

Untersuchung von Mechanismen und Kinetik
des hydrothermalen Herstellungsprozesses
von α -C₂SH

Dissertation
zur Erlangung des
Doktorgrades der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

der

Naturwissenschaftlichen Fakultät III
Agrar- und Ernährungswissenschaften,
Geowissenschaften und Informatik
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

vorgelegt von

Patrick Ullrich, Diplom Mineraloge
geboren am 18.06.1984 in Gernsbach

Erstgutachter: Prof. Dr. Dr. H. Pöllmann
Dr. P. Stemmermann
Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. T. A. Bier

Tag der Verteidigung: 17.12.2015

Danksagung

Eine Dissertation entsteht nicht im luftleeren Raum. Daher danke ich Prof. Dr. Dr. Herbert Pöllmann für die Betreuung der Arbeit und die Bereitschaft zu jeder Gelegenheit etwas Zeit für Diskussionen zu erübrigen.

Dem Zweitgutachter danke ich dafür, dass er sich bereiterklärt hat, diese Rolle zu übernehmen.

Dr. Krassimir Garbev gilt mein besonderer Dank für die Zusammenarbeit, die Unterstützung und die oftmals nahezu ausufernden, aber auch fruchtbaren Besprechungen im gesamten Verlauf dieser Arbeit. Die vielen Tage die wir gemeinsam an verschiedenen Beamlines verbracht haben, sind schon allein gesehen eine Erfahrung, die ich nicht missen möchte. Ähnliches gilt auch für Dr. Biliana Gasharova von der IR-Gruppe, sowie Dr. Jörg Göttlicher und Dr. Ralf Steininger von der SUL-X Beamline an ANKA - vielen Dank!

Des Weiteren möchte ich Dr. Peter Stemmermann danken sowie auch den anderen Kollegen und Kolleginnen vom Institut für Technische Chemie. Dies sind Dr. Günter Beuchle, Helmut Reis, Ulrich Precht und Achim Schätzle, um nur einige zu nennen.

Ebenfalls nicht unerwähnt bleiben sollen die anderen Kollegen an der Synchrotronquelle ANKA, darunter Dr. Yves-Laurent Mathis, Dr. David Moss und Michael Süpfle. Auch ihnen vielen Dank für die Zusammenarbeit in den vergangenen Jahren.

Auch danke ich Katharina Pöhler von der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg für die Zusammenarbeit und den heißen Draht ans Institut in Halle.

Zu guter Letzt möchte ich meiner ganzen Familie für ihre Unterstützung danken. Dies gilt insbesondere für meine Frau Meike und meine Tochter Lina, vor allem dafür, dass sie bereitwillig auf unsere gemeinsame Freizeit verzichtet haben, um mir die Fertigstellung dieser Arbeit zu ermöglichen.

Zusammenfassung

Mittelpunkt dieser Arbeit ist die hydrothermale Synthese von α -Dicalciumsilikathydrat, α -C₂SH. Diese wurde im Autoklaven bei 200°C und 15,8 bar gesättigtem Wasserdampfdruck durchgeführt. Als Ausgangsstoffe wurden SiO₂ und Ca(OH)₂ eingesetzt. Das α -C₂SH ist unter anderem Zwischenprodukt bei der Herstellung von Celitement, einem neuartigen hydraulischen Bindemittel das am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) entwickelt wurde. Celitement hat mit Portlandzement (kurz OPC, Ordinary Portland Cement) vergleichbare Eigenschaften, wobei die energieintensive Herstellung der Klinkerphasen umgangen wird. α -C₂SH lässt sich darüber hinaus auch durch thermische Behandlung in das ebenfalls hydraulisch aktive β -C₂S überführen. Trotz des sich aufzeigenden Potentials von α -C₂SH, welches bereits Bestandteil zahlreicher Studien war, sind die Mechanismen, die bei der hydrothermalen Synthese dieser C-S-H-Phase ablaufen, noch nicht vollständig erschlossen.

Ziel war es, die Reaktionen und Mechanismen der Kristallisation von α -C₂SH sowie die Wechselwirkung dieser C-S-H-Phase mit anderen Komponenten unter hydrothermalen Bedingungen zu erfassen. Es sollten Rückschlüsse auf die Kinetik der Reaktion gezogen werden. Für diesen Zweck wurde ein Mikroautoklav für den Einsatz an der SUL-X Beamline der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA entwickelt. Dieser Mikroautoklav - im Folgenden Hydrothermalzelle (kurz HT-Zelle) genannt - ermöglicht es, die Phasenzusammensetzung während einer Synthese *in situ* röntgendiffraktometrisch zu erfassen. Den *in situ* Experimenten ging die *ex situ* Analyse von Syntheseprodukten aus Laborautoklaven voraus. Die HT-Zelle ist darüber hinaus so konzipiert worden, dass damit zukünftig auch IR-Spektroskopie sowie Röntgenfluoreszenz-Messungen durchführbar sind.

Im Rahmen der Arbeit wurde der Einfluss verschiedener SiO₂-Quellen sowie des Wasser/Feststoff-Verhältnisses (W/F) auf die Kristallisation von α -C₂SH untersucht. Es zeigte sich, dass die Kristallisation maßgeblich durch die Konzentration an SiO₂ in der Lösung beeinflusst wird. Entscheidend für den Umsatz zu α -C₂SH war die Bildung einer nanokristallinen C-S-H-Phase im frühen Stadium einer Synthese. Je reaktiver die SiO₂-Quelle war, umso höher war die Übersättigung und umso mehr nanokristalline C-S-H-Phase bildete sich. Die Ausgangsstoffe, die zu nanokristalliner C-S-H-Phase umgesetzt wurden, standen daraufhin nicht mehr für die Bildung von α -C₂SH zur Verfügung. Ein höheres

Zusammenfassung

W/F bedeutete dagegen ein größeres Lösungsvolumen und damit eine geringere Übersättigung und weniger nanokristalline C-S-H-Phase. Bei einer SiO₂-Quelle mit geringerer spezifischer Oberfläche kristallisierten allerdings bei größerem Lösungsvolumen zusätzliche C-S-H-Phasen anstelle von mehr α -C₂SH.

Darüber hinaus wurde die Morphologie der Syntheseprodukte, sowohl aus den Laborautoklaven, als auch aus der HT-Zelle, mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) erfasst. Die Morphologie der kleinsten erfassbaren Strukturen war der der größeren α -C₂SH-Kristalle sehr ähnlich. Ein röntgenamorpher Anteil an α -C₂SH wurde angenommen. Zusätzlich wurde eine Änderung der Gitterkonstanten während der Kristallisation von α -C₂SH beobachtet. Diese Änderung war unabhängig von den Ausgangsparametern einer Synthese. Gitterkonstante a nahm ab, wohingegen die Gitterkonstanten b und c größer wurden. Dies entsprach einer Stauchung des Gitters von α -C₂SH entlang der x-Achse, sowie einer Ausdehnung in der yz-Ebene.

Abstract

Main focus of this thesis is the hydrothermal synthesis of α -dicalcium silicate hydrate, α -C₂SH. The synthesis is conducted in an autoclave at 200°C and saturated steam pressure of approximately 15.8 bar. SiO₂ and Ca(OH)₂ were used as raw materials. Amongst others, α -C₂SH is a precursor of Celitement, a novel hydraulic binding material which has been developed at Karlsruhe Institute of Technology (KIT). Celitement has similar properties compared to ordinary portland cement (OPC), while the energy-intensive production of clinker phases can be omitted. Furthermore, α -C₂SH can be transformed into β -C₂S by thermal treatment which is also hydraulically active. Although the potential of α -C₂SH has been the topic of many investigations, the hydrothermal synthesis of that C-S-H-phase is not yet completely understood.

The objective was to determine the reactions and mechanisms of the crystallisation of α -C₂SH and the interaction of this C-S-H-phase with other components during the hydrothermal treatment. Conclusions should be drawn on the kinetics of the reaction. For this purpose, a micro autoclave has been developed for the use at the SUL-X beamline of the synchrotron radiation facility ANKA. That micro autoclave - from now on called hydrothermal cell (short HT-cell) - enables the determination of the phase composition *in situ*, while the synthesis is in progress. These *in situ* investigations were preceded by many *ex situ* analyses of products of syntheses conducted in laboratory autoclaves. Moreover, the HT-cell has been designed for future IR-spectroscopy and X-ray fluorescence measurements.

The thesis covers the investigation of the influence of the SiO₂-source and water to solid ratio (w/s) on the development of α -C₂SH. Apparently the crystallisation is mainly influenced by the saturation of the solution with SiO₂. The development of a nanocrystalline C-S-H-phase in the early stage of the syntheses affects the amount of the produced α -C₂SH. The use of a more reactive SiO₂-source led to higher supersaturation and to increased formation of nanocrystalline C-S-H-phase. The raw materials that were consumed to form the nanocrystalline C-S-H-phase were no longer directly available for the crystallisation of α -C₂SH. A higher w/s instead resulted in a higher volume of solution and therefore a lower supersaturation and led to the formation of less nanocrystalline C-

Abstract

S-H-phase. But for a SiO_2 -source with lower specific surface area additional C-S-H-phases crystallized instead of more $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$.

Furthermore, the morphology of the products of both the syntheses in laboratory autoclaves and in the HT-cell has been investigated by scanning electron microscopy (SEM). The morphology of the smallest detectable particle fraction was similar to that of the bigger $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ -crystals. The existence of an amorphous fraction of $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ was supposed. Moreover out of the changes of the lattice parameters of $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ a mechanism for its crystallisation was supposed. That mechanism was independent from the starting parameters of the syntheses. Lattice parameter a decreased while lattice parameter b and c increased in course of the crystallisation. This corresponds to a shortening of the lattice of $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ parallel to x and an expansion in the yz -plane, respectively.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|------------|
| Danksagung | i |
| Zusammenfassung | iii |
| Abstract | v |
| 1. Einleitung | 1 |
| 1.1. Zementnomenklatur | 1 |
| 1.2. Hintergrund und Motivation | 1 |
| 1.3. Problemstellung und Ziele | 3 |
| 1.4. Ansatz und Aufbau | 4 |
| 2. Grundlagen | 7 |
| 2.1. Hydrothermale Reaktionen im System CaO-SiO ₂ -H ₂ O | 7 |
| 2.2. Kristalline C-S-H-Phasen | 9 |
| 2.3. Nanokristalline C-S-H-Phasen | 15 |
| 2.4. Stabilitätsbereich kristalliner und nanokristalliner C-S-H-Phasen | 17 |
| 2.5. <i>In situ</i> -Untersuchungen von Mechanismen und Kinetik im System CaO-SiO ₂ -H ₂ O – Stand der Forschung | 19 |
| 3. Methodik | 23 |
| 3.1. Durchführung von Laborsynthesen | 23 |
| 3.2. Röntgendiffraktometrie (<i>ex situ</i>) | 24 |
| 3.3. Rasterelektronenmikroskopie | 25 |
| 3.4. Titrimetrische Bestimmung von Ca(OH) ₂ | 26 |
| 3.5. Oberflächenbestimmung der Ausgangsstoffe | 27 |
| 4. Methodikentwicklung: HT-Zelle | 29 |
| 4.1. Aufbau und Montage der HT-Zelle | 29 |
| 4.2. Temperaturregelung | 31 |
| 4.3. Ausgangsstoffe | 33 |
| 4.4. Probenpräparation und Karbonatisierung | 35 |

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|-----------|--|------------|
| 4.5. | Das Strahlrohr SUL-X an ANKA | 37 |
| 4.6. | Einbau und Orientierung der HT-Zelle | 38 |
| 4.7. | Verlauf einer Messung | 38 |
| 4.8. | Intensitätsschwankung der Synchrotronquelle | 39 |
| 4.9. | Auswertung und Darstellung der <i>in situ</i> Daten | 43 |
| 5. | Ergebnisse | 47 |
| 5.1. | Wachstum von α -C ₂ SH bei variabler Synthesedauer und Verwendung von Quarzmehl | 47 |
| 5.1.1. | Charakterisierung der Edukte | 47 |
| 5.1.2. | Phasenbestand des Syntheseproduktes | 48 |
| 5.1.3. | Änderung der Gitterkonstanten von α -C ₂ SH | 57 |
| 5.1.4. | Kristallisation der nanokristallinen C-S-H-Phase | 58 |
| 5.2. | Einfluss der SiO ₂ -Quelle | 60 |
| 5.2.1. | Hochdisperses SiO ₂ (Aerosil, Evonik) | 61 |
| 5.2.2. | Quarzmehl in Laborqualität (Riedel de Häen) | 63 |
| 5.2.3. | Grober Quarz (Merck) | 64 |
| 5.2.4. | Gemahlener Quarz (Merck) | 66 |
| 5.3. | Einfluss des W/F | 68 |
| 5.3.1. | W/F = 2; 5; 10 mit Quarzmehl | 68 |
| 5.3.2. | W/F = 2; 5; 10 mit hochdisperssem SiO ₂ | 71 |
| 5.4. | <i>In situ</i> -Betrachtung und Interpretation von Synthesen mit dem Zielprodukt α -C ₂ SH | 74 |
| 5.4.1. | Experimenteller Ablauf | 74 |
| 5.4.2. | Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ und einem W/F von 5 | 77 |
| 5.4.3. | Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ und einem W/F von 2 | 84 |
| 5.4.4. | Synthese mit industriellem Quarzmehl und einem W/F von 2 | 90 |
| 5.4.5. | Synthese mit industriellem Quarzmehl und einem W/F von 5 | 102 |
| 6. | Zusammenfassende Diskussion | 111 |
| 6.1. | Reaktivität der SiO ₂ -Quelle | 111 |
| 6.2. | Erhöhung des Lösungsvolumens | 115 |
| 6.3. | Nanokristalline C-S-H-Phase und Kristallisation von α -C ₂ SH | 117 |
| 7. | Ausblick | 121 |
| 7.1. | IR-Spektroskopie mit der HT-Zelle | 121 |
| 7.2. | Röntgenfluoreszenz mit der HT-Zelle | 122 |
| 7.3. | Ergänzende Synthesen | 122 |

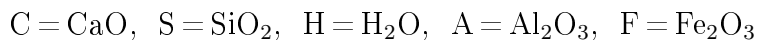
Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|------------|
| Anhang | 123 |
| A. Ausgangsparameter der <i>in situ</i> Messungen | 124 |
| B. Automatisierte Auswertung der <i>in situ</i> Daten | 133 |
| C. Ergänzende Tabellen | 135 |
| Abbildungsverzeichnis | 191 |
| Tabellenverzeichnis | 194 |
| Abkürzungsverzeichnis | 195 |
| Literaturverzeichnis | 196 |

1. Einleitung

1.1. Zementnomenklatur

In der Zementchemie existiert eine gängige Nomenklatur zur Beschreibung der auftretenden Phasen. Die molare Zusammensetzung der Phasen wird in Oxide zerlegt, wobei wiederum einzelne Buchstaben für die Oxide stehen.



Für α -Dicalciumsilikathydrat ergeben sich aus der Formel $\text{Ca}_2[\text{HSiO}_4](\text{OH})$ entsprechend $2 \text{CaO} + 1 \text{SiO}_2 + \text{H}_2\text{O}$. Mit den Abkürzungen $C = \text{CaO}$, $S = \text{SiO}_2$ und $H = \text{H}_2\text{O}$ wird daraus die Kurzform $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Diese Nomenklatur wird im Verlauf der Arbeit für die Modifikationen des Ca_2SiO_4 genauso verwendet wie für die Bestandteile des Zements, die im folgenden einleitenden Kapitel angesprochen werden. Auch leitet sich der Begriff C-S-H-Phase aus dieser Nomenklatur ab, wobei die Bindestriche in diesem speziellen Fall verdeutlichen sollen, dass es sich nicht um eine exakte stöchiometrische Zusammensetzung handelt. Dies sollte besonders im Hinblick auf die nanokristalline C-S-H-Phase bedacht werden.

1.2. Hintergrund und Motivation

Nach einer Studie des World Business Council for Sustainable Development (2012) sind 8% des weltweiten CO_2 -Ausstoßes auf die Herstellung von OPC zurückzuführen. Dieser Ausstoß ist nicht nur durch den hohen Energiebedarf bei der Produktion begründet sondern auch durch die Entsäuerung von industriellem Kalk während der Klinkerherstellung. Hinsichtlich des allgemeinen Bestrebens um nachhaltiges Wirtschaften besteht ein Bedarf an Weiterentwicklung um sowohl den Energiebedarf bei der Produktion als auch den durch die Reaktion bei der Herstellung bedingten CO_2 -Ausstoß zu verringern (Price u. Galitsky, 2008).

Mit einem Anteil von über 50% Hauptbestandteil des Portlandzementklinkers ist das hydraulisch aktive Tricalciumsilikat C_3S , (Locher, 2000). Zu den weiteren Bestandteilen zählen Dicalciumsilikat C_2S , Calciumaluminatferrit $\text{C}_4(\text{A},\text{F})$, Tricalciumaluminat C_3A ,

1. Einleitung

freies CaO und freies MgO. Für die Bildung der Klinkerphasen sind große Mengen Kalk notwendig, welche bei Temperaturen über 1000°C zu freiem CaO umgesetzt werden. Dieses CaO reagiert während des Brennvorgangs bei Temperaturen über 1200°C mit SiO_2 zu C_3S (Alit) und $\beta\text{-C}_2\text{S}$ (Belit). Das CaO separiert die SiO_4 -Monomere innerhalb der Struktur der Calciumsilikate und verhindert deren Polymerisation. In der Reaktion mit Wasser tritt infolge der Hydrolyse der Calciumsilikate Orthokieselsäure auf. Damit einher gehen Reaktionen der Salzbildung und Polymerisation (Cherkinskii, 1965). Dieser in Summe als Hydratation von C_3S und $\beta\text{-C}_2\text{S}$ beschriebene Vorgang resultiert in der Bildung eines Gemenges aus nanokristallinen Calciumsilikathydraten (C-S-H-Phasen) und Wasser (Taylor, 1997). Der beschriebene Mechanismus und letztlich die Vernetzung durch die Bildung von C-S-H-Phasen führt zur Aushärtung des Zements.

Da die Optimierungsmöglichkeiten im Rahmen der Herstellung von Portlandzementklinker jedoch weitestgehend ausgereizt sind, besteht die Notwendigkeit zur Erforschung und Entwicklung von grundlegend neuen Verfahren zur Herstellung hydraulischer Bindemittel. Einer Arbeitsgruppe des Instituts für technische Chemie (ITC) des KIT ist es gelungen, ein solches Verfahren zur Herstellung eines neuartigen hydraulischen Bindemittels zu entwickeln (Beuchle et al., 2008a,b,c, 2010). Das Verfahren zur Herstellung des sogenannten *Celitement* setzt sich aus zwei Prozessschritten zusammen. Im ersten Schritt wird in einer Hydrothermalsynthese im Autoklaven bei 200°C aus industriellem $\text{Ca}(\text{OH})_2$ und einem Quarzmehl (SiO_2) ein Präkursor, z.B. $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ hergestellt. Das hydraulisch inaktive $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ wird im Anschluss durch Mahlen mittels einer tribochemischen Reaktion aktiviert. Celitement besitzt mit Portlandzement vergleichbare Eigenschaften.

Auch in anderer Hinsicht verfügt $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ über großes Potential. Ebenfalls im Hinblick auf die Entwicklung neuartiger Verfahren wurde die Möglichkeit in der Literatur angeführt $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ durch Erhitzen zu entwässern und in hydraulisch aktives $\beta\text{-C}_2\text{S}$ zu überführen (Jernejcic et al. (1977); Ishida et al. (1993)). Garbev et al. (2008c) untersuchten ebenfalls das thermische Verhalten von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ und schlossen abhängig von den eingesetzten Ausgangsmaterialien aus denen $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ synthetisiert wurde, auf einen Mechanismus bei dem zunächst $x\text{-C}_2\text{S}$ (Miyazaki et al., 1998) und/oder Delloit gebildet werden, die sich bei höheren Temperaturen zu $\alpha'_L\text{-C}_2\text{S}$ umsetzen. Nachdem die Proben von über 900°C auf Raumtemperatur abgekühlt waren, wurde als Hauptprodukt das hydraulisch aktive $\beta\text{-C}_2\text{S}$ festgestellt. Auch dies ist eine Möglichkeit, ein hydraulisches Bindemittel über ein alternatives Verfahren bei geringeren Temperaturen zu gewinnen.

Bei der Ölförderung und in der Geothermie spielt $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ ebenfalls eine Rolle, wenn auch in negativem Kontext. Treten bei Bohrungen in größerer Tiefe Temperaturen über 100°C auf, muss bei der Versiegelung der Bohrlöcher die Bildung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ durch Verringern des C/S unterbunden werden. Die bei der Hydratation entstehende amorphe

1. Einleitung

C-S-H-Phase setzt sich sonst unter hydrothermalen Bedingungen zu α -C₂SH um. Damit verbunden ist eine Volumenabnahme, die zu einer porösen Struktur des Betons und zu einer Abnahme der Druckfestigkeit führt (Meller et al., 2007).

1.3. Problemstellung und Ziele

Trotz intensiver Forschung sind die hydrothermalen Reaktionen, die im System CaO-SiO₂-H₂O ablaufen, nur unzureichend verstanden. Gleichgewichtszustände stellen sich auch bei ausgedehnter Synthesedauer meist nicht ein. Um die tatsächlichen Abläufe zu erfassen werden Synthesen daher immer häufiger *in situ* verfolgt (Evans et al., 1995; Shaw et al., 2000a; Meller et al., 2007; Kikuma et al., 2010). Aufgrund des hohen Kostenfaktors und der zeitlichen Limitierung gehen diesen *in situ* Experimenten meist zahlreiche Untersuchungen mit konventionellen Methoden voraus.

Im Vordergrund dieser Arbeit steht die Untersuchung der hydrothermalen Synthese von α -C₂SH in einem großtechnischen Autoklaven-Prozess, der durch Ungleichgewichte und Inhomogenität geprägt ist. So tritt z.B. die unter den eingestellten Synthesebedingungen (C/S von 2, Temperaturen von 200°C sowie gesättigtem Wasserdampfdruck) stabile Phase Hillebrandit in keiner der durchgeführten Synthesen auf (Taylor, 1964, S.180-181, S.215). Das eigentlich synthetisierte Produkt α -C₂SH wird dahingegen nur bis 140°C als stabil und darüber hinaus als metastabil angesehen. Einen Hinweis auf die Kinetik dieser Reaktion geben Heller u. Taylor (1952), die von der Kristallisation relativ reinen Hillebrandits aus β -C₂S nach einer Synthesedauer von 168 Tagen sprechen. Für einen großtechnischen Autoklaven-Prozess liegt diese Zeitspanne außerhalb des wirtschaftlichen Bereichs.

Grundsätzlich gestaltete es sich bisher schwierig die Reaktionen während dieses Prozesses vollständig zu verstehen, da schon die Untersuchung der Produkte zu verschiedenen Zeitpunkten der Synthese nur durch Abbruch des Prozesses, Abkühlen der Produkte und anschließendem Trocknen möglich ist. Laborversuche in kleineren Versuchsautoklaven unterliegen den gleichen Einschränkungen. Bei beiden Ansätzen entspricht der Zustand der Probe, die untersucht wird nicht zwingend dem Zustand im laufenden Prozess.

In dieser Arbeit wird der Einfluss ausgewählter Syntheseparameter im Hinblick auf technische Optimierungsmöglichkeiten bestimmt. Ziel ist es, die Bildung von α -C₂SH und die Reaktionen mit beteiligten C-S-H-Phasen während einer hydrothermalen Synthese mittels Röntgenbeugung (XRD) *in situ* zu verfolgen. Dies soll es ermöglichen, das reale Verhalten von C-S-H-Phasen während der Synthese zu interpretieren. Aus den gewonnenen Daten sollen Schlussfolgerungen bezüglich der Mechanismen und der Kinetik von Reaktionen im System CaO-SiO₂-H₂O gezogen werden. Der Anspruch zeitaufgelöst durch den Reak-

1. Einleitung

tionsraum eines Autoklaven zu messen macht es erforderlich die Experimente an einer Synchrotronstrahlungsquelle durchzuführen.

1.4. Ansatz und Aufbau

Im Verlauf dieser Arbeit ist es gelungen, einen experimentellen Aufbau in Form eines Mikro-Autoklaven, die sogenannte Hydrothermalzelle (HT-Zelle), mit einem Reaktionsvolumen von $27 \mu\text{l}$ für Probenmengen zwischen 1 und 3,5 mg zu entwickeln. Dieser wurde am Strahlrohr SUL-X an der Synchrotronquelle ANKA, Karlsruhe implementiert. Der Einsatz des Autoklaven ermöglicht es, die Auflösung und Bildung von Phasen und Phasenumwandlungen während einer Hydrothermalsynthese bis 200°C mittels synchrotrongestützter Röntgenbeugung *in situ* zu verfolgen. Die Präparation im Vorfeld dieser Versuche wurde in Stickstoffatmosphäre durchgeführt, um den Einfluss von CO_2 zu minimieren. Dies ist nötig, da für C-S-H-Phase belegt wurde, dass bereits nach wenigen Minuten an Luft (CO_2) ein Alterungsprozess einsetzt, der die strukturelle Ordnung der Proben beeinflusst (Black et al., 2007).

Zu den wesentlichen Vorteilen, welche sich durch den Einsatz von Synchrotronstrahlung im durchgeführten Experiment ergeben, zählen hohe Geschwindigkeit für die Aufzeichnung eines Beugungsbildes, Einstellbarkeit der Energie sowie die Ortsauflösung. Diese Vorteile sind allerdings mit der Einschränkung verbunden, dass an der Synchrotronquelle nur wenig Messzeit zur Verfügung steht. So kann nur eine begrenzte Anzahl von Experimenten durchgeführt werden. Des Weiteren ist die Dauer einer Synthese an ANKA durch den regulären Maschinenbetrieb der Synchrotronquelle auf maximal 14 h begrenzt.

Aus diesem Grund gehen den Messungen mit der HT-Zelle umfangreiche *ex situ* Untersuchungen von Synthesereihen in Laborautoklaven der Firma Berghof voraus. Parameter die den Verlauf einer Hydrothermalsynthese beeinflussen sind: Druck, Temperatur, CaO zu SiO_2 Verhältnis (C/S), W/F, Synthesedauer und die Eigenschaften der Edukte wie Zusammensetzung bzw. Reinheit, sowie Korngrößenverteilung und Oberfläche, oder auch die Zugabe von Impfkristallen (im weiteren Verlauf als Keime bezeichnet).

Der Druck ergibt sich im geschlossenen Autoklaven über den Wasserdampf und ist somit durch die Wahl der Temperatur bestimmt. Letztere wurde aufgrund vorangehender Studien (Garbev et al., 2008c) und unter Berücksichtigung der Übertragbarkeit auf das großtechnische Verfahren auf 200°C festgelegt. Der Druck im Autoklaven beträgt bei 200°C 15,8 bar was aus sicherheitstechnischen Aspekten auch im industriellen Maßstab noch als vertretbar erscheint. Das C/S wurde so gewählt, dass es dem des Zielproduktes $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ entspricht. Beginnend mit diesen Ausgangsparametern wurde der Einfluss verschiedener Edukte bei unterschiedlichen W/F und unterschiedlich langer Synthesedau-

1. Einleitung

er auf die Mechanismen und die Kinetik der Synthese von α -C₂SH untersucht. Dies ist folgendermaßen unterteilt:

1. Untersuchung von Produkten der Synthesen aus **verschiedenen SiO₂-Quellen** und Ca(OH)₂ bei einem C/S von 2; zusätzlich: Variation der **Synthesedauer**
2. Untersuchung des Einflusses des **W/F** auf den Verlauf der Synthesen beim Einsatz von zwei unterschiedlichen SiO₂-Quellen; Es wurde ein W/F von 2, 5 und 10 eingestellt; Zusätzlich: titrimetrische Bestimmung des Ca(OH)₂-Anteils dieser Syntheseprodukte

Ergänzend wurden die Syntheseprodukte sowohl aus den Synthesen mit der entwickelten HT-Zelle als auch aus den Autoklaven der Firma Berghof mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) in Kombination mit energiedispersiver Röntgenfluoreszenzanalyse (EDX) untersucht. Hieraus lässt sich die Morphologie der gebildeten Phasen erschließen. Der Aufbau der Arbeit und die Beziehung der durchgeführten Untersuchungen zueinander sind in Abb. 1.1 schematisch dargestellt.

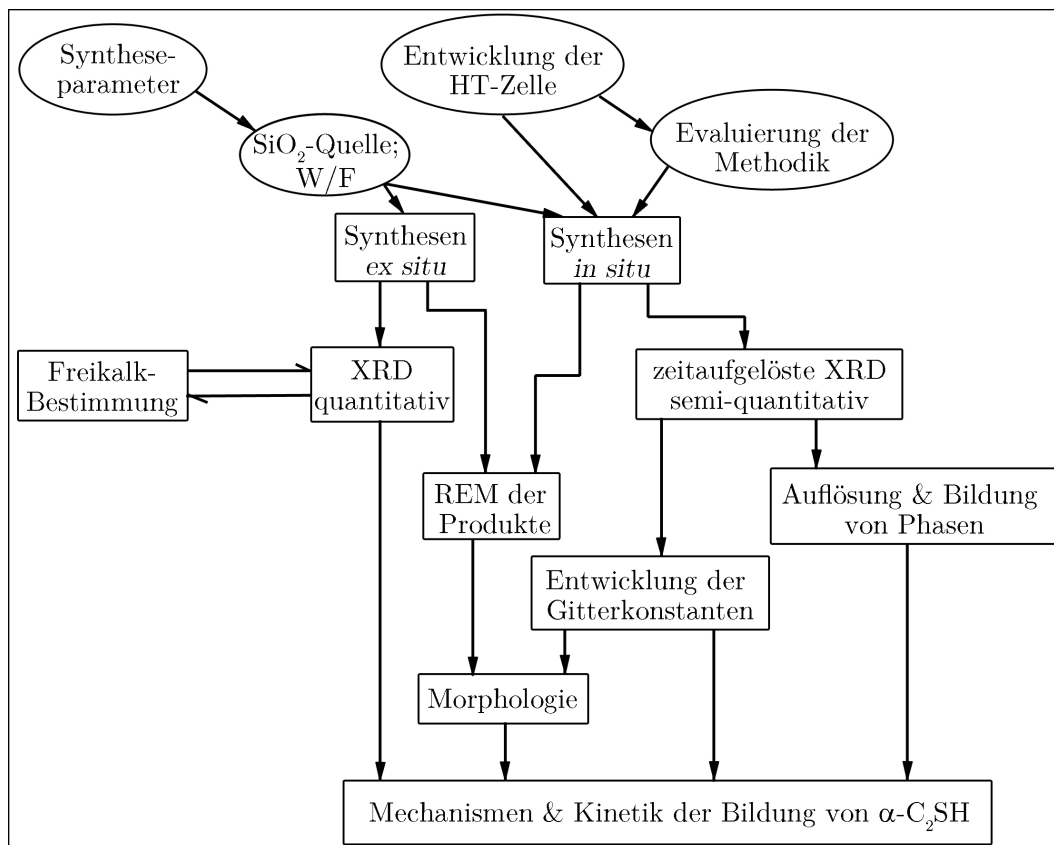


Abbildung 1.1.: Schematische Darstellung des Aufbaus der Arbeit und der Beziehung der durchgeführten Untersuchungen zueinander.

2. Grundlagen

2.1. Hydrothermale Reaktionen im System

CaO-SiO₂-H₂O

Kristalline Phasen im System CaO-SiO₂-H₂O sind zahlreich bekannt und im Zusammenhang mit der Hydratation von Portlandzement intensiv untersucht. Die Reaktionen und Mechanismen von kristallinen C-S-H-Phasen erlauben Rückschlüsse auf die wenig geordneten Hydratationsprodukte, die während des Aushärtens von Portlandzement entstehen. Dieses Stoffgemisch ist maßgeblich für die Festigkeit von Zementstein verantwortlich. Kristalline C-S-H-Phasen sind damit von grundlegender Bedeutung für die Zementchemie.

Im Rahmen dieser Arbeit werden die Reaktionen im System CaO-SiO₂-H₂O unter hydrothermalen Bedingungen betrachtet. Die technische Anwendung erhöhter Temperaturen bei der Hydratation von Calciumsilikaten ist verbreitet. Wie Taylor (1997, S. 339 ff.) anführt, werden Betonfertigteile bei Temperaturen bis maximal 100°C hergestellt, da das Produkt dadurch schneller aushärtet. Die Reaktion von mäßig hydraulisch aktiven Phasen oder Flugaschen und anderen glasigen Ausgangsmaterialien kann durch höhere Temperaturen beschleunigt werden. Es ist dabei allerdings eine Änderung in der Mikrostruktur festzustellen. Das Produkt ist inhomogener, weist zudem eine höhere Porosität auf und verfügt damit über eine geringere Festigkeit als Hydratationsprodukte, die bei Raumtemperatur entstehen.

Im Umfeld von Tiefbohrungen zur Ölförderung (Memon et al., 2013) oder zu Zwecken der Nutzung von Geothermie (Kaldal et al., 2012) treten ebenfalls hydrothermale Reaktionen im Zusammenhang mit Zementphasen auf. Bohrlöcher werden mit Zement ausgekleidet um sie zu stabilisieren und darüber hinaus das Fördergut von der Umgebung zu isolieren. Zu dem durch die Tiefe bedingten Anstieg der Temperatur kommt meist der zusätzliche Einfluss eines Fluids (Wasser / Wasserdampf, Temperaturschwankungen). Die Zunahme der Temperatur mit zunehmender Tiefe führt dazu, dass Portlandzement nicht mehr unmodifiziert eingesetzt werden kann. Bei Temperaturen über 110°C setzt sich das C-S-H-Gel zu dichteren Phasen um, wie z.B. das bereits angeführte α -C₂SH. Dichtere Phasen verursachen Spannungen und Risse, wodurch es zu einer Abnahme der Festigkeit kommt. Eine gängige Methode um dies zu unterbinden besteht darin eine Siliziumquel-

2. Grundlagen

le zuzugeben. Durch zusätzliche 35 bis 40 Gew.-% SiO_2 in Form von „silica-fume“ wird das C/S herabgesetzt, was wiederum zur Bildung von unkritischen C-S-H-Phasen wie Tobermorit, Xonotlit und Gyrolith führt (Brigley et al., 2010).

Temperaturen von über 100°C sind darüber hinaus auch in Zusammenhang mit der Produktion von Porenbeton (englisch: Autoclaved Aerated Concrete, kurz AAC) in Dampfdruckautoklaven zu nennen. Bei der Herstellung von Porenbeton wird zunächst Quarzmehl oder Flugasche mit Portlandzement, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ und geringeren Mengen Kalk gemischt und ausreichend Wasser zugegeben um eine dünne Aufschlemmung herzustellen. Diesem Gemisch wird Al-Staub mit Korngrößen im Mikrometerbereich zugegeben. In dem alkalischen Milieu wird das Al angegriffen, was zu Blasenbildung führt. Es entsteht ein weicher, poröser Rohling (Ashby, 2005). Bei Temperaturen um 175°C und gesättigtem Wasserdampfdruck härtet der Rohling im Autoklaven in 8 bis 9 h zu porösem und somit leichtem, aber dennoch festem Porenbeton aus. Das optimale C/S im Hinblick auf die Festigkeit liegt laut Taylor (1997, S. 141) zwischen 0,8 und 1,0, was aus der Bildung der kristallinen C-S-H-Phase 11\AA -Tobermorit resultiert. Unter dem Oberbegriff „zellulärer Beton“ wird darüber hinaus auch ein vergleichbares Produkt geführt, das bei niedrigeren Temperaturen (RT bis 100°C) entsteht. Die poröse Struktur bildet sich dabei durch Mischung von Mörtel mit bis zu 80 Vol.-% Luft.

In den vergangenen Jahren haben, vor dem Hintergrund des Bestrebens nach Energie- und Rohstoffersparnis, Belit-reiche Zemente an Bedeutung gewonnen. In diesen alternativen Zementen ist die hydraulisch aktive Phase primär Belit anstelle von Alit. Der kritische Punkt an dieser Idee ist, dass die Festigkeit in Zement innerhalb der ersten 28 Tage hauptsächlich auf Alit zurückzuführen ist und Belit im Vergleich deutlich langsamer reagiert (Locher, 2000, S. 34). Die Festigkeitsentwicklung lässt sich allerdings, wie Studien von Matkovic et al. (1991) und Mikov u. Matkovic (1992) zeigen, durch nachträgliche Zugabe von amorphem SiO_2 , Calciumsulfat-Aluminat, Gips und Verflüssiger beschleunigen. Der Vorteil von Belit besteht darin, dass die Phase im Vergleich zu den bisherigen Hochofenprozessen zur Herstellung von Portlandzement auch durch Verfahren bei niedrigeren Temperaturen gewonnen werden kann (Chatterjee, 1996b). Dazu gehört neben Sol-Gel-Verfahren die im Zusammenhang mit dieser Arbeit nicht weiter betrachtet werden, auch die Herstellung über einen hydrothermalen Präkursor. Für dieses Zwischenprodukt kommt, wie von Chatterjee (1996a) beschrieben, in erster Linie eine C-S-H-Phase in Frage, die wie Belit ein C/S von 2 besitzt. Dem entsprechen Hillebrandit, Dellait sowie $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ (Ishida et al., 1993). Alle drei Phasen können durch thermische Dissoziation bei Temperaturen über 500°C zu $\beta\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$ umgesetzt werden. Die Phasenumwandlung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ wurde von Garbev et al. (2008c) detaillierter betrachtet. Dabei wurde festgestellt, dass sich $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ über 400°C zu Dellait und einem wasserfreien Ca_2SiO_4 umsetzt. Letz-

2. Grundlagen

tere Phase wurde erstmals von Miyazaki et al. (1998) beobachtet und als $x\text{-C}_2\text{S}$ benannt. Die vollständige Umwandlung von Deltait zu $x\text{-C}_2\text{S}$ findet zwischen 560°C und 620°C statt. Wird die Temperatur weiter erhöht, so bildet sich schließlich bei über 900°C das hydraulisch aktive $\alpha'_L\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$ das sich beim Abkühlen zu ebenfalls hydraulisch aktivem $\beta\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$ umwandelt.

