

Zerstörungsfreie Feuchtebestimmung und Porengrößenabschätzung an Estrichen mittels NMR

Sarah Mandy NAGEL¹, Christoph STRANGFELD¹, Sabine KRUSCHWITZ^{1,2}

¹ Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

² Technische Universität Berlin, Berlin

Kontakt E-Mail: sarah-mandy.nagel@bam.de

Kurzfassung

Nuklear magnetische Resonanz (NMR) etabliert sich zunehmend im Bauingenieurwesen als eine alternative Methode zur zerstörungsfreien Feuchtebestimmung in Baustoffen. Schäden, die durch einen zu hohen Anteil an Flüssigwasser auftreten können, sind Ablösungen, Korrosion, Frostschäden, Induktion von Salzkristallisationen, etc. Aufgrund der Sensitivität für ¹H-Protonen, ist NMR eine geeignete Methode zur Feuchtedetektion. Dabei kann laut Theorie zwischen frei, chemisch oder physikalisch gebundenem Wasser differenziert werden, während in der Praxis abhängig von der Messtechnik und Probengröße größtenteils nur das freie Wasser detektierbar ist. Mithilfe der NMR Relaxometrie lassen sich nicht nur Relaxationsabklingkurven ermitteln, sondern auch Relaxationszeitenverteilungen, sowie bei Vollsättigung ggf. eine Porengrößenverteilung ableiten. Darüber hinaus lassen sich erste Annahmen über die Entwicklung der Porensättigung bei Teilsättigung der Probe treffen.

Ziel dieser Arbeit war die Untersuchung der zeitlichen Entwicklung der Porensättigung während des natürlichen Trocknungsprozesses (Teilsättigung) sowie die Ermittlung der Porengrößenverteilung an Beispiel von zementgebundenen Estrichen. Für den Versuch wurden zwei zementgebundene Estrichproben nach abgeschlossener Hydratation wieder aufgesättigt. Während des anschließenden natürlichen Trocknungsprozesses wurden regelmäßig NMR-Messungen durchgeführt sowie die Massenentwicklung observiert. Hauptfokus lag auf der zeitlichen und tiefenabhängigen Entwicklung der Relaxationszeitenverteilungen. Bei fortschreitender Trocknung der Proben konnte eine Verschiebung des Maximums der Relaxationszeitenverteilung zu kleineren Zeiten beobachtet werden. Die Ursache liegt zum einen in dem abnehmenden Anteil an freiem Wasser in größeren Poren und zum anderen in dem verhältnismäßig zunehmenden Signalanteil durch Wasser in kleineren Poren. Durch den Vergleich mit Quecksilberporosimetrie und Gas-Adsorptions-Ergebnissen, konnte aus den NMR-Daten eine unimodale Porengrößenverteilung mit einer dominanten Porengröße von 80 bis 100 nm und eine effektive Oberflächenrelaxivität von ca. 50 µm/s abgeleitet werden.

Zerstörungsfreie Feuchtebestimmung und Porengrößenabschätzung an Estrichen mittels NMR

Sarah Mandy Nagel, Christoph Strangfeld, Sabine Kruschwitz

Motivation

Da Feuchte in Bauwerken zu Schäden wie Korrosion, AKR (Alkali-Kieselsäure-Reaktion), Schimmelbildung, Frostschäden, etc. führen kann, ist die Detektion von schadensträchtigem Wasser in Baustoffen für das Bauwesen von hoher Bedeutung. Gängige Methoden, die nicht zerstörungsfrei sind und nur punktuelle Informationen liefern, sind die CM¹- und Darmmethode². NMR stellt eine Alternative zur Feuchtebestimmung und Porengrößenabschätzung dar, die sich insbesondere durch die Sensitivität für ¹H-Protonen unabhängig von der Bindung auszeichnet und vollständig zerstörungsfrei ist.

Ziele

- Untersuchung von transversalen NMR-Relaxationszeiten
- Zeitliche Entwicklung der Porensättigung während des natürlichen Trocknungsprozesses
- Abschätzung der vollgesättigten Porengrößen zu unterschiedlichen Feuchtezuständen

Versuchsaufbau und Methodik

- Messobjekte: zwei zementgebundene (CT) Estrichproben (35 und 70 mm dick), hier nur die 70 mm Probe vorgestellt
- Wiederaufsättigung nach abgeschlossener Hydratation
- Messung während des natürlichen Trocknungsprozesses bei Lagerung im Normklima (23°C, 50% rH)
- NMR-Relaxometrie³, Quecksilberporosimetrie (MIP), Gas-Adsorption (BET)
- Feuchtegehalte mittels Trockenmasse aus Vorversuch berechnet (laufender Versuch)

Parameter	Wert
sensitives Volumen [mm ³]	40 x 40 x 0.12
Senderfrequenz [MHz]	13.54
max. Eindringtiefe [mm]	24.8
Anzahl an Scans [-]	1000
Anzahl an Echos [-]	150
Echozeit [µs]	95



Tabelle 1: Eigenschaften und Einstellungen der NMR-Mouse PM-25.

