

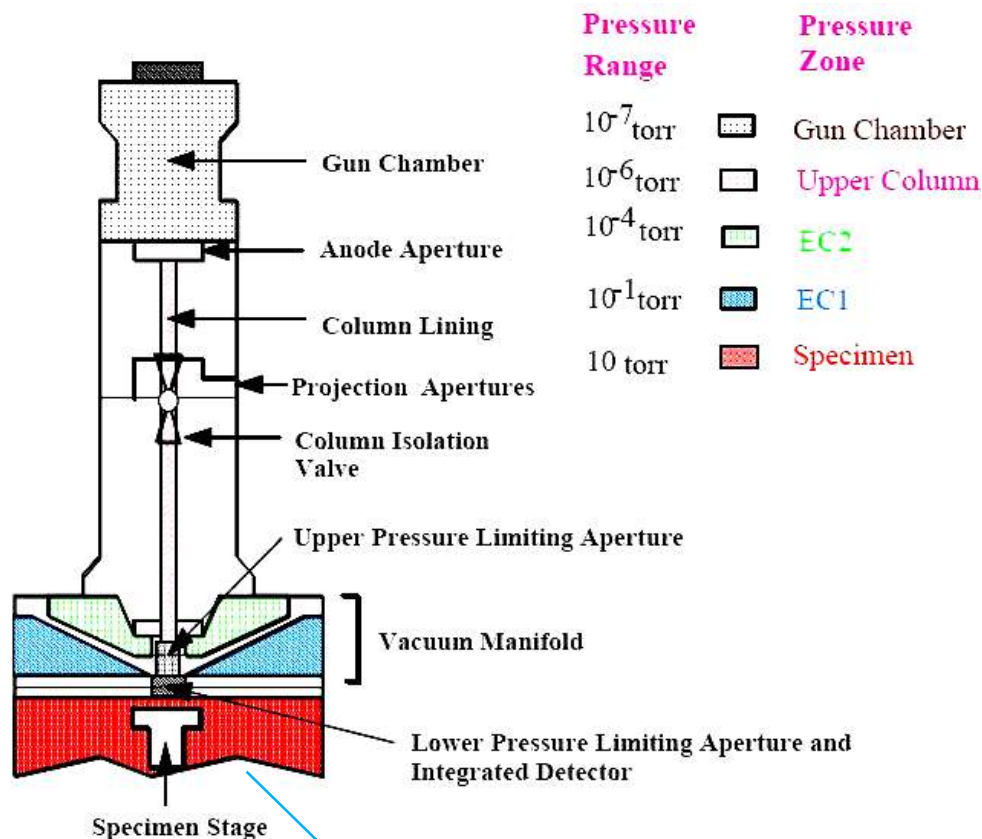


## Hidratação do Cimento Portland

### Microscopia Eletrônica Ambiental

- Com a recém criada microscopia ESEM ( Environmental Scanning Electron Microscopy ) analisa-se a microestrutura do concreto ou do cimento hidratado sem fazer vácuo na câmara do microscópio e sem necessidade de secar a amostra.
- Pode-se com isso acompanhar a hidratação das amostras de cimento, observando a formação da microestrutura ao longo do tempo.
- Não são criadas fissuras nas amostras pela secagem e nem é destruída a microestrutura do material da amostra.
- Também não é necessário cobrir a amostra com um material condutor (ouro ou carbono ), como é feito na atual microscopia eletrônica a vácuo, o que piora a qualidade das imagens.
- A micrografias ficam mais fiéis à real microestrutura do material cimentício hidratado.
- A seguir um esquema do microscópio eletrônico ambiental, segundo a University of Cambridge.

<http://www.phy.cam.ac.uk/research/bss/esem.php>



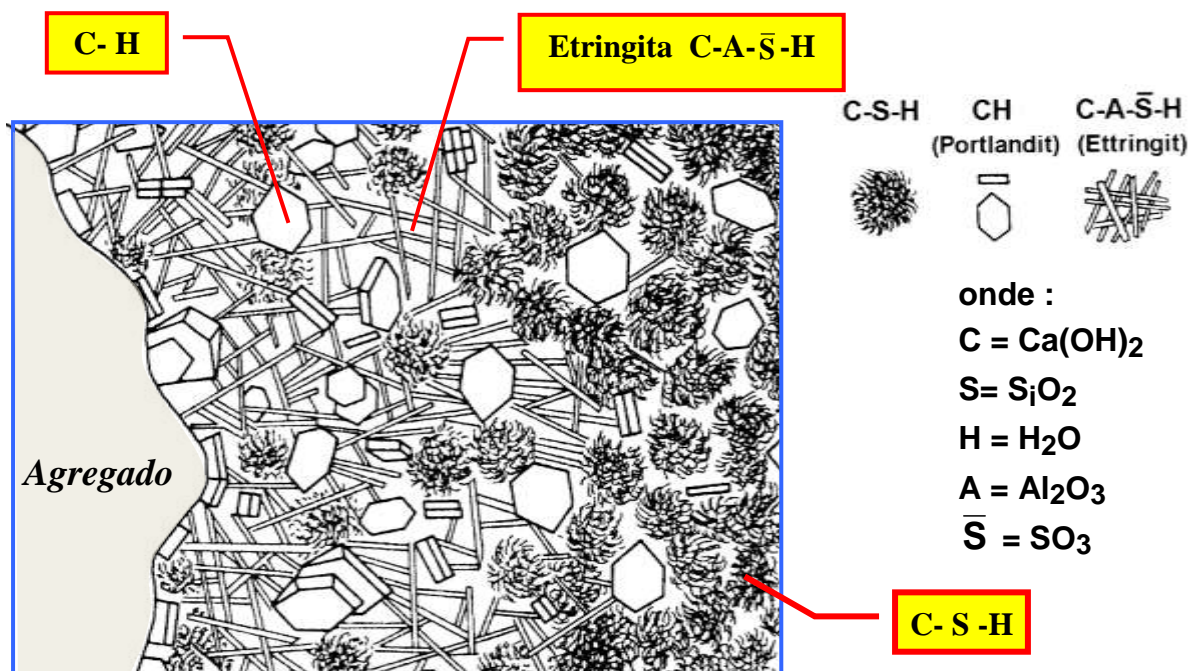
*O ambiente da amostra não é com vácuo*



Jochen Stark & Bernd Wicht

**Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk** ( *Materiais de Construção – Cimento e Cal* )  
**Finger Institut für Baustoffkunde der Bauhaus** ( *Instituto Finger de Materiais de Construção* )  
**Universität Weimar** - Publisher: Birkhäuser Basel -2000  
<http://www.uni-weimar.de/cms/index.php?id=20673>

