinen Sand, gemessen mit dem Mastersizer 3000.

Aus der Durchgangskurve für den feinen Sand ergibt sich ein volumenbezogener Anteil der Körner Dv(10), Dv(50) und Dv(90) von 248  $\mu$ m, 377  $\mu$ m und 567  $\mu$ m.

#### **Grober Quarzsand**



**Abb. 3.4:** Verteilungsfunktion (oben) und Durchgangskurve (unten) vom groben Sand, gemessen mit dem Mastersizer 3000.

Für den groben Sand ergibt sich ein volumenbezogener Anteil der Körner Dv(10), Dv(50) und Dv(90) von 1050  $\mu$ m, 1630  $\mu$ m und 2520  $\mu$ m.

Vergleicht man die Ergebnisse der Partikelgrößenanalyse des Quarzsandes mit den Angaben des Herstellers, so sieht man, dass es bei beiden Korngrößen Unterschiede zu den angegebenen Werten des Herstellers gibt. Beim feinen Sand werden die angegebenen Werte leicht unterschritten, dagegen werden beim groben Sand die Werte überschritten.

### 3.2.3 Partikelgrößenanalyse Glaskugeln

Aus den Vorversuchen ergab sich, dass bei Nutzung des Quarzsandes, es einen zu geringen Kontrast zwischen den Sandkörnern und Zement gibt, zufolge dessen eine genaue Auswertung der Partikelkonzentration schwierig ist. Aus diesem Grund wurden rote Glaskugeln ( $\rho = 2700 \text{ kg/m}^3$ ) mit einer sphärischen Form und einen angegebenen Durchmesser von 1.00 mm bis 1.25 mm, benutzt. Aufgrund der Größe der Glaskugeln erfolgt der Messvorgang mit dem Mastersizer 3000, genau wie beim groben Quarzsand.

Um zu sehen ob eine korrekte Dispersion der Glaskugeln vor der Messung mit dem Mastersizer vorhanden ist, wurde zusätzlich eine Bilderanalyse der Glaskugeln mit der Software "ImageJ" durchgeführt. Dazu wurden Bilder der Glaskugeln mit einem Mikrsoskop gemacht die entsprechend skaliert wurden. Die Bearbeitung dieser Bilder erfolgte so, dass als Ausgangsdaten Kenngrößen wie Durchmesser, Umfang, Rundheit, etc., der einzelnen Glaskugeln ermittelt werden. In Abbildung 3.6 ist eine examplarische Darstellung eines Fotos vor- und nach der Bearbeitung mit ImageJ dargestellt.



**Abb. 3.5:** Bild der Glaskugeln durch das Mikroskop (links) und nach Bearbeitung mit ImageJ (rechts).

Anhand dieser Bilder wurde eine Analyse der Glaskugelgröße durchgeführt um zu überprüfen, ob die minimalen und Maximalen Werte, mit den Ergebnissen der Messung durch den Mastersizer 3000 übereinstimmen. Die Auswertung der ermittelten Daten erfolgt wiederum in Form einer Verteilungsfunktion bzw. Durchgangskurve (Abb. 3.7).

Durch die Messung mit dem Mastersizer ergibt sich ein volumenbezogener Anteil der Glaskugeln Dv(10), Dv(50) und Dv(90) von 997 µm, 1150 µm und 1330 µm.



Abb. 3.6: Verteilungsfunktion (oben) und Durchgangskurve (unten) von den Glaskugeln, gemessen mit dem Mastersizer 3000 (rote Linie) und nach Bearbeitung der Bilder mit ImageJ (blaue Linie).

Aus Abbildung 3.7 ist zu sehen, dass die Ergebnisse der Partikelgrößenverteilung der Glaskugeln anhand der Bilderbearbeitung mit ImageJ sehr gut mit den Ergebnissen der Messung durch den Mastersizer übereinstimmen. Somit ist eine korrekte Dispersion der Glaskugeln während der Messung mit dem Mastersizer gegeben. Durch diese Kontrolle wurde auch eine mögliche Sedimentation der Glaskugeln während der Laserbeugungsmessung mit dem Mastersizer ausgeschloßen.

### 3.2.4 Partikelgrößenverteilung aller untersuchten Materialien

Die volumenbezogenen Anteile der Partikel (10%, 50%, 90%) für die oben dargestellten Durchgangskurven, sind für alle untersuchten Materialien in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

	Dv(10) [μm]	Dv(50) [μm]	Dv(90) [μm]
Zement	3.25	14.2	37.6
feiner Sand	248	377	567
grober Sand	1050	1630	2520
Glaskugeln	997	1150	1330

**Tabelle 3.1:** Partikelgrößenverteilung der untersuchten Materialien.

### **3.3 Betonzusatzmittel**

Für die Betonzusatzmittel werden im weiteren Verlauf die wichtigsten Produktdaten und Eigenschaften dargestellt. Um die gewünschte fließfähige und pumpbare Konsistenz des Frischbetons zu erreichen, wurde das Fließmittel "Master Glenium ACE 430" der Firma BASF Performance Products GmbH benutzt.

Damit nach den Pumpversuchen noch rheologische Messungen mit den gleichen Mischungen durchgeführt werden können, wurde zusätzlich noch der Verzögerer "Sika Tard 930" der Firma Sika Österreich GmbH verwendet. Durch die Nutzung von 0.4% (bezogen auf die Zementmasse) dieses Verzögerers, wird der Bindervorgang lt. Hersteller um bis zu 8 Stunden verzögert.

	SikaTard 930	Master Glenium ACE 430
chemische Basis	Lösung von Polycarbonsäuresalzen	polycarboxylat - chloridfrei
Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	1.1	1.06
pH Wert	3	5.5

**Tabelle 3.2:** Eigenschaften der benutzten Betonzusatzmittel

# 4 Rheologische Messungen

### 4.1 Funktionsweise des Rotationsrheometers

Für die rheologischen Messungen wird das Rotationsrheometer "Viskomat NT" der Firma Schleibinger Geräte Teubert und Greim GmbH benutzt. Dieser Rotationsrheometer ist nach dem Couette Typ aufgebaut, im Prinzip wird wie bei jedem Rotationsrheometer der Widerstand mit der die Substanz der Rotationsbewegung entgegenwirkt messtechnisch erfasst. Der Viskomat NT besteht aus einem Messtopf in dem sich die zu untersuchende Substanz befindet und einer fixierten Messzelle in der Mitte, um die sich der Probebehälter dreht. In Abhängigkeit der eingestellten Umdrehungsgeschwindigkeit wird das dazugehörige auftretende Drehmoment durch einen Drehmomentaufnehmer erfasst. Mit Hilfe von Umrechnungsfaktoren (die sich aus der Kalibrierung des Rheometers ergeben) wird von der Umdrehungsgeschwindigkeit bzw. des Drehmomentes, auf die Scherrate bzw. Schubspannung umgerechnet. Für die rheologischen Messungen wurde als Messzelle die Korbzelle gewählt. Mit dieser Messzelle ist es möglich Suspensionen mit einer maximalen Partikelgröße von bis zu 2 mm zu messen. Die Korbzelle besteht aus einem Ringspaltgefäß mit Überlauftasse und einem Sensor in Form eines Gerüstes bzw. Gitters. Der Sensor dringt vor Beginn der Messung in die Suspension ein, wobei die verdrängte Suspension in die Überlauftasse übergeht. Die Geometrie der Korbzelle soll es ermöglichen, dass der Adhäsionsverbund zwischen Suspension und Wand durch einen Kohäsionsverbund innerhalb der Suspension ersetzt werden kann, wodurch ein Wandgleiten (besonders kritisch bei Zementsuspensionen) der Suspension vermieden werden soll [36]. Diese "Fluid-in-Fluid" Scherung wird durch das filigrane Gitter (Sensor) das während der Messung in die Suspension eintaucht, aufgebaut [36]. Der Aufbau der Korbzelle ist in Abbildung 4.1 dargestellt.



**Abb. 4.1:** Doppelringspalt-Messzelle im Viskomat NT (links) [17] und Querschnitt durch die Ringräume der Messzelle (rechts) [36].

Durch die Geometrie der Korbzelle (die definierte Scherbereiche ermöglicht) ist es nun möglich die gemessenen Werte in rheologische Kenngrößen umzurechnen. Das Widerstandsmoment T wird mit Hilfe der Definitionsgleichung (4.1) [36] auf eine Schubspannung  $\tau$  zurückgerechnet:

$$\tau = \frac{T}{L \pi D_3^2} \cdot \frac{1}{c_K}$$
(4.1)

In dieser Gleichung sind mit  $D_3$ = 71.2 mm (Durchmesser der Messzelle) und L = 64.8 mm (Eindringtiefe des Sensors in die Probe) die Hauptabmessungen der Messzelle dargestellt. Dagegen ist c<sub>K</sub> eine Größe die die Randeinflüsse, die Spaltgeometrie und die gerätespezifischen Eigenheiten enthält [36]. Für die eingesetzte Messzelle ergibt sich aus deren Hauptabmessung ein Umrechnungsfaktor von 0.9523, woraus die Schubspannung durch  $\tau$  = 0.9523 T berechnet werden kann.

Das Fließfeld ist durch die Hauptabmessungen der Korbzelle gegeben. Diese ergeben sich aus den Gefäßradien ( $R_1$  bis  $R_4$ ) und den effektiven Gittermaßen (Abb. 4.1/ rechts). Die Scherrate  $\dot{\gamma}$  kann mit Hilfe der Gleichung (4.2) [36] berechnet werden:

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{2} \cdot \left[ \frac{1 + \delta_i^2}{\delta_i^2 - 1} + \frac{1 + \delta_a^2}{\delta_a^2 - 1} \right]$$
(4.2)

Hier werden mit  $\Omega$  die Winkelgeschwindigkeit und  $\delta_i = R_2/R_1$  (innerer Scherring) sowie  $\delta_a = R_4/R_3$  (äußerer Scherring), die Ringräume der Messzelle dargestellt. Für die Messzelle mit den bekannten Hauptabmessungen ergibt sich ein Umrechnungsfaktor von 0.592, woraus die Scherrate durch  $\dot{\gamma} = 0.592$  N berechnet werden kann.

#### 4.2 Kalibrierung des Rotationsrheometers

Vor den Messungen erfolgt eine Kalibrierung des Rheometers Viskomat NT, dieser Prozess soll die Genauigkeit der ermittelten Werte feststellen. Für die Kalibrierung werden drei Öle die ein newtonsches Verhalten aufweisen, mit unterschiedlichen dynamischen Zähigkeiten  $\eta$  des Herstellers "VWR Chemicals" verwendet. Die Viskositäten dieser Öle sind It. Hersteller konfrom ASTM D 2162 gemessen worden und sind in der Tablle 4.1 dargestellt.

Standardflüssigkeit	Temperatur	kinematische Viskosität	dynamische Viskosität	Dichte	
	[°C]	[mm²/s]	[mPa⋅s]	[g/mL]	
Nr. 1	25	996.2	839.2	0.8424	
Nr. 2	25	1236	1043	0.8442	
Nr. 3	25	5773	4842	0.8388	

**Tabelle 4.1**: Zertifizierte Werte für die verwendeten Standardflüssigkeiten zurViskositätsmessung nach ASTM D 2162.

Die Messungen erfolgen bei einer Temperatur von 25°C. Die Messung der Temperatur durch den Viskomat NT ist bei Nutzung der Korbzelle nicht möglich, da das integrierte Thermometer nur bei bestimmten Messzellen funktioniert. Um dennoch sicherzustellen dass die Öle die gewünschte Temperatur haben wurde ein digitales Thermometer des Herstellers VWR (Abb. 4.2) benutzt. Die Messung erfolgt durch Eintauchen des Temperaturfühlers direkt in die Probe. Die Messung der Temperatur erfolgt jeweils vor und nach den rheologischen Messungen. Vor der Messung wird darauf geachtet, dass die Temperatur über eine gewisse Zeit konstant ist, bevor die Messung gestartet wird.



Abb. 4.2: Digitaler Thermometer zur Temperaturmessung.

Für alle drei Öle wurde das gleiche Messprofil eingestellt, dabei wurde eine bestimmte Drehzahl N vorgegeben und anschließend die sich ergebenden Drehmomente T gemessen. Die Viskosität wurde durch die ermittelten Scherraten  $\dot{\gamma}$ und Schubpannungen  $\tau$  berechnet ( $\eta = \tau / \dot{\gamma}$ ). Zur Stabilisierung der Suspensionen wurde für 5 Minuten eine Umdrehungsgeschwindigkeit von 1 U/min gehalten. Dannach wurde die Umdrehungsgeschwindigkeit mit immer kleiner werdenden Zeitschritten, stufenweise erhöht: 60s bei 5 U/min; 30 s bei 50 U/min; 30 s bei 100 U/min und 10 s bei 200 U/min.

Der Viskomat NT ist so eingestellt, dass er bis zu einem maximalen Drehmoment von 500 Nmm genaue Messergebnisse liefern kann, daher wird beim Öl mit der höchsten Zähigkeit im letzten Schritt nur auf 150 U/min beschleunigt, damit diese Grenze nicht überschritten wird. Mit Hilfe der Umrechnungsfaktoren  $\tau = 0.9523$  T und  $\dot{\gamma} = 0.592$  N, werden die eingestellten Umdrehungsgeschwindigkeiten N und die dazugehörigen Drehmomente T in Scherraten  $\dot{\gamma}$  bzw. Schubspannungen  $\tau$  zurückgerechnet. Der zeitabhängige Verlauf der Schubspannung  $\tau$  infolge dieses eingestellten Messprofils für die Kalibrierung ist in Abbildung 4.3 dargestellt.



**Abb. 4.3:** Verlauf der Schubspannung τ während der Kalibrierung des Rheometers Viskomat NT.

Durch die ermittelten Schubspannungen  $\tau$  und Scherraten  $\dot{\gamma}$  wird die dynamische Viskosität  $\eta$  für jeden Schritt berechnet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.4 zusammengefasst, die genauen Werte für dieser Messung sind im Anhang zu finden (Tab. A1-1).



