prof. dr hab. inż. Halina Garbalińska^{1)*)} ORCID: 0000-0002-7411-1665 dr inż. Magdalena Bochenek¹⁾

Determination of the moisture diffusion ORCID: 0000-0001-9032-9720 coefficient of autoclaved aerated concrete in non-stationary desorption processes using \sqrt{t} -type and In(t) Crank methods Wyznaczanie współczynnika dyfuzji wilgoci betonu komórkowego w niestacjonarnych procesach desorpcji z wykorzystaniem metod Cranka typu \sqrt{t} oraz ln(t)

DOI: 10.15199/33.2024.11.08

Abstract. The article presents the possibility of applying moisture desorption processes for determining the diffusion coefficient. Two calculation methods are presented – the \sqrt{t} type method for the initial phase of the process and the logarithmic method for the advanced phase. Their application is presented on the example of autoclaved aerated concrete class 400, for desorption processes occurring in the humidity range $98 \rightarrow 85\%$. The difference between the diffusion coefficients $D_m(\sqrt{t})$ and $D_m(\ln)$ did not exceed 20%. Keywords: autoclaved aerated concrete; moisture diffusion coefficient; desorption; vt-type method; logarithmic method.

owadays, two basic requirements are formulated for external building partitions - durability and energy efficiency. The key factor determining the possibility of meeting them is the state of dampness of the partitions. External partitions in buildings used in our climate are exposed to conditions changing over time (daily and seasonally), and the simulation of their behaviour requires knowledge of the moisture parameters of the materials used in them. In terms of hygroscopic moisture, the basic parameter is the moisture diffusion coefficient. The methods used to measure it can be divided into stationary and non-stationary ones.

Stationary methods, in contrast to non-stationary methods, are standardized, and the process of determining the parameters describing moisture transport in building materials has been described in detail in European standards, e.g. $[1 \div 4]$ and the American standard [5].

Regardless of the existence of standard stationary procedures, many researchers undertake to test the usefulness of non-stationary methods for determining the values of moisture transport coefficients of porous building materials. This is due to the fact that in order to fully describe the moisture content of a given material, it is also necessary to prepare its

EUDOULIANE 11/2024 (nr 627)

Streszczenie. W artykule przedstawiono możliwość wykorzystania procesów desorpcji wilgoci do wyznaczania współczynnika dyfuzji. Zaprezentowano dwie metody obliczeniowe - metodę typu vt dotyczącą fazy wstępnej procesu i metodę logarytmiczną odnoszącą się do fazy zaawansowanej. Ich zastosowanie zaprezentowano na przykładzie betonu komórkowego klasy 400, w przypadku procesów desorpcji zachodzących w wilgotności 98 → 85%. Różnice między współczynnikami dyfuzji $D_m(\sqrt{t})$ i $D_m(\ln)$ nie przekroczyły 20%. Słowa kluczowe: beton komórkowy; współczynnik dyfuzji wilgoci; desorpcja; metoda typu \sqrt{t} ; metoda logarytmiczna.

odniesieniu do zewnętrznych przegród budowlanych formułuje się współcześnie dwa zasadnicze wymagania - trwałości i efektywności energetycznej. Kluczowym czynnikiem decydującym o możliwości ich spełnienia jest stan zawilgocenia przegród. Przegrody zewnętrzne w budynkach eksploatowanych w naszym klimacie narażone są na działanie zmiennych w czasie (dobowo i sezonowo) warunków, a symulacja ich zachowania wymaga znajomości parametrów wilgotnościowych materiałów w nich zastosowanych. W przypadku zawilgocenia higroskopijnego podstawowym parametrem jest współczynnik dyfuzji wilgoci. Metody wykorzystywane do jego pomiaru można podzielić na stacjonarne oraz niestacjonarne.

Metody stacjonarne, w przeciwieństwie do metod niestacjonarnych, są znormalizowane, a przebieg wyznaczania parametrów opisujących transport wilgoci w materiałach budowlanych został szczegółowo opisany w normach europejskich, np. [1 ÷ 4] oraz normie amerykańskiej [5].

Niezależnie od istnienia normowych procedur stacjonarnych, wielu badaczy podejmuje się testowania przydatności metod niestacjonarnych do wyznaczania wartości współczynników transportu wilgoci porowatych materiałów budowlanych. Wiąże się to z faktem, że do pełnego opisu wilgotnościowego danego materiału niezbędne jest odwzorowanie jego izoterm sorpcji i desorpcji. Korzystne byłoby zatem wykorzystanie tych pomiarów do równoczesnego wyznaczenia parame-

¹⁾ Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie, Wydział *) Budownictwa i Inżynierii Środowiska *) Correspondence address: halina.garbalinska@zut.edu.pl

sorption and desorption isotherms. Therefore, it would be beneficial to use these measurements to simultaneously determine the parameters describing moisture transport in the structures of a given material. Basing on measurements of the kinetics of nonstationary moisture sorption and desorption processes, researchers determined the diffusion coefficients of various building materials using various methods $[6 \div 13]$.

The paper [14] describes the methodology of measuring the diffusion coefficient in relation to the initial and advanced phases of both the sorption and desorption processes of moisture. On the other hand, desorption studies of the nonlinearity of moisture diffusion in the hygroscopic range are presented in the paper [15]. In both of these monographs, i.a., various research techniques for the determination of transport coefficients were extensively tested, and the usefulness of these methods was tested on cement mortars with different microstructural characteristics.

In the article, using the procedures proposed in [14, 15], an analysis of the possibility of determining the diffusion coefficient in non-stationary desorption processes was carried out, presenting the results obtained using the \sqrt{t} method and the logarithmic method on the example of class 400 aerated concrete.