## Hidratação do Cimento Portland



Agregado      Zona de transição      Matriz cimentícia

- **Representação Esquemática da Microestrutura da Zona de Transição entre o Agregado e a Pasta Endurecida de Cimento** ( segundo Mehta & Monteiro )
- Com a microscopia ESEM ( Environmental Scanning Electron Microscopy ) pode-se analisar a microestrutura do concreto sem fazer vácuo na câmara do microscópio e sem necessidade de cobrir a amostra com um material condutor ( ouro ou carbono ) .
- Pode-se acompanhar a hidratação do cimento da amostra, observando a formação da microestrutura ao longo do tempo.
- Pode-se identificar nas micrografias eletrônicas os compostos C-S-H, os CH, e as etringitas C-A-S-H ( ou  $\text{C}_3\text{A}\cdot 3\bar{\text{C}}\bar{\text{S}}\cdot \text{H}_{32}$  ), como veremos nas imagens adiante.
- As micrografias estão no livro de Jochen Stark & Bernd Wicht  
**Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk** ( *Materiais de Construção – Cimento e Cal* )  
**Finger Institut für Baustoffkunde der Bauhaus** ( *Instituto Finger de Materiais de Construção* )



Jochen Stark & Bernd Wicht

Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk ( *Materiais de Construção – Cimento e Cal*)  
Finger Institut für Baustoffkunde der Bauhaus ( *Instituto Finger de Materiais de Construção*)  
Universität Weimar - Publisher: Birkhäuser Basel -2000

## Hidratação do Cimento Portland

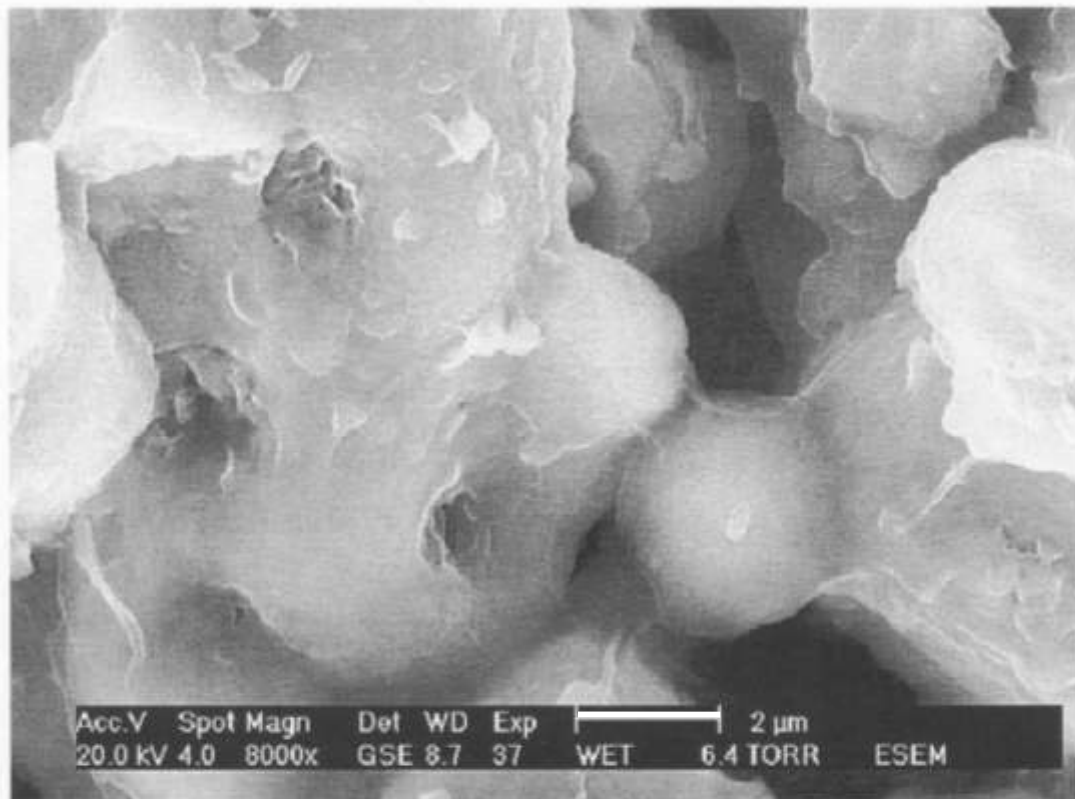


Abb. 2.9.3a:  $C_3S$ , 5 min hydratisiert: Ausbildung einer gelförmigen 20–30 nm dicken Reaktionsschicht um die Partikeln (ESEM-Aufnahme)

