

## **OCENA PORÓWNAWCZA TECHNIKI DVS I TRADYCYJNEJ METODY WYZNACZANIA IZOTERM SORPCJI – NA PRZYKŁADZIE BETONU KOMÓRKOWEGO KLASY 400**

Magdalena BOCHENEK\*, Halina GARBALIŃSKA\*

\* Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie, Wydział Budownictwa i Architektury, Al. Piastów 50, 70-311 Szczecin  
e-mails: Magdalena.Bochenek@zut.edu.pl, Halina.Garbalinska@zut.edu.pl

**Streszczenie:** W referacie przedstawiono ocenę porównawczą techniki DVS i tradycyjnej metody wyznaczenia izoterm sorpcji. Problem omówiono na przykładzie betonu o gęstości  $400 \text{ kg/m}^3$ , prezentując uzyskane dla tego materiału wyniki badań. Wyznaczono izotermę sorpcji metodą tradycyjną z zastosowaniem nasyconych roztworów soli oraz metodą zautomatyzowaną z wykorzystaniem urządzenia generującego wilgotność.

**Słowa kluczowe:** Kinetyka sorpcji, izotermę sorpcji, beton komórkowy

### **1. WPROWADZENIE**

Badaniem stanów równowagowych, opisywanych przez izotermę sorpcji, zajmowało się wielu naukowców, np. [3, 4, 8, 9, 11]. Pomimo licznych badań brak jest jednak metod pozwalających na teoretyczne wyznaczenie izoterm sorpcji dla dowolnego materiału porowatego. Tradycyjne badania laboratoryjne są żmudne i długotrwałe, a dane literaturowe dotyczące izoterm sorpcji materiału danego rodzaju wykazują często znaczne rozbieżności.

Nową metodą badania stanów równowagowych, alternatywną do metody tradycyjnej, jest metoda zautomatyzowana wykorzystująca urządzenia generujące wilgotność, jak np. Dynamic Vapor Sorption (DVS). Wiarygodność pomiarów tym urządzeniem potwierdzają badania prowadzone w innych gałęziach przemysłu, m.in. farmaceutycznym, czy spożywczym. Stwierdza się jednak brak usystematyzowanych badań porównawczych metody tradycyjnej z metodą zautomatyzowaną w odniesieniu do materiałów budowlanych. Próby doradczego porównania obydwu metod znaleziono w pracach [2, 6].

Wykazanie zgodności pomiarów tradycyjnych z metodą wykorzystującą urządzenia generujące wilgotność pozwoliłoby

na jej szersze stosowanie, a tym samym wielokrotne skrócenie czasu pomiaru zasadniczego badania i zminimalizowanie wysiłku potrzebnego na przygotowanie roztworów oraz próbek, wymagających późniejszego wielomiesięcznego ważenia. Mając to na względzie podjęto się przeprowadzenia dwóch niezależnych eksperymentów, pozwalających na porównanie obydwu metod, przy czym badania sorpcji przeprowadzono na wybranych odmianach bloczków wykonanych z betonu komórkowego. Niniejszy artykuł przedstawia ocenę porównawczą techniki DVS i tradycyjnej metody wyznaczenia izoterm sorpcji na przykładzie betonu komórkowego klasy 400.

### **2. METODA TRADYCYJNA**

W pierwszym eksperymencie badano izotermę sorpcji tradycyjną metodą grawimetryczną. Badaniami objęto betony komórkowe o następujących klasach gęstości: 400, 500, 600,  $700 \text{ kg/m}^3$ .

Do tradycyjnych badań sorpcji przygotowano po 3 próbki prostopadłościennych o wymiarach  $6 \times 12 \times 1 \text{ cm}$ . Próbki te wycinano z bloczków o czterech różnych gęstościach. Po zinventaryzowaniu próbek wysuszono je w suszarce do stałej masy w temperaturze  $105^\circ\text{C}$ , a następnie zaizolowano na pobocznicach powłoką silikonową i ponownie dosuszono w suszarce do stałej masy. Tak przygotowane próbki umieszczono w stelazach i zamknięto w pojemnikach, na dnie których znajdowały się wcześniej przygotowane nasycone roztwory soli. Na podstawie norm i literatury [1, 5, 7, 10] wybrano następujące sole: LiCl ( $\varphi \approx 11\%$ ),  $\text{MgCl}_2$  ( $\varphi \approx 33\%$ ),  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  ( $\varphi \approx 54\%$ ),  $\text{NaNO}_2$  ( $\varphi \approx 65\%$ ), NaCl ( $\varphi \approx 75\%$ ), KCl ( $\varphi \approx 85\%$ ),  $\text{K}_2\text{SO}_4$  ( $\varphi \approx 98\%$ ). Poszczególne układy badawcze ulokowano

w komorze termostaticznej, ustawionej na temperaturę 20°C (rys. 1).



