

LIBS - Ein Tool zur Untersuchung der chemischen Zusammensetzung von Beton

Gerd WILSCH

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin

Kontakt E-Mail: Gerd.Wilsch@bam.de

Kurzfassung

Die „Laser Induced Breakdown Spectroscopy“ (LIBS) bietet die Möglichkeit, direkt auf der optisch zugänglichen Oberfläche von Baustoffen 2-dimensional die Elementverteilung zu erfassen. Durch das zugrundeliegende Prinzip sind alle Elemente des Periodensystems detektierbar, auch leichte Elemente wie Wasserstoff oder Lithium. Einerseits können alle für die Zusammensetzung des Zementes und der Gesteinskörnung relevanten Elemente erfasst werden, andererseits auch die für Schädigungsprozesse in Beton wichtigen Elemente Chlor, Schwefel, Natrium, Kalium, Kohlenstoff und Stickstoff. Der Nachweis kann simultan erfolgen.

Der Vorteil des Verfahrens liegt in der einfachen Probenvorbereitung, der direkten Messung auf der Oberfläche des Festkörpers und der Schnelligkeit der Messung. Die Heterogenität von Beton wird im Ergebnis berücksichtigt. Die Konzentrationen von schädigenden Ionen lassen sich bezogen auf den Bindemittelgehalt angeben. LIBS liefert standardmäßig qualitative Werte. Durch Kalibrierung anhand von Referenzproben ist eine Quantifizierung der Ergebnisse möglich.

Das Potenzial des Verfahrens wird am Beispiel der Bestimmung der Chlorid-Verteilung in der Bindemittelmatrix vorgestellt. Andere Anwendungen sind die Bestimmung der Karbonatisierungstiefe, die Bestimmung des Eintrages von Alkalien oder die Bestimmung der Verteilung von Schwefel.

Das Verfahren kann im Labor zur Untersuchung einer großen Anzahl von Proben oder vor-Ort zur schnellen Entscheidungsfindung eingesetzt werden. Kommerzielle Geräte sind seit kurzem verfügbar.

Die örtliche Auflösung der Messung beträgt bis zu 0,1 mm × 0,1 mm. Ein Messpunkt hat einen Durchmesser von ca. 100 µm. Die Messfrequenz liegt bei 100 Hz. Als Ergebnis entstehen für jedes Element eine 2D-Darstellungen der Konzentration über der Messfläche. Der Scan eines Bohrkerns von 50 mm x 70 mm dauert bei einer Auflösung von 0,5 mm lateral und 1 mm vertikal ca. 7 min. Es können auch raue oder gebrochene Oberflächen durch Nachführung der z-Achse untersucht werden. Die Nachweisgrenze für die Bestimmung des Chlorgehaltes bezogen auf den Bindemittelgehalt liegt bei 0,03 M-%.

Der Unterausschuss LIBS im Bauwesen im FA ZfP im Bauwesen der DGZfP arbeitet an der Erstellung von Merkblättern und Regelwerken zur Anwendung des Verfahrens.

