

Bestimmung des Chloridgehaltes in Beton mit Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)

G. Wilsch, F. Weritz, D. Schaurich, J. Wöstmann, H. Wiggenhauser
 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin



Motivation

Die Eignung des Verfahrens der Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) zur Erfassung des Gesamtchloridgehaltes in Beton wird dargestellt. Mit LIBS kann man die Elementverteilung orts aufgelöst in oberflächennahen Bereichen quasi on-line bestimmen. An Bohrkernen können Tiefenprofile ermittelt werden. Es ist keine Probenpräparation notwendig. Das Verfahren ist für den Einsatz vor Ort geeignet.

Prinzip

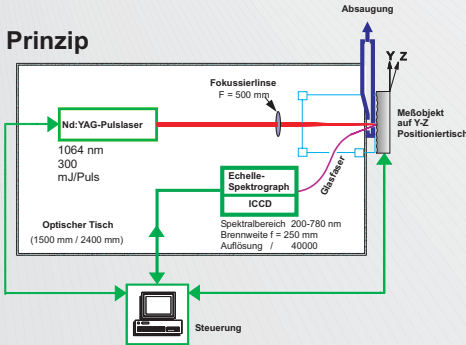


Abb. 1: Experimenteller Aufbau

Abb. 1 zeigt ein Schema des experimentellen Aufbaus. Ein gepulster NdYAG Laserstrahl wird auf die Probe fokussiert (Energiedichte im Focus > 2 GW/cm²) und verdampft eine geringe Materialmenge (typ. 10 µg / Puls bei Beton). Ein Plasma wird generiert und eine elementsspezifische Fluoreszenzstrahlung emittiert. Mittels einer Glasfaser wird die Strahlung zum Nachweissystem geleitet. Dieses besteht aus einem Spektrographen und einem intensivierten CCD-Detektor. Einen Vergleich der Messungen an Zementmörtel mit einem definierten NaCl-Gehalt unter Helium Atmosphäre und Umgebungsluft zeigt Abb. 2. Unter Helium Atmosphäre sind keine N Spektrallinien mehr erkennbar. Die Empfindlichkeit für den Cl-Nachweis (Cl bei 837,6 nm) ist deutlich erhöht. Die Position der Linie liefert die Information über das vorhandene Element, die Intensität der Linie ist ein Maß für den jeweiligen Elementgehalt.

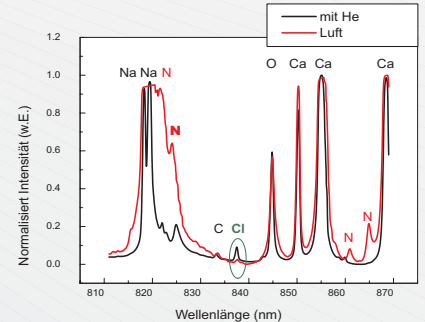


Abb. 2: Vergleich der Messungen an einer Zementmörtelprobe unter Helium Atmosphäre und Umgebungsluft. Unter He sind keine N Spektrallinien erkennbar. Die Empfindlichkeit für den Cl-Nachweis ist deutlich erhöht.

Ergebnisse

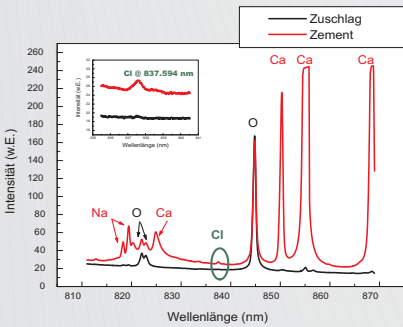


Abb. 3 (links): Spektren gemessen am Bohrkern NL6. Die Unterschiede bei der Messung an Zuschlag und Zement werden deutlich. Eingefügtes Diagramm: Darstellung des Wellenlängenbereiches um die Cl-Linie (837.6 nm).

Abb. 4 (rechts): Vergleich der LIBS Ergebnisse von Messungen an Zementmörtelproben mit definierter NaCl-Zugabe und an Bohrkernen. Der Wert des Integrals der Cl-Spektrallinie wurden mit dem Wert der Basislinie an der Peak-Position normiert. Die lineare Anpassung kann für eine Kalibrierung verwendet werden.

