



WETENSCHAPPELIJK EN TECHNISCH CENTRUM VOOR HET BOUWBEDRIJF

INRICHTING ERKEND BIJ TOEPASSING VAN DE BESLUITWET VAN 30 JANUARI 1947

-Maatschappelijke zetel :B-1000 Brussel, Lombardstraat, 42
- Proefstation : B-1342 Limelette, avenue P. Holoffe, 21
- Kantoren : B-1932 Sint-Stevens-Woluwe, Lozenberg, 7

Tel : (32) 02 502 66 90

Fax : (32) 02 502 81 80

Tel : (32) 02 655 77 11

Fax : (32) 02 653 07 29

Tel : (32) 02 716 42 11

Fax : (32) 02 725 32 12

TVA n° : BE 407.695.057

Blz. : 1/8

Laboratoria : REN

Renovatie (REN)

Bouwchemie (CH)

PROEFVERSLAG

Nr. DE : DE 622X617ter

Nr. Labo : 322

Nr. Monster : N-2005-40-004

AANVRAGER : TECHNICHEM
Rue de Fontenelle, 25
Z.I. de Fleurus
B-6240 Farciennes

Gekontakteerde persoon :

- Aanvrager -
Dhr. Ch. Pien

- WTCB -
Mevr. V. Pollet

Uitgevoerde proeven : Typering van de efficiëntieparameters van de antizoutenbehandeling met
TECHNICURE CS

Referenties : /

Datum en referentie van de aanvraag : 2005.10.11
Ontvangstdatum van de proefstuk(ken) : 2005.10.05
Datum van de proef : 2005.10 → 2006.09
Datum opstelling van het verslag : 2006.11.16

Dit proefverslag bevat 8 pagina's, genummerd van 1/8 tot en met 8/8, en mag slechts in zijn geheel verveelvoudigd worden. Elk blad van het origineel verslag is afgestempeld met de laboratoriumstempel (in het rood) en geparafeerd door het laboratoriumhoofd. De resultaten en waarnemingen zijn slechts geldig voor de beproefde monsters evenals de materialen die geïdentificeerd worden in bijlage 2 t.e.m. 5. Met deze laatste opmerking dient rekening gehouden te worden wanneer voorliggende resultaten vergeleken worden met deze van vroeger uitgevoerde proefreeksen.

Betrokken laboratoria

Renovatie en Bouwchemie

Het Afdelingshoofd



Valérie Pollet

Technische medewerkers: B. Dewez, J. Van Nijlen



I- INLEIDING

De proeven werden op vraag van de firma TECHNICHEM uitgevoerd op TECHNICURE CS, een product op basis van een zinkcomplex, bestemd voor de behandeling van gevelmetselwerk dat aangetast wordt door zoutuitbloeiingen (sulfaten) en/of hygroscopische zouten (chloriden en nitraten).

Tijdens een eerste proeffase (II), die plaatsvond in het laboratorium "Bouwchemie", werd gezocht naar een theoretische verklaring voor de werking van de oplossing TECHNICURE CS en voor haar potentiële reacties met de zouten die gewoonlijk in metselwerk worden aangetroffen.

In een tweede praktische fase (III), uitgevoerd in het laboratorium Renovatie, werd de invloed van de behandeling met TECHNICURE CS op een substraat van met zouten verontreinigde bastaardmortel onderzocht en beschreven; die mortel is representatief voor het oude metselwerk dat in onze streken wordt aangetroffen.

In een derde fase ten slotte (IV) werd gezocht naar een techniek die een snelle controle op de werf toelaat om na te gaan of het metselwerk met TECHNICURE CS werd behandeld.

II- ONDERZOEK VAN HET REACTIEPOTENTIEEL VAN TECHNICURE CS

II.1 In het laboratorium gebruikte analysetechnieken

Emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-OES)

Het principe van de emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma is gebaseerd op de vorming van plasma in een zeldzame gasstroom.

De detectielimieten variëren naargelang van het element: ze zijn van de grootteorde van een ppb of een tiende van een ppb.

In het kader van dit onderzoek werd de kwartslamp vervangen door een aluminiumlamp daar de te analyseren oplossingen fluor bevatten en fluor reageert met materialen op basis van silicium.

Analyse door röntgendiffractie (XRD)

De mineralogische identificatie van de monsters is mogelijk door middel van een XRD-diagram (X-stralendiffractie). De positie en de intensiteit van de pieken laten toe in het diagram de mineralogische aard van de elementen en de benaderende hoeveelheid van elk van die elementen te bepalen.

II.2. Resultaten van de proeven en analyses

De oplossing TECHNICURE CS werd in een verhouding van 1 op 5 gemengd met een gestandaardiseerde zoutoplossing (berekende waarden*). De concentratie van de gebruikte zoutoplossing stemde overeen met die welke door het WTCB wordt gehanteerd voor proeven in het kader van de behandeling van metselwerk (NaCl : 0,5%, KNO_3 : 0,5%, Na_2SO_4 : 2%). De resultaten van de kwantitatieve analyse van de neergeslagen stoffen zijn weergegeven in tabel 1 hierna.

(* De door de fabrikant voorgeschreven gemiddelde hoeveelheden bedragen ca. 20 liter product per m^2 metselwerk. Uitgaande van dat materiaalvolume, met een porositeit van circa 20% en een vochtigheid die overeenstemt met de helft van de capillaire verzadigingsgraad (courant bij vochtige muren), komen we inderdaad uit op de verhouding 20 liter product voor $1000 \times 20\% \times 50\%$, d.i. 100 liter water, d.w.z. een verhouding product-zoutoplossing van 1/5.





Tabel 1: Concentraties van de geanalyseerde oplossingen (mg/l)

Oplossing	K	Na	S	Si	Zn	NO ₃	Cl
Zoutoplossing	2 128.3	8 441.85	4582.45*	< dl	< dl	3872	2953.42
Oplossing TECHNICURE CS	< dl	143.58	183.71	29 632.7	79 260	20.68	28.5
Proefoplossing ** (Technicure CS + zout)	1773.6	7058.7	3849.3	4 938.8	13 210	3 230.1	2 465.95
Filtraat proef- oplossing 1	370.0	2 555.4	3 884.6	1 717.65	13 097.5	2 354	2 491.7
Restpercentage filtraat	20.9%	36.2%	100%	34.8%	100%	72.9%	100%
Neerslagperc. **	79.1%	64.8%	0%	65.2%	0%	27.1%	0%
Neergeslagen hoeveelheid (in mg/l)**	1403.6	4 479.4	0	3 221.1	0	876	0
Neergeslagen hoeveelheid (in mol/l)**	0.0359	0.1948	0	0.1146	0	0.01413	0

- * Sulfaatconcentratie: 13 521 mg/l
- ** Berekende waarden

De neerslaghoeveelheden per liter proefoplossing worden weergegeven in tabel 2. Het gewicht van de neergeslagen stoffen kan ook worden berekend op basis van de resultaten in tabel 1 (neergeslagen hoeveelheid in mol/l van elke stof) en rekening houdend met het feit dat het zinkcomplex reageert met de bovengenoemde oplosbare zouten ter vorming van de onoplosbare zouten Na₂SiF₆ en K₂SiF₆ volgens de bovengenoemde reacties. Deze berekeningen doen dienst als validering van de experimentele resultaten.

Tabel 2: Gewicht van de neerslag voor 1 liter proefoplossing

Oplossing	Eff. gewicht	Berek. gewicht	Berekende Na ₂ SiF ₆	Berekende K ₂ SiF ₆
Proefoplossing	23.63 g	22.42 g	18.38 g (84% massa)	4.05 g (16% massa)

We stellen vast dat ongeveer 65% van de ZnSiF₆ van de proefoplossing gereageerd heeft met de alkaliën en een neerslag heeft gevormd die voor 84 % bestaat uit Na₂SiF₆ en voor 16% uit K₂SiF₆.

III- TYPERING EN EFFICIENTIE VAN DE BEHANDELING MET TECHNICURE CS

III.1. Fabricage van de proefstukken

De proefstukken die dienst doen als substraat voor de toepassing van de behandeling, bestaan uit een gestandaardiseerde mortelsamenstelling zoals die doorgaans door onze laboratoria wordt gebruikt in het kader van proeven met betrekking tot de behandeling van oud vochtig metselwerk (impermeabiliteitsbehandeling van ondergrondse muren, behandeling van opstijgend vocht...).

De samenstelling en de typering van die mortel vindt u hieronder.





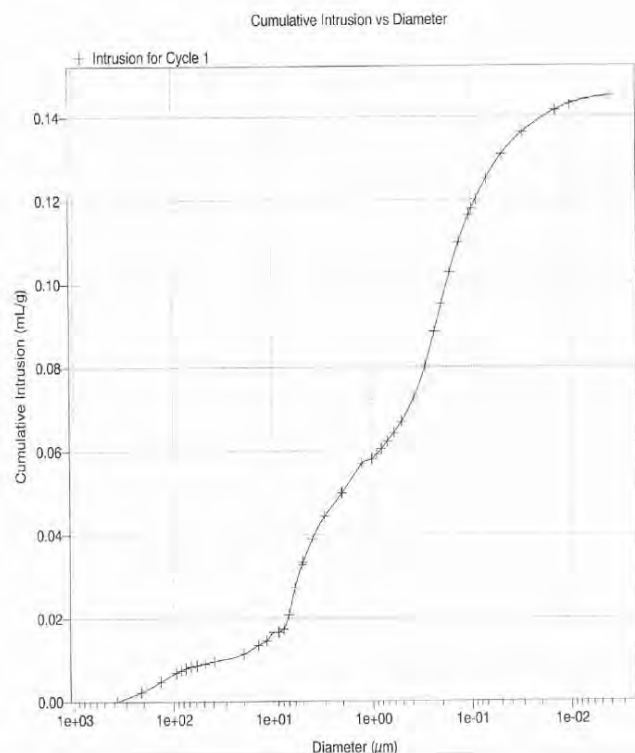
- **Mortel van het type C200/G100: 200 kg cement (CEM II/B-M 32.5 R) + 100 kg gebluste kalk** (vette kalk) per kubieke meter scherp zand (fijnheidsmodulus 1,6):
 - afmetingen van de proefstukken: 40 x 40 x 80 mm³;
 - ontkist na 24 uur en 56 dagen bewaard in een laboratoriumomgeving (afwisselend 2 uur bevochtiging / 48 uur droging, om de carbonatatie te bevorderen);
 - na 56 dagen: controle met fenolftaleïne op de volledige carbonatatie van de proefstukken (afgebroken stuk); voor de proefstukken die nog zones met pH > 11 bevatten: bewaring in geconcentreerde CO₂-atmosfeer tot volledige carbonatatie.

Grafiek 1
mortel C200- G100 (zandmodulus
1.6)

Poriënspreidingscurve door meting
poreusheid met kwik (zie grafiek
hiernaast).

Volumegewicht:
1880 ± 30 kg/m³

Totale poreusheid met kwik: 27 ± 3
vol. %



III.2. Voorafgaande bevochtiging van de proefstukken

Na volledige carbonatatie worden de proefstukken in een autoclaaf op 55°C gedroogd tot constant gewicht (Ps) en vervolgens capillair doordrenkt (contact via een oppervlak van 40 x 40 mm²) met de gestandaardiseerde zoutoplossing, die 0,5 % NaCl + 0,5 % KNO₃ + 2 % Na₂SO₄ bevat en identiek is aan die welke bij II.2 werd gebruikt.

De verhouding tussen het constant gewicht en het gewicht na bevochtiging laat toe de totale bevochtiging door capillariteit te bepalen. Deze waarden laten toe de vochtigheid te berekenen die op het ogenblik van de behandeling verkregen moet worden en die gelijk zal zijn aan ongeveer 50% van de verzadigingsgraad door capillariteit (courant bij erg nat metselwerk).

III.3. Behandeling van de proefstukken met TECHNICURE CS

Nadat de proefstukken in het laboratorium zijn gedroogd en de gewenste vochtigheid is verkregen (de helft van de verzadigingsgraad door capillariteit), worden 5 zijden van de proefstukken bedekt met paraffinepapier.





Slechts een vlak van 40 x 40 mm² wordt vrijgelaten om met TECHNICURE CS te worden behandeld. Het product wordt aangebracht met een borstel in een verhouding van 2,0 g per mortelproefstuk, een hoeveelheid die gelijk is aan 1 l/m² bij een oplossingsdichtheid TECHNICURE CS van 1,25 en overeenstemt met de waarden zoals voorgeschreven op de technische fiche van het product.

III.4. Bewaren van de proefstukken

Na de bovengenoemde behandeling worden de proefstukken bewaard in het laboratorium (20 ± 2°C en 50 % RV) met de vrije zijde naar boven (de overige vijf zijden zijn bedekt met paraffinepapier). Na die eerste droging in de laboratoriumomgeving en om de werkelijkheid op de werf na te bootsen worden de proefstukken droog geborsteld, op dezelfde wijze als bij een gebruikelijke reiniging van de oppervlakken na interventie.

III.5. Waarnemingen, metingen en analyses

Hygroscopische reprise (weer opnemen van vocht) van de behandelde oppervlakken

Nadat de proefstukken zijn gedroogd en de zouten weggeborsteld worden ze 14 dagen bewaard in een vochtige omgeving bij 20°C en een relatieve vochtigheid van 80% om de hygroscopische reprise maximaal te bevorderen.

De wegingen, uitgevoerd tot constant gewicht, zijn bedoeld om de invloed van de behandeling met TECHNICURE CS op de hygroscopische reprise van de mortelproefstukken te kwantificeren. U vindt de waarden voor de behandelde en de onbehandelde proefstukken in tabel 3 hierna.

Tabel 3: Invloed van de behandeling met TECHNICURE CS op de hygroscopische reprise van de mortelmonsters

Proef- stukken	Aard van de behandeling	Hygrometrie		
		Psec		% RV
CS	Technicure CS	258.92	259,45	2,05
R1	-	181.88	183,03	6,32
R2	-	175.68	177,08	7,97

Opmerking

De proefresultaten tonen een belangrijke vermindering (van meer dan 70%) van de hygroscopische reprise van de met TECHNICURE CS behandelde mortel aan.

Invloed van de behandeling op de latere zoutmigratie

Na de meting van de hygroscopische reprise wordt het proefvlak van de proefstukken lichtjes gezandstraald teneinde een controlevlak te verkrijgen dat zo zuiver en gelijkmatig mogelijk is. Vervolgens worden de proefstukken 14 dagen in het laboratorium (20°C, 50 % RV) bewaard waarbij het vlak tegenover het droogvlak in contact staat met de gestandaardiseerde zoutoplossing (0,5% NaCl + 0,5% KNO₃ + 2% Na₂SO₄) en het paraffinepapier vooraf van het contactvlak is verwijderd. Deze tweede bevochtiging door middel van de zoutoplossing (na die welke voorafgaat aan de toepassing van de behandeling) wordt gevolgd door een nieuwe droogfase van 14 dagen, via het proefvlak, bij 20°C en een RV van 50%, met als doel het verschijnen van uitbloeiingen op de behandelde oppervlakte maximaal te bevorderen.

De vaststellingen na die verschillende bevochtigings- en droogfasen zijn weergegeven in tabel 4 en geïllustreerd met foto 1 op de volgende bladzijde.



