

Anwendungen der Laser Induzierten Breakdown Spectroscopy im Bauwesen

G. Wilsch, D. Schaurich, J. Wöstmann, H. Wiggenhauser



Einleitung

Die Laser Induzierte Breakdown Spectroscopy (LIBS) ist ein Verfahren, welches zur Bestimmung der Elementzusammensetzung an der Oberfläche von Festkörpern eingesetzt wird. Die Ergebnisse liegen quasi on-line vor, es ist keine Proben Präparation notwendig. LIBS ist in der Lage alle Elemente bis Uran nachzuweisen. Im Folgenden werden Ergebnisse zu Fragestellungen des Bauwesens dargestellt.

Experiment

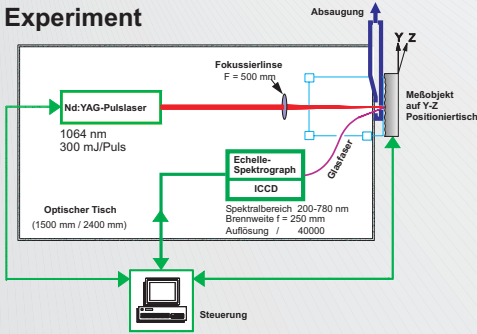


Abb. 1: Experimenteller Aufbau

Der Messaufbau ist in Abb. 1 dargestellt. Ein energiereicher Laserstrahl wird auf die Oberfläche der Probe fokussiert und verdampft eine geringe Materialmenge (typ. 10 g / Puls bei Beton). Das generierte Plasma sendet bei seiner Ausdehnung und Abkühlung eine elementspezifische Fluoreszenzstrahlung aus. Diese wird mittels Lichtwellenleiter zum Nachweissystem, bestehend aus Echelle Spektrographen und UV-intensiviertem CCD-Detektor geleitet.

Ein typisches Spektrum, gemessen an Beton, zeigt Abb. 2. Mit dem vorhandenen System wird der Spektralbereich von 200 nm bis 780 nm mit hoher Auflösung (10 pm) erfasst. Damit ist jede Messung nach einer Vielzahl von Elementen auswertbar. Die Probe kann während der Messung in der Ebene senkrecht zum Laserstrahl bewegt werden. So sind Messungen entlang beliebiger Linien möglich.

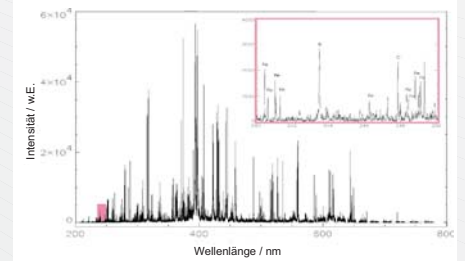


Abb. 2: Typisches Beton-Spektrum gemessen im Bereich von 200 - 780 nm. Die intensiven Ca-Linien (z.B. 393/396 nm) dominieren das Spektrum. Das eingefügte Spektrum zeigt eine Vergrößerung des Bereiches um die Kohlenstoff Spektrallinie bei 247 nm. Die Spektrallinien des Eisens und Siliziums sind entsprechend gekennzeichnet.

Ergebnisse

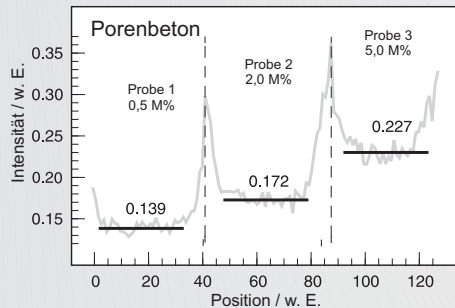


Abb. 3: Intensität der Na-Spektrallinie beim Linienscan über drei benachbarte Proben. Die schwarzen Balken kennzeichnen den Mittelwert der Intensität im Zentrum der Probe.

Mit LIBS kann die **Salzverteilung** im Baustoff mit hoher geometrischer Auflösung erfasst werden. Drei Proben aus Porenbeton, welche vorher in Lösungen mit unterschiedlichem NaCl-Gehalt lagerten, wurden im Querschnitt gebrochen, nebeneinander angeordnet und eine LIBS-Messung entlang der Querschnittsfläche ausgeführt. In Abb. 3 (links) ist die Intensität der Na-Spektrallinie bei 819 nm über dem Ort der Messung dargestellt.

In Abb. 4 ist ein Vergleich der Ergebnisse von LIBS und AAS dargestellt. Es wurde der relative Na-Gehalt im Querschnitt der 115 mm langen Probe aufgetragen. Die geometrische Auflösung bei den LIBS-Messungen betrug 0,9 mm.