Rys. 1. Próbkę w pojemnikach ulokowanych we wnętrzu komory termostaticznej.

Fig. 1. The samples inside the thermostatic chamber.

Procesy sorpcji zainicjowane były wprowadzeniem suchych próbek w kontakt z powietrzem o różnym poziomie zawilgożenia, a realizowane były według schematu: 0→11%, 0→33%, 0→54%, 0→65%, 0→75%, 0→85%, 0→98%.

Badania sprowadzały się do systematycznego rejestrowania zmieniającej się masy poszczególnych próbek. Pomiar masy wszystkich próbek prowadzono co 6 h, następnie co 12 h i stopniowo zwiększano odstęp między kolejnymi pomiarami. Cały eksperyment trwał 10 miesięcy.

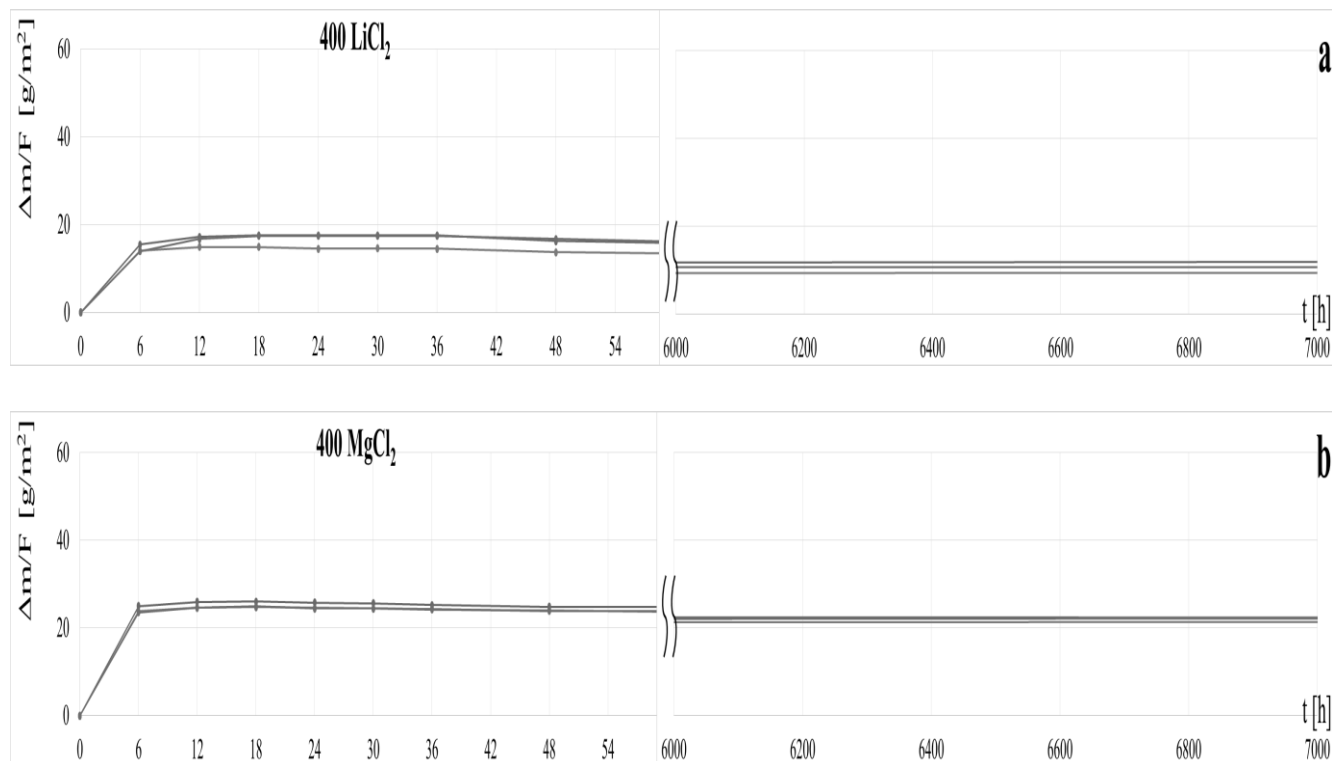
## 2.1. Badania kinetyki sorpcji

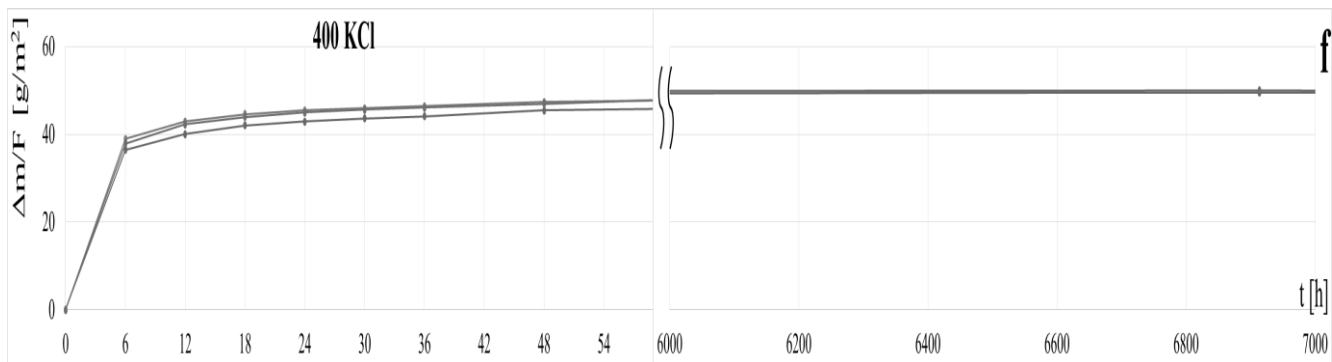
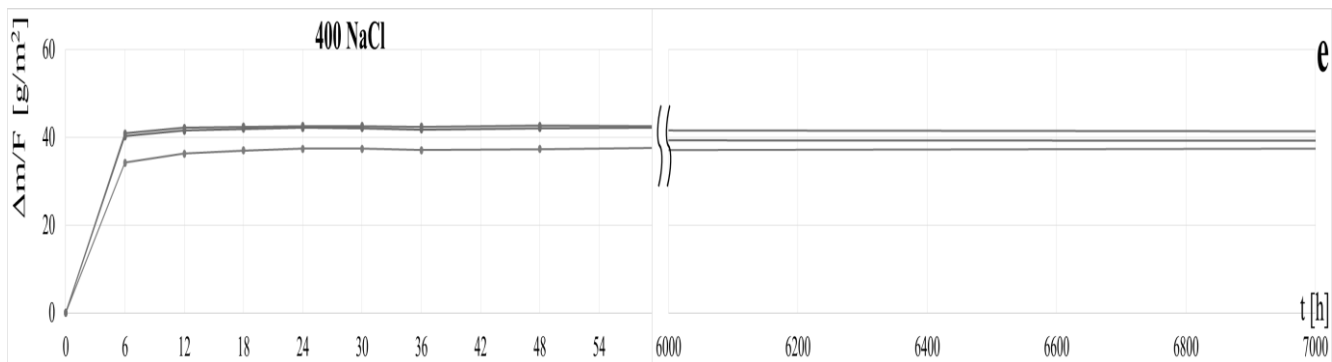
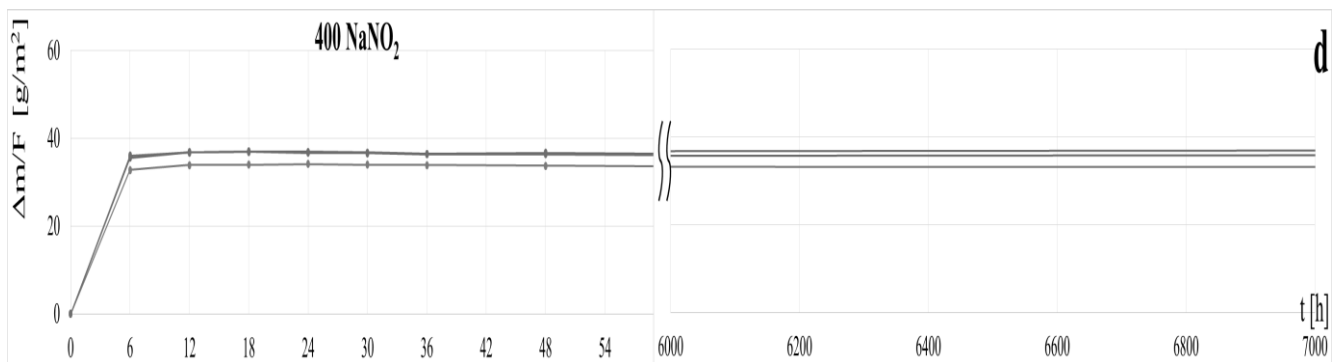
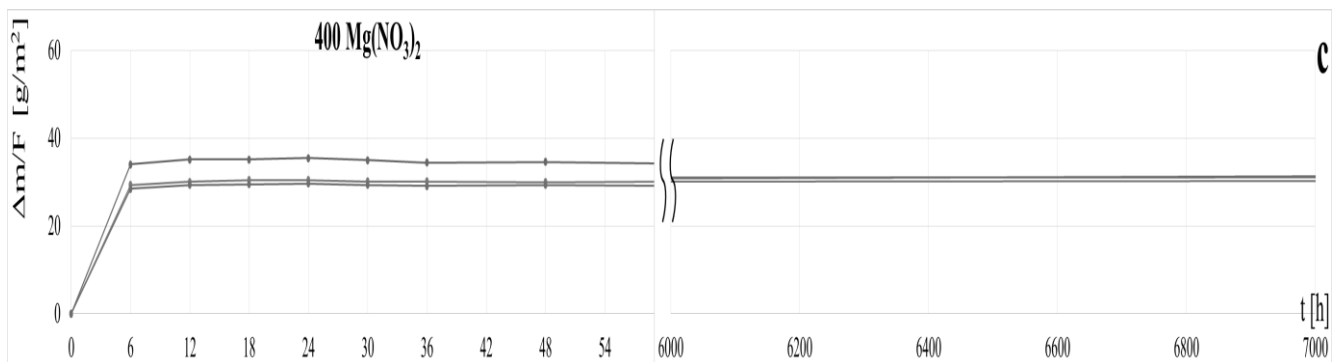
Kinetyka sorpcji zależy od właściwości danego materiału oraz parametrów pomiaru, tj. temperatury i wilgotności względnej otoczenia.