**Abb. 4.4:** Scheinbare Viskosität der Standardflüssigkeiten nach Messung mit dem Rheometer Viskomat NT (x) im Vergleich zu den angegebenen Werten vom Hersteller (-)

Aus den Ergebnissen geht hervor, dass ein maximaler Fehler von 6% (bei der niedrigsten Umdrehungsgeschwindigkeit: 1 U/min) während der Messung vorhanden ist. Auch wenn die Viskosität in erster Linie von der Temperatur abhängig ist, ergeben sich die größten Abweichung im Bereich der niedrigen Umdrehungsgeschgwindigkeiten. Das bei so niedrigen Scherraten keine genauen Ergebnisse vorhanden sind, ist darauf zurückzuführen, dass für die Messung der angegebenen Viskosität ein bestimmtes Drehmoment erreicht werden muss, was nur bei höheren Umdrehungsgeschwindigkeiten möglich ist. Für den weiteren Verlauf dieser Arbeit wird mit einer maximalen Abweichung der Werte von 6 % gerechnet, und dabei besonders auf den Bereich der niedrigen Scherraten geachtet.

Im Rahmen der Kalibrierung wurde auch die niedrigste Umdrehungsgeschwindigkeit bei der Messungen mit dem Viskomat NT noch möglich sind, ermittelt. Die Messung wurde bei einer Temperatur von 25 °C mit der Standardflüssigkeit Nr. 1 durchgeführt, dabei wurde mit einer hohen Umdrehungsgeschwindigkeit N begonnen und diese dann stufenweise nach unten gefahren: 2 min bei 100 U/min; 3 min bei 10 U/min; 5 min bei 1 U/min; 6 min bei 0.1 U/min; 6 min bei 0.01 U/min und 8 min bei 0.002 U/min.

Die Umdrehungsgeschwindigkeit wurde bis zu einem Punkt gemessen, in den man eine Veränderung der Anfangsposition des Systems erkennen kann, deswegen werden mit kleiner werdenden Geschwindigkeit die Zeitschritte erhöht. Das System misst lt. Herstellerangaben [17] bis zu einem Winkel von 1527° (ca. 4.2 Umdrehungen) und geht dann wieder auf 0, somit erfolgt eine Auswertung der Ergebnisse bis zu maximal diesem Wert. Die Ergebnisse werden in Abhängigkeit der Umdrehungsgeschwindigkeit in Form von Geraden dargestellt. Dabei zeigt jede Gerade die Zeit die notwendig ist um einen Umdrehungswinkel von 1527° zu erreichen, siehe Abbildung 4.5.



**Abb. 4.5:** Ergebnisse der Winkelkalibrierung in Abhängigkeit der Umdrehungsgeschwindigkeit für den Rheometer Viskomat NT.

Aus Abbildung 4.5 sieht man, dass bis zu einem Wert von 0.01 U/min eine klare Veränderung des Winkels auftritt, das bedeutet, dass eine Messung bis zu diesem Wert möglich ist. Dieser Wert entspricht bei der Korbzelle einer minimal messbaren Scherrate von 0.017 s<sup>-1</sup>, was im weiteren Verlauf dieser Arbeit berücksichtigt wird. Für die niedrigste eingestellte Umdrehungsgeschwindigkeit (0.002 U/min) konnte im Zeitbereich der für die weiteren rheologischen Messungen dieser Arbeit relevant ist, keine Veränderung festgestellt werden (Abb. 4.5: grüne Linie).

Im Rahmen dieser Kalibrierung wurde auch die Genauigkeit der ermittelten rheologischen Kenngrößen in Abhängigkeit des auftretenden Drehmoments bestimmt (Abb. 4.6). Diese Darstellung soll gleichzeitig auch das minimal messbare Drehmoment durch den Viskomat NT zeigen. Am Ende der Messung wurde nochmal die Temperatur in der Probe bestimmt, wobei eine Temperatur von 24.9 °C gemessen wurde. Bei diesem kleinen Unterschied ist der Einfluss der Temperatur auf die scheinbare dynamische Viskosität zu vernachlässigen.





In Abbildung 4.6 ist zu sehen, dass die Abweichung der scheinbaren Viskosität von der angegeben Viskosität des Herstellers mit kleiner werdenden Drehmoment, steigt. Weiters sieht man auch, dass das minimal messbare Drehmoment für den Viskomat NT bei 0.02 Nmm liegt. Die Schwankungen der ermittelten scheinbaren Viskosität bei diesem Drehmoment (0.02 Nmm) sind schon so groß, dass sie im weitere Verlauf nicht berücksichtigt werden. Die Abweichungen bei den höheren Drehmomenten bzw. Umdrehungsgeschwindigkeiten sind im Bereich der Ergebnisse die in Abbildung 4.4 angegeben sind.

### 4.3 Einfluss der Korngröße auf die dynamische Viskosiät

Im Rahmen der rheologischen Messungen wurde in den Vorversuchen während der Suche nach einer geeigneten Mischung für die Pumpversuche, der Einfluss der Sandkorngröße auf die rhelogischen Kenngrößen (speziell dynamische Viskosität) analysiert. Für diese Messung wurden drei verschiedene Mischung vorbereitet die sich voneinander durch den Volumenanteil des Sandes unterscheiden, wobei die Mischung 10 ein volumenbezogenen Sandanteil von 10% hat, die Mischung 20 einen Anteil von 20% und die Mishung 30 einen Anteil von 30%. Jede Mischung (10, 20 und 30) wurde einmal mit einem feinen Quarzsand (d = 0.5 - 1.0 mm) und einmal mit einem groben Quarzsand (d = 1.0 - 1.6 mm) hergestellt. Die genaue Zusammensetzung der Mischungen ist in Tabelle 4.2 dargestellt.

Alle Mischungen haben einen W/Z-Wert von 0.3, dabei wird auch der zementbezogene Gehalt des Fließmittels (1.25%) und Verzögerers (0.4%) für jede Mischung konstant gehalten. Der Mischablauf ist für alle Mischungen der gleiche, dabei wird der Zement mit dem Sand für 1 Minute trocken gemischt, nach der Zugabe des Wassers (inklusive Fließmittel und Verzögerer) wird die Mischung nochmal für weitere 3 Minuten gemischt.

	Mischung 10	Mischung 20	Mischung 30
Zement [g]	1446.0	1285.0	1124.0
Wasser [g]	410.0	364.0	319.0
Sand [g]	265.0	530.0	795.0
Fließmittel [g]	18.0	16.0	14.0
Verzögerer [g]	5.5	5.0	4.5

**Tabelle 4.2:** Zusammensetzung der 1 Liter Mischungen für die rheologischenMessungen mit der Korbzelle.

Um möglichst vergleichbare Ergebnisse zu bekommen (kein Einfluss der Bindezeiten), wurden die Messungen für jede Variante 10 Minuten nach der Zugabe des Wassers gestartet. Die Messungen wurden mit der Korbzelle durchgeführt, das eingestellte Messprofil für die Ermittlung der Viskosität in Anlehnung an [30] ist in Abbildung 4.7 zu sehen. In diesem Profil wird jede Mischung einer Vorscherung für 30 s bei einer Scherrate von  $\dot{\gamma}$  = 2.5 s<sup>-1</sup> unterzogen, dannach erfolgt die Bestimmung der dynamischen Viskosiät indem stufenweise die Scherrate heruntergefahren wird  $\dot{\gamma}$  = 1.0; 0.5; 0.25; 0.1; 0.05 und 0.01 s<sup>-1</sup>. Jede Stufe wird für 10 s gehalten. Dieses Messprofil eignet sich wegen der kleinen Scherraten besonders um die Unterschiede zwischen den Viskositätskurven für die verschiedenen Sandkorngrößen darzustellen.



**Abb. 4.7:** Exemplarische Darstellung des zeitabhängigen Verlaufs der Schubspannung τ.

Für die Auswertung werden die Mittelwerte der Schubspannung für jede Stufe herangezogen. Die Viskositätskurven für alle drei Mischungen (10, 20, 30), für zwei verschiedene Sandkorngrößen, sind in Abbildung 4.8 dargestellt.



**Abb. 4.8:** Viskositätskurven für die Mischungen 10, 20 und 30. Die Mischungen mit dem feinen Sand sind mit der blauen Linie dargestellt, dagegen sind die Mischungen mit dem groben Sand mit der roten Linie dargestellt.

Durch die Beibehaltung eines konstanten W/Z - Wertes, ist der Feststoffgehalt für die unterschiedlichen Mischungen (verschiedene Sandvolumenanteilte) nicht gleich, daher ist es nur möglich einen Vergleich der Mischungen mit gleichem Sandgehalt und unterschiedlicher Korngröße zu machen (z.B. Mischung 20 mit feinem Sand gegen Mischung 20 mit grobem Sand). Der Einfluss der Partikelgröße auf die dynamische Viskosität ist in Abbildung 4.8 deutlich zu sehen, hier sind die Werte der dynamischen Viskosität für jede Mischung wo der feine Sand benutzt wurde, höher. Dieses Phänomen ist darauf zurückzuführen, dass die Gesamtoberfläche der Sandkörner bei Nutzung des feinen Sandes größer ist (im Gegensatz zu den groben Sand), was zu einem Anstieg der Viskosität führen kann.

### 4.4 Bestimmung der rheologischen Kenngrößen

Für die verwendeten Zementmsichungen während der Experimente, wurden nach den Experimenten rheologische Messungen durchgeführt. Ziel der Messungen war es die rheologischen Eigenschaften (Fließgrenze, Viskosität, Thixotropie, etc.) der Mischungen festzustellen um das Verhalten der Mischungen während der Strömung durch die Rohre zu erklären. Anhand dieser Kenngrößen werden auch die theoretischen Strömungsprofile während der Pumpversuche ermittelt.

Die Bestimmung der rheologischen Kenngrößen mit dem Viskomat NT wird mit zwei unterschiedlichen Verfahren durchgeführt. Im ersten Verfahren wird ein geschwindigkeitsgesteuertes (rotationsgesteuertes) Messprofil eingestellt, dagegen wird beim zweiten Verfahren ein drehmomentgesteuertes Messprofil eingestellt. Der Viskomat NT ist grundsätzlich für geschwindigkeitsgesteuerte bzw. rotationsgesteuerte (Einstellung einer bestimmten Umdrehungsgeschwindigkeit) Messungen gebaut, jedoch ist mit gewissen Einschränkung auch eine drehmomentgesteuerte (Angabe eines Drehmoments das zu erreichen ist) Messung möglich. Die Einschränkung beim drehmomentgesteuerten Verfahren bezieht sich dabei auf eine maximale Umdrehungsgeschwindigkeit von 4.6 U/min, die während dieser Messung möglich ist.

Die Messungen wurden im Anschluß an den Pumpversuchen durchgefürt. Vor den rheologischen Messungen wurden die Mischungen nochmal für 2 min mit einem Mörtelmischer gemischt um die aufgebaute Struktur zu lösen (durch die Nutzung eines Verzögerers wurde der Bindevorgang um bis zu 8 Stunden verzögert). Alle Messungen wurden bei einer Temperatur von 25 °C durchgeführt (die Messung der Temperatur erfolgt durch ein digitales Thermometer, indem der Temperaturfühler direkt in die Probe getaucht wird).

# 4.4.1 Geschwindigkeitsgesteuertes Verfahren zur Ermittlung der Fließgrenze und dynamischen Viskosität

Das Messprofil für diese Messung wird in Anlehnung an [30] eingestellt. Bei dieser Messung erfolgt eine Vorscherung der Mischung für 30 s bei einer Scherrate von  $\dot{\gamma} = 2.5 \text{ s}^{-1}$ , dieser Schritt soll zwecks Abbau der Ruhestruktur (die sich in der Zeit zwischen dem Ende des Mischvorgangs und dem Start der rheologischen Messungen aufbaut) dienen [30]. Im Anschluß werden Stufen von  $\dot{\gamma} = 1.0$ ; 0.5; 0.25; 0.1; 0.05 und 0.01 s<sup>-1</sup> gefahren, die jeweils für 10 s gehalten werden. Diese Scherraten werden mit Hilfe der Umrechnungsfaktoren der Korbzelle, durch Eingabe von bestimmten Umdrehungsgeschwindigkeiten eingestellt. Die Stufen von 10 s wurden ausgewählt um einen Strukturaufbau der Zementmischung in dieser Zeit zu vermeiden [30]. Anhand dieser eingestellten Scherraten gibt der Viskomat NT die dazugehörigen Drehmomente an, die durch die oben beschriebenen Umrechnungsfaktoren in Schubspannungen  $\tau$  umgerechnet werden.

Anhand dieser Daten werden die entsprechenden Fließkurven ermittelt und dargestellt. Der Verlauf der Schubspannung  $\tau$  ist für beide Mischungen (20 und 30) in Abbildung 4.9 dargestellt. Aus diesem Diagramm sieht man, dass die Werte der Schubspannung am Anfang (bei höheren Umdrehungsgeschwindigkeiten) weiter auseinander liegen und gegen Ende immer mehr übereinstimmen. Bei den sehr kleinen Scherraten ist ein Anstieg der Schubspannungen  $\tau$  (vor allem bei 0.01 s<sup>-1</sup>) zu sehen. Trotz der kurzen Stufen gibt es einen Strukturaufbau in diesem Bereich, da die Umdrehungsgeschwindigkeit langsamer als der Bindeprozess der Zementmischung ist.



**Abb. 4.9:** Zeitabhängiger Verlauf der Schubspannung τ für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie).

Für die Auswertung der Fließgrenze  $\tau_0$  und der plastischen Viskosität  $\eta$  wird das Bingham-Modell ( $\tau = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma}$ ) herangezogen. Aufgrund des thixotropen Verhaltens von Zementmischungen ist bei sehr kleinen Scherraten trotz der kurzen Stufen, ein Anstieg der Schubspannung zu sehen (Strukturaufbau bei sehr geringen Scherraten), daher wird für die Auswertung der Fließgrenze  $\tau_0$  nur der Bereich zwischen  $\dot{\gamma} = (2.5 - 0.25) \text{ s}^{-1}$  herangezogen [30]. In diesem Bereich gibt es unter Berücksichtigung eines Regressionsmodells einen annähernd linearen Anstieg der Schubspannungen. Der Punkt an dem die Gerade die y - Achse (Schubspannung  $\tau$ ) schneidet, stellt dabei den Wert der Fließgrenze da. Der Verlauf der Fließkurven nach Anpassung an das Bingham-Modell ist für beide Mischungen in Abbildung 4.10 dargestellt.



**Abb. 4.10:** Fließkurve mit Regression nach dem Bingham-Modell für die Mischung 20 (oben) und Mischung 30 (unten).

Aus den Fließkurven (Abb. 4.10) ist es nun möglich die plastische Viskosität ( $\eta = \tau / \dot{\gamma}$ ) der beiden Mischungen zu bestimmen. Die Viskositätskurven für die beiden Zementmischungen sind in Abbildung 4.11 dargestellt.



