Anhang zu:

Bewertung und Optimierung der Hydrophobierung zur Verminderung des AKR-Schädigungsfortschrittes in Fahrbahndeckenbetonen

von

Frank Weise Karsten Schrang

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung Berlin

Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen

Straßenbau Heft S 93 – Anhang



8 Anhang

8.1 Anhang A1: Vertiefende mikroskopische Untersuchungen an Laborbetonen nach Beendigung des 60°C-Betonversuchs

		Probe: D-LB 3					
		Detailbild: 1					
		Polarisationsmikroskop polarisiertes Durchlicht	0,625 mm	Polarisationsmikroskop gekreuzte Polarisatoren			
Scan Dünnschliff	25 mm	Indikationen		Bewe	rtung		
		Gel in Riss und Pore	→	AKR	+		
				Sekundäre Ettringit- bildung (SEB)	-		
				Legende: - kein Merkmal erkenn + punktuell eindeutige	bar Merkmale		

Abbildung A1-1: Ergebnis der Dünnschliffuntersuchungen am Horizontalschnitt des nicht hydrophobierten mit NaCl aufdotierten Laborbetons nach der AKR-provozierenden Lagerung in Anlehnung an den 60°C-Betonversuch

	Probe: D-LB 3					
	Detailbild: 2					
Scan Dünnschliff 25 mm	Polarisationsmikroskop 0,625 mm	Polarisationsmikroskop gekreuzte	OperationOpera			
	Indikationen	Bewe	rtung			
	 Gel in Poren Sulfatohasenneubildung 	AKR	+			
	in Pore	Sekundäre Ettringit- bildung (SEB)	+			
		Legende: - kein Merkmal erkenn + punktuell eindeutige	bar Merkmale			

Abbildung A1-2: Ergebnis der Dünnschliffuntersuchungen am Horizontalschnitt des nicht hydrophobierten mit NaCl aufdotierten Laborbetons nach der AKR-provozierenden Lagerung in Anlehnung an den 60°C-Betonversuch

	Probe: D-LB 4				
	Detailbild: 1				
Scan Dünnschliff 25 mm	Polarisationsmikroskop 0,625 mm	Polarisationsmikroskop gekreuzte Polarisatoren	0,625 mm		
	Indikationen	Bewertung	g		
	Gel in Pore	AKR	+		
		Sekundäre Ettringit- bildung (SEB)	-		
		Legende: - kein Merkmal erkennbar + häufig deutliche Merkmale	e		

Abbildung A1-3: Ergebnis der Dünnschliffuntersuchungen am Horizontalschnitt des hydrophobierten mit NaCl aufdotierten Laborbetons nach der AKR-provozierenden Lagerung in Anlehnung an den 60°C-Betonversuch



Abbildung A1-4: Ergebnis der Dünnschliffuntersuchungen am Horizontalschnitt des nicht hydrophobierten mit Prüfzement hergestellten Laborbetons nach der AKRprovozierenden Lagerung in Anlehnung an den 60°C-Betonversuch

	Probe: PZ LB 1					
	Detailbild: 2					
Scan Dünnschliff 25 mm	Polarisationsmikroskop polarisiertes Durchlicht	0,625 mm	Polarisationsmikroskop gekreuzte			
	Indikationen	-	Bewertu	Ing		
	 Gel in Riss und Pore —> 		AKR	++		
			Sekundäre Ettringit- bildung (SEB)	-		
		-	Legende: - kein Merkmal erkennba	ır ale		

Abbildung A1-5: Ergebnis der Dünnschliffuntersuchungen am Horizontalschnitt des nicht hydrophobierten mit Prüfzement hergestellten Laborbetons nach der AKRprovozierenden Lagerung in Anlehnung an den 60°C-Betonversuch

	Probe: PZ LB 4				
	Detailbild: 1				
Sran Düngschiff 26 mm	Polarisationsmikroskop 0,625 mm	Polarisationsmikroskop 0,625 mm			
Scan Dunnschill 25 mm	Indikationen	Bewertung			
	Gel in Poren	AKR +			
		Sekundäre Ettringit- bildung (SEB)			
		Legende: - kein Merkmal erkennbar + punktuell eindeutige Merkmale			

Abbildung A1-6: Ergebnis der Dünnschliffuntersuchungen am Horizontalschnitt des hydrophobierten mit Prüfzement hergestellten Laborbetons nach der AKR-provozierenden Lagerung in Anlehnung an den 60°C-Betonversuch

Detailbild: 2 Polarisationsmikroskop Polarisationsmikroskop 0,625 mm 0,625 mm polarisiertes Durchlicht gekreuzte Polarisatoren **Bewertung** Indikationen • Gel in Riss AKR + Sekundäre Ettringitbildung (SEB)

+ punktuell eindeutige Merkmale

Abbildung A1-7: Ergebnis der Dünnschliffuntersuchungen am Horizontalschnitt des hydrophobierten mit Prüfzement hergestellten Laborbetons nach der AKR-provozierenden Lagerung in Anlehnung an den 60°C-Betonversuch



8.2 Anhang A2: TDR-Kalibrierfunktion für den im Monitoring verwendeten Bestandsbeton



	vom 29.0
TimeDomain R eflectometry	
Erstellung einer TDR-Kalibrierfun	ktion für einen Fahrbahnbeton
Inhalt	
1 Aufgabenstellung	
1. Allg. Einleitung	
2. TDR Messtechnologie	
2.1 TDR-Messgerät	
2.2 TDR-Sonden	
2.3 Kalibrierung der Sonden	
3. Dielektrische Wassergehaltsmess	ung mit TDR
3.1 Gemischt dielektrische Modell	e9
4. Material und Methoden	
4.1 Herstellung der Kalibrierprobe	n
4.2 Erstellung definierter Feuchtez	ustände 15
4.3 Ergebnisse der Kalibriermessu	ngen 17
5. Zusammenfassung	
2	

Seite 3 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

1 Aufgabenstellung

Die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, BAM, beabsichtigt die experimentelle Prüfung AKR geschädigter Beton-Fahrbahndecken in situ und unter Laborbedingungen. Besonderer Augenmerk wird dabei auf die derzeit diskutierten Sanierungsmaßnahmen gelegt. So sollen hydrophobe Imprägnierungen den Eintrag von Streusalz während des Winters verhindern und so die AKR Reaktion vermeiden.

