Pohjanvahvistuspäivä 2023

Stabiloituvuuskokeiden vertailututkimukset 8:ssa laboratoriossa

Monica Löfman, Ramboll Finland Oy

24.8.2023

RAMBOLL Bright ideas. Sustainable change.

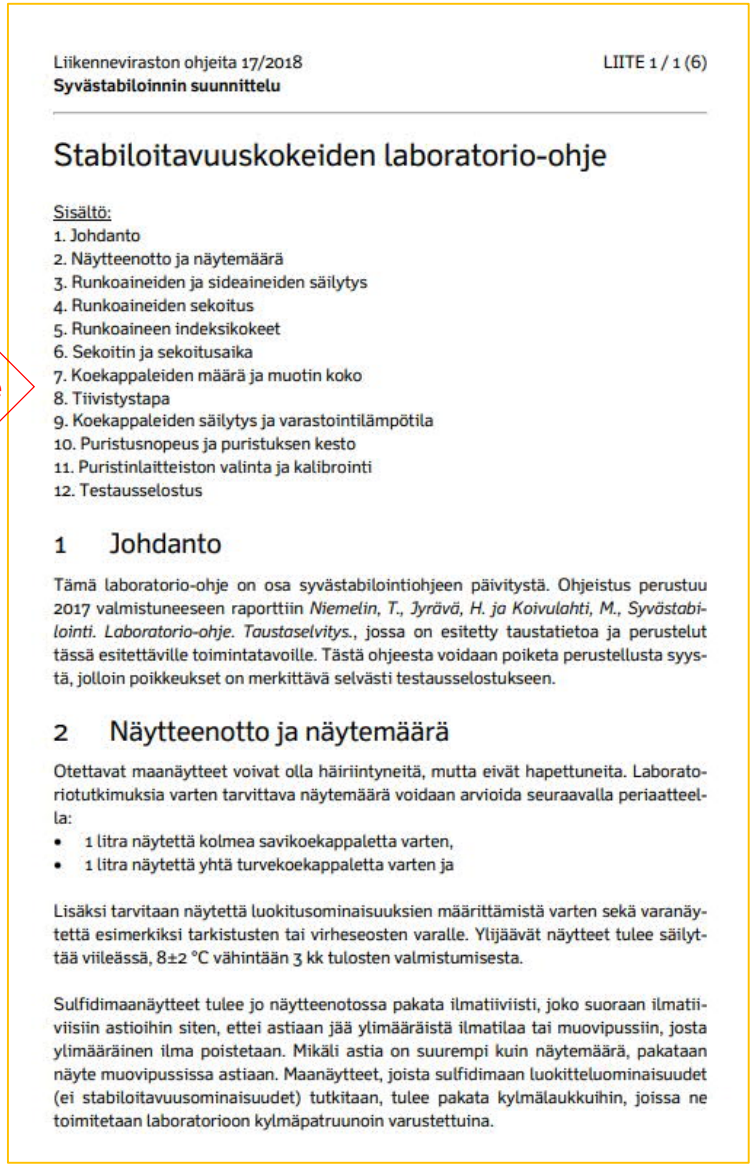
Sisällys

1. Taustaa
2. Vertailututkimuksen toteutus
3. Tuloksia
4. Yhteenveto ja seuraavat askeleet

Taustaa

- Stabiloitavuus-kokeille ei ole olemassa standardia
- Väyläviraston suunnitteluohjeen (2018) liitteenä olevan laboratorio-ohjeen myötä yhtenäisempi käytäntö

Laboratorio-ohje



Liikenneviraston ohjeita 17/2018 LIITE 1 / 1 (6)
Syvästabiloinnin suunnittelu

Stabiloitavuuskokeiden laboratorio-ohje

Sisältö:
1. Johdanto
2. Näytteenotto ja näytemäärä
3. Runkoaineiden ja sideaineiden säilytys
4. Runkoaineiden sekoitus
5. Runkoaineen indeksikokeet
6. Sekoitin ja sekoitusaika
7. Koekappaleiden määrä ja muotin koko
8. Tiivistystapa
9. Koekappaleiden säilytys ja varastointilämpötila
10. Puristusnopeus ja puristuksen kesto
11. Puristinlaitteiston valinta ja kalibrointi
12. Testausselostus

1 Johdanto

Tämä laboratorio-ohje on osa syvästabilointiohjeen päivitystä. Ohjeistus perustuu 2017 valmistuneeseen raporttiin *Niemelin, T., Jyrävä, H. ja Koivulahti, M., Syvästabilointi. Laboratorio-ohje. Taustaselvitys.*, jossa on esitetty taustatietoa ja perustelut tässä esitettäville toimintatavoille. Tästä ohjeesta voidaan poiketa perustellusta syystä, jolloin poikkeukset on merkittävä selvästi testausselostukseen.