**Abb. 4.11:** Viskositätskurve für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie).

Aus Abbildung 4.10 sieht man, dass sich für die Mischung mit 20 % Glaskugeln eine Fließgrenze von  $\tau_0 = 5.6$  Pa ergibt, dagegen ist für die Mischung mit 30% Glaskugeln eine Fließgrenze von  $\tau_0 = 4.0$  Pa abzulesen. Aufgrund des höheren Glaskugelanteils ist bei der Mischung 30 eine höhere Fließgrenze zu erwarten, jedoch ist der Widerstand bei diesen geringen Schergeschwindigkeiten hauptsächlich auf den Zementleim zurückzuführen und somit ist der Glaskugelanteil nicht maßgebend. Wenn man zusätzlich noch die Werte der dynamischen Viskosität  $\eta$  der beiden Mischungen vergleicht, sieht man dass sie trotz der unterschiedlichen Glaskugelkonzentration sehr nah beieinander liegen. Aus diesem Grund werden im weiteren Verlauf die Werte der Fließgrenze auch mit anderen Verfahren ermittelt.

Die Werte der Viskosität  $\eta$  sind wie zu erwarten bei der Mischung mit 30% Glaskugelanteil geringfügig höher. Aus Abbildung 4.11 ist zu sehen, dass der Verlauf der Viskositätskurven im mittleren Bereich sogar ungefähr gleich ist. Diese Werte der Viskosität erklären auch den annähernd gleichen Kraftverlauf während den Pumpversuchen mit diesen Mischungen (20 und 30), trotz unterschiedlicher Glaskugelkonzentration. Beide Zementmischungen zeigen ein deutlich scherverdünnendes Verhalten bis zu einer Scherrate von  $\dot{\gamma} = 1.0 \text{ s}^{-1}$ .

# 4.4.2 Drehmomentgesteuertes Verfahren zur Ermittlung der Fließgrenze

Das zweite Verfahren zur Bestimmung der Fließgrenze mit dem Rotationsrheometer erfolgt durch Eingabe einer Spannungsrampe. Dazu wird ein bestimmtes Drehmoment T eingegeben das für eine bestimmte Zeit erreicht werden soll (die Umrechnung in Schubspannung erfolgt durch die Umrechnungsfaktoren für die Korbzelle). Diese Methode wird unter anderem in [3] und [33] zur Bestimmung der Fließgrenze herangezogen und kann nur angewendet werden wenn der Wert der Fließgrenze ungefähr bekannt ist und so eine Spannungsrampe eingegeben wird, innerhalb derer die Probe zu fließen beginnt. Anhand des ersten Verfahrens (rotationsgesteuert) und der Ausbreitversuche ist dieser Wert ungefähr bekannt. Die Form dieser Rampe hängt dabei von der zu untersuchenden Probe ab. Für dünnflüssige Mischungen wird eine kleinere Rampe bevorzugt, für zähere Mischungen eine größere [34]. Für die Messung der Mischungen wird dem Rotationsrheometer vorgegeben, dass in 3 Minuten der Wert von 20 Pa erreicht werden soll. Aus den Messungen bezüglich der Fließgrenze, ist bekannt, dass die Zementmischung unterhalb dieses Wertes zu fließen beginnt.

Die Auswertung der Fließgrenze anhand der sich ergebenden Spannungskurve kann durch unterschiedliche Formen erfolgen. Für die Auswertung der Ergebnisse dieser Arbeit wird die tangentiale Methode herangezogen. Die Spannungskurve ensteht in dem man die Schubspannung  $\tau$  in Abhängigkeit des Drehwinkels (Anfangsposition hat einen Wert von 0°) aufzeichnet. Durch die tangentiale Methode wird diese Spannungskurve in zwei lineare Bereiche geteilt (zwei Geraden) und der Punkt an dem sich die beiden Geraden schneiden stellt die Fließgrenze der jeweiligen Mischung dar. Die Spannungskurven inklusive Auswertung der Fließgrenze nach der tangentialen Methode, für die Mischungen 20 und 30, sind in Abbildung 4.12 dargestellt.



**Abb. 4.12:** Spannungsrampe und Interpretation der Fließgrenze nach der tangentialen Methode für die Mischung 20 (oben) und Mischung 30 (unten).

Die teilweise großen Auslenkungen der Werte innerhalb Kurven sind auf die Messgenauigkeit des Viskomat NT zurückzuführen (rotationsgesteuertes Rheometer), jedoch ist eine Auswertung der beiden linearen Bereiche trotzdem gut möglich. Aus den Diagrammen sieht man, dass sich für die Mischung mit 20 % Glaskugeln eine Fließgrenze von  $\tau_0$  = 8.0 Pa ergibt, dagegen ist für die Mischung mit 30% Glaskugeln eine Fließgrenze von  $\tau_0$  = 9.0 Pa abzulesen. Wie schon beim ersten Verfahren (geschwindigkeitsgesteuertes Verfahren) sind die Werte für die beiden Mischungen sehr nah beieinander, jedoch ist in diesem Fall für die Mischung 30 der Wert der Fließgrenze minimal höher.

Aus den Ergebnissen sieht man, dass die Werte der Fließgrenze sehr vom ausgewählten Messverfahren abhängen. Die Bestimmung einer absoluten Fließgrenze ist im diesen Sinne nicht möglich, daher gibt es eine Variation der Werte in Abhängigkeit des ausgewählten Messverfahren. Wegen dieser Abhängigkeit sollten diese Werte mehr als "scheinbare Fließgrenze" betrachtet werden und nur als Richtwerte dienen [43]. Jedoch sind die Werte die im Rahmen dieser Arbeit ermittelt wurden sehr nah beieinander, man kann annehmen, dass sich die tatsächliche Fließgrenze der Zementsuspensionen in diesem Bereich befinden. Im weiteren Verlauf werden für die Fließgrenze die Werte der drehmomentgesteuerten Methode (Spannungsrampe) verwendet. Der Grund dafür ist, dass diese Methode sehr verbreitet ist und viele Autoren und Forschungsinstitute (z. B. TA Instruments, Malvern Instruments, etc.), diese Methode zur Ermittlung der Fließgrenze von Zementsuspensionen empfehlen.

# 4.4.3 Ermittlung der rheologischen Kenngrößen bei hohen Scherraten

Für die Ermittlung der theoretischen Strömungsprofile wird das Herschel-Bulkley Modell an die ermittelten rheologischen Kenngrößen angepasst. Die Werte der Scherraten  $\dot{\gamma}$  und Schubspannungen  $\tau$  für dieses angegebene Modell sind viel höher als die Werte die bei den bisherigen Messungen ermittelt wurden. Aus diesem Grund wird die dynamische Viskosität  $\eta$  für die beiden Zementmischungen zusätzlich mit einem seperaten Verfahren bei höheren Umdrehungsgeschwindigkeiten N und daher auch höheren Scherraten  $\dot{\gamma}$ , ermittelt.

Die Messung erfolgt auch hier mit dem Viskomat NT zusammen mit der Korbzelle, das Messprofil wird wie schon im ersten Verfahren geschwindigkeitsgesteuert. Die Mischung wird für 30 s bei einer Umdrehungsgeschwindigkeit N von 10 U/min vorgeschert um die Ruhestruktur der Zementmischungen abzubauen. Nach diesem Schritt erfolgt die Eingabe des Messprofils in Stufen (N = 1; 5; 10; 50; 10; 5 und 1 U/min) die jeweils 30 s gehalten werden. Die Zeitdauer der Stufen von 30 s wurden gewählt damit die Mischung ein möglichst stationären Zustand erreicht und somit die Mittelwerte für die Auswertung herangezogen werden können. Aus dem Widerstand mit der die Zementmischungen dieser Kraft entgegenwirken, gibt der Viskomat NT die enstprechend auftretenden Drehmomente T an, die durch die Umrechnungsfaktoren für die Korbzelle in Scherraten  $\dot{\gamma}$  bzw. Schubspannungen  $\tau$ umgerechnet werden. Die Schubspanungsverläufe in Abhängigkeit der Zeit für die beiden Zementmischungen sind in Abbildung 4.13 dargestellt.



**Abb. 4.13:** Zeitabhängiger Verlauf der Schubspannung τ für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie).

Aus den Ergebnissen ist zu sehen, dass es trotz der Konditionierung oder Vorscherung der Zementmischung einen Unterschied der Werte beim hoch- und herunterfahren gibt. Diese Hysterese ist wahrscheinlich auf das thixotrope Verhalten der Zementmischungen zurückzuführen und wird bei Betrachtung der Fließkurven (Abb. 4.14) noch deutlicher. Die Fläche die sich zwischen den Werten beim hoch- und herunterfahren ergibt wird von verschiedenen Autoren als Wert für die Thixotropie der Mischung angegeben, dabei ist mit zunehmender Fläche auch die Thixotropie der jeweiligen Mischung größer.

Diese Hysterese könnte auch durch eine Partikelmigration der Glaskugeln bei hohen Schergeschwindigkeiten verursacht werden (siehe später: Test mit der Vane-Messzelle). Dieses Modell zur Ermittlung der theoretischen Strömungsprofile [24] ist nur unter der Annahme, dass es keine Partikelmigration gibt, gültig. Aus diesem Grund werden für die Anpassung des Herschel-Bulkley Modells, die Fließkurven herangezogen, die sich beim hochfahren der Messprofile ergeben. Für den weiteren Verlauf wird daher angenommen, dass es keine Partikelmigration in diesem Teil der Messung gibt.



**Abb. 4.14:** Fließkurve für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie).

Aus Abbildung 4.14 ist zu sehen, dass es eine größere Abweichung der Fließkurven bei der Mischung 30 gibt. Im Falle, dass die These stimmt, dass die Partikelmigration bei hohen Umdrehungsgeschwindigkeiten (50 U/min) für diese Hysterese ausschlaggebend ist, sind diese größeren Unterschiede bei der Mischung 30 auf den höheren Glaskugelanteil zurückzuführen. Eine stärkere Partikelmigration bei höherer Partikelkonzentration wurde schon im theoretischen Teil (Kapitel 2) beschrieben und wird auch deutlich, wenn man die Auswertung der Partikelmigration während der Pumpversuche (Kapitel 5) betrachtet. Die größere Hysterese bei er Mischung 30 kann auch auf eine höhere lokale Dehnungsrate zwischen den Partikeln zurückgeführt werden, was zu einer höheren Destrukturierung der Zementpartikel führen würde.

Für die Ermittlung der theoretischen Strömungsprofile werden die Fließkurven die sich beim hochfahren der Messungsprofile ergeben, verwendet. Ein anderer Grund warum diese Werte gewählt werden ist, dass bei den Pumpversuchen die Mischungen von einem ruhenden Zustand aus (im Zylinder) durch die Glasrohre gepumpt werden und somit diese Werte (beim hochfahren) das Verhalten der Mischungen während der Pumpversuche, genauer beschreiben.

Um den Einfluss der Umdrehungsgeschwindigkeit auf die ermittelten rheologischen Kenngrößen zu sehen, werden im weiteren Verlauf die ermittelten Viskositätskurven aus den Messungen bei niedrigen- bzw. hohen Scherraten, gegenübergestellt (Abb. 4.15).



**Abb. 4.15:** Gegenüberstellung der Viskositätskurven für das Verfahren bei niedrigen Scherraten (blaue Linie) und das Verfahren bei hohen Scherraten (rote Linie). Oben ist der Verlauf für die Mischung 20 und unten für die Mischung 30 dargestellt.

In diesen Diagrammen sieht man, dass die Werte im überschneidenden Bereich bei der Mischung 20 sehr gut übereinstimmen. Bei der Mischung 30 liegen dieser Werte weiter auseinander, jedoch sind diese Unterschiede nicht groß und können auf eine mögliche Messungenauigkeit des Rheometers, zurückgeführt werden. Das Wichtige an dieser Gegenüberstellung ist jedoch, dass ein möglicher Fehler während der Messung mit dem ersten- oder zweiten Verfahren ausgeschloßen wird und somit diese Werte für die Ermittlung der theoretischen Strömungsprofile benutzt werden können.

### 4.5 Ermittlung der theoretischen Strömungsprofile

Die Strömungsprofile der Mischungen während der Pumpversuche können anhand der ermittelten rheologischen Kenngrößen nach [24] ermittelt werden. Das Verhalten der Zementsuspensionen wird in diesem Fall durch das Herschel-Bulkley Modell ( $\tau = \tau_0 + k \cdot \dot{\gamma}^n$ ) dargestellt. Die Werte Fließgrenze  $\tau_0$  werden dabei aus den vorangegangenen rheologischen Messungen übernommen (momentengesteuertes Verfahren - Spannungsrampe). Die Koeffizienten K (Konsistenz-Index) und n (Fließ-Index) werden dabei so gewählt, dass der Verlauf der ermittelten Fließkurven mit dem Verlauf des angegeben Herschel-Bulkley Modells übereinstimmt. Wie schon oben erwähnt werden für die Fließkurven die Werte herangezogen die sich beim hochfahren der Messprofile ergeben (Abb. 4.14). Diese Werte werden aus dem Grund gewählt da auch bei den Pumpversuchen die Mischung von einem ruhenden Zustand (im Zylinder) durch Kraftbeanspruchung in die Rohre gepumpt wird.

Für die Mischung 20 ergibt sich nach Anpassung des Herschel-Bulkley Modells an die ermittelte Fließkurve, ein Fließ-Index n = 0.95 und ein Konsistenz-Index von K = 3.5. Der Verlauf der Fließkurve nach der Identifizierung dieser Koeffizienten ist in Abbildung 4.16 dargestellt.



**Abb. 4.16:** Verlauf der Fließkurve für die Mischung 20 (rote Punkte) und Anpassung des Herschel-Bulkley Modells (blaue Linie) an diese Werte.

Für die Mischung 30, ergibt sich nach Anpassung des Herschel-Bulkley Modells an die Fließkurve, ein Fließ-Index von n = 0.98 und Konsistenz-Index K = 5.8. Der Verlauf dieser Fließkurve nach Identifizierung dieser Koeffizienten, ist in Abbildung 4.17 dargestellt.



**Abb. 4.17:** Verlauf der Fließkurve für die Mischung 30 (rote Punkte) und Anpassung des Herschel-Bulkley Modells (blaue Linie) an diese Werte.