Im Rahmen der von der BAM unter Laborbedingungen und an einer Teststrecke geplanten Untersuchungen sollen die Feuchtegehalte und die Salzkonzentrationen in unterschiedlichen Positionen in der Fahrbahndecke kontinuierlich gemessen werden. Die Messung soll dabei über die TDR- Technologie realisiert werden. Zum einen ermöglicht TDR die Messung von Wassergehalt und elektrischer Leitfähigkeit im gleichen Messvolumen. Damit wird es möglich die elektrische Leitfähigkeit auf das wassergefüllte Porenvolumen zu beziehen und ermöglicht so eine Bestimmung gesamtlöslicher Salze. Die physikalische Interpretation der Laufzeitmessung mit einem gemischt dielektrischen Mehrphasen-Materialmodell erlaubt darüber hinaus eine Differenzierung der Materialfeuchte in freies und gebundenes Wasser.

Soll das Potential der TDR-Technologie genutzt werden, sind umfassende Kalibrierungen notwendig.

- Gerätekalibrierung: Sensor
- Materialkalibrierung: Erstellung von Eichkurven zur Feuchtebestimmung

Nachfolgend wird die TDR-Technologie näher beschrieben und die Ergebnisse der Kalibrierungen dargestellt.

Seite 4 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

1. Allg. Einleitung

In den letzten Jahrzehnten sind die Schad- und Nährstoffeinträge aus Industrie, Landwirtschaft und konsumierender Gesellschaft stetig angestiegen. Konkrete Fragen betreffen z.B. die Ein- und Auswaschung sowie die Verweildauer von Emissionsstoffen, Industrieabfällen, Salzen, Düngern und Pestiziden, um nur einige zu benennen. Die Kenntnis ihres Verbleibs und ihrer Disposition setzt eine Untersuchung der Stoffkreisläufe voraus. Im Bereich Umwelt hat der Boden dabei als Puffer und Transformator an der Schnittstelle zwischen Atmosphäre und Hydrosphäre eine zentrale Bedeutung. Die Eigenschaften kapillarporöser Materialien Feuchte zu speichern und zu leiten sind im Bauwesen ebenfalls von großer Bedeutung. Kapillarer Aufstieg, Wasserdampftransmission, Evaporation und Infiltration von Schlagregen in Gebäudekomponenten, Tauwasserbildung, Kondensation sind nur einige Beispiele, wo die Kenntnis über die Fließrate von flüssigem und dampfförmigem Wasser von Bedeutung ist.

2. TDR Messtechnologie

Nach White et. al. 1994 eröffnet die Time Domain Reflectometry, TDR, als Messmethode zur Bestimmung von Wasser- und Salzgehalt in porösen Materialien viele Anwendungsmöglichkeiten. Die auch als Kabelradar bekannte Technologie beruht auf der Laufzeitmessung einer elektromagnetischen Welle entlang einer Sonde. Aus Untersuchungen von Topp et al. (1980) ist bekannt, dass die Verweildauer einer Welle maßgeblich von der Dielektrizitätszahl, ɛ, des porösen Materials abhängt. Da Wasser (ɛ_w ~ 80) eine deutlich höhere Dielektrizitätszahl aufweist, als beispielsweise Beton (ɛ_s ~ 4-6) oder Luft (ɛ_a ~ 1), steigt mit zunehmendem Wassergehalt auch die Dielektrizitätszahl.



Abbildung 1: Diagramm einer 2-Stabsonde, bestehend aus zwei parallelen Metallstäben definierter Länge sowie die auftretenden Reflexionssignale an den Diskontinuitäten (t_0 , t_1 und t_2), dargestellt für einen Stufenpuls (grau) und einen sinⁿ förmigen Nadelpuls (schwarz).

Seite 5 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

Die Sonden bestehen aus 2 oder auch mehreren Metallstäben (siehe Abbildung 3), definierter Länge und Abstand, so dass Geometrie (Messvolumen) und physikalische Eigenschaften (z.B. Impedanz) bekannt sind (Plagge et al. 1994). Die Laufzeitmessung eines elektrischen Pulses entlang der Sonde liefert ein Reflexionsbild, aus dem neben den Impedanzen auch der Dielektrizitätswert bestimmt wird. Bei der Wanderung des elektrischen Pulses entlang des Sensors treten an den Impedanzsprüngen Reflexionen, die in Ihrer Gesamtheit das Reflexionsbild ergeben (siehe Abb.1 unten, sinⁿ förmiger Nadelpuls). Am Kabel-Sensor-Interface, t_0 , wird ein Teil der Pulsenergie reflektiert, was sich in dem Peak darstellt. Die verbleibende Pulsenergie wird im Sensor weitergeleitet und nach Erreichen der Metallstäbe, t_1 , sowie an dessen Ende, t_2 , zurück zum Messgerät reflektiert. Der zeitliche Abstand zwischen den beiden letzten Peaks entspricht der Verweilzeit des Pulses im porösen Material. Ist die Länge der Stäbe bekannt, so kann mit Gleichung 1 aus der Verweilzeit des Pulses auf die Dielektrizitätszahl, ϵ_a , des Mediums geschlossen werden:

