

2 (1989)

## AKTUELLE FORSCHUNGSERGEBNISSE

### Mikrogefügeuntersuchungen als Hilfsmittel für die Wirksamkeitsbeurteilung von Steinschutzmaßnahmen

Microstructure tests for studying methods in the field of stone conservation

D. Honsinger

#### 1 EINFÜHRUNG

Steinschutzmaßnahmen werden zur strukturellen Konsolidierung und zum Schutz der geschwächten Randzonen eingesetzt. Änderungen der Mikrogefügestruktur durch verfestigte Tränkungsstoffe, insbesondere Polymere, können mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie (REM) beurteilt werden, wenn Verwechslungen mit substrateigenen Phasen ausgeschlossen werden können. Durch den Einsatz der Quecksilberdruckporosimetrie (HG-Porosimetrie) können REM-Analysen insbesondere in den Grenzbereichen ergänzt werden, die sich aufgrund der vorgegebenen gerätetechnischen Auflösungsgrenzen im REM ergeben.

#### 2 MIKROGEFÜGEUNTERSUCHUNGEN

##### 2.1 REM-Untersuchungen

Im Elektronenbild unterscheiden sich polymerbenetzte Oberflächen von substrateigenen Phasen durch Änderungen der Morphologie. Die energie-dispersive Analyse (EDX) zeigt bei ausreichend dicker Polymeranhaftung eine deutliche Dämpfung der substrateigenen Elementsignale. Polymereigene Elemente können direkt detektiert werden, wenn ihre Ordnungszahl über der von Na liegen. Bei sehr dünnen Schichtdicken (nm-Bereich) durchdringen die Primärelektronen den Polymerfilm; die Analyse entspricht dann der einer nicht beschichteten Oberfläche. Zur Beurteilung neuartiger Schutzstoff-Entwicklungsprodukte werden in Sequenzen von jeweils 5 Stufen zwischen 100- und 3000-facher Vergrößerung polymerbehandelte und unbehandelte Natursteingefüge gleicher Varietät und Herkunft miteinander verglichen.

##### 2.2 Quecksilberdruckporosimetrie

Das gesamte Porositätsspektrum wird in zwölf Porenradienklassen zwischen  $2,5 \times 10^{-6}$  m und  $1,9 \times 10^{-9}$  m eingeteilt. Für jede Porenradienklasse wird der Porositätsanteil berechnet. Als Grundlage für quantitative Beurteilungen werden Standardporenradienverteilungen der unbehandelten Randzonen der jeweils betrachteten Sandsteine ermittelt. Anhand von Differenzdiagrammen (Standardporenradienverteilung minus Porenradienverteilungen der polymergetränkten Randzonen) erfolgen die Beurteilungen der Porenstrukturänderungen.

#### 3 BEISPIELHAFTE UNTERSUCHUNGSERGEBNISSE

##### 3.1 Rasterelektronenmikroskopie

Der Überzug der Mineralphasen mit einem weich erscheinenden, kantenabrundenden Film ist ein typisches Beispiel für die polymerbenetzten Oberflächen. Bis in den Grenzbereich der Auflösung weisen feinste Zwickelfüllungen, z. B. in Bereichen der Tonmineralsäume, mit bogenförmigen Begrenzungen zum freibleigenden Porenraum, eindeutig auf das Vorhandensein von polymeren Mikroschichten hin. Tonmineralaggregate werden häufig komplett bedeckt, so daß die Morphologie gerade noch unter einem dünnen, in seiner Formgebung weich erscheinenden Film zu erkennen ist, Bild 1.

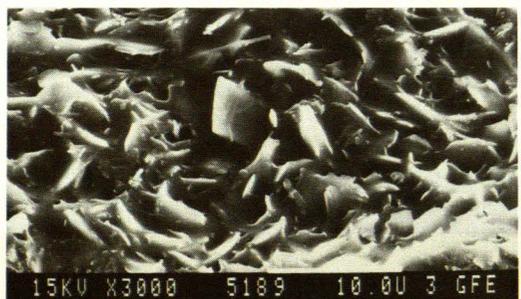
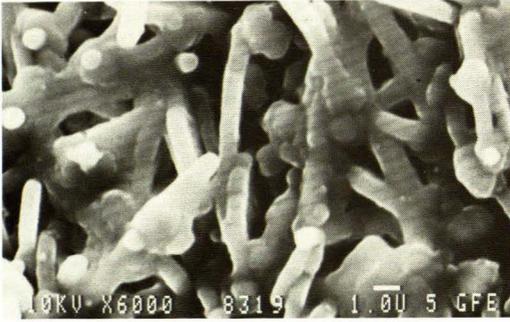


Bild 1: Tonmineralrasen vor (oben) und nach (unten) Polymerbehandlung

Fig. 1: Plate-like chlorite crystals before and after application

Polymersysteme als Steinschutzstoffe weisen i. a. mit zunehmender Entfernung von der Gesteinsoberfläche eine abnehmende Filmschichtdicke auf, Bild 2. Es treten daher bei als günstig einzustufenden Tränkstoffen keine Grenz-zonen mit sprunghaften Eigenschaftsänderungen auf. Polymere Kornbrücken und Zwickelfüllungen, die den Zusammenhalt der Quarzkörner unterstützen, sind neben einer fehlstellenfreien Filmbildung Merkmale einer wirksamen Schutz- und Festigungsmaßnahme.