Non-stationary desorption measurement method

Desorption measurements of the diffusion coefficient are usually carried out on samples that provide a one-directional flow of moisture. In the analyses of the studied desorption processes, two time intervals are distinguished, including the initial and advanced phases. In both cases, the course of the process is subject to different mathematical descriptions, which is the result of the occurrence of different boundary conditions.

The laboratory tests reflected the theoretical assumption that the desorption process applies to a situation where a sample with an even initial distribution of material moisture c_{m1} is placed in an environment with absolute humidity $c_2 < c_1$. This leads to a disturbance of the current state of moisture equilibrium.

In the initial phase of the desorption process, the changes refer only to the layers adjacent to the surface of contact of the sample with the external environment, as shown schematically in Figure 1.

In the advanced desorption phase, mass exchange processes involve deeper and deeper layers. The

equilibrium moisture concentration c_{m1} maintained at the initial level is disturbed, as shown in Figure 2. The sample gradually gets rid of the water until an even distribution of moisture appears. The desorption process ceases when the moisture balance with the environment is achieved within the entire sample ($c_m = c_{m2}$).

The paper [14] describes the method parametrach otoczenia T = cons of determining the moisture diffusion opracowano na podstawie [14]



Fig. 1. Schematic diagram of the desorption process in the initial phase, at constant parameters in the environment T = const., $c_2 = const.$, based on [14]

Rys. 1. Schemat ideowy przebiegu procesu desorpcji w fazie wstępnej, przy stałych parametrach otoczenia $T = const., c_2 = const.,$ opracowano na podstawie [14]

trów opisujących transport wilgoci w strukturach danego materiału. Bazując na pomiarach dotyczących kinetyki niestacjonarnych procesów sorpcji i desorpcji wilgoci, badacze wyznaczali różnymi metodami współczynniki dyfuzji różnych materiałów budowlanych [6 ÷ 13].

W pracy [14] opisano metodę pomiarów współczynnika dyfuzji w odniesieniu do fazy wstępnej i zaawansowanej zarówno procesu sorpcji, jak i desorpcji wilgoci. Natomiast desorpcyjnym badaniom nieliniowości dyfuzji wilgoci w zakresie higroskopijnym poświęcona jest praca [15]. W obydwu monografiach dokonano m.in. przetestowania różnych technik badawczych do wyznaczania współczynników transportu, a przydatność tych metod testowano na zaprawach cementowych o zróżnicowanej charakterystyce mikrostrukturalnej.

W artykule, korzystając z procedur zaproponowanych w [14, 15], dokonano analizy możliwości wyznaczania współczynnika dyfuzji w niestacjonarnych procesach desorpcyjnych, prezentując na przykładzie betonu komórkowego klasy 400 uzyskane rezultaty z zastosowaniem metody typu \sqrt{t} oraz metody logarytmicznej.

Metoda niestacjonarnych pomiarów desorpcyjnych

Desorpcyjne pomiary współczynnika dyfuzji z reguły prowadzi się na próbkach zapewniających jednokierunkowy przepływ wilgoci. W analizach badanych procesów desorpcji wydziela się dwa przedziały czasowe, obejmujące fazę wstępną i zaawansowaną. W obydwu przypadkach przebieg procesu podlega różnym opisom matematycznym, co jest wynikiem występowania różnych warunków granicznych.

W przeprowadzonych badaniach laboratoryjnych odwzorowano przyjęte założenie teoretyczne, że proces desorpcji dotyczy sytuacji, gdy próbka, we wnętrzu której występuje równomierny wyjściowy rozkład wilgotności materiałowej c_{m1} , zostaje umieszczona w otoczeniu o wilgotności absolutnej $c_2 < c_1$. Prowadzi to do zaburzenia dotychczasowego stanu równowagi wilgotnościowej.

W fazie wstępnej procesu desorpcji zmiany odnoszą się tylko do warstw sąsiadujących z powierzchnią kontaktu próbki ze środowiskiem zewnętrznym, co pokazano schematycznie na rysunku 1.

W fazie zaawansowanej desorpcji procesy wymiany masy obejmują coraz głębsze warstwy. Utrzymująca się na poziomie wyjściowym równowagowa koncentracja wilgoci c_{ml} zostaje

> zakłócona, co pokazano na rysunku 2. Próbka stopniowo pozbywa się wody, aż do momentu pojawienia się równomiernego rozkładu wilgoci. Proces desorpcji ustaje z chwilą uzyskania w obrębie całej próbki równowagi wilgotnościowej z otoczeniem ($c_m = c_{m2}$).

> W pracy [14] opisano metodę wyznaczania współczynnika dyfuzji wilgoci D_m z fazy wstępnej i zaawansowanej zarówno procesu sorpcji, jak i desorpcji. Współczynnik D_m [m²/s] jest traktowany jako tzw. współczynnik efektywny, opisujący w całościowy spo-

> > 11/2024 (nr 627)

coefficient D_m from the initial and advanced phases of both the sorption and desorption processes. The D_m coefficient $[m^2/s]$ is treated as the so-called effective coefficient, describing the transport of H₂O in a comprehensive way, without distinguishing individual component mechanisms, the mutual shares of which change with the change in the level of humidity at which the global flow process takes place. It is assumed that this flow is caused by a gradient of material moisture content $c_m [g/m^3]$.



