



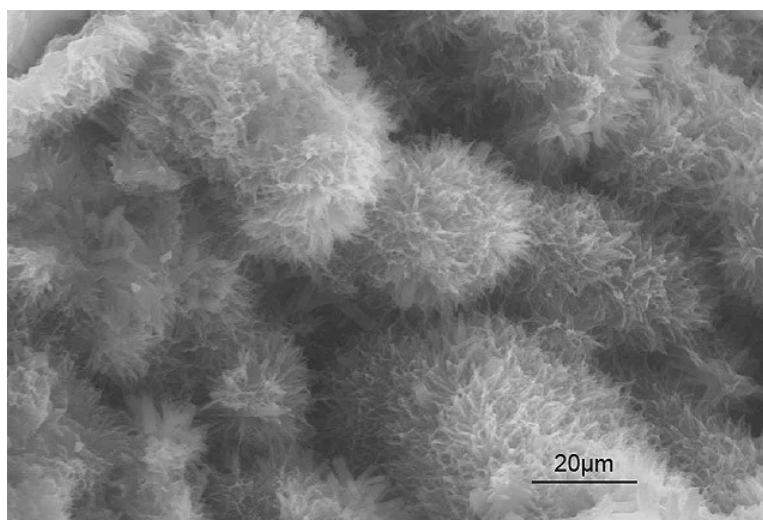
## „Analytik in Forschung & Entwicklung: Ortsaufgelöste in-situ-XRD“

Jürgen Neubauer

Moderne bauchemische Materialien ermöglichen die Konstruktion und den Bau von einzigartigen Gebäuden wie dem Burdsch Chalifa (Bild 1). Das monumentale Äußere dieses Gebäudes mit seiner Dimension im Kilometer-Bereich steht dabei in einem interessanten Widerspruch zur Dimension der Phasen, welche die nötige Festigkeit der Baustoffe erzeugen, die im Nanometer - und Mikrometer-Bereich angesiedelt ist (Bild 2).



Ca. 1 km

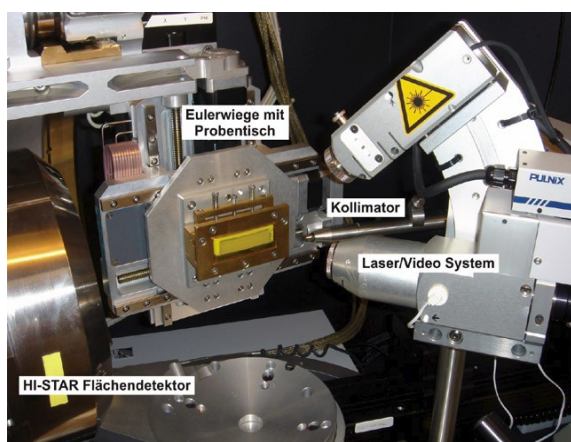


20µm

**Abbildung 1:** Der Burdsch Chalifa in Dubai, Höhe 828 m  
Quelle: [Wikipedia](#) [1]

**Abbildung 2:** Festigkeitsgebende Hydratationsprodukte von Portlandzement [2]

Zur Untersuchung der Leistungsfähigkeit von modernen Mörteln und Betonen müssen unter anderem die Mikrostruktur und die mineralogische Zusammensetzung der Baustoffe analysiert werden. Mit Hilfe der Röntgenbeugungsanalyse (XRD) können kristalline Bestandteile identifiziert und unter Verwendung moderner Auswertemethoden auch quantifiziert werden. Eine besondere Herausforderung ist es, diese Analyse nicht nur für eine durchschnittliche Mörtelzusammensetzung durchzuführen, sondern mit hoher Orts- und Zeitauflösung. Der Einsatz eines GADDS (General Area Detector Diffraction System, Bild 3) mit einer speziell konzipierten Probenbühne erlaubt derartige Untersuchungen.

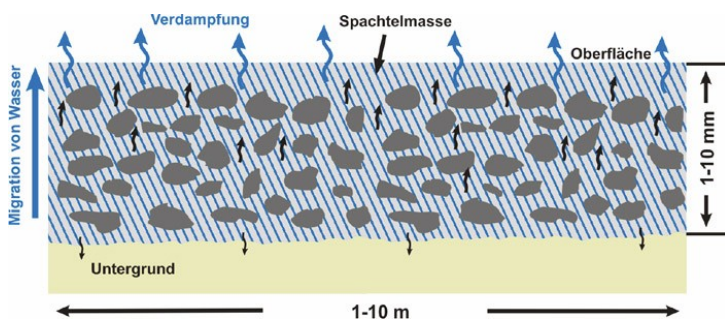


**Abbildung 3:** In-situ XRD Ausrüstung für schnelle in-situ Detektion. [2]

Das Messsystem unterscheidet sich primärseitig von klassischen Pulverdiffraktometern durch den definierten einfallenden parallelen Röntgenstrahl, der über einen Kollimator bis auf 50 µm eingengt werden kann. Auf der Detektorseite befindet ein 2-dimensionaler HiStar-Detektor, der eine schnelle