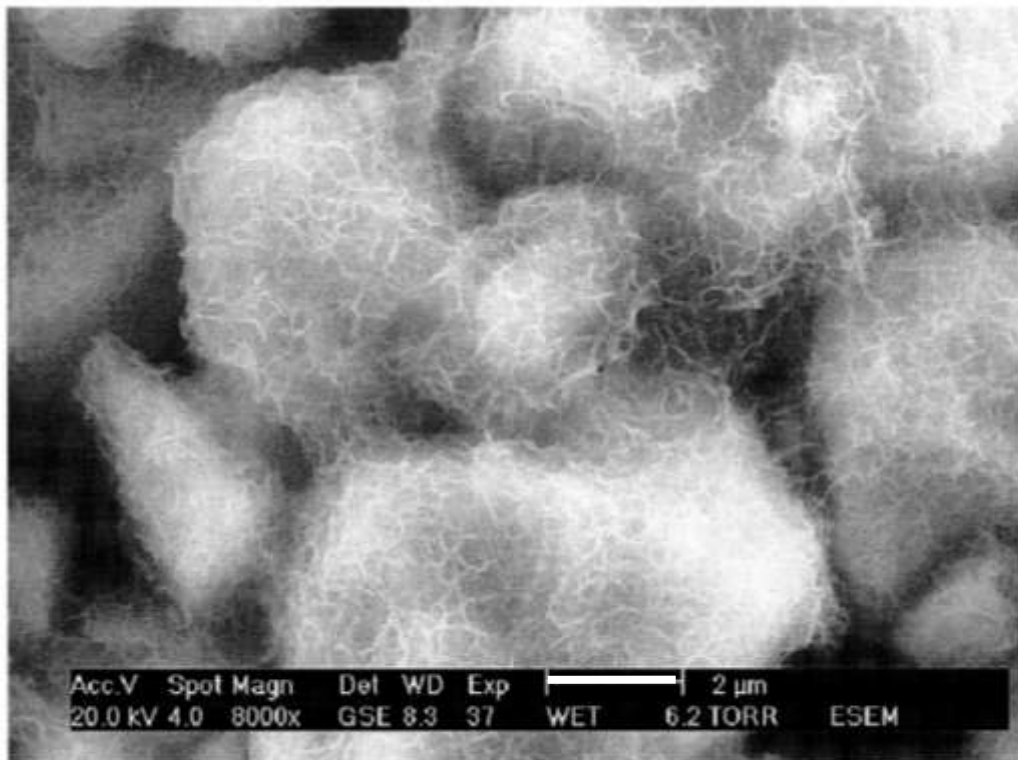
### 5 minutos

- $C_3S$  hidratado, 5 minutos após o início da hidratação.
- Formação de uma camada em forma de gel ao redor das partículas de  $C_3S$ .
- Camada com espessura de 20-30nm
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- Largura do campo =  $15\mu m$  ( Obs: uma folha de papel =  $100\mu m$  )



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



**Abb. 2.9.3b:** C<sub>3</sub>S, 140 min hydratisiert: Ausbildung einer voluminösen (große spezifische Oberfläche), waben- bis schwammartigen Struktur aus ca. 20 nm dicken C-S-H-Folien

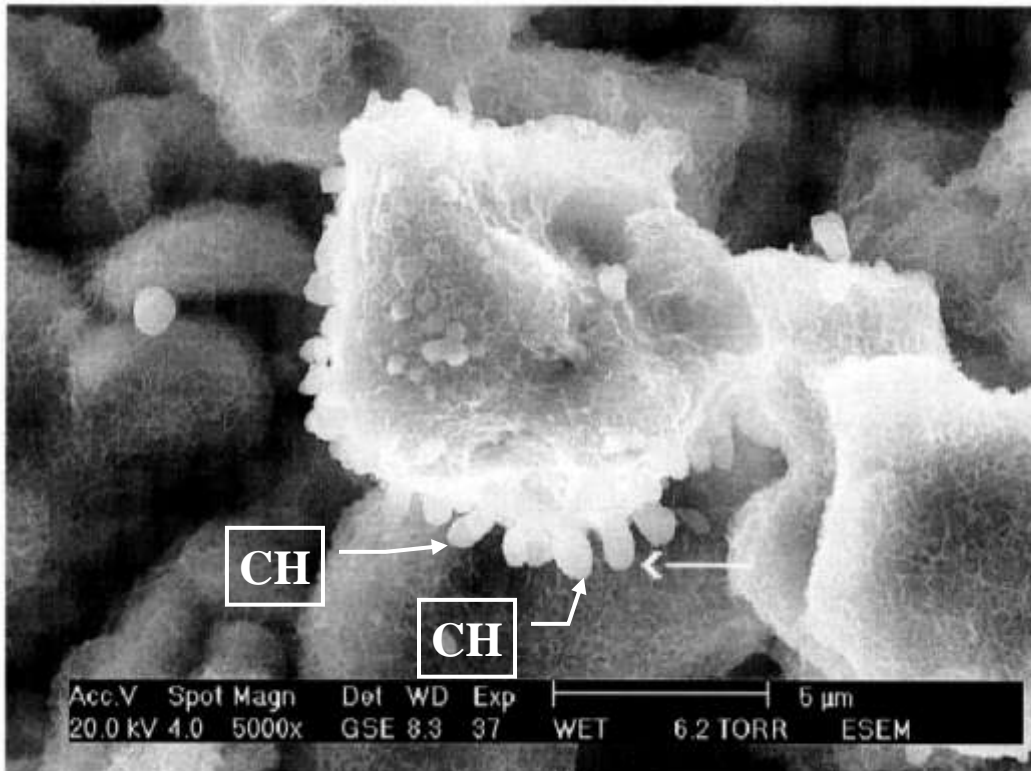
### 140 minutos

- C<sub>3</sub>S hidratado, 140 minutos após o início da hidratação.
- Formação de uma volumosa estrutura de C-S-H, em forma de favos e de esponjas ao redor das partículas de C<sub>3</sub>S. ( com grande superfície específica )
- Camada de C-S-H com espessura de 20-30nm
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- Largura do campo = 16µm ( Obs: uma folha de papel =100 µm )



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



**Abb. 2.9.3c:**  $C_3S$ , 140 min hydratisiert: innerhalb der C-S-H-Wabenstruktur ist eine tropfenförmige heterogene CH-Keimbildung zu beobachten