Belit-Calcium-Sulfoaluminat Zemente (BCSA) müssen in diesem Zusammenhang ebenfalls genannt werden. Sie enthalten neben Belit als weitere hydraulisch aktive Phase Yeelimite (Alvarez-Pinazo et al., 2012). Diese Zemente sind aktuell noch auf Spezialanwendungen beschränkt, was auch für die anderen Zemente gilt, die nicht auf OPC-Klinker basieren. Durch die CO_2 -ärmeren Klinkerphasen und die im Vergleich zu OPC einfachere Mahlbarkeit besitzen BCSA-Zemente allerdings großes Potential.

Ein weiterer Ansatz ist es, vollständig auf die hydraulisch aktiven Phasen Alit und Belit zu verzichten. Dieses Konzept verfolgt, wie bereits in der Einleitung angeführt, unter anderem auch die Celitement GmbH, die 2009 als Ausgründung aus dem KIT entstand. Die Bindemittelherstellung erfolgt dabei in zwei Schritten, wobei Kernpunkt wieder eine hydrothermale Reaktion ist (Stemmermann et al., 2012). Im ersten Schritt wird in einem Autoklaven, bei maximal 200°C und gesättigtem Wasserdampfdruck ein Zwischenprodukt synthetisiert. Dabei handelt es sich unter anderem um das bereits bei der Herstellung von Belit-reichen Zementen angeführte $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Anstatt diese Phase allerdings bei hohen Temperaturen zu entwässern, wird sie im zweiten Schritt in einer Mühle zusammen mit Zuschlägen von SiO_2 oder Silikaten (Quarz, Hochofenschlacke, etc.) mechanisch aktiviert. Das finale Produkt ist, bei der Herstellung mit Hochofenschlacke, ein wasserhaltiges, nahezu amorphes Material welches ungeordnete, hydraulisch aktive Fragmente enthält (Garbev et al., 2012).

2.2. Kristalline C-S-H-Phasen

Im folgenden Abschnitt werden einige kristalline C-S-H-Phasen beschrieben. Die Beschreibung ist dabei auf die in dieser Arbeit auftretenden Phasen beschränkt. In Tabelle C.1 in Anhang C, die aus der Arbeit von Richardson (2008) übernommen und abgewandelt wurde, sind Informationen zu Gitterparametern, dem molaren C/S, dem Zellvolumen, sowie dem chemischen Formalismus dieser Phasen aufgeführt. Zunächst ist in Abb. 2.1 das Dreiecksdiagramm des Systems $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ nach Taylor (1964, S.169) in aktualisierter Version dargestellt.

2. Grundlagen

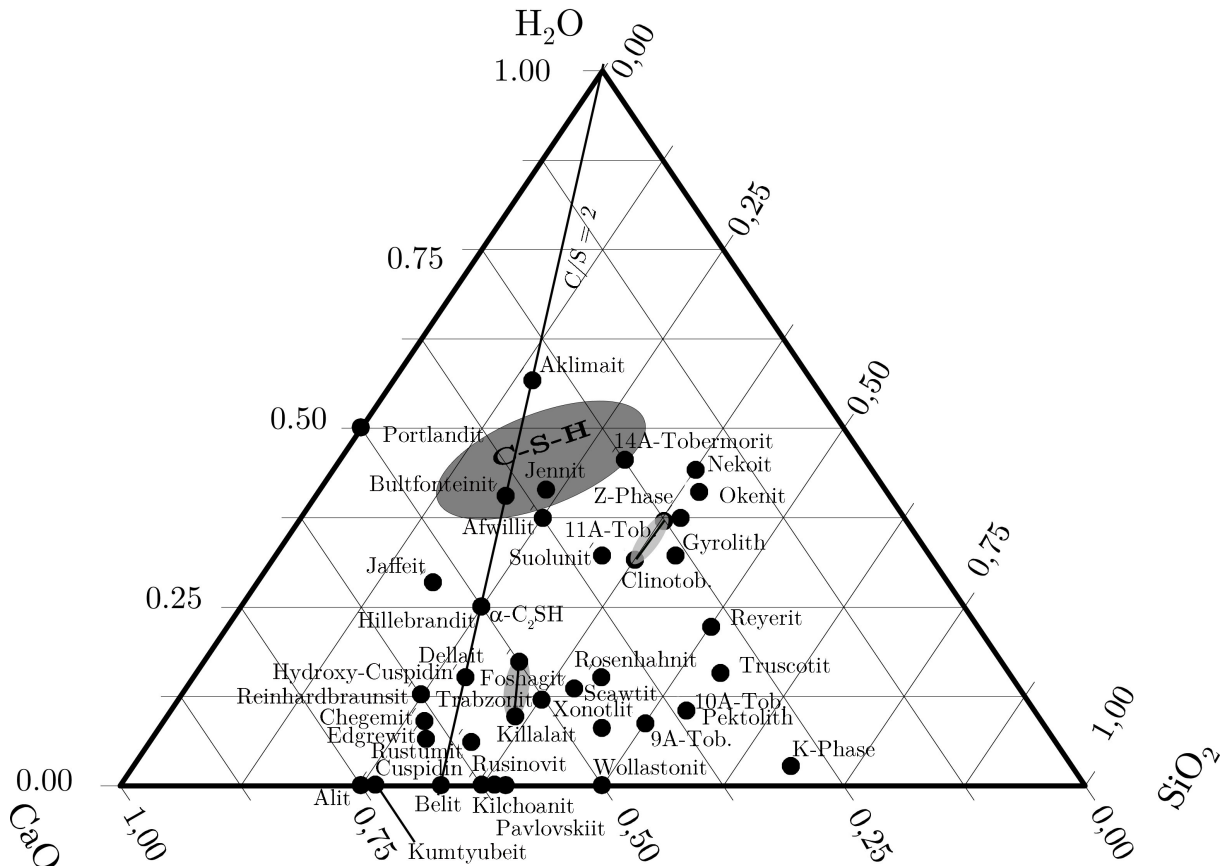


Abbildung 2.1.: Phasendiagramm im System $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ modifiziert nach Taylor (1964, S.169). Neben reinen C-S-H-Phasen sind auch einige Phasen aufgeführt, die zusätzliche Komponenten enthalten (z.B. CO_3^{2-} in Seawtit).

α -Dicalciumsilikathydrat ($\alpha\text{-C}_2\text{SH}$), $\text{Ca}_2(\text{HSiO}_4)(\text{OH})$

$\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ wurde bereits von Thordvaldson u. Shelton (1929) entdeckt. Die Phase trat im Zusammenhang mit dampfbehandeltem Portlandzement bei 150°C auf. Heller (1952) stellte $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ hydrothermal aus CaO und SiO_2 oder $\beta\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$ her und löste die Struktur bei kristallographischer Betrachtung in der Raumgruppe (RG) $Pbca$. Die Phase bildet große, rechteckige Platten aus, eine Charakteristik an welcher sie eindeutig zu identifizieren ist (Vigfusson et al., 1934). Die große Fläche der Platte ist dabei senkrecht zur c -Achse, die lange Seite parallel der b -Achse (Garbev et al., 2014). $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ gehört zur Gruppe der In-selsilikate. Die Struktur wird aufgebaut aus sechsfach koordinierten Ca-Oktaedern, wobei das Ca an zwei OH^- und vier O^{2-} gebunden ist, siebenfach koordinierten Ca-Polyedern an denen vier OH^- und drei O^{2-} beteiligt sind, sowie Si-Tetraedern, die jeweils drei O^{2-} und ein OH^- enthalten. Gemäß der Strukturlösung von Yano et al. (1993) sollen zwei Sorten von Si-Tetraedern vorliegen, wobei ein Tetraeder leicht verzerrt ist. Daraus resultiert eine Strukturverfeinerung in der RG $P2_12_12_1$. Diese Behauptung wird von Marsh (1994) angezweifelt, der nur von einer Sorte Si-Tetraeder ausgeht und weiterhin die RG

2. Grundlagen

Pbca unterstützt. Davon abgesehen stimmen die Strukturösungen beider Autoren überein. Sie lassen sich folgendermaßen beschreiben: Die Ca-Polyeder, sechs- und siebenfach koordiniert, bilden eine Schicht parallel (001), die im Vergleich zu der Schicht, wie sie in $\text{Ca}(\text{OH})_2$ vorliegt, leicht gewellt ist. Diese Ca-Polyeder-Schichten werden durch die Si-Tetraeder (HSiO_4) und Wasserstoffbrückenbindungen verknüpft. Die Struktur ist in Abb. 2.2 dargestellt¹.

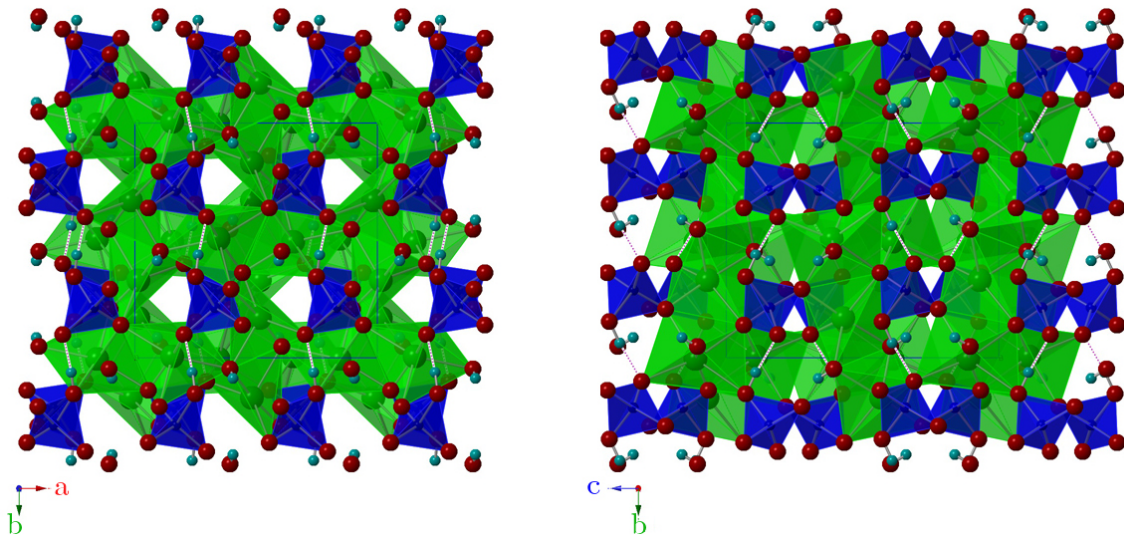


Abbildung 2.2.: Kristallstruktur von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ nach Marsh (1994). Die Struktur ist mit Blickrichtung parallel c (links) und parallel a (rechts) abgebildet. Die Si-Tetraeder sind blau dargestellt, die Ca-Polyeder grün. Entsprechend sind grüne Kugeln Ca-Atome und blaue Kugeln Si-Atome. O-Atome sind als rote Kugeln abgebildet und H-Atome als türkise Kugeln.

Die Synthesebedingungen für $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ variieren in der Literatur grundlegend in C/S, Temperatur, W/F und Synthesedauer. Jernejcic et al. (1977) beschreiben ein relativ reinphasiges Produkt nach 24 h bei 180°C und gesättigtem Wasserdampfdruck aus Kalk und Quarz, $\beta\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$ oder $\gamma\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$. Heller u. Taylor (1952) behandelten Kalk und amorphes SiO_2 -Gel (C/S = 2), β - und $\gamma\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$ sowie Ca_3SiO_5 hydrothermal mit einem W/F = 0,8 wobei $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ als metastabiles Produkt bei 140°C und einer Synthesedauer zwischen 5 und maximal 12 Tagen entstand. Bei niedrigeren Temperaturen und gleichen Ausgangsparametern (gleichem C/S) ist Afwillit stabil, bei Temperaturen über 200°C bildete sich stattdessen Hillebrandit. Aus $\text{Ca}(\text{OH})_2$ oder CaO (gebranntes CaCO_3) und Quarz unterschiedlicher Korngröße, die im C/S von 2 gemischt und bei 200°C und W/F = 10 behandelt wurden, bildeten Garbev et al. (2008c) nach einer Synthesedauer von 18 bis 162h ebenfalls $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ als Hauptprodukt.

¹Die grafische Darstellung der Phase wurde aus Strukturdaten mit CrystalMaker[®] erzeugt (<http://www.crystallmaker.com>).

2. Grundlagen

Der allerdings entscheidende Faktor wird von Funk (1958) beschrieben, welcher angibt, dass die Zugabe von Impfkristallen (Keimen) unverzichtbar für die Synthese von α -C₂SH sei. Die spontane Entstehung der Phase aus verschiedenen in der Studie hydrothermal behandelten Ca₂SiO₄-Modifikationen wird auf ein hydratisiertes Zwischenprodukt zurückgeführt, wobei dies nur unvollständig bei Synthesedauern von mehreren Tagen zu beobachten war. Wurden Keime zugegeben, konnte bei Temperaturen zwischen 100 und 200°C ein fast vollständiger Umsatz erreicht werden.

Foshagit, Ca₄(Si₃O₉)(OH)₂

Foshagit ist ein faseriges Mineral der Zusammensetzung Ca₄(Si₃O₉)(OH)₂ für welches ein pseudo-monoklines Gitter angenommen wird (Gard u. Taylor, 1958). Es wurde erstmals von Eakle (1925) in Crestmore, Kalifornien entdeckt, kann aber laut Gard u. Taylor (1960) problemlos synthetisch hergestellt werden. Garbev (2004, S.192) beschreibt Foshagit als metastabile Phase die ab 200°C bei einem C/S = 1,33 auftritt und sich bei längerer Synthesedauer (10 Tage und 45 Tage) anteilig zu Xonotlit und Hillebrandit zersetzt. Die Struktur von Foshagit wurde von Gard u. Taylor (1960) in der RG $P\bar{1}$ gelöst und steht in enger Beziehung zu Wollastonit. Beide Phasen bilden Silikat-Dreier-Einfachketten aus, welche zwischen Schichten aus Ca-Oktaedern liegen. Diese sind entlang (101) ausgerichtet und enthalten sowohl O²⁻ als auch (OH)⁻. Silanolgruppen sollen nicht auftreten.

Pektolith, Ca₂NaHSi₃O₉

Pektolith ist das Na-Endglied der Mischkristallreihe Pektolith (Ca₂NaHSi₃O₉) - Schizolit - Serandit (Mn₂NaHSi₃O₉) (Ohashi u. Finger, 1978). Diese repräsentieren die hydratisierten Gegenstücke von Wollastonit und Bustamit. Pektolith bildet spröde Nadeln aus, wobei die Bruchstelle wiederum in viele kleinere Nadeln ausfranst. Die Phase ist wie Wollastonit triklin und verfügt wie schon für Foshagit beschrieben über eine Schicht, welche aus Kanten-verknüpften Ca-Oktaedern entlang der (101)-Ebene (Buerger, 1956) zusammengesetzt ist. Die Schicht ist aus Reihen von Ca-Oktaedern aufgebaut, von denen jeweils zwei zu Bändern verknüpft sind. Wie Prewitt (1967) weiter beschreibt, sind die Ca-Schichten über die Ecken mit Silikat-Dreier-Einfachketten und ungeordneten Na-Atomen verbunden.

Xonotlit, Ca₆Si₆O₁₇(OH)₂

Auch Xonotlit bildet stengelige bis nadelige Kristalle aus und ist ebenfalls eines der strukturell dem Wollstonit ähnlichen Minerale. In der Natur tritt er vergesellschaftet mit anderen Calciumsilikaten/-silikathydraten wie z.B. Tobermorit, Wollastonit, Rosenhahnit

2. Grundlagen

oder Pektolith auf. Technisch von Bedeutung ist Xonotlit als Bestandteil von Porenbeton, da er über eine hohe Temperaturbeständigkeit bis 800°C verfügt (Taylor, 1997, S.344). Die Struktur wurde erstmals von Mamedov u. Belov (1955) und unter anderem auch von Kudoh u. Takeuchi (1979) gelöst. Es gibt mehrere Polytypen des Xonotlits. Im Folgenden werden die grundsätzlichen Baueinheiten nach Hejny u. Armbruster (2001) beschrieben. Die Struktur besteht aus einer Ca-Schicht parallel (001). Diese Ca-Schicht setzt sich aus einer sechsfach und zwei siebenfach koordinierten Ca-Baueinheiten zusammen. Das sechsfach koordinierte Ca ist oktaedrisch umgeben. Das siebenfach koordinierte Ca hat sechs nächste Nachbarn, die es als trigonales Prisma umgeben und einen Sauerstoff, der zu einer Prismenfläche ausgerichtet ist. Die Ca-Polyeder sind über eine Schicht aus $[\text{Si}_6\text{O}_{17}]$ -Doppelketten verknüpft. Eine Doppelkette besteht aus jeweils zwei Dreier-Einfachketten, wobei jeder dritte Si-Tetraeder zur Bindung der Doppelkette beiträgt. Die OH-Gruppen sitzen an den Spitzen der Ca-Oktaeder/-Polyeder die nicht zur Bindung mit der Si-Doppelkette beitragen.

Xonotlit kann hydrothermal aus zahlreichen Ausgangsmaterialien, bei einem Mischungsverhältnis von C/S = 1 und Temperaturen zwischen 150 und 400°C hergestellt werden (Taylor, 1964, S.178-179). Gemäß der Beschreibung von Garbev (2004, S.192) verläuft die hydrothermale Synthese von Xonotlit stets über die Bildung von 11Å-Tobermorit.

Killalait, $\text{Ca}_{3+x}(\text{H}_{1-2x}\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{OH})$

Killalait ist ein Gruppensilikat, welches erstmals von Nawaz (1974) an der Killala-Bucht in Irland gefunden wurde. Das Mineral tritt natürlich in metamorph überprägtem Kalkstein neben Scawtit und Cuspidin auf, die als Hauptprodukt der Alteration angesehen werden, sowie neben Afwillit und letztlich dem spätesten Metamorphoseprodukt Xonotlit. Ein Strukturmodell wurde von Taylor (1977) in der RG $P2_1/m$ vorgeschlagen. Dabei besteht die Struktur aus zwei Schichten, wobei die Stapelfolge entlang (010) verläuft. Eine komplexe Schicht ist aufgebaut aus Ca^{2+} - und $(\text{OH})^-$ -Gruppen, sowie zwei $[\text{Si}_2\text{O}_7]^{6-}$ -Gruppen. Die zweite Schicht besteht aus Ca^{2+} - und $(\text{OH})^-$ -Gruppen. Die Si-führende Schicht enthält zwei Ca-Ionen, die beide oktaedrisch koordiniert sind. Die Si-freie Schicht enthält drei Ca-Positionen von welchen zwei siebenfach koordiniert sind. Die letzte Ca-Position ist oktaedrisch koordiniert und statistisch besetzt, was die Varianz der Summenformel in der Literatur erklärt. Für das vorgeschlagene Strukturmodell (Taylor, 1977) wird $x = 0,2$ angenommen, woraus sich die Summenformel $\text{Ca}_{3,2}(\text{H}_{0,6}\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{OH})$ ergibt.

Killalait wurde von Aitken u. Taylor (1960) hydrothermal bei Temperaturen zwischen 165 und 200°C aus Kalk-Quarz-Mischungen mit einem C/S zwischen 1 und 2, einem W/F = 1 und Syntheszeiten von 8 h bis maximal 5 Tagen hergestellt. Wie beschrieben wird, waren die Produkte selten einphasig oder vollständig umgesetzt.

Scawtit, $\text{Ca}_7(\text{Si}_6\text{O}_{18})(\text{CO}_3) \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

Das karbonathaltige Calciumsilikathydrat Scawtit wurde wie die anderen Vertreter der gleichen Gruppe - Spurrut mit der Summenformel $\text{Ca}_5(\text{SiO}_4)(\text{CO}_3)$ und Tilleyit mit der Summenformel $\text{Ca}_5(\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{CO}_3)_2$ - in Hochtemperatur-Skarnen gefunden (Grice, 2005). Die hydrothermale Herstellung wird von Garbev (2004, S.193) beschrieben. Aus karbonatisierten C-S-H-Phasen mit einem C/S = 1,5 entsteht bei Temperaturen zwischen 150 und 200°C unter hydrothermalen Bedingungen stets Scawtit sowie eine weitere C-S-H-Phase mit einem C/S zwischen 2 und 2,5. Die Kristallstruktur wurde von Pluth u. Smith (1973) im monoklinen System in der RG $I2/m$ gelöst, wobei die Autoren anführen, dass die Positionierung der $[\text{CO}_3]^{2-}$ -Gruppe problematisch ist. Die Orientierung des Kohlenstoffs wäre in der RG Im wahrscheinlicher. Grice (2005) beschreibt in seiner Zusammenfassung eine Lösung in RG Im mit einer Struktur aus zwei Schichten. In der ersten Schicht befinden sich die flachen Dreiecke der $[\text{CO}_3]^{2-}$ -Baugruppen zusammen mit $[\text{Si}_6\text{O}_{18}]^{12-}$ -Ringen. Die zweite Schicht besteht aus Ca-Polyedern, wobei das Ca^{2+} von 6 bis 8 O^{2-} koordiniert ist. Die Ca-Schicht bietet Raum für Kristallwasser.

Tobermorit-Gruppe

Die prominenten Vertreter dieser Gruppe sind die Phasen 14Å-Tobermorit, 11Å-Tobermorit, Clinotobermorit, 10Å-Tobermorit und 9Å-Tobermorit. Die Minerale der Tobermorit-Gruppe besitzen eine Schichtstruktur mit Schichten in $(00l)$. Sie werden anhand ihres basalen Reflexes (002) charakterisiert. Mit zunehmender Hydratisierung nimmt die Höhe der Schichten von 9,3 Å auf 11,3 Å bis 14 Å zu, was einer Verschiebung des basalen Reflexes in Richtung größerer d -Werte entspricht (Bonaccorsi et al., 2005; Merlino et al., 2001). Die Tobermorite haben eine Komplexschicht als grundsätzliches Strukturelement gemeinsam. Diese ist aus einer Ca-Polyederschicht aufgebaut, die zu beiden Seiten von Si-Tetraedern umgeben ist. Die Si-Tetraeder bilden in 14Å- und 9Å-Tobermorit Dreier-Einfachketten aus, welche eine Länge von 7,3 Å besitzen. In 11Å-Tobermorit und Clinotobermorit sind es Dreier-Doppelketten. Wie Merlino et al. (1999) weiter ausführen, ist das Ca der Komplexschicht siebenfach von Sauerstoff umgeben, wobei eine pyramidale und eine domale Spitze ausgebildet wird. Die Tobermorite unterscheiden sich im Einzelnen durch den Aufbau und die Zusammensetzung der Schichten zwischen der Komplexschicht. Diese können Zeolith-ähnliche Eigenschaften besitzen und sind aus Ca^{2+} , $(\text{OH})^-$ und H_2O zusammengesetzt. Des Weiteren variieren die Strukturen innerhalb einer Mineralphase gemäß der Order-Disorder Theorie (Dornberger-Schiff u. Grell-Niemann, 1961) dahingehend, dass die Schichten nicht immer einheitlich verknüpft sind und somit eine Varianz in der Stapelfolge besteht.

2. Grundlagen

11Å-Tobermorit entsteht durch Entwässern von 14Å-Tobermorit bei Temperaturen über 100°C. Nach El-Hemaly et al. (1977) kann er hydrothermal bei 180°C und einem W/F von 20 aus CaO und SiO₂ (C/S = 1) hergestellt werden. Entsteht bei weiterer thermischer Behandlung (300°C) 9Å-Tobermorit, so wird von normalem 11Å-Tobermorit gesprochen, ist dies nicht der Fall, so liegt die anomale Modifikation vor. Biagioni et al. (2012) beschreiben darüber hinaus die Umwandlung von anomalem 11Å-Tobermorit aus dem Kalahari Manganfeld in N'Chwaning (Südafrika) in 10Å-Tobermorit.

Wie bereits Taylor (1964, S.185ff.) anführt, steht die Gruppe der Tobermorite strukturell in enger Beziehung zur nanokristallinen C-S-H-Phase, welche während der Hydratation von Portlandzement entsteht. Die Entwicklung der Festigkeit von Portlandzement ist auf diese nanokristalline C-S-H-Phase zurückzuführen. Die Zusammenhänge werden im Abschnitt 2.3 diskutiert.

Hydrogranat-Gruppe

Die grundsätzliche Granatstruktur wird nach Novak u. Gibbs (1971) gemäß der Formel X₃Y₂Z₃O₁₂ aus drei Polyeder-Einheiten aufgebaut. Diese sind ein verzerrter Würfel (X-Position), ein Oktaeder (Y-Position) und ein Tetraeder für die Z-Position. Die Tetraeder alternieren mit den Oktaedern und sind mit ihnen kantenverknüpft, so dass eine dreidimensionale Struktur entsteht. Betrachtet man jeweils die Sauerstoffe an den Ecken von Tetraeder und Oktaeder, so ergibt sich die achtfach koordinierte X-Position. Die kubische Struktur des Granat wurde in der RG $Ia\bar{3}d$ gelöst.

Die Hydrogranat-Gruppe kann als Mischkristall aus dem wasserfreien Endglied Grossular mit der Zusammensetzung Ca₃Al₂(SiO₄)₃ und dem Si-freien Endglied Hydrogrossular mit der Formel Ca₃Al₂((OH)₄)₃ beschrieben werden. Über eine isomorphe Substitution können vier OH-Gruppen jeweils einen Si-Tetraeder ersetzen. Dies resultiert in einer Vergrößerung des Gitterparameter (Lager et al., 1987), aber nicht in einer Änderung der Struktur. Die vier Wasserstoffe haben in der Struktur jeweils nur einen nächsten Sauerstoff, an den sie gebunden sind. Sie stehen nicht in Wechselwirkung mit weiteren O²⁻ und können daher als endständige OH-Gruppen betrachtet werden. Vertreter der Hydrogranat-Gruppe mit mehr als 50 % Grossularanteil werden als Hibscht bezeichnet, solche mit weniger als 50 % Grossularanteil als Katoit (Ferro et al., 2003).

2.3. Nanokristalline C-S-H-Phasen

Nanokristalline Calcium-Silikat-Hydrate und C-S-H-Gel sind, wie bereits angedeutet, maßgeblich für die mechanischen Eigenschaften verantwortlich die ein Zement entwickelt. In den vergangenen Jahrzehnten haben daher zahlreiche Forschergruppen ihren Fokus auf die

2. Grundlagen

Untersuchung der Eigenschaften, der Struktur, sowie der Entwicklung und Ausbildung der nanokristallinen C-S-H-Phase und der C-S-H-Gele gesetzt. Dabei werden nicht nur Produkte betrachtet die während der Hydratation von C_3S und β - C_2S entstehen, sondern auch solche, die sich durch Fällung bei RT wie z.B. in Sol-Gel-Prozessen, oder hydrothermal aus den verschiedensten Ausgangsstoffen bilden (Taylor, 1993; Cong u. Kirkpatrick, 1996; Viehland et al., 1996; Grutzeck, 1999; Nonat, 2004; Chen et al., 2004; Garbev et al., 2007; Black et al., 2007).

Je nach Ausbildung und Synthesemethode ist die C-S-H-Phase röntgenamorph oder verfügt über eine geordnete Struktur in zwei, oder auch drei Raumrichtungen (Cong u. Kirkpatrick, 1996). Taylor (1997, S.113ff) beschreibt das sogenannte C-S-H-Gel als Reaktionsprodukt von Portlandzement mit Wasser. C_3S und β - C_2S hydratisieren und setzen sich zu einer röntgenamorphen C-S-H-Phase und $Ca(OH)_2$ um. In der Beschreibung von Taylor liegt bereits eine geringe zweidimensionale Ordnung vor. Röntgendiffraktometrisch treten zwei Reflexe auf: ein breiterer zwischen $2,7 \text{ \AA}$ und $3,1 \text{ \AA}$ sowie ein etwas schärferer bei $1,82 \text{ \AA}$. Mit zunehmender Ordnung verfügt die C-S-H-Phase über eine dreidimensionale Struktur. Damit erhöht sich auch die Anzahl der Reflexe, welche der nanokristallinen C-S-H-Phase zugeschrieben werden können (Garbev et al., 2008a,b). Bei einer periodischen Struktur in drei Raumrichtungen tritt vor allem die Diskussion um einen basalen Reflex in den Mittelpunkt, für den die Werte in der Literatur allerdings zwischen $11,3 \text{ \AA}$ und 14 \AA variieren (Grangeon et al., 2013). Die Bezeichnung nanokristalline C-S-H-Phase und C-S-H-Gel, bzw. amorphe C-S-H-Phase werden in der Literatur nicht einheitlich verwendet. In dieser Arbeit wird von nanokristalliner C-S-H-Phase gesprochen, wenn die Fläche des breiten Reflexes zwischen $2,7 \text{ \AA}$ und $3,1 \text{ \AA}$ diskutiert wird. Davon zu unterscheiden ist der amorphe Anteil der sich im Rahmen der Auswertung von XRD-Messungen mit internem Standard ergibt. Dieser wird für einige Berechnungen der nanokristallinen C-S-H-Phase gleichgesetzt.

In der breiten Diskussion um die nanokristallinen C-S-H-Phasen, deren Variationen unter anderem von Richardson (2004, 2008) zusammengefasst wurden, besteht mittlerweile weitestgehend Konsens über das Vorliegen einer Schichtstruktur. In Abhängigkeit von C/S sollen die alternierenden Schichten dieser Schichtstruktur unterschiedlich zusammengesetzt und verknüpft sein. Laut Yu et al. (1999) sind die Baueinheiten bei $C/S < 1,3$ ähnlich dem 14 \AA -Tobermorit, dessen Struktur zwar vermutet aber erst später von Merlino et al. (2001) und Bonaccorsi et al. (2005) exakt gelöst wurde. Bei $C/S > 1,3$ soll die Struktur der des Jennit gleichen, die ebenfalls von Bonaccorsi et al. (2004) gelöst wurde.

Einem verbreiteten Ansatz folgen auch Garbev et al. (2008b). Demzufolge ist die C-S-H-Phase aus einer Komplexschicht aufgebaut, die der der Tobermorite gleicht, wie sie im Abschnitt 2.2 beschrieben wurde. Diese wechselt sich mit einer variablen Zwischenschicht

2. Grundlagen

ab. Die Zwischenschicht ist in Abhängigkeit des C/S, welches die C-S-H-Phase besitzt, unterschiedlich zusammengesetzt. In Abb. 2.3 ist die Schichtstruktur von 14Å-Tobermorit den von Garbev et al. (2008b) postulierten Strukturen der C-S-H-Phase für ein C/S von 0,67 sowie 1,25 gegenübergestellt.

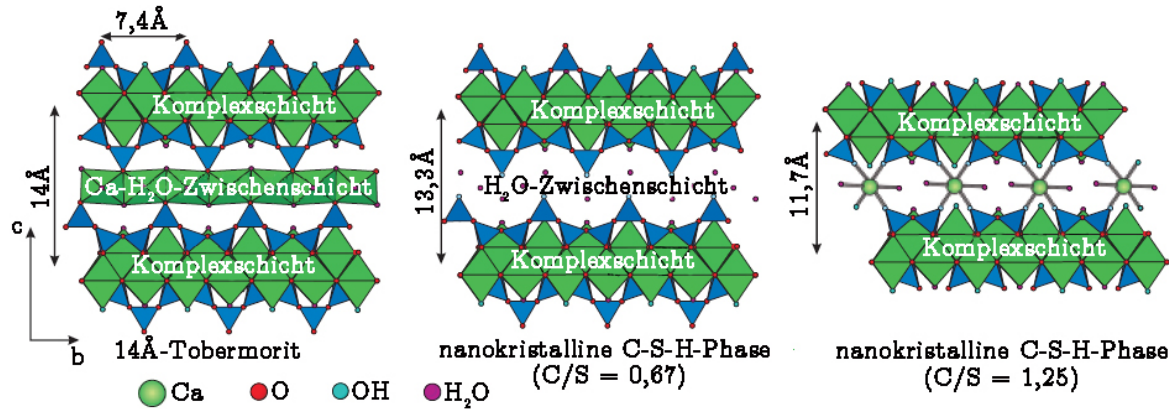


Abbildung 2.3.: Strukturannahmen für die nanokristalline C-S-H-Phase nach Garbev et al. (2008b). Links ist zum Vergleich zunächst die Struktur von 14Å-Tobermorit dargestellt. Dem folgen zwei Darstellungen der Struktur der nanokristallinen C-S-H-Phase bei C/S = 0,67 (mittig) und C/S = 1,25 (rechts).

2.4. Stabilitätsbereich kristalliner und nanokristalliner C-S-H-Phasen

Die Arbeit von Blanc et al. (2010) zeigt anhand einer detaillierten Literaturübersicht die Unterschiede in den Angaben über Stabilitätsbereiche für einzelne C-S-H-Phasen. Manche Phasen, die hydrothermal erst bei höheren Temperaturen auftreten, lassen sich z.B. auch durch mechanochemische Behandlung bei Raumtemperatur herstellen. Unterschiedliche Ausgangsstoffe beeinflussen die Bildung metastabiler Zwischenprodukte. Darüber hinaus wird die variable Synthesedauer, die zwischen wenigen Stunden und mehreren Jahren liegt, als Grund für die Varianz in den Angaben über Stabilitätsbereiche angeführt. Auch wird davon ausgegangen, dass sich für Reaktionen im System CaO-SiO₂-H₂O in den seltensten Fällen ein Gleichgewicht einstellt. Dennoch ist es möglich Schnittmengen zu bilden.

Einen Überblick über den Stabilitätsbereich der kristallinen C-S-H-Phasen bietet neben zahlreichen anderen auch Taylor (1964, S. 215). In der dafür gewählten Darstellungsweise ist das molare C/S gegen die Temperatur aufgetragen. Diese Darstellung wurde auch für die hier aufgeführten Stabilitätsbereiche in Abb. 2.4 übernommen und mit aktualisierten Daten für die hydrothermale Synthese kristalliner C-S-H-Phasen nach Garbev (2004)

2.5. *In situ*-Untersuchungen von Mechanismen und Kinetik im System CaO-SiO₂-H₂O – Stand der Forschung

Bereits Evans et al. (1995) entwickelten eine Reaktionszelle, mit der an Messstation 9.7 der UK Synchrotronstrahlungsquelle mittels energiedispersiver Röntgenbeugung (EDXRD) hydrothermale Reaktionen *in situ* verfolgt werden konnten. Mit dem experimentellen Aufbau wurde zunächst das Wachstum eines mikroporösen ZnS₂ untersucht. Kernpunkt der darauf folgenden Versuchsreihe war der Einbau von Cobaltocen in SnS₂ (Clark et al., 1995). Die von Evans et al. (1995) entwickelte Methodik wurde auch von Shaw et al. (2000a) eingesetzt und auf Fragestellungen im Zusammenhang mit C-S-H-Phasen angewandt.

Shaw et al. (2000b) untersuchten mittels zeitaufgelöster Klein- und Weitwinkelstreuung (SAXS/WAXS²) die Entwässerung von Hillebrandit über Larnit zu α -C₂S, sowie die Entwässerung von Xonotlit und Tobermorit zu Wollastonit. Für die Übergänge durch die Entwässerung wurde beobachtet, dass diese stets mit einer strukturellen Neuordnung und Rekrystallisationen einhergehen. Ausgangspunkt weiterer Untersuchungen von Shaw et al. (2000a) war die Frage danach, wie sich einzelne C-S-H-Phasen verhalten, die im Rahmen der Endlagerung in der Umgebung von radioaktiven Abfällen vorzufinden sind. Sowohl für Tobermorit als auch für Xonotlit wurde ein zweistufiger Bildungsprozess definiert. Aus den Ausgangsstoffen kristallisieren zunächst Schichten mit einer ausgeprägten Ordnung entlang der *ab*-Ebene, die ungeordnet entlang der *c*-Achse verknüpft sind. Die Struktur ähnelt der Struktur der nanokristallinen C-S-H-Phase. In einem zweiten Schritt regeln sich diese Ebenen ein, wodurch die Ordnung entlang der *c*-Achse zunimmt. Des Weiteren wurde festgestellt, dass die Reaktionsrate der Bildung von Tobermorit und Xonotilit aus einer semi-kristallinen C-S-H-Phase mit steigender Temperatur und steigendem Al-Gehalt zunimmt. Der Zugriff auf die Bildungsmechanismen zu Beginn der Synthese gestaltete sich schwierig wie Shaw einräumt, da die nanokristalline C-S-H-Phase, welche lediglich über eine Nahordnung verfügt, nicht vollständig durch Röntgenbeugung erfasst wird. In einer daran anschließenden Publikation diskutieren Shaw et al. (2002) Kinetik, Thermodynamik und Reaktionsmechanismen der Bildung von Gyrolith aus einem amorphen Gel. Für Gyrolith wird ein mehrstufiger Bildungsprozess vorgeschlagen. Zunächst kristallisiert aus dem amorphen Gel aus SiO₂ und CaO ein C-S-H-Gel, welches sich im Anschluss zu Z-Phase umsetzt, aus der wiederum das finale Produkt Gyrolith entsteht. Es wurde festgestellt, dass die Phasen dabei metastabil auftreten und sich ihre Stabilitätsgrenzen überlagern.

²Abkürzung für Small-/Wide-Angle X-ray Scattering

2. Grundlagen

In beiden Publikationen wurden aus den Diffraktogrammen der *in situ*-Experimente einzelne Reflexe der auftretenden Phasen betrachtet und als für diese Phase repräsentativ angenommen. Die normierte Fläche wurde der Reaktionsrate gleichgesetzt, um über die Avrami-Gleichung (Avrami, 1939, 1940, 1941) einen kinetischen Ausdruck zu formulieren und den Reaktionsmechanismus zu erschließen. Die Daten waren nicht eindeutig, so dass eine Mischung aus Diffusions-kontrolliertem und Phasengrenzen-kontrolliertem Wachstum angenommen wurde.