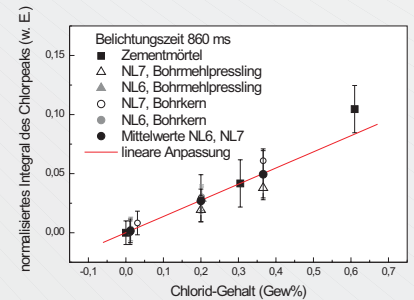


Abb. 5: Linkes Foto: Gesägter Bohrkern (NL6) mit horizontal verlaufenden Messspuren im Abstand von 2 mm. Mittlere Abbildung: Farbkodierte Darstellung des Verhältnisses der Kalzium Spektrallinie bei 849.9 nm zur Sauerstoff Spektrallinie bei 844.6 nm. Schwarz: Werte kleiner gleich 0,5 - Zuschlag, Blau und Weiß: Werte größer 0,5 - Zement. Rechte Abbildung: Farbkodierte Darstellung der Chloridverteilung. Die Punkte an denen sich eine Cl-Spektrallinie auswerten lässt sind grün. Es ist zu erkennen, dass nur bis zu einer Tiefe von ca. 25 mm auswertbare Cl-Spektrallinien vorkommen.

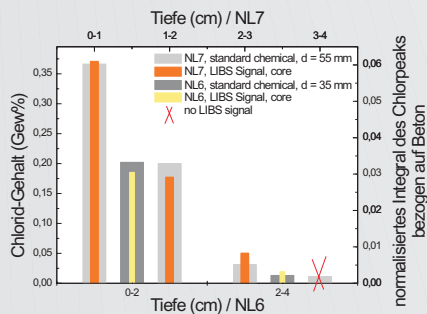
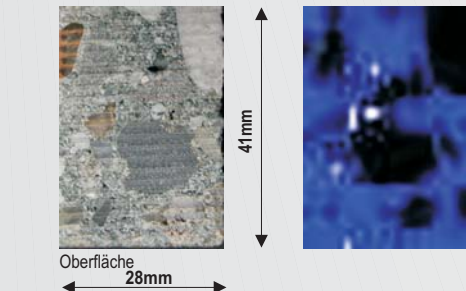
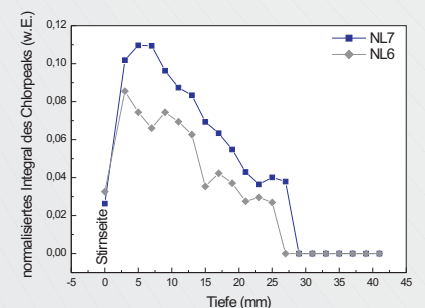


Abb. 6 (links): Vergleich der Ergebnisse der Standardmethode mit den an den gesägten Bohrkernen erzielten LIBS Ergebnissen. Diese wurden mit dem Wert der Basislinie normiert. Um die LIBS Ergebnisse auf den Beton zu beziehen wurden der Prozentsatz der Messungen an Zement in jedem Linien-Scan ermittelt und zur Wichtung benutzt.

Abb. 7 (rechts): Tiefenprofil der Chloridverteilung gemessen an zwei gesägten Bohrkernen (NL6 und NL7). Tiefenauflösung 2 mm.



Schlussfolgerungen und Ausblick

- ⇒ Mit LIBS kann der Gesamtchloridgehalt in Betonproben ermittelt werden.
- ⇒ Die Nachweisgrenze liegt derzeit bei ca. 0,15 M%.
- ⇒ Ein Kriterium zur Unterscheidung von Zement und Zuschlag wurde festgelegt und damit ein Richtwert für den Zementgehalt ermittelt.
- ⇒ Die Verteilung von Zement und Zuschlag und die Auswertbarkeit der Cl-Spektrallinie wurden farbkodiert dargestellt. Prinzipiell ist es möglich den Chloridgehalt in der gleichen Weise orts aufgelöst darzustellen.
- ⇒ Es wurden Tiefenprofile der Chloridverteilung mit einer Auflösung von 2 mm bestimmt.
- ⇒ Die Methode kann für die Bestimmung von Chloridgehalten vor Ort weiterentwickelt werden.
- ⇒ Durch umfangreiche Untersuchungen an unterschiedlichen Probekörpern und die Erstellung einer Datenbank mit den Ergebnissen kann die Kalibrierung verbessert werden.