2 Näytteenotto ja näytemäärä

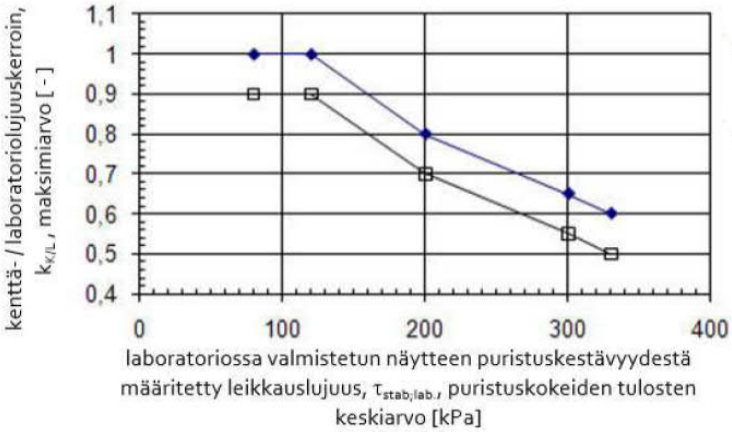
Otettavat maanäytteet voivat olla häiriintyneitä, mutta eivät hapettuneita. Laboratoriotutkimuksia varten tarvittava näytemäärä voidaan arvioida seuraavalla periaatteella:

- 1 litra näytettä kolmea savikoekappaletta varten,
- 1 litra näytettä yhtä turvekoekappaletta varten ja

Lisäksi tarvitaan näytettä luokitusominaisuuksien määrittämistä varten sekä varanäytettä esimerkiksi tarkistusten tai virheseosten varalle. Ylijäävät näytteet tulee säilyttää viileässä, 8±2 °C vähintään 3 kk tulosten valmistumisesta.

Sulfidimaanäytteet tulee jo näytteenotossa pakata ilmatiiviisti, joko suoraan ilmatiiviisiin astioihin siten, ettei astiaan jää ylimääräistä ilmatilaa tai muovipussiin, josta ylimääräinen ilma poistetaan. Mikäli astia on suurempi kuin näytemäärä, pakataan näyte muovipussissa astiaan. Maanäytteet, joista sulfidimaan luokitteluominaisuudet (ei stabiloitavuusominaisuudet) tutkitaan, tulee pakata kylmälaukkuihin, joissa ne toimitetaan laboratorioon kylmäpatruunoin varustettuina.

Miksi tarvittiin laboratorio-ohje?



$$\tau_{stab;lab.} \quad x \quad k_{K/L} \quad = \quad \tau_{stab;tuot.stab}$$

Mikäli eri laboratoriot tuottaisivat eri tuloksia samoilla runko- ja sideaineilla, tarvittaisiin lisäksi kokemusperäisiä “laboratoriokertoimia” → ei realismia
→ Eri laboratorioiden tulosten oltava vertailukelpoisia

Stabiloitavuuskokeiden näytteiden valmistus

Liikenneviraston ohjeita 17/2018 LIITE 1 / 1 (6)

Syvästabiloinnin suunnittelu

Stabiloitavuuskokeiden laboratorio-ohje

Sisältö:

1. Johdanto
2. Näytteenotto ja näytemäärä
3. Runkoaineiden ja sideaineiden säilytys
4. Runkoaineiden sekoitus
5. Runkoaineen indeksikokeet
6. Sekoitin ja sekoitusaika
7. Koekappaleiden määrä ja muotin koko
8. Tiivistystapa
9. Koekappaleiden säilytys ja varastointilämpötila
10. Puristusnopeus ja puristuksen kesto
11. Puristinlaitteiston valinta ja kalibrointi
12. Testausselostus

ensisijaisesti ohjeistettavat

Vertailututkimuksen toteutus

- Savinäytteet saatiin Helsingin kaupungilta ja LSJH:lta.

- Stabiloitavuuskokeita tekemällä tutkimukseen on osallistunut 8 laboratorioita
  - ➢Eri vaiheissa osallistuneet Aalto-yliopisto, Mitta Oy, Nordkalk Oy, Ramboll Finland Oy, Renotech Oy, Stara, Turun ammattikorkeakoulu ja Åbo Akademi.
  - ➢Laboratoriot osallistuivat tutkimukseen omalla kustannuksellaan.
  - ➢Vertailututkimuksen tulokset esitetty laboratoriotunnusten (L1, L2,..) avulla anonyymisti.