Nach Anpassung des Herschel-Bulkley Modells fällt auf, dass der Fließ-Index für beide Mischungen knapp unter 1.0 liegt, was bedeuten würde, dass dieses rheologische Modell fast äquivalent mit dem Bingham Modell ist. Zu dieser Erkenntnis kommt man auch, wenn man sich den annähernd linearen Verlauf der beiden Fließkurven ansieht. Die Werte der beiden Fließ-Indizes sind jedoch minimal niedriger als 1.0, was wiederum für Zementsuspensionen die ein scherverdünnendes Verhalten aufweisen, charakteristisch ist.

Nach der Ermittlung dieser rheologischen Kenngrößen und Identifizierung der Koeffizienten für das Herschel-Bulkley Modell können die theoretischen Strömungsprofile ermittelt werden. Unter der Annahme, dass es keine Partikelmigration gibt (die Mischung bleibt homogen), wird die Geschwindigkeitsverteilung innerhalb des Rohrs nach der Formel (4.3) [24] berechnet.

$$u = \left(\frac{n}{n+1}\right) \left(\frac{\tau_s}{K}\right)^{1 \cdot n} R \left[ (1-\zeta)^{\frac{n+1}{n}} - \left(\frac{r}{R} - \zeta\right)^{\frac{n+1}{n}} \right] \qquad \text{für } r \ge r_p$$
(4.3)

mit:

u - Geschwindigkeitsprofil [m/s] τ<sub>s</sub> - Schubspannungen an der Rohrwandoberfläche [Pa] n - Fließ-Index [/] K - Konsistenz-Index [Pa·s] r - radiale Position innerhalb des Rohrs [m] r<sub>p</sub> - Radius des "plug" [m] R - Rohrradius [m]

 $\zeta - r_p/R$ 

Die mittlere Strömungsgeschwindigkeit der Zementmischung ist mit V und die Geschwindigkeit des "plug" mit  $u_p/V$ , dargestellt. Die Strömungsgeschwindigkeit während der Pumpversuche ist bekannt und beträgt für alle drei Pumpversuche V = 0.5 m/s. Aus dieser Strömungsgeschwindigkeit kann nun lt. [24] die Geschwindigkeit des "plug" mit folgender Formel berechnet werden:

$$\frac{u_{p}}{V} = \left[1 - \frac{2n}{3n+1}\left(1 - \zeta\right) - \frac{2n^{2}\zeta\left(1 - \zeta\right)}{(3n+1)(2n+1)}\right]^{-1}$$
(4.4)

Dabei ist die Reynolds-Zahl wie folgt definiert:  $R_e = \frac{2\rho VR}{\mu_S}$ , wobei mit  $\mu_S$  die dynamische Viskosität an der Rohrwandoberfläche dargestellt ist. Für den ersten Pumpversuch mit der Mischung 20 ergibt sich nach dieser Formel eine Reynolds-Zahl von  $R_e = 2.96$ , dagegen ergibt sich für den zweiten und dritten Pumpversuch mit der Mischung 30, eine Reynolds-Zahl von  $R_e=1.50$ . Diese beiden Werte befinden sich eindeutig unter der kritischen Reynolds-Zahl ( $R_{e,krit} = 2300$ ) und damit ist sichergestellt, dass während der Pumpversuche ein laminarer Strömungszustand vorhanden war. Die Strömungsprofile für die Mischung 20 und 30, nach dem Einsetzen dieser Werte sind in Abbildung 4.18 dargestellt (mit r/R ist das Verhältnis: Durchmesser Rohr, angezeigt).



**Abb. 4.18:** Strömungsprofile (blaue Punkte) für die Mischung 20 (oben) und die Mischung 30 (unten). Mit der schwarzen Linie ist zum Vergleich das parabolische Strömungsprofil einer newtonschen Suspensionen bei gleichen Randbedingungen, dargestellt.

Aus Abbildung 4.18 ist zu sehen, dass die Strömungsprofile eine sehr geringe Abstumpfung im Zentrum aufweisen. Bei der Mischung 20 ist fast kein Unterschied zum parabolischen Strömungsprofil von newtonschen Suspensionen zu sehen. Dagegen ist bei der Mischung 30 in den ersten 5% des Radiuses eine etwas größere Abstumpfung der Profils zu sehen, was beudeutet, dass in diesem Bereich der sogenannte "plug" Auftritt. Es ist zu erwähnen, dass diese Strömungsprofile nur anhand der rheologischen Kenngrößen ermittelt worden sind und deswegen aufgrund der höheren Viskosität und Fließgrenze, die Mischung 30 eine größere Abstumpfung des Profils im Zentrum aufweist. Der Einfluss der Partikelmigration auf den Verlauf der Strömungsprofile wird in diesem Modell nicht berücksichtigt [24].

### 4.6 Partikelmigration im Rotationsrheometer

Neben den Pumpversuchen wurden auch rheologische Versuche durchgeführt um die Partikelmigration während des Schervorgangs im Rheometer darzustellen. Die Messungen für diesen Versuch wurden mit dem Rotationsrheometer "Viskomat NT" zusammen mit der Vane-Messzelle durchgeführt. Die Vane-Messzelle wurde aus dem Grund gewählt weil sie während der Eintauchphase in die Probe, am wenigsten die Struktur der Mischung beeinflusst [25]. Sie wurde auch aufgrund dieser Eigenschaft unter anderem in [32] und [33] zur Bestimmung der rheologischen Kenngrößen verwendet. Durch diese Eigenschaft wird vermieden, dass die Sandkörner bzw. Glaskugeln während der Eintauchphase der Messzelle, nach unten gedrückt werden.

Die Vane-Messzelle besteht aus sechs Flügeln mit einem Radius von  $R_i = 20$  mm und einer Höhe H = 60 mm. Der Messtopf für die Messung hat einen Innenradius von  $R_a = 30$  mm und die Eindringtiefe der Vane-Messzelle beträgt 65 mm. Die genaue Geometrie ist in Abbildung 4.19 dargestellt.

Für diesen Test wurde die Vane-Messzelle und der Messtopf mit einem 3D Drucker nachgebaut, damit nach dem Messvorgang die Zementmischung ohne dass die Messzelle herausgenommen wird, im Messtopf aushärten kann.



Abb. 4.19: Querschnitt durch die Vane-Messzelle und den Messtopf.
Die Zementmischung wurde wegen der genaueren Auswertung wie bei den Pumpversuchen mit roten Glaskugeln hergestellt. Die Mischung hat einen volumenbezogenen Glaskugelanteil von 20% (äquivalent zur Mischung 20 für die Pumpversuche), die genaue Zusammensetzung ist in Tabelle 4.3 angegeben. Die Mischung erfolgt durch einen kleinen Mörtelmischer, indem der Zement mit den Glaskugeln für eine Minute trocken gemischt werden, dannach wird das Wasser (inklusive Fließmittel und Verzögerer) hinzugefügt und für weitere 3 Minuten gemischt.

Misch	nung 20
Zement:	1285 g
Glaskugeln:	540 g
Wasser:	364 g
Fließmittel:	16 g
Verzögerer:	5 g

**Tabelle 4.3**: Zusammensetzung der 1 Liter Mischung für die rheologischenMessungen mit der Vane-Messzelle.

Als Messprofil wurde eine Umdrehungsgeschwindigkeit von 50 U/min über eine Zeitdauer von 30 Minuten eingestellt. Ähnliche Langzeitmessungen wurden schon in den letzten Jahren durchgeführt um den Einfluss der Partikelmigration auf die Werte der Schubspannung zu ermitteln [15].

Um möglichst keine Veränderung der Probenstruktur zu verursachen wird die Vane-Messzelle nach dem Messvorgang in der Probe belassen und wird zusammen mit dem Messtopf aus dem Rheometer genommen und so für 3 Tage ruhen gelassen. Nach dem Aushärten des Betons, wird der Messtopf (inklusive Vane-Messzelle) an zwei Stellen quer durchgeschnitten, einmal im oberen Bereich und einmal unten (siehe Abb. 4.20).



**Abb. 4.20:** Skizze der Vane-Messzelle im Messtopf und die dazugehörigen Schnitte für die Auswertung der Glaskugelkonzentration.

Die Querschnittsflächen werden geschliffen um einen besseren Kontrast für die Auswertung zu haben. Nach dem Schleifvorgang werden Fotos der Querschnittsflächen mit Hilfe eines Mikroskops gemacht, in Abbildung 4.21 sind die beiden Querschnittsflächen (A und B) nach dem Schleifen dargestellt. Diese Bilder wurden mit der Software ImageJ bearbeitet um die Verteilung der Glaskugeln und somit eine mögliche Partikelmigration innerhalb der Querschnitte zu quantifizieren (Tab. 4.4). Während der Bearbeitung wurde jeder Querschnitt in 2 Bereiche geteilt, einen inneren Bereich (bis zu R<sub>i</sub> = 20 mm) und einen äußeren Bereich (von R<sub>i</sub> = 20 mm bis zu R<sub>a</sub> = 30 mm).



**Abb. 4.21:** Fotos der Vaneprobe nach dem Schleifen der Querschnittsoberflächen: Schnitt A (links) und Schnitt B (rechts).

Tabelle 4.4: Ermittelte Glaskugelanteile für die Schnitte A und B der Va	aneprobe.
--	-----------

	Schnitt A (oben)		Schnitt B	(unten)
Bereich	innen	außen	innen	außen
Glaskugelanteil [%]	16.60	18.66	23.20	28.77

Als Referenz für die Glaskugelnkonzentration in der Mischung wurde von der gleichen Mischung eine zylinderförmige Probe (d = 45mm und h = 90 mm) genommen (ohne Scherbeanspruchung), die nach dem Aushärten des Betons längs geschnitten wurde. Die Auswertung der Glaskugelkonzentration erfolgt auch hier mit ImageJ indem Fotos auf drei unterschiedlichen Höhen bearbeitet wurden. Das Ergebnis der Auswertung dieser Bilder ist in Tabelle 4.5 dargestellt.

	Glaskugelanteil [%]
oben	20.01
mitte	18.48
unten	18.58
Mittelwert	19.02

**Tabelle 4.5**: Ermittelte Glaskugelanteile der Refrenzprobe für die Mischung 20.

Aus den Ergebnissen (Tab. 4.4) ist zu sehen, dass es einen Anstieg der Glaskugelkonzentration im äußeren Bereich der Querschnitte gibt, die aufgrund einer Partikelmigration auftreten kann. Im Vergleich zu den Pumpversuchen bei denen die Scherbeanspruchung an der Rohrwand am höchsten ist (äußerer Bereich des Querschnitts), ist bei diesem Test aufgrund der Geometrie der Messzelle das Gegenteil der Fall, die Scherbeanspruchung ist im inneren Bereich am höchsten (besonders im Bereich  $R_i = 20$  mm). Die Glaskugeln bewegen sich von diesen Bereichen weg und gehen in Richtung der Bereiche mit niedrigen Scherraten, die sich an den Wänden des Messtopfes befinden.

Was auffällt, wenn man die Ergebnisse sieht ist, dass eine Setzung bzw. Sedimentation der Glaskugeln während der Messung vorhanden war. Wenn man die Glaskugelanteile der Referenzprobe bei den verschiedenen Höhen betrachtet, sieht man, dass die Mischung stabil ist und dass es zu keiner Sedimentation während des Aushärtens der Probe kam. Der Grund wieso die gleiche Mischung bei der Vaneprobe nicht mehr stabil ist hängt mit dem Messvorgang bzw. der Scherbeanspruchung zusammen. Wie schon im ersten Kapitel erwähnt weisen Zementmischungen in der Regel ein strukturviskoses bzw. scherverdünnendes Verhalten auf. Dieses scherverdünnende Verhalten sorgt dafür, dass die Glaskugeln aufgrund ihrer Masse während des Schervorgangs leichter nach unten migrieren. Dieses Phänomen ist eindeutig zu sehen, wenn man die Glaskugelkonzentration der beiden Querschnitte A und B, die einen Höhenunterschied von 35 mm voneinander haben, miteinander vergleicht.

### **5** Experimentelle Messungen

### 5.1 Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau besteht aus einer selbstgebauten Kolbenpumpe in der die verschiedenen Betonmischungen eingebracht und anschließend durch Glasrohre gepumpt werden. Die Pumpe besteht aus einem Zylinder aus Kunststoff mit einem Innendurchmesser von 190 mm und einer Länge von 300 mm, somit ermöglicht der Zylinder ein Fassungsvolumen von 8.5 Liter. Der Zylinder ist mit einem Trichter verbunden, der wiederum mit einem Stahlrohr (gebogen in einem Winkel von 90°) verbunden ist, wodurch die Betonmischung aus der Pumpe geführt wird. Am Ende des Stahlrohrs befindet sich ein Kugelhahn mit einer Klemmringverschraubung mit dem es möglich ist den Durchfluss manuell zu stoppen. Diese Vorrichtung dient auch dazu eine Null Messung vor den Experimenten durchzuführen und somit ist es möglich eine Kalibrierung der Pumpe wor den Pumpversuchen durchzuführen. Nach der Ferstigstellung wurde die Pumpe mit einem carbonbewährten UHPC einbetoniert, das soll die anfallenden Kräfte die während der Versuche anfallen aufnehmen. Nach der Fertigstellung hat die Pumpe eine Höhe von H = 80 cm und einen oktagonalen Querschnitt mit einem Umkreisradius von R = 19.5 cm (Abb. 5.1)

Der Kolben mit dem die Mischung durch den Zylinder gedrückt wird hat einen Durchmesser von 185 mm und eine Hartsilikondichtung um ein mögliches ausfließen des Betons an den Seiten während des Pumpvorgangs zu vermeiden. Um möglichst keine Luft zwischen den Kolben und der Betonmischung zu haben, wurde ein kleines Loch in der Mitte des Kolbens gebohrt wodurch die Luft entweichen kann. Nachdem der Kolben die Mischungsoberfläche berührt hat und somit keine Luft mehr dazwischen ist, wird das Lüftungsloch durch eine Schraube verschloßen.

Der Kolben ist über ein 40 cm langes Kunststoffrohr mit einer Materialprüfmaschine (Zwick Z250) verbunden, mit der es möglich ist eine definierte Kraft bzw. einen definierten Weg einzustellen, mit der der Kolben durch den Zylinder gedrückt wird. Die maximale Verschiebungsgeschwindigkeit dieser Materialprüfmaschine beträgt 425.48 mm/min. Für die Versuche wird die Maschine weggesteuert, das bedeutet, dass ein bestimmter Maschinenweg eingestellt wird der in einer bestimmten Zeit erreicht werden soll, so ist es möglich eine konstante Geschwindigkeit der Betonmischung in den Glasrohren zu erreichen. Die Materialprüfmaschine ist mit einem Computer verbunden der als Ausgangsdaten die Kraft angibt, die notwendig ist um diese Geschwindigkeit entlang des Rohrs zu halten. Durch die Kraft und den Querschnitt der Rohre ist es weiters auch möglich den Druckverlauf für die verschiedenen Mischungen entlang der Rohre während der Pumpversuche zu ermitteln.



