

# HIDROFOBNA ZAŠČITA POROZNIH GRADBENIH MATERIALOV

## HYDROPHOBIC PROTECTION OF POROUS BUILDING MATERIALS

**Tomaž Nemeč<sup>1</sup>, Gorazd Polšak<sup>2</sup>, Vera Apih<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenija  
<sup>2</sup>Zavod za gradbeništvo, Dimičeva 12, 1000 Ljubljana, Slovenija

*Prejem rokopisa - received: 1999-10-15; sprejem za objavo - accepted for publication: 2000-06-25*

Za površinsko zaščito betona pri gradnji cest se uporablja hidrofobna zaščita s sredstvi na osnovi silanov. Hidrofobni (vodnoodbojni) zaščitni premaz zavira vstopanje vode v notranjost materiala, ob tem pa prepušča prehajanje vodne pare skozi impregnacijo. Za določitev vodnoodbojne učinkovitosti različnih silanskih zaščitnih sredstev se uporabljata standardni metodi: meritev vodne vpojnosti impregniranih betonskih vzorcev in preskus OSMO (meritev zmrzlinke odpornosti impregniranih betonskih vzorcev). Vstopanje vode v hidrofobno zaščiten plast poroznega gradbenega materiala smo preučevali z nevtronsko radiografijo. To je neporušna metoda za kvantitativno določanje koncentracije vodika in omogoča spremljanje prehajanja vode v poroznih gradbenih materialih. S kombinacijo standardnih gravimetričnih metod in neporušne metode smo ovrednotili učinkovitost hidrofobne zaščite dveh silanskih zaščitnih sredstev.

**Ključne besede:** gradbeni materiali, beton, hidrofobna impregnacija, prehajanje vode, zmrzlinška odpornost, preskus OSMO, neporušne preiskave, nevtronska radiografija

A hydrophobic treatment with silane agents is used for the surface protection of concrete in road construction. The hydrophobic (water repellent) protective coating prevents the penetration of water into the material while allowing the penetration of vapour. Two standard methods are employed for determining the hydrophobic efficiency of various silane agents: measurement of capillary water absorption in impregnated concrete samples and the OSMO test (measurement of frost resistance of impregnated concrete samples). Penetration of water into the hydrophobic impregnated area of porous building material was studied by neutron radiography. Neutron radiography is a non-destructive method for quantitative measurement of hydrogen concentration and enables monitoring of water transport in porous building materials. By a combination of standard gravimetric methods and a non-destructive method we evaluated the efficiency of the hydrophobic treatment of two silane agents.

**Keywords:** building materials, concrete, hydrophobic impregnation, water transport, frost resistance, OSMO test, non-destructive testing, neutron radiography

### 1 UVOD

Propadanje betona je posledica različnih procesov, ki potekajo zaradi prehajanja vode in raztopin škodljivih snovi kot SO<sub>2</sub>, soli in kloridov. Zato je treba preprečiti oz. omejiti vstopanje vode v beton ter prehod vode po poroznem materialu. Za zaščito gradbenih materialov pred vlago se uporabljajo različni načini kemijske in mehanske zaščite, med njimi je pomembna hidrofobna zaščita s sredstvi na osnovi silanov (alkil-alkoksi silani). Hidrofobna (vodnoodbojna) zaščita zavira vstopanje vode v notranjost materiala, ob tem pa prepušča prehajanje vodne pare skozi impregnacijo<sup>1</sup>. Hidrofobna sredstva se uporabljajo za površinsko zaščito nepohodnega betona pri gradnji cest.

Učinkovitost hidrofobne zaščite je odvisna predvsem od kemične sestave hidrofobnega sredstva. Za določitev vodnoodbojne učinkovitosti različnih silanskih zaščitnih sredstev se uporabljata standardni metodi: meritev vodne vpojnosti impregniranih betonskih vzorcev in preskus OSMO (meritev zmrzlinke odpornosti impregniranih betonskih vzorcev). Dodatne informacije o prodiranju vode v hidrofobno zaščitno plast gradbenega materiala (rdeča opeka) smo dobili z uporabo nevtronske radio-

grafije, ki je neporušna metoda visoke ločljivosti za kvantitativno določanje vodika v laboratorijskih vzorcih<sup>2</sup>. V članku so predstavljeni rezultati, dobljeni s standardnima gravimetričnima metodama in nevtronsko radiografijo, s katerima smo ovrednotili učinkovitost hidrofobne zaščite dveh silanskih zaščitnih sredstev.