$$\sqrt{\varepsilon_a} = \frac{c}{2l}(t_2 - t_1) \tag{1}$$

Der Parameter *c* entspricht dabei der Lichtgeschwindigkeit = $2.997925*10^8$ [mm/ps] mit der Stablänge / [mm] und den gemessenen Reflexionszeiten t₁ und t₂ [ps] am Stabanfang und am Stabende. Zur Bestimmung der augenscheinlichen Dielektrizitätskonstanten, ε_a , wird die charakteristische elektrische Länge einer Sonde benötigt. Da eine metrische Messung, z.B. mit einer Schieblehre, unzureichend ist, werden Messungen von Referenzflüssigkeiten mit definierten Dielektrizitätskonstanten vorgenommen (Plagge et al. 1994). Da die Reflexion am Kabel-Sensor-Interface, t₀, eine definierte immer gleichbleibende Diskontinuität darstellt, kann sie als Zeitreferenz und Sondenkonstante, t_{ref}, automatisch bei den Messungen berücksichtigt werden (Malicki & Skierucha 1989). Mit der Integration der Sondenkonstante kann u.a. die Langzeit-Spannungsdrift des Abtastsystems kompensiert werden. Die Verweilzeit des Pulses im porösen Material ergibt sich nun aus Gleichung (2):

$$\sqrt{\varepsilon_a} = \frac{c}{2l}(t_{Sonde} - t_{ref})$$

(2)

2.1 TDR-Messgerät

Das verwendete TDR System ist ein computergesteuertes Time Domain Reflectometer (Abbildung 2). Die mit dem TDR-Messgerät aufgezeichneten Spannungs-Zeit Paare werden über eine Schnittstelle in den Computer eingelesen und dort weiterverarbeitet. Die spezifischen Kenndaten des Systems, wie Sondenkenndaten, Laufzeitfenster, u.a. werden automatisch vom Computer berücksichtigt. Bei der TDR-Messung werden die Spannungs-Zeit Paare durch eine glättende Funktion interpoliert. Als Ergebnis erhält man das Reflektogramm der Messung (siehe Abbildung 1).



Abbildung 2. Schematisches Diagramm des PC gesteuerten TDR-Gerätes zur Bestimmung des Wassergehaltes kapillar poröser Materialien.

Beim Einsatz der TDR-Technologie mit kurzen Sondenstäben besteht die Schwierigkeit in der Messung der Pulslaufzeit, die im Nanosekundenbereich liegt und daher eine zeitliche Auflösung im Pico-Sekundenbereich, 10⁻¹² Sekunden, voraussetzt. Daher wird ein hochstabiler Generator benötigt, der wenig Jitter aufweist. In der Regel werden daher TEKTRONIX-Kabeltester oder vergleichbare Testmodule eingesetzt. Diese Kabeltester, wie auch die am IBK und der BAM befindlichen Modulsysteme arbeiten mit einer Pulsanstiegszeit von 200ps. Der Frequenzbereich, in dem sich die TDR-Messung abspielt, ist für das Verständnis der Messung von großer Bedeutung, da die komplexe Dielektrizitätskonstante eine frequenzabhängige Größe ist. Sie wird durch die Anstiegszeit des Potentialsprungs vorgegeben. Der sich daraus ergebende Frequenzbereich einer TDR-Messung mit 200ps Anstiegszeit liegt im Bereich zwischen 0.05 - 1.6GH. Das Debye-Model (aus Kraus 1984) beschreibt dabei den Zusammenhang zwischen Frequenz und Dielektrizitätskonstante des Wassers:

$$\varepsilon_{(w)} = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{1 + i\omega\tau} + i\frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0}$$

(3)

Der Parameter σ repräsentiert die spezifische elektrische Leitfähigkeit [mS/cm], ω die Kreisfrequenz und τ die Relaxationszeit des Wasserdipols [s] (temperaturabhängig, z.B. 4*10⁻¹² (bei -5°C) und 20*10⁻¹² (bei 60°C) s). Nach Kaatze & Uhlendorf (1981) können für die Größen ε_8 und ε_9 die folgenden Annahmen getroffen werden:



Abbildung 3. TDR-2-Stabsonden in verschiedenen Dimensionen. (Der Sondentyp in Bildmitte mit 53mm kurzen Sondenstäben wurde bei den Kalibriermessungen verwendet.)

Die Sonden bestehen im Prinzip aus dem koaxialen Verbindungskabel, einem Sondenkörper mit Elektronik und der eigentlichen Sonde aus 2 Metallstäben (dem Wellenleiter, welcher der Antenne entspricht). Das speziell abgeschirmte Übertragungskabel stellt die Verbindung zwischen Sonde und Messgerät her. Die Sonde besitzt 2 parallel angeordnete Metallstäbe aus rostfreiem, säurebeständigem Edelstahl mit federnden Eigenschaften. Am Ende angespitzt, gleiten sie leicht in ein mit geeigneten Bohrungen präpariertes Material.