**Abb. 5.1:** Skizze des aufgebauten Pumpsystems: Längsschnitt (links) und Querschnitt (rechts), alle Einheiten in mm.

Der Maschinenweg wird anhand des Verhätnisses  $D_{Zylinder} / D_{Rohr}$  in den Weg der von der Mischung im Rohr zurückgelegt wird, umgerechnet. Die Materialprüfmaschine in Kombination mit dem Zylinder, ermöglicht es eine maximale Geschwindigkeit der Mischung von 1.0 m/s im Rohr zu erreichen, das entspricht bei einem verwendeten Rohrdurchmesser von 16 mm, einem Volumenstrom von 0.2 L/s. Die geometrischen Daten sowie die Kapazität des aufgebauten Pumpsystems sind in Tabelle 5.1 dargestellt.

Zylir	nder		Rohr		
Durchmesser	190.0	mm	Durchmesser	16.0	mm
Querschnitt	28352.87	mm²	Querschnitt	201.06	mm²
Höhe	300.0	mm	Länge	10.0	m
Volumen	8.51	Liter	Volumen	2.01	Liter
Maaabiaaaaabuuiaalialusit			Strömungsgeschwindigkeit	0.5 - 1.0	m/s
waschinengeschwindigkeit	212.74 - 425.48	mm/min	Volumenstrom	0.1 - 0.2	L/s

Tabelle 5.1: Geometrische Daten und Kapazität des aufgebauten Pumpsystems.



Abb. 5.2: Foto vom Versuchsaufbau für die Pumpversuche.

In Abbildung 5.2 ist der Versuchsaufbau nach der Fertigstellung zu sehen. Die Verbindung vom Stahlrohr der Pumpe mit den Glasrohren erfolgt durch einen flexiblen Übergangsschlauch. Die Glasrohre haben einen Innendurchmesser von  $d_{innen} = 16$  mm, einen Aussendurchmesser von  $d_{aussen} = 18$  mm und eine Länge von 10 m. Die Rohre werden auf ein horizontales Holzbrett gelegt und durch Leisten seitlich fixiert damit sie gerade Verlaufen und es keine Bewegung der Rohre während der Pumpversuche gibt (Abb. 5.3). Das Holzbrett wird nach jedem Meter markiert um die Durchströmungsgeschwindigkeit der Mischung zu überprüfen, außerdem dienen diese Markierungen zur Probenentnahme nach dem Aushärten des Betons in den Rohren.



Abb. 5.3: Lage der Glasrohre für die Pumpversuche.

### 5.2 Zementmischungen und Mischvorgang

#### Zementmischungen für die Pumpversuche

Für die insgesamt drei Pumpversuche wurden 2 verschiedene Zementmischungen verwendet. Aus den Vorversuchen ergab sich, dass die Auswertung der Proben nach dem Aushärten des Betons und somit die Feststellung einer eventuellen Partikelmigration mit dem oben beschriebenen Quarzsand sehr schwierig ist, da es aufgrund der durchsichtigen Körner, einen zu geringen Kontrast zwischen Sand und Zement gibt um eine genaue Bilderanalyse durchzuführen. Um eine möglichst gleiche Konsistenz der Zementmischung zu haben, wurden rote sphärische Glaskugeln gewählt, die eine ähnliche Rohdichte ( $\rho = 2700 \text{ kg/m}^3$ ) wie der Quarzsand haben, mit einem Durchmesser von 1.00 mm bis 1.30 mm.

Für die Pumpversuche wurde eine Mischung mit 20% Volumenanteil (Mischung 20) der Glaskugeln und eine Mischung mit 30% Volumenanteil (Mischung 30) der Glaskugeln hergestellt. Dabei wurde der W/Z-Wert sowie die zementbezogenen Fließmittel- und Verzögereranteile konstant gehalten. Die genaue Zusammensetzung der Mischungen ist in Tabelle 5.2 dargestellt.

	Mischung 20	Mischung 30
W/Z - Wert	0.3	0.3
Zement [kg]	12.85	11.24
Wasser [kg]	3.65	3.19
Glaskugeln [kg]	5.40	8.10
Fließmittel [g]	160.0 (1.25% vom ZG)	140.0 (1.25 % vom ZG)
Verzögerer [g]	50.0 (0.4% vom ZG)	45.0 (0.4% vom ZG)

Tabelle 5.2: Zusammensetzung der 10 Liter Mischungen für die Pumpversuche.

#### **Mischvorgang**

Für die Experimente wurden jeweils 10 Liter Mischung hergestellt, wobei die Mischung durch einen Handrührer wie folgt realisiert wurde: 1 Minute Trockenmischung vom Zement mit den Glaskugeln, dannach Zugabe des Wassers in einem Zeitraum von 30 Sekunden und nochmalige Mischung von insgesamt 5 Minuten. Die Betonzusatzmittel (Fließmittel und Verzögerer) wurden zusammen mit dem Wasser in die Mischungen eingebracht.

### 5.3 Bestimmung der Fließgrenze durch das Fließmaß

Für die beiden Zementmischungen wurde jeweils vor den Versuchen auch das Fließmaß durch einen Ausbreitversuch bestimmt. Anhand der Werte wurde die Fließgrenze für die jeweilige Mischung bestimmt und mit den Werten aus den rheologischen Messungen mit dem Rotationsrheometer Viskomat NT verglichen. Die Ausbreitversuche wurden mit dem Hängermann-Trichter durchgeführt, dessen Geometrie in Abbildung 5.4 dargestellt ist. Die Füllung mit der Zementmischung erfolgte sofort nach dem Ende des Mischvorgangs für die Pumpversuche.



Abb. 5.4: Geometrie des Hängermann-Trichters [28].

Nach dem abziehen des Trichters wird für eine Kurze Zeit abgewartet bis der fließende Frischbeton zum Stillstand kommt. Im Anschluß wurde der Durchmesser in zwei Richtungen (gegeneinander rechtwinklig) gemessen und der Mittelwert bestimmt.

Für die Berechnung der Fließgrenze aus dem Fließmaß wurde die Gleichung 5.1 [28] benutzt. Diese Gleichung ist vorallem für große Fließmaße ( >20cm) geeignet.

$$\tau_0 = \frac{225 \,\rho \,\mathrm{g} \,\mathrm{V}^2}{128 \,\pi^2 \,\mathrm{R}^5} \tag{5.1}$$

mit:

```
\rho - Frischbetondichte [kg/m³]
```

```
V - Volumen der Probe [m<sup>3</sup>]
```

- R Ausbreitradius [m]
- g Erdbeschleunigung  $[m/s^2]$

Die Ergebnisse der Ausbreitversuche und die dazugehörigen abgeleiteten Fließgrenzen für die Mischung 20 und 30, sind in Tabelle 5.3 zu sehen.

**Tabelle 5.3:** Ergebnisse der Ausbreitversuche mit dem Hängermann-Trichter und<br/>die dazugehörigen abgeleiteten Werte der Fließgrenze.

	Fließmaß [cm]	Fließgrenze [Pa]
Mischung 20	30.0	6.02
Mischung 30	27.0	10.47

Aus den rheologischen Messungen mit dem Rotationsrheometer wurden wie oben beschrieben bereits die Fließgrenzen der beiden Mischungen ermittelt ( $\tau_{0,20}$  = 8.0 Pa und  $\tau_{0,30}$  = 9.0 Pa) und man sieht, dass es eine gute Übereinstimmung gibt.

### **5.4 Pumpversuche**

Es wurden mehrere Pumpversuche mit dem oben beschriebenen Versuchsaufbau durchgeführt. Für die Auswertung jedoch werden nur drei Pumpversuche (bei unterschiedlichen Randbedingungen) herangezogen.

Nach dem Mischvorgang und vor den Pumpversuchen wurde für jede Mischung ein Ausbreitversuch mit dem Hängermann-Trichter durchgeführt. Zusätzlich werden noch zylinderförmige Proben (d = 45 mm und h = 90mm) für jede Mischung entnommen, die als Referenz für die Glaskugelkonzentration der Mischungen während der Bilderanalyse der Rohrproben mit ImageJ, dienen sollen. Im Anschluß an die Experimente werden die rheologischen Messungen durchgeführt, die in erster Linie dazu dienen die rheologischen Kenngrößen wie die Fließgrenze und die Viskosität der Mischungen zu ermitteln. Anhand dieser Kenngrößen wurden auch die theoretischen Strömungsprofile der Zementmischungen während der Pumpversuche ermittelt.

#### Pumpversuch Nr. 1

Für den ersten Pumpversuch wurde die Mischung 20 benutzt, wobei der Mischvorgang wie oben beschrieben erfolgte. Dieser Versuch wurde durch das trockene Glasrohr durchgeführt, die eingestellte Geschwindigkeit der Mischung durch das Rohr beträgt 0.5 m/s. Vor dem Versuch wurde noch eine Null Messung durchgeführt, das bedeutet, dass ohne Anschließen des Rohrs (inklusive Übergangsrohr) die Mischung für 5 Sekunden bei einer Maschinengeschwindigkeit von 212.74 mm/min aus dem Zylinder gepumpt wurde. Dieser Prozess soll sicherstellen, dass der Pumpvorgang ohne Problem funktioniert, gleichzeitig wird auch der Weg der Zementmischung vom Zylinder bis zum Übergangsschlauch mit der Zementmischung gefüllt, so dass der Druckverlust während des Übergangs der Zementmischung vom Zylinder in das Rohr so gering wie möglich gehalten wird. Durch die Materialprüfmaschine mit der die Pumpe verbunden ist, ist es möglich den Kraftverlauf während des Pumpvorgangs festzuhalten. Anhand des Kraftverlaufes wird dann der dazugehörige Druckverlauf entlang des Rohrs ermittelt. Aus den Vorversuchen ergab sich im Bereich der Verbindung zwischen Übergangsschlauch und Glasrohr, dass eine maximale Kraft von 30 000 N aufgenommen werden kann. Aus diesem Grund werden die Versuche unabhängig vom Weg den die Mischung im Rohr zurückgelegt hat, unter diesem Wert gestoppt. Die Auswertung der Ergebnisse bezüglich des Kraft- bzw. Druckverlaufs wird ab dem Punkt gemacht, indem die Mischung in das Rohr Eintritt. Unter der Annahme, dass es keinen oder nur einen sehr kleinen Druckverlust im Bereich des Übergangsschlauchs gibt, wird dieser Weg rechnerisch aus der Auswertung herausgenommen.

Der erste Pumpversuch wurde aufgrund der maximal aufnehmbaren Kraft bei einer Länge von ca. 6 m gestoppt. Der dazugehörige Kraftverlauf während dieses Versuchs ist in Abbildung 5.5 dargestellt.



**Abb. 5.5**: Kraftverlauf entlang des Rohrs während des ersten Pumpversuchs mit der Mischung 20.

Wie schon oben erwähnt erfogt die Auswertung ab dem Punkt in dem die Mischung in das Rohr eindringt, somit müsste es ab diesem Punkt einen anähernd linearen Kraftverlauf geben. Um diese Annahme zu Überprüfen wurde die Geschwindigkeit der Zementmischung nach dem sie in das Rohr eindgedrungen ist, graphisch dargestellt (Abb. 5.6). Aus dieser Darstellung sieht man, dass es keinen maßgebenden Geschwindigkeitsverlust im Bereich des Übergangsschlauches gibt (v  $\approx 0.5$  m/s).



**Abb. 5.6:** Geschwindigkeit der Zementmischung nach dem Eindringen in das Glasrohr für den ersten Pumpversuch mit der Mischung 20.

#### Pumpversuch Nr. 2

Der zweite Pumpversuch wurde mit der Mischung 30 durchgeführt. Auch hier wurde der Versuch durch das trockene Glasrohr, mit einer eingestellten Geschwindigkeit von 0.5 m/s durchgeführt. Der Unterschied zum ersten Pumpversucht ist der höhere Volumenanteil der Glaskugeln, der bei dieser Mischung bei 30% liegt. Mit diesem Versuch soll der Einfluss der Glaskugelnkonzentration auf den Kraft- bzw. Druckverlauf und auf eine eventuelle Partikelmigration untersucht werden. Auch bei diesem Versuch wurde analog zum ersten Versuch eine Nullmessung durchgeführt bevor die Zementmischung durch das Rohr gepumpt wurde. Um vergleichbare Ergebnisse zu bekommen wird der Pumpversuch bei einer Länge von ca. 6 m gestoppt (außer die maximal aufnehmbare Kraft wird früher überschritten). Wie beim ersten Versuch wird auch hier angenommen, dass der Druckverlust im Bereich des Übergangs von der Pumpe zum Rohr, vernachlässigbar ist. Der Kraftverlauf für den zweiten Pumpversuchs ist in Abbildung 5.7 dargestellt.



**Abb. 5.7:** Kraftverlauf entlang des Rohrs während des zweiten Pumpversuchs mit der Mischung 30 (grüne Linie). Zum Vergleich ist der Kraftverlauf während des ersten Pumpversuchs mit der Mischung 20 (blaue Linie) dargestellt.

Wenn man die beiden Kraftverläufe vergleicht sieht man keine großen Unterschiede. Aufgrund des höheren Glaskugelanteils beim zweiten Pumpversuch (Mischung 30) wird dort ein höherer Kraftverlauf erwartet. Wenn man jedoch die Werte der Visksoität der beiden Mischungen (20 und 30) betrachtet (Kapitel 4) dann wird es verständlich, dass diese Werte sehr nah bei einander liegen und es so zu keinem höheren Kraftverlauf kommen kann. Unterschiede bezüglich des Kraftverlaufs werden deutlicher wenn der Volumenanteil der Glaskugeln deutlich erhöht wird, dies ist jedoch mit diesem Versuchsaufbau aufgrund der begrenzten Maximalkraft die die Verbindungen aufnehmen können, nicht möglich.