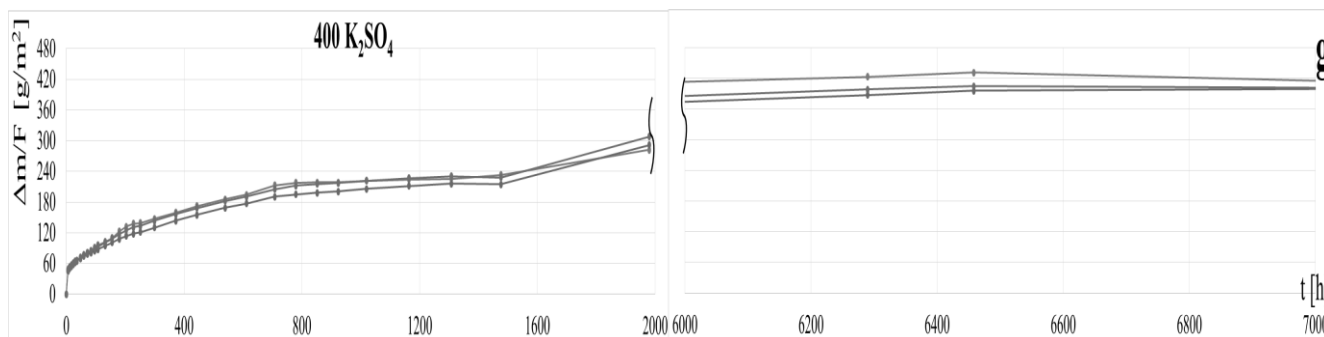
Na rysunku 2 przedstawiono wykresy kinetyki sorpcji, odwzorowane każdorazowo dla 3 próbek betonu komórkowego klasy 400, testowanego w siedmiu założonych klimatach.