Kikuma et al. (2009) entwickelten eine eigene Messzelle für die *in situ* Untersuchung von hydrothermalen Reaktionen mittels XRD und setzten den Fokus ebenfalls auf Tobermorit, eine Phase die unter anderem für die Eigenschaften von Porenbeton von zentraler Bedeutung ist (Grutzeck, 2005). Es wurden zunächst zwei mögliche Reaktionsmechanismen für die Bildung von Tobermorit diskutiert. Zum einen, wie auch von Shaw angenommen, die Bildung über eine nanokristalline C-S-H-Phase und zum anderen unter Beteiligung der Übergangsphase Hydroxyllestadit. Bei der Bildung über Hydroxyllestadit kristallisiert zusätzlich Anhydrit als Sulfat-führende Phase. Aus der Vertiefung dieser Studien gingen weitere Rückschlüsse auf die Faktoren hervor, welche die Reaktion beeinflussen. Ein Vergleich zwischen der Reaktion von Portlandzement und Schnellzement zeigt, dass der Umsatz zu Tobermorit während der hydrothermalen Synthese von der Menge an Übergangsphasen (Hydroxyllestadit, nanokristalline C-S-H-Phase) abhängig ist. Der Schnellzement führt, dem Autor zufolge, bedingt durch die größere Oberfläche zur früheren Kristallisation von quantitativ mehr Übergangsphase als Portlandzement (Kikuma et al., 2010). Weitere Versuchsreihen mit SiO_2 und $\text{Ca}(\text{OH})_2$ als Ausgangsmaterial zeigten, dass die Tobermoritbildung andererseits aber vom C/S der nanokristallinen C-S-H-Phase unabhängig zu sein scheint. Eine größere Bedeutung wird der Si-Konzentration in der Lösung zugeschrieben, die durch die Reaktivität des eingesetzten Quarzes sowie der Menge des an der Reaktion beteiligten Wassers bestimmt wird. Eine geringe SiO_2 -Konzentration soll die Bildung von Tobermorit unterstützen (Kikuma et al., 2011). Diese Aussage wird von Matsui et al. (2011) noch konkretisiert. Mit größerem, weniger reaktivem Quarz läuft der Umsatz zu Tobermorit langsamer, dafür aber vollständiger ab. Die bereits im vorangehenden Abschnitt angeführte Arbeit von Blanc et al. (2010) betont ebenfalls den Einfluss des C/S der Lösung auf die Bildung von kristallinen C-S-H-Phasen. Während eine hohe CaO-Konzentration in Lösung zur Bildung von kristallinen C-S-H-Phasen mit hohem C/S führen, hat eine hohe SiO_2 -Konzentration in Lösung die Bildung von kristallinen C-S-H-Phasen mit niedrigerem C/S zur Folge.

Der Einfluss der Korngröße auf die Bildung von Tobermorit wurde neben der Arbeit von Kikuma auch von Bernstein u. Fehr (2012) mittels *in situ* Neutronendiffraktion untersucht. Von den Autoren werden verschiedene Reaktionsschritte festgestellt. Die Geschwin-

2. Grundlagen

digkeit der Bildung von Tobermorit soll zunächst durch die Löslichkeit definiert sein. Dann tritt eine Phase ein, in welcher die Bildung abhängig vom Stofftransport ist, bevor gegen Ende wieder eine Abhängigkeit von der Löslichkeit eintritt. Der Wechsel zwischen dem durch Löslichkeit bestimmten Mechanismus zu dem durch Transport bestimmten Mechanismus tritt früher ein, wenn der Quarz eine geringere Korngröße besitzt.

3. Methodik

In diesem Kapitel wird zunächst auf die Durchführung von Synthesen eingegangen, welche *ex situ* untersucht wurden. Zu den angewandten Methodiken gehört die Bestimmung und Charakterisierung des Phasenbestandes mittels XRD und REM, sowie ergänzende nasschemische Verfahren.

3.1. Durchführung von Laborsynthesen

Die Laborsynthesen wurden in Druckaufschlussbehältern von Berghof durchgeführt (siehe Abb. 3.1). Ein Trockenschrank heizte die Behälter bis auf 200°C. Die am Trockenschrank eingestellte Temperatur wurde fortan als Synthesetemperatur angegeben. Die Synthesedauer ist hier definiert als der Zeitraum ab dem sich der Druckaufschlussbehälter im Trockenschrank befand, bis zu dem Zeitpunkt zu dem selbiger wieder aus dem Trockenschrank entnommen wurde. Der eingesetzte Druckaufschlussbehälter oder auch Autoklav, besitzt keine Druck- oder Temperaturanzeige. Die Aufheizdauer bis zum Erreichen der Synthesetemperatur wurde auf unter eine Stunde geschätzt. Der Autoklav besteht aus einem äußeren Edelstahl-Druckcontainer (1.4571 Edelstahl) in dem sich ein Druckbehältereinsatz aus PTFE befindet. Dieser Behälter hat ein Innenvolumen von 48 ml \pm 3 ml. Der Druckaufschlussbehälter wird mittels Bajonettverschluss verschlossen und ist über eine Berstscheibe gegen Überdruck gesichert.

Die Edukte, die als Feststoff vorlagen, wurden vor der Synthese im Mörser homogenisiert und in die PTFE-Gefäße überführt. Pro Synthese wurden 3 g Feststoff verwendet. Zu den Feststoffen wurde eine durch das W/F definierte Menge deionisiertes Wasser und, je nach Löslichkeit der SiO₂-Quelle, NaOH zugegeben. Das deionisierte Wasser wurde kurz vor der Zugabe abgekocht. Nach Zugabe der flüssigen Komponenten wurden die Edukte erneut homogenisiert. Im Anschluss wurde der Autoklav umgehend verschlossen und im vorgeheizten Trockenschrank untergebracht.

Nach Ablauf der Synthesedauer wurden die Autoklaven abgeschreckt, wodurch das Ende der Synthese annähernd exakt definiert ist. Nach 15 Min. im Wasserbad wurde der Autoklav geöffnet, das Produkt durch Filtrieren von der flüssigen Phase getrennt und bei 70 °C getrocknet.

3. Methodik

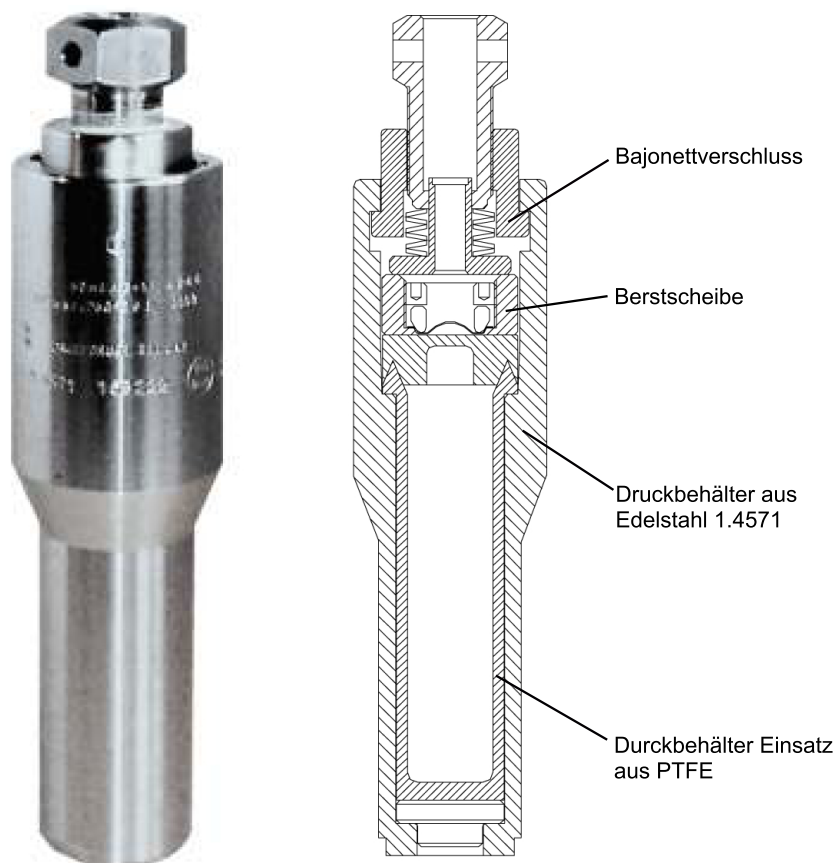


Abbildung 3.1.: Schemazeichnung eines DAB2 Druckaufschlussbehälters von Berghof. Aus dem Datenblatt von Berghof (www.berghof.com)

In Tabelle 3.1 sind die Standardparameter für die in Berghof-Autoklaven durchgeführten Synthesen definiert. Von diesen Parametern ausgehend wurden einzelne Größen variiert und die Auswirkung dieser Variation untersucht.

3.2. Röntgendiffraktometrie (*ex situ*)

Über röntgenpulverdiffraktometrische Untersuchungen wurden die Syntheseprodukte qualitativ und durch Zugabe eines internen Standards auch quantitativ erfasst. Zu diesem Zweck stand ein MPD-Diffraktometer in $\theta - \theta$ -Geometrie von PANalytical (Almelo, Niederlande) zur Verfügung, welches mit einer Cu-Röhre ($\lambda = 1,542\text{\AA}$) und einem Multi-Strip-PIXCEL Detektor ausgestattet ist. MPD steht dabei für Multi-Purpose-Diffractometer-System. Die Pulverproben wurden in einem Probenträger verdichtet. Es standen Probenträger für Mengen zwischen 0,6 g und 1,5 g zur Verfügung, die entweder frontal oder rückseitig befüllt wurden. Für die quantitative Auswertung wurden die Syntheseprodukte mit 20 % $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (99,997 %) gemischt, einem Standardmaterial der Alfa Aesar GmbH & Co KG (Karlsruhe, Deutschland) (LOT: C09W014).

3. Methodik

Tabelle 3.1.: Die für diese Arbeit als Standard definierten Parameter der durchgeführten Hydrothermalsynthese.

| | |
|------------------|---|
| Temperatur | 200°C |
| Synthesendauer | 24 h |
| C/S | 2; Einwaage = 3 g |
| W/F | 2; davon 5 ml NaOH (1-molar), 1 ml deionisiertes H ₂ O |
| pH | stark alkalisch |
| Edukte | Ca(OH) ₂ + SiO ₂ |
| Keime | Zugabe von 1,5-3,0 mg α -C ₂ SH-Keimen |
| Druckbedingungen | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) |

Die Messungen wurden bei 45 keV und 40 mA, mit Cu_{k α} -Strahlung, über einen 2θ -Bereich von 5° bis 120°, bei einer Schrittweite von 0,013° durchgeführt. Die Messzeit variierte zwischen 60 und 180 Minuten. Die Sollerblenden des Diffraktometers haben eine Spaltbreite von 0,04 Rad (2,3°). Ein Ni-Filter dient zur Absorption der β -Strahlung. Für die qualitative Phasenbestimmung wurde die Software X'Pert HighScore Plus, Version 2.2e von PANalytical und DIFFRAC^{plus} Eva, Version 9 von Bruker AXS (Karlsruhe, Deutschland) verwendet. Die quantitative Analyse sowie die Strukturverfeinerung über die Rietveld-Methode (Rietveld, 1967, 1969) wurden mit DIFFRAC^{plus} TOPAS, Version 4.2 durchgeführt. Dieses Programm wird ebenfalls von Bruker AXS vertrieben.

3.3. Rasterelektronenmikroskopie

Von ausgewählten Syntheseprodukten wurden Aufnahmen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) gemacht. Die Pulverproben wurden im ESEM-Modus (Environmental Scanning Electron Microscopy) oder im HV-Modus (Hochvakuum) untersucht.

Für die ESEM Untersuchung stand ein Gerät der Firma Philips FEI (Gräfelfing, Deutschland), Typ FEG XL 30 mit Feldemissionskathode zur Verfügung. Der Vorteil dieser Methode besteht in der Möglichkeit, bei niedrigem Druck (1 Torr) in Wasserdampfatmosfera zu arbeiten. Die Proben müssen für diese Anwendung nicht beschichtet werden. Die Messungen reagieren weniger empfindlich auf Druckschwankungen. Die Kathodenkammer und die Elektronensäule des Gerätes stehen weiterhin unter Hochvakuum und sind durch sogenannte druckreduzierende Blenden (Pressure Limiting Apertures) vom Probenraum getrennt (Flegler et al., 1995). Im ESEM-Modus wurde ein Gasphasen-Sekundärelektronen-Detektor (GSE-Detektor) bei 20 kV Beschleunigungsspannung und 10 mm Arbeitsabstand eingesetzt.

Die Bilder im Hochvakuum-Modus wurden an einem Supra 55VP der Carl Zeiss NTS GmbH (Oberkochen, Deutschland) bei 10⁻⁵ mbar aufgenommen. Es wurde ein Eberhart-

3. Methodik

Thornley-Sekundärelektronen-Detektor (SE-Detektor) verwendet, wobei die Beschleunigungsspannung bei 5 kV und der Arbeitsabstand 12 mm betrug. Die Proben wurden hierfür in der Q150R Bespatterungseinheit der Firma Quorum Technologies (Ashford, England) mit Gold beschichtet. Ergänzend wurde die Möglichkeit genutzt, die betrachteten Phasen mittels der integrierten energiedispersiven Röntgenfluoreszenzanalyse (EDRFA) chemisch zu kategorisieren. Dies fand bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV und einem Arbeitsabstand von 10 mm statt.

3.4. Titrimetrische Bestimmung von $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Die titrimetrische Bestimmung des $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Gehalts diente als ergänzende Methodik zu den XRD-Messungen mit internem Standard. Die XRD-Messungen mit Standard ermöglichten es, bei der Auswertung einen röntgenamorphen Anteil zu kalkulieren. Der amorphe Anteil konnte über Röntgendiffraktion nicht weiter charakterisiert werden und enthielt möglicherweise nebst anderen Phasen auch $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Midgley, 1979). Um eine genauere Abschätzung über den Umsatz von $\text{Ca}(\text{OH})_2$ machen zu können, wurde der Portlanditgehalt einiger Synthesen zusätzlich titrimetrisch erfasst. Dies wurde mittels der Methode der Freikalk-Bestimmung nach Franke (1941) durchgeführt. Der Restgehalt an CaO, der sogenannte Freikalk, gilt als Maß für die Qualität eines Zementklinkers (Härtel, 2005). Liegt der Anteil an CaO über 3 Gew.-%, so gefährdet dieser die Beständigkeit des Zements. Der Nachteil der Freikalk-Bestimmung ist es, dass auch das enthaltene $\text{Ca}(\text{OH})_2$ mit titriert wird. Es war auszuschließen, dass die exotherme Reaktion von CaO mit H_2O während einer hydrothermalen Synthese nicht vollständig abläuft. Somit wurde über die eigentliche Freikalkbestimmung ausschließlich der Anteil an $\text{Ca}(\text{OH})_2$ erfasst.

Für die Titration wurden 1 g Probe mit 20 ml Isopropanol sowie 3 ml Acetylessigsäureethyl ester gemischt und für 60 Min. bei 220°C und stetigem Rühren gekocht. Die Lösung, die das $\text{Ca}(\text{OH})_2$ enthielt, konnte dann nach 10 Min. Abkühlzeit über eine G4 Glasfritte vom übrigen Feststoff getrennt werden. Der Rückstand wurde mit 20 ml Isopropanol gewaschen. Im Anschluss wurde die Lösung mit 20 ml Methanol und 2 bis 3 Tropfen Bromphenolblau versetzt und mit 0,1 molarer Salzsäure rücktitriert. Der $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Anteil in Gewichtsprozent (*Gew.-%*) berechnet sich dann gemäß Gleichung 3.1 aus dem Quotienten aus Volumen (*V*) und Einwaage, multipliziert mit einem Faktor.

$$\text{Gew.} - \%[\text{Ca}(\text{OH})_2] = 0.2804 \cdot \frac{V}{\text{Einwaage}} \quad (3.1)$$

3.5. Oberflächenbestimmung der Ausgangsstoffe

Ein Punkt, der bei der Betrachtung von Reaktionsmechanismen zu berücksichtigen ist, ist die Reaktivität der Edukte, die unter anderem durch die Korngröße bzw. durch die auf die Masse bezogene Oberfläche beeinflusst wird. Die Oberfläche der Ausgangsstoffe wurde über die BET-Methode bestimmt. BET steht für S. Brunauer, P.H. Emmett und E. Teller, die eine Abhandlung über die Grundlagen der Methodik publizierten und damit die Basis für deren Entwicklung schufen (Brunauer et al., 1938). Es wurde ein Zusammenhang zwischen der Gesamtmasse der an einer Feststoff-Oberfläche angelagerten Gasmolekülen (m_A) und der Masse der in einer monomolekularen Schicht adsorbierten Gasmoleküle (V_m) hergeleitet. Dieser Zusammenhang wird durch Gleichung 3.2 ausgedrückt. Dabei ist p der gemessene Druck des Gases, p_0 der Sättigungsdampfdruck des Gases und C die von der Adsorptionswärme abhängige BET-Konstante.

$$\frac{p/p_0}{m_A(1 - p/p_0)} = \frac{C - 1}{V_m C} \cdot p/p_0 + \frac{1}{V_m C} \quad (3.2)$$

Für die Oberflächenbestimmung wurde ein Gas über das zuvor bei 105°C getrocknete Pulver geleitet. In den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurde Stickstoff eingesetzt. Ein Teil des Gases wurde an der Oberfläche der Probe bzw. des Pulvers adsorbiert. Anschließend wurde durch Verringerung des Drucks eine gewisse Menge an Gas wieder desorbiert. Aus der Reaktion zwischen Messgas und Probe, sowie der Druckänderung wurde eine Sorptionsisotherme berechnet. Diese führt über Gleichung 3.2 zum Volumen (V_m). Schließlich ergibt sich aus dem Volumen (V_m) und dem Flächenbedarf des eingesetzten Gasmoleküls die Oberfläche des Pulvers (Locher, 2000, S.267-268). Die Messungen wurden mit einem NOVA 4000e der Firma Quantachrom (Odelzhausen, Deutschland) durchgeführt. Die Menge wurde entsprechend der zu erwartenden Oberfläche angepasst.

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

Dieses Kapitel beschreibt die Entwicklung der Methodik zur *in situ* Untersuchung von Hydrothermalsynthesen mit Hilfe eines Mikro-Autoklaven, der sogenannten Hydrothermalzelle (HT-Zelle). Mit der HT-Zelle können im sehr kleinen Maßstab Synthesen unter Dampfdruck und Temperatur durchgeführt werden bei denen kristalline und nanokristalline C-S-H-Phasen entstehen. Wesentlicher Teil des Aufwands entfiel dabei neben Entwurf und Bau auf die Implementierung an der Beamline, die Automatisierung des Betriebs der HT-Zelle sowie die Entwicklung von Tools zur Automatisierung der Auswertung der großen Datenmengen (bis zu 600 Diffraktogramme pro Experiment). Dies wird in den folgenden Abschnitten beschrieben.

4.1. Aufbau und Montage der HT-Zelle

Die HT-Zelle wurde in Zusammenarbeit mit Krassimir Garbev, Biliana Gasharova und Ralf Weigel¹ entwickelt. Letzterer lieferte den Entwurf und die technischen Zeichnungen, wobei die Eigenschaften für die Anwendung an die SUL-X Beamline der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA optimiert wurden. Gebaut wurde die HT-Zelle von der SISTA Werkzeugbau GmbH (Eggenstein-Leopoldshafen, Deutschland). Der Bau wurde aus Mitteln des BMBF gefördert und ist Eigentum des KIT.

Die HT-Zelle besitzt ein Probenvolumen von 28,27 μl und kann bis 200°C betrieben werden. Die Menge an Edukten wurde für die Experimente so gewählt, dass ausreichend Restvolumen für die Ausdehnung des zugegebenen Wassers vorhanden ist. Gemäß der Dampfdruckkurve für H₂O wird bei 200°C ein Wasserdampfdruck von 15,79 bar im Reaktionsraum erreicht (Scheffler et al., 1981). Das Volumen des Wassers dehnt sich auf das 1,16-fache des Volumens bei RT aus. Die Feststoffe wurden in Form einer Presstablette zugegeben. Die Einwaage lag dabei zwischen 0,5 und 3,5 mg pro Tablette.

Die HT-Zelle ist mit zwei planparallelen, 400 μm starken Saphirfenstern der Firma Korth Kristalle (Altenholz, Deutschland) bestückt, die einen Strahlengang durch den Reaktionsraum und Messungen in Transmission realisieren. Dies ermöglicht es den Phasen-

¹Ralf Weigel, wissenschaftlich technische Beratung (<http://www.erudito.de>)

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

bestand *in situ*, d.h. während der Synthese, röntgendiffraktometrisch zu bestimmen und damit den Verlauf der Synthese zu verfolgen.

Die Konstruktion der Zelle entspricht einem „Sandwich-Prinzip“. Sie besteht, wie in der Explosionszeichnung von Abb. 4.1 dargestellt, aus einem Oberteil und einem Unterteil zwischen welchen sich zwei Saphirfenster und ein Saphirspacer befinden. Durch Verschrauben von Ober- und Unterteil über vier im Rechteck angeordnete Schrauben wird der Sandwich aus Fenstern und Spacer aufeinander gepresst, im Inneren entsteht der Reaktionsraum von circa 28 μl , was sich durch die Abmessung des Spacers ergibt, der 1 mm hoch ist und innen eine kreisrunde Aussparung von 6 mm im Durchmesser besitzt. Das Volumen wird abgedichtet, indem ein Viton-Dichtring gegen den Umfang der Fenster gepresst wird. Der Druck auf den Dichtring wird durch den Stützring (unten) und den Druckring (oben) aufgebaut, wobei der Druckring über drei Schrauben gleichmäßig an die Zellenunterseite angezogen wird.

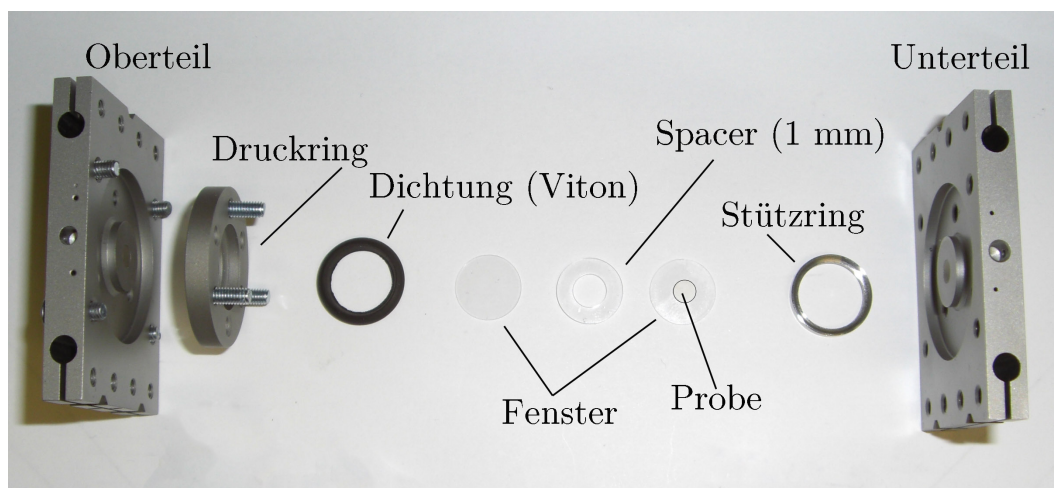


Abbildung 4.1.: Explosionsdarstellung der Hydrothermalzelle. Die Bezeichnung Unter- und Oberteil entspricht der Orientierung während des Zusammenbaus.

Beim Zusammenbau wird zunächst das Unterteil mit Stützring, unterem Fenster, Spacer und Dichtring außerhalb der Handschuhbox vormontiert. In der Box werden die Ausgangsstoffe in den Reaktionsraum (unteres Fenster und Spacer) eingebracht. Es folgen das obere Fenster und der Druckring und zuletzt das Oberteil. Um die sichere Handhabung der Zelle in der Handschuhbox zu gewährleisten, wurde eine Zentriervorrichtung entwickelt, in welche die Zelle eingespannt und dadurch ausgerichtet wird.

Beheizt wird der ganze Zellkörper durch vier unipolare, 60 Watt, 24 V starke Heizpatronen, je zwei in Ober- und Unterteil, die in Bohrungen an beiden Seiten untergebracht sind und durch Schrauben fixiert werden. Die Rückleitung des Heizstroms erfolgt über ein Kabel das mittig in jeder Zellenhälfte über Madenschrauben in Bohrungen fixiert wird. Der Zellkörper fungiert dabei als Leiter. Die Temperatur wird durch zwei Mantel-

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

Thermoelemente Typ 12, K (NiCr/NiAl) pro Zellenhälfte nahe dem Zentrum der Zelle abgenommen. Abbildung 4.2 zeigt die HT-Zelle in zusammengebautem Zustand, sowie die Orientierung der Komponenten.

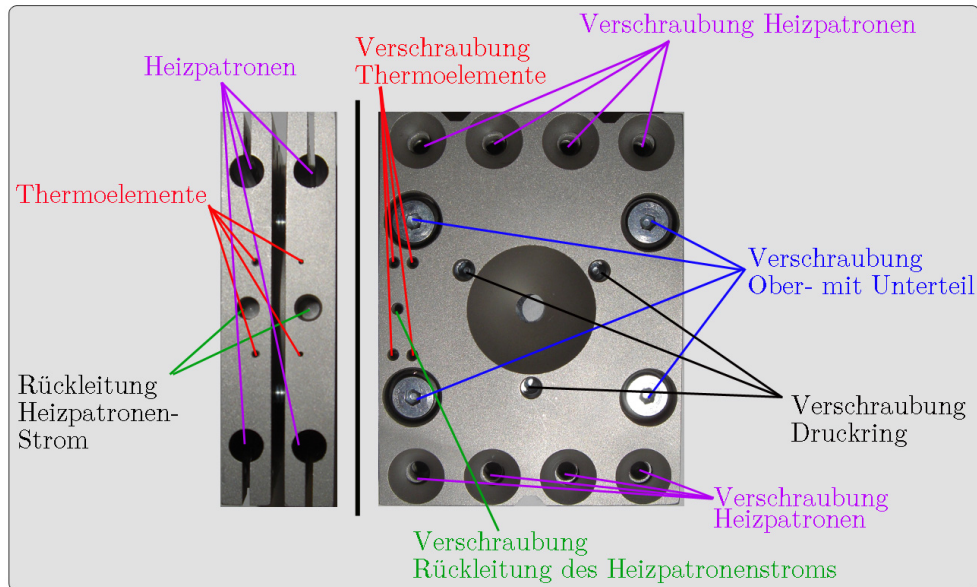


Abbildung 4.2.: HT-Zelle in zusammengebautem Zustand. Ebenfalls eingezeichnet ist die Orientierung der Thermoelemente und Heizpatronen sowie die Bohrungen für die Verschraubung der Komponenten.

4.2. Temperaturregelung

Die Synthesetemperatur wird durch eine Heizungssteuerung geregelt, die sich aus einem Eurotherm Regler Typ 3508 sowie zwei Wächtereinheiten Typ 2132i der Invensys Systems GmbH (Limburg an der Lahn, Deutschland) zusammensetzt. Der Regler besitzt zwei Regelkreise (Loop1 und Loop2) die abhängig voneinander je zwei Heizpatronen einer Zellenhälfte ansteuern. Die zwei Wächtereinheiten Typ 2132i kontrollieren die Prozesstemperatur und stoppen die Beheizung bei Überhitzung. Pro Regelkreis wird die Temperatur von je einem Thermoelement für die Steuerung und einem Thermoelement für die Überwachung ausgelesen.

Für die Bedienung der Heizungssteuerung wird die von Eurotherm angebotene Free-wareITools verwendet. Die Oberfläche der Software ist in Abb. 4.3 dargestellt. iTools wird über Ethernet mit dem Eurotherm-Regler verbunden. Über ein Parameterfenster sind alle Einstellungen des Reglers abrufbar, so dass sich die gesamte Bedienung vom PC aus durchführen lässt. Optional gibt es eine virtuelle Geräteansicht die den Regler abbildet. An diesem Abbild kann die Bedienung identisch zum Livegerät durchgeführt

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

werden. Zusätzlich gibt es die Möglichkeit, Einstellungen bis hin zur gesamten Konfiguration auch offline an sogenannten Clone-Geräten zu bearbeiten. Die Einstellungen lassen sich als Clone-Gerät speichern und bei Bedarf als Konfiguration auf den realen Regler übertragen.

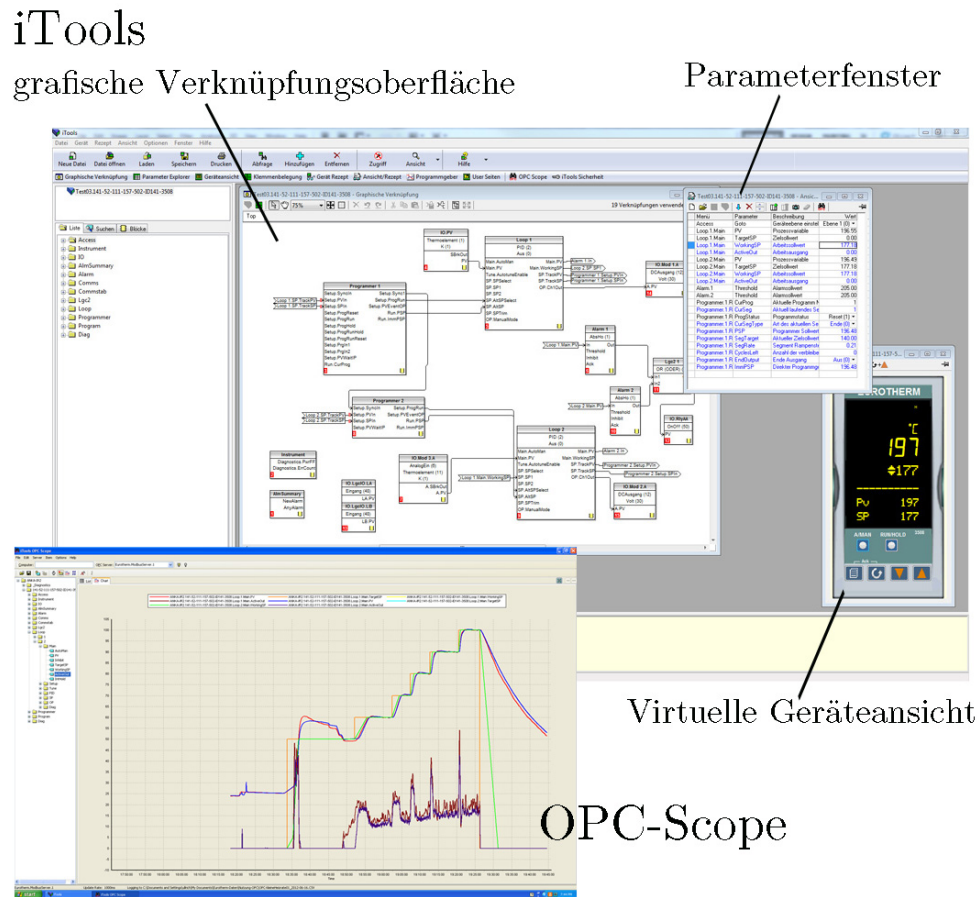


Abbildung 4.3.: Bedienelemente der Heizungssteuerung. Abgebildet sind die Oberfläche von iTTools und die Oberfläche von OPC-scope.

Im Verlauf eines Experiments ist nur das Oberteil der HT-Zelle in Kontakt mit dem Probenhalter. Das entsprechende Unterteil hat über die Verschraubung Kontakt zum Oberteil. Um eine gleichmäßige Heizung zu gewährleisten und einen Temperaturgradienten in der Probe zu vermeiden, wird die Temperatur des Unterteils der Zelle in Abhängigkeit von der Temperatur des Oberteils gesteuert. Die Solltemperatur der oberen Zellenhälfte ist der Zielsollwert der unteren Zellenhälfte, so dass das Unterteil nie wärmer wird als das Oberteil. Die hierfür nötige Verschaltung der beiden Regelkreise des Reglers wird in iTTools über die sogenannte „grafische Verknüpfungsoberfläche“ dargestellt die ebenfalls in Abb. 4.3 zu sehen ist.

Der Regler verfügt über eine automatische Selbstoptimierung, die einen Satz aus PID-Parametern verfeinert. Dieser Parametersatz gewährleistet, dass die angestrebte Tempe-

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

ratur zügig angefahren wird ohne den Sollwert um mehr als 1 bis 2°C zu überschreiten und dass ein Oszillieren der Temperatur um den Prozesswert während des Regelbetriebs unterbunden wird. Die PID-Parameter bestimmen die Ausgangsleistung mit der die Heizpatronen angesteuert werden und bestehen aus einem **Proportionalanteil**, einem **Integralanteil** und einem **Differenzialanteil**. Ersterer ist proportional zur Abweichung des Istwertes vom Sollwert. Der Integralanteil korrigiert die dauerhafte Abweichung vom Sollwert. Der Differenzialanteil steuert, wie intensiv der Ausgang auf Abweichungen reagiert und verhindert damit ein Oszillieren des Istwertes um den Sollwert.

Zusätzlich wurde iTools um das Softwarepaket OPC-scope vom gleichen Hersteller erweitert. OPC-scope ermöglicht es, beliebige Prozessdaten während des Experiments aufzuzeichnen. Die Daten werden in einstellbaren Zeitintervallen in eine csv-Datei geschrieben und sind damit für Tabellenkalkulationsprogramme wie Excel oder Origin lesbar. OPC-scope wurde verwendet um Temperaturplots zu erzeugen, die die Temperatur in Zellenoberteil und Zellenunterteil im Verlauf einer Synthese darstellen.

Temperaturkalibrierung

Die Genauigkeit der Heizungssteuerung wurde mittels Temperaturstandard in Testmessungen belegt. Hierzu wurde der Reaktionsraum mit KNO_3 befüllt und im Anschluss eine Heizrampe über die Heizungssteuerung gefahren. KNO_3 ändert die Struktur bei einer Temperatur von 128°C von der α - in die β -Modifikation (Christensen et al., 1996). Entsprechend wurden zunächst 70°C angefahren und ab diesem Punkt Temperaturrampen im Abstand von 5°C, mit einer Steigung von 10°C/1 Minute angesteuert. Ab 115°C wurde in 3°C-Schritten der Phasenübergang überfahren. Wie später in Abb. 5.9 zu sehen, beginnt die Phasenumwandlung laut Anzeige der Heizungssteuerung ab einer Temperatur von 113°C und ist bei 126°C abgeschlossen. Dies entspricht einer Abweichung von -2°C . Für die Temperatursteuerung wird damit eine Genauigkeit von $\pm 2^\circ\text{C}$ angenommen. Zusätzlich ist unabhängig von der Temperaturdifferenz eine Verschmierung des Phasenübergangs festzustellen. Die Umwandlung zur β -Modifikation beginnt bereits bei 113°C. Die letzten Reflexe der α -Modifikation sind ab 126°C verschwunden. Es ist anzunehmen, dass das KNO_3 mit Erreichen der nötigen Temperatur zu reagieren beginnt, dass allerdings eine gewisse Zeit notwendig ist bis die gesamte Probe umgesetzt ist.

4.3. Ausgangsstoffe

Für die Synthesen von C-S-H-Phasen in der HT-Zelle wurden $\text{Ca}(\text{OH})_2$ und SiO_2 gemischt und mit unterschiedlichen Mengen an deionisiertem H_2O und ggf. NaOH versetzt. Als SiO_2 -Quelle wurden ein technisches Quarzmehl der Friedrich GmbH (Eggenstein-

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

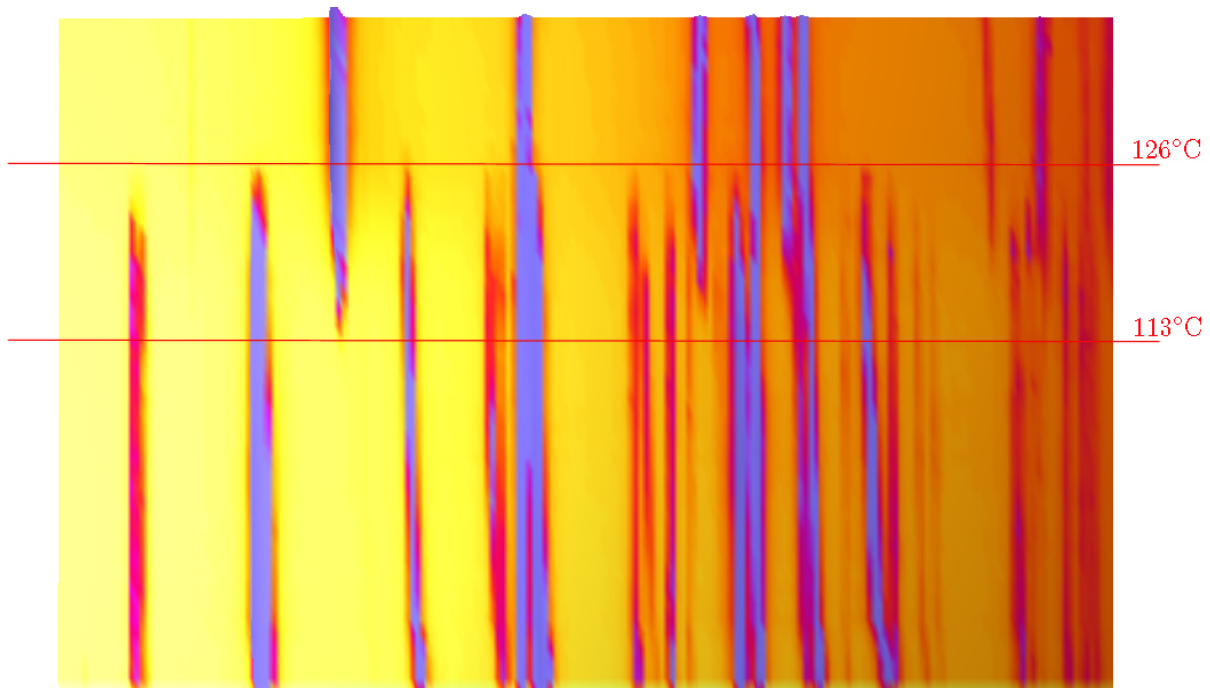


Abbildung 4.4.: Phasenumwandlung von KNO_3 von der α - in die β -Modifikation, zum Abgleich der IST-Temperatur im Reaktionsraum der HT-Zelle mit der gemessenen Temperatur der Heizungssteuerung.