Tabel 4: Effect van de behandeling op de toekomstige zoutmigratie

Proefstukken	Behandeling	Aanwezigheid van zouten op het morteloppervlak	Opmerkingen
CS	CS-behandeling	Nagenoeg geen	Waarneembare verharding van de mortel
R1	-	Aanzienlijk	-
R2	-	Aanzienlijk	-

Foto 1: Onbehandelde proefstukken links en behandelde rechts, na zoutimpregnatie en droging



Opmerkingen

Op de foto is de invloed van de behandeling met TECHNICURE CS op de intensiteit waarmee de zouten opnieuw verschijnen, duidelijk te zien.

Bovendien blijkt het morteloppervlak na de behandeling met TECHNICURE CS aanzienlijk te verharden.

Bijkomende analyses met optische en elektronische microscopie van de met CS behandelde en onbehandelde mortelmonsters wijzen, alleen voor de behandelde stalen, op een dichtslibbing van de poriën door de vorming van gel en zouten. De rol van de behandelingsgebonden fluor (Na_2SiF_6 en K_2SiF_6 en CaF_2 in aanwezigheid van de Ca van de mortel) in dat dichtslibbingsverschijnsel is aantoonbaar, maar het effect van het zink in de TECHNICURE CS is moeilijker te identificeren (de pieken van de zinkanalyse en die van het Na, alomtegenwoordig in het onderzochte materiaal, overlappen elkaar). Merk in dat verband op dat de onder punt IV ontwikkelde controlemethode probleemloos toelaat de aanwezigheid van zinkverbindingen aan de oppervlakte te bevestigen.

Op basis van deze gegevens en om het werkingsprincipe van het product TECHNICURE CS uit te leggen kunnen we enerzijds dus verwijzen naar het fysische verschijnsel van gedeeltelijke dichtslibbing van de poriën door de gevormde zouten/gel en anderzijds naar de oplosbaarheid en het



hygroscopisch karakter van de aanwezige elementen, gevormd door de reacties tussen het behandelingsproduct en de zouten die doorgaans in metselwerk aanwezig zijn.

Tabel 5 hieronder geeft een overzicht van de belangrijkste aangetroffen zouten, gerangschikt volgens toenemende oplosbaarheid. Ook richtinggevendende waarden met betrekking tot het hygroscopisch karakter van bepaalde zouten worden vermeld (tabel van de hygroscopie van de meststoffen - <http://www.scicgroup.com>).

Deze waarden stemmen overeen met de RV-drempels (relatieve vochtigheid) van de lucht waarboven het zout het water absorbeert. Hoe lager die waarde, des te sterker de hygroscopische tendens van het zout.

Tabel 5: Oplosbaarheid en hygrometrie van de zouten

Zouten	Oplosbaarheid in water (g/100ml bij 20- 25°C)	Drempelwaarde RV vóór absorptie van water (%)	Zouten	Oplosbaarheid in water (g/100ml bij 20- 25°C)	Drempelwaarde RV vóór absorptie van water (%)
K ₂ SiF ₆	0.084		ZnSiF ₆	50.5	
CaSO ₄	0.205		ZnSO ₄	57.7	
Na ₂ SiF ₆	0.67		NaNO ₃	91.2	77
K ₂ SO ₄	12.0	98	Zn(NO ₃) ₂	120	
Na ₂ SO ₄	28.1		Ca(NO ₃) ₂	144	55
KNO ₃	38.5	93	ZnCl ₂	408	

Met betrekking tot de neergeslagen zouten reageert het in water oplosbare zinkcomplex gedeeltelijk met de aanwezige alkaliën (Na, K), wat resulteert in de vorming van twee bijzonder onoplosbare verbindingen die de poriën van het metselwerk kunnen doen dichtslibben: natriumhexafluorsilicaat en kaliumhexafluorsilicaat.