### 2 HIDROFOBNA SREDSTVA

Silanska zaščitna sredstva so zelo uporabna za površinsko zaščito betona<sup>1</sup>. Prednost impregnacije s silani je, da sredstvo prodre globoko pod površino gradbenega materiala. Značilno je močno vodnoodbojno delovanje hidrofobne plasti, ki zavira prehajanje vode po materialu, obenem pa prepušča prehajanje vodne pare po porah. Na površini impregniranega materiala je opazen efekt "kapljičenja", nabrizgana voda se na površini zbira v kapljice in ne omoči materiala. Mehanske lastnosti materiala se zaradi impregnacije ne spremenijo. Zaradi razpadanja polimerne silikonske smole ob izpostavljenosti svetlobi, vremenskim razmeram in polutantom učinkovitost hidrofobne zaščite s časom pada, kar imenujemo staranje hidrofobne zaščite. Zato je treba hidrofobno zaščito površine betonov redno obnavljati.

Alkil-alkoksi silani so reaktivne spojine silicija in organskih nepolarnih skupin, s kemijsko formulo R-Si-(OR')<sub>3</sub>. Majhne silanske monomere prodirajo po porah v notranjost materiala in se tam (ob prisotnosti vode) s polikondenzacijo povežejo v polimerne verige silikonske smole. Polimere se z vodikovo vezjo vežejo na silikatno osnovo ter notranjost por prekrijejo s tanko hidrofobno plastjo. Hidrofobna učinkovitost silanov je odvisna predvsem od kemijske sestave monomer: alkoksi skupine (OR') določajo reaktivnost spojine, alkilne skupine (R) pa določajo vodnoodbojni učinek impregniranega materiala <sup>3</sup>. Prodornost silanskega zaščitnega sredstva pod površino betona je odvisna od velikosti molekul. Pri večjih silanskih molekulah je prehod po porah otežen, zato sredstvu dodamo topilo, ki kasneje odpari. V **tabeli 1** so predstavljene lastnosti dveh silanskih sredstev, ki smo ju preiskovali.

**Tabela 1:** Lastnosti preiskovanih silanskih zaščitnih sredstev.

**Table 1:** Characteristics of evaluated silane protective agents.

hidrofobno sredstvo	NOTE	IBTE
aktivna spojina	n-oktil trietoksi silan, zmes silana in siloksana	i-butil trietoksi silan
molska masa (g mol <sup>-1</sup> )	276	220
vsebnost vodika (mas. %)	11,6	10,9
topilo	white špirit, 20%	čisti silan, brez topila
hlapnost	hlapno topilo	hlapen silan

### 3 NEVTRONSKA RADIOGRAFIJA

Nevtronska radiografija (NR) je zelo uporabna metoda za določanje koncentracije vode in hidrofobnih zaščitnih sredstev v gradbenih materialih <sup>4,5</sup>. Posnetek z NR nam da senčno sliko preiskovanega vzorca kot rezultat absorpcije in sipanja termičnih nevtronov v snovi. Za detekcijo nevtronov uporabljamo slikovne plošče visoke ločljivosti (0,27 mm) <sup>6</sup>. Zelo občutljive slikovne plošče omogočajo kratke čase slikanja, zato jih lahko uporabimo za spremljanje hitrih procesov prehajanja vode v poroznih vzorcih gradbenih materialov. Občutljivost kvantitativne metode NR za določanje vode je 0,3 mas.% H<sub>2</sub>O v 2,5 cm debelih opečnih vzorcih <sup>2</sup>. Občutljivost metode se zmanjša z večanjem debeline vzorcev. Betonski vzorci zaradi svoje nehomogene sestave in vsebovane vezane vode omejujejo uporabo NR, saj je ločljivost in občutljivost za detekcijo vode mnogo manjša.

### 4 EKSPERIMENTALNO DELO

#### 4.1 Vodna vpojnost impregniranih vzorcev

Pripravili smo betonske kocke (stranica ~7 cm) po standardnem postopku za preiskavo cementa (w/c=0,5, cement PC 45B - Trbovlje, agregat kremenčev pesek

NORMSAND EN 196/1, razmerje cement : pesek = 1:3). Betonske kocke so odležale 1 leto pred uporabo. Pred impregnacijo smo jih prerezali na pol, jih oribali z jekleno krtačo, oprali in posušili na sobni temperaturi. Vzorce smo impregnirali s potopitvijo (2×4 s) v raztopino silanskega sredstva in jih pustili odležati 7 dni na sobni temperaturi, da je potekla vezava silanov do polimerne silikonske smole. Impregnirane ter neimpregnirane vzorce smo potopili v vodo in spremljali naraščanje mase vzorcev zaradi vodne vpojnosti. Relativno naraščanje mase vzorcev smo določili v odvisnosti od časa namakanja.