Fig. 2. Schematic diagram of the desorption process in the advanced phase, at constant parameters in the environment $T = const., c_1 = const., based on [14]$

Rys. 2. Schemat ideowy przebiegu procesu desorpcji w fazie zaawansowanej, przy sta*lych parametrach otoczenia* T = const.c, = const., opracowano na podstawie [14]

The mathematical solutions presented in [14] concern the time-varying moisture fields formed in a parallelepiped sample of $0 \le x \le d$, unbounded in the y and z directions, and made of homogeneous and isotropic hydrophilic material. It was assumed that at the beginning of the process t = 0, the moisture within the entire sample is evenly distributed, i.e. the sample in its entire volume is characterized by a constant, strictly defined material concentration c_{m1}. It was assumed that:

• all points of the surface x = 0 and x = d are exposed to the same, time-unchanged moisture conditions c₂, which stabilizes the material moisture concentration on both external surfaces at a constant level of c_{m2};

■ the moisture exchange takes place by diffusion (volumetric and surface), and the effective diffusion coefficient in the studied range $c_1 - c_2$ is assigned an average, constant value. With such assumptions, the considered moisture field is a onedimensional field described by the function $c_{-}(x, t)$ satisfying the differential equation:

$$\frac{\partial c_m}{\partial t} = D_m \frac{\partial^2 c_m}{\partial x^2} \tag{1}$$

and appropriate initial and boundary conditions. Monographs [14, 15] contain detailed solutions of the partial differential equation (1) in relation to the initial and advanced phases of the desorption process.

In the case of the initial phase of the process, the \sqrt{t} rule, according to which the diffusion coefficient can be determined from the initial slope of the plot of mass change Δm_{i} as a function of the element from time \sqrt{t} , is proposed in [14, 15]

(Figure 3). Knowing the slope of the rectilinear segment, separated on the graph $\Delta m =$ $f(\sqrt{t})$, the diffusion coefficient D_m is determined from the formula:

$$D_m = a_{\sqrt{t}}^2 \frac{\pi}{16A^2 \Delta c_m^2} \quad (2$$

where:

$$a_{\sqrt{t}} = \frac{\Delta m_t}{\sqrt{t}} \tag{(11)}$$

In the case of the advanced

się wraz ze zmianą poziomu wilgotności, przy której odbywa się globalny proces przepływu. Zakłada się, że przepływ ten jest wywołany gradientem materiałowej zawartości wilgoci c_m [g/m³]. Przedstawione w [14] rozwiązania

matematyczne dotyczą zmiennych w czasie pól wilgotności kształtujących się w próbce równoległościennej $0 \le x \le d$

sób transport H₂O, bez rozróżniania po-

szczególnych mechanizmów składo-

wych, których wzajemny udział zmienia

nieograniczonej w kierunku y oraz z, a wykonanej z jednorodnego i izotropowego materiału hydrofilowego. Przyjęto, że w chwili rozpoczęcia procesu t = 0 wilgotność w obrębie całej próbki jest rozłożona równomiernie, tj. próbka w całej swej objętości charakteryzuje się stałą, ściśle określoną koncentracją materiałową c_{m1}. Założono, że:

• wszystkie punkty powierzchni x = 0 oraz x = d wystawione są na działanie jednakowych, niezmiennych w czasie warunków wilgotnościowych c,, co stabilizuje materiałową koncentrację wilgoci na obydwu powierzchniach zewnętrznych na stałym poziomie c_{m2};

wymiana wilgoci odbywa się na drodze dyfuzji (objętościowej i powierzchniowej), a efektywnemu współczynnikowi dyfuzji w badanym zakresie $c_1 - c_2$ przypisuje się uśredniona wartość stała.

Przy tak sformułowanych założeniach rozważane pole wilgoci jest polem jednowymiarowym opisanym przez funkcję c_(x, t) spełniającą równanie różniczkowe:

$$\frac{\partial c_m}{\partial t} = D_m \frac{\partial^2 c_m}{\partial x^2} \tag{1}$$

oraz odpowiednie warunki poczatkowe i brzegowe. W pracach [14, 15] zamieszczono szczegółowe rozwiązanie różniczkowego równania cząstkowego (1) w odniesieniu do fazy wstępnej i zaawansowanej procesu desorpcji.

W przypadku fazy wstępnej procesu zaproponowano w [14, 15] regułę √t, zgodnie z którą współczynnik dyfuzji można wyznaczyć z początkowego nachylenia_wykresu zmiany masy ∆m w funkcji pierwiastka z czasu √t (ry-

> sunek 3). Znając nachylenie prostoliniowego odcinka a_{vt} wydzielonego na wykresie $\Delta m_t = f(\sqrt{t})$, wyznacza się współczynnik dyfuzji D_m z wzoru:

$$D_m = a_{\sqrt{t}}^2 \frac{\pi}{16A^2 \Delta c_m^2} \quad (2)$$

gdzie:

$$a_{\sqrt{t}} = \frac{\Delta m_t}{\sqrt{t}} \tag{3}$$



Fig. 3. Selected intervals with a linear relationship $\Delta m_{i} = f(\sqrt{t})$ for samples of aerated concrete class 400, tested in the desorption process

> W przypadku fazy zaawansowanej procesu zaproponowano w [14, 15] regułę loga-

Daterialy Judoulane 11/2024 (nr 627) 64



in [14, 15], according to which the diffusion coefficient can be determined from the rectilinear slope of the segment separated on the graph of the relationship $\ln(1 - (\Delta m_t)/(\Delta m_{max}))$ as a function of time t (Figure 4).

Knowing the directional coefficient a_{ln} of this rectilinear segment, we can determine the diffusion coefficient D_m from the formula:

$$D_m = -a_{ln} \frac{d^2}{\pi^2} \qquad (4)$$

where:

$$a_{ln} = \frac{\ln\left(1 - \frac{\Delta m_t}{\Delta m_{max}}\right) + 0.21}{t}$$
(5)

The course of non-stationary studies of desorption processes

The author's own research carried out as part of the study [16] first referred to sorption processes, and then desorption processes, and they included autoclaved aerated concretes of 4 density classes: 400, 500, 600 and 700. Their material characteristics, i.e. composition and microstructural properties, are described in [16].