Leopoldshafen, Deutschland) mit einer spezifischen Oberfläche von $0,768 \text{ m}^2/\text{g}$ und hochdisperses SiO_2 von Evonik (Essen, Deutschland) mit einer spezifischen Oberfläche von $185,165 \text{ m}^2/\text{g}$ eingesetzt. Eine detaillierte Beschreibung der Si-Quellen folgt in Abschnitt 5.1.1.

Um mit möglichst reinem Ca(OH)_2 zu arbeiten wurde das Edukt vor jeder Messserie frisch hergestellt. Als Ausgangsstoff wurde Calcit von der VWR International GmbH (Wien, Österreich) bezogen (Produktnummer 22641). Durch Brennen des Calcit bei 1000°C entsteht CaO (gewählte Brenndauer ca. 12 h), das aus dem Ofen direkt in die Handschuhbox überführt wurde. Dort wurde das CaO durch Zugabe eines Überschusses an frisch abgekochtem, deionisiertem Wasser zu Ca(OH)_2 umgesetzt. Der nasse Rückstand wurde bei 60°C unter Stickstoffatmosphäre für mindestens 48 h getrocknet. Das getrocknete leicht verbackene Ca(OH)_2 wurde bei minimalem Kraftaufwand im Mörser zu Pulver zermahlen. Die spezifische Oberfläche lag schließlich zwischen $10,29$ und $16,42 \text{ m}^2/\text{g}$. Auch das deionisierte H_2O das für die Synthese eingesetzt wurde, wurde frisch abgekocht, in kochendem Zustand in die Handschuhbox eingeschleust und bis zum Einsatz unter N_2 -Atmosphäre gelagert. Die eingesetzte NaOH -Lösung (1-molar) wurde ebenfalls vor jeder Messserie aus frisch abgekochtem, deionisiertem H_2O und Titrisol[®] hergestellt.

4.4. Probenpräparation und Karbonatisierung

Auch die weitere Präparation im Vorfeld der *in situ* Experimente wurde in Stickstoffatmosphäre durchgeführt, um den Einfluss von CO_2 zu minimieren. Dies ist notwendig, da C-S-H-Phasen bei Kontakt mit Luft bzw. dem vorhandenen CO_2 in der Luft bereits nach wenigen Minuten beginnen zu altern. Das CO_2 aus der Luft bildet mit Ca aus den C-S-H-Phasen Calciumkarbonate, was die strukturelle Nahordnung der Proben beeinflusst (Black et al., 2007).

Die Befüllung und der Zusammenbau der Hydrothermalzelle und die Präparation der Ausgangsmaterialien wurden daher auf das Arbeiten in einer Handschuhbox abgestimmt. Ein grundsätzliches Problem stellt dabei die elektrostatische Aufladung dar, aufgrund der es nicht gelungen ist, Mengen von 0,5 bis 3,5 mg Pulver der Ausgangsmaterialien quantitativ in den Probenraum der Zelle zu überführen. Aus den Mischungen der Ausgangsmaterialien wurden daher Presstabletten hergestellt. Für die Herstellung dieser Tabletten wurde eine Table Top Quick Press von S.A.F.I.R. (Knokke, Belgien) verwendet. Die Presse wird standardmäßig für die Herstellung von KBr-Tabletten mit Durchmesser von 2, 4 und 7 mm für Infrarotanwendungen angeboten. Ergänzend wurde ein Ionisatorstab der Firma Keyence (Osaka, Japan) in der Handschuhbox über dem Präparationsbereich angebracht und somit die elektrostatische Aufladung verringert.

Die Herstellung der Presstabletten fand gemäß dem folgenden Ablauf statt:

1. Der Ausgangsstoff wurde im gewünschten C/S in Mengen um 1 g im Mörser homogenisiert
2. Von der Mischung wurden 0,5 bis 3,5 mg eingewogen, auf die Stempelfläche des Presswerkzeugs gestreut und unter Zuhilfenahme des Spatel gleichmäßig verteilt.
3. Das Presswerkzeug wurde anschließend in die Presse eingesetzt. Der Druck wurde über den Abstand zwischen Stempel und Presswerkzeug eingestellt. Die Tabletten wurden weitestgehend bei gleicher Einstellung der Presse hergestellt
4. Zum Abschluss der Präparation wurde das Gewicht der Presstablette bestimmt, um im späteren Verlauf ein exakteres W/F zu gewährleisten

Limitierend für die Präparation war die maximale Menge an Lösung (7 ml) mit der das Reaktionsvolumen befüllt werden konnte. Um höhere W/F zu realisieren wurde daher die Einwaage reduziert. Dies hatte gemäß Gleichung 4.1 unter anderem zur Folge, dass sich die Höhe der Tabletten h_P verringert. Die Gleichung ergibt sich aus dem Volumen

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

eines Zylinders, der Einwaage, also Masse einer Presstablette m_P , der geringsten Dichte eines der Ausgangsstoffe, in diesem Fall $\rho_{Ca(OH)_2} = 2,23 \frac{g}{cm^3}$ und einer maximalen Packungsdichte von 68 %.

$$h_P = \frac{m_P}{\rho_{Ca(OH)_2}} \cdot \frac{1}{\pi \cdot r^2 \cdot 0,68} \quad (4.1)$$

In Abb. 4.5 wird die theoretische Berechnung der Höhe der Presstabletten der Vermessung der Höhen auf Mikroskopaufnahmen gegenübergestellt. Zu jeder Einwaage wurden vier Höhen am Rand der Presstablette gemessen. Die Aufnahmen wurden an einem Binokularmikroskop vom Hersteller Carl Zeiss NTS GmbH (Oberkochen, Deutschland) mit adaptierter Kamera erstellt. Die Berechnung wurde mit der Näherung durchgeführt, dass die geringste Dichte einer Komponente für die gesamte Presstablette angenommen wurde.

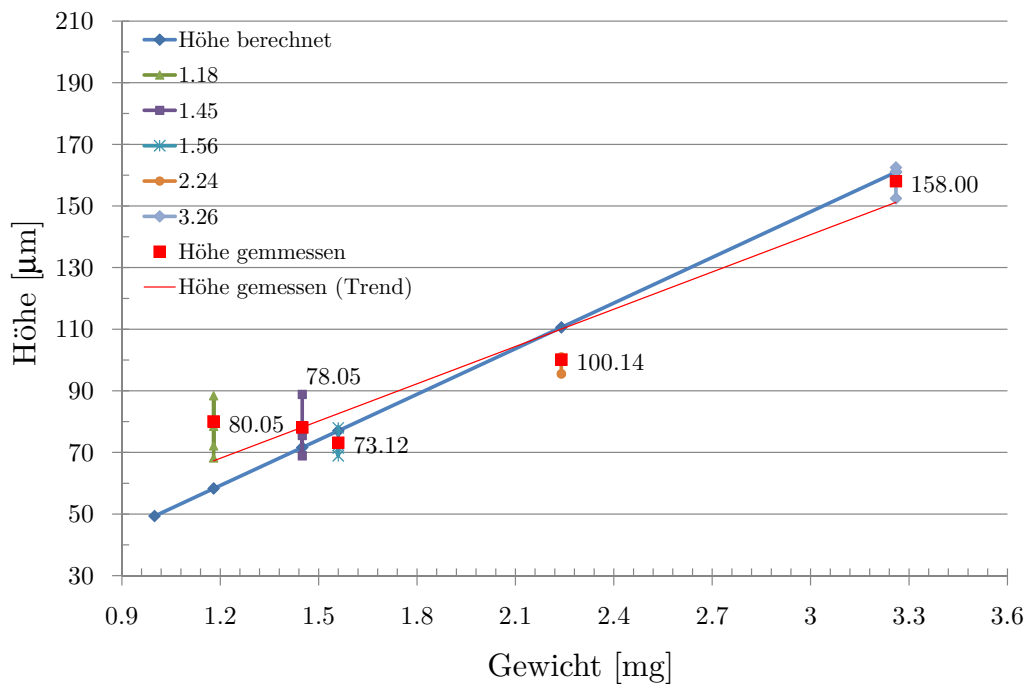


Abbildung 4.5.: Höhen von Presstabletten. Aufgetragen ist die Höhe in μm gegen die Einwaage in mg . Die rote Linie zeigt den Trend für die gemessenen Werte. Zu jeder Einwaage gibt es einen Mittelwert (rote Punkte). Zusätzlich ist die Streuung der gemessenen Werte rund um die Tablette (unterschiedliche Symbole und Farben) angegeben. Die berechneten Werte (blaue Linie) entsprechen einer Dichte von $2,23 \frac{g}{cm^3}$.

4.5. Das Strahlrohr SUL-X an ANKA

Die Angströmquelle Karlsruhe, kurz ANKA ist ein Teilchenbeschleunigerring der dritten Generation². An diesem Großforschungsgerät, das zum Karlsruher Institut für Technologie (KIT) am Campus Nord gehört, wird Synchrotronstrahlung eingesetzt, um an 14 Beamlines (zu deutsch: Strahlrohre) wissenschaftlichen Fragestellungen nachzugehen. An drei weiteren Beamlines werden Präzisionsbauteile hergestellt. Wiggler und Undulatoren machen den Beschleunigerring noch leistungsfähiger. ANKA wird mit einer Energie von 2,5 GeV bei einem maximalen Strahlstrom von 200 mA betrieben.

Die *in situ* XRD-Experimente mit der Hydrothermalzelle wurden an der Beamline SUL-X (Abk. für Synchrotron-Umwelt-Labor für Röntgenanwendungen) durchgeführt. SUL-X bietet die Möglichkeit an Proben unterschiedlichster Beschaffenheit Diffraktions-, Absorptions- und Fluoreszenzmessungen durchzuführen.

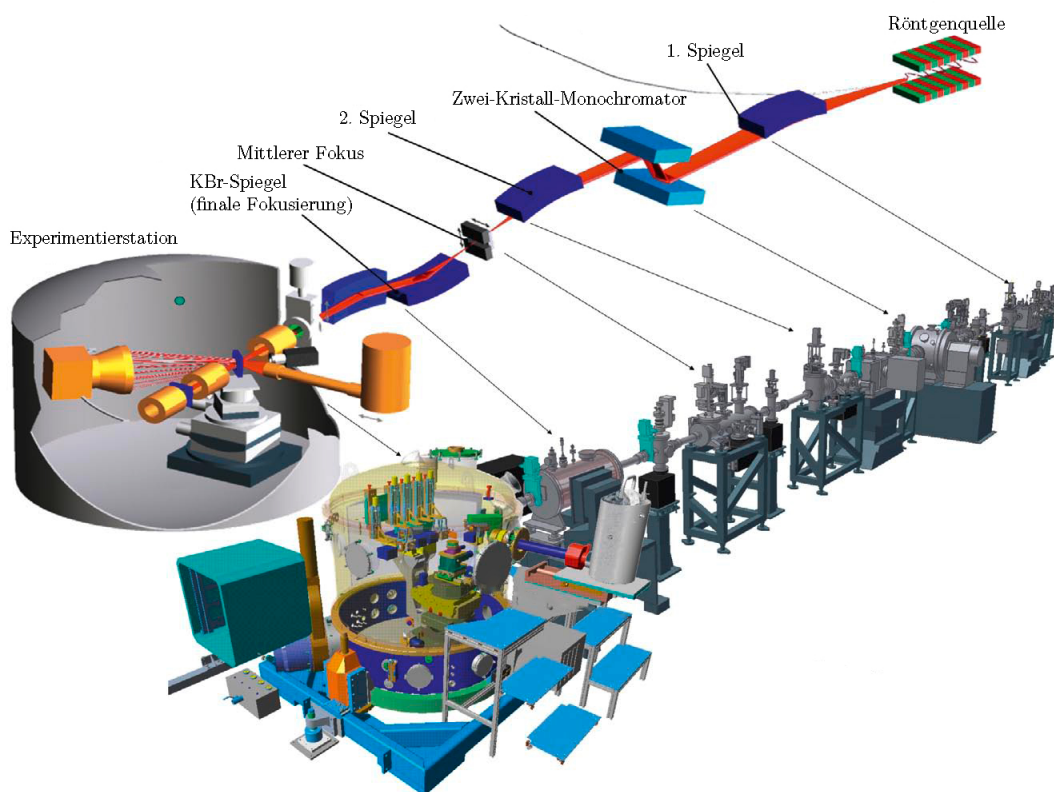


Abbildung 4.6.: Schematische Darstellung des Aufbaus des Strahlrohrs SUL-X an der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA (Darstellung auf <http://www.anka.kit.edu/1629.php>).

Als Quelle fungiert ein Wiggler. Ein Zwei-Kristall-Monochromator, der wahlweise mit Si(111), Si(311) oder YB₆₆(004) verwendet werden kann, erzeugt monochromatische Strah-

²Ergänzende Informationen sind auf der Webseite <http://www.anka.kit.edu> zu finden

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

lung im Bereich zwischen 2,3 und 19 keV. Spiegelsysteme ermöglichen einen Strahlquerschnitt auf der Probe zwischen 1 mm^2 und $0,30 \times 0,15 \text{ mm}^2$. Die Experimentierstation besteht aus einem doppelwandigen, schwingungsfrei gelagerten Vakuumcontainer, in dessen Zentrum sich der in x-, y- und z-Achse fahrbare Probenstisch befindet. Für Diffraktionsmessungen steht eine CCD-Kamera an einem 2θ -Arm zur Verfügung. Über zwei Ionisationskammern wird die Absorption der Proben ermittelt. Eine dritte Ionisationskammer ist in Strahlrichtung hinter dem experimentellen Aufbau orientiert um die Absorption von Referenzmaterialien zu messen und damit die Energiekalibrierung zu überprüfen. Ein 7-Element-Si(Li)-Detektor ermöglicht es, parallel dazu die Fluoreszenz der Probe zu ermitteln. Alle Detektoren befinden sich im Vakuum-fähigen Container um den Probenstisch. Abbildung 4.6 zeigt die schematische Darstellung von SUL-X.

4.6. Einbau und Orientierung der HT-Zelle

Der Probenstisch an SUL-X ist mit einem magnetischen Adapter ausgestattet, über den auf das Experiment abgestimmte Probenhalter aufgesetzt werden können. Für die Messungen mit der HT-Zelle wurde die Platte eines Probenhalters so modifiziert, dass die Zelle senkrecht mit der Oberfläche im 90° -Winkel zum Strahl orientiert ist. Die eingebaute Zelle ist mit vollständiger Verkabelung in Abb. 4.7 dargestellt.

Die Thermoelemente sind mit dem Probenhalter verschraubt. Über Thermoelementbuchsen und Vakuum-taugliche Leitungen werden die ausgelesenen Temperaturen an einem Adapter durch ein Vakuumflansch aus dem Vakuum-fähigen Container übergeben. Von diesem Adapter aus führen Kabel zur Heizungssteuerung. Die Heizpatronen sind auf dem Probenhalter an einen Steckverbinder der Serie CLIPLINEcomplete angeschlossen (hellgrüne Reihenklemme seitlich am Sockel), von dem aus die Verkabelung identisch zu der Verkabelung der Thermoelemente verläuft. Die Zelle ist dadurch kräftefrei gelagert.

4.7. Verlauf einer Messung

Die Messungen werden in Transmission mit fokussiertem Strahl durchgeführt, wobei ein Primärstrahlfänger die CCD-Kamera schützt, welche das Beugungsmuster der Probe aufzeichnet. Der Strahldurchmesser und damit die bestrahlte Fläche ist ca. 300 auf $150 \mu\text{m}$ groß. Während einer Synthese wird an drei Punkten der Probe gemessen. Hierzu wird der Probenstisch nach jeder Messung entlang der vertikalen Achse verfahren. Die Messpunkte liegen damit übereinander, wobei ihre Zentren voneinander 300 bis $500 \mu\text{m}$ entfernt sind, so dass sich die bestrahlte Fläche nicht überschneidet. Durch die Betrachtung des Phasenbestandes an verschiedenen Positionen auf der Probe sollen lokale Effekte aufgrund von

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

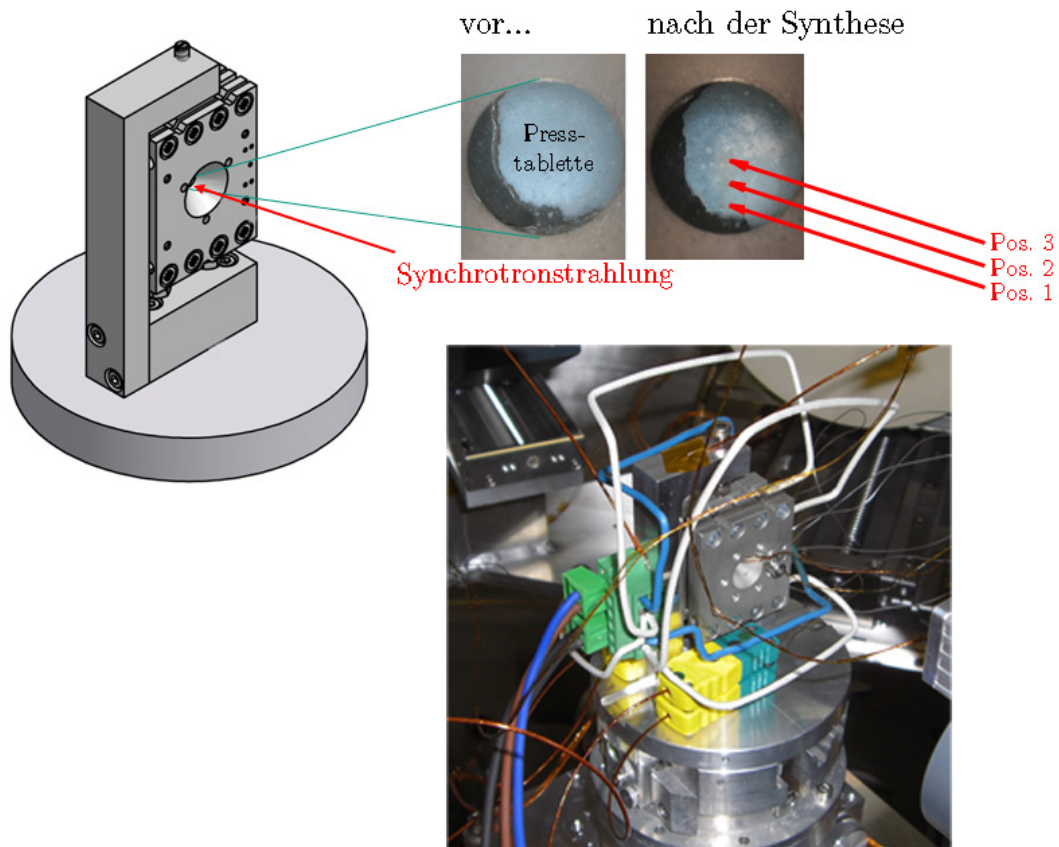


Abbildung 4.7.: Probenhalter und eingebaute HT-Zelle an SUL-X. Die vergrößerte Ansicht skizziert die Orientierung der Presstablette in der Zelle relativ zum Synchrotronstrahl.

Über-/Untersättigung, Unterschiede in der Zusammensetzung und Inhomogenitäten auf Mikrometerebene aufgezeigt werden. Die Orientierung von Zelle und Probe zum Strahl und die Lage der Messpunkte sind in Abb. 4.7 skizziert.

Die Synthesedauer liegt zwischen 400 und 800 Minuten. Die Belichtungszeit beträgt dabei 60 oder 90 s pro Punkt, was inklusive des Fahrtweges zwischen den Probenpositionen und der Auslesezeit einer zeitlichen Auflösung zwischen zwei Messungen des gleichen Punktes von 3,5 Min. bei 60 s Messzeit und 5,5 Min. bei 90 s Messzeit entspricht.

4.8. Intensitätsschwankung der Synchrotronquelle

Bei einer Synchrotronstrahlungsquelle wie ANKA handelt es sich um ein komplexes Großgerät, das nicht mit einer herkömmlichen Cu-Röhre, wie sie in Laborgeräten eingesetzt wird, vergleichbar ist. Schwankungen in Strahlstrom, Lebensdauer und Energie beeinflussen die Diffraktogramme. Dieser Einfluss, der ausschließlich auf die Quelle zurückzuführen

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

und der vom Verlauf der Synthese unabhängig ist, muss korrigiert werden. Hierzu wurde eine Normierungsprozedur entwickelt.

Um die Strahlschwankung als Eingangsgröße zu erfassen, kann an SUL-X die Ionisationskammer (*Ioni1*) vor der Probe verwendet werden. Die Intensität des Strahls wird in Form einer Zählrate vor jeder Messung aufgezeichnet. Es existiert somit zu jedem Diffraktogramm ein Wert aus *Ioni1* der Schwankungen wiedergibt mit denen die Diffraktogramme normiert werden können. Abbildung 4.8 zeigt das Verhalten der Quelle während einer Serie von Testmessungen anhand von Strahlstrom, Lebensdauer und Energie sowie die währenddessen aufgezeichnete Zählrate an der Ionisationskammer. Im Folgenden wird die Normierung im Detail besprochen.

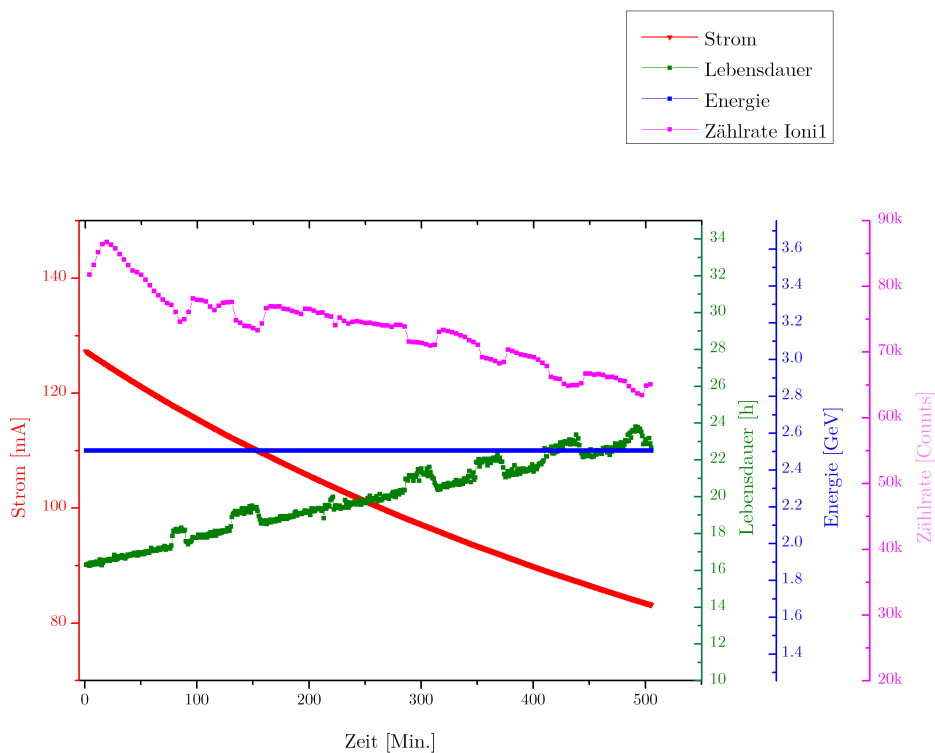


Abbildung 4.8.: Verhalten der Quelle während einer Testmessung. Änderung des Synchrotronstrahls anhand von Strahlstrom (rot), Lebensdauer (grün) und Energie (blau). Die Änderungen werden an der Beamline durch die Ionisationskammer (*Ioni1*) als Zählrate aufgezeichnet (pink).

Von der Zählrate an *Ioni1* muss zunächst ein Untergrund von 2000 Counts abgezogen werden. Dieser Untergrund der Ionisationskammer ist einstellbar und entspricht der Anpassung an SUL-X.

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

$$Ioni1[real] = Ioni1 - 2000 \quad (4.2)$$

Im Anschluss wird der arithmetische Mittelwert $Ioni1[Mittel]$ gebildet.

$$Ioni1[Mittel] = \frac{1}{[Anzahl\ Messungen]} \cdot \sum Ioni1[real] \quad (4.3)$$

Wie in Gleichung 4.4 beschrieben, wird mit diesem Mittelwert aus der Zählrate zu einem Diffraktogramm $Ioni1[D]$ ein relativer Korrekturfaktor $Ioni1[D, rel]$ berechnet.

$$Ioni1[D, rel] = \frac{Ioni1[D]}{Ioni1[Mittel]} \quad (4.4)$$

Von jeder Intensität I_D eines Diffraktogramms D muss erneut ein Untergrund von 100 Counts abgezogen werden. Dieser Untergrund wird künstlich von der herstellereigenen Software der CCD-Kamera während der Auto Offset Korrektur vor Ausgabe der CCD-Bilder aufaddiert, wie im Handbuch der Kamera beschrieben³.

$$I_{D-100} = I_D - 100 \quad (4.5)$$

Zuletzt wird jede Intensität I_{D-100} durch den Korrekturfaktor dividiert.

$$I_{kor} = \frac{I_{D-100}}{Ioni1[D, rel]} \quad (4.6)$$

Mit Hilfe der Normierung auf den Wert der Ioni1 wird der Abfall des Strahlstroms über die Zeit zuverlässig ausgeglichen. Dies gilt ebenso für die reguläre Zunahme sowie grobe Schwankungen der Lebensdauer. Ein Vergleich für eine unnormierte sowie normierte Referenzmessung von $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ist in Abb. 4.9 gegeben.

Tritt eine Änderung allerdings abrupt und damit innerhalb einer einzelnen Messung auf, greift die Normierungsprozedur nicht. In diesem Fall treten Artefakte in Form von Spitzen im zeitlichen Verlauf der Diffraktogramme auf. Diese lassen sich allerdings als solche identifizieren. Ein Beispiel hierfür wird im Folgenden kurz angeführt. In Abb. 4.10 ist die Zählrate an Ioni1 zusammen mit der maximalen Intensität, der Peakfläche, sowie der Halbwertsbreite des unnormierten $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Reflexes (101) im Verlauf einer Referenzmessung aufgetragen. Neben kleineren Schwankungen existieren zwei größere Ausreißer in den Kurven der Fläche und der maximalen Intensität zwischen 50 und 100 Min. sowie 400 und 450 Minuten. Diese korrelieren jeweils mit einer Abnahme in der Zählrate, bzw. einer abrupten Zunahme der Lebensdauer (Vergleich Abb. 4.8). Der Ausreißer zwischen

³Photonic Science VHR Camera, Seite 7 (www.photonic-science.co.uk)

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

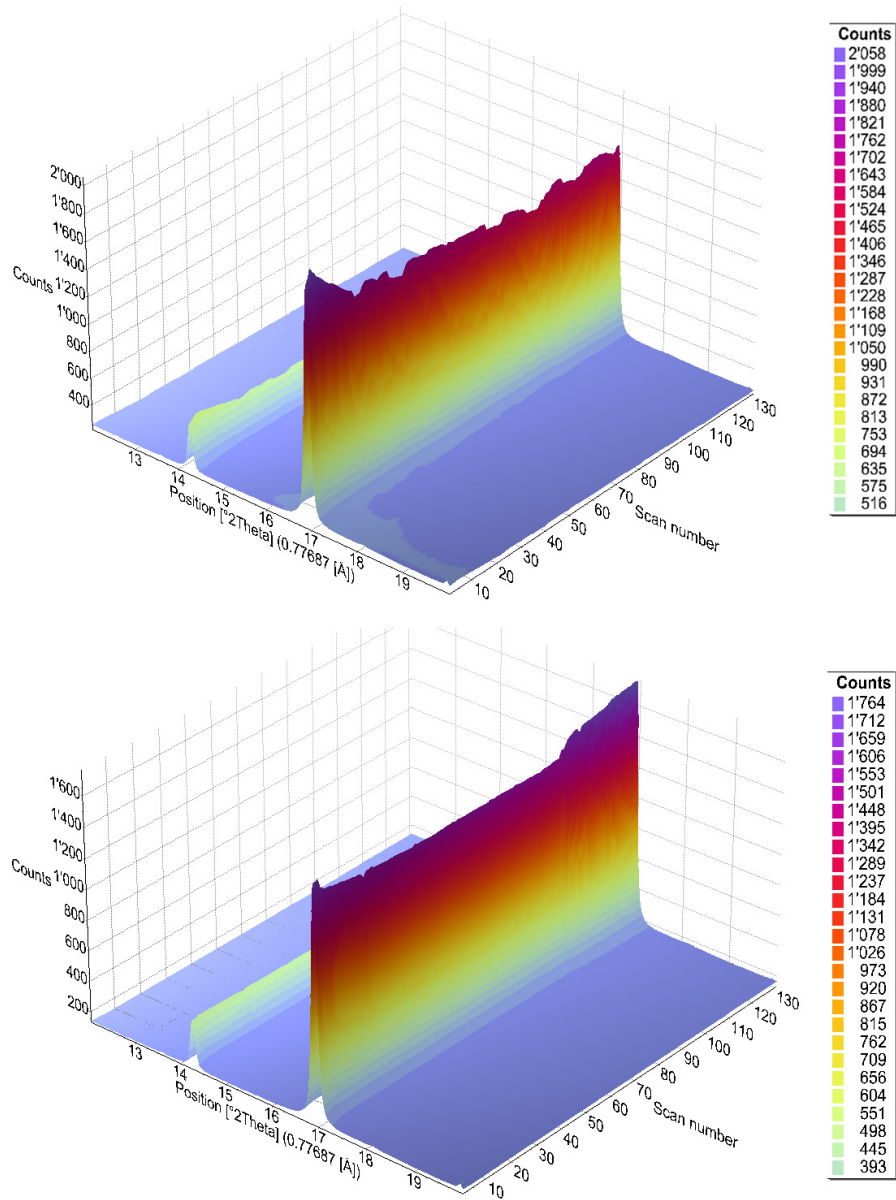


Abbildung 4.9.: Vergleich des Reflexes (101) von $\text{Ca}(\text{OH})_2$ vor der Normierung (oben) und nach der Normierung (unten). Auszug aus einer Referenzmessung.

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

50 und 100 Min. existiert auch in der Kurve der FWHM, ist dort aber zu größeren statt kleineren Werten hin verschoben.

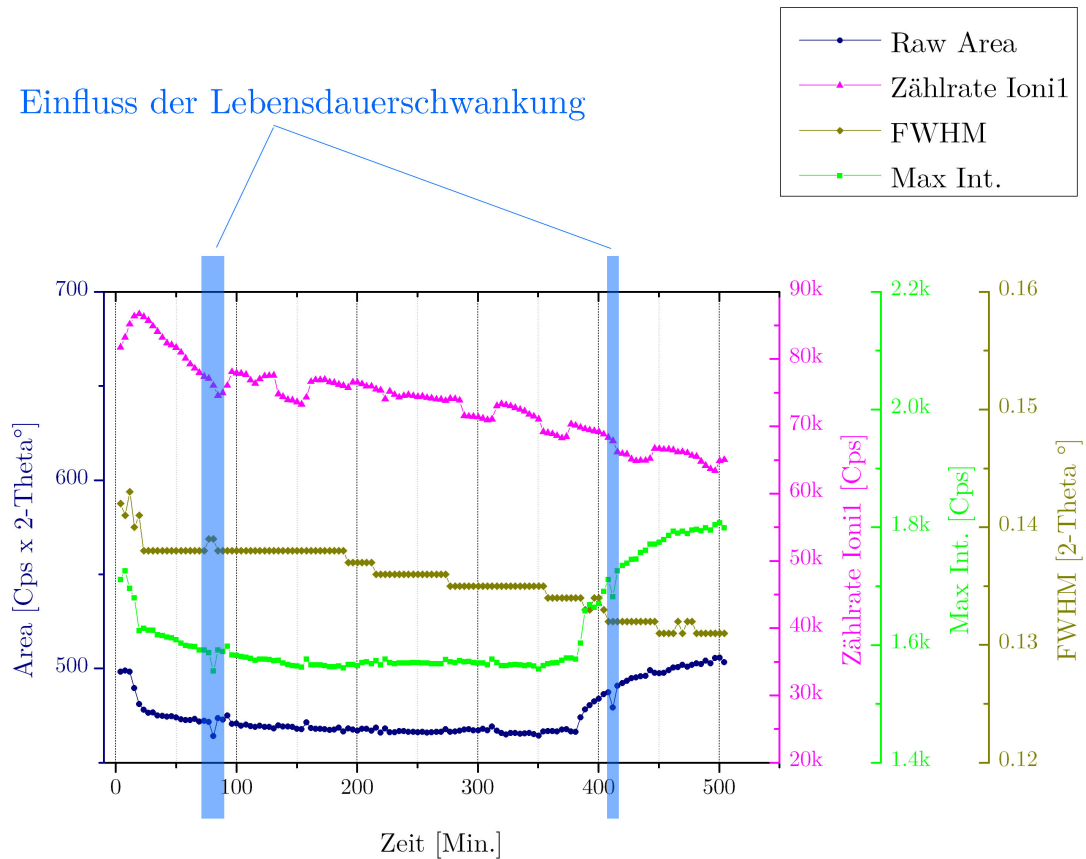


Abbildung 4.10.: Ausprägung des Reflexes (101) von $\text{Ca}(\text{OH})_2$ nach der Normierung, zusammen aufgetragen mit der Zählrate an Ioni1. Abgebildet sind die Peakfläche (blau), die Halbwertsbreite (gold-braun) sowie die maximale Intensität (hellgrün).

4.9. Auswertung und Darstellung der *in situ* Daten

Das Beugungsmuster der Probe wird an SUL-X, wie in Abschnitt 4.5 beschrieben, mittels CCD-Kamera erfasst. Für die Integration der Debye-Scherrer-Ringe und deren Umwandlung in äquivalente Diffraktogramme (2θ / Intensität) wurde die Freeware Fit2D verwendet (Hammersley et al., 1995; Moy et al., 1996). Über einen Standard werden die Charakteristiken der CCD-Kamera bei der Umwandlung durch das Programm miteinbezogen und diese damit als Quelle für methodische Fehler ausgeschlossen. Als Standard wurde Lanthanhexaborit (LaB_6) verwendet, welches in einer Kapillare neben der HT-Zelle angebracht

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

wurde. Das Zentrum der Presstablette und der Kapillare muss bei dieser Umsetzung den gleichen Abstand zur CCD-Kamera haben.

Die Messung des LaB_6 erfolgte jeweils zu Beginn einer Synthese während die Intensität des Synchrotronstrahls am Höchsten war. Diese LaB_6 -Messung wurde für die Umwandlung der gesamten Synthese verwendet. Die Abnahme der Intensität sowie Schwankungen des Synchrotronstrahls im Verlauf einer Synthese wurden durch die in Abschnitt 4.8 beschriebene Normierung korrigiert. Diese Normierung macht die einzelnen Messungen innerhalb einer *in situ* Synthese vergleichbar. Ein weiterer Korrekturfaktor war nötig, um den Anteil der nanokristallinen C-S-H-Phase und dem kristallinen Phasenbestand auch zwischen den einzelnen *in situ* Synthesen vergleichen zu können. Dieser Korrekturfaktor K_{LaB_6} berechnet sich aus dem Quotient der mittleren Intensität während einer Synthese, $I_{\text{oni1}}[\text{Mittel}]$ und der Intensität während der LaB_6 -Messung, $I_{\text{oni1}}[\text{LaB}_6]$.

$$K_{\text{LaB}_6} = \frac{I_{\text{oni1}}[\text{Mittel}]}{I_{\text{oni1}}[\text{LaB}_6]} \quad (4.7)$$

Die Auswertung der *in situ* Synthesen erfolgte mit der Rietveld-Methode (Rietveld, 1967, 1969). Dies ist bereits für ein einzelnes Diffraktogramm umfangreich und zeitintensiv. Eine vollständige *in situ* Synthese, wie sie im Rahmen der Arbeit durchgeführt wurde, umfasst bis zu 200 Diffraktogramme pro Messposition bei 3 Positionen pro Synthese. Die Makrosprache der Software Topas von Bruker bietet über einen Kommandozeilenmodus, den sogenannten „Launch Mode“, eine Vielzahl erweiterter Funktionen. Unter anderem wird es ermöglicht, die Anpassung mehrerer ähnlicher Diffraktogramme in Serie zu automatisieren. Dabei werden die freigegebenen Parameter zunächst für alle auftretenden Phasen einer Synthese an einzelnen Diffraktogrammen angepasst und anschließend in einer Input-Datei zusammengefasst. Diese Input-Datei entspricht der Textversion einer vollständigen Anpassung in Topas und kann im Launch Mode ausgeführt werden. Ein Beispiel für eine solche Input-Datei ist im Anhang zu finden (Abbildung B.1). Des Weiteren wurde ein DOS-Script geschrieben, welches im Anhang in Abbildung B.2 aufgeführt ist. Innerhalb dieses Scripts werden Schleifen durchlaufen in denen zunächst Topas ausgeführt, anschließend nacheinander jedes Diffraktogramm eines Punktes der betrachteten Synthese aufgerufen und die Input-Datei darauf angewendet wird. Die Ergebnisse, welche den Phasenbestand sowie verfeinerte Gitterparameter der Anpassung enthalten, werden in separate Textdateien geschrieben.