#### Pumpversuch Nr. 3

Für diesen Versuch wurde wieder die Mischung 30 verwendet. Der Unterschied zum zweiten Pumpversuch ist, dass vor dem Pumpversuch Wasser durch das Rohr gepumpt wurde. Durch diese veränderte Randbedingung soll der Einfluss einer vorhandenen Wasserschicht an der Rohrwandoberfläche auf eine mögliche quantitative Veränderung der Gleitschicht während des Pumpvorgangs analysiert werden. Wie bei den vorherigen Versuchen wird auch hier eine Geschwindigkeit von 0.5 m/s eingestellt und der Versuch nach Erreichen von ca. 6 m manuell gestoppt. Der Kraftverlauf während dieses Pumpversuchs sowie eine Gegenüberstellung mit dem Kraftverlauf während des zweiten Pumpversuchs ist in Abbildung 5.8 dargestellt.





Wie zu erwarten sind die Werte des Kraftverlaufs beim dritten Pumpversuch kleiner als beim zweiten Pumpversuch. Dadurch, dass vor dem dritten Pumpversuch Wasser durch das Rohr gepumpt wurde, ergibt sich ein geringerer Widerstand an der Kontaktfläche zwischen Zementmischung und Rohrwand. Wie sich dieser Unterschied auf die Partikelmigration auswirkt wird bei der Auswertung der mikroskopischen Bilder der Rohrproben erläutert.

Die Geschwindigkeit der Zementmischung für die letzten zwei Versuche ist im Vergleich zum ersten Pumpversuch minimal niedriger, jedoch ist dieser Abfall für beide Versuche identisch, was einen Vergleich ermöglicht (Abb. 5.9).



**Abb. 5.9:** Geschwindigkeit der Zementmischungen nach dem Eindringen in das Glasrohr für den zweiten- und dritten Pumpversuch mit der Mischung 30.

### 5.5 Auswertung der Partikelmigration durch Bilderbearbeitung der Proben

Die Auswertung einer möglichen Partikelmigration während der Pumpversuche erfolgt durch die Bilderbearbeitung der Proben nach dem Aushärten des Betons in den Rohren. Bei den Proben handelt es sich um 5 cm lange Rohrteile, die nach jedem Meter die die Mischung im Rohr zurückgelegt hat, geschnitten wurden. Dannach wurden die Oberflächen dieser Proben mit einer Schleifmaschine (Körnung K220) geschliffen um einen möglichst guten Kontrast zwischen den Glaskugeln und dem Zement zu erreichen. Nach diesem Prozess werden Fotos der Proben mit einem Mikroskop gemacht, die im Anschluß durch die Bildbearbeitung mit der Software "Image]" ausgewertet werden. Eine exemplarische Darstellung eines Fotos einer Probe nach dem Schneiden und Schleifen ist in Abbildung 5.10 dargestellt.



**Abb. 5.10:** Exemplarische Darstellung einer Rohrprobe nach dem Schleifen der Querschnittsoberfläche.

Vor den Pumpversuchen wurde für jede Mischung eine zylinderförmige Probe (d = 45 mm und h = 90 mm) entnommen, die als Referenz dienen soll und somit einen Vergleich der Glaskugelkonzentration vor und nach dem Pumpen ermöglicht. Diese Referenzproben werden nach dem Aushärten der Länge nach geschnitten und wie schon bei den Rohrproben die Oberflächen mit der Schleifmaschine geschliffen. Im Anschluß werden Fotos mit einem Mikroskop auf drei unterschiedlichen höhen (oben, mitte und unten) gemacht und durch Bearbeitung dieser Bilder mit ImageJ der Glaskugelanteil festgestellt (Tab. 5.4). Diese Proben werden zusätzlich noch herangezogen um eine Aussage über sie Stabilität der Betonmischung zu treffen bzw. eine mögliche Sedimentation der Glaskugeln festzustellen.

	Glaskugelanteil Mischung 20 [%]	Glaskugelanteil Mischung 30 [%]
oben	20.01	30.55
mitte	18.48	30.39
unten	18.58	29.03
Mittelwert	19.02	30.03

**Tabelle 5.4:** Ermittelte Glaskugelanteile der Referenzproben für die Mischung 20 undMischung 30.

Aus den Ergebnissen ist zu sehen, dass die Referenzproben homogen sind und, dass die Mischungen zudem auch stabil sind. Dass es keine Sedimentation gibt ist eine wichtige Erkenntnis für die weitere Auswertung der Rohrproben, da es eine Verfälschung der Ergebnisse aufgrund der Setzung der Glaskugeln ausschließt.

Um eine eventuelle Partikelmigration festzustellen werden die Querschnittsflächen der Rohrproben (Innenradius von R = 8 mm) in drei Bereiche mit einer anähernd gleichen Fläche geteilt:

- innerer Kreis mit einem Radius  $r_1 = 4.62 \text{ mm}$
- mittlerer Ring mit einem Radius  $r_2 = 6.53$  mm
- äußerer Ring mit einem Radius r<sub>3</sub> = 8.00 mm

Für jede dieser Flächen wird der Glaskugelanteil ermittelt, somit ist es möglich das Verhalten der Glaskugeln innerhalb der Querschnitte während den Pumpversuchen zu quantifizieren. In Abbildung 5.11 ist eine exemplarische Darstellung dieser Aufteilung zu sehen.



**Abb. 5.11:** Skizze der der aufgeteilten Bereiche der Rohrproben während der Bilderbearbeitung mit ImageJ

Diese Auswertung der Querschnitte wurde wie oben beschrieben, nach jedem Meter nach der Einpumpstelle gemacht, somit soll auch die Verteilung der Glaskugeln in Abhängigkeit der Durchflusslänge ermittelt werden. Gegen Ende der Rohre wurde jedoch ein erheblicher Anstieg der Glaskugelkonzentration festgestellt. Aus diesem Grund wurden in diesem Bereich die Proben in kürzeren Abständen (5 cm - 10 cm) geschnitten. Die Glaskugelkonzentration in Abhängigkeit der Entfernung von der Einpumpstelle sowie der radialen Enfernung von der Rohrmitte, wird im weiteren Verlauf für alle drei Pumpversuche graphisch dargestellt.



**Abb. 5.12:** Glaskugelkonzentration entlang des Rohrs für den ersten Pumpversuch mit der Mischung 20: innerer Kreis (blaue Linie), mittlerer Ring (rote Linie) und äußerer Ring (grüne Linie). Mit der schwarzen Linie ist die Glaskugelkonzentration der Referenzprobe dargestellt.



**Abb. 5.13:** Glaskugelkonzentration entlang des Rohrs für den zweiten Pumpversuch mit der Mischung 30: innerer Kreis (blaue Linie), mittlerer Ring (rote Linie) und äußerer Ring (grüne Linie). Mit der schwarzen Linie ist die Glaskugelkonzentration der Referenzprobe dargestellt.



**Abb. 5.14:** Glaskugelkonzentration entlang des Rohrs für den dritten Pumpversuch mit der Mischung 30: innerer Kreis (blaue Linie), mittlerer Ring (rote Linie) und äußerer Ring (grüne Linie). Mit der schwarzen Linie ist die Glaskugelkonzentration der Referenzprobe dargestellt.

### 5.6 Interpretation der Ergebnisse

Ein Phänomen, das bei allen drei Pumpversuchen auffällt, wenn man den Verlauf der Glaskugelkonzentration entlang der Rohre beobachtet, ist der große Anstieg der volumenbezogenen Glaskugelanteile am Ende der Glasrohre (Kopf der Strömung). Aus dem ersten Pumpversuch mit der Mischung 20 ergibt sich nach 1.0 m eine mittlere Glaskugelkonzentration von 21.8%, dagegen steigt dieser Wert bei einer Länge von 5.65 m auf 24% an. Für den zweiten Pumpversuch mit der Mischung 30 wurde nach 1.0 m eine mittlere Glaskugelkonzentration von 28% ermittelt und auch hier steigt dieser Wert nach 6.65 m auf 48% an. Das gleiche Phänomen ist auch beim dritten Pumpversuch mit der Mischung 30 zu sehen, mit einer mittleren Glaskugelkonzentration von 30% nach 1.0 m und 46.3% nach 6.2 m. Dadurch, dass die Glaskugeln während der Strömung Richtung Zentrum migrieren, formt sich der sogenannte "plug" der sich schneller bewegt als der Rest der Mischung. Nachdem der Pumpvorgang gestoppt wird bleibt demenstprechend am Ende des Rohrs dieser "plug" mit einer höheren Glaskugelkonzentration übrig.

Die Ergebnisse zeigen auch, dass es eine erhöhte Konzentration der Glaskugeln im Zentrum gibt, was auf eine Partikelmigration aufgrund der höheren Scherraten an den Rohrwänden zurückzuführen ist. Beim ersten Pumpversuch (Abb. 5.12) ist dieses Phänomen im Ansatz erst ab einer Länge von 4.0 m zu sehen. Der stationäre Zustand um eine engültige Partikelmigration zu erreichen, kann nach der Formel (2.11)[31] berechnet werden:

$$t_s = [(H/a)^3 \cdot (a/u)] = [(16/0.65)^3 \cdot (0.65/500)] = 19.4 s$$

daurch, dass die Strömungsgeschwindigkeit (v = 0.5 m/s) während der Experimente bekannt ist, ergibt sich eine Länge von L =  $0.5 \cdot 19.4 = 9.7 \text{ m}$ , um diesen stationären Zustand der Partikelmigration zu erreichen. Diese Länge wurde aufgrund der zu geringen Kapazität des Pumpsystems nicht erreicht und somit wurde der Prozess der Partikelmigration nicht ganz abgeschloßen. Beim ersten Pumpversuch wurde die Mischung mit 20% volumenbezogenen Glaskugelanteil benutzt, bei diesem Wert ist auf Grund der geringeren Kontaktflächen bzw. Wechselwirkungen zwischen den Glaskugeln, eine Partikelmigration schwieriger. Diese Annahme würde im Ansatz mit den Erkenntnissen von [35] übereinstimmen (Abb. 2.14).

Im zweiten Pumpversuch (Abb. 5.13) ist im Gegensatz zum ersten Versuch eine klarere Partikelkonzentration im Zentrum zu beobachten. Auch in diesem Fall gibt es erst ab einer Länge von ca. 3.0 m einen klaren Unterschied zwischen den drei Bereichen zu sehen, jedoch ist trotzdem für die gesamte Länge ein deutlicher Unterschied der Glaskugelkonzentration zwischen dem inneren Kreis (blaue Linie) und dem äußeren Ring (grünne Linie) zu sehen. Aufgrund des höheren volumenbezogenen Glaskugelanteils, steigt hier auch die Anzahl der Kontaktflächen (im Gegensatz zum ersten Pumpversuch) zwischen den Glaskugeln und somit ist eine Partikelmigration wahrscheinlicher. Wie schon beim ersten Pumpversuch wurde auch hier der stationäre Zustand der Partikelmigration nicht erreicht (L = 9.7 m) und somit zeigen dieser Verläufe keine finalen Ergebnisse der Partikelmigration.

Die Ergebnisse des dritten Pumpversuchs (Abb. 5.14) zeigen die eindeutigsten Ergebnisse bezüglich der Partikelmigration, wenn man die drei Pumpversuche miteinander vergleicht. Dabei gibt es während der gesamten Länge einen konstant höheren volumenbezogenen Glaskugelanteil im inneren Kreis (blaue Linie), dieser Glaskugelanteil fällt im mittleren Ring sichtbar ab (rote Linie) und erreicht ihren niedrigsten Wert im äußeren Ring (grüne Linie). Auch bei diesem Versuch wurde wie schon beim zweiten Pumpversuch die Mischung mit 30% Glaskugelanteil benutzt und somit ist bei diesem Wert augfrund der höheren Wechselwirkung zwischen den Glaskugeln eine größere Partikelmigration zu erwarten. Wie schon bei den ersten zwei Pumpversuchen wurde auch hier die Länge von 9.7 m nicht erreicht und somit ist die Partikelmigration nicht abgeschloßen. Der Unterschied zum zweiten Pumpversuch liegt darin, dass eine Wasserschicht an der Rohrwand vorhanden war, bevor die Zementmischung durch das Rohr gepumpt wurde. Dadurch, dass der zweite Pumpversuch durch die trockenen Rohre durchgeführt wurde, hat die Zementmischung mehr Wasser abgegeben um die Gleitschicht ("lubrification layer") zu formen, die für den Pumpvorgang notwendig ist. Dagegen gibt es beim dritten Pumpversuch aufgrund der vorhandenen Wasserschicht eine Veränderung des Geschwindigkeitsgradienten an der Rohrwand, was sich auf die Gleitschicht auswirkt und somit die Partikelmigration beeinflusst. Dieses Phänomen wirkt sich dann auch auf den Kraftverlauf während der Pumpversuche aus, wenn man den zweiten und dritten Pumpversuch miteinander vergleicht (Abb. 5.8).

### 6 Zusammenfassung und Ausblick

Das Pumpen von Beton ist bei den steigenden Ansprüchen an Bauwerke (höhere Gebäude, längere Spannbetonbrücken, etc.) aus wirtschaftlicher-und bautechnischer Sicht fast unersetzbar. Aufrgrund der komplexen Struktur die der Frischbeton oder generell Zementsuspensionen aufweisen, ist das Verhalten dieser Suspensionen während des Pumpvorgangs viel schwieriger zu beschreiben als bei newtonschen Suspensionen. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde mit Hilfe von Experimenten und rheologischen Messungen das Verhalten von Zementsuspensionen während des Pumpvorgangs untersucht und anhand der Ergebnisse die maßgebenden Faktoren die zu Heterogenitäten führen, dargestellt.

Die rheologischen Messungen haben gezeigt, dass die Auswahl des Messverfahrens, eine große Rolle für die Genauigkeit der ermittelten Kenngrößen spielt. Da es sich bei Zementmischungen um komplexe Suspensionen handelt wurden die Messverfahren so gewählt, dass die Einflüsse wie Thixotropie oder Strukturviskosität so gering wie möglich gehalten werden um so möglichst realitätsnahe Kenngrößen (Fließgrenze, Viskosität, etc.) zu bestimmen.

Besonders aufgefallen ist der Einfluss der Vorscherung auf die ermittelten Kenngrößen. Dieser Einfluss war je nach Verfahren und somit Größenordnung bzw. Zeitdauder der Vorscherung, unterschiedlich. Diese Erkenntnis lässt sich auf einer Seite mit dem strukturviskosen Verhalten von Zementmischungen erklären und kann dazu noch bei Langzeitmessungen (Messungen mit der Vane-Messzelle) auf eine mögliche Partikelmigration zurückgeführt werden. Neben dem Einfluss auf die rheologischen Kenngrößen zeigte die Scherbeanspruchung auch Auswirkungen auf die Stabilität der Zementmischung. Diese Erkenntnis ist vorallem bei der Nutzung von Pumpbeton oder bei selbsverdichtendem Beton (SVB), die in der Regel eine niedrige Fließgrenze aufweisen, sehr wichtig, da es nach dem Betoniervorgang zur Sedimentation kommen kann.