Abbildung 1: Foto der NMR-Mouse PM-25⁴ während der Messung der Estrichprobe.

Ergebnisse

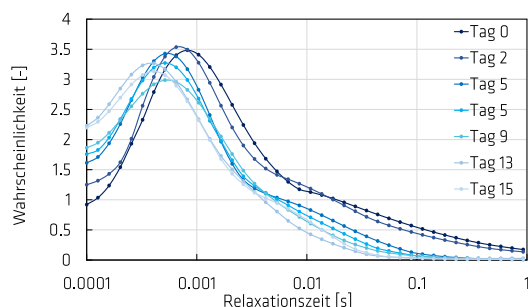


Abbildung 2: Relaxationszeitenverteilung (Mittelwert über die Probentiefe).

- Mittels Relaxationszeitenverteilungen lassen sich Aussagen darüber treffen, welche Porengrößen gesättigt sind und zum Signal beitragen (Abb. 2 und 4)
- NMR-Amplitude ist proportional zum Wasserstoffgehalt
- Verschiebung der Relaxationszeitenverteilungen zu kürzeren Zeiten
- kürzere Relaxationszeiten in kleineren Poren, große Poren entleeren sich zuerst

Fazit

Die dominante Relaxationszeit und die NMR-Amplitude zeigen eine Abnahme mit fortschreitender Trocknung (Abb. 3). Mit Betrachtung der abgeleiteten Relaxationszeiten erhält man ein zusätzliches Tool zur Beschreibung von Transportphänomenen. Mit einer geschätzten Oberflächenrelaxivität von $\rho = 50 \mu\text{m/s}$ ließ sich die beste Übereinstimmung zwischen den NMR- und BET/MIP-Daten erzielen und eine unimodale Porengrößenverteilung mit einer dominanten Porengröße von ca. 80 bis 100 nm für CT-Estriche bestimmen (Abb. 2 und 4).

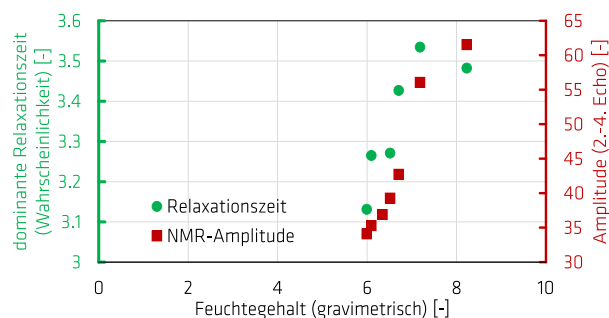


Abbildung 3: Entwicklung der dominanten Relaxationszeit (über die Probentiefe gemittelt) und der Amplitude (2.-4. Echo gemittelt in Probentiefe 55 mm) über den gravimetrisch ermittelten Feuchtegehalt.

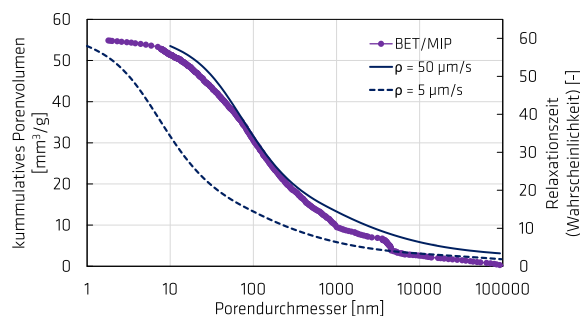


Abbildung 4: Vergleich der kombinierten BET/MIP Ergebnisse mit NMR-Daten für eine Oberflächenrelaxivität von $\rho = 5 \mu\text{m/s}$ und $\rho = 50 \mu\text{m/s}$.

Referenzen

- ¹BEB-Merkblatt. CM-Messung. Bundesverband Estrich und Belag e. V., Troisdorf, 2007.
- ²DIN EN 13183-1:2002. Feuchtegehalt eines Stückes Schnittholz – Teil 1: Bestimmung durch Darrverfahren, 2002.
- ³G. R. Coates, L. Xiao, and M. G. Prammer. NMR Logging Principles and Applications. Halliburton Energy Services, 1999.
- ⁴Magritek. NMR-Mouse one-sided NMR, 29.11.2017. URL: <http://www.magritek.com/products/nmr-mouse/>.

Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei Herrn Dr. Kühne und Herrn Haamkens (BAM 7.4) für die Probenherstellung, sowie bei Dr. Stephan Costabel für seine wissenschaftliche Unterstützung, Beratung und inspirierenden Diskussionen. Für die Bereitstellung des benutzerfreundlichen Inversionsalgorithmus von Dr. Thomas Hiller sind die Autoren sehr dankbar.

Kontakt

Sarah Mandy Nagel
E-Mail: sarah-mandy.nagel@bam.de
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung