

Aspekte zur Bestimmung des Zetapotentials von Zementen und -phasen mittels Elektroakustik

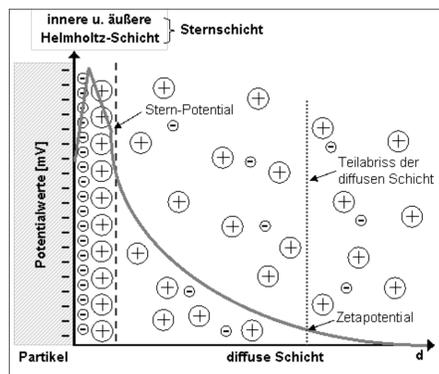
Elisabeth Sterner; Ulrike Salbach; Andrea Dimmig-Osburg

F. A. Finger-Institut für Baustoffkunde

Das Zetapotential als physikochemische Größe gewinnt in vielen Bereichen der Forschung und insbesondere in der Industrie zunehmend an Bedeutung. Auch in der Baustoffforschung und -entwicklung wird es vermehrt als beschreibende Größe für die Wechselwirkungen zwischen den Betonbestandteilen (z. B. Zement, Zusatzstoffe) und verschiedensten Additiven (z. B. Polymere, Fließmittel) herangezogen. Jedoch geben die wenigen Veröffentlichungen zu der Ermittlung des Zetapotentials an Zementen und Zementphasen kaum Hintergrundinformationen z. B. zum Zeitpunkt der Messung, zum verwendeten Feststoffgehalt der Suspension oder zur Messanordnung der Zetapotentialmesssonde.

Grundlagen

Das Zetapotential ist eine Hilfsgröße zur Beurteilung der bisher messtechnisch nicht zugänglichen Oberflächenladung von Partikeln. Es ist definiert als das messbare Potential, das sich an der Scherebene zwischen Feststoff und Flüssigkeit einstellt, wenn sich das Partikel relativ zur umgebenden Flüssigkeit bewegt [1]. Mit älteren Messmethoden wie der Elektrophorese war es bisher nur möglich, das Zetapotential an sehr stark verdünnten Suspensionen und Dispersionen zu bestimmen. Dagegen bietet die relativ junge Methode der Elektroakustik die Möglichkeit, den Wertprozessnah in der konzentrierten realen Probe zu messen [2].



Das Zetapotential kann nur an einem bewegten Teilchen gemessen werden. Wird ein Teilchen in Bewegung versetzt, kommt es zu einem teilweisen Abstreifen der nicht fixierten Ionen der diffusen Schicht (Abb. 1). Aufgrund des Verlustes von Ionen aus der umgebenden Ionenwolke ist das Teilchen nach außen hin nicht mehr neutral. An der Abstreifebene (Scherebene) bildet sich durch den Mangel an Ionen ein Potential aus – das Zetapotential. [3]

Abb. 1: Doppelschichtmodell nach Stern

Messgerät

Die Messungen erfolgten mit dem Gerät DT 1200 der Firma Dispersion Technologies, welches mit der elektroakustischen Methode arbeitet. Aufgrund der hohen Ionenkonzentration von Zementsuspensionen wurde das Zetapotential mit Hilfe des akustischen Backgrounds bestimmt [2]. Die Messung erfolgt sehr oberflächennah an der Messsonde. Für die Berechnung des Zetapotentialmesswerts werden neben dem ermittelten kolloidalen Vibrationsstrom auch der Feststoffgehalt der Suspension und die Dichten der Ausgangsstoffe benötigt.