- Vertailututkimuksen ohjeistus
  - ➢Laboratoriokokeet ohjeistettiin tekemään Syvästabiloinnin suunnitteluohjeen (2018) liitteen 1 *Stabiloitavuuskokeiden laboratorio-ohjeen* mukaisesti
  - ➢Työvaiheet pyydettiin raportoimaan (sideaineen sekoitustapa, näytekappaleiden valmistus ja säilytys, jne.)

Stabiloitavuuskoeohjeen vertailututkimus (ohje Livi LO17/2018) 20.9.2018

Juha Forsman
Marjo Koivulahti
Harri Jyrävä

Tutkimusohjelma

Tavoite:
- Livi:n uuden laboratorio-ohjeen testaaminen
- vertailukokeet samalla runkoaineella ja sideaineseoksella
- tulosten raportointi ja mahdollisten ohjeen kehitystarpeiden tunnistaminen

Lähtökohdat:
- laboratoriot: STARA, Mitta Oy, Nordkalk Oy Ab, Aalto yo ja Ramboll
- runkoaine Tankovainion savi
- runkoainetta 2 x 10 litran ämpäriä jokaiseen laboratorioon

Sideaineet ja lujittumisajat:
- kaksi erilaista sideainetta: kalkkisementti 30:70 ja Plussementti
- kalkkisementissä Plussementti ja CaO Nordkalk QL90T
- kaksi sideainemäärää: KS 100 ja 150 kg/m^3 ja Plussementti 70 ja 120 kg/m^3
- kalkkisementillä kaksi lujittumisaikaa 28 vrk ja 90 vrk
- sementillä kaksi lujittumisaikaa: 7 vrk ja 28 vrk
- taulukossa (alla) on esitetty tutkimusohjelma tarkemmin

Koejärjestely:
- koejärjestely, näytteiden valmistus, säilytys ja puristuskoe Livi:n ohjeen LO17/2018 mukaisesti
- kaikilla sideaineyhdistelmillä ja lujittumisajoilla valmistetaan ja puristetaan 3 rinnakkaista koekappaletta

Indeksikokeet:
- savinäytteestä tutkitaan: silm.arvio, w, LOI, pH
- molemmista näyteämpäreistä w, muut riittää yhdestä homogenoidusta seoksesta

Raportointi:
- laboratoriot tulostavat ja raportoivat tulokset ohjeen LO17/2018 mukaisesti , tämän lisäksi ilmoitetaan tutkimukseissa käytettyjen sideaineiden ja savinäytteiden saapumispäivämäärä
- raportit toimitetaan Rambolliin, jossa niistä kootaan yhteisraportti

Ensimmäisen vertailututkimuksen ohjeistus

Vertailututkimukset kolmessa vaiheessa

Tankovainio (Helsinki) 2018

- Viisi laboratoriota osallistui
- Savinen lieju, $w \approx 150$ %
- Sideaineet:
  1) Kalkkisementti KC30 (Nordkalk Terra), sideainemäärä 100 kg/m^3 ja 150 kg/m^3
  2) Plussementti (CEM), sideainemäärä 70 kg/m^3 ja 120 kg/m^3
- Lujittumisajat 7d ja 28d (CEM) ja 28d ja 91d (KC)

Topinpuisto (Turku) 2020

- Neljä laboratoriota osallistui
- Liejuinen savi, $w \approx 70$ %
- Sideaineet:
  1) Nordkalk Oy, Terra GTC, sideainemäärä 80 kg/m^3 ja 120 kg/m^3
  2) Ecolan Oy, InfraStabi 80, sideainemäärä 80 kg/m^3 ja 120 kg/m^3
- Lujittumisajat 28d ja 91d

Topinpuisto (Turku) 2021

- Kahdeksan laboratoriota osallistui
- Liejuinen savi, $w \approx 70$ %
- Sideaineet:
  1) Nordkalk Oy, Terra GTC, sideainemäärä 80 kg/m^3 ja 120 kg/m^3
  2) Ecolan Oy, InfraStabi 80, sideainemäärä 80 kg/m^3 ja 120 kg/m^3
- Lujittumisajat 28d ja 91d