Da bei den *in situ* Messungen kein interner Standard vorhanden war und der Einsatz eines externen Standards nicht abschließend realisiert wurde, sind die Angaben des Phasenbestandes semi-quantitativ (Jansen et al., 2011; O'Connor u. Raven, 1988). Bestimmt wurde der kristalline Phasenbestand, ohne den amorphen Anteil zu berechnen. Ergänzend

4. Methodikentwicklung: HT-Zelle

wurde die Kristallisation der nanokristallinen C-S-H-Phase abgebildet. Dies geschah über die Änderung der Fläche der (110)-Reflexes zwischen 2,70 und 3,10 Å (Taylor, 1997, S. 113). Die Auswertung der XRD-Daten liefert, zusätzlich zum semi-quantitativen Phasenbestand, kristallographische Daten zu den einzelnen Phasen. Über die Halbwertsbreite und die Fläche des (122)-Reflexes von α -C₂SH war es möglich, zusätzliche Aussagen über den Verlauf der Kristallisation zu treffen. Ergänzend wurde das Verhältnis der Flächen des (122)-Reflexes von α -C₂SH und des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase betrachtet.

5. Ergebnisse

Kapitel 5 ist in zwei Bereiche unterteilt. Zunächst werden die Ergebnisse der Synthesen im Berghof-Autoklaven, die *ex situ* untersucht wurden betrachtet (Abschnitt 5.1 bis 5.3). Dem folgt die Darstellung der Ergebnisse aus den *in situ* Untersuchungen der Synthesen, die mit der HT-Zelle durchgeführt wurden (Abschnitt 5.4).

5.1. Wachstum von α -C₂SH bei variabler Synthesedauer und Verwendung von Quarzmehl

In diesem Abschnitt wird die Entstehung von α -C₂SH aus Quarzmehl und Ca(OH)₂ nach unterschiedlicher Synthesedauer *ex situ* betrachtet. Wie bereits in Abschnitt 3.1 definiert, entspricht die Synthesedauer der Verweilzeit des Autoklaven im Trockenschrank. Die Syntheseparameter sind Tab. 5.1 zu entnehmen. In den folgenden Abschnitten werden lediglich diejenigen Parameter aufgeführt, die von dieser Tabelle abweichen.

Tabelle 5.1.: Parameter der Synthesereihe zur Betrachtung der Kristallisation von α -C₂SH bei unterschiedlicher Synthesedauer

| | |
|--------------------------|---|
| Temperatur | 200 °C |
| Synthesedauer | 3 h, 6 h, 12 h, 24 h, 48 h, 7 T, 28 T |
| C/S | 2; Einwaage = 3 g |
| W/F | 2; davon 5 ml NaOH (1-molar), 1 ml deionisiertes H ₂ O |
| pH | stark alkalisch |
| CaO-Quelle | Weißkalkhydrat (VWR international GmbH) |
| SiO ₂ -Quelle | Quarzmehl (Friedrich GmbH) |
| Keime | Zugabe von 1,5 - 3,0 mg α -C ₂ SH |
| Druckbedingungen | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) |

5.1.1. Charakterisierung der Edukte

Das eingesetzte Quarzmehl ist ein technischer Rohstoff, welcher von der Friedrich GmbH aus Eggenstein-Leopoldshafen (Deutschland) bezogen wurde. Das technische Quarzmehl besitzt eine spezifische Oberfläche von 0,8 m²/g. Die Zusammensetzung des Rohstoffes

5. Ergebnisse

wurde mittels RFA¹ bestimmt. Das Quarzmehl enthält neben SiO₂ vor allem Al₂O₃ (3,85 Gew.-%). Die Elemente der Alkali und Erdalkaligruppe sind mit 0,10 Gew.-% K₂O, 0,03 Gew.-% Na₂O sowie 0,27 Gew.-% MgO und 0,04 Gew.-% CaO vertreten. Die Vermutung, dass es sich um Tonminerale handelt, konnte durch die XRD-Messung nicht bestätigt werden. Auch wurden keine anderen Al-haltigen Phasen identifiziert. Darüber hinaus enthält das Quarzmehl 0,19 Gew.-% Fe₂O₃, 0,03 Gew.-% TiO₂ und 0,02 Gew.-% MnO. Verunreinigungen im Spurenelementbereich sind Chlor (154 ppm) und Barium (394 ppm).

Das eingesetzte Ca(OH)₂ ist ein Weißkalkhydrat und ebenfalls ein Industrieprodukt. Es wurde von der VWR international GmbH bezogen. Da es nicht bei inerter Atmosphäre gelagert wurde, tritt Karbonatisierung im einstelligen Prozentbereich auf. Die XRD-Analyse ergab einen Calcitanteil von 2,4 Gew.-%. Darüber hinaus sind röntgendiffraktometrisch keine anderen Phasen neben Ca(OH)₂ erfasst worden. Die spezifische Oberfläche des Eduktes liegt bei 14,7 m²/g.

5.1.2. Phasenbestand des Syntheseproduktes

In Abb. 5.1 ist der variierende Phasenbestand der Syntheseprodukte für die verschiedenen Synthesen bei unterschiedlicher Synthesedauer dargestellt. Bei einer Ausdehnung der Synthesedauer um ein Vielfaches treten überraschenderweise neue Phasen im Syntheseprodukt auf. Der Phasenbestand wurde mittels XRD bestimmt, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben. Im Folgenden wird auf die Zusammensetzung der Produkte und die Morphologie der α -C₂SH-Kristalle im Einzelnen eingegangen.

Phasenbestand und Morphologie nach 3 h

Nach 3 h sind noch 20,8 Gew.-% Ca(OH)₂ und 5,3 Gew.-% Quarz vorhanden, was bedeutet, dass bereits 3/4 der Edukte umgesetzt wurden. Mit 64,9 Gew.-% ist der größte Teil des Produkts röntgenamorph. Die breiten Reflexe bei 3,0 Å und 1,84 Å sind der nanokristallinen C-S-H-Phase zuzuordnen. Es ist daher anzunehmen, dass der amorphe Anteil zumindest anteilig aus nanokristalliner C-S-H-Phase besteht. Auch das Wachstum von α -C₂SH hat bereits eingesetzt. Die initiale Menge von etwa 1 Gew.-% durch die Zugabe von Keimen hat sich auf 5,0 Gew.-% erhöht. Daneben ist Calcit vorhanden (4,2 Gew.-%), der allerdings nicht zwingend während der Synthese entstanden sein muss, sondern sich bereits im Vorfeld aus Ca(OH)₂, durch Reaktion mit dem CO₂ aus der Luft, gebildet haben kann und damit als Edukt eingebracht worden wäre.

¹**RFA:** Der Spurenelementgehalt wurde an Pulverproben mit wellenlängendispersiver Röntgenfluoreszenzanalyse (WDRFA) bestimmt. Für die Hauptelementanalyse wurden Schmelztabletten hergestellt und mittels energiedispersiver Röntgenfluoreszenzanalyse (EDRFA) gemessen (Nachweisgrenze 100-10 ppm). Die Messungen wurden am Institut für Mineralogie und Geochemie (IMG), KIT Campus Süd in Karlsruhe durchgeführt und durch Dr. Dipl.-Min., Ing. f. Kerntechnik Utz Kramar unterstützt.

5. Ergebnisse

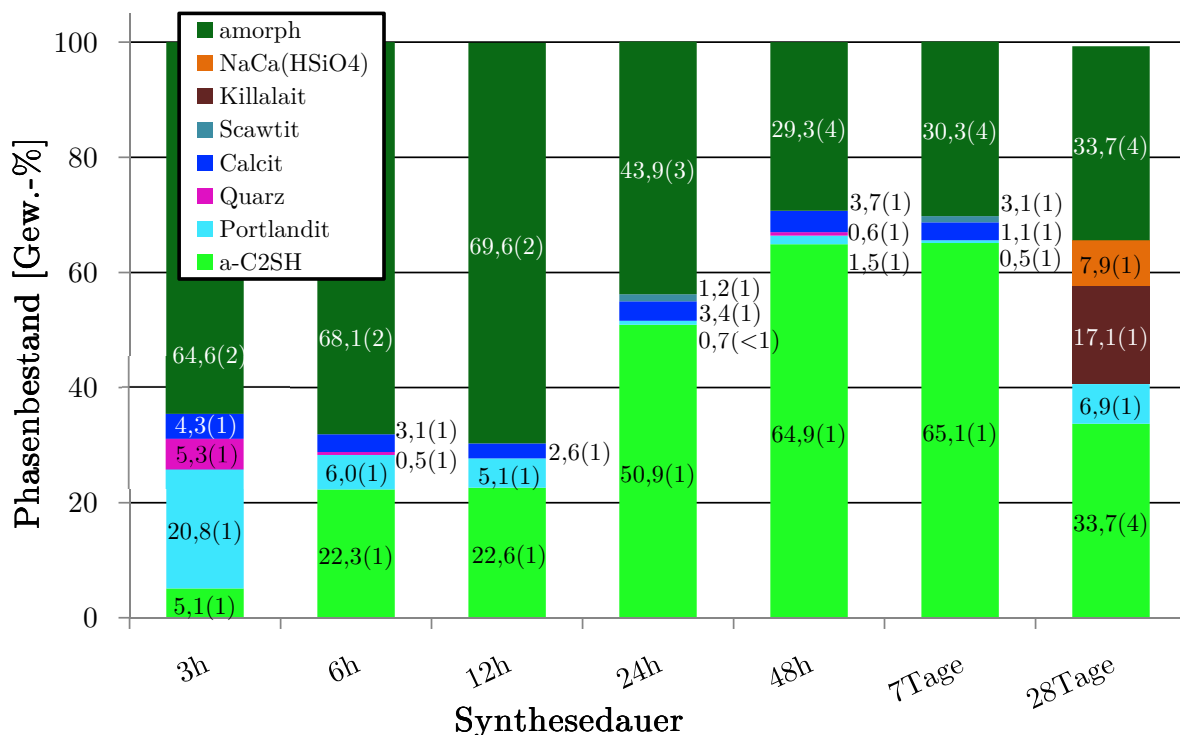


Abbildung 5.1.: Phasenbestand der Proben aus den Synthesen die mit industriellem Quarzmehl und unterschiedlich langer Synthesedauer durchgeführt wurden. Der Phasenbestand wurde mittels XRD ermittelt und ist in Gew.-% aufgeführt.

Das Produkt, dessen REM-Aufnahme in Abb. 5.2 dargestellt ist, besteht überwiegend aus Aggregaten xenomorpher Blättchen mit variabler Zusammensetzung. Die Elementbestimmung ergibt neben Ca und Si auch Na. Der amorphe Anteil aus der XRD-Messung wurde nicht weiter spezifiziert. Es kann sich dabei um röntgenamorphe C-S-H-Phasen und/oder neu gebildetes Ca(OH)₂ handeln. Zwischen den Aggregaten sind Kristalle von Quarz vorhanden, die Durchmesser um 10 µm aufweisen.

Phasenbestand und Morphologie nach 6 h

Nach 6 h Synthesedauer ist der Quarz nahezu vollständig verbraucht. Der Rückstand an Ca(OH)₂ ist auf 6,0 Gew.-% zurückgegangen. Die Synthese wurde bereits zu mehr als 1/5 zu α-C₂SH (22,3 Gew.-%) umgesetzt. Auch nach 6 h ist mit 68,1 Gew.-% noch der größte Teil des Produkts amorph. Wie bei 3 h Synthesedauer kann es sich dabei um nanokristalline C-S-H-Phasen oder neu gebildetes Ca(OH)₂ handeln. Daneben tritt Calcit auf (3,1 Gew.-%).

5. Ergebnisse

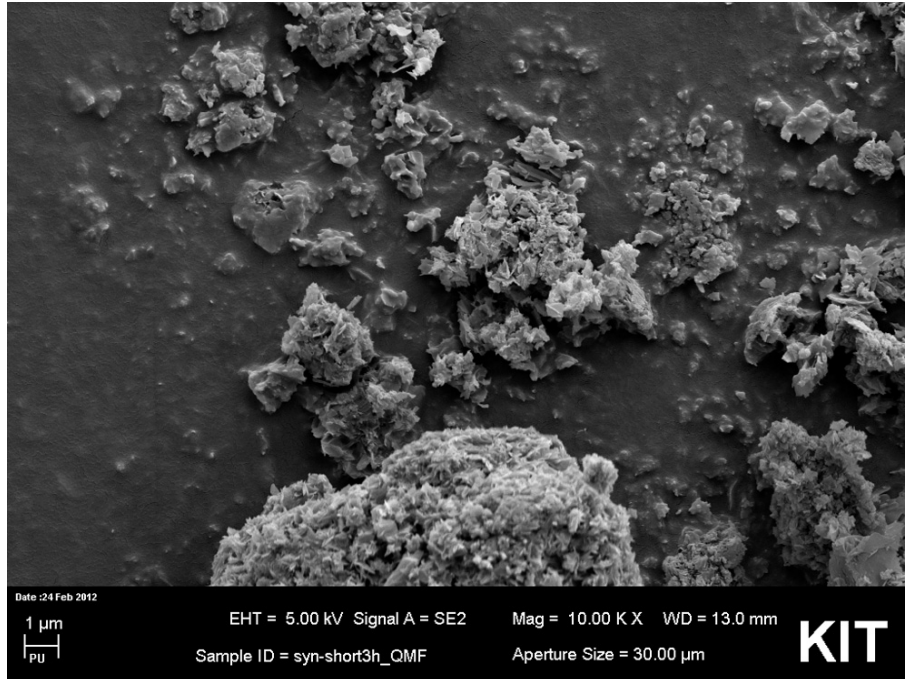


Abbildung 5.2.: REM-Aufnahme des Produktes der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 3 h Synthesedauer. Zu sehen sind Aggregate von xenomorphen Blättchen.

Neben den Aggregaten xenomorpher Blättchen, welche die Erscheinung des Produktes bereits bei 3 h Synthesedauer dominieren, sind bis $10\ \mu\text{m}$ lange und ebenso breite Blättchen mit ausgefransten Kanten vorhanden (Abb. 5.3). Die EDX-Analyse ergibt ein C/S das größer ist als 2,5 womit keine zweifelsfreie Zuordnung zu einer kristallinen Phase im Diffraktogramm möglich ist. Denkbar wäre entweder, dass es sich bei den größeren Blättchen um noch nicht abreagiertes $\text{Ca}(\text{OH})_2$ handelt, an dem C-S-H-Phase haftet, oder dass die Blättchen stattdessen bereits gebildetes $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ sind, welches Zusammenballungen mit $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bildet. Wären die großen Kristalle Neubildungen, müssten sie schnell gewachsen und idiomorph ausgebildet sein, was nicht der Fall ist. Die größeren Kristalle sind also eher $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Phasenbestand und Morphologie nach 12 h

Die Zusammensetzung der Probe mit 12 h Synthesedauer ist nahezu identisch mit der Zusammensetzung nach 6 h. Das Produkt besteht aus 69,6 Gew.-% röntgenografisch amorphem Material neben 22,6 Gew.-% $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ und 2,6 Gew.-% Calcit, so wie 5,1 Gew.-% $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Quarz tritt nicht mehr auf. Während die Fläche des breiten Reflexes bei $d = 1,8\ \text{\AA}$ im Vergleich zwischen den Diffraktogrammen der Produkte von 3 h nach 6 h Synthesedauer noch zunimmt, ist dies bei einer weiteren Verdoppelung der Synthesedauer nicht mehr der Fall. Die Reflexe von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ nehmen in Fläche und Intensitätsmaxima

5. Ergebnisse

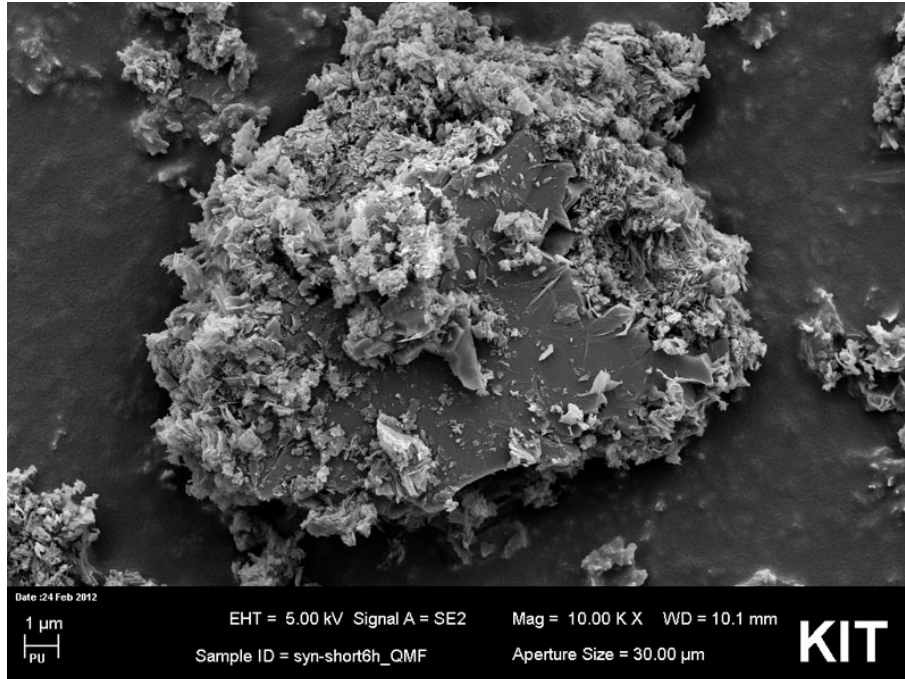


Abbildung 5.3.: REM-Aufnahme des Produktes der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 6 h Synthesedauer. Zu sehen sind xenomorphe Blättchen die sich um eine größere Platte mit ausgefransten Rändern zusammenballen.

ebenfalls nicht mehr im gleichen Maße zu. Stattdessen ändern sie die Verhältnisse zueinander. Die Berechnung des Pulverdiffraktogramms von α -C₂SH aus den Strukturdaten von Marsh (1994) ergibt (122) als stärksten Reflex. Im Vergleich der Diffraktogramme der Produkte nach 6 und 12 h Synthesedauer haben die Reflexe (002) und (004) stärker zugenommen als der Reflex, der mit (122) indiziert ist. Demzufolge bildet sich eine Vorzugsorientierung entlang (00 l) aus. Die Änderung der relativen Intensitäten der Reflexe kann darüber hinaus auch in Beziehung mit dem gleichbleibenden Anteil an α -C₂SH trotz Verdoppelung der Synthesedauer gesetzt werden. Größere α -C₂SH-Kristalle, die eine Vorzugsorientierung aufweisen, wachsen auf Kosten der kleineren Kristalle bei denen diese noch nicht ausgeprägt ist.

Das Produkt besteht weiterhin hauptsächlich aus xenomorphem Material welches Zusammenballungen bildet, wie in Abb. 5.4 zu sehen ist. Dazwischen befinden sich größere Blättchen von 0,5 μ m Höhe, die mehrere Mikrometer lang und ebenso breit sind. Dabei könnte es sich um erste hypidiomorph ausgebildete Kristalle von α -C₂SH handeln. Eine direkte Messung der Zusammensetzung mit EDX war nicht möglich.

Phasenbestand und Morphologie nach 24 h

Nach 24 h ist auch das Ca(OH)₂ (0,7 Gew.-%) nahezu vollständig umgesetzt, wie dies für Quarz bereits nach 12 h der Fall war. Mit 50,9 Gew.-% besteht die Hälfte des Produkts

5. Ergebnisse

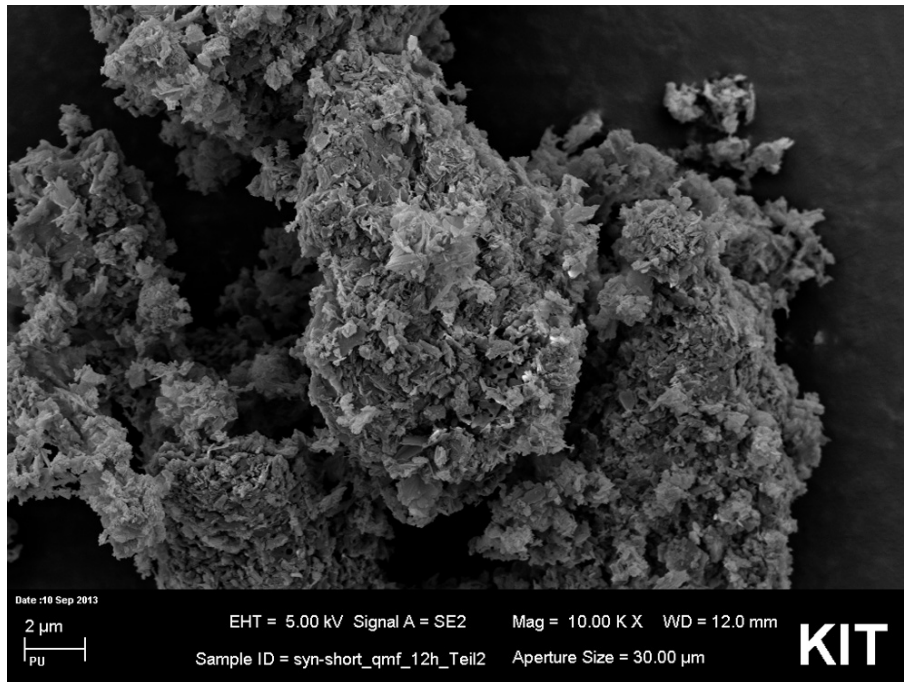


Abbildung 5.4.: REM-Aufnahme des Produktes der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 12h Synthesedauer. Die Aufnahme zeigt xenomorphe Blättchen unterschiedlicher Größe.

aus α -C₂SH. Daneben ist Calcit mit 3,4 Gew.-% vertreten sowie mit Scawtit (1,2 Gew.-%) eine zweite karbonatführende Phase. Der amorphe Anteil hat im Vergleich zu den kürzeren Synthesen um etwa 1/3 abgenommen und liegt bei 43,9 Gew.-%. Nachdem die Ausgangsstoffe umgesetzt sind, wachsen die größeren α -C₂SH-Kristalle auf Kosten der nanokristallinen Bestandteile als nächste SiO₂-Quelle weiter. Die nanokristalline C-S-H-Phase wird also verbraucht. Die Kristallflächen von α -C₂SH wachsen weiter, wie es sich bereits nach 12h abgezeichnet hat. Der (004)-Reflex ist mittlerweile stärker als der (122)-Reflex, die Vorzugsorientierung wird ausgeprägter.

Zwischen dem xenomorphen bis hypidiomorph-stengeligen Material welches den Hauptbestandteil in Abb. 5.5 ausmacht befinden sich 1-2 μ m hohe, bis mehrere 10er μ m lange und bis zu 10 μ m breite Platten. Obwohl aus der EDX-Analyse nicht eindeutig ein C/S = 2 bestimmt werden kann, wird vor allem aufgrund der Beobachtungen der Änderung der Kristallflächen davon ausgegangen, dass es sich bei den Platten um α -C₂SH handelt. Die Ergebnisse aus Röntgenbeugung und Mikroskopie stimmen überein. Die unter anderem von Heller (1952), Ishida et al. (1993) und Garbev (2004, S. 164 ff.) beobachtete Ausbildung von α -C₂SH in Form großer Platten kann anhand dieser Syntheserieihe in ihrer Kristallisation verfolgt werden. Ein schnelleres Wachstum entlang der *a*- und *b*-Achse hat große Flächen senkrecht der *c*-Achse zur Folge, was bei Röntgenmessungen in Reflexion in einer vermehrten Beugung entlang (00*l*) resultiert.

5. Ergebnisse

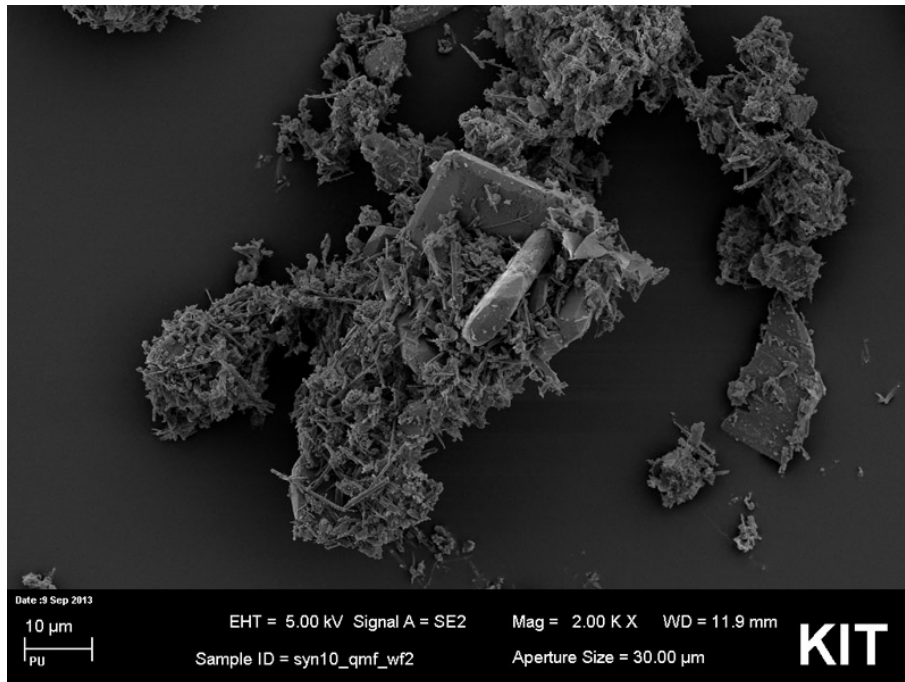


Abbildung 5.5.: REM-Aufnahme des Produktes der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 24 h Synthesedauer. Die Aufnahme zeigt α -C₂SH-Kristalle sowie hypidiomorphes bis xenomorphes Material.

Phasenbestand und Morphologie nach 48 h

Die Zunahme des Anteils an α -C₂SH beträgt bei einer weiteren Verdoppelung der Synthesedauer 14 Gew.-% (insgesamt 64,9 Gew.-% α -C₂SH). Sie fällt damit deutlich geringer aus als bei der vorausgehenden Verdoppelung der Synthesedauer von 12 auf 24 h, bei der sich die Menge an α -C₂SH ebenfalls etwa verdoppelt hat. Darüber hinaus ist mit 1,5 Gew.-% wieder etwas mehr Ca(OH)₂ enthalten. Auch Quarz wurde in geringen Mengen von unter 1 Gew.-% festgestellt. Die Calcit-Menge bewegt sich mit 3,7 Gew.-% in einem ähnlichen Bereich wie für die Synthesen zuvor. Der restliche Bestand entfällt auf das amorphe Material, welches 29,3 Gew.-% einnimmt. Dies ist erneut ein geringerer Wert, als derjenige der für die vorangehende Probe mit kürzerer Synthesedauer bestimmt wurde. Bei ausreichend langer Synthesedauer wird die zunächst als Hauptprodukt vorhandene nanokristalline C-S-H-Phase wieder gelöst, wohingegen die α -C₂SH-Kristalle weiter wachsen und deren Anteil zunimmt. Die Vorzugsorientierung von α -C₂SH in (00 l) hat sich im Vergleich zur vorangehenden Synthese verstärkt.

Das Aussehen nach 48 h, in Abb. 5.6 dargestellt, wird dominiert durch hypidiomorphe plattig ausgebildete α -C₂SH-Kristalle, deren Größe derjenigen Größe nach 24 h gleicht. An den Platten haften die bei kürzerer Synthesedauer dominierenden xenomorphen, ausgefranzten Stängel oder Blättchen. Die Kristalle sind teilweise mehrfach zu Gruppen verwachsen, wobei große Platten andere durchdringen. Je nach Winkel ähnelt das Erschei-

5. Ergebnisse

nungsbild dem einer Blüte. Auffällig ist, dass die großen Platten Anzeichen von Auflösung in Form von unebenen Kanten und Löchern in den Flächen zeigen. Dies ist vermutlich auf Konzentrationsunterschiede in der Lösung zurückzuführen. Die kleineren Kristalle bestehen lokal weiter, während die Untersättigung in der Umgebung der größeren Kristalle zur teilweisen Auflösung selbiger führt. Die kleinen Kristalle könnten auch eine spätere Ausfällung sein, die durch eine abrupte Übersättigung der Lösung während der Abkühlung stattfand.

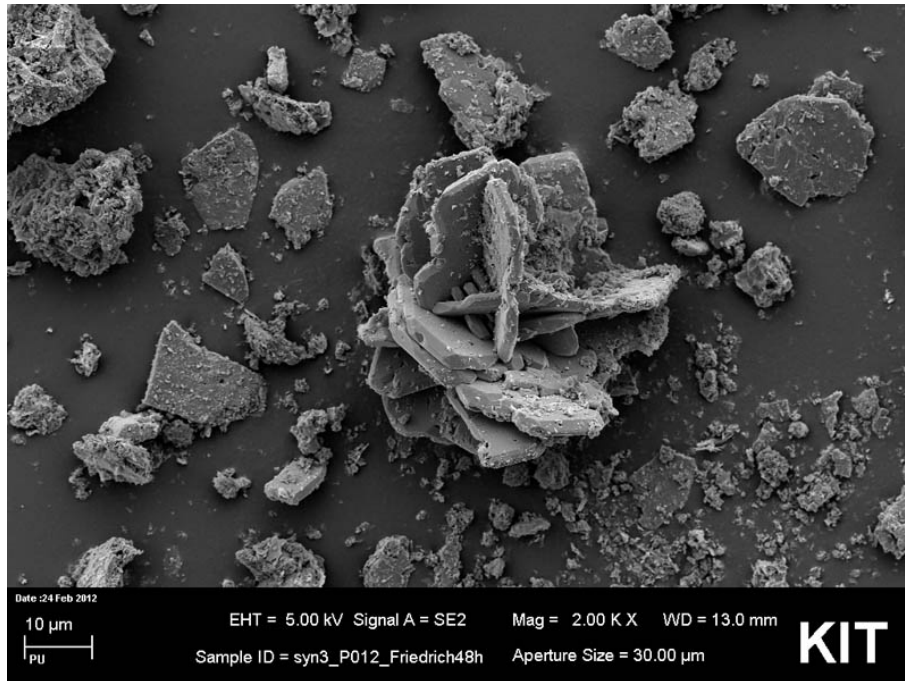


Abbildung 5.6.: REM-Aufnahme des Produktes der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 48 h Synthesedauer. Zu sehen sind α -C₂SH-Platten die stark verwachsen sind sowie xenomorphe, ausgefranzte Blättchen und Stängel.

Phasenbestand und Morphologie nach 7 T

Wird die Synthesedauer auf 7 Tage ausgedehnt, ändert sich der Phasenbestand im Vergleich zur 48 h-Synthese im einstelligen Prozentbereich. Die Menge an α -C₂SH ist mit 65,1 Gew.-% etwa gleich. Genauso verhält es sich mit Calcit (3,1 Gew.-%) und Ca(OH)₂ (0,5 Gew.-%). Quarz wurde erneut vollständig umgesetzt. Wie in der Synthese mit 24 h Synthesedauer ist zusätzlich 1,1 Gew.-% Scawtit enthalten. Der amorphe Anteil ist mit 30,3 Gew.-% ebenfalls fast gleich groß. Die Vorzugsorientierung von α -C₂SH ist noch einmal deutlicher ausgeprägt als bei kürzerer Synthesedauer. Die Intensitäten des (122)- und des (004)-Reflexes sind fast gleich.

In den REM-Aufnahmen in Abb. 5.7 sind identische Kristalle zu sehen, wie sie bereits nach 48 h vorhanden waren. α -C₂SH bildet erneut bis zu 2 μ m starke, 10 μ m breite

5. Ergebnisse

und maximal 30 μm lange Platten, welche mehrfach verwachsen sind. Die Kristalle sind hypidiomorph bis idiomorph ausgebildet, allerdings ist der Auflösungsprozess weiter fortgeschritten. Dies zeigt sich durch zahlreiche Löcher in den Flächen bis hin zum Verlust der idiomorphen Ausbildung. Darüber hinaus haben sich neben xenomorphen, ausgefranzten Blättchen auch 1 bis 2 μm lange Stifte mit quadratischem Querschnitt gebildet. Es handelt sich hierbei sehr wahrscheinlich um Killalait, $\text{Ca}_{3+x}(\text{H}_{1-2x}\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{OH})$ mit $x = 0,2$. Die Phase ist im Diffraktogramm aufgrund des zu geringen röntgenographisch erfassbaren Anteil noch nicht zu erfassen, tritt aber in der Synthese nach 28 Tagen auf (siehe folgender Abschnitt).

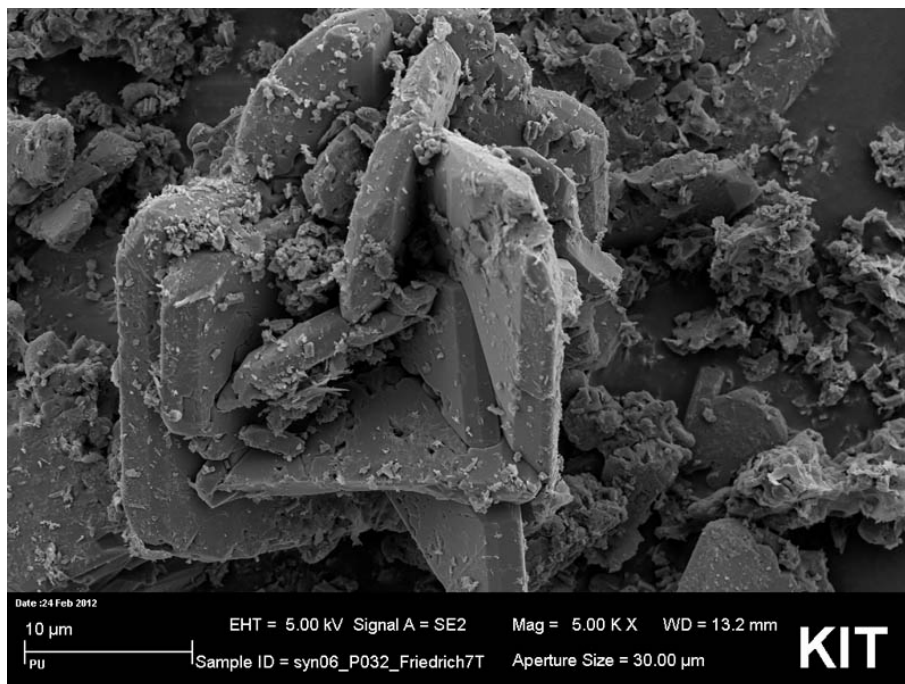


Abbildung 5.7.: REM-Aufnahme des Produktes der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 7 T Synthesedauer. Abgebildet sind stark verwachsene $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ -Platten sowie xenomorphe, ausgefranzte Blättchen und kleine Killalait-Kristalle mit quadratischem Querschnitt.

Phasenbestand und Morphologie nach 28 T

Bei einer Synthesedauer von 28 T treten neue Phasen im Produkt auf. Neben $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$, das nur noch 33,7 Gew.-% einnimmt, hat sich Killalait gebildet. Das Gruppensilikat macht 17,1 Gew.-% des Produkts aus. Darüber hinaus wurde eine Phase mit der Zusammensetzung $\text{NaCa}(\text{HSiO}_4)$ in der Raumgruppe $\text{P}2_1/\text{m}$ mit 7,9 Gew.-% röntgenografisch erfasst. Bis zu einer Synthesedauer von 7 Tagen ist keine Phase aufgetreten die Natrium führt.

Die länglichen Kristalle mit quadratischem Querschnitt, die bereits nach 7 Tagen in kleineren Mengen vorhanden waren, wurden erneut in den REM-Aufnahmen (siehe Abb.

5. Ergebnisse

5.8) gefunden. Sie haften als kleinere längliche Kristalle auf den α -C₂SH-Platten, bilden aber auch separate Aggregate größerer Stifte mit 1 x 1 μ m Querschnitt und bis zu 10 μ m Länge. Es muss sich hierbei um Killalait handeln (Nawaz, 1974). Eine EDX-Analyse eines großen Kristallverbandes hat nur etwa 2 Mol-% Na bei 30 Mol-% Ca ergeben. Dies ist stöchiometrisch zu wenig für eine Phase mit der Zusammensetzung NaCa(HSiO₄).

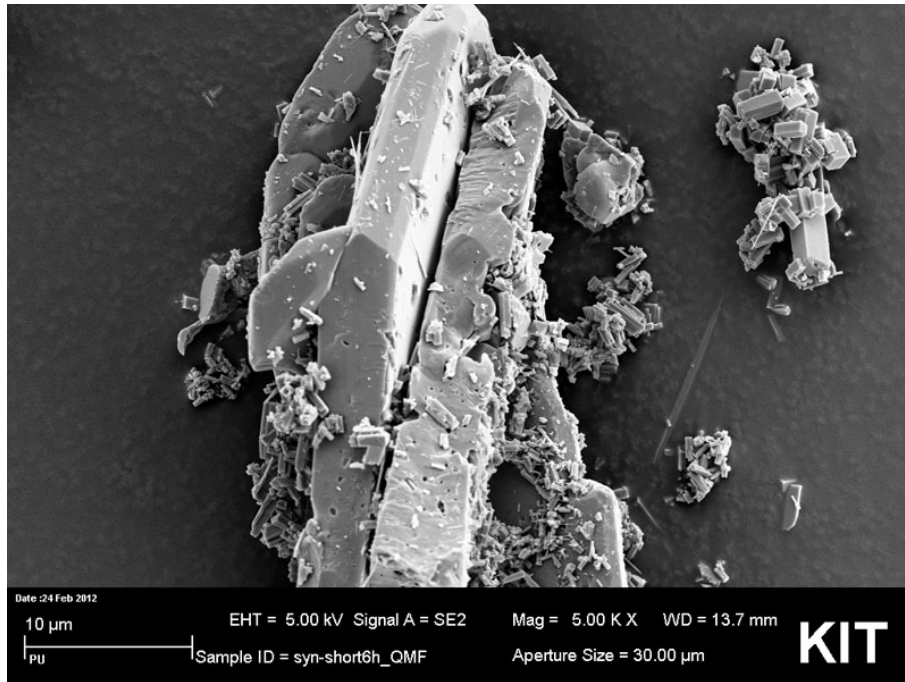


Abbildung 5.8.: REM-Aufnahme des Produktes der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 28 T Synthesedauer. Zu sehen sind α -C₂SH-Platten sowie Killalait mit quadratischem Querschnitt.