Z chwilą wygaśnięcia procesów w poszczególnych interwałach  $\Delta\phi$  można było przystąpić do wyznaczania równowagowej zawartości wody przy założonych w eksperymencie poziomach wilgotności względnej powietrza  $\phi$ .

W grupie siedmiu przebadanych klimatów wyróżnia się pod względem jakościowym i ilościowym przebieg procesu sorpcji zachodzący przy najwyższej wilgotności względnej powietrza  $\phi = 98\%$ .







Rys. 2. Kinetyka procesu sorpcji betonu komórkowego klasy 400 w temperaturze 20°C i wilgotności względnej: a) 11%, b) 33%, c) 54%, d) 65%, e) 75%, f) 85%, g) 98%.

Fig. 2. Kinetics of sorption process for autoclaved aerated concrete class 400 at 20°C and relative humidity: a) 11%, b) 33%, c) 54%, d) 65%, e) 75%, f) 85%, g) 98%.

## 2.2. Izotermy sorpcji

Izotermą sorpcji określamy jest związek między równowagowym uwodnieniem materiału a wilgotnością względną powietrza, przy określonej stałej temperaturze.

Po osiągnięciu stanu równowagowego w każdym z zakresów wilgotności określano masową zawartość wilgoci w materiale  $U_m$  [%] korzystając z wzoru [12]:

$$U_m = \frac{m_w - m_s}{m} \quad (1)$$

gdzie:  $m_w$  oznacza masę zaizolowanej próbki w stanie równowagi wilgotnościowej,  $m_s$  to masa zaizolowanej próbki wysuszonej do stałej masy, zaś  $m$  oznacza masę suchej próbki bez izolacji.

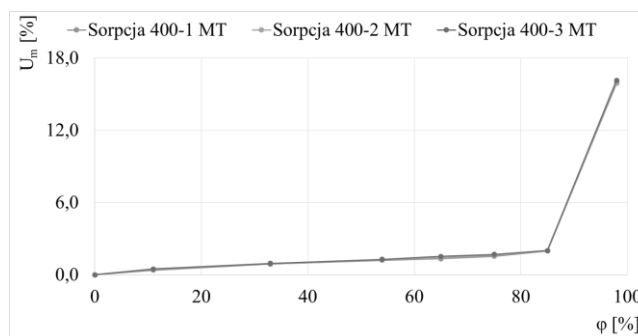
W tabeli 1 przedstawiono wyniki, pochodzące z pomiarów sorpcji metodą tradycyjną, dotyczące trzech próbek analizowanego betonu komórkowego klasy 400.

Tabela 1. Wyniki badań sorpcji betonu komórkowego klasy 400, uzyskane metodą tradycyjną.

Table 1. Sorption test results of autoclaved aerated concrete 400, obtained using the traditional method.

Zakres $\Delta\phi$ [%]	$U_m$ [%] 400-1 MT	$U_m$ [%] 400-2 MT	$U_m$ [%] 400-3 MT
0 - 11	<b>0,378</b>	<b>0,435</b>	<b>0,486</b>
0 - 33	<b>0,888</b>	<b>0,910</b>	<b>0,942</b>
0 - 54	<b>1,209</b>	<b>1,236</b>	<b>1,274</b>
0 - 65	<b>1,327</b>	<b>1,428</b>	<b>1,527</b>
0 - 75	<b>1,542</b>	<b>1,608</b>	<b>1,696</b>
0 - 85	<b>1,987</b>	<b>1,988</b>	<b>1,998</b>
0 - 98	<b>15,894</b>	<b>15,932</b>	<b>16,134</b>

Na podstawie uzyskanych wyników sporządzono izotermy sorpcji, które zestawiono na rysunku 3.



Rys. 3. Izotermy sorpcji betonu komórkowego klasy 400 wyznaczone metodą tradycyjną.

Fig. 3. Sorption isotherms of autoclaved aerated concrete class 400 determined by traditional method.