Durch Anpassung der rheologischen Modelle an die ermittelten Fließkurven wurden die theoretsichen Strömungsprofile der jeweiligen Mischung ermittelt. Die Ergebnisse zeigen dabei, dass die Zementmischungen eine sehr geringe Abweichung von den parabolischen Strömungsprofilen haben und es somit eine geringe Abstumpfung der Profile im Zentrum gibt. Es ist zu betonen, dass diese Strömungsprofile nur anhand der rheologischen Kenngrößen der Zementmischungen bestimmt wurden und die Partikelmigration während der Pumpversuche (die einen großen Einfluss auf den Verlauf der Strömungsprofile hat) nicht berücksichtigt wurde. Inwieweit diese ermittelten Strömungsprofile mit den tatsächlich auftretenden Strömungsprofilen übereinstimmen ist offen und müsste durch die Anwendung von Ultraschall-Geschwindigkeitsmesssystemen oder Magnetresonanztomographie - Systemen, während der Pumpversuche untersucht werden. Durch die Experimente wurde in erster Linie der Einfluss der Partikelvolumenkonzentration des Aggregates auf die scher-induzierte Partikelmigration untersucht. Die Pumpversuche haben gezeigt, dass es mit zunehmendem Partikelvolumenanteil des Aggregates und der damit verbundenen höheren Anzahl der Kontaktflächen zwischen den Partikeln während der Strömung, eine stärkere Partikelmigration gibt. Dieser Einfluss der Partikelvolumenkonzentration auf die Partikelmigration wurde durch den Vergleich von Zementmischungen mit einem Partikelvolumenanteil von 20% bzw. 30% eindeutig festgestellt. Ob dieser Einfluss auch bei Mischungen mit höheren Anteilen des Aggregates genau so maßgebend ist und ob es ab einen bestimmten Wert keinen Unterschied mehr gibt, bedarf einer genaueren Untersuchung. Es ist darauf hinzuweisen, dass diese Ergebnisse nur ein Tendenz zeigen sollen da, wenn man quantitativ ganauere Aussagen über diese Partikelmigration treffen will, ein stationärer Zustand der Partikelmigration erreicht werden muss. Aufgrund der Randbedingungen war das Erreichen dieses stationären Zustandes im Zuge dieser Arbeit nicht möglich und somit ist die Entwicklung der Partikelmigration nach dem Erreichen dieses Zustandes (längere Pumpversuche) genauer zu untersuchen.

Was den Einfluss der Rohrwandoberfläche betrifft, hat man gesehen, dass das Vorhandensein einer Wasserschicht an der Rohrwand, Auswirkungen auf die Partikelmigration hat. Dieses Verhalten ist vermutlich auf eine Veränderung des Geschwindigkeitsgradienten an der Rohrwand und folglich auf eine Veränderung der Gleitschicht zurückzuführen. Um diese These zu bestätigen sind genaue quantitative Untersuchungen der Dicke dieser Gleitschicht während der Pumpversuche (durch Nutzung von z.B. Ultraschall - Geschwindigkeitsmesssystemen) notwendig.

#### Literaturverzeichnis

- A. Karnis, H. L. Goldsmith und S. G. Mason. *The kinetics of Flowing Dispersions.* Pulp and Paper Research Institute of Canada and McGill University, Montreal, Jänner 1966, S. 531 - 551.
- [2] A. Yoshimura und R. K Prud'homme. *Wall Slip Corrections for Coutte and Parallel Disk Viscometers.* Journal of Rheology 32, Jänner 1988, S. 700-709.
- [3] A. Yoshimura, R. K Prud'homme, H. M. Princen und A. D Kiss. A comparison of Techniques for Measuring Yield Stresses. Journal of Rheology 31, Oktober 1987, S. 700 - 709.
- [4] C. Heese. Simulation des rheologischen Verhaltens von zementgebundenen Feinkornsystemen. Technische Universität Kaiserslautern, Fachbereich Bauingenieurwesen, Kaiserslautern, Dezember 2013, S. 5 - 8.
- [5] D. Leighton & A. Acrivos. *The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions*. Journal of Fluid Mechanics 181, 1987, S. 415 439.
- [6] DIN 1045-2:2014-08: Tragwerke aus Beton, Stahlbeton und Spannbeton Teil 2: Beton - Festlegung, Eigenschaften, Herstellung und Konformität -Anwendungsregeln zu DIN EN 206. Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, August 2014.
- [7] *DIN 1342-1:2003-11: Viskosität Teil 1: Rheologische Begriffe*. Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, November 2003.
- [8] *DIN 1342-2:2003-11: Viskosität Teil 2: Newtonsche Flüssigkeiten*. Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, November 2003.
- [9] *DIN 1342-3:2003-11: Viskosität Teil 3: Nicht-newtonsche Flüssigkeiten*. Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, November 2003.
- [10] DIN 53019-1:2001-01: Viskosimetrie Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern - Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie. Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, Februar 2001.
- [11] DIN 53019-2:2001-02: Viskosimetrie Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern - Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit. Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, Februar 2001.
- [12] DIN 53019-3:2001-03: Viskosimetrie Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern - Teil 3: Messabweichungen und Korrektionen. Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, Februar 2001.
- [13] F. Gadala-Maria & A. Acrivos. *Shear induced structure in a concetrated suspension of solid spheres*. Journal of Rheology 24, 1980, S. 799.

- [14] Fachhochschule Augsburg. *Praktikumsanleitung Viskosimetrie.* Maschinentechnisches Praktikum, 2002, S. 1 - 6.
- [15] G. Olvarlez, F. Mahaut, F. Bertrand und X. Chateau. *Flows and heterogeneities with a vane tool: Magnetic resonance imaging measurements.* Journal of rheology 55, American Institute of Physics, 2011, S. 197 223.
- [16] Handbuch: Mastersizer 3000. Malvern Instruments GmbH, Herrenberg. https://www.malvernpanalytical.com/de/products/product-range/mastersizerrange/mastersizer-3000 (aufgerufen am 22.08.2018).
- [17] Handbuch: Schleibinger Viskomat NT und Vikomat XL. Schleibinger Geräte Teubert und Greim GmbH, Buchbach - Deutschland, Oktober 2016. http://www.schleibinger.com/cmsimple/?Rheologie:Viskomat\_NT\_-\_Rheometer \_f.\_Moertel\_und\_Leim&search=viskomat%2Cnt (aufgerufen am 10.07.2018).
- [18] J. Rotta. *Experimenteller Beitrag zur Entstehung turbulenter Strömung im Rohr.* Ingenieur-Archiv, Band 24, 1956, S. 258 - 281.
- [19] J. Spangenberg, N. Roussel, J. H. Hattel, H. Stang, J. Skocek und M. R. Geiker. Flow induced particle migration in fresh concrete: Theoretical frame, numerical simulations and experimental results on model fluids. Cement and Concrete Research 42, 2012, S. 633 - 641.
- [20] J. Yammine, M. Chaouche, M. Guerinet, M. Moranville und N. Roussel. From ordinary rheology concrete to self compacting concrete: A transiotion between frictional and hydrodynamic interactions. Cement and Concrete Research 38, 2008, S. 890 - 896.
- [21] M. Choi, N. Roussel, Y. Kim und J. Kim. *Lubrification layer properties during cocnrete pumping.* Cement and Concrete Research 45, 2013, S. 69 78.
- [22] M. Jolin, F. Chapdelaine, F. Gagnon und D. Beaupre. *Pumping concrete: a fundamental and practical approach.* Proceedings 10th Conference on Shotcrete for Underground Support, Whistler. 2006.
- [23] M. K. Lyon und L. G. Leal. An experimental study of the motion of concentrated suspensions in two-dimensional channel flow. Part 1. Monodisperse systems. University of California, Santa Barbara, California, Dezember 1997, S. 25 - 55.
- [24] M. P. Escudier und F. Presti. *Pipe Flow of a Thixotropic Fluid.* Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, Volume 62, Februar 1996, S. 291 - 306
- [25] Malvern Instruments Limited. *Understanding Yield Stress Measurements*. Malvern, UK, 2012, MRK1782-01.
- [26] N. Phan-Thien und Z. Fang. *Entrance Length and Pulsatile Flows of a Model Concentrated Susupension*. Journal of Rheology 40, 1996, S. 157 170.
- [27] N. Roussel, A. Lemaitre, R. J. Flatt und P. Coussot: Steady state flow of cement suspensions: A micromechanical state of the art. Cement and Concrete Research 40, 2010, S. 77 - 84.

- [28] N. Roussel, C. Stefani und R. Leroy. *From mini-cone test to Abrams cone test: measurement of cement-based materials yield stress using slump tests.* Cement and Concrete Research 35, 2005, S. 817 - 822.
- [29] N. Roussel. *Understanding the rheology of concrete.* Woodhead Publishing Limited, 2012, S. 331 350.
- [30] O. J. Mazanec. Charakterisierung der Mischzeit und des rheologischen Verhaltens ultrahochfester Betone unter Einbeziehung interpartikulärer Wechselwirkungen. Technische Universität München, Fakultät für Bauingenieur- und Vermessungswesen, München, März 2013, S. 82 - 88.
- [31] P. R. Nott und J. F. Brady. Pressure-driven flow of suspensions: simulation and theory. Division of Chemistry and Chemical Engineering, California Institute of Technology, California, April 1994, S. 157 - 197.
- [32] Q. D. Nguyen und D. V. Boger. *Direct Yield Stress Measurement with the Vane Method.* Journal of Rheology 29, 1985, S. 335 347.
- [33] Q. D. Nguyen und D. V. Boger. *Yield Stress Measurement for Concentrated Suspensions.* Journal of Rheology 27, 1983, S. 321 349.
- [34] R. Brummer. *Rheology Essentials of Cosmetic and Food Emulsions*. Springer Verlag, 2006, S. 64 72.
- [35] R. E. Hampton, A. A. Mammoli, A. L. Graham und N. Tetlow. *Migration of particles undergoing pressure-driven flow in a circular conduit.* Los Alamos National Laboratory, Los Alamos, New Mexico, Februar 1997, S. 621 638.
- [36] R. Vogel. Eine Messzelle für Spezialmörtel. Vortrag zum 16. Regensburger Baustoffkolloqium, März 2007. http://www.schleibinger.com/cmsimple/ ?Rheologie:Viskomat\_NT\_-\_Rheometer\_f.\_Moertel\_und\_Leim:Die\_Korbzelle (aufgerufen am 10.07.2018).
- [37] R. Weber. *The transport of concrete by pipeline.* Cement and Concrete Association, London, 1968.
- [38] R. J. Flatt, D. Larosa und N. Roussel. *Linking yield stress measurements: Spread test versus Viksomat.* Cement and Concrete Research 36, 2006, S. 99 109.
- [39] R. J. Flatt und P. Bowen. *Yodel: A yield stress model for suspensions*. Journal of the American Ceramic Society 89, 2005, S. 1244 1256.
- [40] S. Jacobsen, L. Haguan, T. A. Hammer und E. Kalogiannidis. *Flow conditions of fresh mortar and concrete in different pipes*. Cement and Concrete Research 39, 2009, S. 997 1006.
- [41] S. Morinaga. *Pumpability of concrete and pumping pressure in pipe line*. RILEM Seminar in Leeds 3, 1973, S. 1 39.
- [42] S. N. Aleekseev. On the calculation of resistance in the pipes of concrete pipes. Mekhanizatsiya Stroitel'stva 9, 1952, S. 8 - 13.

- [43] T. Chen. *Rheological Techniques for Yield Stress Analysis.* TA Instruments, Delaware, USA, RH025.
- [44] W. Ostwald. Grundriss der allgemeinen Chemie. 3. Auflage, 1899, S. 153 156.
- [45] Y. Qian und S. Kawashima. *Flow onset of fresh mortars in rheometers: Contribution of paste deflocculation and sand particle migration.* Cement and Concrete Research 90, 2016, S. 97 103.

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Plattenmodell für einfache Scherströmungen	. 4
2.2	Fließkurve für newtonsche Suspensionen	. 6
2.3	Vergleich von unterschiedlichen Fließkurven (links) und Viskositätskurven (rechts)	7
2.4	Zeitabhängiges Verhalten der Viskosität unter Scherbeanspruchung bei nicht-newtonschen Suspensionen	. 7
2.5	Fließkurve für nicht-newtonsche Suspensionen, nach dem Bingham-Modell (links) und nach dem Herschel-Bulkley Modell (rechts)	. 9
2.6	Skizze eines original Ostwald-Viskosimeter [44]	10
2.7	Standardgeometrie für einen Zylinder-Rotationsviskosimeter [10]	11
2.8	Strömungsprofil von newtonschen Suspensionen bei laminarer Strömung	12
2.9	Einfluss der Partikelvolumenanteile (c) auf die Strömungsprofile einer newtonschen Suspension für $R_0=0.4$ cm und b/ $R_0=0.028$ [1]	14
2.10	Einheitszelle für die Simulation zur Ermittlung der Partikelmigration nach <i>Nott</i> und <i>Brady</i> [31]	15
2.11	Partikelverteilung für die Simulation in Abhängigkeit der Zeitintervalle t für einen Flächenanteil der Partikel $\Phi_B$ = 0.4 und ein Verhältnis H/a= 18.32 [31]	16
2.12	Partikelkonzentration im stationären Zustand (a) und Strömungsprofile (b) für die Simulationen mit H/a=14.02, 18.32, 30.29, 40.40 und $\Phi_B$ = 0.4. Die parabolische Linie stellt das Strömungsprofil einer newtonschen Flüssigkeit dar [31]	17
2.13	Partikelkonzentration im stationären Zustand (a) und die Strömungsprofile (b) für die Simulationen mit $\Phi_B$ = 0.15, 0.30, 0.45 und H/a = 18.32. Die parabolische Linie stellt das Strömungsprofil eine newtonschen	10
211	Flussigkeit dar [31]	18
2.14	$a/R = 0.0625$ (rechts), für verschiedene Partikelvolumenanteile $\Phi$ [35]	20
2.15	Verteilung der Schubspannungen $\tau$ und Geschwindigkeitsprofil für Bingham-artige Suspensionen, beim Pumpen durch Rohre	22
2.16	Ermittlung der Strömungsprofile anhand des Übergangs vom farbigen Beton in den nicht-farbigen Beton: durch das PVC Rohr (oben) und durch das	
0.4 -	Plexiglassrohr (unten) [40]	23
2.17	Skizze der Schichten die wahrend des Pumpens von Betonmischungen durch Rohre auftreten [21]	27