**Bild 2:** Polymere Mikroschichtfilme auf Tonmineralplättchen im Bereich der Auflösungsgrenze des REM

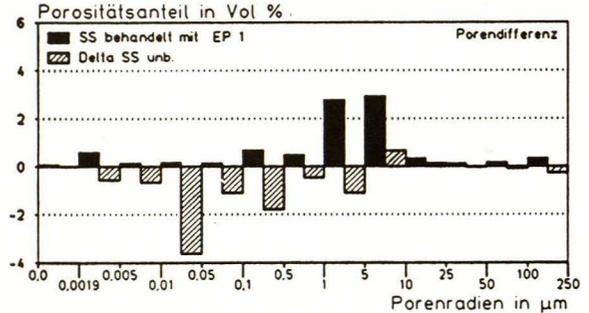
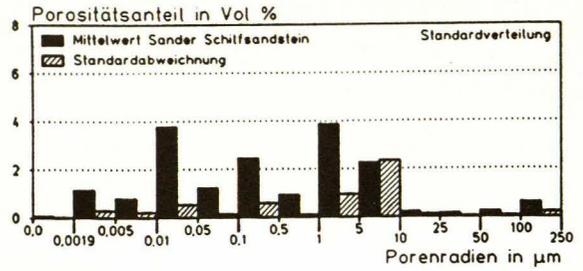
**Fig. 2:** Polymer microlayer on chlorite crystals of nanometer thickness

Eine optimale Haftung des Polymers auf den Mineralen kann erwartet werden, wenn der poren- und rissfreie Verbund zwischen dem Polymerfilm und dem mineralischen Untergrund zu erkennen ist.

### 3.2 Quecksilberdruckporosimetrie

Vergleichende Betrachtungen der Poreneintrittsradien als Differenzdiagramme weisen auf charakteristische Gefügeänderungen, die sich schutzstoff- und gesteinsabhängig unterscheiden.

Die Porenvolumendifferenzen in Prozent aufgetragen über den Porenradienklassen zeigen bei als günstig einzustufenden Polymerverteilungen charakteristische Veränderungen der Porenstruktur, wie sie in Bild 5 beispielhaft angegeben werden. Poreneintrittsradien kleiner als 5 µm, herunter bis in den vorgegebenen gerätetechnischen Grenzbereich, werden deutlich reduziert, während die Anteile der größeren Poreneintrittsradien infolge der bevorzugten Ausfüllung enger Porenzwickel zunehmen. Die gezeigten Strukturveränderungen sind naturgemäß gesteinsabhängig.



**Bild 3:** Anteil der Poreneintrittsradienklassen am Gesamtvolumen

**Fig. 3:** Pore radius distribution

### 4 SCHLUSSBETRACHTUNG

Es ist davon auszugehen, daß Polymerfilmdicken im Nanometerbereich und dünner, in den Grenz-bereichen der maximalen Eindringtiefe auftreten. Mit Hilfe der REM- und der EDX-Analyse können derzeit diese Filmschichten nicht immer ein-deutig von sustrateigenen Phasen getrennt werden. Ergänzende Paralleluntersuchungen mit Hilfe der Quecksilberdruckporosimetrie können das Vorhandensein derartiger dünner Polymerfilme bestätigen und liefern zusätzliche aussagekräftige Informationen über Änderungen im Mikroge-füge. Für eine umfassende Beurteilung der Wirk-samkeit von Polymereinlagerungen in den Kapil-larporenräumen von Sandsteinen müssen über die genannten geometrischen Analysen hinaus Simu-lationsbeanspruchungen und analytische Verfahren eingesetzt werden, wenn quantitative Aussagen über das Vorhandensein und die Wirkung von Steinschutzstoffen sichergestellt werden sollen.

**Forschungsförderer:** Die Arbeiten wurden im Rahmen eines vom Bundesminister für Forschung und Technologie (BMFT) geförderten Forschungs-vorhabens in Zusammenarbeit mit dem Gemein-schaftsinstitut für Rasterelektronenmikroskopie (G.F.E.) der RWTH Aachen durchgeführt.

Herausgeber:

**Institut für Bauforschung Aachen**  
Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule  
Schinkelstraße 3, D-5100 Aachen  
Tel. (02 41) 80-5100, FAX (02 41) 80-5120  
Telex 8 32 704 thac d



**Direktoren:**  
Prof. Dr.-Ing. H. R. Sasse  
Prof. Dr.-Ing. P. Schießl