

Microscopisch onderzoek van bouwmaterialen:

Microstructuur van gasbeton*

Microstructure of cellular concrete

B. J. SPIT

Technisch Fysische Dienst TNO-TH

Samenvatting

Inzicht in de poreuze structuur van bouwmaterialen is o.a. belangrijk in verband met het vochttransport, de breukeigenschappen en vorstbestendigheid van deze materialen. Behalve door fysische metingen kan ook inzicht worden verkregen door microscopisch onderzoek.

In een onderzoek aan gasbeton is met behulp van elektronenmicroscopische beelden van dunne coupes aangetoond, dat poriën van 5 - 50 nm bestaan. Met behulp van het rasterelektronenmicroscop zijn beelden verkregen die laten zien hoe kristalplaatjes buisjes vormen van 1 micron en kleiner.

Summary

This article comprises the preliminary results obtained through electron microscopic and scanning electron microscopic investigation of cellular concrete.

The electron micrographs represent pictures of thin sections through the material between the grains of sand. Pores from 5 - 50 nm could be recognized. Scanning electron micrographs show the building up of tubes by crystal-plates. These tubes have diameters from 1 micron and smaller.

Inleiding

Bij de toepassing van poreuze bouwmaterialen is met het oog op de vorstbestendigheid het vochttransport in deze materialen van grote betekenis. Dit vochttransport kan zowel in de vorm van water als in de vorm van waterdamp plaatsvinden. Beide vormen van transport spelen zich af in het poreuze systeem waaruit het materiaal is opgebouwd. Kennis over dit systeem wordt veelal verkregen door meting van parallel lopende groottheden, zoals wateropname, de waterdoorlating en de verdelingscurve van capillair-diameters.

De mogelijkheid is niet uitgesloten dat, op grond van fysische metingen, voorstellingen betreffende de structuur van een materiaal ontstaan, die niet in overeenstemming zijn met de werkelijkheid, b.v. dat men met een min of meer regelmatig buizensysteem in de vorm van capillairen met variërende diameters te doen zou hebben. Op grond van metingen worden capillair-diameters gepostuleerd van enkele millimicrons, zonder dat men zich realiseert

dat deze in de orde van grootte van moleculen komen te liggen.

Hierdoor rijst de vraag hoe men zich de wand van dergelijke poriën of capillairen moet voorstellen. Intussen is niet alleen het aantal capillairen van een bepaalde grootte van betekenis, maar ook de configuratie van het systeem van grote en kleine poriën. Immers, de nauwe capillairen zullen door hun grotere zuigspanning steeds water uit grotere poriën zuigen.

Voor het vorstbestendig maken van beton worden kunstmatige, bolvormige poriën ingebouwd. Deze relatief grote poriën van tien micron tot enkele honderden microns hebben de functie van uitwijkruimten, waardoor bij bevriezen van capillair water wordt voorkomen dat de druk te hoog wordt [1]. Ook hier is de configuratie van betekenis.

In dit kader heeft, naast andere methoden van onderzoek, het microscopisch onderzoek zijn plaats. Het doet de werkelijkheid niet te veel uit het oog verliezen. Daar het veelal om poriën van zeer kleine afmetingen gaat, zijn de elektronenmicroscop en de recent ter beschikking gekomen rasterelektronenmicroscop voor dit onderzoek de

* Onder de titel „Microstructuur van gasbeton”, enigszins gewijzigd, verschenen in *Klei en Keramiek* 20 (1970) p. 331

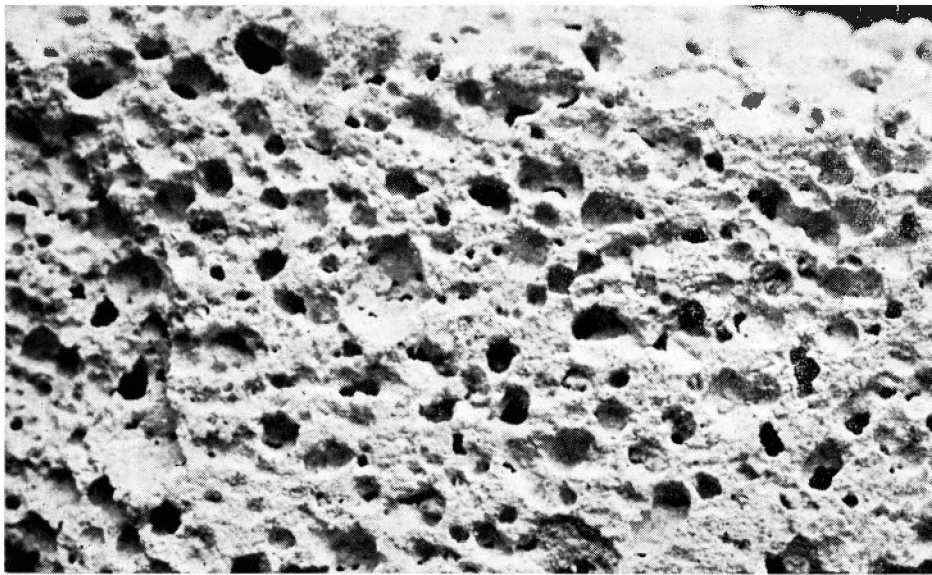


Fig. 1. Met scheve belichting gemaakte opname van gasbeton. Vergroting 6,5.

aangewezen instrumenten. De beide microscopen hebben een scheidend vermogen van respectievelijk 1 nm (10 Å) en 20 nm (200 Å); speciaal de raster-elektronenmicroscopie biedt het voordeel dat grote en ruwe oppervlakken kunnen worden bestudeerd, waarbij ook zonder stereo-opnamen te maken een zeer plastisch beeld wordt verkregen. Voor een uitvoerig overzicht van de mogelijkheden van dit apparaat zij hier verwezen naar het recente artikel van Isings en medewerkers [2].

Als voorbeeld van microscopisch onderzoek aan een poreus bouw materiaal geven wij u enkele re-

sultaten, verkregen uit een onderzoek naar de microstructuur van gasbeton.

Materiaal en methode

Het door ons microscopisch bekeken gasbeton had een uitgangssamenstelling van ongeveer 70% zand, 20% ongebluste kalk en 10% portlandcement. Na mengen van deze ingrediënten met aluminiumpoeder en toevoegen van water ontstaat er een brij, waaruit gasbellen opstijgen. Door chemische reacties wordt water onttrokken en stijft de brij op,



Fig. 2. Ultra dunne coupe door gasbeton. K zijn kanalen ter grootte van een micron begrensd door naalden en fijn korrelig materiaal.

waarbij gasbellen blijven ingesloten. Volledige harding heeft plaats met stoom in een autoclaaf. De gasbellen vormen de met het blote oog zichtbare grote gaten. Fig. 1 geeft daarvan een beeld bij loepvergroting. Door de scheve belichting is de bolvorm van deze gaten goed te zien.

Voor elektronenmicroscopisch onderzoek kunnen in principe twee wegen worden bewandeld, namelijk het bestuderen van replica's of van dunne doorsnijdingen. Gezien het sterk poreuze karakter van het materiaal is in beide gevallen opvullen van de poriën met een kunsthars (inbedden) noodzakelijk. Voor replica's werd ingebed materiaal geslepen, gepolijst en aangeëtst om de versmeringslaag, ontstaan bij het polijsten, te verwijderen. Na diverse experimenten werd van deze techniek afgestapt daar het niet mogelijk bleek het fijne polijstpoeder te verwijderen uit de fijne poriën, die met name aan de omtrek van zandkorrels voorkomen.

Wel bleek het mogelijk dunne coupes te vervaardigen van ingebed materiaal, waarbij er wel voor moet worden gezorgd dat in het aan te snijden vlak geen zandkorrels voorkomen. Voor het snijden is een diamantmes gebruikt, waarmee coupes van circa 70 nm (700 Å) dikte konden worden verkregen. Bij de rasterelektronenmicroscopie wordt een beeld verkregen van het oppervlak. Daar de elektronenbundel het oppervlak aftast moet dit oppervlak geleidend zijn. Dit wordt verkregen door b.v. een dun laagje goud op te dampen en dit langs de zijkanalen met zilverbasta elektrisch geleidend te verbinden met het tafeltje waarop het preparaat is gelijmd. Uiteraard levert het moeilijkheden op om deze goudlaag dun en toch gesloten te krijgen op een zó sterk poreus materiaal als gasbeton.