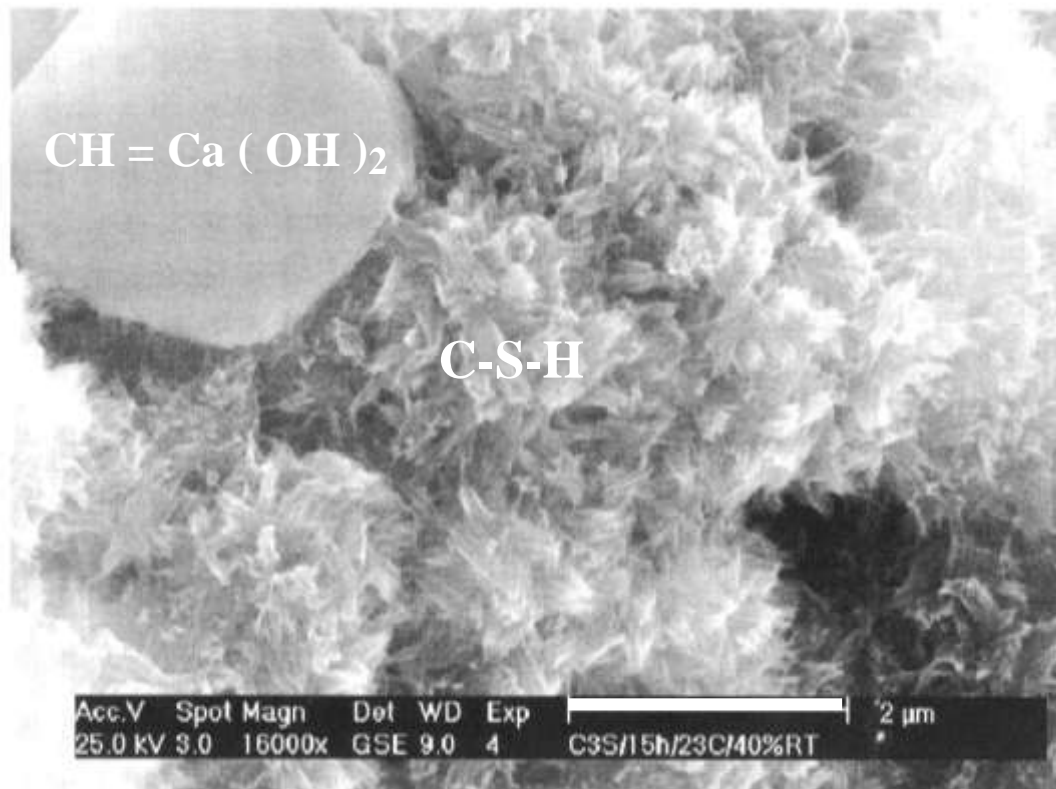
### 140 minutos

- $C_3S$  hidratado, 140 minutos após o início da hidratação.
- Dentro da estrutura em favos de C-S-H observa-se uma formação heterogênea em forma de gotas de CH (marcadas, na figura, com setas).
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- Largura do campo =  $25\mu m$  (Obs: uma folha de papel =  $100\mu m$ )
- C-S-H: C = CaO ; S =  $SiO_2$  ; H =  $H_2O$  ; C-H =  $Ca(OH)_2$



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



**Abb. 2.9.3d:** C<sub>3</sub>S, 15 h hydratisiert: Ausbildung von stumpfnadeligen C-S-H-Phasen (Durchmesser um 50 nm, Länge bis 300 nm) und plattigen bis 2 μm großen CH-Kristallen

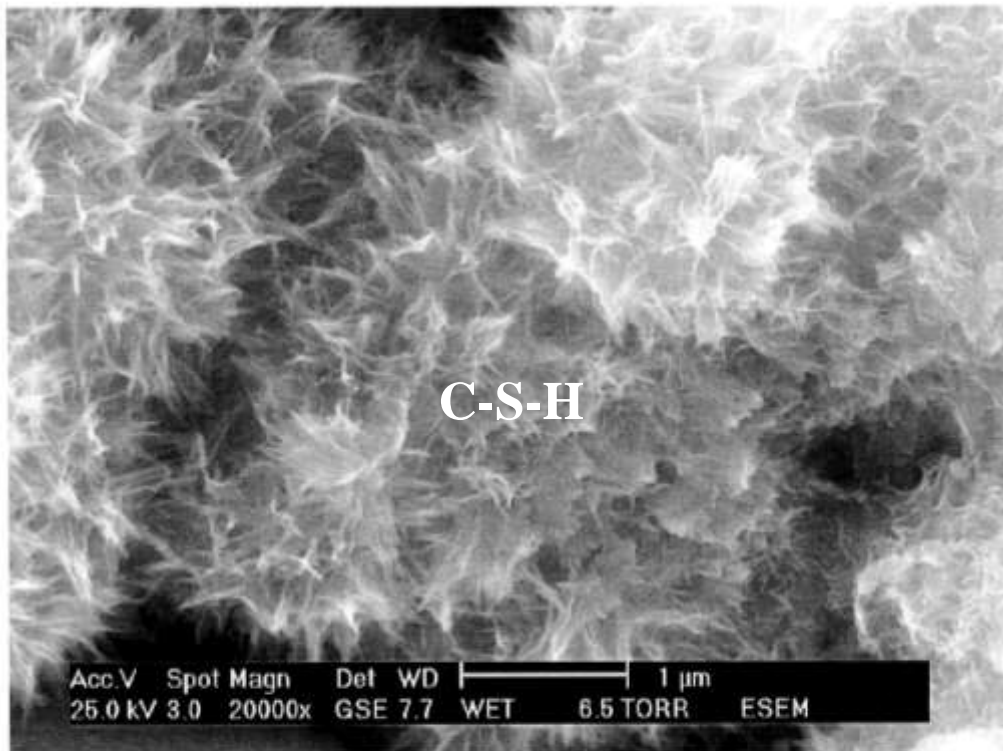
### 15 horas

- C<sub>3</sub>S hidratado, 15 horas após o início da hidratação.
- Formação de fases de C-S-H em forma de agulhas rombudas ( diâmetro em torno de 50nm , comprimentos até 300nm )
- Formação de cristais de CH em forma de placas com até 2 μm.
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- Largura do campo = 8μm ( Obs: uma folha de papel =100 μm )
- C-S-H: C= CaO ; S= SiO<sub>2</sub> ; H= H<sub>2</sub>O ; CH = Ca (OH)<sub>2</sub>