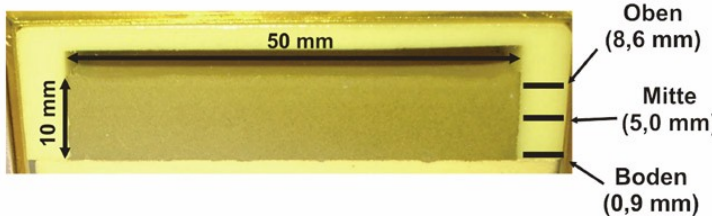
simultane Detektion eines großen Winkelbereiches neben zusätzlicher Detektion von weiteren Kristallen erlaubt. Auf diese Weise kann die Untersuchung von komplexen Mörtelsystemen in optimierter zeitlicher Auflösung erfolgen. Mit hoher Ortsauflösung werden die Eigenschaften der Mörtel an Grenzflächen untersucht und können mit den Hydratationsprodukten im Gesamtvolumen einer Probe verglichen werden.

Besonders bei Produkten, die sehr dünn aufgetragen werden, sind die Reaktionen in den Grenzflächen, in denen Haftung zu den benachbarten Materialien vermittelt werden muss, von besonderer Bedeutung. Eine Skizze mit einem entsprechenden Beispiel ist in Bild 4 dargestellt. Spachtelmassen werden in wenigen Millimetern Stärke auf unebnen Untergrund aufgetragen. Dabei entstehen sehr große Grenzflächen zum Untergrund und zur angrenzenden Raumluft. Die Kristallisation der Hydratphasen wird zum Beispiel durch den Wassertransport beeinflusst, und die mechanischen Eigenschaften verändern sich. Die zeitabhängige Entwicklung der festigkeitstragenden Verbindung Ettringit erlaubt deshalb Abschätzungen der mechanischen Stabilität der Beschichtungen.

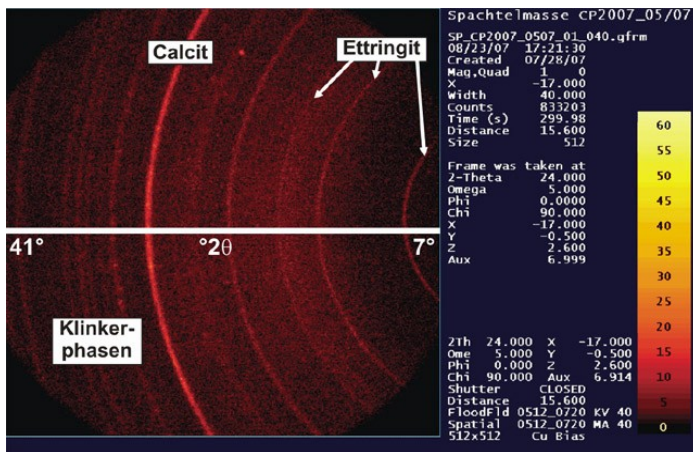


**Abbildung 4:** Skizze einer dünn aufgetragenen mineralischen Spachtelmasse auf Ettringitbasis [2]

**Abbildung 5:** Probenkammer zur Untersuchung dünner Bindemittelschichten [2]



Auf stark saugenden Untergründen kann der Transport des Anmachwassers auch bevorzugt in Richtung Untergrund statt finden. Mit Hilfe einer geeigneten Probenkammer können verschiedene Untergründe simuliert und die Probe unter realistischen Bedingungen untersucht werden. Bild 5 zeigt eine solche Probenkammer.

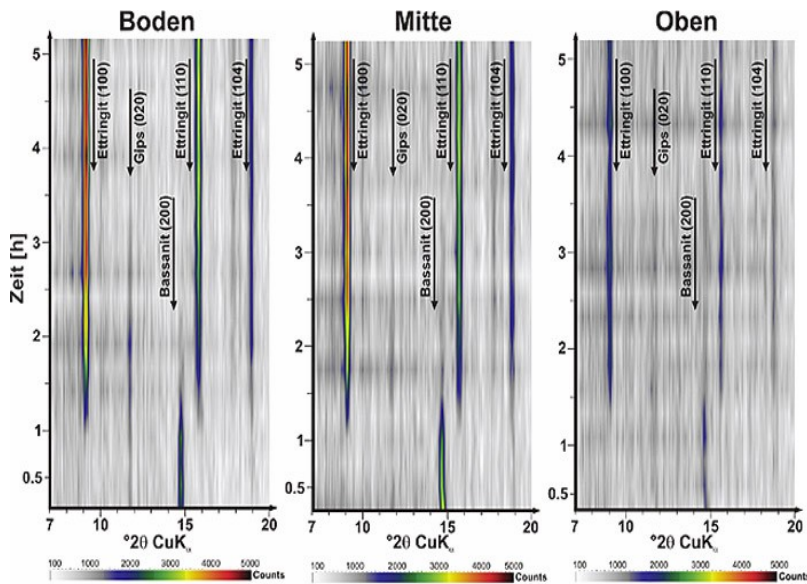


**Abbildung 6:** Beugungsbild der Grenzfläche zum Untergrund nach 10 Stunden Hydratationszeit [2]

Der Röntgenstrahl wird kann definiert über die Probe geführt werden, und man erhält aus der Grenzfläche zum Untergrund (Boden), aus dem zentralen Volumen (Mitte) und aus der Grenzfläche zur Luft (Oben) jeweils getrennte Beugungsbilder. Ein entsprechendes Beugungsbild ist in Bild 6 zu sehen.