Sigmoidalny charakter krzywych sorpcji pary wodnej wskazuje na zjawisko tworzenia się wielocząsteczkowych warstw wody na powierzchni porów badanego materiału. Wraz z wzrostem wilgotności względnej powietrza wzrasta istotnie zawilgocenie próbek. Do wilgotności względnej powietrza ok. 75÷85% izotermy przebiegają łagodnie. Natomiast gwałtowny wzrost zawilgocenia następuje w zakresie wilgotności od 75÷85% do 98%.

## 3. METODA DVS

Ze względu na długi czas i duży nakład pracy, jakie wymagane są przy wyznaczaniu izoterm sorpcji tradycyjnymi metodami grawimetrycznymi, zaczęto wdrażać w pełni zautomatyzowane urządzenia generujące wilgotność, takie jak Dynamic Vapor Sorption (DVS). Instrument ten wykorzystuje strategię nazywaną  $dm/dt$  (procentowa zmiana masy w funkcji czasu) w celu ustalenia, czy poziom równowagi został osiągnięty. Wartość  $dm/dt$  jest obliczana w oparciu o pomiar masy z ostatnich minut eksperymentu. Gdy  $dm/dt$

jest bliskie zero to oznacza to, że próbka zbliża się do osiągnięcia stanu równowagi.

Mając na względzie szybkość tego typu pomiarów, zdecydowano się przeprowadzić drugi eksperyment za pomocą urządzenia DVS (rys. 4). Z blozków czterech klas betonu komórkowego wycięto po trzy próbki sześciennie o wymiarach 0,2x0,2x0,2 cm i wadze ok. 10 mg. Badania wykonywano w temperaturze 20°C i zakresie wilgotności względnych powietrza 0÷98%. Ustawiono skokowe zmiany wilgotności co ok. 10% i rejestrację zmian masy co 1 minutę. Za pomocą komputera sprzężonego z urządzeniem rejestrowano zmiany masy w każdym kroku pomiarowym. Zawsze kiedy program wykrywał zmianę masy mniejszą niż 0,002 % na minutę zmieniała się automatycznie wilgotność o ok. 10%. Pomiar sorpcji jednej próbki, pozwalający odtworzyć przebieg całej izotermy, trwał około 1 doby.



Rys. 4. Pomiar urządzeniem DVS.  
Fig. 4. Measurement of DVS device.

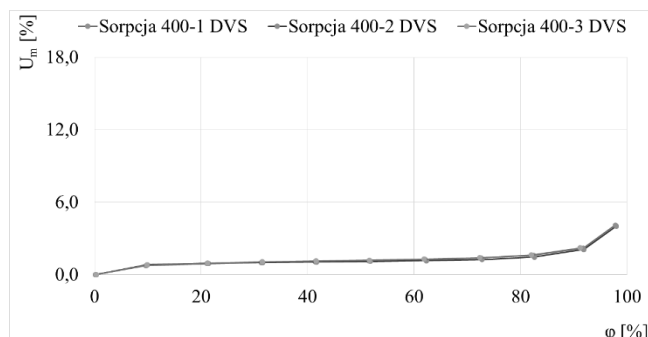
W tabeli 2 przedstawiono wyniki pochodzące z pomiarów sorpcji techniką DVS, a dotyczące trzech próbek analizowanego betonu komórkowego klasy 400.

Tabela 2. Wyniki badań sorpcji betonu komórkowego klasy 400, uzyskane za pomocą urządzenia DVS.

Table 2. Sorption test results of autoclaved aerated concrete 400, obtained using the DVS device.

$\varphi$ [%]	$U_m$ [%]	$\varphi$ [%]	$U_m$ [%]	$\varphi$ [%]	$U_m$ [%]
	400-1 DVS		400-2 DVS		400-3 DVS
0,2	<b>0,002</b>	0,3	<b>0,001</b>	0,3	<b>0,001</b>
9,7	<b>0,756</b>	9,9	<b>0,822</b>	9,8	<b>0,813</b>
21,1	<b>0,918</b>	21,4	<b>0,944</b>	21,2	<b>0,966</b>
31,3	<b>1,015</b>	31,6	<b>1,006</b>	31,5	<b>1,068</b>
41,5	<b>1,088</b>	41,7	<b>1,055</b>	41,6	<b>1,144</b>
51,6	<b>1,164</b>	51,8	<b>1,103</b>	51,6	<b>1,207</b>
62,1	<b>1,259</b>	62,3	<b>1,164</b>	61,9	<b>1,288</b>
72,6	<b>1,390</b>	72,8	<b>1,260</b>	72,3	<b>1,411</b>
82,5	<b>1,606</b>	82,6	<b>1,467</b>	82,0	<b>1,623</b>
91,8	<b>2,209</b>	91,9	<b>2,090</b>	91,2	<b>2,214</b>
97,8	<b>4,109</b>	98,0	<b>4,026</b>		