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



**Abb. 2.9.3e:**  $C_3S$ , 7 d hydratisiert: Übergang vom stumpf- zum spitznadeligen Habitus der C-S-H-Phasen und Längenwachstum bis 600 nm

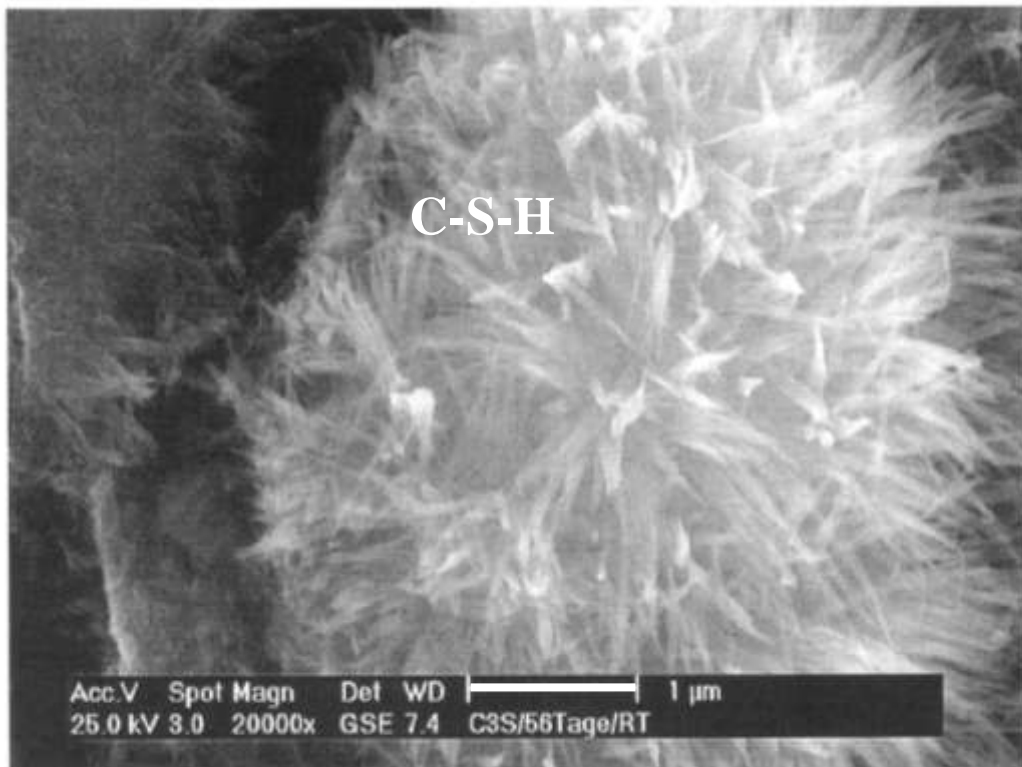
### 7 dias

- $C_3S$  hidratado, 7 dias após o início da hidratação.
- Transformação da forma das agulhas rombudas das fases de C-S-H em agulhas pontiagudas .
- Crescimento dos comprimentos até 600nm
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- Largura do campo =  $8\mu m$  ( Obs: uma folha de papel =  $100\mu m$  )
- C-S-H: C= CaO ; S=  $SiO_2$  ; H=  $H_2O$  ; CH =  $Ca(OH)_2$



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



**Abb. 2.9.3f:** C<sub>3</sub>S, 56 d hydratisiert: der Hydratationsfortschritt zeigt sich hauptsächlich im eindimensionalen Wachstum der C-S-H-Phasen, die jetzt eine Länge von bis zu 1,2 μm besitzen

### 56 dias

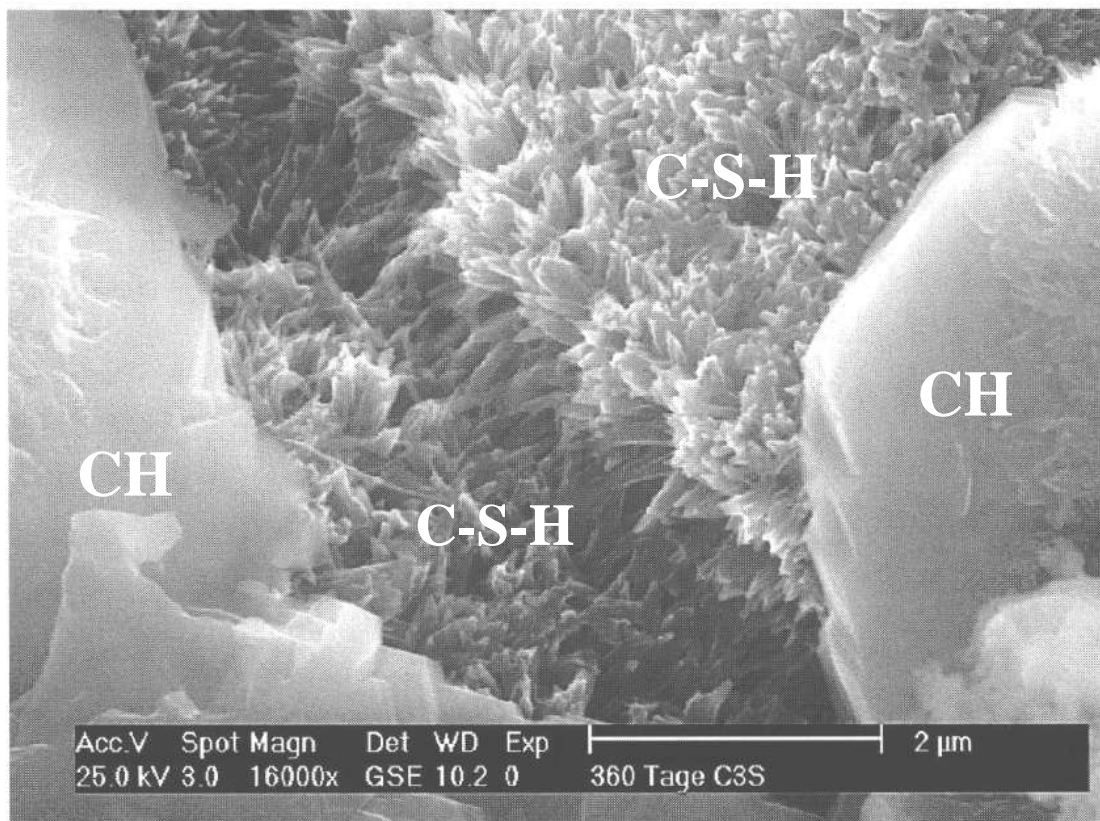
- C<sub>3</sub>S hidratado, 56 dias após o início da hidratação.
- O progresso na hidratação é evidenciado pelo crescimento unidimensional das fases de C-S-H .
- O comprimento das agulhas atinge até 1200nm = 1,2 μm
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- Largura do campo = 8μm ( Obs: uma folha de papel =100 μm )
- C-S-H : C= CaO ; S= SiO<sub>2</sub> ; H= H<sub>2</sub>O ; CH = Ca (OH)<sub>2</sub>