Gasbeton

Uit röntgendiffractieopnamen van het onderzochte materiaal is bekend dat het als kristallijne bestanddelen bevat:

het zand als α -kwarts, calciumhydrosilicaat in de vorm van het z.g. 11 Å-tobermoriet en calciumcarbonaat in de vorm van calcië. De tobermorietfase ontstaat bij het hydrateren van portlandcement, maar ook in de autoclaafperiode. Hier vindt een reactie plaats tussen de zandkorrels en het calciumhydroxide. Dit laatste tobermoriet komt dus aan de buitenkant van de zandkorrels voor. Uiteraard kunnen ook andere calciumhydrosilicaten dan tobermoriet worden gevormd. Als kristallijne bestanddelen waren deze in ons materiaal niet aanwezig.

De coupes die voor het elektronenmicroscopisch onderzoek zijn gebruikt representeren materiaal tussen de zandkorrels. Dientengevolge kunnen wij in deze beelden tobermoriet, calcië en andere hydraten uit het portlandcement verwachten.

Het calcië zal voornamelijk zijn gevormd uit calciumhydroxide en kooldioxide uit de lucht.

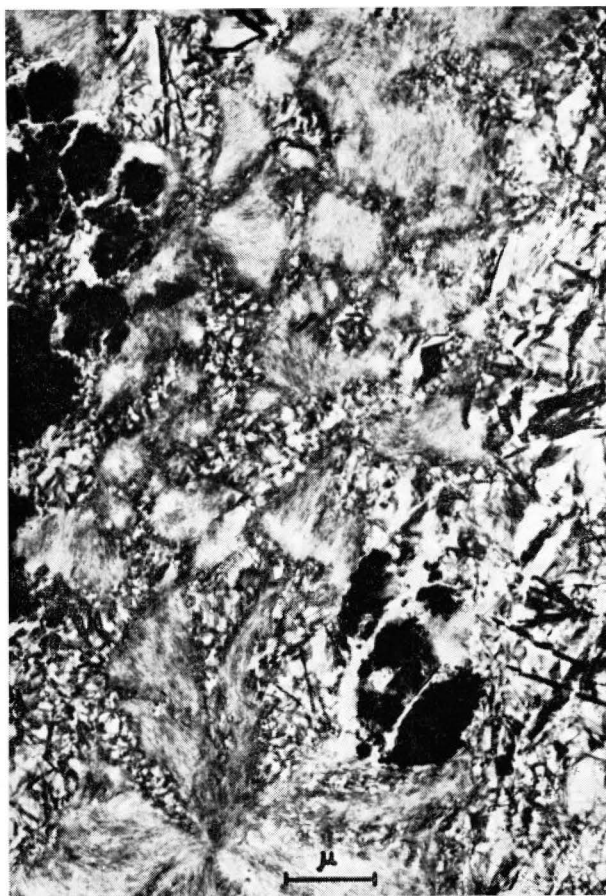


Fig. 3. Ultradunne coupe door gasbeton. Midden onder een sferoliet van zeer fijn materiaal.

Fig. 2 laat zien dat er kanalen bestaan in de grootte-orde van één micron, aangegeven met de letter K. Deze kanalen worden begrensd door zeer fijne korreltjes en grovere naalden.

Uit elektronenmicroscopische onderzoeken van Schimmel, van Grothe en anderen [3, 4, 5] aan de hydratatie van portlandcement blijkt dat tobermoriet bestaat uit lintvormige kristallen. De kristallisatie is vaak slecht. Gezien de overeenkomst van deze naalden met de literatuurbeelden nemen wij aan dat dit doorsnijdingen van tobermoriet linten of plaatjes zijn.