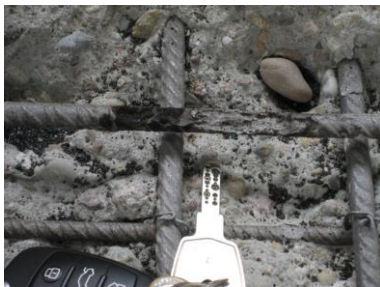
15.02.2018

LIBS - EIN TOOL ZUR UNTERSUCHUNG DER CHEMISCHEN ZUSAMMENSETZUNG VON BETON

G. Wilsch, C. Gottlieb, N. Sankat, S. Millar, T. Günther

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin, Germany

Wesentliche Schädigungsprozesse



Korrosion der Bewehrung
 Cl^- oder CO_2



Betonkorrosion
Sulfat-Angriff
 $[\text{SO}_4]^{2-}$

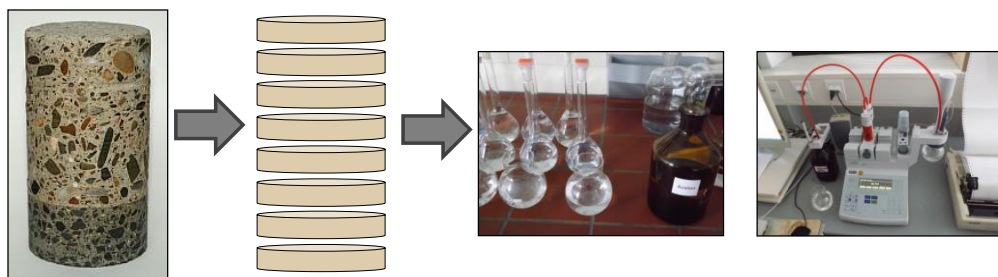


AKR
Wasser, reaktive GK und
Alkalien, vor allem Na

Entnahme der Proben



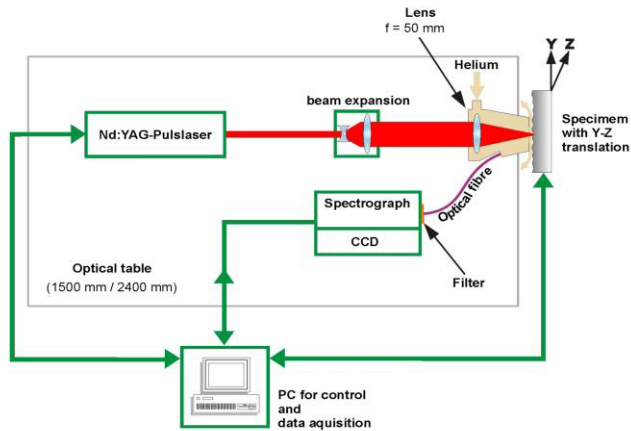
Standard-Methode Information über Heterogenität geht verloren



- Schnelle Analyse für alle Elemente
- Multi-Element Verfahren
- Direkte Messung an der Oberfläche der Probe
- Scannend, örtliche Auflösung: sub-mm-Bereich
- Quantitative Messung
- Automatisierte Messung
- Auswertung in **Realtime**
- Die **Heterogenität** wird berücksichtigt (Zement/Gesteinskörnung)

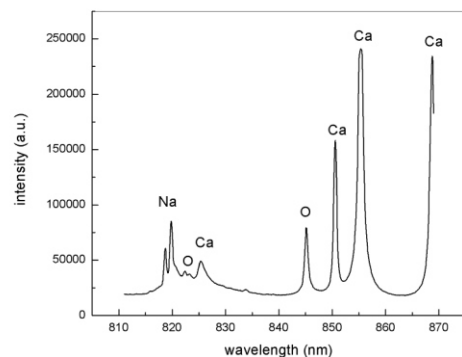
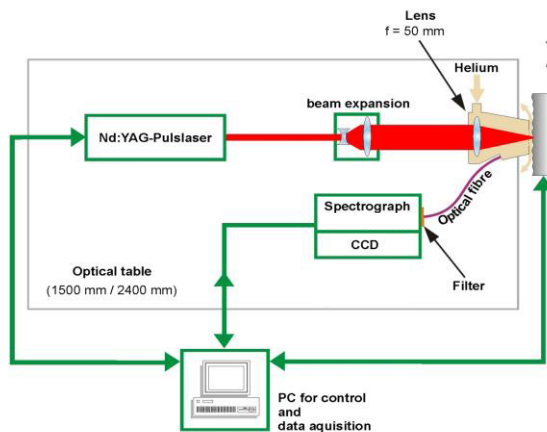
Prinzip und Labor-Setup