Zusätzlich zu Killalait tritt Ca(OH)₂ mit 6,9 Gew.-% auf. Dies ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass Killalait ein C/S-Verhältnis deutlich unter 2 besitzt, wodurch ein größerer Überschuss an Ca(OH)₂ entsteht als dies in den vorangehenden Synthesen der Fall war. Der amorphe Anteil macht mit 33,7 Gew.-% etwa die gleiche Menge des Produkts aus wie nach 48 h und 7 Tagen. Auf den REM-Aufnahmen sind neben Killalait weiterhin die α -C₂SH-Platten vorhanden, welche auch in diesem Syntheseprodukt erneut Auflösungserscheinungen zeigen. An ihrer Oberfläche konnten unter anderem auch feine Fäden ausgemacht werden. Dabei handelt es sich vermutlich um eine nanokristalline C-S-H-Phase.

Zusammenfassung des Syntheseverlaufs

Der Verlauf der Synthese von α -C₂SH lässt sich in Abschnitte unterteilen. In Abb. 5.9 sind diese Abschnitte skizziert.

5. Ergebnisse

1. In der Aufheizphase und den darauf folgenden ersten Stunden der Synthese fällt nanokristalline C-S-H-Phase aus. Diese stellt den Hauptbestandteil des Syntheseproduktes. Calcit wird zumindest anteilig über das $\text{Ca}(\text{OH})_2$ als Ausgangsstoff eingebracht.
2. Die Edukte werden vollständig zu $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ und nanokristalliner C-S-H-Phase umgesetzt. Der vollständige Umsatz ist für SiO_2 schneller erreicht als für $\text{Ca}(\text{OH})_2$.
3. Dem folgt der Verbrauch von nanokristalliner C-S-H-Phase auf Kosten der Kristallisation von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$.
4. Bei der Synthese mit einer Dauer von 28 Tagen kommt es zur Kristallisation von Na-haltigen Phasen. Dabei handelt es sich um Ungleichgewichtsreaktionen.

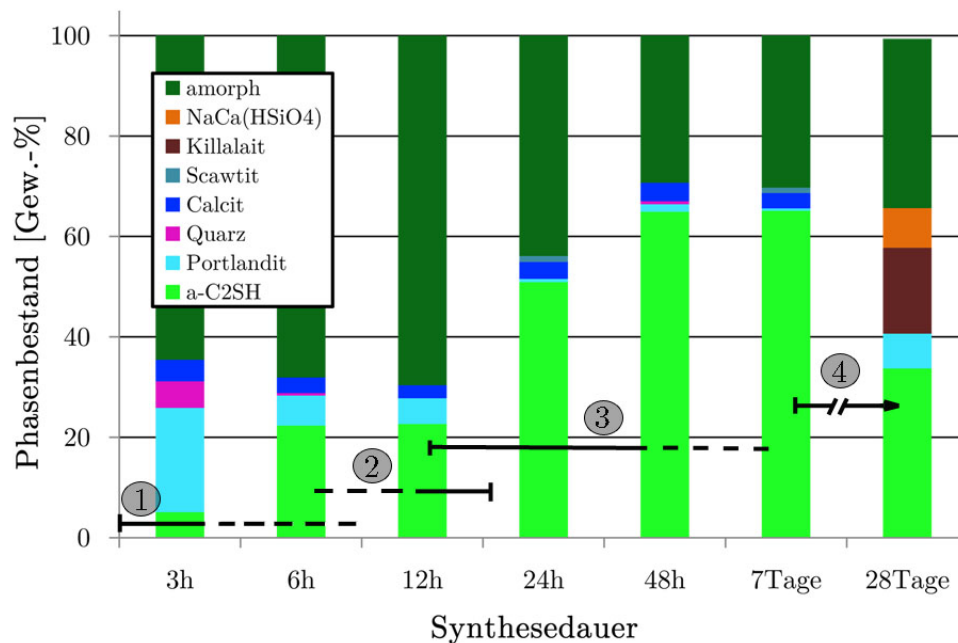


Abbildung 5.9.: Skizzierter Verlauf der Synthese von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ anhand des Phasenbestandes der Proben aus Abb. 5.1.

5.1.3. Änderung der Gitterkonstanten von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$

Die Gitterkonstanten (Tab. 5.2) ändern sich mit der Synthesedauer kaum. Ausschließlich die b -Gitterkonstante nimmt tendenziell minimal ab, von $9,201 \text{ \AA}$ (1) nach 3 h auf $9,1954 \text{ \AA}$ (3) nach 28 Tagen. Darüber hinaus ändert sich die Größe der größten kohärent streuenden Domänen, welche sich mit zunehmender Synthesedauer von 3 h auf 28 Tage mindestens verdoppelt. Dies lässt sich als Zunahme der Ordnung in der Struktur auslegen. Die höchste Zunahme der größten kohärent streuenden Domäne korreliert mit der

5. Ergebnisse

Verdoppelung des Anteils an α -C₂SH bei der Verdoppelung der Synthesedauer von 12 auf 24 h (siehe Abb. 5.1). Die Menge an nanokristallinem Material, das auch nanokristallines α -C₂SH enthalten könnte, hat zwischen diesen beiden Synthesen abgenommen. Nanokristallines α -C₂SH ist kristallin, wird aber nicht röntgenographisch erfasst falls die kohärent streuenden Domänen nicht ausreichend groß sind (Spiess et al., 2009, S. 58, S. 213). Eine Zunahme der strukturellen Ordnung des nanokristallinen Anteils an α -C₂SH würde sich demzufolge in einer Zunahme des Anteils an α -C₂SH äußern, der diffraktometrisch als kristallin erfasst wird. Andererseits kann es sich auch um die Auflösung einer nanokristallinen C-S-H-Phase einer anderen Zusammensetzung handeln, welche zum Wachstum größerer α -C₂SH-Kristalle beiträgt.

Tabelle 5.2.: Änderung der Gitterkonstanten von α -C₂SH bei zunehmender Synthesedauer. Aufgeführt sind die röntgendiffraktometrisch bestimmten Gitterkonstanten in Angström sowie die kalkulierte Standardabweichung (in Klammern nachgestellt).

| Synthesedauer | a [Å] | b [Å] | c [Å] | kohä. streu. Domäne [nm] | Zellvolumen [Å ³] |
|---------------|------------|------------|-------------|--------------------------|-------------------------------|
| 3h | 9,465 (1) | 9,201 (1) | 10,645 (1) | 136 (9) | 927,0 (2) |
| 6 h | 9,4680 (4) | 9,1990 (5) | 10,6456 (3) | 161 (3) | 927,19 (7) |
| 12 h | 9,4665 (4) | 9,1980 (4) | 10,6437 (5) | 175 (3) | 926,77 (8) |
| 24 h | 9,4672 (3) | 9,1967 (3) | 10,6453 (4) | 234 (4) | 926,86 (6) |
| 48 h | 9,4670 (3) | 9,1956 (3) | 10,6440 (3) | 283 (5) | 926,61 (5) |
| 7 Tage | 9,4676 (3) | 9,1959 (3) | 10,6450 (3) | 287 (5) | 926,78 (5) |
| 28 Tage | 9,4672 (3) | 9,1954 (3) | 10,6446 (3) | 324 (6) | 926,66 (5) |

5.1.4. Kristallisation der nanokristallinen C-S-H-Phase

Die Edukte der Synthesen, welche im vorangehenden Abschnitt 5.1.2 diskutiert wurden, wurden in einem molaren C/S von 2 gemischt. Die Berechnung des molaren C/S der kristallinen Phasen der Synthesen ergibt davon abweichende Werte (Tabelle 5.3). Da die Synthesen in einem geschlossenen System ablaufen, resultiert die Abweichung des C/S der kristallinen Phasen aus der Zusammensetzung der amorphen Phase.

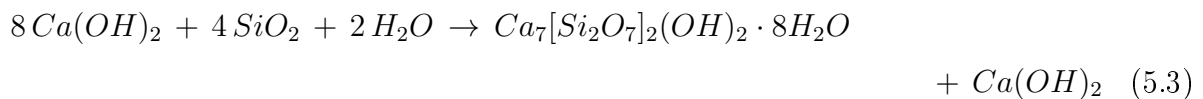
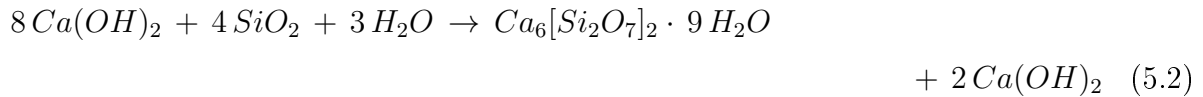
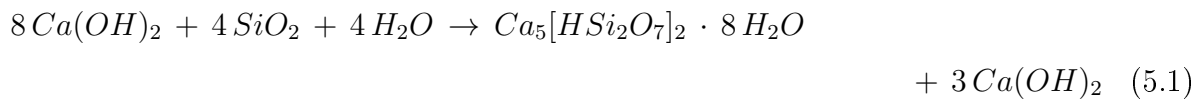
Tabelle 5.3.: C/S der kristallinen Phasen aus den Synthesen mit industriellem Quarzmehl bei unterschiedlicher Synthesedauer.

| Synthese | 3 h | 6 h | 12 h | 24 h | 48 h | 7 Tage | 28 Tage |
|------------------|------|------|------|------|------|--------|---------|
| C/S (kristallin) | 3,28 | 2,77 | 2,80 | 2,12 | 2,10 | 2,09 | 1,96 |

Für die folgende Betrachtung wird der amorphe Anteil als Näherung gleich der nanokristallinen C-S-H-Phase gesetzt. Ein röntgenographisch nicht erfassbarer Anteil an α -C₂SH,

5. Ergebnisse

wie im vorangehenden Abschnitt 5.1.3 bereits diskutiert, wurde bei dieser Berechnung nicht berücksichtigt. Eine nanokristalline C-S-H-Phase, deren Struktureigenschaften denen des α -C₂SH ähneln, wurde bereits von Taylor (1964, S. 212-213) angeführt. Dieses nanokristalline α -C₂SH wird als erstes teilkristallines Reaktionsprodukt beschrieben, welches aus Kalkstein und Quarz kristallisiert. Mit diesem röntgenamorphen α -C₂SH wären C/S bis 2 für den amorphen Anteil denkbar. Auch amorphes Ca(OH)₂ wurde in dieser Berechnung nicht mit einbezogen. Mit Ca(OH)₂ sind, durch einen reinen Beitrag zur Ca-Komponente, beliebig hohe C/S möglich. Nimmt man unterschiedliche C/S für die nanokristalline C-S-H-Phase, respektive den amorphen Anteil an, so lässt sich aus der Summe der kristallinen Komponenten und dem amorphen Anteil ein gesamtes C/S für das Produkt berechnen. Es folgen zunächst die auf Grundlage der Überlegungen von Richardson (2004) und Garbev et al. (2008b) angenommenen formalen Reaktionsgleichungen für die nanokristallinen C-S-H-Phasen mit einem C/S = 1,25 (Gl. 5.1), einem C/S = 1,5 (Gl. 5.2) und einem C/S = 1,75 (Gl. 5.3):



In Tab. 5.4 sind die theoretischen C/S der Summe aus kristallinem Produkt und dem amorphem Anteil für die drei angenommenen Zusammensetzungen der nanokristallinen C-S-H-Phase aufgeführt. Für das Produkt der 3 h-Synthese liegt das theoretische C/S für eine nanokristalline C-S-H-Phase der Zusammensetzung $Ca_6[Si_2O_7]_2 \cdot 9H_2O$ bei 1,94. Das C/S der nanokristallinen C-S-H-Phase müsste also nur geringfügig höher sein als 1,5, um in Summe das molare Verhältnis der Ausgangsstoffe zu erreichen. Für die Produkte bei

5. Ergebnisse

einer Synthesedauer von 6 h, 12 h, 24 h, 48 h und 7 Tagen ergibt eine Zusammensetzung der nanokristallinen C-S-H-Phase von $Ca_7[Si_2O_7]_2(OH)_2 \cdot 8H_2O$ theoretische C/S-Werte die um 2 liegen. In diesem Fall führt also eine nanokristalline C-S-H-Phase, welche ein C/S von 1,75 besitzt, zu einem stimmigen Ergebnis. Wird die Synthesedauer auf 28 Tage ausgedehnt, so ergibt die theoretische Berechnung C/S-Werte die unter 2 liegen. Die nanokristalline C-S-H-Phase müsste also mehr Calcium einbauen um das niedrige C/S in den kristallinen Phasen auszugleichen, als für die Zusammensetzung $Ca_7[Si_2O_7]_2(OH)_2 \cdot 8H_2O$ möglich ist. In den vorangehenden Synthesen bestand der Trend, dass die nanokristalline C-S-H-Phase mit zunehmender Synthesedauer Calcium-reicher werden muss, um für das Syntheseprodukt in Summe ein C/S von 2 zu erreichen.

Tabelle 5.4.: Berechnung des theoretischen C/S für die Produkte der Synthesen mit industriellem Quarzmehl und variabler Synthesedauer, unter Annahme unterschiedlicher Zusammensetzungen für die nanokristalline C-S-H-Phase.

| Synthesedauer | amorpher Anteil | $Ca_5[HSi_2O_7]_2 \cdot 8H_2O$ | $Ca_6[Si_2O_7]_2 \cdot 9H_2O$ | $Ca_7[Si_2O_7]_2(OH)_2 \cdot 8H_2O$ |
|---------------|-----------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------------|
| 3 h | 64,6 | 1,72 | 1,94 | 2,15 |
| 6 h | 68,1 | 1,61 | 1,82 | 2,02 |
| 12 h | 69,6 | 1,60 | 1,81 | 2,02 |
| 24 h | 43,9 | 1,71 | 1,84 | 1,96 |
| 48 h | 29,3 | 1,83 | 1,92 | 2,00 |
| 7 Tage | 30,3 | 1,81 | 1,90 | 1,99 |
| 28 Tage | 33,7 | 1,70 | 1,80 | 1,90 |

5.2. Einfluss der SiO₂-Quelle

Der Einsatz verschiedener SiO₂-Quellen für die Synthese von α -C₂SH führt zu unterschiedlichen Graden des Umsatzes und variablem Phasenbestand. In diesem Abschnitt wird der Einfluss von drei verschiedenen SiO₂-Quellen in Laborqualität betrachtet und die Produkte jeweils mit dem Produkt aus der zuvor beschriebenen Synthese mit industriellem Quarzmehl verglichen. Bei den SiO₂-Quellen handelt es sich um ein Quarzmehl von Riedl de Häen (Seelze, Deutschland), einen groben Quarz von Merck (Darmstadt, Deutschland) sowie Aerosil[®], ein hochdisperses SiO₂ von Evonik. Eine genauere Beschreibung der SiO₂-Quellen wird zu Beginn der Abschnitten 5.2.1, 5.2.2, 5.2.3 und 5.2.4 vorgenommen. Als CaO-Quelle wurde wie für die vorangehende Synthese ein industrielles Ca(OH)₂ verwendet (spezifische Oberfläche: 14,7 m²/g). Das Weißkalkhydrat wurde von der VWR international GmbH bezogen. Mit jeder SiO₂-Quelle wurden vier unterschiedlich lange Synthesen durchgeführt: 24 h, 48 h, 7 Tage und 28 Tage.

5. Ergebnisse

Tabelle 5.5.: Parameter der Synthesen bei variabler SiO₂-Quelle und variabler Synthesedauer

| | |
|-------------------------------|--|
| Temperatur | 200 °C |
| Synthesedauer | 24 h, 48 h, 7 T, 28 T |
| C/S | 2; Einwaage = 3 g |
| W/F | 2; 5 ml NaOH* ¹ (1-molar) + 1 ml deionisiertes H ₂ O |
| pH | stark alkalisch |
| CaO-Quelle | Weißkalkhydrat (VWR international GmbH) |
| SiO₂-Quelle | hochdisperses SiO₂ (Evonik) Quarzmehl, Laborqualität (Riedl de Häen) grober Quarz, Laborqualität (Merck) grober Quarz, Laborqualität, gemahlen (Merck) |
| Keime | Zugabe von 1,5 - 3,0 mg α-C ₂ SH-Keimen |
| Druckbedingungen | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) |

*¹Bei den Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ wurde das NaOH durch deionisiertes H₂O ersetzt (siehe Abschnitt 5.2.1).

5.2.1. Hochdisperses SiO₂ (Aerosil, Evonik)

Charakterisierung des Ausgangsstoffes

Aerosil[®] von Evonik ist ein chemisch gefälltes, röntgenamorphes SiO₂, das sich durch hohe Reinheit sowie eine hohe spezifische Oberfläche von 185,2 m²/g auszeichnet. Aerosil hat damit die mit Abstand größte spezifische Oberfläche der eingesetzten SiO₂-Quellen. Da die Löslichkeit dieses Rohstoffes als ausreichend hoch angesehen wurde, wurde auf NaOH verzichtet. Um die Synthese bei gleichem W/F durchzuführen, wurde das NaOH durch die gleiche Menge an deionisiertem H₂O ersetzt.

Phasenbestand nach 24 h, 48 h, 7 Tagen und 28 Tagen

Alle vier Produkte der Synthesen die mit hochdisperssem SiO₂ durchgeführt wurden, haben einen sehr ähnlichen Phasenbestand, wie in Abb. 5.10 und Tabelle C.3 zu sehen ist. Das Hauptprodukt ist mit Anteilen zwischen 53,7 Gew.-% (bei 24 h Synthesedauer) und 61,8 Gew.-% stets α-C₂SH. Dabei wird das Maximum bei einer Synthesedauer von 48 h erreicht. Bei längeren Synthesen nimmt der Gehalt an α-C₂SH wieder ab. Nach 7 Tagen sind nur noch 58,9 Gew.-% und nach 28 Tagen 56,9 Gew.-% enthalten. Darüber hinaus bestehen die Produkte hauptsächlich aus amorphem Material. Dessen Anteil beläuft sich auf 32,7 bis 40,5 Gew.-%, ohne dass ein Trend darauf hinweist, dass die Synthesedauer die Menge beeinflusst. Unklar ist, wie sich der amorphe Anteil zusammensetzt. Da nur geringe Mengen an Ca(OH)₂ (1,2 bis 4,0 Gew.-%) und Calcit (0,6 bis 2,5 Gew.-%) in den vier Proben vorhanden sind, ist es wahrscheinlich, dass der amorphe Anteil hauptsächlich aus nano-

5. Ergebnisse

kristalliner C-S-H-Phase besteht. Bereits in Abschnitt 5.1.4 wurde geschlussfolgert, dass C-S-H-Phasen mit einem C/S kleiner 2 stets zu einem geringen Überschuss an $\text{Ca}(\text{OH})_2$ führen. Dies ist vermutlich auch hier der Fall. Der Überschuss könnte allerdings auch als nanokristalliner Calcit vorliegen. Auch könnte sich nanokristallines $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ gebildet haben, welches nicht röntgenographisch erfasst wird. In letzterem Fall würde kein Überschuss an $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bestehen. Bei großen Mengen nicht abreagiertem $\text{Ca}(\text{OH})_2$ und/oder Calcit wäre nicht abreagiertes hochdisperses SiO_2 im Syntheseprodukt zu erwarten, was röntgenographisch nicht bestätigt wird.

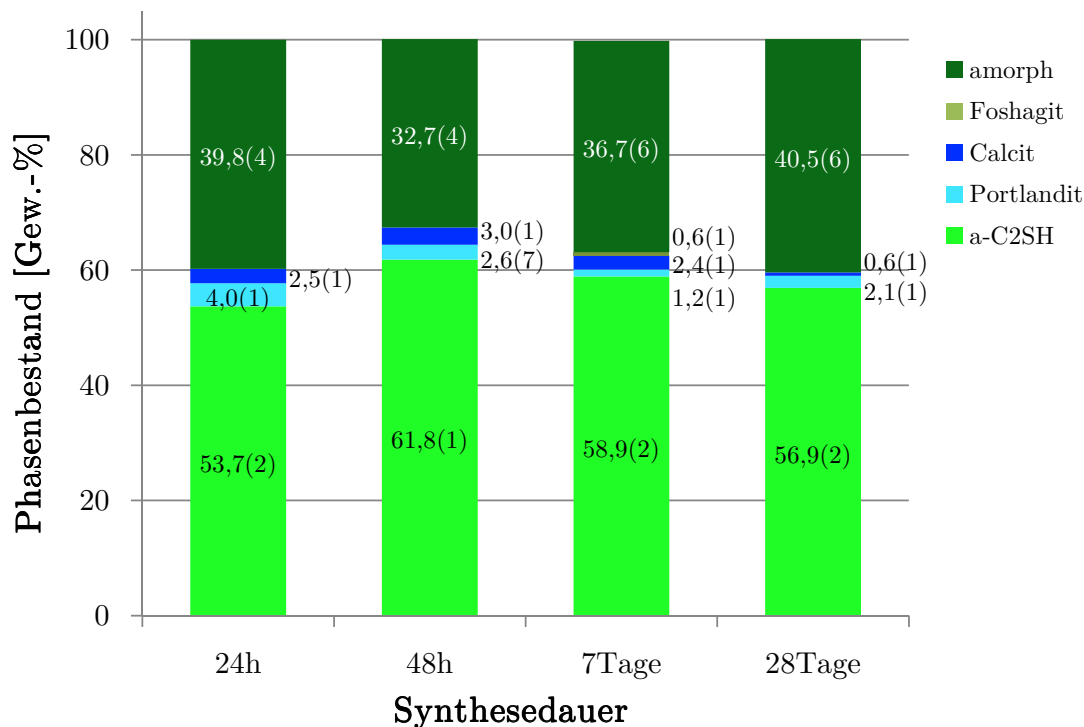


Abbildung 5.10.: Phasenbestand der Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 und variabler Synthesedauer. Die Phasen sind in Gew.-% aufgeführt.

Im Produkt der Synthese mit einer Synthesedauer von 7 Tagen bildet sich als zusätzliche Phase Foshagit. Der Anteil beläuft sich auf 0,6 Gew.-%. Die Anpassung stützt sich dabei auf wenige Reflexe. Das Stabilitätsfeld für Foshagit wird von Taylor (1964, S.179) für die hydrothermale Bildung ab Temperaturen von 300°C und darüber hinaus beschrieben. Hong u. Glasser (2004) sprechen hingegen vom Ersatz von Afwillit durch Foshagit bereits oberhalb von 160°C , was zu dem beobachteten Gehalt passen könnte.

Eine Änderung des Phasenbestandes als Funktion der Zeit ergibt sich für die Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 nicht. Der im einstelligen Prozentbereich abweichende Phasenbestand wird auf präparative Fehler wie z.B. Inhomogenitäten während der Trocknung

5. Ergebnisse

zurückgeführt. Im direkten Vergleich sind die Produkte dieser Synthesen bei 24 h, 48 h und 7 Tagen den Produkten der Synthesen mit industriellem Quarzmehl in Zusammensetzung und Umsatz zu α -C₂SH ähnlich. Dem steht das Produkt der Synthese nach 28 Tagen gegenüber, das bei Einsatz von hochdisperssem SiO₂ weiterhin den gleichen Phasenbestand zeigt, während das Produkt der Synthese mit industriellem Quarzmehl deutlich inhomogener zusammengesetzt ist.

5.2.2. Quarzmehl in Laborqualität (Riedl de Häen)

Charakterisierung des Ausgangsstoffes

Das Quarzmehl in Laborqualität ist wie das industrielle Quarzmehl der Friedrich GmbH (siehe Abschnitt 5.1.1) ebenfalls fein aufgemahlen. Die spezifische Oberfläche liegt bei 1,5 m²/g, was knapp dem doppelten Wert des industriellen Quarzmehls entspricht. Da es sich um eine gereinigte Laborchemikalie handelt, ist das Quarzmehl von Riedl de Häen nahezu frei von Verschmutzungen. Gemäß Herstellerangaben sind 0,002% Fe enthalten. Die Röntgenanalyse ergab neben Quarz keine zusätzlichen Phasen.

Phasenbestand nach 24 h, 48 h, 7 Tagen und 28 Tagen

Die Zusammensetzung der Produkte aus den Synthesen mit Quarzmehl in Laborqualität sind in Abb. 5.11 dargestellt. Die exakten Werte sind im Anhang in Tab. C.4 zu finden. Der höchste Umsatz zu α -C₂SH über alle Synthesen der Arbeit betrachtet deren Zusammensetzung *ex situ* bestimmt wurde, wird mit dem Quarzmehl in Laborqualität bei einer Synthesedauer von 24 h erreicht und beläuft sich auf 72,4 Gew.-%. Der amorphe Anteil liegt bei 23,9 Gew.-% und auch die Edukte dieser Synthese sind fast vollständig verbraucht. So beinhaltet das Produkt weniger als 1,0 Gew.-% Ca(OH)₂. Der Quarzanteil liegt noch darunter (0,2 Gew.-%). Als zusätzliche Phase ist lediglich Calcit mit 2,6 Gew.-% enthalten.

Die Proben der Synthesen nach 48 h und 7 Tagen, die mit der gleichen SiO₂-Quelle durchgeführt wurden, sind ähnlich zusammengesetzt. Der Anteil an α -C₂SH macht in beiden Produkten über 60 Gew.-% aus. Dabei liegt der Wert nach 48 h mit 63,0 Gew.-% unter dem für die Produkte nach 7 Tagen (67,6 Gew.-%). Die Edukte sind röntgenografisch nicht mehr nachweisbar. Neben den geringen Mengen Calcit (um 2,0 Gew.-%) enthalten beide Proben zusätzlich Scawtit, ebenfalls eine karbonatführende Phase. Die längere Synthesedauer führt hier zu einem erhöhten Einbau des Kohlenstoffs sowie zu Phasenneubildung. Der Calcit könnte allerdings auch schon im Portlandit vorhanden gewesen sein, welcher als Ausgangsstoff eingesetzt wurde. Im Falle einer Phasenneubildung stammt das CO₂ aus der Gasphase im Autoklaven oder dem zugegebenen deionisierten H₂O. Von den Zu-

5. Ergebnisse

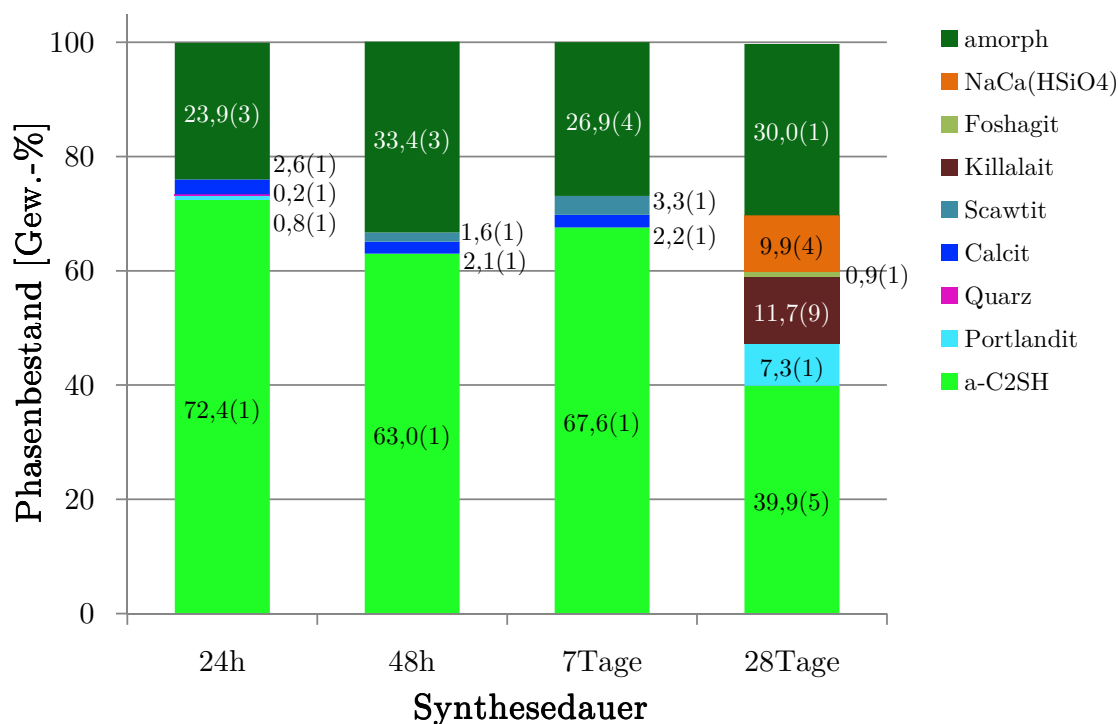


Abbildung 5.11.: Phasenbestand der Synthesen mit Quarzmehl in Laborqualität und variabler Synthesedauer. Die Phasen sind in Gew.-% aufgeführt.

sammensetzungen der Produkte der Synthesen nach 24 h bis 7 Tagen abweichend, enthält das Produkt der Synthese nach 28 Tagen mehrere zusätzliche Phasen. α -C₂SH ist nicht dauerhaft stabil und setzt sich zu Phasen mit niedrigerem C/S und Portlandit (7,3 Gew.-%) um. Die Phasenneubildungen beinhalten Killalait mit 11,7 Gew.-%, NaCa(HSiO₄) mit 9,9 Gew.-% sowie 0,9 Gew.-% Foshagit. Dies ist konsistent zu den Beobachtungen von Assarsson (1958, 1960), der α -C₂SH bei 200°C als metastabil beschreibt.

Die Synthese mit Quarzmehl in Laborqualität läuft bei einer Dauer von 24 h im Hinblick auf α -C₂SH vollständiger ab, als die Synthese mit industriellem Quarzmehl. Wird die Synthesedauer auf 48 h bis 28 Tage erhöht, so sind die Produkte für beide SiO₂-Quellen ähnlich zusammengesetzt.

5.2.3. Grober Quarz (Merck)

Charakterisierung des Ausgangsstoffes

Der grobe Quarz des Herstellers Merck, der ebenfalls in Laborqualität vorlag, besitzt die größte Körnung, bzw. die geringste spezifische Oberfläche der betrachteten SiO₂-Quellen. Gemäß Herstellerangaben liegt die Korngröße zwischen 0,2 und 0,8 mm. Die

5. Ergebnisse

spezifische Oberfläche wurde auf 0,3 bis 0,4 m²/g bestimmt, was etwa der Hälfte der Oberfläche des industriellen Quarzmehls entspricht. Auch im Fall des groben Quarzes sind röntgenografisch neben Quarz keine weiteren Phasen erkennbar.

Phasenbestand nach 24 h, 48 h, 7 Tagen und 28 Tagen

Die Produkte der Synthesen aus grobem Quarz unterscheiden sich grundsätzlich von den Produkten der Synthesen mit anderen SiO₂-Quellen. Der Phasenbestand der Produkte ist in Abb. 5.12 dargestellt. Die exakten Werte sind in Tab. C.5 aufgeführt. Unabhängig von der Dauer der Synthese treten mehr kristalline C-S-H-Phasen auf als beim Einsatz anderer SiO₂-Quellen. Nach 24h enthält das Produkt neben nur 19,0 Gew.-% α-C₂SH 10,4 Gew.-% Pektolith und 7,3 Gew.-% 11Å-Tobermorit. Da die zusätzlichen Phasen ein C/S besitzen welches unter 2 liegt, ist nicht verbrauchtes CaO im Überschuss vorhanden. Dies führt dazu, dass das Produkt darüber hinaus 20,2 Gew.-% Ca(OH)₂ enthält. Der Rest des Produkts setzt sich aus geringen Mengen nicht abreagiertem Quarz (1,6 Gew.-%), Calcit (2,8 Gew.-%) sowie einem amorphen Anteil von 38,8 Gew.-% zusammen.

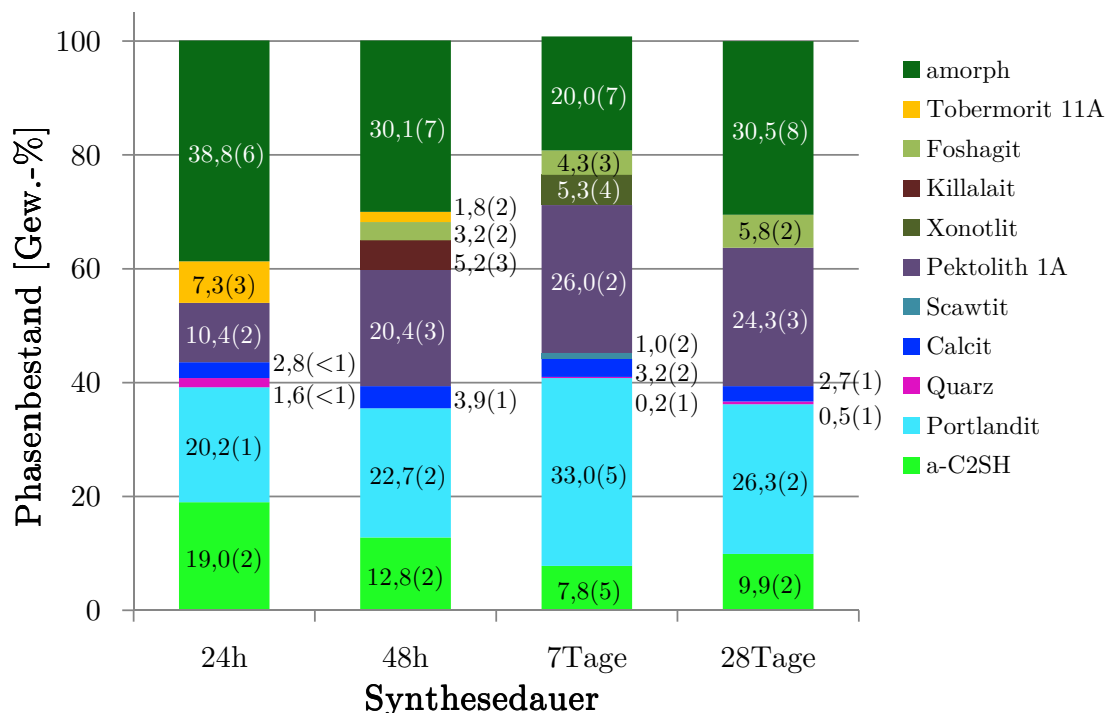


Abbildung 5.12.: Phasenbestand der Synthesen mit grobem Quarz und variabler Synthesedauer. Die Phasen sind in Gew.-% aufgeführt.

Bei längerer Synthesedauer ändert sich der Phasenbestand der Produkte. Der Gehalt an α-C₂SH, dem eigentlichen Zielprodukt, liegt nach 48 h bei 12,8 Gew.-% und bei einer

5. Ergebnisse

Dauer von 7 und 28 Tagen sogar bei unter 10 Gew.-%. Tobermorit wird bei 48 h Synthesedauer noch gebildet (1,8 Gew.-%), in den beiden längeren Synthesen nicht mehr. Hauptprodukt der Synthesen mit einer Dauer von 48 h, 7 Tagen und 28 Tagen ist mit jeweils über 20 Gew.-% Pektolith. Während nach 48 h zusätzlich Killalait auftritt (5,2 Gew.-%), ist es nach 7 Tagen Xonotlit (5,3 Gew.-%) und Scawtit (1,0 Gew.-%). In der Synthese nach 28 Tagen tritt keine dieser Phasen auf. Der Anteil an Foshagit schwankt mit der Synthesedauer zwischen 3,2 Gew.-% und 5,8 Gew.-%. Bei einer Synthesedauer von 24 h bildet sich kein Foshagit.

Bei Verwendung eines groben Quarzes ist eine gezielte Synthese von α -C₂SH durch die Zugabe von Keimen nicht möglich. Aitken u. Taylor (1960) führten hydrothermale Synthesen aus Kalk-Quarz-Mischungen mit C/S größer 1, bei 200°C mit ähnlichen Ergebnissen durch. Sie beschreiben, dass sich zahlreiche verschiedene kristalline C-S-H-Phasen bilden, wobei die Reaktionen selten vollständig abliefen und die Phasenzusammensetzung nicht exakt reproduzierbar war. Assarsson (1958) betont, dass bei einer Synthesedauer zwischen 2 h und 24 h kein Gleichgewicht erreicht wird. Konsistent zu den vorliegenden Ergebnissen fand Assarsson (1958) α -C₂SH, neben einer nanokristallinen C-S-H-Phase sowie Xonotlit. Abweichend wird allerdings auch Z-Phase als Syntheseprodukt angeführt. Die Tendenz, dass sich α -C₂SH bei längerer Synthesedauer in C-S-H-Phasen mit niedrigerem C/S und Ca(OH)₂ umsetzt, deutet sich auch in den hier aufgeführten Synthesen an.

Die Bildung von kristallinen C-S-H-Phasen mit niedrigem C/S ist vermutlich auf einen ähnlichen Mechanismus zurückzuführen wie er auch für die frühe Phase der Hydratation von Zement beschrieben wird (Locher, 2000, S. 209, S. 219ff.). Die großen Quarzkörner werden vermutlich von einer Schicht aus nanokristalliner C-S-H-Phase umschlossen, welche zu Beginn der Synthese gebildet wird. Das Innere ist nicht in Kontakt mit der umgebenden Lösung, welche reich an Ca(OH)₂ ist. Reagiert das Quarzkorn mit der umgebenden C-S-H-Hülle weiter, können kristalline C-S-H-Phasen mit niedrigem C/S entstehen.