Studies of sorption and desorption isotherms of all analysed autoclaved aerated concretes were carried out on samples with front surface dimensions of 6 x 12 cm and a thickness of approx. 1 cm. 34 samples from each concrete class were prepared, a total of 136 samples (24 spare samples in this group). In the first stage, the samples were inventoried in terms of geometric dimensions, dried in a dryer to a constant mass at 105°C, then weighed on a balance with an accuracy of 0.001 grams, then insulated on the side surfaces and dried again to a constant mass in a dryer at 105°C. At the same time, hygrostatic solutions were prepared to stabilize relative humidity of the air, for which the following salts were used: LiCl, MgCl₂, Mg(NO₃)₂, NaNO₂, NaCl, KCl, K₂SO₄. This ensures that different levels of relative humidity are achieved above the saturated aqueous solutions of individual salts. On the basis of, i.a., the [17, 18] standards, it was assumed that at 20°C they would be 11, 33, 54, 65, 75, 85, 98%, respectively.

The prepared solutions were placed at the bottom of airtight containers, acting as desiccators, and then racks were placed in the containers, and in them samples intended for testing in a given humidity. The closed containers were located in two thermostatic chambers, set to a temperature of 20°C [19]. In the first stage, sorption measurements were carried out, which consisted in recording changes in the increasing weight of the samples. The sorption processes were initiated by the introduction of dry samples into contact



Fig. 4. Selected intervals with a linear relationship $\ln(1 - (\Delta m_{max})) = f(t)$ for samples of aerated concrete class 400, tested in the desorption process at $T = 20^{\circ}C$ and $\varphi = 98 \rightarrow 85^{\circ}$. *Rys. 4. Wydzielone przedziały o prostoliniowym przebiegu zależności* $\ln(1 - (\Delta m_{t})/(\Delta m_{max})) = f(t)$ w przypadku próbek betonu komórkowego klasy 400, badanych w procesie desorpcji przy $T = 20^{\circ}C$ i $\varphi = 98 \rightarrow 85^{\circ}$.

rytmiczną, zgodnie z którą współczynnik dyfuzji można wyznaczyć z nachylenia prostoliniowego odcinka wydzielonego na wykresie zależności $\ln(1 - (\Delta m_t)/(\Delta m_{max}))$ w funkcji czasu t (rysunek 4).

Znając współczynnik kierunkowy a_{in} tego prostoliniowego odcinka, można wyznaczyć współczynnik dyfuzji D_m z wzoru:

$$D_m = -a_{ln}\frac{d^2}{\pi^2} \qquad (4)$$

^ogdzie:

$$a_{ln} = \frac{\ln\left(1 - \frac{\Delta m_t}{\Delta m_{max}}\right) + 0.21}{t}$$
(5)

Przebieg badań niestacjonarnych procesów desorpcji

Badania własne zrealizowane w ramach pracy [16] w pierwszej kolejności odnosiły się do procesów sorpcji, a następnie procesów desorpcji i obejmowały betony komórkowe 4 klas gęstości: 400, 500, 600 i 700. Ich charakterystykę materiałową, a więc skład i właściwości mikrostrukturalne, opisano w [16].

Badania izoterm sorpcji i desorpcji wszystkich analizowanych betonów komórkowych przeprowadzono na prostopadłościennych próbkach o wymiarach powierzchni czołowych 6 x 12 cm i grubości ok. 1 cm. Przygotowano po 34 próbki z każdej klasy betonu, a łącznie 136 (w tej grupie 24 próbki zapasowe). W pierwszym etapie zinwentaryzowano próbki pod względem wymiarów geometrycznych, wysuszono je w suszarce do stałej masy w temperaturze 105°C, a następnie zważono na wadze o dokładności 0,001 grama, a później zaizolowano na pobocznicach i ponownie dosuszono do stałej masy w suszarce w 105°C. Jednocześnie przygotowano roztwory higrostatyczne do stabilizowania wilgotności względnej powietrza, do których wykonania zastosowano: LiCl; MgCl,; Mg(NO₃),; NaNO₂; NaCl; KCl; K₂SO₄. Dzięki temu zapewniono uzyskanie różnych poziomów wilgotności względnej powietrza nad nasyconymi roztworami wodnymi poszczególnych soli. Na podstawie norm m.in. [17, 18] przyjęto, że w temperaturze 20°C będą one wynosiły odpowiednio: 11; 33; 54; 65; 75; 85; 98%.

Sporządzone roztwory umieszczono na dnie szczelnych pojemników, pełniących rolę eksykatorów i desykatorów, a następnie ułożono w nich stelaże, a na nich próbki przeznaczone do badań w danej wilgotności. Zamknięte pojemniki ulokowano w dwóch komorach termostatycznych, ustawionych na temperaturę 20°C [19]. W pierwszym etapie przeprowadzono pomiary sorpcji, które polegały na rejestracji zmian zwiększającej się masy próbek. Procesy te zostały zainicjowane przez wprowadzenie suchych próbek w kontakt z powietrzem

11/2024 (nr 627)

with air with different levels of moisture humidity: $0 \rightarrow 11\%$, $0 \rightarrow 33\%$, $0 \rightarrow 54\%$, $0 \rightarrow 65\%$, $0 \rightarrow 75\%$, $0 \rightarrow 85\%$, $0 \rightarrow 98\%$. Initially, measurements were taken every 6 hours, then every 12. After the sorption process slowed down, the samples were weighed every two days, gradually extending the intervals between measurements. The entire experiment lasted 10 months.