*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



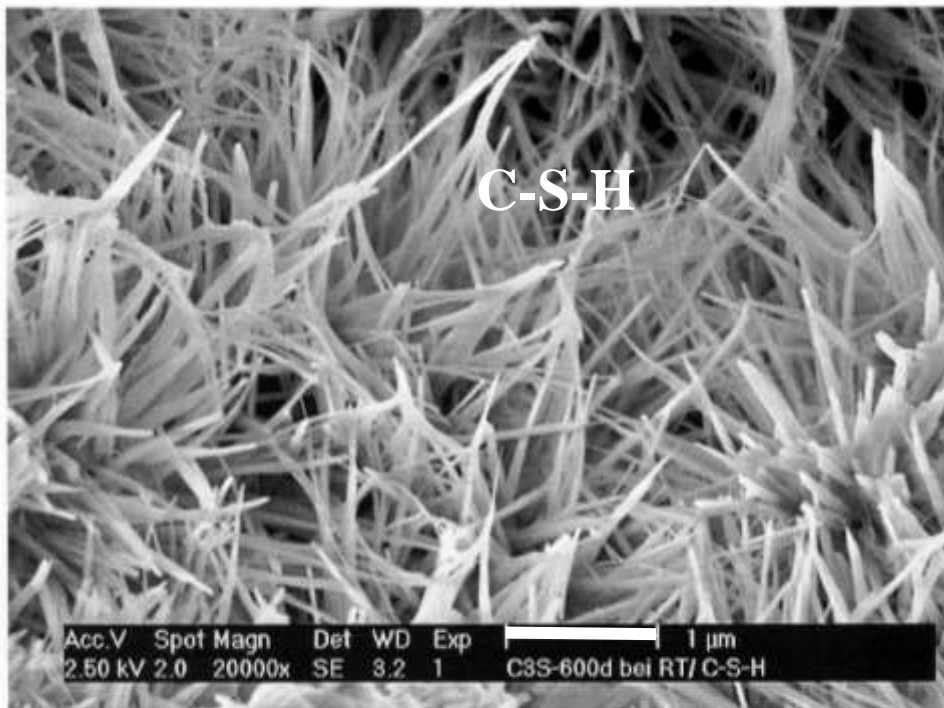
**360 dias**

- C<sub>3</sub>S hidratado, após 360 dias de hidratação.
- Fibras do C-S-H, em forma de agulha se interpenetram.
- Largura do campo = 8 μm (Obs: 1 folha de papel ≈ 100 μm)
- Micrografia ESEM - Environmental Scanning Electron Microscope.
- C-S-H: C= CaO ; S= SiO<sub>2</sub> ; H= H<sub>2</sub>O ; CH = Ca (OH)<sub>2</sub>



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



**Abb. 2.9.3g:** C<sub>3</sub>S, 600 d hydratisiert: die Morphologie der C-S-H-Phasen ändert sich im Vergleich zur 56 d Probe nur noch unwesentlich. Durch die Abbildung bei 10-mal niedrigerer Anregungsenergie werden die Phasen jedoch nicht so stark durchstrahlt.