2.18	Strömungsprofile anhand des Übergangs vom farbigen Beton in den nicht- farbigen Beton (oben) und Rohrwandoberfläche nach dem Ausschalen (unten) [40]	28
2.19	Ergebnisse der UVP Messung bezüglich der Dicke der Gleitschicht in Abhängigkeit des Volumenstroms [21]	29
3.1	Schematische Darstellung der Laserbeugungsmessung der Partikel mit dem Mastersizer 3000 [16]	32
3.2	Verteilungsfunktion (oben) und Durchgangskurve (unten) des Zements, gemessen mit dem Mastersizer 3000	33
3.3	Verteilungsfunktion (oben) und Durchgangskurve (unten) vom feinen Sand, gemessen mit dem Mastersizer 3000	34
3.4	Verteilungsfunktion (oben) und Durchgangskurve (unten) vom groben Sand, gemessen mit dem Mastersizer 3000	35
3.5	Bild der Glaskugeln durch das Mikroskop (links) und nach Bearbeitung mit ImageJ (rechts)	36
3.6	Verteilungsfunktion (oben) bzw. Durchgangskurve (unten) von den Glaskugeln, gemessen mit dem Mastersizer 3000 (rote Linie) und nach Bearbeitung der Bilder mit ImageJ (blaue Linie)	37
4.1	Doppelringspalt-Messzelle im Viskomat NT (links) [17] und Querschnitt durch die Ringräume der Messzelle (rechts) [36]	39
4.2	Digitaler Thermometer zur Temperaturmessung	41
4.3	Verlauf der Schubspannung τ während der Kalibrierung des Rheometers Viskomat NT	42
4.4	Scheinbare Viskosität der Standardflüssigkeiten nach Messung mit dem Rheometer Viskomat NT (x) im Vergleich zu den angegebenen Werten vom Hersteller (-)	42
4.5	Ergebnisse der Winkelkalibrierung in Abhängigkeit der Umdrehungsgeschwindigkeit für den Rheometer Viskomat NT	44
4.6	Scheinbare Viskosität in Abhängigkeit des auftretenden Drehmoments für die jeweilige Umdrehungsgeschwindigkeit. Mit der schwarzen Linie ist die Viskosiät die vom Hersteller angegeben ist, dargestellt	45
4.7	Exemplarische Darstellung des zeitabhängigen Verlaufs der Schubspannung τ	47
4.8	Viskositätskurven für die Mischungen 10, 20 und 30. Die Mischungen mit dem feinen Sand sind mit der blauen Linie dargestellt, dagegen sind die Mischungen mit dem groben Sand mit der roten Linie dargestellt	47
4.9	Zeitabhängiger Verlauf der Schubspannung τ für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie)	49

4.10	Fließkurve mit Regression nach dem Bingham-Modell für die Mischung 20 (oben) und Mischung 30 (unten)	50
4.11	Viskositätskurve für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie)	51
4.12	Spannungsrampe und Interpretation der Fließgrenze nach der tangentialen Methode für die Mischung 20 (oben) und Mischung 30 (unten)	53
4.13	Zeitabhängiger Verlauf der Schubspannung τ für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie)	55
4.14	Fließkurve für die Mischung 20 (rote Linie) und Mischung 30 (blaue Linie)	56
4.15	Gegenüberstellung der Viskositätskurven für das Verfahren bei niedrigen Scherraten (blaue Linie) und das Verfahren bei hohen Scherraten (rote Linie). Oben ist der Verlauf für die Mischung 20 und unten für die Mischung 30 dargestellt	57
4.16	Verlauf der Fließkurve für die Mischung 20 (rote Punkte) und Anpassung des Herschel-Bulkley Modells (blaue Linie) an diese Werte	58
4.17	Verlauf der Fließkurve für die Mischung 30 (rote Punkte) und Anpassung des Herschel-Bulkley Modells (blaue Linie) an diese Werte	59
4.18	Strömungsprofile (blaue Punkte) für die Mischung 20 (oben) und die Mischung 30 (unten). Mit der schwarzen Linie ist zum Vergleich das parabolische Strömungsprofil einer newtonschen Suspensionen bei	
4.40	gleichen Randbedingungen, dargestellt	61
4.19	Querschnitt durch die Vane-Messzelle und den Messtopf	62
4.20	Skizze der Vane-Messzelle im Messtopf und die dazugehörigen Schnitte für die Auswertung der Glaskugelkonzentration	63
4.21	Fotos der Vaneprobe nach dem Schleifen der Querschnittsoberflächen: Schnitt A (links) und Schnitt B (rechts)	64
5.1	Skizze des aufgebauten Pumpsystems: Längsschnitt (links) und Querschnitt (rechts), alle Einheiten in mm	67
5.2	Foto vom Versuchsaufbau für die Pumpversuche	68
5.3	Lage der Glasrohre für die Pumpversuche	68
5.4	Geometrie des Hängermann-Trichters [28]	70
5.5	Kraftverlauf entlang des Rohrs während des ersten Pumpversuchs mit der Mischung 20	72
5.6	Geschwindigkeit der Zementmischung nach dem Eindringen in das Glasrohr für den ersten Pumpversuch mit der Mischung 20	73

5.7	Kraftverlauf entlang des Rohrs während des zweiten Pumpversuchs mit der Mischung 30 (grüne Linie). Zum Vergleich ist der Kraftverlauf während des ersten Pumpversuchs mit der Mischung 20 (blaue Linie) dargestellt	74
5.8	Kraftverlauf entlang des Rohrs während des dritten Pumpversuchs mit der Mischung 30 (rote Linie). Zum Vergleich ist der Kraftverlauf während des zweiten Pumpversuchs mit der Mischung 30 dargestellt (grüne Linie)	75
5.9	Geschwindigkeit der Zementmischungen nach dem Eindringen in das Glasrohr für den zweiten- und dritten Pumpversuch mit der Mischung 30	75
5.10	Exemplarische Darstellung einer Rohrprobe nach dem Schleifen der Querschnittsoberfläche	76
5.11	Skizze der der aufgeteilten Bereiche der Rohrproben während der Bilderbearbeitung mit ImageJ	77
5.12	Glaskugelkonzentration entlang des Rohrs für den ersten Pumpversuch mit der Mischung 20: innerer Kreis (blaue Linie), mittlerer Ring (rote Linie) und äußerer Ring (grüne Linie). Mit der schwarzen Linie ist die	70
5.13	Glaskugelkonzentration der Referenzprobe dargestellt Glaskugelkonzentration entlang des Rohrs für den zweiten Pumpversuch mit der Mischung 30: innerer Kreis (blaue Linie), mittlerer Ring (rote Linie) und äußerer Ring (grüne Linie). Mit der schwarzen Linie ist die Glaskugelkonzentration der Referenzprobe dargestellt	78
5.14	Glaskugelkonzentration entlang des Rohrs für den dritten Pumpversuch mit der Mischung 30: innerer Kreis (blaue Linie), mittlerer Ring (rote Linie) und äußerer Ring (grüne Linie). Mit der schwarzen Linie ist die Glaskugelkonzentration der Referenzprobe dargestellt	79

# Tabellenverzeichnis

3.1	Partikelgrößenverteilung der untersuchten Materialien
3.2	Eigenschaften der benutzten Betonzusatzmittel
4.1	Zertifizierte Werte für die verwendeten Standardflüssigkeiten zur Viskositätsmessung nach ASTM D 2162 40
4.2	Zusammensetzung der 1 Liter Mischungen für die rheologischen Messungen mit der Korbzelle
4.3	Zusammensetzung der 1 Liter Mischung für die rheologischen Messungen mit der Vane-Messzelle
4.4	Ermittelte Glaskugelanteile für die Schnitte A und B der Vaneprobe
4.5	Ermittelte Glaskugelanteile der Refrenzprobe für die Mischung 20 65
5.1	Geometrische Daten und Kapazität des aufgebauten Pumpsystems
5.2	Zusammensetzung der 10 Liter Mischungen für die Pumpversuche
5.3	Ergebnisse der Ausbreitversuche mit dem Hängermann-Trichter und die dazugehörigen abgeleiteten Werte der Fließgrenze
5.4	Ermittelte Glaskugelanteile der Referenzproben für die Mischung 20 und Mischung 30

## Anhang

### A1 Rheologische Messungen

Standard-	U/min	Drehmoment	Scherrate	Schubspannung	Viskosität	Abweichung	Temperatur
flüssigkeit	[min <sup>-1</sup> ]	[Nmm]	[s <sup>-1</sup> ]	[Pa]	[mPa⋅s]	[%]	[°C]
	1	0.36	0.59	0.34	573.99	6.0	25.0
	5	1.85	2.96	1.76	595.25	2.5	1
Nr. 1	10	3.73	5.92	3.55	599.86	1.8	1
	50	19.18	29.62	18.26	616.62	1.0	/
	100	38.34	59.24	36.51	616.30	0.9	/
	200	75.74	118.48	72.12	608.73	0.3	25.1
	1	0.61	0.59	0.58	987.09	5.4	25.0
	5	3.13	2.96	2.98	1007.51	3.4	/
Nr. 2	10	6.30	5.92	6.00	1013.65	2.8	/
	50	32.29	29.62	30.75	1038.23	0.5	1
	100	64.34	59.24	61.27	1034.28	0.8	/
	200	127.39	118.48	121.31	1023.90	1.8	25.1
	1	2.97	0.59	2.82	4787.14	1.1	25.0
	5	14.92	2.96	14.21	4801.57	0.8	/
Nr. 3	10	29.97	5.92	28.54	4820.66	0.4	/
	50	153.94	29.62	146.60	4949.27	2.2	/
	100	303.60	59.24	289.12	4880.53	0.8	1
	150	447.37	88.80	426.03	4797.61	0.9	24.9

Tabelle A1-1: Messdaten während der Kalibrierung des Rheometers Viskomat NT.

Im Rahmen der rheologischen Messungen wurde auch die Fließgrenze der Zementmischung ohne Sand bzw. Glaskugeln gemessen (Mischung 0). Die Messung wurde mit einem Anton-Paar-Viskosimeter (Platte-Platte Viskosimeter) durchgeführt, das generell zur Bestimmung der dynamischen Viskosität von Flüssigkeiten und bituminösen Suspensionen verwendet wird. Dieses Viskosimeter erlaubt nur Messungen von feinen Partikeln, daher wurde die Zementmischung ohne Sand bzw. Glaskugeln gemessen. Für die Messung wurde eine Temperatur von 25 °C sowie ein Spaltabstand von 0.9 mm eingestellt. Als Messprofil wurde wiederum eine Spannungsrampe (20 Pa in 90 s) eingegeben, die Auswertung erfolgt mit Hilfe der tangentialen Methode.



**Abb. A1-1:** Ermittlung der Fließgrenze des Zementleims während der Messung mit dem Anton-Paar-Viskosimeter.

Diese Messung sollte als Kontrolle der ermittelten Werte der Fließgrenze für die Mischungen 20 und 30, durch das Rotationsrheometer dienen. Der geringe Einfluss der Glaskugeln (aufgrund der geringen Glaskugelkonzentration) auf die Fließgrenze wird in diesem Fall nicht berücksichtigt. Aus Abbildung A1-1 sieht man, dass sich eine Fließgrenze von  $\tau_0$  = 8.5 Pa ergibt, was mit den Ergebnissen der Messungen durch den Viskomat NT gut übereinstimmt ( $\tau_{0,20}$  = 8.0 Pa,  $\tau_{0,30}$  = 9.0 Pa).



**Abb. A1-2:** Ermittelte Werte der dynamischen Viskosiät für die Mischung 20 (oben) und Mischung 30 (unten) mit dem Verfahren bei niedrigen Scherraten (blaue Punkte) und mit dem Verfahren bei hohen Scherraten (rote Punkte). Mit der schwarzen Linie ist die Viskosiätskurve der jeweiligen Mischung nach Anpassung des Herschel-Bulkley Modells dargestellt.

### A2 Bilderbearbeitung der Proben



**Abb. A2-1:** Bild einer Rohrprobe durch das Mikroskop (links) und nach Bearbeitung mit ImageJ (rechts).



**Abb. A2-2:** Exemplarische Darstellung einer Rohrpobe während der Ermittlung der Glaskugelanteile in den verschiedenen Bereichen (innerer Kreis, mittlerer Ring und äußerer Ring) des Querschnitts.


**Abb. A2-3:** Exemplarische Darstellung eines Bildes der Vaneprobe durch das Mikroskop (links) und nach Bearbeitung mit ImageJ (rechts).

**Tabelle A2-1:** Ermittelte Glaskugelanteile für die Querschnitte A und B der Vaneprobe. Es wurden 6 Bilder zwischen den Flügeln der Vane im inneren und 6 Bilder im äußeren Bereich für jeden Querschnitt ausgewertet.

	Schn	Schnitt A		Schnitt B	
	Glaskugelanteil [%]		Glaskugelanteil [%]		
	innen	außen	innen	außen	
Bild Nr. 1	13.19	15.58	22.87	29.50	
Bild Nr. 2	17.21	18.01	25.18	29.24	
Bild Nr. 3	19.91	20.37	26.16	26.17	
Bild Nr. 4	18.20	17.80	16.28	28.63	
Bild Nr. 5	14.10	20.25	25.68	28.44	
Bild Nr. 6	16.97	19.96	23.04	30.66	
Mittelwert	16.60	18.66	23.20	28.77	



## A3 Experimentelle Messungen

**Abb. A3-1:** Druckverlauf entlang der Glasrohre während des ersten Pumpversuchs (blaue Linie), zweiten Pumpversuchs (grüne Linie) und dritten Pumpversuchs (rote Linie).

**Tabelle. A3-1:** Maximalwerte der Kraft bzw. des Drucks in den Glasrohren während<br/>den Pumpversuchen.

	Pumpversuch Nr. 1	Pumpversuch Nr. 2	Pumpversuch Nr. 3
max. Kraft [N]	29007.5	28077.9	22125.0
max. Druck [bar]	1442.7	1396.5	1100.4



**Abb. A3-2:** Mittlere Glaskugelkonzentration entlang der Glasrohre (gesamter Querschnitt) für den ersten Pumpversuch (blaue Linie), zweiten Pumpversuch (grüne Linie) und dritten Pumpversuch (rote Linie).