Rechts boven in figuur 2 is een gebied van zeer dicht gepakt fijn materiaal dat veelvuldig in al onze beelden voorkomt. Op een aantal foto's blijkt dit materiaal duidelijk in sferolietvorm aanwezig te zijn (fig. 3). Sferolieten zijn bolvormige kristalaggregaten zoals die o.a. bij nylon en polyetheen maar ook in de mineralogie bekend zijn. Vanuit een kern waaieren kristallieten uit.

Reeds in 1939 werden door Radczewski, Müller en Eitel [6] in ingedroogd kalkwater en in gehydrateerd portlandcement sferolieten gevonden, waarvan Schimmel [7] in 1957 aantoonde dat deze uit calciumcarbonaat bestaan. Op grond hiervan nemen wij aan dat deze gebieden van fijn dichtgepakt materiaal het ook röntgenografisch gevonden calcië representeren. Het geheel wordt dikwijls

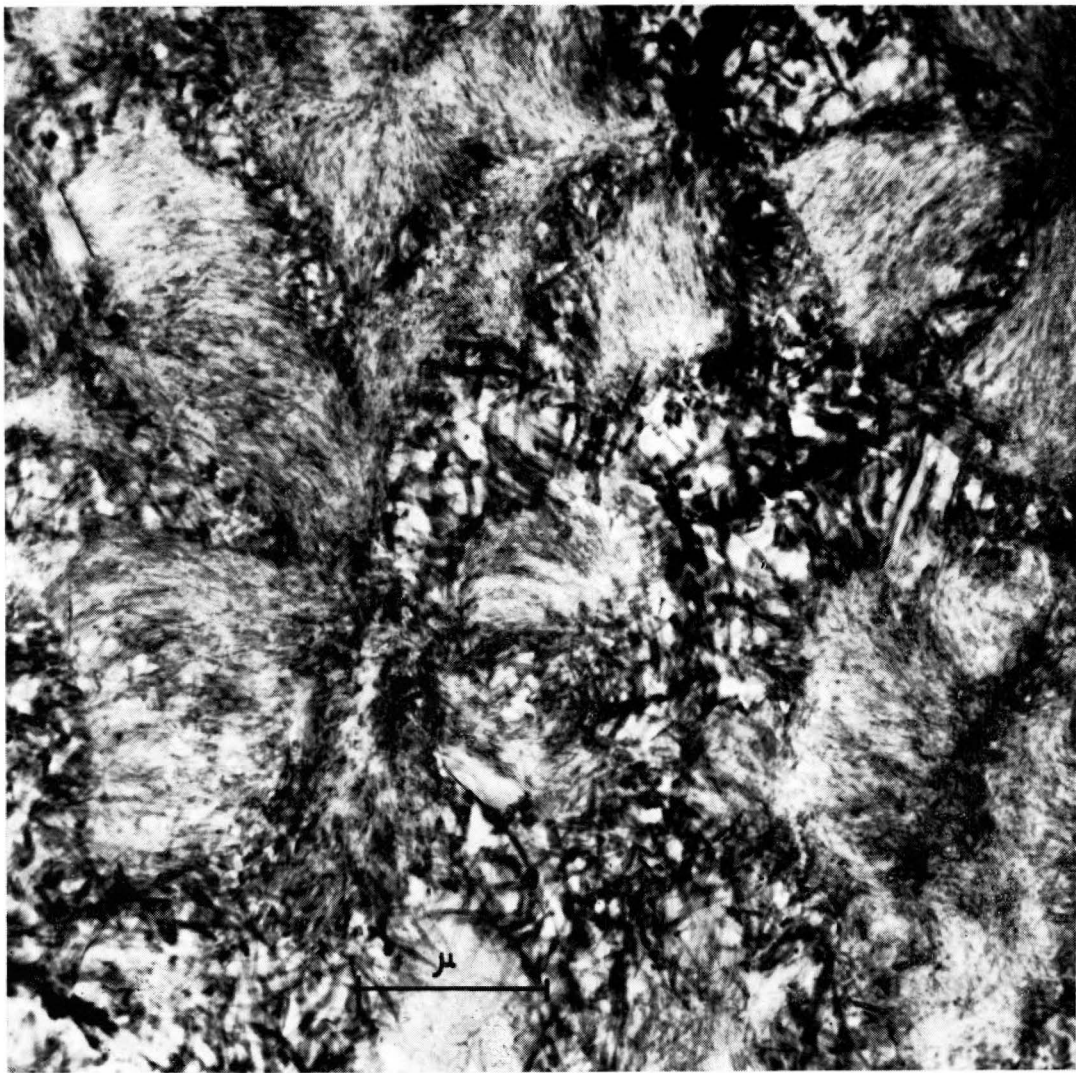


Fig. 4. Ultradunne coupe door gasbeton. Sferolieten van fijn calcietmateriaal doorsneden met tobermorietskristallen.