5.2.4. Gemahlener Quarz (Merck)

Charakterisierung der Ausgangsstoffe

In diesem Abschnitt wird eine SiO₂-Quelle untersucht, deren spezifische Oberfläche zwischen der des Quarzmehls in Laborqualität (Abschnitt 5.2.2) und der des hochdispersen SiO₂ (Abschnitt 5.2.1) liegt. Ausgangsmaterial war der grobe Quarz von Merck (spezifische Oberfläche: 0,3-0,4 m²/g), der in einer Planetenkugelmühle des Typs PM400 von Retsch aufgemahlen wurde. Es wurden je 26 g Probe in die Mahlgefäße mit einem Volumen von 250 ml eingewogen und bei 400 Umdrehungen pro Min. 5, 15 und 30 Min. gemahlen.

5. Ergebnisse

In jedem Mahlgefäß befanden sich 12 Stahlkugeln mit 12 mm Durchmesser. Die Oberfläche des Quarzes lag nach einer Mahldauer von 5 Min. bei $4,4 \text{ m}^2/\text{g}$, nach 15 Min. bei $7,5 \text{ m}^2/\text{g}$ und nach 30 Min. bei $12,8 \text{ m}^2/\text{g}$. Es wurde je eine Synthese pro Mahldauer durchgeführt.

Phasenbestand bei unterschiedlicher Mahldauer

Der Phasenbestand der Produkte der drei Synthesen mit dem unterschiedlich lange aufgemahlenen Quarz ist in Abb. 5.13 grafisch dargestellt sowie numerisch im Anhang in Tab. C.6 zusammengefasst. Die Synthesedauer betrug jeweils 24 h. Der Umsatz zu $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ liegt für die Probe mit 5 Min. gemahlenem Quarz bei 66,0 Gew.-%. Ein höherer Anteil bei einer Synthesedauer von 24 h wurde nur durch den Einsatz von Quarzmehl in Laborqualität erzielt (Abschnitt 5.2.2). Der Anteil an $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ nimmt für die Produkte der beiden anderen Synthesen dieser Serie mit zunehmender spezifischer Oberfläche des eingesetzten Quarzes ab, während der amorphe Anteil zu gleichen Teilen zunimmt. Der röntgenografisch erfassbare Teil des Quarzes wurde in allen drei Synthesen nahezu vollständig umgesetzt (Anteil unter 0,5 Gew.-%).

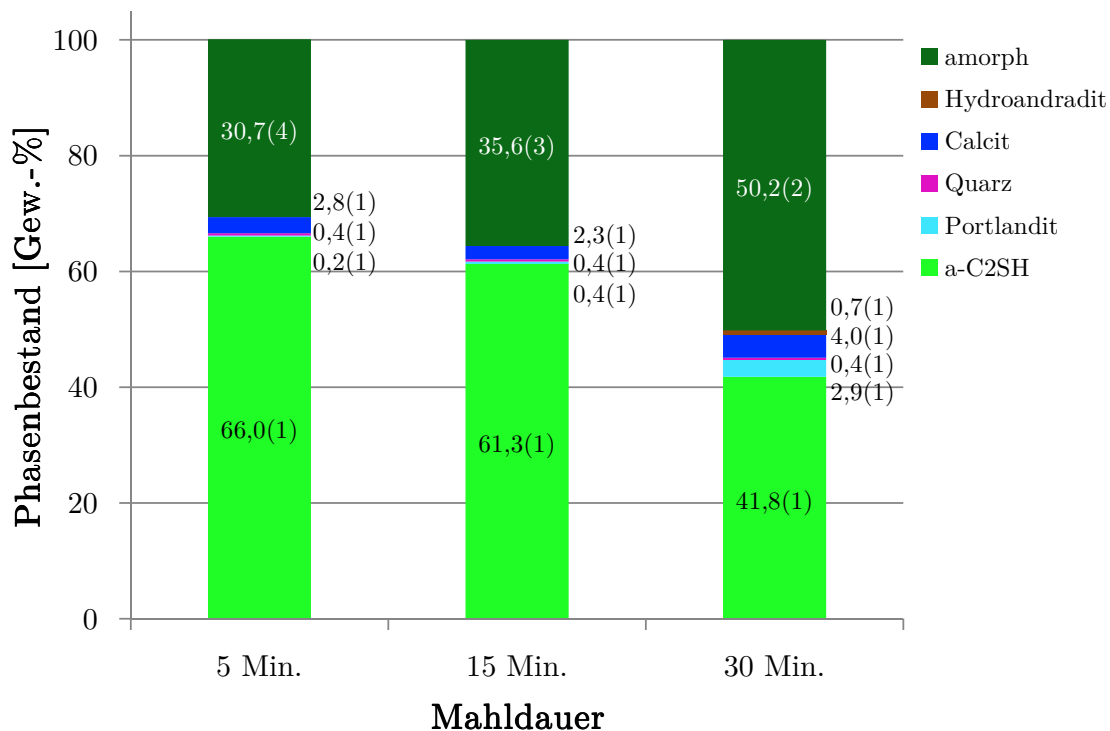


Abbildung 5.13.: Phasenbestand der Proben aus den Synthesen die mit unterschiedlich lange gemahlenem Quarz als SiO_2 -Quelle durchgeführt wurden. Die Synthesedauer betrug 24 h. Die Phasen sind in Gew.-% aufgeführt.

5. Ergebnisse

Ähnlich verhält es sich mit $\text{Ca}(\text{OH})_2$, welches nur im Produkt der Synthese mit 30 Min. gemahlenem Quarz über 0,5 Gew.-% beträgt. Dieses Produkt enthält außerdem einen Hydrogranat (Novak u. Gibbs, 1971; Lager et al., 1987; Ferro et al., 2003). Es könnte sich dabei um einen Vertreter der Mischkristallreihe Grossular - Hydrogrossular handeln, vermutlich Hydroandradit, $\text{Ca}_3\text{Fe}_2^{3+}(\text{SiO}_4)_{3-x}(\text{OH})_{4x}$. Diese Vermutung resultiert aus der Beobachtung, dass mit höherer Mahldauer durch den Abrieb der verwendeten Stahlkugeln zunehmend Fremdmaterial in den Quarz eingetragen wird. Der unbehandelt weiß wirkende Quarz wurde mit zunehmender Mahldauer grauer. Der eingetragene Abrieb, bei dem es sich wohl um Fe handelt, kann eine Phasenneubildung initiiert haben. Die Kristallisation von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ wird dadurch vermutlich gehemmt. Zuletzt ist noch Calcit zu erwähnen, welches in den Produkten aller drei Synthesen zu Anteilen zwischen 2 und 4 Gew.-% enthalten ist.

5.3. Einfluss des W/F

Im folgenden Abschnitt wird der Einfluss des W/F auf das Wachstum von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ untersucht. Hierzu wurden je zwei Synthesen mit einem höherem W/F von 5 und 10 mit zwei unterschiedlichen SiO_2 -Quellen durchgeführt. Als SiO_2 -Quellen wurden das industrielle Quarzmehl (siehe Abschnitt 5.1.1) und das hochdisperse SiO_2 (siehe Abschnitt 5.2.1) gewählt. Die Synthesen wurden identisch zu den bisherigen Synthesen, allerdings weitestgehend unter Ausschluss von CO_2 durchgeführt. Der Einfluss von CO_2 , bzw. der Abwesenheit von CO_2 wurde dabei durch eine Referenzsynthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 bestimmt. Die Edukte für diese Synthesen wurden auf die gleiche Weise hergestellt und in der Handschuhbox präpariert wie dies für die *in situ*-Messungen mit der HT-Zelle bereits in Abschnitt 4.3 beschrieben wurde. In Tabelle 5.6 sind die Syntheseparameter nochmals zusammengefasst.

Die Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 und einem W/F von 5 und 10 werden zu der Synthese mit der gleichen SiO_2 -Quelle und einem W/F von 2 in Beziehung gesetzt, welche unter Anwesenheit von CO_2 durchgeführt wurde. Letztere wurde in Abschnitt 5.2.1 bereits diskutiert, ist aus Gründen der Anschaulichkeit aber in einem der folgenden Diagramme erneut aufgeführt und den Synthesen mit höherem W/F direkt gegenübergestellt.

5.3.1. W/F = 2; 5; 10 mit Quarzmehl

Phasenbestand

Der Phasenbestand der Synthesen mit industriellem Quarzmehl und unterschiedlichem W/F ist in Abb. 5.14 dargestellt und im Anhang in Tab. C.7 numerisch erfasst. Das Pro-

5. Ergebnisse

Tabelle 5.6.: Parameter der Synthesen mit unterschiedlichem W/F. Abweichend zu den vorangehenden Synthesen wurde unter **Ausschluss von CO₂** gearbeitet.

| | |
|--------------------------|--|
| Temperatur | 200 °C |
| Synthesedauer | 24 h |
| C/S | 2; Einwaage = 3 g |
| W/F | 2, 5 und 10; davon 5 ml NaOH*¹ (1-molar) + 1, 10, 25 ml deionisiertes H₂O |
| pH | stark alkalisch |
| CaO-Quelle | Ca(OH) ₂ hergestellt aus CaCO ₃ (VWR international GmbH) |
| SiO ₂ -Quelle | industrielles Quarzmehl (Friedrich GmbH) hochdisperses SiO ₂ (Evonik) |
| Zugabe von Keimen | 1,5 - 3,0 mg α-C ₂ SH |
| Druckbedingungen | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) |

*¹Bei den Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ wurde das NaOH durch deionisiertes H₂O ersetzt (siehe Abschnitt 5.2.1).

dukt der Synthese, die mit einem W/F von 2 und in weitestgehend CO₂-freier Umgebung durchgeführt wurde, enthält mit 48,2 Gew.-% etwa so viel α-C₂SH wie das Produkt der Synthese bei welcher die Präparation in Anwesenheit von CO₂ stattfand (50,9 Gew.-%, Abb. 5.1). Wird nun das W/F erhöht, so nimmt der Anteil an α-C₂SH ab. Bei einem W/F von 5 sind es noch 46,9 Gew.-%, bei einem W/F von 10 nur noch 33,1 Gew.-%. Ebenso verhält es sich mit dem amorphen Anteil. Dieser liegt bei einem W/F von 2 bei 42,0 Gew.-% bei CO₂-freier Präparation, was 43,9 Gew.-% bei Anwesenheit von CO₂ gegenübersteht. Bei einem W/F von 5 verringert er sich auf 37,9 Gew.-%, bei einem W/F von 10 sind nur noch 36,7 Gew.-% vorhanden. Mit diesem Trend korreliert die Bildung von Foshagit. Diese Phase trat bereits bei der Verwendung von verschiedenen SiO₂-Quellen auf (siehe Abschnitt 5.2.1, 5.2.2 und 5.2.3), allerdings nur bei einer Synthesedauer zwischen 48 h und 28 Tagen. In den vorliegenden Syntheseprodukten bei denen die Synthesedauer 24 h betrug, nimmt Foshagit 4 Gew.-% (W/F von 2), 8,3 Gew.-% (W/F von 5) und 19,1 Gew.-% (W/F von 10) ein. Möglich wäre, dass durch das höhere Lösungsvolumen ein Teil der α-C₂SH-Keime aufgelöst wurde und der Umsatz zu α-C₂SH damit bei gleichbleibendem Mechanismus geringer ausfällt.

Darüber hinaus enthalten die Syntheseprodukte Ca(OH)₂. Dies steht ebenfalls in Zusammenhang mit der Bildung von Foshagit. Mit einem C/S von 1,25 wird für die Kristallisation von Foshagit weniger CaO verbraucht als zur Verfügung steht. Mit zunehmendem Foshagit-Gehalt steigt auch der Anteil an Ca(OH)₂. Der Rückstand an Quarz liegt noch zwischen 0,55 und 1,3 Gew.-%, was dem Gehalt in der Synthese mit industriellem Quarzmehl und 48 h Synthesedauer entspricht (siehe auch Abschnitt 5.1.2). Bei um 1 Gew.-%

5. Ergebnisse

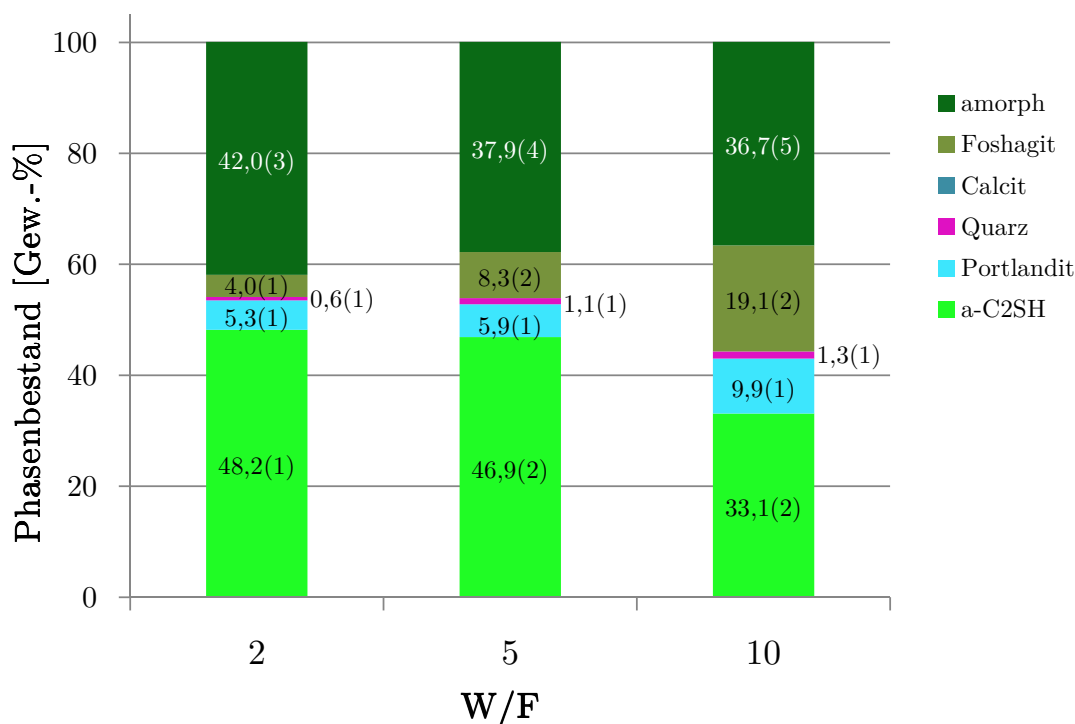


Abbildung 5.14.: Phasenbestand der Proben aus den Synthesen die mit variablem W/F und industriellem Quarzmehl durchgeführt wurden. Der Phasenbestand ist in Gew.-% dargestellt.

liegt der Anteil allerdings im Bereich der Reproduzierbarkeit der Synthesen und kann als vollständiger Umsatz angesehen werden. Abschließend ist zu erwähnen, dass die Bildung von Calcit durch das weitestgehend CO₂-freie Arbeiten unterbunden wird.

Titrimetrische Bestimmung des Ca(OH)₂-Gehalts

In den Synthesen mit industriellem Quarzmehl, bei einem W/F von 2, 5 und 10 sind zwischen 36,7 und 42,0 Gew.-% des Produktes amorph. Die titrimetrische Quantifizierung des Ca(OH)₂ zeigt, ob diese Phase durch die XRD-Messung vollständig erfasst wurde, oder ob auch der amorphe Anteil Ca(OH)₂ enthält. Wie in Tab. 5.7 zu sehen, stimmen die Werte aus der titrimetrischen Bestimmung mit der quantitativen Röntgenauswertung mit internem Standard nahezu überein. Bei einem W/F von 2 und 5 liegen die Werte aus der Titration um 1 Gew.-% höher. Für das Produkt der Synthese mit einem W/F von 10 weichen die Bestimmungen um weniger als 0,2 Gew.-% ab. Der amorphe Anteil enthält also wenig bis kein freies Ca(OH)₂.

5. Ergebnisse

Tabelle 5.7.: Titrimetrische Bestimmung des $\text{Ca}(\text{OH})_2$, angegeben in Gew.-%, in den Synthesen mit variablem W/F und industriellem Quarzmehl. Der titrimetrisch bestimmte Anteil an $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ist dem röntgenografisch bestimmten Anteil gegenübergestellt.

| Synthese | $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Anteil (titrimetrisch) | $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Anteil (röntgenografisch) | Differenz |
|----------|---|--|-----------|
| W/F 2 | 6,52 (2) | 5,3 (1) | + 1,22 |
| W/F 5 | 6,85 (3) | 5,9 (1) | + 0,95 |
| W/F 10 | 9,74 (4) | 9,9 (1) | - 0,16 |

5.3.2. W/F = 2; 5; 10 mit hochdisperssem SiO_2

Phasenbestand

Der Phasenbestand der Produkte aus den Synthesen die mit einem W/F von 5 und 10 durchgeführt wurden sind in Abb. 5.15 dem Phasenbestand des Produktes der Synthese mit einem W/F von 2 aus Abschnitt 5.2.1 gegenübergestellt (Synthesedauer 24 h). Die Ergebnisse sind im Anhang nochmals tabellarisch zusammengefasst (siehe Tab. C.8). Bei höherem W/F in Verbindung mit hochdisperssem SiO_2 tritt zunächst ein umgekehrter Effekt im Vergleich zu den Synthesen mit Quarzmehl auf. Von einem W/F von 2 zu einem W/F von 5 nimmt die Menge an $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ zu. Bei einem W/F von 5 liegt der Anteil an $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ mit 66,6 Gew.-% um mehr als 10 Gew.-% über dem Wert für die Synthese mit einem W/F von 2. Auch bei einer längeren Synthesedauer wurde ein Anteil dieser Höhe beim Einsatz von hochdisperssem SiO_2 nicht erreicht. Ebenso verhält es sich mit dem amorphen Anteil der mit 28,3 Gew.-% den tiefsten Wert aller Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 erreicht. Wie zuvor bereits für die Synthesen mit industriellem Quarzmehl beschrieben (siehe Abschnitt 5.3.1) ist kein Calcit im Produkt enthalten. Neben 2,8 Gew.-% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bildete sich erneut Foshagit (2,4 Gew.-%).

Wird das W/F weiter auf 10 erhöht, sinkt der Umsatz zum Zielprodukt $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Das Syntheseprodukt enthält nur noch 7,9 Gew.-% $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ neben 28,8 Gew.-% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ und einem amorphen Anteil von 60,1 Gew.-%. Da sich außer 1,8 Gew.-% Foshagit und 1,4 Gew.-% Calcit keine weitere Phase bildet, ist davon auszugehen dass im amorphen Anteil auch nicht umgesetztes hochdisperses SiO_2 enthalten ist. Eine denkbare Ursache für diesen geringen Umsatz könnte, wie im vorangehenden Abschnitt beschrieben, die Auflösung der $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ -Keime in einem frühen Stadium der Synthese sein.

5. Ergebnisse

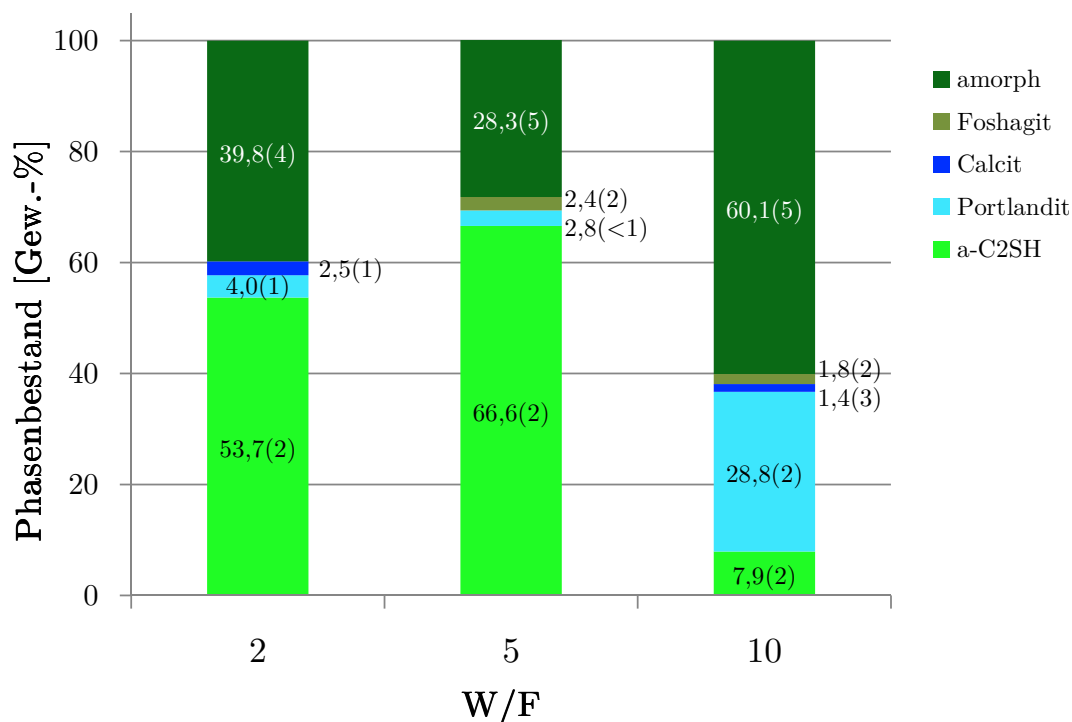


Abbildung 5.15.: Phasenbestand der Proben aus den Synthesen die mit variablem W/F und hochdisperssem SiO₂ durchgeführt wurden. Der Phasenbestand ist in Gew.-% dargestellt.

Titrimetrische Bestimmung des Ca(OH)₂-Gehalts

Auch für die Produkte der Synthesen bei W/F von 5 und 10 mit hochdisperssem SiO₂ wurde der Anteil an Ca(OH)₂ titrimetrisch bestimmt. Es gilt bei diesen Produkten zu berücksichtigen, dass der amorphe Anteil auch nicht abreagiertes, hochdispersses SiO₂ enthalten kann. Der titrimetrisch bestimmte Anteil für das Produkt der Synthese mit einem W/F von 5 entspricht mit 2,8 Gew.-% genau dem Wert der XRD-Auswertung. Es ist kein Ca(OH)₂ im amorphen Anteil enthalten. Der Ca(OH)₂-Gehalt des Produktes der Synthese mit W/F von 10 konnte nicht über die Titration bestimmt werden. Im Verlauf der Titration bildete sich ein weißer Niederschlag. Eine Wiederholung verlief identisch. Das Ergebnis der Titration wurde verworfen. In Tab. 5.8 sind die Ergebnisse aufgeführt. Die Natur des amorphen Anteils konnte über die angewendete Methodik nicht weiter spezifiziert werden.

5. Ergebnisse

Tabelle 5.8.: Titrimetrische Bestimmung des Ca(OH)_2 , angegeben in Gew.-%, in den Synthesen mit variablem W/F und hochdisperssem SiO_2 . Der titrimetrisch bestimmte Anteil an Ca(OH)_2 ist dem röntgenografisch bestimmten Anteil gegenübergestellt.

| Synthese | Ca(OH)_2 -Anteil (titrimetrisch) | Ca(OH)_2 -Anteil (röntgenografisch) | Differenz |
|----------|--|---|-----------|
| W/F 5 | 2,8 (1) | 2,8 (<1) | +/- 0,0 |
| W/F 10 | n.a. | 28,8 (2) | n.a. |

5.4. *In situ*-Betrachtung und Interpretation von Synthesen mit dem Zielprodukt α -C₂SH

In diesem Abschnitt liegt der Fokus auf der zeitaufgelösten Betrachtung der Synthesen mit der HT-Zelle. Es wird der Einfluss unterschiedlicher SiO₂-Quellen sowie der Einfluss des W/F auf die Kristallisation von α -C₂SH *in situ* am Beispiel von industriellem Quarzmehl (siehe Abschnitt 5.1.1) und hochdisperssem SiO₂ (siehe Abschnitt 5.2.1) untersucht. Hierzu wurden 4 Synthesen mit der HT-Zelle an SUL-X durchgeführt, jeweils zwei Synthesen pro SiO₂-Quelle und davon je eine bei einem W/F von 2 und einem W/F von 5. Zunächst wird im einführenden Abschnitt 5.4.1 der experimentelle Ablauf skizziert und dabei auf den gemäß Stand der Literatur zu erwartenden Verlauf der Synthese eingegangen. Dem folgt die Beschreibung und Interpretation der vier durchgeführten Synthesen. Dabei wird mit den Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 5 (Abschnitt 5.4.2) und bei einem W/F von 2 (Abschnitt 5.4.3) begonnen. Danach werden die Synthesen mit industriellem Quarzmehl behandelt, zunächst bei einem W/F von 2 (Abschnitt 5.4.4) und darauffolgend bei einem W/F von 5 (Abschnitt 5.4.5). In Abschnitt 5.4.4 wird ergänzend auf die Änderung der Gitterkonstanten von α -C₂SH im Verlauf der Synthesen eingegangen. Die in diesen Abschnitten aufgeführten Ergebnisse sind meist grafisch dargestellt. Im Anhang C sind die zugrundeliegenden Daten noch einmal tabellarisch aufgelistet.

5.4.1. Experimenteller Ablauf

Während die HT-Zelle unter Stickstoffatmosphäre in der Handschuhbox befüllt und verschlossen wird (siehe Abschnitt 4.1), setzen bereits erste Reaktionen ein. Das Ausgangsmaterial in Form einer Presstablette wird in der HT-Zelle platziert und mit einer definierten Menge deionisiertem H₂O versetzt. Der Tropfen wird direkt auf die Presstablette gegeben. Anschließend wird die HT-Zelle umgehend verschlossen und an der Beamline in Position gebracht. Zwischen dem Schließen der HT-Zelle und der ersten Messung an der Beamline bei Raumtemperatur liegen zwischen 30 und 60 Minuten in welchen die Reaktionen der Ausgangsstoffe nicht aufgezeichnet werden. In diesem Zeitraum finden bereits Reaktionen zwischen Ca(OH)₂ und SiO₂ statt. Zwischen Raumtemperatur und 100°C werden amorphe oder teil-kristalline C-S-H-Phasen gebildet, wie sie auch bei der Reaktion von OPC auftreten ((Taylor, 1964, S. 168) und (Steinour, 1947, S. 451)).

Wie bereits in Abschnitt 4.7 beschrieben, wird der Phasenbestand der Probe im Verlauf einer Synthese an drei übereinanderliegenden Positionen auf der Presstablette bestimmt. Der Querschnitt des Synchrotronstrahls auf der Probe beträgt 0,3 · 0,15 mm (Abb. 5.16). Die Presstablette selbst verfügt über einen Durchmesser von weniger als 4 mm und eine Höhe von unter 0,15 mm. Ihr Volumen ist bei einer theoretischen Packungsdichte von

5. Ergebnisse

68% durch die Limitierung der Einwaage (3,5 mg) auf maximal 2,3 μl beschränkt (siehe Abschnitt 4.4). Davon wird an den drei Positionen jeweils ein Volumen von $6,75 \cdot 10^{-3} \mu\text{l}$ untersucht, Hohlräume eingeschlossen. Durch die Untersuchung an mehreren Positionen wird die Inhomogenität einer Synthese abgebildet, welche auch im großtechnischen Prozess vorherrscht. Diese Inhomogenität auf Mikrometer-Ebene zeigt sich bereits in Mikroskop-aufnahmen der Presstabletten, sowohl vor als auch nach einer Synthese (Abb. 5.16). Trotz ausgedehnten Mischens der Ausgangsstoffe sind Ansammlungen von $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -Körnern im hochdispersen SiO_2 auszumachen.

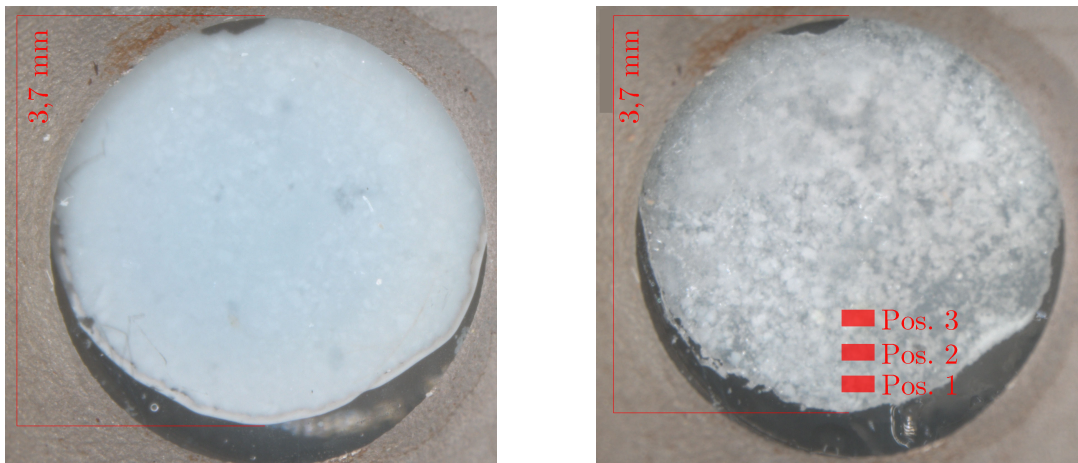


Abbildung 5.16.: Presstablette vor (links) und nach (rechts) der Synthese in der HT-Zelle.

Nach Montage der HT-Zelle an der Beamline und erster Messung bei Raumtemperatur wird die Probe innerhalb von 15 Minuten (entspricht 4 Messungen an jeder Position) auf 200°C aufgeheizt. Etwa 25% des Wassers geht in die Gasphase über, wobei sich das Volumen des flüssigen Rückstandes auf das 1,154-fache vergrößert. Der Druck im Reaktionsraum liegt mit Erreichen der Synthesetemperatur bei 15,8 bar (Scheffler et al., 1981). Wasser und Wasserdampf füllen den Probenraum der Zelle sowie Poren und Zwischenräume (siehe auch Abschnitt 4.4) in der Presstablette. Entsprechend der Konstruktion der HT-Zelle sind Fenster und Spacer die den Probenraum definieren in Kontakt mit dem beheizten Zellkörper (Abbildung 4.1). Ausgenommen ist der Bereich der Fenster, der den Strahlengang bildet. Dieser ist damit der kälteste Punkt des Probenraumes. Der Temperaturgradient zur Fenstermitte hin wurde hierbei empirisch auf etwa $2 - 3^\circ\text{C}$ bestimmt. Während der Synthesen kommt es nun dazu, dass Wasser lokal verdampft und an statistisch verteilten Stellen auf der Fensteroberfläche wieder kondensiert. Die Presstablette haftet während der gesamten Synthese in der Mitte eines Fensters (Abbildung 5.16). Die untersuchten Volumen an den drei Positionen auf der Presstablette können entsprechend im Verlauf einer Synthese von Wasser, Wasserdampf oder beidem im Wechsel umgeben sein. Die Konzentrationen in Lösung ändern sich damit zusätzlich lokal und können nicht

5. Ergebnisse

absolut angegeben werden. Ein Maximum von 7 μl Lösung steht einem Volumen des Probenraums von 27 μl gegenüber. Das höhere W/F von 5 gewährleistet im Vergleich zum niedrigeren W/F von 2 in diesem Zusammenhang einen gleichmäßigeren Reaktionsverlauf, da mehr flüssiges Wasser relativ zum Feststoff zur Verfügung steht. Grundsätzlich gilt, dass mit steigender Temperatur die Löslichkeit von SiO_2 zunimmt (Kennedy et al., 1962), während die Löslichkeit von Ca(OH)_2 abnimmt (Miller u. Witt, 1929; Duchesne u. Reardon, 1995). Flint et al. (1938) und van Lier et al. (1960) geben eine Tendenz für die Änderung der Löslichkeit von SiO_2 an, mit Änderung der Temperatur relativ zu Ca(OH)_2 . So ergeben sich bei niedrigen CaO-Konzentrationen bei 150°C höhere SiO_2 -Konzentrationen in Lösung als bei 30°C.

Die Zeitspanne, in der die Temperatur in der HT-Zelle 200°C beträgt, liegt zwischen 9 und 12 h. Dies sind Zeitspannen die auch im großtechnischen Prozess noch im wirtschaftlich relevanten Bereich liegen. Gemäß Literaturangaben stellt sich für das System $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ in diesem Zeitraum kein Phasengleichgewicht ein (Steinour, 1947; Aitken u. Taylor, 1960). Ausgehend von den Syntheseparametern (200°C, C/S von 2) sind für die beiden SiO_2 -Quellen unterschiedliche Syntheseverläufe zu erwarten. Aus hochdisperssem SiO_2 und Ca(OH)_2 soll sich zunächst eine amorphe oder nanokristalline C-S-H-Phase bilden (Assarsson, 1957; Taylor, 1964). Diese setzt sich zu Tobermorit und metastabilem Ca(OH)_2 um. Stabile Phasen im Gleichgewicht sind Hillebrandit, Gyrolith und Xonotlit (Hong u. Glasser, 2004). Tobermorit, das wie Xonotlit und Gyrolith ein C/S kleiner als 2 besitzt, wird bei längerer Synthesedauer von mehreren Tagen bis Wochen von Assarsson (1958) noch immer als metastabil beschrieben. Das Stabilitätsfeld von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ wird von Garbev (2004, S. 197) auf 120-200°C angenommen, andere Literaturangaben reichen von 90-200°C (Taylor, 1964). Beide Autoren beschreiben den Umsatz von einer nanokristallinen C-S-H-Phase und Ca(OH)_2 zu $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ als gehemmt. Daher soll der Umsatz zu $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ bei den hier beschriebenen Synthesen durch die Zugabe von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ -Impfkristallen (Funk, 1958) gewährleistet werden.

Bei der hydrothermalen Behandlung von Quarz und Ca(OH)_2 im Temperaturbereich zwischen 120-220°C beschreibt Assarsson (1960) $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ als initiales Syntheseprodukt für hohe CaO-Konzentrationen. Dieses soll sich bei längerer Synthesedauer in CaO-ärmere kristalline C-S-H-Phasen wie Gyrolith, Z-Phase oder Xonotlit + Ca(OH)_2 umsetzen. In diesem Zusammenhang spricht der Autor von Zeiträumen zwischen 1 und 20 Tagen. Ein größerer Quarz führt allerdings auch zu heterogener Keimbildung. In der Umgebung von Quarzkörnern treten höhere SiO_2 -Konzentrationen in der Lösung auf, so dass sich kristalline C-S-H-Phasen mit C/S kleiner 2 bilden (z.B. Tobermorit). Darüber hinaus bringt ein natürlicher Quarz weitere Komponenten wie Al_2O_3 in die Synthese ein (siehe Abschnitt 5.1.1). Dies führt zur Kristallisation von zusätzlichen Phasen wie Hydrogranat (Assarsson,

5. Ergebnisse

1957, 1958, 1960). Auch bei den Synthesen mit Quarzmehl wird die Kristallisation von α -C₂SH durch Zugabe von Impfkristallen unterstützt.

Zusätzlich kann es während einer Synthese zur Karbonatisierung kommen. CO₂ aus der Luft oder aus dem zugegebenen Wasser führt zur Alterung der C-S-H-Phasen oder des Ca(OH)₂, also zur Bildung von Calcit und Scawtit (Kalousek u. Nelson, 1978; Black et al., 2007). Trotz Präparation in der Handschuhbox kann CO₂ nicht absolut ausgeschlossen werden. Der Ausgangsstoff Ca(OH)₂ kann sich darüber hinaus bereits im Vorfeld zu geringen Mengen mit CO₂ zu Calcit umsetzen. Das Ca(OH)₂ wird daher vor jeder Messserie frisch hergestellt und unter Stickstoffatmosphäre gelagert, um auch diesen Eintrag zu minimieren.

Im Anschluss an die isotherme Periode wird die HT-Zelle innerhalb von 45-90 Minuten von 200°C auf Raumtemperatur abgekühlt. Dabei ergeben sich durch die Kondensation von Wasser und die Temperaturänderung auch Änderungen der Lösungsvolumen und der Konzentrationen in Lösung. Es resultieren lokal abweichende Lösungs- und Fällungsreaktionen.

5.4.2. Synthese mit hochdisperssem SiO₂ und einem W/F von 5

Im Folgenden wird die Änderung des Phasenbestandes im Verlauf der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 5 beschrieben. Der Phasenbestand ist in Abb. 5.17 dargestellt. Die Diagramme in Abb. 5.18 zeigen die Änderung der Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des C/S der kristallinen Phasen. Ergänzend ist in Abbildung 5.19 die Fläche und die Halbwertsbreite (FWHM) des (122)-Reflexes von α -C₂SH sowie das Verhältnis zwischen den Flächen des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH aufgetragen. Danach wird die Morphologie der Phasen nach Versuchsende anhand der REM-Aufnahmen in Abbildung 5.20 erörtert. Die Synthesebedingungen sind ergänzend in Tab. A.5 aufgeführt. Außerdem sind die Änderungen von Strahlstrom, Lebensdauer und Energie der Synchrotronstrahlung im Verlauf der Synthese in Abb. A.9 dargestellt sowie der Temperaturverlauf im Inneren der Zelle in Abb. A.10, welche ebenfalls im Anhang zu finden sind.

Änderung des Phasenbestandes

In der Synthese treten neben Ca(OH)₂ drei neue Phasen auf. Dies sind α -C₂SH, Calcit und eine nanokristalline C-S-H-Phase. Der Umsatz von Ca(OH)₂ verläuft dabei an Pos. 1 und 2 nahezu linear, wohingegen das Ca(OH)₂ an Pos. 3 zu Beginn schneller in Lösung geht. Im Verlauf der Synthese geht das Ca(OH)₂ an dieser Position vorübergehend vollständig in Lösung. Das hochdisperse SiO₂ wird röntgenographisch nicht erfasst. Über die Änderung

5. Ergebnisse

des C/S der kristallinen Phasen (Abb. 5.18) hin zu kleineren Werten kann der Umsatz nachvollzogen werden. Zu Beginn errechnet sich das C/S der kristallinen Phasen damit aus dem $\text{Ca}(\text{OH})_2$ des Ausgangsmaterials sowie den zugegebenen $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ -Impfkristallen und liegt entsprechend hoch. Am Ende der Synthese werden C/S um 4 erreicht. Eine nanokristalline C-S-H-Phase für die ein C/S von 1,25 angenommen wird (Garbev et al., 2008a,b) sowie nicht abreagiertes hochdisperses SiO_2 gehen nicht in die Berechnung mit ein und ergeben somit tatsächlich ein niedrigeres C/S.

