

# Optische Abbildung von C-S-H-Phasen im nm-Bereich mittels Cryotransfer- FE-Rasterelektronenmikroskopie

J.Göske<sup>1</sup>, M.Fylak<sup>1</sup>, W.Kachler<sup>1</sup>, R.Wenda<sup>2</sup>, H.Pöllmann<sup>3</sup>, H.Pankau<sup>4</sup>  
juergen.goeske@werkstoffanalytik.de, www.werkstoffanalytik.de

<sup>1</sup>Zentrum für Werkstoffanalytik Lauf GmbH, 91207 Lauf a.d. Pegnitz,

<sup>2</sup>Fachhochschule Nürnberg, FB Werkstofftechnik, 90489 Nürnberg

<sup>3</sup>Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Mineralogie, 06108 Halle (Saale)

<sup>4</sup>GATAN GmbH, 80807 München

## Zusammenfassung

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) wird immer häufiger zur Erforschung von Zementen und anderen Baustoffen eingesetzt<sup>[1,2,3,4]</sup> und kann mittlerweile als Standardverfahren angesehen werden. Ein wesentliches Interesse besteht unter anderem darin, Untersuchungen des Zementleims *in situ* bereits ab der ersten Minute der Hydratation in sogenannten „Zeitschnitten“ durchzuführen<sup>[3,4]</sup>. In der vorliegenden Arbeit soll der Einsatz eines Cryotransfersystems in Verbindung mit einem hochauflösenden REM bei der Untersuchung der C-S-H-Phasenbildung in einem handelsüblichen Zement im Abbindezeitraum bis zu 6 Stunden aufgezeigt werden.

## Einleitung

Calciumsilikathydrate („C-S-H-Phasen“) sind ein primäres Produkt der Zementhydratation und u.a. verantwortlich für die Endfestigkeit von Portlandzement. Die Kristallitgrößen der mikrokristallinen bis gelartigen C-S-H-Phasen betragen meist weniger als 1µm; der Wassergehalt hängt sehr stark von den Umgebungsbedingungen ab. Aus diesem Grund geht das chemisch und physikalisch gebundene Wasser der Proben schnell verloren, wenn diese in das Hochvakuum eines REM eingebracht werden<sup>[3,4]</sup>. Bei diesen Entwässerungsvorgängen werden in den meisten Fällen die Proben massiv geschädigt; dies führt bei einer herkömmlichen Präparation fast immer zu einer Artefaktbildung. Rasterelektronenmikroskope, die bei höheren Kammerdrucken arbeiten (VP, ESEM etc.), können zwar die hydratisierten Phasen stabilisieren, sind aber nur in der Lage, die Probenoberfläche abzubilden.

Durch die Verwendung eines hochauflösenden FE-REMS in Verbindung mit der Cryotransfertechnik dagegen werden durch vorheriges Schockgefrieren diese Dehydratationsvorgänge und ihre Folgen umgangen. Mittels Gefrierbruch und/oder Gefrierätzung werden die internen Strukturen und die Oberflächenstrukturen der gefrorenen Proben sichtbar.

## Untersuchungsobjekte

Als Objekt der Untersuchung wurde ein handelsübliches zementäres System herangezogen. Die Abbindezeit mit dest. Wasser (W/F-Wert = 0,5 bei RT) wurde nach ca. 6 Stunden durch Schockgefrieren in unterkühltem N<sub>2</sub> gestoppt und in einem FE-REM unter Hochvakuum untersucht. Zum Vergleich wurde eine Probe unter gleichen Rahmenbedingungen unter normalen REM-Bedingungen optisch analysiert.

## Ergebnisse

Abbildung 1 zeigt dehydratisierte und teils zerstörte CSH-Phasen im Hochvakuum des FE-REM (ohne Cryotransfertechnik). Abbildung 2 zeigt voll hydratisierte CSH-Phasen mit Strukturen, die auch detailliert im nm-Bereich untersucht werden können.

Diese optischen Untersuchungen unter Verwendung eines hochauflösenden FE-REM zeigen eindrucksvoll, dass selbst nach Hydratationszeiten von 6 Stunden eine Probenpräparation mittels Cryotransfer bei CSH-Phasen zwingend nötig ist.

## Literatur

/1/ J. Göske et. al.:

ICAM ISBN 90-5809-163-5, (2000), 779-782

/2/ J. Göske et. al.:

CAC ISBN 1-86125-142-4, (2001), 189-196

/3/ H. Pöllmann et. al.:

ICMA, (2000), 310-331

/4/ J. Göske et. al.:

GDCH BAU ISBN 3-936028-21-4, (2003), 160-162

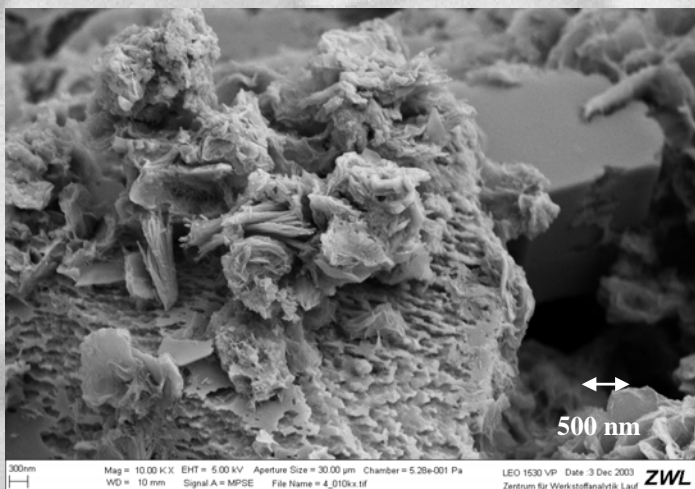


Abbildung 1: FE-REM-Aufnahme eines PZ (CEM I 32,5), normale Präparation  
Reaktionszeit 6 h (W/F-Wert = 0,5, RT)

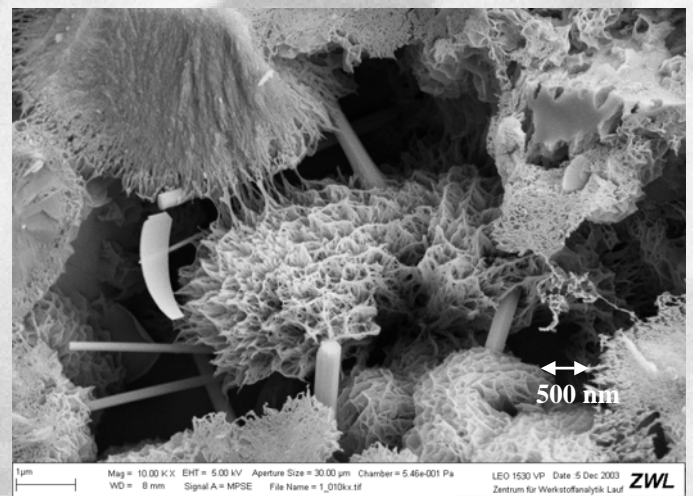


Abbildung 2: FE-REM-Aufnahme eines PZ (CEM I 32,5), Cryotransfer-Präparation,  
Reaktionszeit 6 h (W/F-Wert = 0,5, RT)