Once the sorption studies were completed, desorption measurements began. The samples were tested at 20°C in six independent relative humidity ranges: $98 \rightarrow 85\%$, $85 \rightarrow 75\%$, $75 \rightarrow 65\%$, $65 \rightarrow 54\%$, $54 \rightarrow 33\%$ and $33 \rightarrow 11\%$. Desorption measurements were based on recording changes in the decreasing weight of samples. Initially, they were performed every 6 hours, then every 12. After the desorption process was slowing down, the frequency of measurements was reduced. A total of sixteen samples (four from each class) were tested in each climate for a minimum of 3000 hours.

o różnym poziomie zawilgocenia: $0 \rightarrow 11\%$; $0 \rightarrow 33\%$; $0 \rightarrow 54\%$; $0 \rightarrow 65\%$; $0 \rightarrow 75\%$; $0 \rightarrow 85\%$; $0 \rightarrow 98\%$. Początkowo pomiary wykonywano co 6 h, a następnie co 12. Po spowolnieniu procesu sorpcji próbki ważono co dwie doby, stopniowo wydłużając przerwy między pomiarami. Cały eksperyment trwał 10 miesięcy.

Z chwilą zakończenia badań sorpcji rozpoczęto pomiary desorpcji. Próbki badano w temperaturze 20°C w sześciu niezależnych przedziałach wilgotności względnej powietrza: 98 \rightarrow 85%; 85 \rightarrow 75%; 75 \rightarrow 65%; 65 \rightarrow 54%; 54 \rightarrow 33% oraz 33 \rightarrow 11%. Pomiary desorpcji polegały na rejestracji zmian zmniejszającej się masy próbek. Początkowo wykonywano je co 6 h, a następnie co 12. Po zwolnieniu procesu desorpcji zmniejszano częstotliwość pomiarów. W każdym klimacie testowano łącznie szesnaście próbek (po cztery z każdej klasy) przez minimum 3000 h.

Figure 5 shows the desorption kinetics of class 400 aerated to concrete samples, obtained in six assumed climates.

Na rysunku 5 przedstawiono kinetykę desorpcji próbek betonu komórkowego klasy 400, uzyskaną w sześciu założonych klimatach.



Fig. 5. Kinetics of desorption processes determined for samples of autoclaved aerated concrete class 400 at 20°C in different range of relative humidity: a) 33→11%, b) 54→33%, c) 65→54%, d) 75→65%, e) 85→75%, f) 98→85%

Rys. 5. Kinetyka procesów desorpcji próbek betonu komórkowego klasy 400 przy temperaturze 20°C w różnym przedziale wilgotności względnej: a) $33 \rightarrow 11\%$, b) $54 \rightarrow 33\%$, c) $65 \rightarrow 54\%$, d) $75 \rightarrow 65\%$, e) $85 \rightarrow 75\%$, f) $98 \rightarrow 85\%$

Results of desorption diffusion coefficient studies

A practical way of using the \sqrt{t} method and the logarithmic method to determine the diffusion coefficient D_m using data collected in the desorption process, on the example of class 400 aerated concrete, is presented.

First, the diffusion coefficients of D_m were determined by the \sqrt{t} method. For this purpose, graphs of mass changes in the function of the element over time were drawn up, and then segments characterized by a rectilinear course were separated. Due to the rate of mass transfer and the initially adopted 6-hour time step, only the desorption processes taking place in the moisture range of 98 -85% provided an indisputable possibility of using the \sqrt{t} procedure to determine the diffusion coefficients of the tested aerated concretes. The separated intervals with a rectilinear course of the function $\Delta m = f(\sqrt{t})$ are presented in Figure 3, presenting the results for individual samples of aerated concrete class 400. Table 1 presents the values of moisture diffusion coefficients relating to four samples of class 400 aerated concrete, determined from the desorption process with the application of the \sqrt{t} method using equation (2).

In the next step, the diffusion coefficients D_m were determined using the logarithmic method. For this purpose, diagrams of changes $\ln(1 - (\Delta m_t)/(\Delta m_{max}))$ as a function of time were prepared, and then segments characterized by a rectilinear course were separated, from which the value of the directional coefficient a_{ln} was read. The calculations covered the range after the individual samples had released about 30% of the total

moisture contained in them. The separated intervals with a rectilinear course of the function $\ln(1 - (\Delta m_t)/(\Delta m_{max})) = f(t)$ are shown in Figure 4, presenting the results obtained for individual samples of aerated concrete of class 400.

The values of the moisture diffusion coefficients of four samples of class 400 aerated concrete, determined from the desorption process with the application of the logarithmic method using equation (4), are presented in Table 1, while Table 2 contains the results of the statistical analysis of the D_m diffusion coefficients of class 400 aerated concrete, determined by both analysed methods. The data presented in Table 1, and in particular in Table 2,

Wyniki desorpcyjnych badań współczynnika dyfuzji

Przedstawiono praktyczny sposób użycia metody typu \sqrt{t} oraz metody logarytmicznej do wyznaczenia współczynnika dyfuzji D_m z wykorzystaniem danych zebranych w procesie desorpcji, na przykładzie betonu komórkowego klasy 400.

W pierwszej kolejności wyznaczono współczynniki dyfuzji D_m metodą typu \sqrt{t} . W tym celu sporządzono wykresy zmian masy w funkcji pierwiastka z czasu, a następnie wydzielono odcinki charakteryzujące się prostoliniowym przebiegiem. Z uwagi na tempo wymiany masy i przyjęty wstępnie 6-godzinny krok czasowy, jedynie procesy desorpcji przebiegające w zakresie wilgotności 98 - 85% zapewniły bezdyskusyjną możliwość zastosowania procedury vt do wyznaczenia współczynników dyfuzji testowanych betonów komórkowych. Wydzielone przedziały o prostoliniowym przebiegu funkcji $\Delta m_t = f(\sqrt{t})$ przedstawiono na rysunku 3, prezentującym wyniki poszczególnych próbek betonu komórkowego klasy 400. W tabeli 1 zestawiono wartości współczynników dyfuzji wilgoci, odnoszące się do czterech próbek betonu komórkowego klasy 400, wyznaczone z procesu desorpcji metoda vt z wykorzystaniem równania (2).