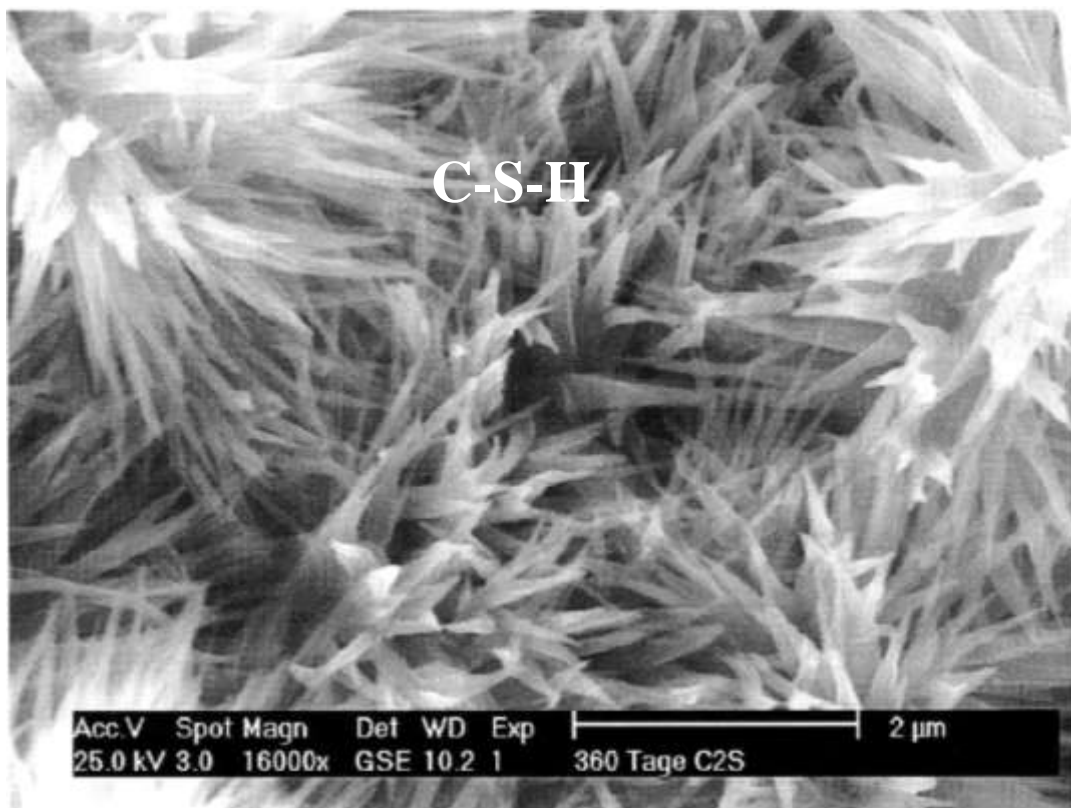
### 600 dias

- C3S hidratado, 600 dias após o início da hidratação.
- A morfologia das fases C-S-H muda muito pouco em relação à morfologia aos 56 dias, ver na página 8.
- Como a energia de excitação do microscópio eletrônico, nessa imagem, foi dez vezes menor do que na imagem aos 56 dias, as fases do C-S-H ficaram menos irradiadas.
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- Largura do campo = 6μm ( Obs: uma folha de papel =100 μm )
- C-S-H : C= CaO ; S= SiO<sub>2</sub> ; H= H<sub>2</sub>O ; CH = Ca (OH)<sub>2</sub>



*Jochen Stark & Bernd Wicht – Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland



**360 dias**

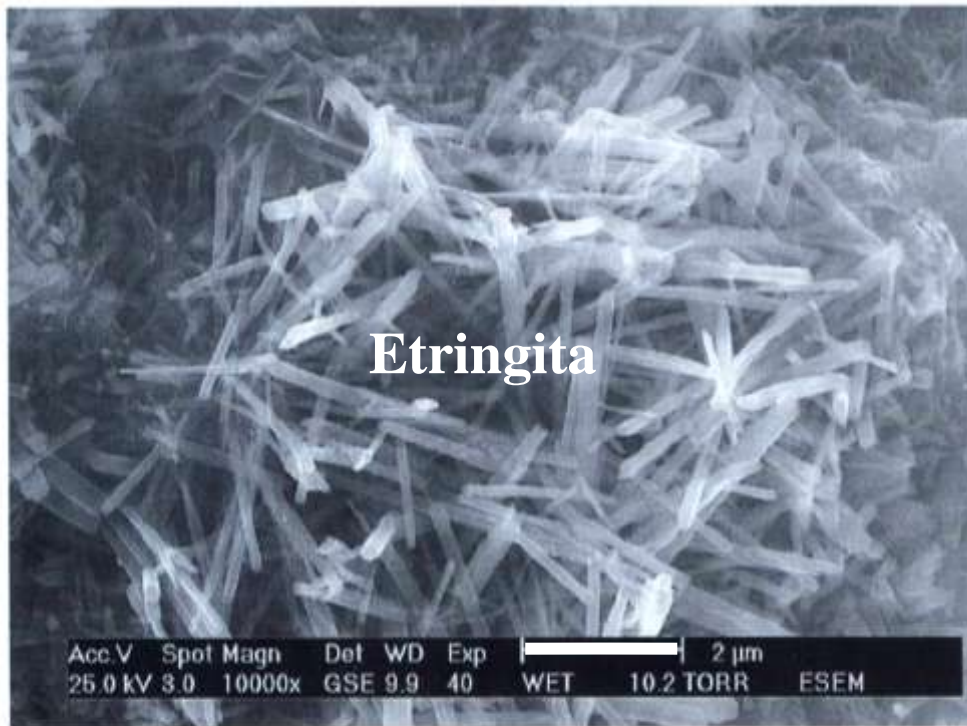
- **C2S** hidratado, após 360 dias de hidratação.
- Fibras do C-S-H, em forma de agulha com 2 $\mu$ m de comprimento.
- A morfologia do C-S-H não muda ao longo do tempo.
- Micrografia ESEM - Environmental Scanning Electron Microscope.
- Largura do campo = 8  $\mu$ m (1 folha de papel  $\approx$  100  $\mu$ m)
- C-S-H  $\rightarrow$  C=CaO ; S = SiO<sub>2</sub> ; H=H<sub>2</sub>O



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland

*Fase = Etringita*



**Abb. 2.9.11a:** Etringit, 75 min hydratisiert: bei ausreichendem Sulfatangebot ist Etringit sehr stabil und ändert seine Morphologie nicht, vergleiche mit Abb. 2.9.11b (ESEM-Aufnahme)

**75 minutos**

- Cimento Portland hidratado, 75 minutos após o início da hidratação.
- Etringita em forma de varetinhas
- Se houver quantidade suficiente de Sulfato a Etringita é muito estável e não muda a sua morfologia com o tempo.
- Comparar com a próxima figura, 2.9.11b aos 360 dias.
- Largura do campo = 12  $\mu\text{m}$  (1 folha de papel  $\approx$  100  $\mu\text{m}$ )
- Imagem ESEM = Environmental Scanning Electron Microscopy
- **Etringita** =  $\text{C}_3\text{A} + 3\text{C}\bar{\text{S}}\text{H}_2 + 26\text{H} \rightarrow \text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{C}\bar{\text{S}} \cdot \text{H}_{32}$
- C=CaO ; A =Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ; S = SiO<sub>2</sub> ; H=H<sub>2</sub>O ;  $\bar{\text{S}}$  = SO<sub>3</sub>