Das Gerät DT 1200 bietet drei verschiedene Möglichkeiten zur Messung des Zetapotentials:

- Aufsatz auf Zetapotentialsonde (Abb. 3)
- Eintauchen der Zetapotentialsonde (Abb. 4)
- Messung im Durchfluss – Einsatz Zetapotentialsonde im Hauptgerät (Abb. 5)



Abb. 2: Zetapotentialsonde des DT 1200



Abb. 3: Messung mit Aufsatz



Abb. 4: Messung durch Eintauchen



Abb. 5: Messung im Durchfluss

Tab. 1: Vor- und Nachteile der Methoden zur Messung des Zetapotentials am DT 1200

Methode	Vorteile	Nachteile
Aufsatz	<ul style="list-style-type: none"> • sehr geringer Materialbedarf (≥ 2 ml) • geringer Zeitaufwand für Messung 	<ul style="list-style-type: none"> • keine Möglichkeit der Verhinderung des Sedimentierens
Eintauchen	<ul style="list-style-type: none"> • niedriger Materialbedarf (≥ 5 ml) • geringer Zeitaufwand für Messung • Verhinderung Sedimentierens mit Magnet- oder Stabührer möglich 	<ul style="list-style-type: none"> • komplette Verhinderung des Sedimentierens bei der Verwendung eines Rührers nur bei niedrigen Feststoffgehalten gegeben
Durchfluss	<ul style="list-style-type: none"> • sehr gutes Entgegenwirken des Entmischens 	<ul style="list-style-type: none"> • sehr hoher Materialbedarf (> 200 ml) • hoher Zeitaufwand für Messung aufgrund mühsamen Reinigens

Ausgangsmaterialien

Für die Untersuchungen wurde zum einen der Portlandzement Milke CEM I 52,5 R der HeidelbergerCement AG gewählt. Der Zement besitzt eine Dichte von $3,15 \text{ g/cm}^3$ und eine spezifische Oberfläche von $5370 \text{ cm}^2/\text{g}$. Des Weiteren wurden Untersuchungen an den Phasen Gips und Ettringit durchgeführt. Der verwendete REA-Gips besitzt eine Rohdichte von $2,31 \text{ g/cm}^3$. Die Dichte des synthetisierten Ettringits beträgt $1,70 \text{ g/cm}^3$. Als Dispergiermedium wurde deionisiertes Wasser verwendet.

Experimentelles

Um verschiedenartige Einflüsse auf das Zetapotential von Zementsuspensionen dokumentieren zu können, erfolgte dessen Bestimmung mittels Tastversuchen unter Variation folgender Parameter:

- Feststoffgehalt
- Zeitlicher Einfluss der Zementhydratation
- Messanordnung der Zetapotentialsonde

Die Ermittlung des Zetapotentials der Reinphasen erfolgte durch das Eintauchen der Sonde in die Suspension, wobei die Sedimentation durch Rühren mittels Stabührers verhindert wurde. Die gewählten Feststoffgehalte entsprechen den in [5] angegebenen Werten von Wasser/Gips = 2,0 und Wasser/Ettringit = 50. Um die Stabilität der Suspensionen beurteilen zu können, wurden innerhalb von zehn Minuten drei Messungen durchgeführt.

Ergebnisse

Die in Abb. 6 dargestellten Zetapotentiale wurden jeweils eine Stunde nach dem Anrühren der Zementsuspension gemessen, da sich zu diesem Zeitpunkt die Zementhydratation im Ruhestadium befindet.

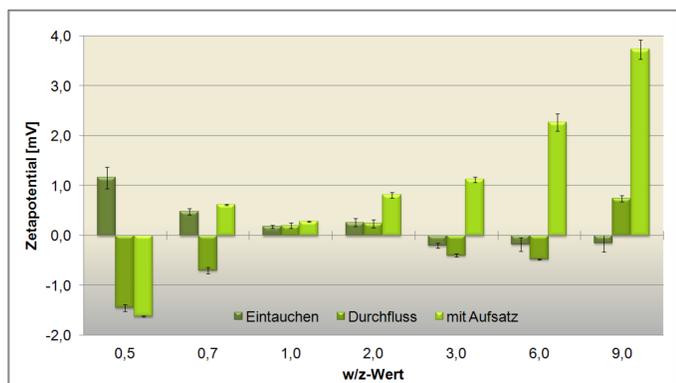


Abb. 6: Zetapotentiale in Abhängigkeit vom Feststoffgehalt und der Messmethode; Zeitpunkt: 1 h