W kolejnym kroku określono współczynniki dyfuzji D_m metodą logarytmiczną. W tym celu sporządzono wykresy zmian ln(1 – (Δm_t)/(Δm_{max})) w funkcji czasu, a następnie wydzielono odcinki charakteryzujące się prostoliniowym przebiegiem, z których sczytywano wartość współczynnika kierunkowego a_m . Obliczeniami objęto przedział po oddaniu przez poszczególne próbki ok. 30% całkowitej zawartej

Table 1. Individual results and average values of moisture diffusion coefficients $D_{\rm m}$ determined for samples of autoclaved aerated concrete class 400 from the desorption process using \sqrt{t} -type and logarithmic methods

Tabela 1. Wyniki składowe i wartości średnie współczynników dyfuzji wilgoci D_m wyznaczone w przypadku próbek betonu komórkowego klasy 400 z procesu desorpcji metodami typu \sqrt{t} oraz logarytmiczną.

Próbka	$\begin{array}{c} \mathbf{D}_{\mathrm{m}}(\sqrt{\mathbf{t}}) \ [\mathbf{m}^{2}/\mathbf{s}] \end{array}$	$D_m(ln)$ [m^2/s]	$\begin{array}{c} \mathbf{D}_{\mathbf{m}}(\mathbf{ln})/\mathbf{D}_{\mathbf{m}}(\sqrt{\mathbf{t}}) \\ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ $
1	2,12 • 10-11	2,20 • 10-11	1,04
2	2,26 • 10-11	2,50 • 10-11	1,11
3	2,03 • 10 ⁻¹¹	2,40 • 10-11	1,18
4	2,08 • 10 ⁻¹¹	2,47 • 10 ⁻¹¹	1,19
Średnia	2,12 • 10-11	2,39 • 10-11	1,13

w nich wilgoci. Wydzielone przedziały o prostoliniowym przebiegu funkcji $\ln(1 - (\Delta m_t)/(\Delta m_{max})) = f(t)$ przedstawiono na rysunku 4, prezentującym wyniki uzyskane dla poszczególnych próbek betonu komórkowego klasy 400.

Wartości współczynników dyfuzji wilgoci czterech próbek betonu komórkowego klasy 400, wyznaczone z procesu desorpcji metodą logarytmiczną z wykorzystaniem równania (4) zestawiono w tabeli 1, natomiast w tabeli 2 wyniki analizy statystycznej współczynników dyfuzji D_m betonu komórkowego klasy 400, wyznaczanych obydwiema analizowanymi metodami. Dane zestawione w tabeli 1, a przede wszystkim w tabeli 2 wskazują

Table 2. Statistical analysis of moisture diffusion coefficients D_m determined for samples of autoclaved aerated concrete class 400 from the desorption process using \sqrt{t} -type and logarithmic methods

Tabela 2. Analiza statystyczna dotycząca_współczynników dyfuzji wilgoci D_m wyznaczonych w przypadku próbek betonu komórkowego klasy 400 z procesu desorpcji metodami typu \sqrt{t} oraz logarytmiczną

Metoda	Średnia z próby	Odchylenie standardowe z próby		Statystyka t Studenta	Połowa rozpiętości przedziału ufności
Symbol	x	8	ŝ	t _α	$t_{\alpha} \cdot \frac{s}{\sqrt{n-1}} \left(\text{lub} \ t_{\alpha} \cdot \frac{\hat{s}}{\sqrt{n}} \right)$
\sqrt{t}	2,12 • 10 ⁻¹¹	0,09 • 10 ⁻¹¹	0,10 • 10 ⁻¹¹	3,1824	0,16 • 10-11
ln(t)	2,39 • 10 ⁻¹¹	0,12 • 10-11	0,14 • 10 ⁻¹¹	3,1824	0,22 • 10-11

indicate a good accuracy of the results, slightly better in the case of the \sqrt{t} method, but also satisfactory in the case of the logarithmic method.

Summary

The results of the research presented in the article allow to recognize the usefulness of both the \sqrt{t} procedure and the logarithmic procedure for the determination of diffusion coefficients D_m from non-stationary desorption processes, but only in a situation where the mass changes recorded in these processes are extended in time. In the case of the highest humidity of $98 \rightarrow 85\%$, it was indisputably possible to distinguish sufficiently wide intervals in the variability of the function $\Delta m_t = f(\sqrt{t})$ and the function $\ln(1 - (\Delta m_t)/(\Delta m_{max})) =$ f (t) which were characterized by a rectilinear course enabling unambiguous determination of the directional coefficients $a_{,\bar{i}}$ and a₁₀, and on their basis the calculation of specific values of the diffusion coefficients D_m. The scale of discrepancies between the $D_m(\sqrt{t})$ and $D_m(\ln)$ coefficients, referring to individual concrete samples of class 400, is shown in Figure 6. Summing up the results obtained, it should be noted that in the case of all tested samples, the values of the diffusion coefficient determined by the \sqrt{t} method are slightly higher than those determined by the logarithmic method. Usually, the situation is that in the initial phase higher D_m values are obtained compared to the advanced phase. Evaluating the data compiled in Figures 3 and 4, a very good match of the waveforms is found. In none of the cases did the value of the R² parameter fall below 0.99. Nevertheless, a thorough analysis of the data presented in Figure 3 indicates the occurrence of a certain flattening in the course of the $\Delta m = f(\sqrt{t})$ relationship in the initial period, which can be observed from the second measurement, i.e. when the data obtained after 12 hours of the process were included. If the data from the first 2-3 measurements were abandoned, the values of the directional coefficients $a_{\sqrt{t}}$ would be slightly higher, and as a result, the values of $D_m(\sqrt{t})$ determined on their basis would be slightly higher.