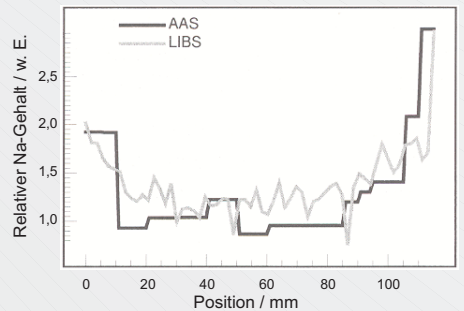
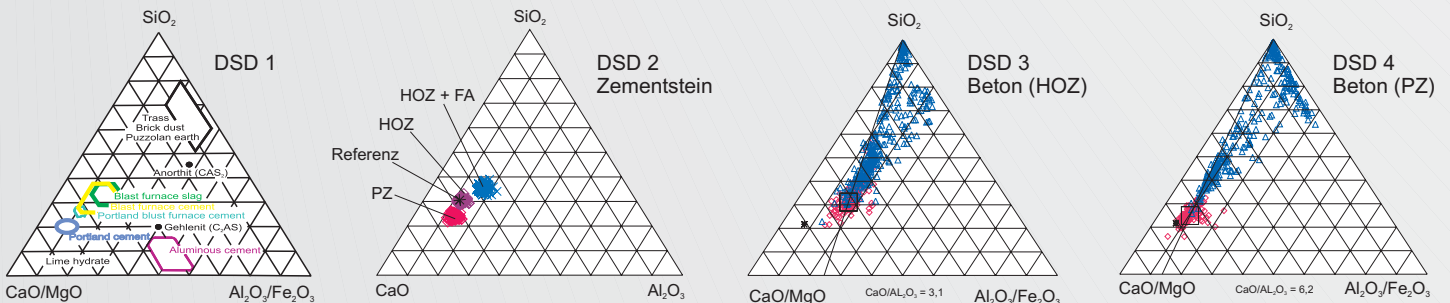


Abb. 4: Vergleich von LIBS und AAS Messungen an einer Probe.

Messung zur **Betonzusammensetzung**. Zemente lassen sich nach ihrem Platz im Dreistoffdiagramm (DSD) unterscheiden (DSD 1). Die Lage im DSD wird durch den jeweiligen Gehalt an CaO/MgO, Al₂O₃/Fe₂O₃ und SiO₂ bestimmt. Bei den LIBS Untersuchungen wurden für jeden Messpunkt der Ca, Mg, Al, Fe und Si-Gehalt, bezogen auf eine Referenzprobe bestimmt, der Oxidgehalt berechnet und die Punkte in das DSD eingezeichnet. Die Ergebnisse von je 127 Einzelmessungen an Zementsteinproben (Portlandzement PZ, Hochofenzement HOZ, und Hochofenzement mit 30% Flugaschezusatz HOZ+FA) sind im DSD 2 dargestellt.

Für die Untersuchung von zwei unbekanntem Betonen wurden jeweils 3 x 127 Messungen (blau) auf der gesägten Oberfläche und je 127 Messungen (rot) auf der Schalungsseite ausgeführt. Auch hier wurden für jede Messung die Oxidgehalte berechnet und die Punkte entsprechend ins DSD eingetragen (DSD 3

und DSD 4). Die Streuung in Richtung der SiO₂-Achse wird durch das wechselnde Verhältnis Zement/Zuschlag im verdampften Volumen hervorgerufen. Die Lage der 127 Messungen mit dem geringsten SiO₂-Gehalt ist durch ein Quadrat gekennzeichnet. Die Lage des Quadrats und die Steigung der Geraden identifizieren den Beton im DSD 3 als hergestellt aus Hochofenzement und den Beton im DSD 4 als hergestellt aus Portlandzement.



Ziel der Messungen war die Identifikation zweier gebräuchlicher **Hydrophobierungsmittel** (Dynasylan und Stocryl) auf der Oberfläche von Baustoffen. Die Beschichtung erfolgte durch Tauchen der Proben innerhalb eines definierten Zeitintervalls. Untersuchungen der Hydrophobierungsmittel mit Totalreflexions-Röntgenfluoreszenz-Analyse ergaben, dass diese nur C, Si, H und O enthalten. Diese Elemente kommen auch im Baustoff vor. Die mit LIBS erzielten Ergebnisse sind in Abb. 5 zu sehen. Es ist der Mittelwert des jeweiligen Elementgehaltes bzw. die Summe zweier Elementgehalte dargestellt. Die mit Stocryl behandelte Probe zeigt einen höheren C-Gehalt, alle anderen Elementgehalte bleiben im Rahmen der Fehler konstant.

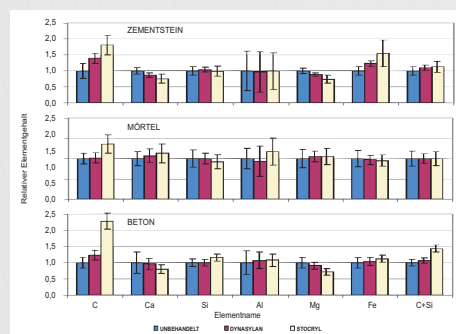


Abb. 5: Vergleich der Messungen an der Oberfläche von Zementstein, Mörtel und Beton. Jeder Balken repräsentiert den Mittelwert von 70 Einzelmessungen.

Zusammenfassung / Ausblick

LIBS kann die Salzverteilung in Baumaterialien mit hoher geometrischer Auflösung quasi on-line bestimmen. Als Beispiel wurde die Na-Verteilung in Porenbeton dargestellt. Neuere Untersuchungen ermöglichen auch eine Auswertung der Cl-Spektrallinie bei 837 nm und damit eine direkte Analyse der Cl-Verteilung.

LIBS ist zur Analyse inhomogener Materialien geeignet. Die bei der Betonherstellung verwendeten Zementart konnte mit LIBS bestimmt werden.

LIBS ermöglicht über die Messung des Kohlenstoffgehaltes die Identifizierung hydrophobierter Bereiche auf der Oberfläche von Zementstein, Mörtel und Beton. LIBS kann als portables Gerät vor Ort eingesetzt werden.