Eri laboratorioihin toimitetut näyte-erät

- Näytteet otettiin kaivinkoneella, ja pakattiin kannellisiin ämpäreihin

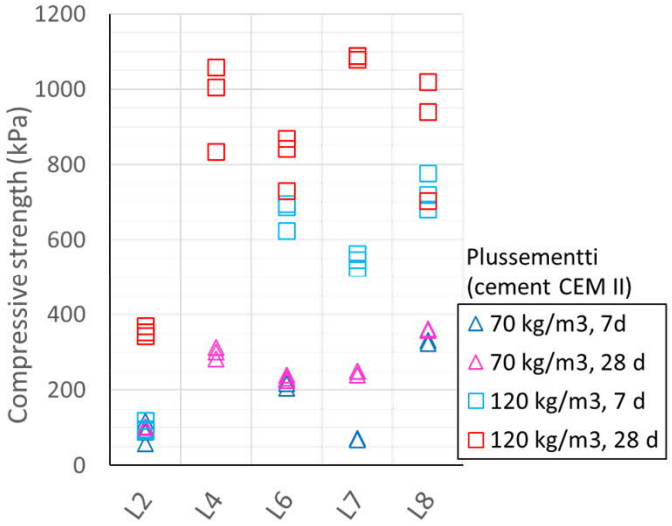
- Eri laboratorioissa tutkitut savinäytteet olivat indeksikokeiden perusteella verrattain samanlaisia → erot tuloksissa aiheutuvat pääasiassa poikkeavista koemenettelyistä

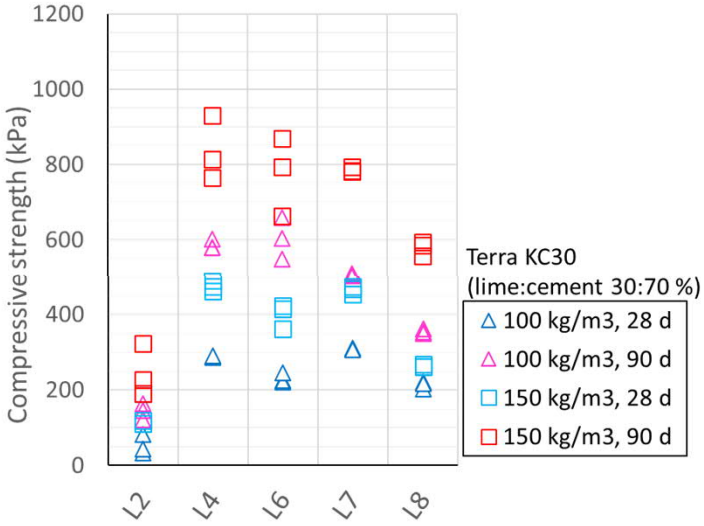
Esimerkki: Topinpuisto 2021, savinäytteiden indeksiominaisuudet

Laboratorio	Vesipitoisuus w %	Saven irtotiheys kg/m³	Näytteen irtotiheys kg/m³	pH	Hehkutushäviö LOI % [550°C]	Hehkutushäviö LOI % [800°C]
L1	69 %	1625	1593	-	4,0 %	-
L2	68 %	1598	-	6,3	2,4 %	3,1 %
L3	66 %	1612	-	-	-	3,1 %
L4	64 %	1608	1541	-	3,1 %	-
L5	67 %	1625	1631	-	1,7 %	2,0 %
L6	62 %	1541	1659	6,7	3,0 %	-
L7	67 %	1590	1630	7,5	2,8 %	-
L8	70 %	1594	1633	5,5	3,0 %	-
Keskiarvo	**67 %**	**1599**	**1615**	**6,5**	**2,9 %**	**2,7 %**