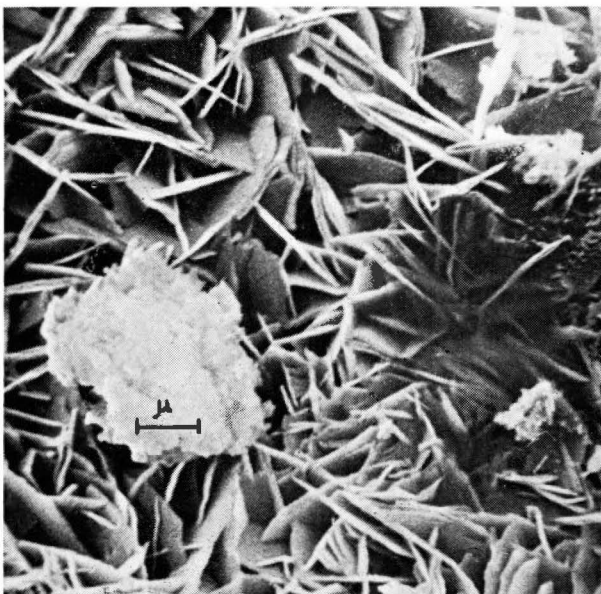


Fig. 5. Rasterelektronenmicroscopische opname van tobermorietskristallen in gasbeton.

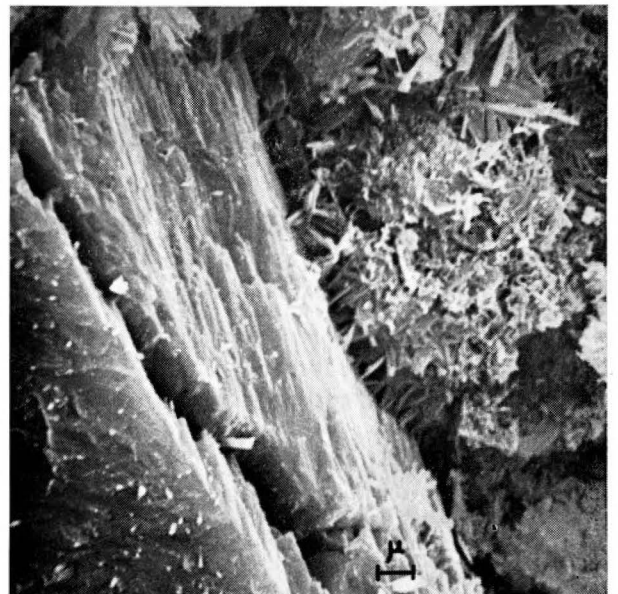


Fig. 6. Rasterelektronenmicroscopische opname van een zandkorrel (links) met aangrenzende tobermorietskristallen.

doorsneden door zone's, opgebouwd uit de genoemde grovere tobermorietaalden. Fig. 4 geeft een en ander nog eens duidelijk weer, waarbij we er op wijzen dat de sferolietvorm het duidelijkst naar voren komt als de doorsnijding door de kern loopt. Dit laatste is een toevalstreffer. Uit deze beelden is het duidelijk dat tussen de naalden ruimten van 5-50 nm aanwezig zijn.

De grotere zwarte gebieden die in fig. 3 voorkomen, konden nog niet worden geïdentificeerd. Dit kunnen calcium-aluminium-ijzerhydraten zijn, die bij uitgeharde cement bekend zijn.