Na podstawie uzyskanych wyników sporządzono izotermy sorpcji, które zestawiono na rysunku 5.



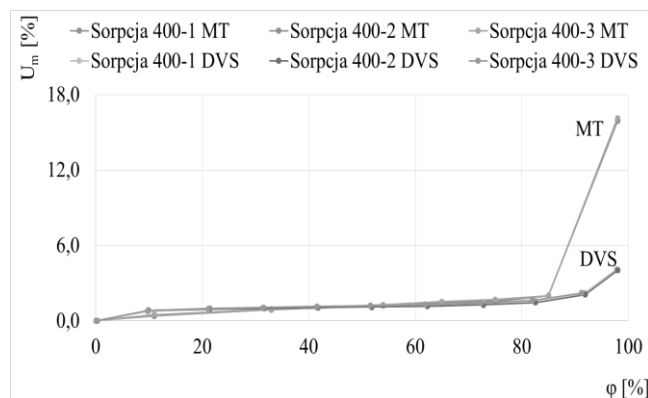
Rys. 5. Izotermy sorpcji betonu komórkowego 400 wyznaczone metodą DVS.

Fig. 5. Sorption isotherms of autoclaved aerated concrete class 400 determined by DVS method.

Zaobserwowano również sigmoidalny charakter krzywych sorpcji pary wodnej. Jednak przebieg krzywej jest łagodniejszy niż w przypadku izotermy sorpcji uzyskanej metodą tradycyjną. Wzrost zawilgocenia następuje w zakresie wilgotności od 75÷85% do 98%, jednak zarejestrowany w metodzie DVS wzrost nie jest tak intensywny, jak w metodzie tradycyjnej.

#### 4. ANALIZA PORÓWNAWCZA

Na rysunku 6 zestawiono wykresy izoterm sorpcji dla betonu komórkowego klasy 400, wyznaczone dwoma różnymi metodami. Na rysunku oznaczono wyniki metodą tradycyjną jako MT, zaś metodą zautomatyzowaną jako DVS.



Rys. 6. Izotermy sorpcji betonu komórkowego klasy 400 wyznaczone metodą tradycyjną oraz DVS.

Fig. 6. Sorption isotherms of autoclaved aerated concrete class 400 determined by traditional method and DVS.

Można zauważyć bardzo dobrą zgodność wyników badań uzyskanych testowanymi metodami w zakresie wilgotności względnych powietrza do 75÷85%. Przy wilgotnościach obejmujących zakres od 75÷85% do 98% różnice w wynikach badań są bardzo duże. Przy granicznej wilgotności  $\phi=98\%$  metoda tradycyjna dostarcza 3,8 razy większą wartość wilgotności równowagowej betonu klasy 400 w stosunku do metody DVS.

Porównując czas trwania obu eksperymentów można zauważyć znaczące różnice. Badanie izoterm sorpcji metodą tradycyjną trwało 10 miesięcy i było poprzedzone intensywną pracą związaną z przygotowaniem do badań. Natomiast pomiary urządzeniem DVS dla 3 próbek to ok. 3 doby bez konieczności specjalnego przygotowania próbek oraz roztworów. Zatem czas tego typu pomiarów prowadzonych metodą tradycyjną jest ponad 100 krotnie dłuższy w stosunku do metody DVS.