#### 4.2 OSMO test (preizkus zmrzljinske odpornosti betona v prisotnosti soli) <sup>7</sup>

Pripravili smo kocke (stranica ~15 cm) iz betona slabe zmrzljinske odpornosti (w/c=0,7, cement 15z 45B, razmerje cement : pesek = 1 : 6,3). Betonske kocke so odležale 3 mesece pred uporabo. Pred impregnacijo smo jih prerezali na pol, jih oribali z jekleno krtačo, oprali in posušili na sobni temperaturi. Vzorce smo impregnirali s potopitvijo (2×4 s) v raztopino silanskega sredstva in jih pustili odležati 7 dni na sobni temperaturi, da je potekla vezava silanov do polimerne silikonske smole. Zmrzljinsko obstojnost vzorcev smo določili s preskusom OSMO po standardnem postopku <sup>7</sup>: impregnirane ter neimpregnirane vzorce smo izpostavili 25 ciklusom zmrzovanja (16 h pri -20 °C) in odtaljevanja (8 h pri +20 °C) pod vplivom soli (3 mas.% raztopina NaCl). Izgubo mase betonskih vzorcev zaradi zmrzljinskih poškodb smo merili po vsakih 5 ciklusih preskusa OSMO. Opazovali smo tudi zmrzljinske poškodbe na površini betona.

#### 4.3 Spremljanje prenosa vode po vzorcih z nevtronsko radiografijo

Meritve z NR smo izvedli na Institutu "Jožef Stefan", na termalni koloni eksperimentalnega reaktorja TRIGA Mark II. Karakteristike nevtronskega izvira in nevtronskih detektorjev (slikovnih plošč) so podrobno predstavljene v literaturi <sup>6,8</sup>. S slikovnimi ploščami smo posneli porazdelitev vodika (tj. vode in hidrofobnih snovi) v poroznem gradbenem materialu (opeka). Časi slikanja so bili 30 s, prostorska ločljivost pa je bila 0,27 mm. Na posnetkih smo izmerili profile atenuacije nevtronov v vzorcih ter jih z uporabo umeritvene krivulje pretvorili v koncentracijske profile vodika <sup>2</sup>. Opečne vzorce (8×3 cm, debelina 2,5 cm) za preiskave z NR smo pripravili iz rdeče opeke. Vzorce smo postavili v kadice z raztopino silanskega zaščitnega sredstva, in raztopina se je dvigala po vzorcih s kapilarnim vlekem. Po končani impregnaciji smo vzorce pustili 3 dni do končane vezave silanov v silikonske smole. Opečne vzorce smo impregnirali z enega konca, učinkovitost impregnacije pa smo preskušali tako, da smo drugi

konec postavili v kadico z vodo in spremljali njeno prodiranje v impregnirano plast materiala.

## 5 REZULTATI IN DISKUSIJA

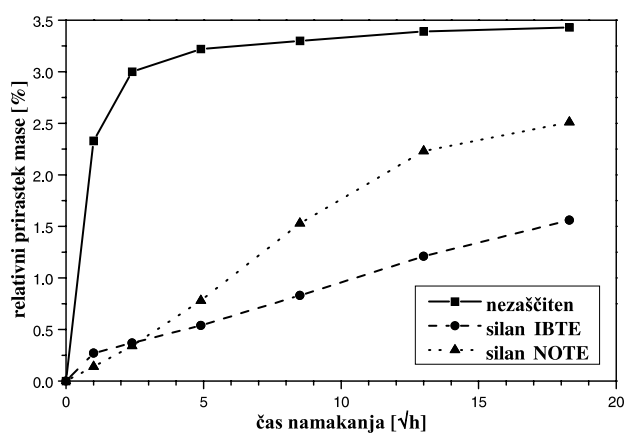
### 5.1 Vodovpojnost impregniranih vzorcev

Na **sliki 1** je prikazan prirastek mase ob namakanju impregniranih in neimpregniranih betonskih vzorcev. Vzorci, impregnirani z IBTE, absorbirajo manjšo količino vode, kar kaže na boljše učinkovitost take impregnacije. Rezultate razlagamo s tem, da majhne molekule silana IBTE ( $M = 220 \text{ g mol}^{-1}$ ) prodrejo pod površje betona globlje kot velike molekule silana NOTE ( $M = 276 \text{ g mol}^{-1}$ ). Ob tem je NOTE še dodatno razredčen s topilom, zato se pri kratkotrajnem postopku impregnacije v betonske vzorce vpije manj silana NOTE. Učinek globokega prodiranja sredstva pod površino na zmanjšanje vodne vpojnosti se ujema z rezultati, objavljenimi v literaturi <sup>1</sup>.