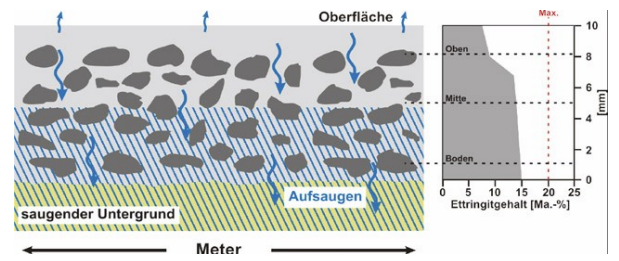
Die Untersuchung der Schichten wurde mit einer Zeitauflösung von 5 Minuten untersucht. Die Beugungsbilder können anschließend mit einer geeigneten Software

in Beugungsdiagramme umgewandelt und dann zeitabhängig als Levelplot aufgetragen werden. In Bild 7 ist das zeitabhängige Auflösen der Zementphasen und die Bildung der festigkeitstragenden Phase Ettringit im Levelplot dargestellt.

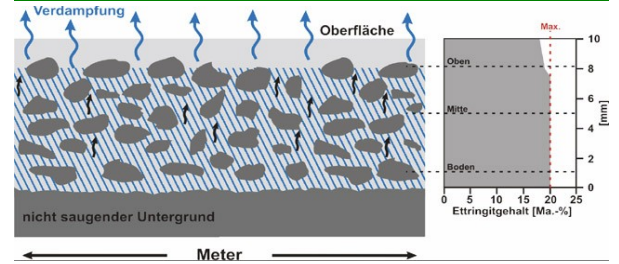


**Abbildung 7:**

Hydratationsverlauf des Mörtels am Boden, in der Mitte und Oben [2]



**Abbildung 8:** Quantitative Gehalte der Verbindung Etringit im Querschnitt des auf stark saugendem Untergrund applizierten Mörtels [2]



**Abbildung 9:** Quantitative Gehalte der Verbindung Etringit im Querschnitt des auf nicht saugendem Untergrund applizierten Mörtels [2]

Diese Levelplots erlauben einen guten qualitativen Einblick in die Auflösung der Mörtelphasen und in die Entstehung der Hydratphasen. Um jedoch Korrelationen mit den mechanischen Eigenschaften zu ermöglichen, ist auch eine quantitative Auswertung der Beugungsdaten nötig. Mit Hilfe der Rietveld-Analyse und geeigneten weiteren Auswertetechniken lassen sich absolute Phasengehalte ermitteln, die zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit der Bindemittel herangezogen werden können. Bild 8 zeigt den Gehalt an Etringit in unterschiedlichen Tiefen in der Spachtelmasse auf einem stark saugendem Untergrund. Durch den Mangel an Wasser im Mörtel wird der durch die Zusammensetzung des Mörtels vorgegebene maximale Gehalt an 20 Ma.- Etringit nicht erreicht. Besonders stark macht sich dieser Effekt an der Oberfläche bemerkbar. Hier wird nur ca. 1/3 des chemisch möglichen Gehaltes an Etringit erreicht.

Der Vergleich zum Aufbringen der gleichen Spachtelmasse auf einem nichtsaugendem Untergrund macht diese Konsequenz besonders deutlich (Bild 9). Hier entsteht am Boden aber auch in der Mitte der Spachtelmasse der maximal mögliche Gehalt an Etringit. Nur an der Oberfläche ist der Gehalt leicht reduziert.

Die Anwendung modernster Analysetechnik kann die Entwicklung neuer Materialien in der Bauchemie sehr stark vorantreiben. Dabei ist besonders die Kombination von methodischem und stofflichem Knowhow von besonderer Bedeutung.

Kontakt:	Schlauer Fuchs
 <p><b>Prof. Dr. Jürgen Neubauer</b>            Angewandte Mineralogie            GeoZentrum Nordbayern            FAU Erlangen-Nürnberg            Schlossgarten 5a            91054 Erlangen            Tel.: +49 (0)9131 8523986            E-Mail: <a href="mailto:Neubauer.gzn@me.com">Neubauer.gzn@me.com</a></p>	<p>Unsere Schlaue-Fuchs-Frage zu diesem Beitrag lautete:</p> <p>Bei welchen Produkten sind Reaktionen in den Grenzflächen von besonderer Bedeutung?</p>
	<p><a href="http://www.gzn.uni-erlangen.de/angewandte-geowissenschaften/mitarbeiter/akademische-mitarbeiter/neubauer/">http://www.gzn.uni-erlangen.de/angewandte-geowissenschaften/mitarbeiter/akademische-mitarbeiter/neubauer/</a></p>