The differences between the values of $D_{m}(\sqrt{t})$ and $D_{m}(\ln)$ are at an acceptable level. The $D_{m}(ln)/D_{m}(\sqrt{t})$ ratios range from 1.04

 $D_m [m^2/s] 10^{-11}$

(400/1 sample) to 1.19 (400/4 sample). This proves the relatively good accuracy of the both procedures related to the difficult measurements, carried out at extremely high levels of hygroscopic moisture. Differences between the results not exceeding 20% indicate the possibility of interchangeable use of these calculation procedures.

we should pay attention to one more aspect of determining the results presented in the article waniem metod typu \sqrt{t} i logarytmicznej



When making an assessment, Fig. 6. Diffusion coefficients D_m of four samples of autoclaved aerated concrete class 400, determined from desorption measurements applying the \sqrt{t} -type and logarithmic methods Rys. 6. Współczynniki dyfuzji D, czterech próbek betonu komórkodiffusion coefficient D_m . The wego klasy 400, wyznączone z pomiarów desorpcyjnych z zastoso-

na dobrą dokładność wyników, nieco lepszą w przypadku metody typu \sqrt{t} , ale również zadowalającą w przypadku metody logarytmicznej.

Podsumowanie

Przedstawione w artykule wyniki badań pozwalają uznać przydatność zarówno procedury √t, jak i procedury logarytmicznej do wyznaczania współczynników dyfuzji D" z niestacjonarnych procesów desorpcji, ale tylko w sytuacji, gdy zmiany masy rejestrowane w tych procesach są rozciągnięte w czasie. W przypadku największej wilgotności $98 \rightarrow 85\%$ w bezdyskusyjny sposób można było wydzielić dostatecznie szerokie przedziały w przebiegu zmienności funkcji $\Delta m_t = f(\sqrt{t})$ oraz funkcji $\ln(1 - (\Delta m_t)/(\Delta m_{max})) = f(t)$, które charakteryzowały się prostoliniowym przebiegiem, umożliwiającym jednoznaczne wyznaczenie współczynników kierunkowych a_{vt} oraz a_{ln}, a następnie obliczenie na ich podstawie konkretnych wartości współczynników dyfuzji D_m. Skalę rozbieżności między współczynnikami $D_{m}(\sqrt{t})$ oraz $D_{m}(\ln)$, odnoszącą się do poszczególnych próbek betonu klasy 400, obrazuje rysunek 6. Podsumowując uzyskane wyniki, należy zwrócić uwagę na fakt, że w przypadku wszystkich badanych próbek wartości współczynnika dyfuzji wyznaczone metodą typu √t są nieco większe niż wyznaczone metodą logarytmiczną. Zwykle sytuacja wygląda tak, że w fazie początkowej uzyskuje się większe wartości D, w stosunku do fazy zaawansowanej. Oceniając dane zestawione na rysunkach 3 i 4, stwierdzono bardzo dobre dopasowanie przebiegów. W żadnym przypadku wartość parametru R² nie spadła poniżej 0,99. Niemniej dokładna analiza danych zaprezentowanych na rysunku 3 wskazuje na występowanie w początkowym okresie pewnego spłaszczenia w przebiegu zależności $\Delta m_{i} = f(\sqrt{t})$, którą można zaobserwować już od drugiego pomiaru, tj. przy włączeniu danych uzyskanych po 12 h trwania procesu. W przypadku rezygnacji z danych pochodzących z pierwszych 2-3 pomiarów, wartości współczynników kierunkowych byłyby nieco większe, a w efekcie nieco większe byłyby wyznaczane na ich podstawie wartości $D_{m}(\sqrt{t})$.

Różnice między wartościami $D_m(\sqrt{t})$ oraz $D_m(\ln)$ plasują się na akceptowalnym poziomie. Relacje $D_m(\ln)/D_m(\sqrt{t})$ wynoszą

od 1,04 (próbka 400/1) do 1,19 (próbka 400/4). Dowodzi to stosunkowo dobrej dokładności obydwu procedur odniesionych do trudnych pomiarów, prowadzonych przy skrajnie dużym poziomie zawilgocenia higroskopijnego. Różnice między wynikami nieprzekraczające 20% świadczą o możliwości zamiennego stosowania tych procedur obliczeniowych.

Dokonując oceny, należy zwrócić uwagę na jeszcze jeden aspekt wyznaczania współczynnika dyfuzji D_m. Prezentowane w artykule wyniki odnoszą się

refer to the range of the highest humidity of $98 \rightarrow 85\%$ and are at the level of $D_m \approx 2 \cdot 10^{-11}$ [m²/s]. This range is characterized by relatively low values of diffusion coefficients. In the case of aerated concretes, a very significant decrease in the value of D_m, together with humidity, should be taken into account even by several orders of magnitude, because the vapour transport described by this parameter with the increase in humidity definitely loses its importance compared to transport in the liquid phase, which has already been pointed out in the paper [20]. The data collected in the study [16] and obtained using the modified cup method indicate that class 400 aerated concrete had the highest $D_{_{\rm m}}$ value $\approx 1\cdot 10^{\text{-8}}\,[\text{m}^2/\text{s}]$ in tests in the range $\Delta \phi = 30 - 54\%$. It should be noted that the variability of the course of $D_m = f(\phi)$ is often very complex and varies depending on the type of building material, which is discussed in [21].