Voorts merken wij nog op dat het beeld van plaats tot plaats sterk wisselt. Aan de rand van de grote gaten komen veel sterker uitgegroeide naalden, tot platen toe, voor. Ook dit is tobermorietaal dat, doordat er meer ruimte was, tot grotere kristallen kon uitgroeien.

Vanuit coupe-foto's is het moeilijk zich een ruimtelijk beeld te vormen van het samenvakken van al deze naalden en plaatjes. De rasterlektronenmicroscopie levert hier een welkome aanvulling. Figuur 5 geeft een ruimtelijk beeld van fors uitgegroeide kristalplaten. Duidelijk blijkt hieruit hoe op elkaar stotende kristallen ruimten insluiten die als capillairen kunnen worden opgevat.

Van bijzonder belang is het te weten wat aan het oppervlak van de zandkorrels plaatsvindt. Schimmel is van mening dat tobermorietaalkristallen loodrecht op het oppervlak van de zandkorrel groeien. Figuur 6 schijnt dit in stereo gezien (maar hier enkel weergegeven) te bevestigen. Voor een definitieve beslissing zijn echter veel meer beelden nodig.

Slotopmerking

Van de coupes kunnen in de elektronenmicroscopie

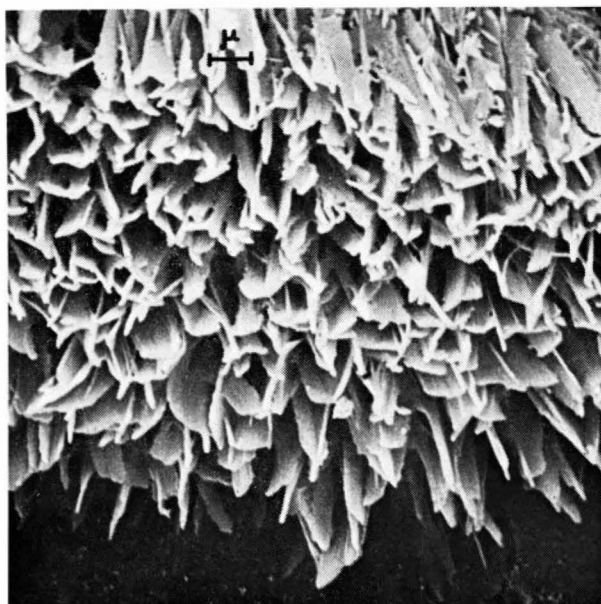


Fig. 7. Rasterlektronenmicroscopische opname van calciumsilicaathydraatkristallen in kalkzandsteen.

ook elektronendiffractieopnamen worden gemaakt, voor een nadere identificatie van het materiaal. Hierbij treden een aantal moeilijkheden op, waar we, gezien het specialistische karakter van een en ander, hier niet op in willen gaan. Een aan gasbeton verwant materiaal is de kalkzandsteen. Deze wordt ook hydrothermisch vervaardigd maar heeft een eenvoudiger samenstelling. De uitgangsubstanties zijn hier alleen zand en kalk. Figuur 7 laat in kalkzandsteen soortgelijke structuren zien als die in gasbeton. Duidelijk vormen de kristalplaten een buisvormig systeem met diameters van circa 1 micron.

Literatuur

1. Romer, B.: Strassen- und Tiefbau, Heft 5, 1969
2. Isings, J., Burgh, v. d. N. en Hooftman, R. N. TNO-nieuws, 25 (1970) 3
3. Schimmel, G., Physikalische Blätter 16 (1960) p. 214
4. Grothe, H. und Schimmel, G., Proc. Eur. Reg. Conf. on Electron Microscopy Delft 1960 Vol 1 p. 527
5. Schwiete, H. E. und Niël, E., Zement - Kalk - Gips 19 (1966) p. 402
6. Radczewski, O. E., Müller, H. O. und W. Eitel, Zement 28 (1939) p. 693
7. Schimmel, G., Zement - Kalk - Gips 10 (1957) p. 134