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland

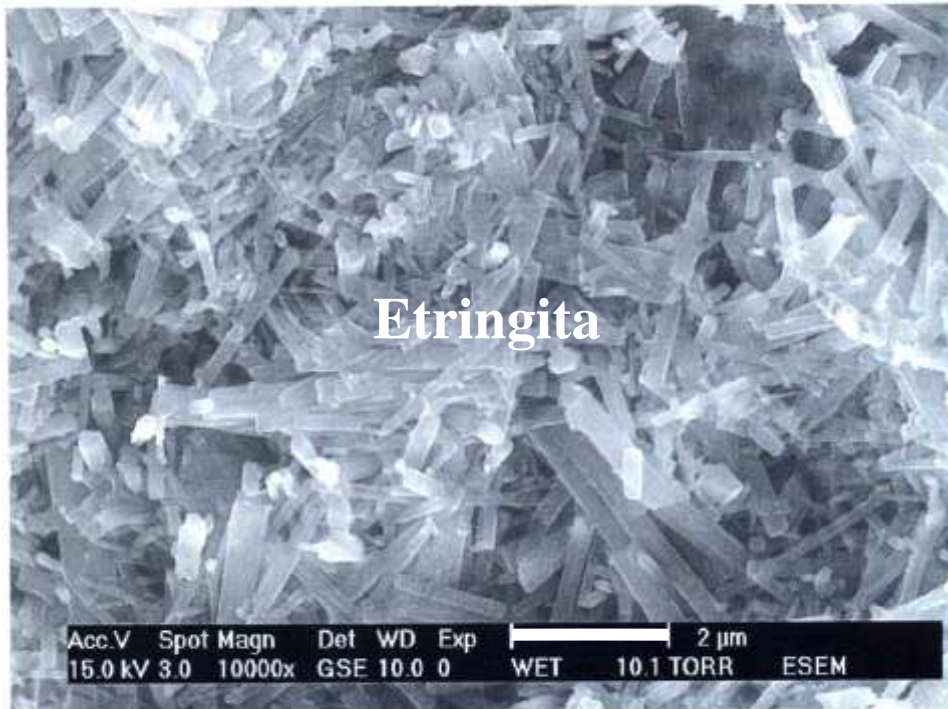


Abb. 2.9.11b: Etringit, 360 d hydratisiert (ESEM-Aufnahme)

### 360 dias

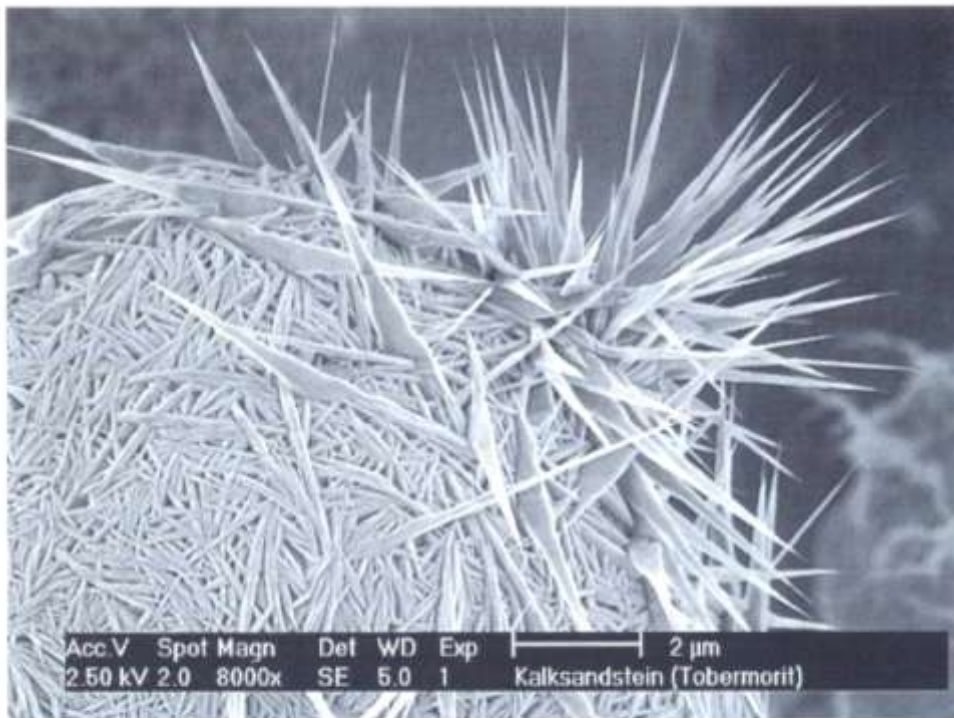
- Cimento hidratado, 360 dias após o início da hidratação.
- Fases de Etringite em forma de varetinhas.
- Se houver quantidade suficiente de Sulfato a Etringite é muito estável e não muda a sua morfologia com o tempo.
- Comparar com a figura anterior, 2.9.11a , aos 75 dias.
- Largura do campo = 12μm ( Obs: uma folha de papel =100 μm )
- **Etringita** =  $C_3A + 3\bar{C}\bar{S}H_2 + 26H \rightarrow C_3A \cdot 3\bar{C}\bar{S} \cdot H_{32}$
- C=CaO ; A =Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ; S = SiO<sub>2</sub> ; H=H<sub>2</sub>O ;  $\bar{S}$  = SO<sub>3</sub>



*Jochen Stark & Bernd Wicht - Finger Institut – 2000  
Der Baustoff als Werkstoff – Zement und Kalk*

## Hidratação do Cimento Portland

### Tobermorita



**Abb. 2.9.4:** Calciumsilicathydrat in Kalksandstein: auf Quarzkörper aufgewachsene schwertförmige Tobermoritkristalle (1,1-nm-Tobermorit [C<sub>5</sub>S<sub>6</sub>H<sub>5</sub>], Kristalldicke: 20 nm, Spitzen: < 10 nm)

- C-S-H formado sobre arenito calcário.
- Cristais de Tobermorita em forma de espadas pontiagudas, formados sobre partícula de quartzo.
- Cristais de Tobermorite com 1,1nm [ C<sub>5</sub>S<sub>6</sub>H<sub>5</sub> ] . Cristais de espessura 20nm, e pontas < 10nm.
- *Com a recém criada microscopia ESEM ( Environmental Scanning Electron Microscopy ) analisa-se a microestrutura do concreto, ou do cimento hidratado, sem fazer vácuo na câmara do microscópio e sem necessidade de secar a amostra.*
- *Pode-se com isso acompanhar a hidratação das amostras de cimento, observando a formação da microestrutura ao longo do tempo.*