Was ist LIBS? - Prinzip



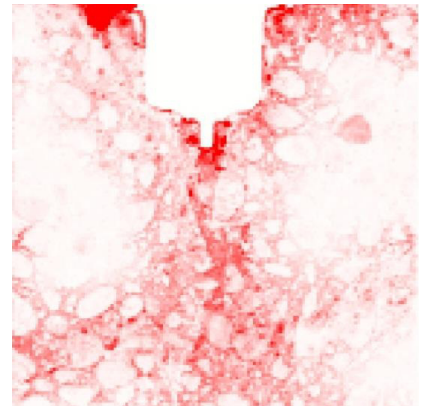
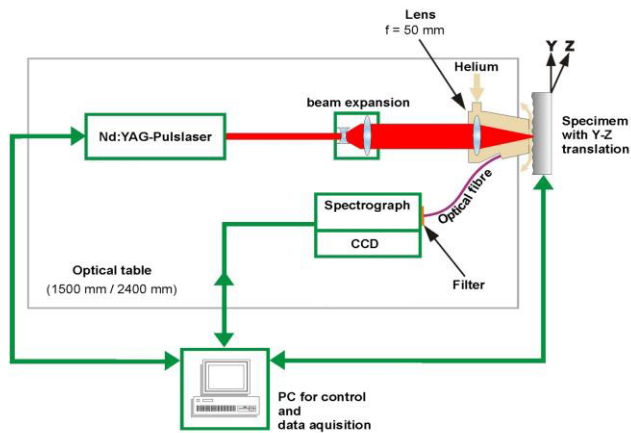
Laser Pulslänge ≤ 10 ns
 Plasma-Lebensdauer $> 100 \mu\text{s}$

Was ist LIBS? - Prinzip

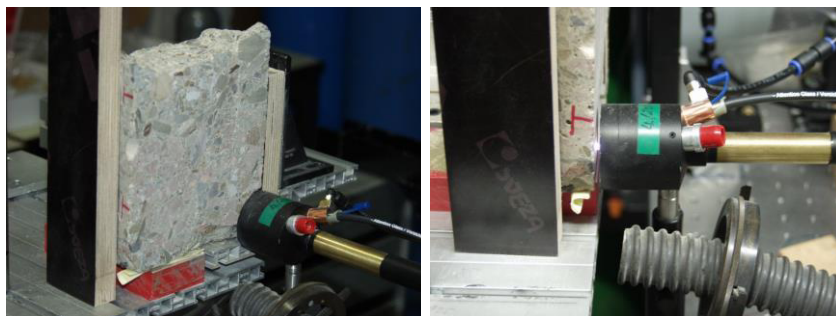


typisches Spektrum
 gemessen an Beton

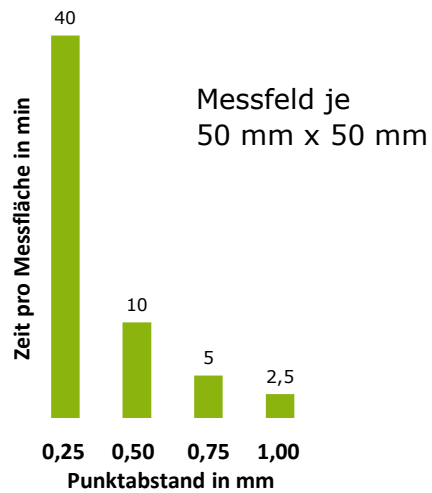
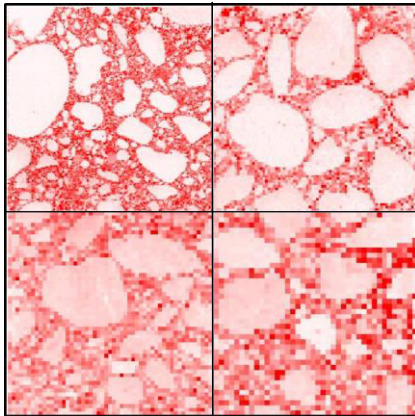
Was ist LIBS? - Prinzip



Probe auf Verfahrtsch und Messkopf



Messzeit versus Auflösung



LIBS – alle Elemente (gleichzeitig) erfassen

H																			He
Li	Be										B	C	N	O	F				Ne
Na	Mg										Al	Si	P	S	Cl				Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br			Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I			Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At			Rn
Fr	Ra	Ac	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt											
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dv	Ho	Er	Tm	Yb	Lu			
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr			