Invloed van de behandeling met TECHNICURE CS op het drogen (door verdamping) van de materialen

Het is belangrijk dat een behandeling, toegepast op poreus metselwerk, de mogelijkheid tot opdrogen niet ingrijpend verandert, vooral als die materialen min of meer vochtig zijn op het ogenblik dat de producten worden toegepast.

Die invloed wordt in het laboratorium beoordeeld op basis van de RILEM-testprocedure (Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais sur les Matériaux, 25 PEM, test II, 5 – Meting van de verdampingsgraad).

De resultaten van de metingen zijn weergegeven in tabel 6 hierna, met berekening van de invloed van de behandeling op de verdampingsgraad door vergelijking van de resultaten voor de behandelde en de onbehandelde proefstukken.

Tabel 6: Invloed van de behandeling op de verdampingsgraad van de materialen

Proefstukken	Behandelings-types	Droog gewicht (g)	Gewicht in g na absorptie (*)	Gewicht in 'g' na:					Invloed behand. op verdampingsgraad (**)
				26 H	120 H	192 H	384 H	456 H	
CS - mortel	Zinkfluor-silicaat	206.58	220.32/ 222.67	221.35	219.00	217.59	215.18	214.61	35 %
R2 - mortel	-	175.81	190.31/ 191.84	189.44	185.10	183.03	179.98	179.10	-

NB: (*) Voor het gewicht na absorptie vinden we 2 waarden: de eerste stemt overeen met het proefstuk; de tweede met hetzelfde proefstuk, aan 5 zijden afgedekt met paraffinepapier.





- (**) Invloed (tussen 26 en 456 uur) van de behandeling op de verdampingsgraad, berekend door vergelijking van de verdampingsstroom: g (kg/m².s) tussen de behandelde en de onbehandelde monsters.

IV- UITWERKING VAN EEN TECHNIK VOOR DE CONTROLE IN SITU VAN DE BEHANDELING MET TECHNICURE CS

Aangezien het nuttig zou zijn op de werf snel te kunnen controleren of het metselwerk met TECHNICURE CS is behandeld, hebben wij de beschikbaarheid van de proefstukken te baat genomen om controlemethodes uit te testen voor de bovengenoemde behandeling.

De gekozen controletechniek is gebaseerd op het gebruik van een draagbare meetkit van het type Merckoquant 1.10038.0001. De methode bestaat erin aan de oppervlakte een zout- en/of materiaalmonster te nemen, het op te lossen in 5 ml gedemineraliseerd water, er een tiental druppels van een oplossing van 32% NaOH aan toe te voegen en met behulp van een dithizon-proefstrook te controleren op de aanwezigheid van Zn²⁺ ionen.

Opmerking

De proeven tonen de grote gevoeligheid van deze methode voor de behandeling met TECHNICURE CS aan. Die gevoeligheid laat toe zich in situ te beperken tot erg kleine oppervlaktemonsters (zouten en/of mortel) van een grootteorde van 0,5 g.

V- BESLUIT

De resultaten van de proeven tonen aan dat de behandeling met TECHNICURE CS met zekerheid toelaat de pathologische effecten van de zouten in het metselwerk te verminderen, zowel met het oog op de beperking van de vochtopname door de aanwezigheid van hygroscopische zouten van het nitraat- en chloridetype als op de beperking van de toekomstige migratie van uitbloeiingen (sulfaten) naar de oppervlakte of in nieuwe afwerkingslagen.

Men moet zich er evenwel bewust van zijn dat de toepassing van dit product niet mag worden beschouwd als een absolute remedie, maar als een behandeling die een verbetering tot stand kan brengen in de strijd tegen de pathologie welke veroorzaakt wordt door de aanwezigheid van de verschillende zouten in het metselwerk.

Voor de controle op de toepassing van TECHNICURE CS is de meettechniek met proefstrookjes (Merckoquant 1.10038.0001), gebaseerd op de reactie met "dithizon", niet alleen erg gebruiksvriendelijk in situ, maar ook erg betrouwbaar.