> Received: 10.06.2024 Revised: 29.07. 2024 Published: 25.11.2024

Literature

[1] EN 12086:2013 Thermal insulating products for building applications – Determination of water vapour transmission properties.

[2] EN ISO 12572:2016 Hygrothermal performance of building materials and products – Determination of water vapour transmission properties – Cup method.
[3] EN 772-15:2000 Methods of test for masonry units – Part 15: Determination of water vapour permeability of autoclaved aerated concrete masonry units.

[4] EN 1015-19:1998 Methods of test for mortar for masonry – Part 19: Determination of water vapour permeability of hardened rendering and plastering mortars.

[5] ASTM E96/E96M-13 Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials.

[6] Apeagyei AK, Grenfell JRA, Airey GD. Evaluation of moisture and diffusion characteristics of asphalt mastics using manual and automated gravimetric sorption techniques. Journal of Materials in Civil Engineering. 2014; https://doi.org/10.1061/%28ASCE%29MT. 1943-5533.0000929.

[7] Arfvidsson J, Cunningham MJ. A transient technique for determining diffusion coefficients in hygroscopic materials. Build. Environ. 2000; https://doi.org/10.1016/S0360-1323 (99) 00018-9.

[8] Baroghel-Bouny V. Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials. Part II: Essential tool for assessment of transport properties and for durability prediction. Cem. Concr. Res. 2007; https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.11.017.

[9] Delgado JMPQ, Ramos NMM, de Freitas VP. Application of hybrid and moment methods to the measurement of moisture diffusion coefficients of building materials. Heat and Mass Transfer 2011; https://doi. org/10.1007/s00231-011-0812-x.

[10] Delgado JMPQ, Ramos NMM, de Freitas VP. Application of different transient sorption methods to evaluate moisture diffusion coefficients of building materials on the hygroscopic range. Journal of Building Physics 2011; https://doi.org/10.1177/1744259111418331. do przedziału największych wilgotności 98 → 85% i plasują na poziomie $D_m \approx 2.10^{-11} \text{ [m^2/s]}$. Przedział ten cechuje się stosunkowo małymi wartościami współczynników dyfuzji. W przypadku betonów komórkowych należy liczyć się z bardzo znaczącym spadkiem wartości D_m wraz z wilgotnością - nawet o kilka rzędów wielkości, gdyż opisany tym parametrem transport pary wraz ze wzrostem wilgotności zdecydowanie traci na znaczeniu względem transportu w fazie ciekłej, na co zwracano uwagę w pracy [20]. Dane zebrane w pracy [16], a pozyskane z wykorzystaniem zmodyfikowanej metody miseczkowej wskazują, że beton komórkowy klasy 400 cechował się największą wartością $D_{\rm m} \approx 1 \cdot 10^{\text{-8}} \; [\text{m}^2/\text{s}]$ w badaniach w przedziale $\Delta \phi = 30 - 54\%$. Należy zaznaczyć, że zmienność przebiegu $D_m = f(\phi)$ jest często bardzo złożona i kształtuje się w zależności od rodzaju danego materiału budowlanego, co omówiono w [21].

> Artykul wpłynął do redakcji: 10.06.2024 r. Otrzymano poprawiony po recenzjach: 29.07. 2024 r. Opublikowano: 25.11.2024 r.

[11] Anderberg A, Wadsö L. Method for simultaneous determination of sorption isotherms and diffusivity of cement-based materials. Cem. Concr. Res. 2008; https://doi.org/10.1016/j. cemconres. 2007.08.023.

[12] Nilsson LO. A comparison between different methods to determine moisture transport properties of cementitious materials. Report TVBM-3168. Lund 2013.
[13] Świrska-Perkowska J. Adsorpcja i ruch wilgoci w porowatych materiałach budowlanych w warunkach izotermicznych. PAN Komitet Inżynierii Lądowej i Wodnej, Warszawa 2012.

 [14] Garbalińska H. Izotermiczne współczynniki transportu wilgoci porowatego materiału budowlanego. Wydawnictwo Politechniki Szczecińskiej. Szczecin 2002.
 [15] Garbalińska H. Desorpcyjne badania nieliniowości dyfuzji wilgoci w za-

kresie higroskopijnym. Monografia: Studia z zakresu inżynierii nr 80. Komitet Inżynierii Lądowej i Wodnej PAN. Warszawa 2013.

[16] Bochenek M. Ocena zmienności parametrów higrotermicznych betonu komórkowego o zróżnicowanej gęstości. Rozprawa doktorska (promotor: prof. H. Garbalińska). Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie. 2016.

[17] ASTM E104-02 Standard practice for maintaining constant relative humidity by means of aqueous solutions. ASTM International 2012.

[18] PN-EN ISO 12571:2013 Cieplno-wilgotnościowe właściwości materiałów i wyrobów budowlanych. Określanie właściwości sorpcyjnych.

[19] Garbalińska H, Bochenek M, Malorny W, von Werder J. Comparative analysis of the dynamic vapor sorption (DVS) technique and the traditional method for sorption isotherms determination – Exemplified at autoclaved aerated concrete samples of four density classes, Cem. Concr. Res. 2017; https://doi. org/10.1016/j. cemconres. 2016.11.001

[20] Andersson ACh. Verification of calculation methods for moisture transport in porous building materials. SCBR (Document Swedish Council for Building Research D6). Stockholm 1985.

[21] Hedenblad G. Determination of moisture permeability in concrete under high moisture conditions. Nordic Concrete Research 1988 No. 7 105–116.