## 5. WNIOSKI

Przeprowadzone badania wykazały, że obydwie metody wyznaczania izoterm sorpcji są kompatybilne w zakresie wilgotności od 0% do 75÷85%. Niewątpliwie podstawową zaletą metody DVS jest bardzo krótki czas pomiaru oraz wyeliminowanie dużego nakładu pracy związanego z przygotowaniem badań oraz z wielomiesięcznym ważeniem próbek. Możliwe jest to dzięki pełnej automatyzacji urządzenia i wykorzystania oprogramowania komputerowego. Dzięki wysokiej czułości i dokładności tych aparatów, rozmiary próbek mogą być niewielkie i dzięki temu osiągnięcie równowagi przez próbkę następuje o wiele szybciej. Ponadto w wyniku badań urządzeniem DVS uzyskuje się większą ilość punktów pomiarowych niż w tradycyjnym badaniu. Niestety metoda ta nie kwalifikuje się do zastosowania w odniesieniu do wysokich wilgotności  $\phi > 75\div 85\%$ , w których przekraczana jest już wilgotność krytyczna, a klasycznym procesom sorpcji towarzyszą procesy kondensacji kapilarnej.

### COMPARATIVE EVALUATION OF DVS AND THE TRADITIONAL METHOD OF SORPTION ISOTHERM DETERMINATION – EXAMPLIFIED BY AUTOCLAVED AERATED CONCRETE CLASS 400

**Summary:** This paper presents a comparative evaluation of the DVS technique and the traditional method to determine the sorption isotherms. The problem was discussed based on the example of autoclaved aerated concrete with a density of 400 kg/m<sup>3</sup>, followed by a presentation of the results obtained for this material. Sorption isotherms were determined by use of the traditional method applied with saturated salt solutions and the automated method applying a humidity-generating device.

## Podziękowania

Autorki składają podziękowania Profesorowi Winfriedowi Malornemu za udostępnienie aparatury DVS, pozwalającej na przeprowadzenie badań prezentowanych w niniejszej pracy.

## Literatura

- [1] ASTM E104 - 02(2012) Standard practice for maintaining constant relative humidity by means of aqueous solutions. West Conshohocken, PA, ASTM International, 2012
- [2] Cagnon H., Aubert J.E., Coutand M., Magniont C.: Hygrothermal properties of earth bricks. *Energy and Buildings*, 80, 2014, s. 208-217
- [3] Drochytka R., Zach J.: Badania oddziaływania wilgoci i temperatury na ABK, *Materiały Budowlane*, nr 11, 2013, s. 112-113
- [4] Garbalińska H., Siwińska A.: Izotermy sorpcji cegły ceramicznej, silikatowej i betonu komórkowego. XI Polska Konferencja Naukowo-Techniczna Fizyka budowli w Teorii i Praktyce, *Czasopismo Naukowe tom II, Sekcja Fizyki Budowli Komitetu Inżynierii Lądowej i Wodnej PAN, Łódź* 2007, s. 41-46
- [5] Greenspan L.: Humidity Fixed Points of Binary Saturated Aqueous Solutions, *Journal of Research of the National Bureau of Standards- A. Physics and Chemistry Vol. 81 A, No.*, 1977, s. 89-96
- [6] Gruyaert E., Dieleman C., De Belie N.: Influence of sample preparation and the addition of BFS on water vapour sorption isotherms. *International Conference on Durability of Building Materials and Components. Porto-Portugal 2011*, s.1-8
- [7] Jiříčková M., Černý R., Rovnaníková P.: Measurement of moisture storage parameters of building materials. *Acta Polytechnica*, 2003, vol. 43, no. 2, s. 39-43
- [8] Jerman M., Keppert M., Výborný J., Černý R.: Hygric, thermal and durability properties of autoclaved aerated concrete. *Construction and building materials*, 2013, no. 41, s. 352-359
- [9] Koronthayova O.: Moisture storage capacity and microstructure of ceramic brick and autoclaved aerated concrete. *Construction and Building Materials*, vol. 25, no 2, 2011, s. 879-885
- [10] PN-EN ISO 12571: 2013 Ciepłno-wilgotnościowe właściwości materiałów i wyrobów budowlanych. Określanie właściwości sorpcyjnych
- [11] Świrska-Perkowska J.: Adsorpcja i ruch wilgoci w porowatych materiałach budowlanych w warunkach izotermicznych. *PAN Komitet Inżynierii Lądowej i Wodnej, Warszawa* 2012
- [12] Zakrzewski T.: *Zagadnienia fizykalne w budownictwie*. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2003