Abhängig von der geforderten räumlichen Auflösung sind Stabdurchmesser von 0.6-3mm üblich. Da Stababstand und Stabdurchmesser die physikalischen Parameter beeinflussen, erfordert eine hohe räumliche Auflösung kleine Durchmesser. Mit 0.6mm Ø bei einer Länge von 53mm erreicht man eine räumliche Auflösung von 7mm, entsprechend 2.4cm³ Messvolumen. Dabei müssen die Sonden mit ihrem entsprechenden Messvolumen voll-

Seite 8 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

ständig in der Materialmatrix eingebettet sein. Ragt ein Teil des Messvolumens aus der Materialprobe heraus, wird z.B. die umgebende Luft mit gemessen und das Ergebnis verfälscht.

Bei Straßenbetonen kann aufgrund der Größe und Festigkeit der Zuschlagsstoffe keine 0.6mm Ø Bohrung realisiert werden. Daher wird auf die alternativ verwendbare Schlitz-Technologie zurückgegriffen, die später im Materialkapitel beschrieben wird.)

2.3 Kalibrierung der Sonden

Bestimmung der apparenten Dielektrizitätskonstanten

Wie aus Gleichung 2 ersichtlich ist, sind die elektrische Länge der Wellenleiter, *I*, und ihre typische Referenzzeit, *t_{ref}*, die relevanten Sondenparameter. Da sich die Laufzeit des elektrischen Pulses proportional zur Quadratwurzel der Dielektrizitätskonstante verhält, müssen zur Kalibrierung lediglich zwei Messungen an idealen Dielektrika mit einem hohem und einem niedrigem Dielektrikum durchgeführt werden (Plagge et al. 1994). Bei der Sondenkalibrierung werden in der Regel die Flüssigkeiten Wasser und Benzol verwendet. Benzol gilt als Standardreferenz bei der Bestimmung der Dielektrizitätskonstanten. Die Temperaturabhängigkeit der beiden Kalibrierflüssigkeiten wird dabei wie folgt berücksichtigt Weast (1988):

$$\boldsymbol{\mathcal{E}}_{Wasser(T)} = 80.141 - 0.3661^{*}(T-20) + 0.8648^{*}10^{-3*}(T-20)^{2} - 0.1427^{*}10^{-5*}(T-20)^{3}$$
(5)

und

 $\varepsilon_{Benzol(T)} = 2.284 - 0.002^{*}(T-20)$

(6)

mit der Temperatur, *T*, der jeweiligen Kalibrierlösung [°C]. Zur Kalibrierung werden die jeweiligen Flüssigkeiten in ein Becherglas gefüllt, deren Temperatur bestimmt, anschließend die Metallstäbe der Sonde vollständig und blasenfrei in der Lösung gehalten und die Messung ausgelöst. Die Messungen mit einer Sonde in den beiden Flüssigkeiten liefern bei Verwendung von Gl. 2 die Gleichungen:

$$\sqrt{\varepsilon_{Wasser}} = \frac{c}{2l} (t_{Wasser} - t_{ref})$$
⁽⁷⁾

und

$$\sqrt{\varepsilon_{Benzol}} = \frac{c}{2l} (t_{Benzol} - t_{ref})$$
(8)

Nach Kombinieren der Gleichungen 5 und 6 mit 7 und 8 kann die charakteristische elektrische Länge der Antennen mit Gleichung 7 ermittelt werden.

$$l = \frac{c}{2} \frac{t_{Wasser} - t_{Benzol}}{\sqrt{\varepsilon_{Wasser}} - \sqrt{\varepsilon_{Benzol}}}$$
(9)

Die charakteristische Referenzzeit liefert Gleichung 10 mit:

$$t_{ref} = \frac{(\sqrt{\varepsilon_{Wasser}} t_{Benzol}) - (\sqrt{\varepsilon_{Benzol}} t_{Wasser})}{\sqrt{\varepsilon_{Wasser}} - \sqrt{\varepsilon_{Benzol}}}$$

Wird das TDR-Messgerät mit den vorliegenden Sondeninformationen versehen, so kann direkt aus der Messung der Laufzeit auf die augenscheinliche Dielektrizitätskonstante des Materials geschlossen werden. Durch die Kalibrierung im Bezug auf ϵ_a ist es möglich dielektrische Materialmodelle auf jedem TDR System zu verwenden.

3. Dielektrische Wassergehaltsmessung mit TDR

Soll aus der mit TDR gemessenen apparenten Dielektrizitätskonstanten der volumetrische Wassergehalt eines kapillar porösen Materials abgeleitet werden, so muss a priori deren Beziehung zueinander bekannt sein. Viele Übertragungsfunktionen, wie Empirische Ansätze (Topp et al. 1980, Roth et al. 1992, Malicki et al. 1994), gemischt-dielektrische Modelle (Dobson et al. 1965, Tinga et al. 1973, Roth et al. 1990, Dirksen & Dasberg 1993) und physikalische Konzepte (de Loor 1964) sind in der Literatur beschrieben. Empirische Kalibrierfunktionen liegen bislang für zahlreiche Böden vor und physikalische Modelle werden meist zur Beschreibung der dielektrischen Eigenschaften von Pulvern verwendet, da letztere eine exakte Partikelgeometrie voraussetzen. Zwischen diesen beiden Konzepten liegen die gemischt dielektrischen Modelle, die einerseits eine physikalische Basis aufweisen, anderseits jedoch Modellparameter besitzen, die empirisch angepasst werden müssen.