Rezultati preskusa OSMO (5.2) nasprotujejo meritvam vodne vpojnosti, saj je po tem preskusu učinkovitost sredstva NOTE večja kot pa IBTE (glede zmrzljinske obstojnosti). Metoda vodne vpojnosti nam v primerjavi silanov IBTE in NOTE ne poda zanesljive ocene o dejanski vodnoodbojni učinkovitosti hidrofobnih sredstev. Sredstvi IBTE in NOTE sta zelo različni po kemijskih (sestava, dodano topilo pri NOTE) in fizikalnih lastnostih (hlapnost silanov in topila), pri meritvi vodne vpojnosti pa to kaže na navidezno boljše učinkovitosti silana IBTE.

### 5.2 Preskus OSMO

Učinek hidrofobne zaščite na zmrzljinsko odpornost betona pod vplivom soli smo preiskovali s preskusom OSMO. Ta metoda dejansko prikaže učinkovitost hidrofobne zaščite s podaljšanjem obstojnosti impregniranega betona pri simulaciji vremenskih razmer, katerim je



**Slika 1:** Odvisnost navzemanja vode betonskih vzorcev od časa namakanja

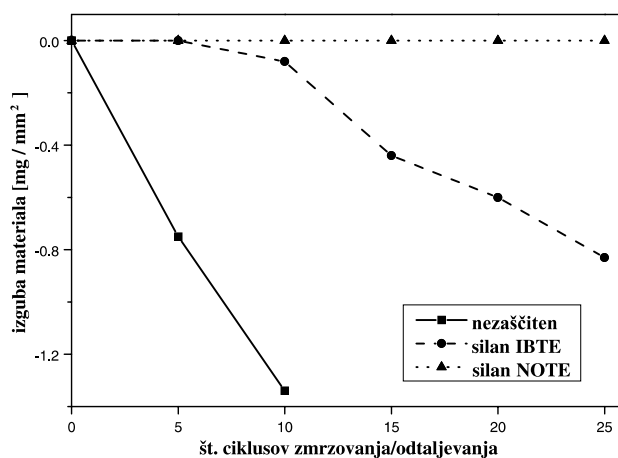
**Figure 1:** Capillary water absorption of concrete as function of wetting time

beton izpostavljen v naravi. Na **sliki 2** je prikazano propadanje betona pri staranju, to je luščenje površine betona (izguba mase materiala na enoto površine,  $\text{mg mm}^{-2}$ ) v odvisnosti od števila ciklov zmrzovanja in odtaljevanja v raztopini NaCl (meritev vsakih 5 ciklov).

Impregnirani vzorci so bolj odporni proti zmrzovanju kot neimpregnirani. Zaščita betona z IBTE ima le kratkotrajen učinek, saj opazimo prve poškodbe že po 10-15 ciklikih. Propadanje materiala se še poveča z nadaljnjim zmrzovanjem, opazili pa smo tudi močno luščenje površine betona. Zaščita z NOTE je precej bolj učinkovita, saj niti po 25 ciklikih preskusa OSMO nismo opazili izgube materiala, na površini betona pa ne poškodb. Sklepamo, da je zmrzljinska obstojnost betonov mnogo večja pri impregnaciji s silanom NOTE kot pa z IBTE. To si razlagamo tako, da imajo hidrofobne alkilne skupine n-oktilov v primerjavi z manjšimi i-butili bolj nepolaren značaj ter tako delujejo bolj vodnoodbojno. Tako v betonu, impregniranem z IBTE, že po nekaj ciklikih zmrzovanja opazimo poškodbe, zaradi le delne zaščite začne material propadati. Tako določena boljše učinkovitost NOTE ne potrjuje meritve vodne vpojnosti impregniranih vzorcev (5.1). Da bi pojasnili te nasprotujoče si rezultate, smo za preiskavo impregnacije vzorcev uporabili neporušno metodo nevtronsko radiografijo (5.3).