- starke Abhängigkeit der Messwerte vom Feststoffgehalt und der Messanordnung
- Absinken der Werte durch Eintauchmethode vom positiven in negativen Bereich mit abnehmendem Feststoffgehalt
- Zunahme der Werte bis annähernd + 4 mV bei Messung mit Aufsatz
- möglicher Grund: Messung bei höherem tatsächlichen Feststoffgehalt bei Methode mit Aufsatz und niedrigerem bei Methode des Eintauchens (aufgrund Sedimentierens), als zuvor angegeben

In [4] wird für den gleichen Zement ein Zetapotential von +4 mV bei einem w/z-Wert von 9,0 angegeben, der in eigenen Untersuchungen mit dem Aufsatz auf der Zetapotentialsonde annähernd erreicht wurde.

Die Abbildungen 7 und 8 zeigen die ermittelten Zetapotentialwerte in Abhängigkeit von der Zeit und dem Feststoffgehalt.

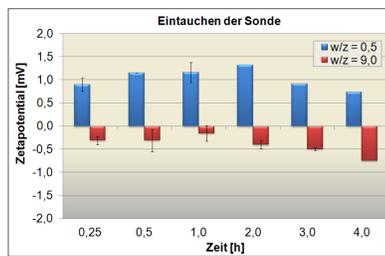


Abb. 7: Zetapotentialwerte in Abhängigkeit vom Feststoffgehalt und der Zeit; Messmethode: Eintauchen der Sonde

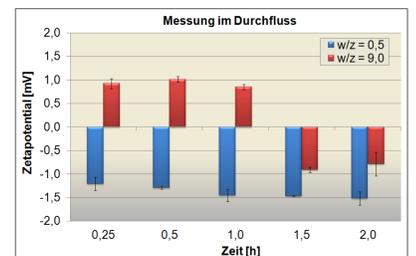
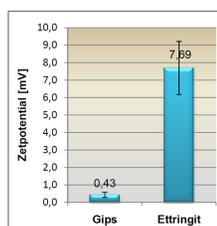


Abb. 8: Zetapotentialwerte in Abhängigkeit vom Feststoffgehalt und der Zeit; Messmethode: Messung im Durchfluss

- Veränderung des Zetapotentials des Zementes mit fortschreitender Hydrationsdauer nur geringfügig
- Umkehrung des Zetapotentials ins Negative zwischen 1 und 1 ½ Stunden Hydrationsdauer bei niedrigem Feststoffgehalt
- Einfluss Feststoffgehalt auch über Zeit gegeben



Die Abbildung 9 stellt die Zetpotentiale für Gips und Ettringit dar. In [5] wurde für Ettringit ein Zetapotential von +4,15 mV und für Gips von -0,06 mV ermittelt. Diese Werte konnten mit eigenen Messungen nicht nachvollzogen werden.

Abb. 9: Zetapotentialwerte der Reinphasen Gips und Ettringit

Fazit

- Messanordnung und Feststoffgehalt mit sehr großem Einfluss auf das Ergebnis
- ➔ Angabe Feststoffgehalt und Messanordnung unverzichtbar für aussagekräftige und vergleichsfähige Zetapotentialwerte

- [1] Brezesinski, G.; Mögel, H.-J.: Grenzflächen und Kolloide; Spektrum- Akademischer Verlag; Heidelberg, Berlin, Oxford, 1993, S.76-81
- [2] Dukhin, A. S.; Goetz, P. J.: Ultrasound for Characterizing Colloids, Elsevier Verlag, 2002
- [3] Müller, R.-H.: Zetapotential und Partikelladung in der Laborpraxis, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH Stuttgart, Paperback APV, Band 37, 1996
- [4] Gretz, M.; Plank, J.; GDCh-Monographie 39, 2008, S. 273 - 282
- [5] Hirsch, Ch.: Untersuchungen zur Wechselwirkung zwischen polymeren Fließmitteln und Zementen bzw. Mineralphasen der frühen Zementhydratation. Dissertation, München, 2005