3.1 Gemischt dielektrische Modelle

In der einfachsten Form können kapillar poröse Materialien über eine Mischung der drei Phasen: fest, flüssig und gasförmig, beschrieben werden. Freies Wasser besitzt mit ε ~80 eine vergleichsweise höhere Dielektrizitätszahl als mineralische Komponenten (ε ~4) oder Luft (ε ~1). Daher steigt mit zunehmendem Wassergehalt auch der Dielektrizitätswert des porösen Mediums. Der gemischt- dielekrische Ansatz für die oben beschriebenen drei Phasen lautet nach Tinga et al. (1973):

$$\varepsilon_a = \left[\Theta\varepsilon_w^\beta + (1-\phi)\varepsilon_s^\beta + (\phi-\Theta)\varepsilon_g^\beta\right]^{1/\beta} \tag{11}$$

hierbei sind ε_s , ε_w und ε_g die Dielektrizitätskonstanten der Festphase, der Wasserphase und der Luftphase. Die Größen Φ und θ entsprechen der Porosität und dem Wassergehalt. Aus ihnen können die volumetrischen Anteile der drei Phasen ermittelt werden. Der Parameter β repräsentiert einen Geometriefaktor, der von der geometrischen Anordnung der 3-Phasenmischung und ihrer Orientierung im erzeugten elektrischen Feld abhängt. Der Parameter β selbst kann nicht gemessen werden und wird mit Hilfe von Referenz-

Seite 9 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

(10)

Seite 10 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

messungen invers über die Minimierung der quadratischen Abweichungen zwischen Messung und Berechnung angepasst.

Die Bestimmung des volumetrischen Wassergehaltes über Gleichung 11 erfordert die Kenntnis von Porosität, Φ , oder der Trockenraumdichte, ρ , sowie die Messung der Dielektrizitätskonstante des trockenen Beton Materials, ε_s . Weiterhin wird vorausgesetzt, dass die Wasserphase sich wie freies Wasser mit $\varepsilon_w \sim 80$ verhält. Nach Birchak et al. (1973) gilt für isotrope 2-Phasenmischungen der Parameter $\beta = 1$, während für geschichtete 2-Phasenmischungen in rechtwinkeliger Anordnung zum elektrischen Feld, der Parameter $\beta = -1$ wird. Für homogene-isotrope Materialien resultiert daraus ein $\beta = 0.5$. Da β gefittet werden muss, ist Gleichung 11 prinzipiell ein semi-empirisches Modell.

Bei Betonen oder auch Materialien mit hoher spezifischer Oberfläche trifft die oben getroffene Annahme nicht zu. Nicht der gesamte Wasseranteil ist freies, flüssiges Wasser mit $\varepsilon_w \sim 80$. Das unmittelbar an den Oberflächen von Festphasen gebundenes Wasser besitzt andere dielektrische Eigenschaften. Je nach Bindungsintensität besitzen die Wasserdipole im Hydratationswasser der Zementmatrix ebenfalls eine geringere Relaxationszeit (siehe Gl. 1). In der Konsequenz sinkt der Dielektrizitätswert.

Die Erweiterung des gemischt- dielekrischen 3-Phasenansatzes um den Anteil gebundenen Wassers zum 4-Phasenmodell lautet nach Birchak et al. (1973):

$$\varepsilon_{a} = [(\theta - \theta_{bw})\varepsilon_{fw}^{\beta} + \theta_{bw}\varepsilon_{bw}^{\beta} + (1 - \phi)\varepsilon_{s}^{\beta} + (\phi - \theta)\varepsilon_{g}^{\beta}]^{1/\beta}$$
(12)

Der Gesamtwassergehalt, θ , errechnet sich dabei aus den Fraktionen des thermodynamisch "freien", θ_{hw} , und des "gebundenen" Wassers, θ_{bw} , wobei die dazugehörigen Dielektrizitätskonstanten für freies, $\varepsilon_{hw} \sim 80$, und "gebundenen" Wassers, $\varepsilon_{bw} \sim 3.2$ gewählt wurden (Dobson et al. 1985). Die Menge des gebundenen Wassers kann näherungsweise aus Gleichung 13 (Dirksen & Dasberg 1993) berechnet werden:

$$\Theta_{bw} = l_{mw} \delta S_{eff} \tag{13}$$

wobei I_{mw} = die Anzahl mono-molekularer Wasserschichten mit einer Schichtdicke von ~ $3*10^{-10}$ entspricht. S_{eff} ist die effektive (zugängliche), spezifische Oberfläche und berechnet als Produkt aus spezifischer Oberfläche und Trockenraumdichte, δ . Mit zunehmendem Abstand von der Oberfläche nimmt die Dielektrizitätskonstante exponentiell zu. Für die erste monomolekulare Wasserschicht werden bei verschiedenen Autoren Werte von, ε_{bw} = 3.2, ε_{bw} = 6, ε_{bw} = 20-40 gefunden.

Noch größer wird die Diskrepanz für die Dielektrizitätskonstante des gebundenen Wasser der zweiten Wasserschicht, ε_{bw-2} . Im Extrem variieren die Werte zwischen $\varepsilon_{bw-2} = 80$ bzw. $\varepsilon_{bw-2} = 3.2$, was auf die Problematik einer Überparametrisierung gemischt- dielekrischer 4-Phasenmodelle hinweist. Da die Modellparameter ε_{bw} , θ_{bw} und β a priori nicht bestimmbar sind, müssen sie über Minimierung der quadratischen Abweichungen angepasst werden.



Seite 11 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

Der Parameter β stellt dabei eine sehr sensitive Größe dar, da er im Exponenten der Variablen, als auch des gesamten Gleichungsterms steht.