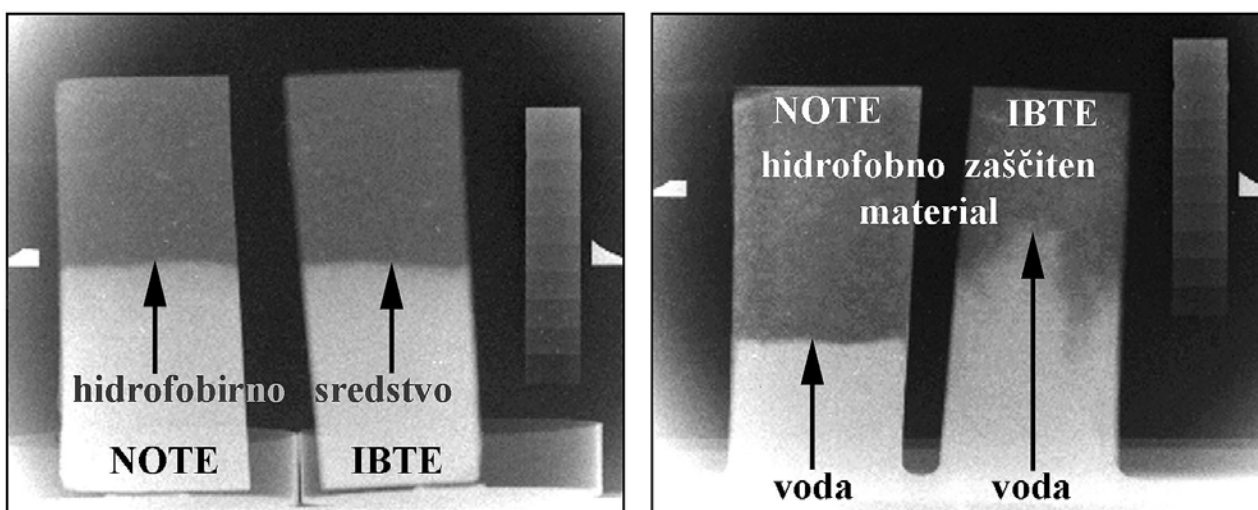
### 5.3 Določitev vodnoodbojne učinkovitost z nevtronsko radiografijo

Prodiranje raztopine silanov s kapilarnim vlekcom v opečne vzorce (**slika 3a**) je podobno za obe zaščitni sredstvi. Vendar je končni doseg majhnih molekul IBTE daljši, saj se večje molekule NOTE po odparitvi topila kmalu ustavijo. To je v skladu z rezultati meritev vodnevpojnosti impregniranih betonskih vzorcev (**slika 2**). S spremljanjem napredovanja vode v impregniran



**Slika 2:** Izguba mase betonskih vzorcev med preskusom OSMO v odvisnosti od števila ciklov zmrzovanja in odtaljevanja

**Figure 2:** Material loss of samples as function of freeze and thaw cycles during OSMO test



**Slika 3:** Nevtronografska posnetka prikazujeta: (a) impregnacijo opečnih vzorcev (debeline 2,5 cm) s silanskimi sredstvi in (b) prodiranje vode v impregnirano plast materiala. Vzorca sta bila impregnirana s silani NOTE in IBTE.

**Figure 3:** Neutron radiographic images showing: (a) impregnation of brick samples (2,5 cm thick) with silane agents and (b) penetration of water into impregnated material. Samples were impregnated with NOTE and IBTE silanes.

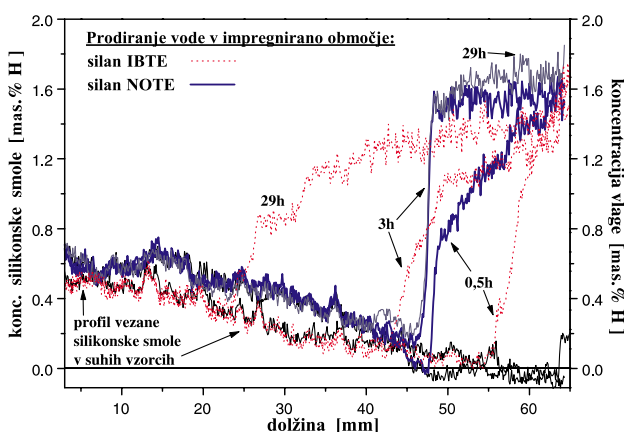
slaj materiala (slika 3b) smo poskušali ovrednotiti učinkovitost vodnoodbojne zaščite materiala.