Normaler Aufwand

– Ca, Na, K, Li, Si, Al, Fe, Mg, H, O

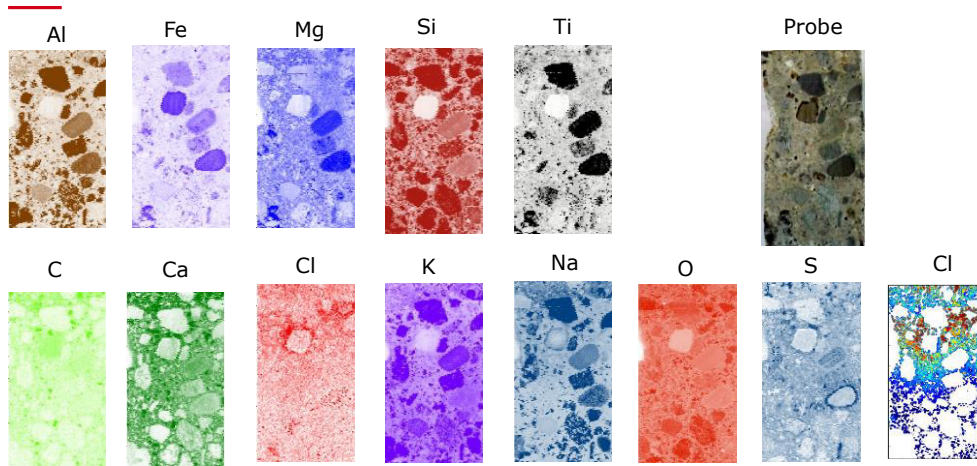
Erhöhter Aufwand

– C, N, Ti, Ni

Herausforderung

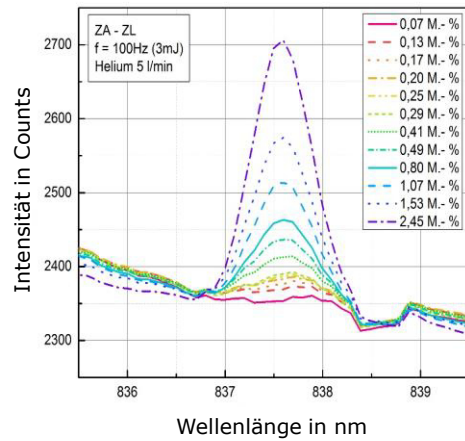
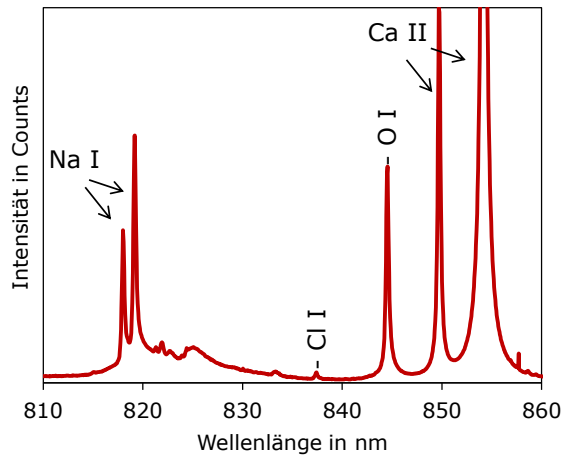
– Cl, S