4. Material und Methoden

Aus Kapitel 3 wird ersichtlich, dass für den zu untersuchenden Straßenbeton eine individuelle Kalibriercharakteristik erstellt werden muss. Dazu ist es erforderlich die Betonproben auf unterschiedliche Wassergehalte einzustellen. Nach der Gleichgewichtseinstellung kann im Anschluss die apparente Dielektrizitätskonstante mit TDR gemessen werden. Aufgrund der sehr langsam ablaufenden Befeuchtungsprozesse des Straßenbetons müssen die Materialproben über einen langen Zeitraum ins Gleichgewicht gebracht werden. Da mit zunehmender Probenstärke die erforderliche Zeitdauer zum Erhalt von Gleichgewichten quadratisch ansteigt, sind kleine Dimensionen essentiell.

Aus der zu untersuchenden Betonfahrbahndecke wurden daher von der BAM geeignete Probekörper in den Dimensionen 80 * 110 * 30mm geschnitten. Eine exakte Einhaltung der Dimensionen ist nicht erforderlich, da jeder Probekörper im Labor hinsichtlich seiner Dimensionen individuell erfasst wird. Eine exakte Dimensionierung würde den Aufwand unnötig vervielfachen. Insgesamt wurden 8 Materialchargen mit jeweils 11 Materialproben zur Kalibrierung an das IBK übergeben.

4.1 Herstellung der Kalibrierproben

Bei der Beschreibung der TDR-Sonden wurde bereits darauf hingewiesen, dass kleine Materialdimensionen auch den Einsatz kleiner Sondendurchmesser nötig machen. Bei der Kalibrierung werden daher 2-Stabsonden mit 0.8mm Ø und einer Länge von 53mm verwendet. Die Installation dieser Sonden in Beton erfordert jedoch die Präparation von Hohl-räumen für die Aufnahme der Sondenstäbe.

Wie Abbildung 4 anschaulich impliziert, können in dem sehr harten und grobkörnigen Fahrbahnbeton keine Bohrungen hergestellt werden. Alternativ wird der Probekörper daher über einen Kappschnitt in zwei Hälften getrennt, so dass zwei 80 * 110 * 13mm große Probenhälften entstehen. Nach dem Zuschnitt besitzt die geschnittene Oberfläche, wie auch alle andere Seiten der Probe, eine relativ raue Struktur. Daher werden mit einer feintexturierten Tellerscheibe die Oberflächen vorab plan angeschliffen. An der Seite, wo der Kappschnitt die Materialproben getrennt hat, werden die Oberflächen ferner in einer Läppmaschine mit einem Schleifmittel schonend geläppt. Nach dem Läppen besitzt die Kappschnittoberfläche eine plane, glatte Fläche. Werden die Materialhälften aufeinander gelegt, ergibt sich ein idealer Kontakt der Flächen, analog zweier übereinandergelegter Glasscheiben.



Zur Aufnahme der TDR-Metallstäbe werden auf der einen geläppten Probenhälfte Rundprofilschlitze in 0.8mm Tiefe und Breite gezogen. Damit der Abstand zwischen den Schlitzen genau der Sondenabmessung entspricht, wird die Schneidmaschine dazu mit einer



Seite 13 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

speziell dafür hergestellte Doppelscheibe versehen, die mit den Abmessungen der TDR-Nadeln korrespondieren. Zur Messung wird die TDR-Sonde in einen Doppelschlitz einer Probenhälfte eingeführt und anschließend die passend 2te Probenhälfte aufgelegt. In diesem Fall füllt die TDR-Sonde die beiden Hohlräume vollständig aus und mit der aufgelegten Probenhälfte umschließt der Betonkörper sowohl die Sonde, als auch ihr sensitives Messvolumen vollständig.

Der Vorteil dieser Installationsmethode ist dabei, dass die Probenhöhen der beiden Hälften nur 13-14mm hoch sind. Werden die beiden Probenhälften mit Wasser oder Wasserdampf in Kontakt gebracht, dann muss diese Feuchte lediglich über eine Strecke von 7mm transportiert werden, - ein wichtiger Aspekt zum Erhalt von Gleichgewichtsbedingungen in einer akzeptablen Zeit.



Abbildung 6. Foto vom Anschnitt der beiden korrespondierenden Probenhälften (Probe F3 und Probe F4). Die Probe F4 (rechts) ist mit 7 Doppelschlitzen für die Aufnahme der TDR-Sonden versehen.

In der oben beschriebenen Art und Weise sind sämtliche Proben bearbeitet worden, so dass nunmehr 88 Doppelproben vorliegen, jeweils eine Probenhälfte mit Schlitzen zur Aufnahme der TDR Sonden und eine zweite Probenhälfte zum Abschluss der letzteren. Zum Erhalt der relevanten Materialparameter für das zum Einsatz kommende, gemischtdielektrische 4-Phasenmodell wird es unter anderem erforderlich die Porosität der Proben zu bestimmen. Dazu werden die einzelnen 176 Materialproben nach ihrer Herstellung



Seite 15 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

4.2 Erstellung definierter Feuchtezustände

Soll die Beziehung zwischen Wassergehalt und apparenter Dielektrizitätskonstante bestimmt werden, so wird es erforderlich homogene Feuchtegehalte innerhalb der Betonproben zu erzeugen. Dazu werden aus den jeweiligen Kollektiven Proben randomisiert zusammengestellt und diese in unterschiedliche Feuchtezustände überführt.

Nach der Probenherstellung besitzen die Proben eine gewisse Materialfeuchte, die unter anderem durch die Präparation der Fahrbahnbetonproben eingetragen wird. Das Schneiden und Läppen erfolgt immer unter nassfeuchten Bedingungen. Jedoch ist die Eintragsmenge aufgrund der niedrigen Wasseraufnahmerate des Straßenbetons von A_w = 0,14kg/m²\h sehr gering. Der Wasserdampfdiffusionswiderstand des trockenen Materials liegt bei µ_{dry} = 395. Diese Zahlen machen deutlich, dass die Prozesse sehr langsam ablaufen.