Määritettyjä puristuslujuuksia – esimerkkejä

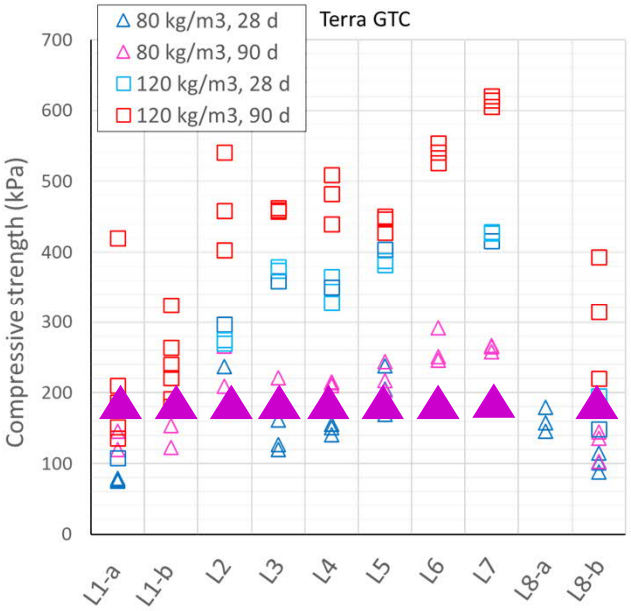
Tankovainio 2018

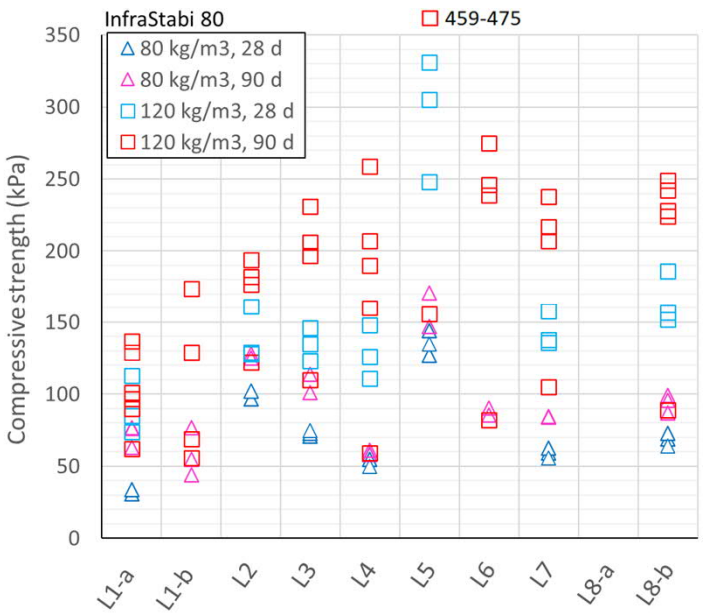




(Jos laboratorioiden ja koesarjan koekappaleiden välillä ei olisi eroa, samanväriset markerit olisivat samalla vaakaviivalla.)