Typisches Ergebnis einer Messung

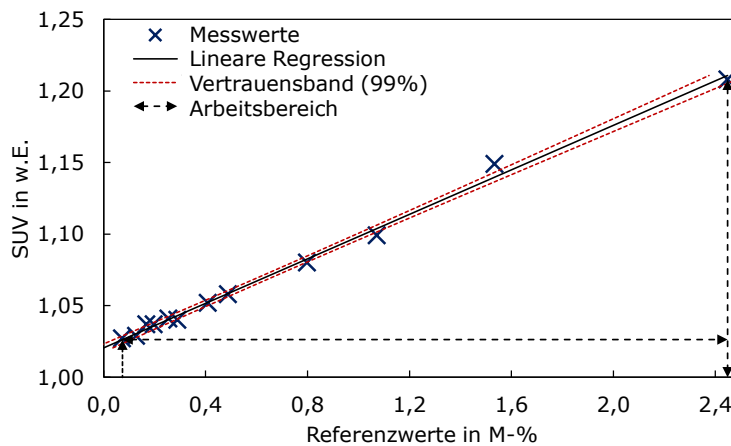


Bestimmung der Chlorkonzentration

Typisches Spektrum – Cl in Beton



Kalibrierung für Cl nach DIN 32465

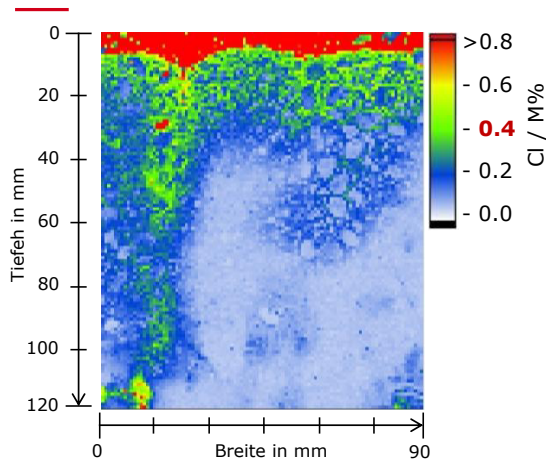


Limits

LOD = 0.03 %

LOQ = 0.07 %

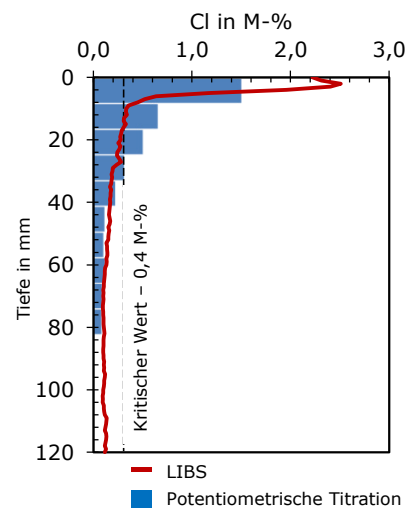
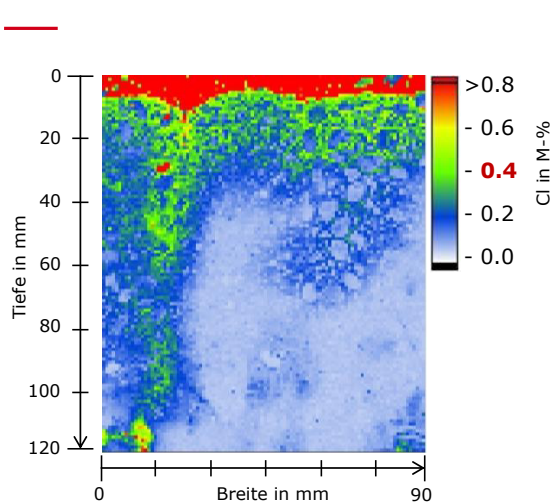
Beispiel einer 2D-Chloride Verteilung



Probe: Mörtel-Probe (Migrationstest)
Fläche: 120 mm x 90 mm
Resolution: 1 mm x 1 mm
Summation: 3 Spektren
Zeit: ca. 12 min
Frequenz: 50 Hz

Anz. Spektren: 10.800

2D-Chloride Verteilung – Vergleich mit Standard-Methode



Mobiles LIBS - BauLIBS

siehe Vortrag André Molkenthin

SECOPTA
laser based sensor systems



Grundgerät

Messkopf
auf Scanner



Energie:	3 mJ
Pulslänge:	1.5 ns
Frequenz:	100 Hz
Spotgröße:	100 µm
Lebensdauer:	3 x 10⁹ Pulse
Leistungs- dichte:	≈ 40 GW/cm²
Messfläche:	140 mm x 170 mm
Höhenverfahren:	3. Achse
Spektrometer:	NIR/UV

Laborsystem – FiberLIBS Lab

siehe Vortrag Christian Bohling

SECOPTA
laser based sensor systems



Zusammenfassung



- LIBS an Beton erfolgreich eingesetzt
- Heterogenität wird im Ergebnis berücksichtigt
- Schnelles und automatisiertes 2D-Scannen auch an rauen Flächen (Fokusnachführung)
- Mobiles System erfolgreich eingesetzt
- Set von Referenzproben zur Kalibrierung ist verfügbar
- Kommerzielle LIBS Geräte für das Labor und mobil
- Beginn der Erarbeitung von Merkblättern und der Normung

LIBS Team



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

Fragen?