Hygrischer Sorptionsbereich

Die für diesen Bereich ausgewählten Betonproben werden in Exsikkatoren mit gesättigten Salz-in-Wasser Lösungen gelagert. Verwendete Salze und dazugehörige Klimate sind in Tabelle 3 wiedergegeben.



Abbildung 7. Konditionierung der Straßenbetonproben über gesättigten Salz-in-Wasser Lösungen in Exsikkatoren. Um den Feuchteaustausch zwischen Betonprobe und Lösung zu fördert, wälzt ein Ventilator die Luft im Exsikkator kontinuierlich um. Zum Erhalt relativ trockener Feuchtebedingungen sind z.B. bei 11.3%rH alle Tür-Fugen eines Exsikkators mit einer luftdichten Alufolie verklebt.

Seite 16 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

Tabelle 3: Verwendete gesättigte Salz-in-Wasser Lösungen sowie korrespondierende hygrische Feuchtezustände.

gesättigte Salz-in- Wasser Lösung	LiCI	MgCl ₂	NaBr	NaCl	KCI	BaCI	KNO₃	K₂SO₄
Rel. Feuchte [%]	11.3	32.8	57.6	75.2	84.3	90	93.6	96.9

Zur Prüfung inwieweit Gleichgewichtsbedingungen vorliegen, werden einzelne Proben monatlich gewogen und hinsichtlich der Gewichtszuwächse bewertet. Relativ stabile Gleichgewichtsbedingungen sind erst nach 8-16 Monaten erreicht.

Überhygroskopischer Feuchtebereich

Zum Erhalt höherer Wassergehalte werden die für diesen Bereich ausgewählten Betonproben in eine Wanne mit Wasser gestellt und über einen Zeitraum von 3 Monaten aufgesättigt. 8 Doppelproben verbleiben in der Wanne. Aus den monatlichen Gewichtsmessungen geht hervor, dass sich ein Gleichgewicht nicht einstellen will. Daher werden 3 Doppelproben zu einem späteren Zeitpunkt unter Vakuum gesättigt. Damit soll ein maximaler Feuchtegehalt im Beton erreicht werden.





Die anderen Wannenproben werden sukzessive bis zu einem bestimmten Wassergehalt durch Verdunstung abgetrocknet. Die Auswahl erfolgt zufällig, da mit dem Procedere lediglich unterschiedliche Wassergehalte erreicht werden sollen. Abbildung 7 verdeutlicht, dass selbst ein Abtrocknen kleiner Betonproben einen langen Zeitraum benötigt. Da die Proben im Verlauf der Trocknung eine Feuchteverteilung aufweisen, müssen vor den Kalibriermessungen die Betonproben zum Feuchteausgleich gebracht werden. Dazu wird



Seite 17 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

die Betonprobe in einem PE-Folienbeutel mit einem speziellen, dichten Verschluss platziert. Die so verpackte Probe wird anschließend in einen zweiten Folienbeutel gesteckt, um den Wassergehalt nahezu konstant zu halten. Anschließend erfolgt die Lagerung bei relativ konstanten Temperaturbedingungen. Nach ca. 12 Monaten Lagerungsdauer wird davon ausgegangen, dass die Gleichgewichtseinstellung abgeschlossen sind und die Kalibriermessungen beginnen können.

4.3 Ergebnisse der Kalibriermessungen

Zur Kalibrierung wird eine Doppelprobe aus dem Exsikkator entnommen und das Feuchtgewicht der zusammengehörenden geschlitzten- und der planen Betonprobe gravimetrisch bestimmt. Danach wird eine TDR-Sonde in den Doppelschlitz eingeführt und die Messung ausgelöst. Abbildung 8 stellt diesen Zusammenhang in drei Bildern dar. Die Messung der TDR-Sonde selbst dauert ca. 15 Sekunden. Im Anschluss daran wird die Sonde aus der Materialprobe gezogen und in den nächsten Doppelschlitz eingeführt und wiederum gemessen. Der Vorgang wiederholt sich, bis alle 7 Positionen in der Doppelprobe gemessen sind. Danach werden die Proben sukzessive bei 80°C und bei 105°C getrocknet und so das Trockengewicht bestimmt.





Abbildung 8: Im unteren Doppelschlitz des Betons ist die TDR-Sonde installiert. Danach wird der plane Deckel auf den geschlitzten Beton gelegt und die Messung ausgelöst.



Abbildung 9: Gemessene apparente Dielektrizitätskonstante, $RV_{TDR} = 5cm^3$, aufgetragen gegen den experimentell bestimmten Wassergehalt der Doppelprobe, $RV_{DP} = 125cm^3$. Die Standardabweichung der Dielektrizitätskonstanten innerhalb einer Messung variiert zwischen 0.2 - 0.5 im trockenen und feuchten Bereich. (*StAbw* = 0.45, *schwarze Markierung*).



Abbildung 10: Gemessene apparente Dielektrizitätskonstante, RV_{TDR*7} = 35cm³, aufgetragen gegen den experimentell bestimmten Wassergehalt der Doppelprobe, RV_{DP} = 125cm³. Durch die Vergrößerung der repräsentativen Volumens RV_{TDR7} = 35cm³ sinkt die Streuung.