Topinpuisto 2021



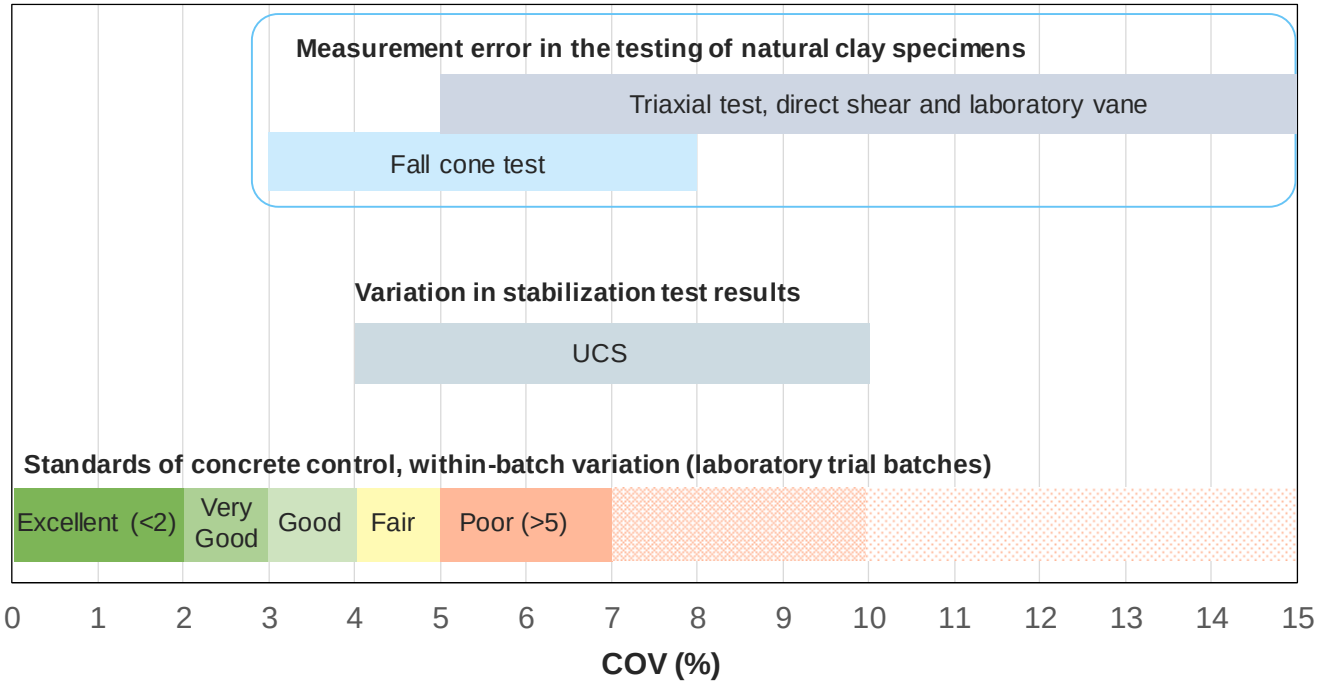


Variaatiokerroin COV – Hajonnan mitta

- Mitä suurempi COV, sitä enemmän hajontaa tarkastellun otoksen sisällä

$$COV = \frac{SD}{keskiarvo} \times 100\%$$

, missä SD on keskihajonta



Keskihajonnan määritystapoja

- COV-arvon laskennassa keskihajonnalle (SD) käytettiin kahta määritystapaa

a) Otoskeskihajonta

$$SD = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}$$

b) Nopea arvio (likiarvo) perustuen vaihteluväliin

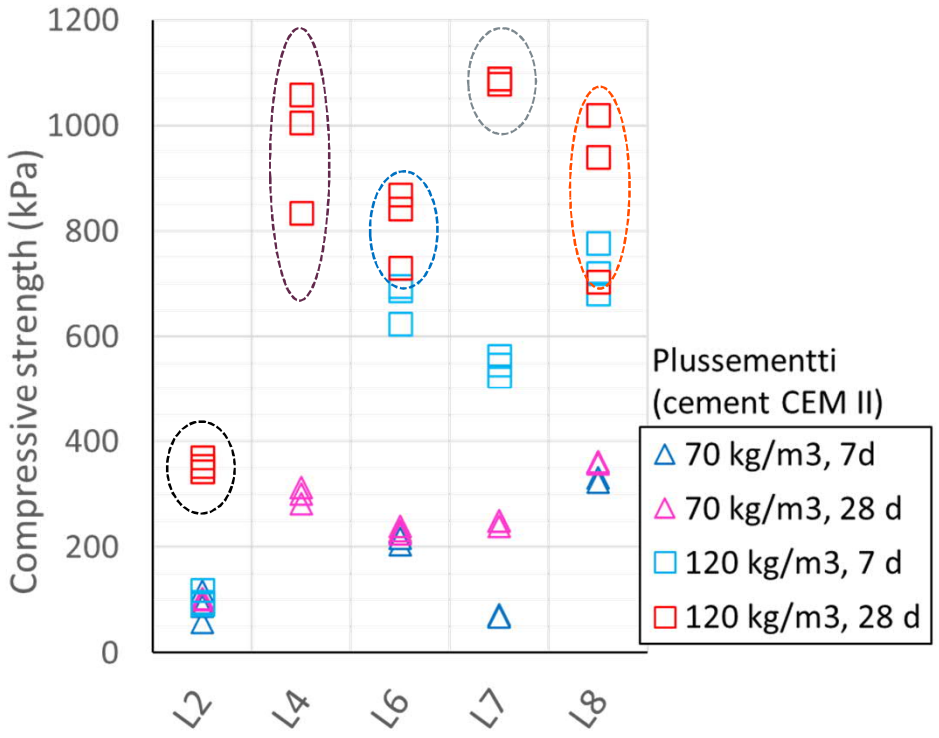
$$SD \approx N_n \times (x_{max} - x_{min})$$

N_n on kerroin, joka otetaan taulukosta otoskoon (n ≥ 2) mukaan

n	N_n	n	N_n
		11	0.315
2	0.886	12	0.307
3	0.510	13	0.300
4	0.486	14	0.294
5	0.430	15	0.288
6	0.395	16	0.283
7	0.370	17	0.279
8	0.351	18	0.275
9	0.337	19	0.271
10	0.325	20	0.268

Variaatiokertoimet COV_{in} ja COV_{ex}

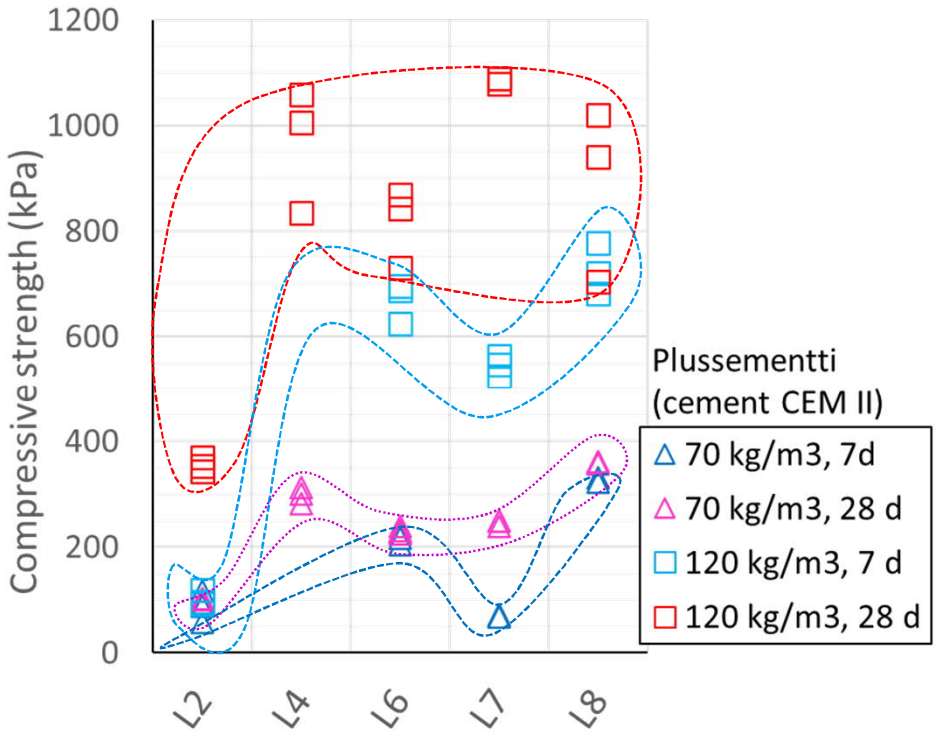
- COV_{in} on ns. laboratorion sisäinen hajonta, eli koekappalesarjan puristuslujuuksien COV (yleensä kolme koekappaletta per sarja)