Koncentracijski profili vode v vzorcih pri različnih časih namakanja so prikazani na sliki 4. Iz rezultatov sklepamo, da impregnacija z NOTE skoraj ne dopušča prodiranja vode, medtem ko impregnacija IBTE le delno zavira napredovanje vode. To lahko pojasnimo z različnima alkilnima skupinama molekul NOTE in IBTE: n-oktil z dolgo verigo in močno nepolarnim značajem deluje mnogo bolj hidrofobno kot pa majhen ciklični i-butil. Večja alkilna skupina v NOTE zapre večji delež por v betonu in prepreči prodiranje vode vanje. Sredstvo IBTE pa zapre le majhne pore, večje pa

pusti proste, vanje pa prodre voda. Taka razlaga pojasnjuje tudi rezultate preskusa OSMO (5.2). Ob tem pa je učinkovitost NOTE še povečana zaradi dodanega dimera, siloksana. Impregniran material z NOTE je z dobrim kontrastom viden na sliki 4, opazimo ostro mejo dosega vode. Opazimo tudi napredovanje vode v impregniran material z IBTE, kjer vsebnost vode z dosegom pada tako kot narašča koncentracija silikonske smole. To lahko pojasnimo s hlapnostjo malih molekul IBTE, zato je globlje pod površino materiala koncentracija silana IBTE vedno bolj razredčena.

## 6 SKLEPI

Hidrofobno zaščito s silanskimi sredstvi smo ovrednotili s standardnima metodama: meritvijo vodne vpojnosti impregniranih vzorcev in določitvijo zmrzlinke odpornosti betona pod vplivom soli s preskusom OSMO. Dodaten vpogled v procese na fazni meji med nepolarnim impregniranim območjem in nezaščitenim materialom nam je omogočila neporušna metoda za določanje vodika, nevtronska radiografija, ki omogoča več zaporednih posnetkov procesa prehajanja vode po posameznemu vzorcu. S kombinacijo dveh gravimetričnih standardnih metod in neporušne metode nam je uspelo ovrednotiti učinkovitost hidrofobne zaščite in pojasniti rezultate z različno kemijsko zgradbo silanskih molekul. Nadaljnje delo poteka na področju raziskave procesov prehajanja vode in raztopin soli v vzorcih betona. Ob tem nadaljujemo rutinske meritve vodnoodbojne učinkovitosti silanskih in drugih zaščitnih sredstev. Kombinacija teh metod se lahko uporabi v preiskavah gradbenih materialov za določevanje drugih snovi, ki vsebujejo vodik (npr. nafta).



**Slika 4:** Določitev učinkovitosti hidrofobne impregnacije z nevtronsko radiografijo: spremljanje prodiranja vode v impregnirano plast opečnih vzorcev pri različnih časih namakanja vzorcev. Vodoodbojni učinek impregnacije zavira napredovanje vode

**Figure 4:** Determination of hydrophobic impregnation efficiency by neutron radiography: monitoring of water penetration into impregnated area of brick samples at different wetting times. Water repellent effect of impregnation prevents the advance of water

**7 LITERATURA**

- <sup>1</sup> Water repellent treatment of building materials, *Hydrophobe II*, F. H. Wittman (Ed.), AEDIFICATIO Publ., Zürich, 1998
- <sup>2</sup> T. Nemeč, J. Rant, V. Apih, *Insight (Northamp.)*, 41(1999)7, 449-452
- <sup>3</sup> H. R. Sasse, *Deutscher Ausschuss für Stahlbeton*, Beuth Verlag, 443, Berlin, 1994, 145-163
- <sup>4</sup> F. Peterka, H. Böck, H. Pleinert, *Gesundheits-Ingenieur*, 114(1993)5, 262-267
- <sup>5</sup> T. Nemeč, J. Rant, V. Apih, B. Glumac, *Kovine zlitine tehnologije*, 30(1996)3-4, 311-313
- <sup>6</sup> J. Stade, J. Rant, M. Kaling, *Materialprüfung*, 40(1998)1-2, 16-20
- <sup>7</sup> JUS standard U.M1.055, *Uradni list SFRJ*, 1984, 48/84
- <sup>8</sup> T. Nemeč, J. Rant, E. Krištof, B. Glumac, *Proc. 2<sup>nd</sup> regional meeting "Nuclear energy in Central Europe"*, Nuclear society of Slovenia, 1995, 161-167