Seite 19 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

Die Kalibrierdaten bestehen aus 336 TDR Einzelmessungen an 48 Doppelproben mit einem Gesamtvolumen von 6 Litern. Im Folgenden wird das 4-Phasenmodell an den vorliegenden Daten angewendet. Die Modellparameter Porosität, Φ , Dielektrizitätskonstante des trockenen Beton Materials, ε_s , und Dielektrikum der Gasphase, ε_g , sind fest definierte Größen und werden bei der Anpassung konstant gehalten.

Das Dielekrikum des freien Wassers, ε_w , wird temperaturabhängig nach Gleichung 5 berücksichtigt und beträgt während der Kalibriermessung, ε_w = 79.26 bei 23°C.

Das Dielekrikum des gebundenen Wassers, ε_{bw} , sein volumetrischer Anteil, θ_{bw} , sowie der Geometrieparameter β werden bei der Modellanpassung frei gelassen und über die Summe der Quadratischen Abweichungen zwischen Messung und Modell angepasst. Der mittlere quadratische Fehler der optimierten Anpassung liegt bei 6.901*10⁴.

Tabelle 4: Optimierte Parameterkombination des gemischt- dielektrischen 4-Phasenmodells.

Parametersatz Kalibriermodell,					
4-Phasen-gemischt-dieektrischer Ansatz					
Parameter					
Porosität [VolFraktion]:	0.1681				
Eps [Festphase]:	4.95				
Eps [Luft]:	1.005				
Eps [Wasser-frei]:	80.36				
Eps [Wasser-gebunden]:	3.2				
Anteil Eps gebunden:	0.00931				
beta:	0.7014				
MeanSqauredError	6.901E-04				
Tem. Abhängigkeit	79.26				
Ref T	23				



Abbildung 11: Anpassung des gemischt- dielektrischen 4-Phasenmodells an die gemessenen Wassergehalte. Mit dem Modellansatz kann der volumetrische Wassergehalt unmittelbar bestimmt werden.



Abbildung 12: Vergleich der gemessenen Wassergehalte mit denen über das Modell berechneten Wassergehalte. Die rote 1/1- Linie identifiziert eine perfekte Übereinstimmung. Die lineare Regression durch die gemessenen Wassergehalte liegt dabei nahe der 1/1-Linie und hat ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0.967$.

Seite 21 "TDR Kalibrierfunktionen" vom 29.07.2014

5. Zusammenfassung

Die TimeDomainReflektometry in Verbindung mit einer 2-Stabantenne ist eine relativ zerstörungsarme Messmethode zur Bestimmung der apparenten Dielektrizitätskonstanten von kapillar porösen Materialien. Über eine komplexe Kalibrierung:

- Bestimmung der Laufzeit einer elektromagnetischen Welle entlang einer Sonde und Bestimmung ihrer charakteristischen Sondeneigenschaften
- Ableitung der Beziehung zwischen Laufzeit des elektrischen Pulses und Dielektrizitätskonstante anhand von idealen Flüssigkeiten mit bekanntem Dielektrikum
- Erstellung von Referenzproben einer Beton Fahrbahndecke mit unterschiedlichen Wassergehalten. Für die Aufnahme der speziellen 2-Stabsonden werden die Betonproben speziell präpariert.
- Bestimmung der Beziehung zwischen apparenter Dielektrizitätskonstante und volumetrischem Wassergehalt der Referenzproben und Interpretation der Ergebnisse über ein gemischt- dielektrisches Mehrphasenmodell

ist es möglich unmittelbar aus der Dielektrizitätskonstante auf den volumetrischen Wassergehalt des Fahrbahnbetons zu schließen.

Der Wassergehalt, θ , des Betons errechnet sich dabei aus den Fraktionen des thermodynamisch "freien", θ_{W} , und des "gebundenen" Wassers, θ_{bw} , der Gasphase, θ_{g} , und der Festphase, θ_{s} . Die Dielektrizitätskonstante für freies Wasser, $\varepsilon_{W} \sim 80$, wird temperaturabhängig berücksichtigt und die der Gas- und Festphase ist mit $\varepsilon_{g} = 1.005$ und $\varepsilon_{s} = 4.95$ bekannt. Die Porosität beträgt $\Phi = 0,1681 \text{m}^3/\text{m}^3$. Alle anderen Funktionsparameter werden über die Minimierung der Summe der quadratischen Abweichungen angepasst.

Das gemischt- dielektrische 4-Phasen-Modell liefert eine gute Anpassung an die Messdaten. Der Vergleich zwischen gravimetrischem Wassergehalt und TDR-Wassergehalt zeigt mit einem Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0.967$ eine gute Übereinstimmung.

6. Literatur

- Birchak, J.R., C.G. Gardner, J.E. Hipp & J.M. Victor (1974): High dielectric constant microwave probes for sensing soil moisture. Proc.IEEE 62, 933-98.
- De Loor, G.P. (1964): Dielectric properties of heterogeneous mixtures. Appl. Sci. res. B3, 479-482.
- Dirksen, C.E. & S. Dasberg (1993): Four component mixing model for improved calibration of TDR soil water content measurements. Soil Sci. Soc. Amer. J., 57, pp 660-667.



8.3 Anhang A3: Lagepläne der TDR-Sonden



Abbildung A3-1: Lage der TDR-Sonden im Bereich der Querscheinfuge für das Monitoringsegment 1



Abbildung A3-2: Lage der TDR-Sonden im Bereich der Querscheinfuge für das Monitoringsegment 2



Abbildung A3-3: Lage der TDR-Sonden im Bereich der Querscheinfuge für das Monitoringsegment 3



Abbildung A3-4: Lage der TDR-Sonden im Bereich der Querscheinfuge für das Monitoringsegment 4