Variaatiokertoimet COV_{in} ja COV_{ex}

- COV_{in} on ns. laboratorion sisäinen hajonta, eli koekappalesarjan puristuslujuuksien COV (yleensä kolme koekappaletta per sarja)

- COV_{ex} on ns. laboratorioiden välinen hajonta, eli otos sisältää ne puristuslujuuden arvot, jotka edustavat tiettyä sideaineresepti ja lujittumisaikaa (eli kuvassa samalla markerilla merkityt koetulokset)

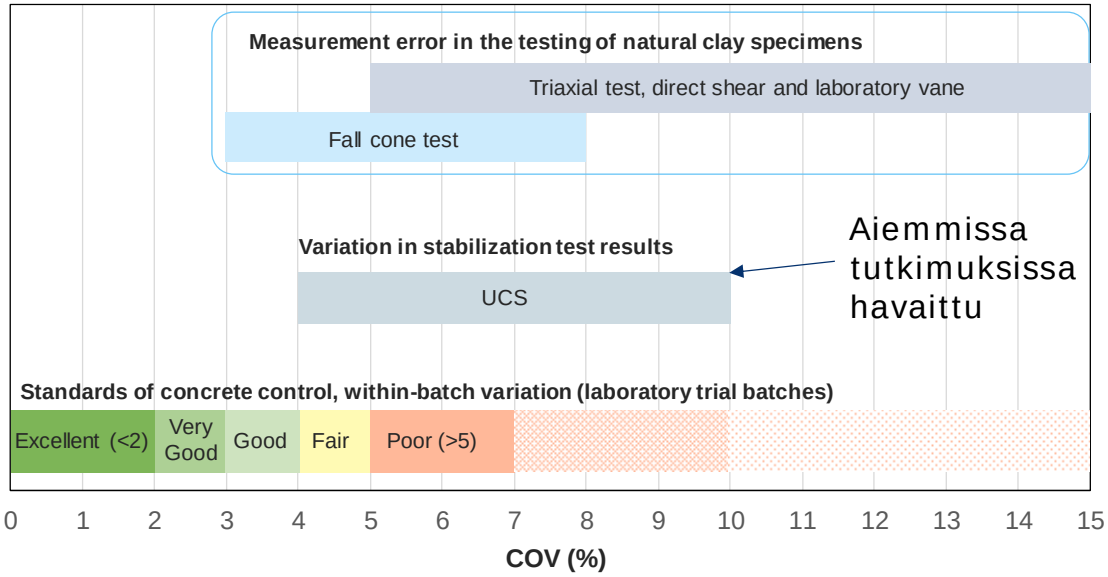


Tuloksia

- Keskihajonnan nopea arvio johti pitkälti samaan tulokseen kuin otoskeskihajonta → soveltuu pienille otoksille

- COV_{in} (laboratorion sisäinen vaihtelu) oli pääasiassa välillä 0…10 %
  - ➢Joillekin koesarjoille yli 10 %, jopa yli 20 %

- COV_{ex} (laboratorioiden välinen vaihtelu) oli välillä 13…36 %
  - ➢COV_{ex} oli selkeästi suurempi kuin COV_{in}
  - ➢Stabiloitavuuskokeiden toistettavuutta ajatellen liian suuria lukemia!



Vertailututkimuksessa havaittuja eroja

- Koekappaleiden säilytys (sen jälkeen, kun tiivistetty muottiin) ei tapahtunut ohjeen mukaisessa lämpötilassa
  - *Ohje: 2 vrk huoneen lämmössä, tämän jälkeen siirretään kylmiöön säilytyslämpötilaan +8±2°C*
  - Yksi laboratorio siirsi näytekappaleet suoraan kylmiöön
  - Toisella kylmiö meni rikki lomakauden aikana, jonka vuoksi koekappaleet olivat liian lämpimässä lämpötilassa
  - Kolmannella laboratoriolla koekappaleiden säilytyslämpötila oli liian alhainen → alhaisempi lujuus

Vertailututkimuksessa havaittuja eroja

- Koekappaleiden säilytys (sen jälkeen, kun tiivistetty muottiin) ei tapahtunut ohjeen mukaisessa lämpötilassa
  - *Ohje: 2 vrk huoneen lämmössä, tämän jälkeen siirretään kylmiöön säilytyslämpötilaan +8±2°C*
  - Yksi laboratorio siirsi näytekappaleet suoraan kylmiöön
  - Toisella kylmiö meni rikki lomakauden aikana, jonka vuoksi koekappaleet olivat liian lämpimässä lämpötilassa
  - Kolmannella laboratoriolla koekappaleiden säilytyslämpötila oli liian alhainen → alhaisempi lujuus

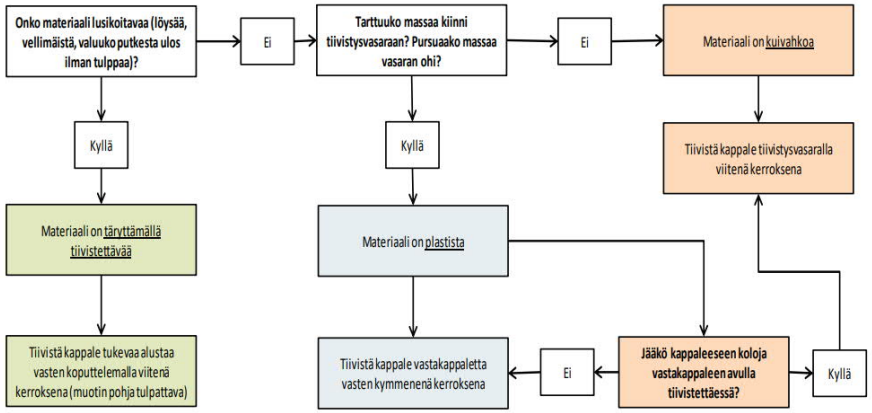
- Eroja sideaineen sekoittamisessa runkoaineeseen ja koekappaleiden tiivistämisessä
  - Sekoittamisessa eri sekoitusaikoja ja -tehoja.
  - Yksi laboratorio sekoitti sideaineen homogenisoimattomaan (sekoittamattomaan) runkoaineeseen
  - Näytteiden tiivistyksessä oli käytetty kolmea erilaista menetelmää: täryttäminen, tiivistysvasara ja käsin painelemalla muottiin.

Johtopäätöksiä

- Vertailututkimuksen avulla tunnistettiin laboratorio-ohjeen päivitystarpeita, mm:
  - ➢Tiivistämismenetelmän valintaa ohjeistettava tarkemmin (kaavio)
  - ➢Koekappaleiden säilytyslämpötilan osalta vaatimusta mahdollisesti tiukennettava (+8±2°C => +7±1°C ?)

- Vertailututkimuksen tulosten perusteella COV_{in} ≤ 10 % on saavutettavissa, mikäli
  1) Ohjetta noudatetaan
  2) Henkilöstön pätevyys on kunnossa
  3) Laboratoriosta löytyy asianmukaiset välineet ja laitteet (mm. sekoitukseen, tiivistämiseen, säilytykseen, koestukseen, jne.)

- Eli: laboratorioiden laadunvarmistuksen tueksi voidaan määritellä suurin sallittu COV_{in}-arvo



Kuva 2. Tiivistystavan valinta.

Mitä seuraavaksi

- Vertailututkimuksessa mukana olleet laboratoriot ovat tunnistaneet mahdollisia kehityskohtia ja ovat tehneet niiden mukaisia toimenpiteitä

- Stabiloitavuuskokeiden laboratorio-ohjetta kehitetään syvästabiloinnin suunnitteluohjeen päivitystyön yhteydessä
  - Väyläviraston uusi suunnitteluohje valmistunee 2024 aikana

- Betonilaboratorioissa vastaavat vertailututkimukset ovat osa laadunvarmistusjärjestelmää – voisiko olla myös stabiloitavuuskokeita tekevien laboratorioiden tapauksessa?
  - Standardi SFS-EN ISO/IEC 17025:2017 suosittelee laboratorioiden välisiä vertailututkimuksia silloin, kun koemenettelylle ei ole olemassa standardia