Die Fällung der nanokristallinen C-S-H-Phase setzt unmittelbar nach Beginn des Aufheizens ein. Sie ist in den ersten 50 Min. maximal und stagniert dann. Im Verlauf der Synthese bleibt der Anteil an Pos. 2 dann etwa konstant. An Pos. 1 und 3 wird die nanokristalline C-S-H-Phase teilweise wieder gelöst. Dies ist konsistent zu den Beobachtungen von Assarsson (1957), welcher als erstes Syntheseprodukt eine teil-kristalline C-S-H-Phase beschreibt.

Die Bildung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ kann von Beginn an röntgenographisch erfasst werden. In den ersten 25. bis 50. Min. schwanken die Werte für $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ noch. Dies bleibt aus, nachdem die Ausfällung der nanokristallinen C-S-H-Phase stagniert. Die Kristallisation beider Phasen findet kurze Zeit nebeneinander statt, bis die Bildung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ dominiert. Es ist anzunehmen, dass zunächst amorphe C-S-H-Phasen gebildet werden, die sich zu nanokristalliner C-S-H-Phase und kristallinem $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ umsetzen. Das röntgenamorphe Material könnte, entsprechend der Ausführungen von (Taylor, 1964, S. 212), anteilig aus Strukturelementen bestehen, die ähnlich dem $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ sind. Bis hin zur 150. Min. wird die Halbwertsbreite des (122)-Reflexes größer, während gleichzeitig auch der Anteil von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ am kristallinen Phasenbestand zunimmt. Dieser Abschnitt wird demnach weiter durch die Fällung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ aus der Lösung dominiert. Pos. 3 unterscheidet sich von 1 und 2. Der (122)-Reflex erreicht eine größere Halbwertsbreite und der Anteil von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ am kristallinen Phasenbestand nimmt schneller zu. Ein geringeres Lösungsvolumen an dieser Position der Synthese ist vermutlich die Ursache. Weniger Lösung führt zu einer stärkeren Übersättigung, wodurch die Keimbildungsrate erhöht ist (Berner, 1983, S. 113). Im Anschluss nimmt die Halbwertsbreite an Pos. 2 und 3 ab. Es findet eine Sammelkristallisation statt. Bereits nach 300 Min. bildet sich an Pos. 3 kein weiteres $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$, während der kristalline Anteil von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ an den beiden anderen Positionen bis zu Beginn der Abkühlung weiter zunimmt. Die Kristallisation von Calcit wird an Pos. 3 über diesen Punkt hinaus fortgesetzt. Es gibt verschiedene mögliche Ursachen für das Ausbleiben der Bildung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Das hochdisperse SiO_2 in der lokalen Umgebung ist vollständig umgesetzt, so dass ein Ausgangsstoff fehlt. Die zweite Möglichkeit wäre, dass nur noch Wasserdampf und keine Lösung mehr vorhanden ist. Die Reaktion mit CO_2 aus der Gasphase läuft dabei weiter. Die dritte Möglichkeit besteht darin, dass die Poren und

5. Ergebnisse

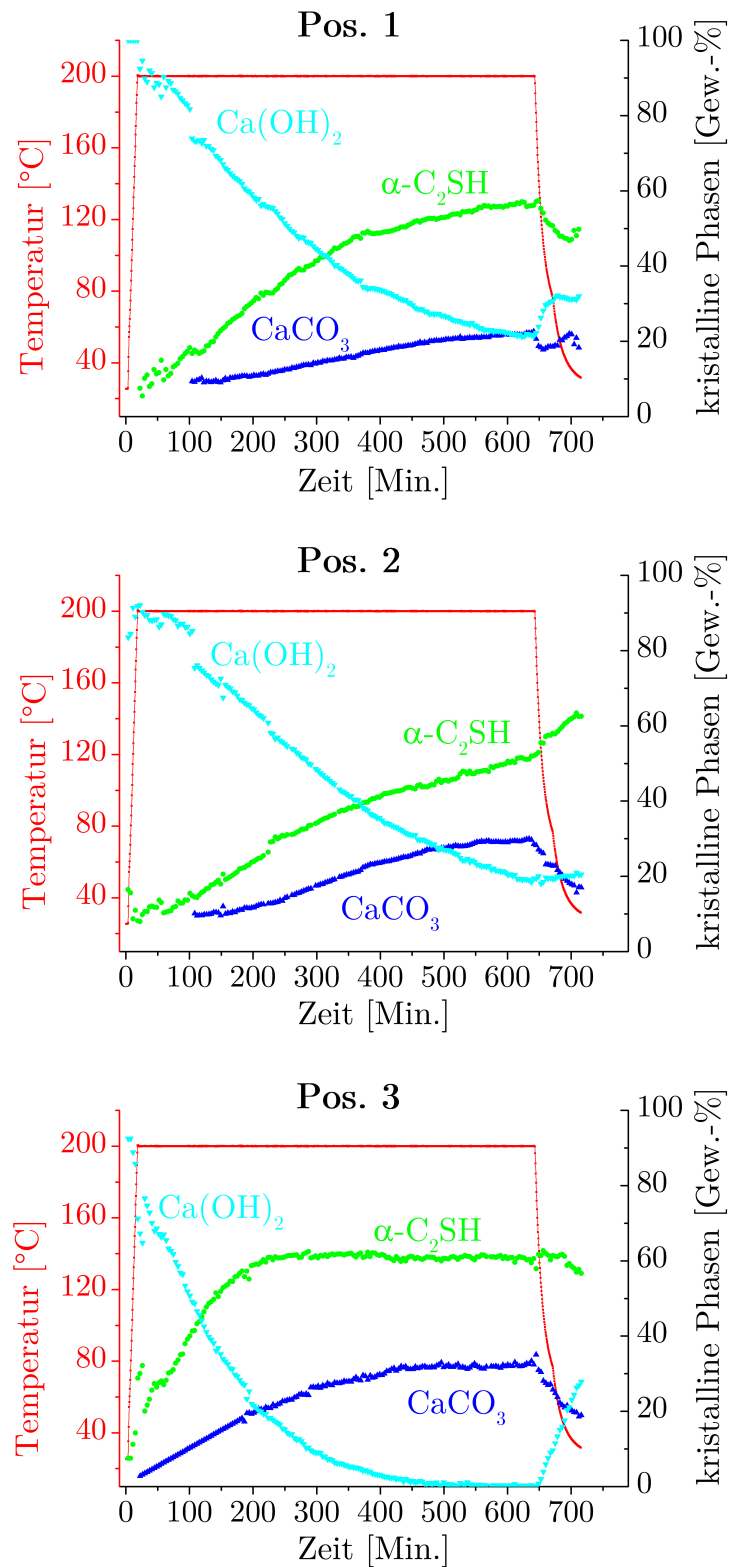


Abbildung 5.17.: Änderung des kristallinen Phasenbestandes der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂**, bei einem **W/F von 5** an drei Positionen. Die Auflösung und das Wachstum der auf 100% normierten kristallinen Phasen ist in Gew.-% angegeben.

5. Ergebnisse

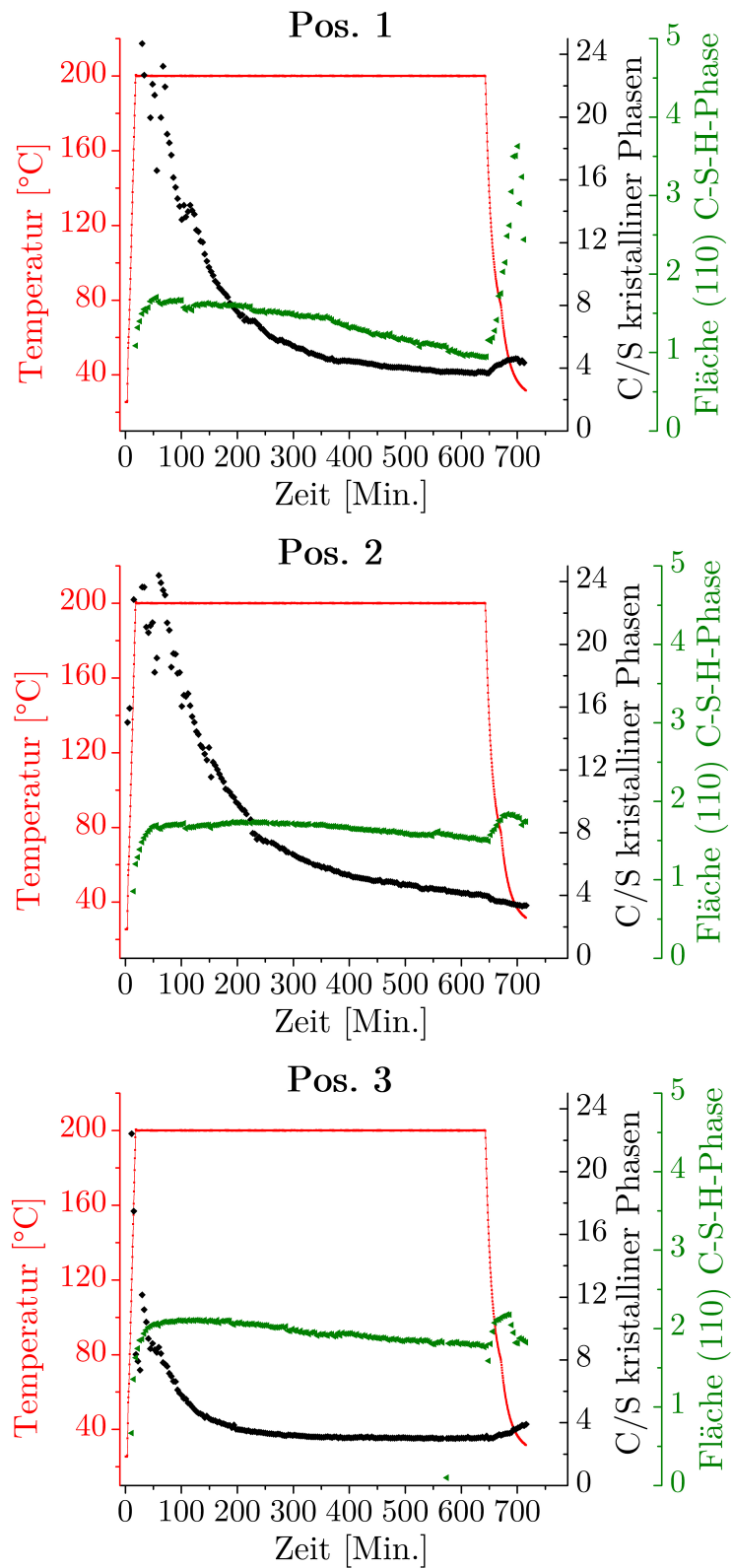


Abbildung 5.18.: Änderung des C/S der kristallinen Phasen und der Fläche des (110)-Reflexes der Synthese mit **hochdisperssem** SiO₂, bei einem **W/F** von **5** an drei Positionen.

5. Ergebnisse

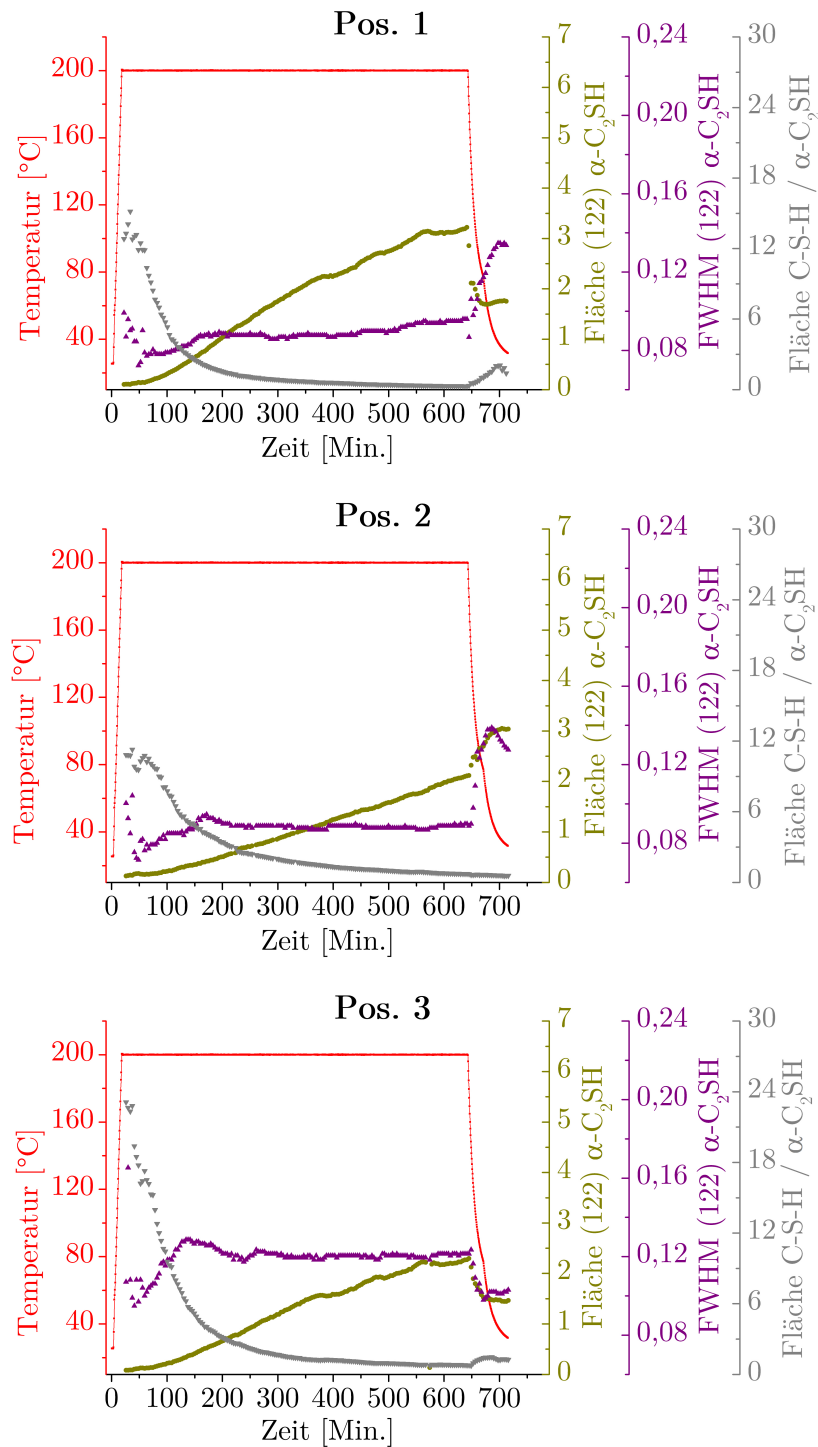


Abbildung 5.19.: Änderung der Fläche und der Halbwertsbreite des (122)-Reflexes von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ im Verlauf der Synthese mit **hochdisperssem** SiO_2 , bei einem **W/F von 5** an drei Positionen. Ergänzend ist das Verhältnis der Flächen zwischen dem (110)-Reflex der nanokristallinen C-S-H-Phase und dem (122)-Reflex von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ aufgeführt.

5. Ergebnisse

Hohlräume zugewachsen und die Oberflächen mit nanokristalliner C-S-H-Phase bedeckt sind. Auch für diesen dritten Fall wäre die Reaktion mit CO_2 weiter möglich, die Bildung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ aber gehemmt.

Die Kristallisation von Calcit ist an Pos. 1 und 2 erst nach 100 Min. röntgendiffraktometrisch zu erfassen. An beiden Positionen liegt der kristalline Anteil des Calcit unmittelbar bei 10 Gew.-%. Es wird daher angenommen dass die Bildung von Calcit bereits zu Beginn der Synthese eingesetzt hat, wie dies für Pos. 3 der Fall ist. Der kristalline Anteil des Ca(OH)_2 wird aus diesem Grund an Pos. 1 und 2 bis zum Eintritt von Calcit zu hoch angenommen.

Die Reaktionen während der Abkühlung unterscheiden sich an den verschiedenen Positionen. Sie werden getrennt behandelt. An Pos. 1 verringert sich der kristalline Anteil des $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Die Fläche des (122)-Reflexes nimmt ab, während die Halbwertsbreite zunimmt. $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ wird aufgelöst. Auch der kristalline Anteil an Calcit nimmt ab, wohingegen der des Ca(OH)_2 zunimmt. Die Löslichkeit von Calcit nimmt mit sinkender Temperatur zu (Plummer u. Busenberg, 1982). Durch die Auflösung von Calcit und $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ ist die Lösung an CaO übersättigt, wodurch Ca(OH)_2 und auch nanokristalline C-S-H-Phase ausfallen. An Pos. 2 nimmt im Gegensatz dazu der Anteil an $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ zu. Die Halbwertsbreite und die Peakfläche des (122)-Reflexes nehmen ebenfalls zu, was als Ausfällung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ interpretiert wird. Die Auflösung von Calcit ist stärker ausgeprägt, die Ausfällung von Ca(OH)_2 und der nanokristallinen C-S-H-Phase dafür geringer. Auch Pos. 3 zeigt noch einmal den inhomogenen Syntheseverlauf während der Abkühlung auf. Während erneut Calcit in Lösung geht, kristallisiert neues Ca(OH)_2 welches zuvor an dieser Position vollständig umgesetzt wurde. Am Ende der Synthese nimmt Ca(OH)_2 30 Gew.-% des kristallinen Phasenbestandes ein. Der kristalline Anteil von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ bleibt mit Beginn der Abkühlung zunächst gleich, wohingegen die Fläche und die Halbwertsbreite des (122)-Reflexes abnehmen. Erst etwas verzögert nimmt auch der kristalline Anteil ab, was in Summe als Auflösung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ verstanden wird. Nanokristalline C-S-H-Phase wird zunächst gebildet, löst sich aber bis zum Ende der Synthese wieder auf. Die Fläche des (110)-Reflexes ist zu Beginn der Abkühlung und am Ende der Synthese gleich.

Das Flächenverhältnis der beiden beobachteten Reflexe liegt zu Beginn der Synthese auf Seiten der nanokristallinen C-S-H-Phase und bewegt sich exponentiell auf Seiten des $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Da der (110)-Reflex der nanokristallinen C-S-H-Phase abnimmt, ist ein Umsatz dieser Phase zu $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ zusätzlich zur Kristallisation aus den Ausgangsstoffen wahrscheinlich. Die Kristallisation der beiden C-S-H-Phasen Tobermorit und Xonotlit wird von Shaw et al. (2000a) auf die gleiche Weise beschrieben. Zunächst bildet sich auch in diesen Synthesen eine teil-kristalline C-S-H-Phase, welche zu Tobermorit umgesetzt wird. Es wird eine strukturelle Ordnung der nanokristallinen C-S-H-Phase in der dritten Di-

5. Ergebnisse

mension angenommen. Dies ist in dieser Form nicht auf α -C₂SH übertragbar. Wie im vorangehenden Abschnitt 5.4.1 angenommen wurde, zeigt sich, dass die Kristallisation von α -C₂SH aus nanokristalliner C-S-H-Phase und Ca(OH)₂ zumindest im Rahmen der Synthesedauer von 12 h unvollständig abläuft (Garbev, 2004, S. 193).

Zusammenfassend ergibt sich über die drei Punkte der Synthese betrachtet ein qualitativ identischer Verlauf. Zu Beginn bildet sich eine nanokristalline C-S-H-Phase sowie als Nebenbestandteil α -C₂SH. Mit der Zeit dominiert die Kristallisation von α -C₂SH. Die nanokristalline C-S-H-Phase wird teilweise wieder gelöst und zu α -C₂SH umgesetzt. Als weitere Phase tritt CaCO₃ auf, obwohl der Anteil an CO₂ im Rahmen der präparativen Möglichkeiten minimiert wurde. Das Ca(OH)₂ wird nicht vollständig umgesetzt, oder bildet sich während der Abkühlung neu. Deutliche Änderungen in der quantitativen Zusammensetzung finden während der Abkühlung statt. Der Phasenbestand an den drei Positionen der Probe ist quantitativ unterschiedlich, was auf eine Inhomogenität der Probe zurückzuführen ist.

Morphologie der Produkte (REM)

Nach Abschluss einer jeden Synthese wurde die Presstablette aus der HT-Zelle entnommen, im N₂-Strom getrocknet und unter N₂-Atmosphäre gelagert um den Phasenbestand anschließend am REM zu untersuchen. In der Presstablette sind nach der Synthese nur wenige gut ausgebildete α -C₂SH-Kristalle zu finden. Die Aufnahmen in Abb. 5.20 zeigen zwei solcher Exemplare. Die Presstablette besteht hauptsächlich aus einer Matrix, welche sich aus einem Gerüst von xenomorphen Plättchen zusammensetzt. McFarlane (2007, S. 44-45) beschreibt eine derartige Struktur für gealterte nanokristalline C-S-H-Phase nach 150 Minuten. Die Morphologie ähnelt allerdings auch den schlecht ausgebildeten α -C₂SH-Kristallen, die in der *ex situ* Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 beobachtet wurden (Abb. 5.30). Diese werden im späteren Abschnitt 5.4.4 diskutiert. Wenn es zutrifft, dass es sich bei dem Matrixmaterial um α -C₂SH handelt, dann existieren mindestens zwei Populationen von α -C₂SH-Kristallen. Sporadisch treten idiomorph ausgebildete α -C₂SH-Kristalle auf. Ihre Fläche senkrecht zur kristallographischen c-Achse misst wenige Mikrometer, bei einer Höhe von unter 1 Mikrometer (Bild A). Größere α -C₂SH-Platten zeigen Auflösungserscheinungen an den Rändern und der Oberfläche (Bild B). Während die großen Kristalle aus den zugegebenen Impfkristallen gewachsen sind, ist das Matrixmaterial auf die Fällung zu Beginn der Synthese und darauf folgendes Kristallwachstum zurückzuführen. Im unteren linken Viertel von Bild B ist ein Aggregat von wolkiger Ausbildung zu sehen. Eine nanokristalline C-S-H-Phase mit einer solchen Ausbildung wird unter anderem von Fylak et al. (2006) und McFarlane (2007, S. 44) beschrieben. In letzterem Fall entsteht dies nach wenigen Minuten als Syntheseprodukt aus Lösungen

5. Ergebnisse

von Natriumsilikat und Calciumhydroxid. Die nanokristalline C-S-H-Phase in Bild B ist vermutlich während der Abkühlung am Ende der Synthese entstanden.

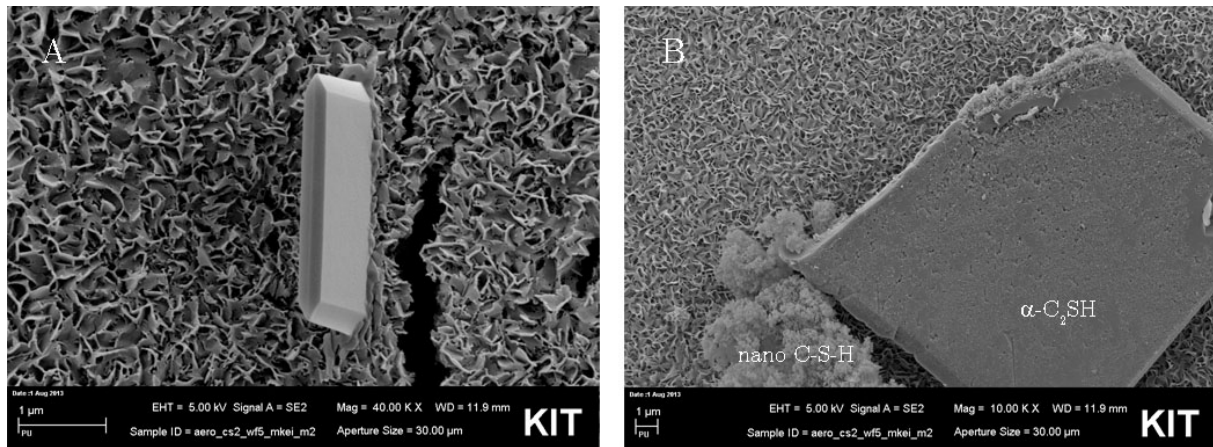


Abbildung 5.20.: Morphologie der Phasen der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂** bei einem **W/F von 5**. Gezeigt ist ein idiomorph ausgebildeter α -C₂SH-Kristall (Bild A) sowie ein α -C₂SH-Kristall der Auflösungserscheinungen zeigt (Bild B). Daneben ist die nanokristalline C-S-H-Phase als wolkiges Aggregat zu sehen.

5.4.3. Synthese mit hochdisperssem SiO₂ und einem W/F von 2

Der Phasenbestand ist in Abb. 5.21 und die Änderung der Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase sowie des C/S der kristallinen Phasen in Abb. 5.22 dargestellt. Wie für die vorangehende Synthese zeigt Abb. 5.23 die Fläche und die Halbwertsbreite (FWHM) des (122)-Reflexes von α -C₂SH sowie das Verhältnis zwischen den Flächen des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH. Abschließend wird auf die Morphologie der Phasen nach Versuchsende anhand der REM-Aufnahmen in Abb. 5.24 eingegangen. Die Synthesebedingungen sind ergänzend in Tab. A.4 im Anhang aufgeführt. Ebenfalls im Anhang zu finden sind die Änderungen von Strahlstrom, Lebensdauer und Energie der Synchrotronstrahlung im Verlauf der Synthese (Abb. A.7) sowie der Temperaturverlauf im Inneren der Zelle (Abb. A.8).

Änderung des Phasenbestandes

Die Änderung des Phasenbestandes ist an Pos. 1 und 2 dieser Synthese schwieriger nachzuvollziehen als für die Positionen der anderen Synthesen, da neben Ca(OH)₂ nur α -C₂SH als zusätzliche kristalline Phase auftritt. Besonders in diesem Fall zeigt sich der Mehrwert der zusätzlichen Informationen aus den kristallographischen Daten. Die Änderung der Fläche des (122)-Reflexes und der Halbwertsbreite ermöglichen Rückschlüsse auf die

5. Ergebnisse

Kristallisation von α -C₂SH. An Pos. 3 dieser Synthese kristallisiert zusätzlich Calcit wodurch der Phasenbestand dem der vorangehenden Synthese bei einem W/F von 5 ähnelt.

Ca(OH)₂ ist an Pos.1 und 2 bereits nach 100 bis 200 Min. vollständig umgesetzt. An Pos. 3 verläuft die Auflösung des Ca(OH)₂ deutlich langsamer und nicht vollständig. Die Auflösung des hochdispersen SiO₂ kann, wie bereits angeführt, nicht röntgenographisch verfolgt werden. An allen drei Positionen fällt zu Beginn der Synthese nanokristalline C-S-H-Phase aus. Die Fläche des (110)-Reflexes nimmt zunächst exponentiell zu. Nach 25 bis 50 Min. verringert sich dann die Geschwindigkeit mit der die nanokristalline C-S-H-Phase gebildet wird. An Pos. 2 und 3 erreicht die Fläche des (110)-Reflexes nach 150 bis 250 Min. ein Maximum, wonach die nanokristalline C-S-H-Phase wieder anteilig aufgelöst wird. An Pos. 1 läuft die Fläche des (110)-Reflexes gegen einen Grenzwert und bleibt bis zum Beginn der Abkühlung etwa gleich.

Die Kristallisation von α -C₂SH kann erst nach 50 bis 100 Min. röntgenographisch erfasst werden. Wie zu Beginn im Abschnitt 5.4.1 erwähnt, treten an Pos. 1 und 2 mit Ca(OH)₂ und α -C₂SH nur zwei kristalline Phasen auf. Da an Pos. 1 zu dem Zeitpunkt zu dem α -C₂SH erstmals erfasst werden kann bereits das meiste Ca(OH)₂ aufgelöst ist, beträgt der Anteil an α -C₂SH fast 80 Gew.-%. Das Flächenverhältnis der Reflexe der nanokristallinen C-S-H-Phase und α -C₂SH liegt zu diesem Zeitpunkt bei 28,7, wohingegen für die vorangehende Synthese über alle drei Positionen ein Maximalwert von 23 zu Beginn der Synthese erreicht wurde. Ein höheres Verhältnis entspricht einem niedrigeren Anteil an α -C₂SH im Vergleich zur nanokristallinen C-S-H-Phase. Zu Beginn der Synthese ist bei niedrigerem W/F also weniger α -C₂SH vorhanden. Die 80 Gew.-% entsprechen also einem geringeren Anteil, wenn das Gesamtprodukt betrachtet wird. Dasselbe gilt für Pos. 2, für die der Anteil an α -C₂SH nach 35 Min. initial 30 Gew.-% beträgt, das Flächenverhältnis der beiden untersuchten Reflexe von α -C₂SH und der nanokristallinen C-S-H-Phase aber bei 33,9 liegt. Davon abweichend verläuft die Kristallisation von α -C₂SH an Pos. 3 langsamer. Zusätzlich bildet sich Calcit. Der abweichende Phasenbestand an Pos. 3 im Vergleich zu Pos. 1 und 2 ist möglicherweise darauf zurückzuführen, dass an Pos. 3 weniger Lösung vorhanden war. Wie in Abschnitt 5.4.1 beschrieben, wurde empirisch festgestellt, dass die Fenstermitte der kälteste Punkt ist und damit der Ort an dem am ehesten Wasser kondensiert. Der Tropfen an zugegebener Lösung befindet sich zu Beginn in der Mitte der Presstablette. Geht nun ein Teil des H₂O in die Gasphase über, nimmt die Menge an Lösung vom Rand zur Mitte hin ab, so dass Pos. 3 als Erstes außerhalb des Lösungstropfen liegt. Dafür spricht, dass Calcit ausschließlich an Pos. 3 entsteht. Die Kristallisation von Calcit aus Ca(OH)₂ oder C-S-H-Phasen und CO₂ (Black et al., 2007) aus der Gasphase ist wahrscheinlicher, als die Kristallisation von C-S-H-Phasen in Abwesenheit einer Lösung. Im Gegensatz dazu lässt sich argumentieren, dass die Änderung des Phasenbestandes an

5. Ergebnisse

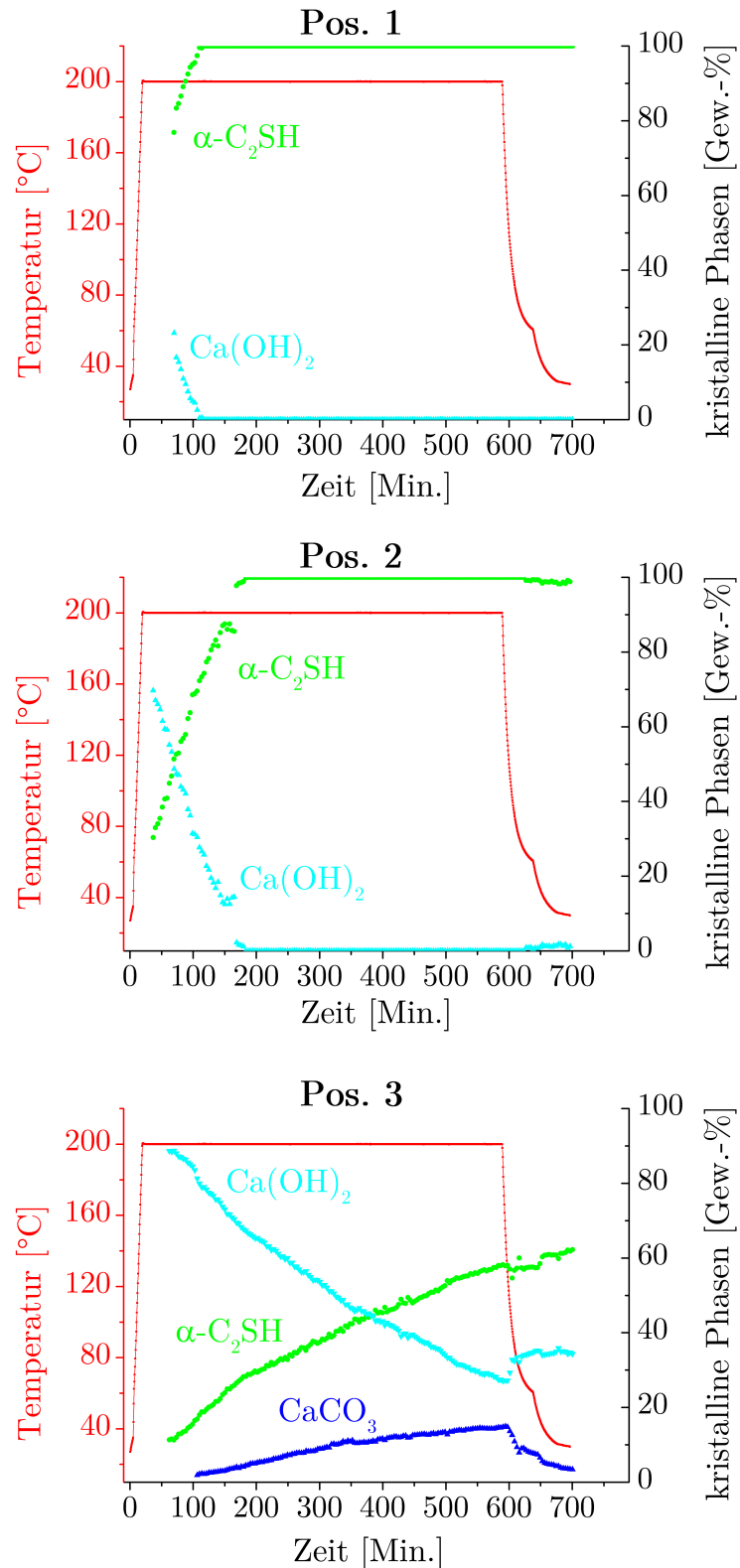


Abbildung 5.21.: Änderung des kristallinen Phasenbestandes der Synthese mit **hochdisperssem SiO_2** , bei einem **W/F von 2** an drei Positionen. Die Auflösung und das Wachstum der auf 100% normierten kristallinen Phasen ist in Gew.-% angegeben.

5. Ergebnisse

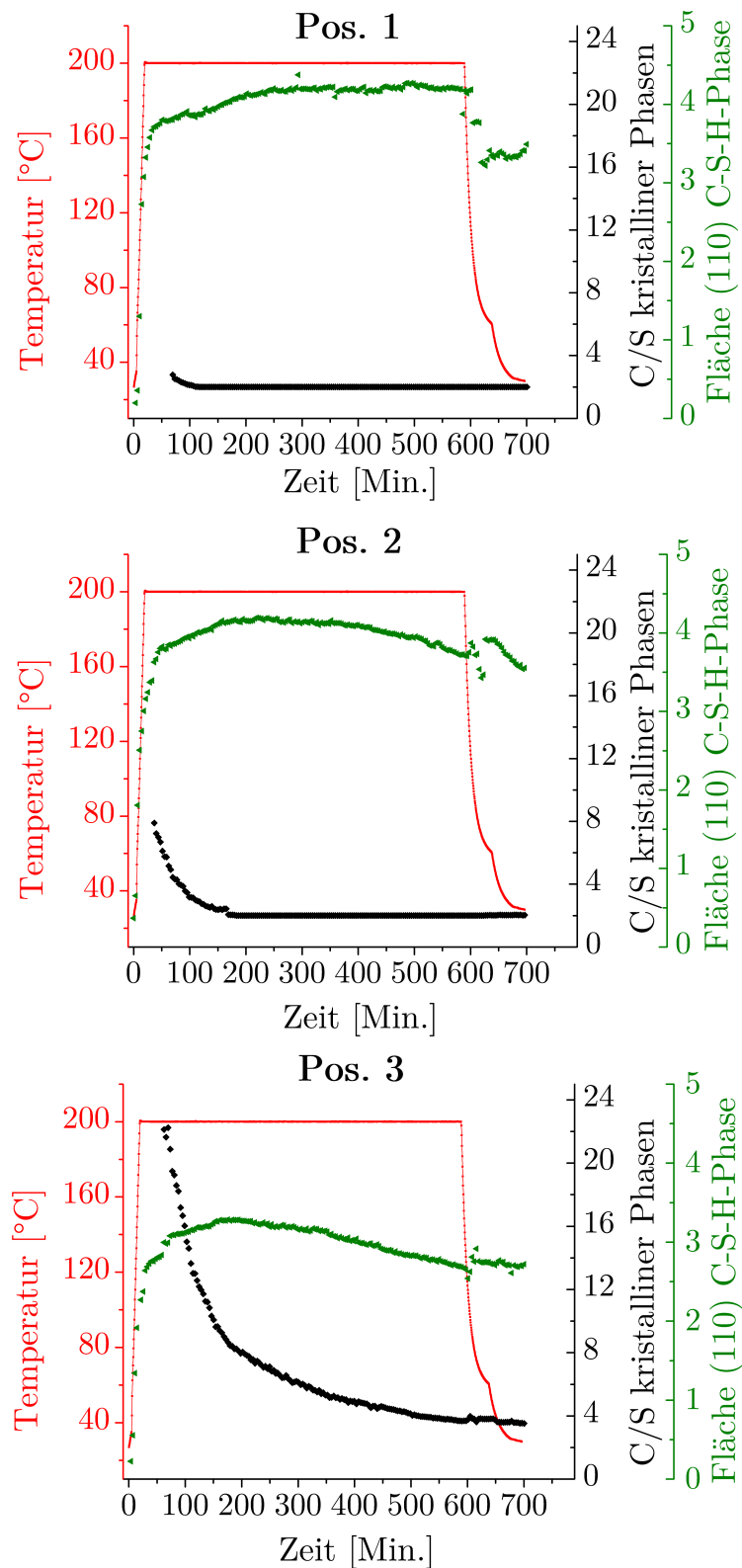


Abbildung 5.22.: Änderung des C/S der kristallinen Phasen und der Fläche des (110)-Reflexes der Synthese mit **hochdisperssem** SiO_2 , bei einem **W/F** von **2** an drei Positionen.

5. Ergebnisse

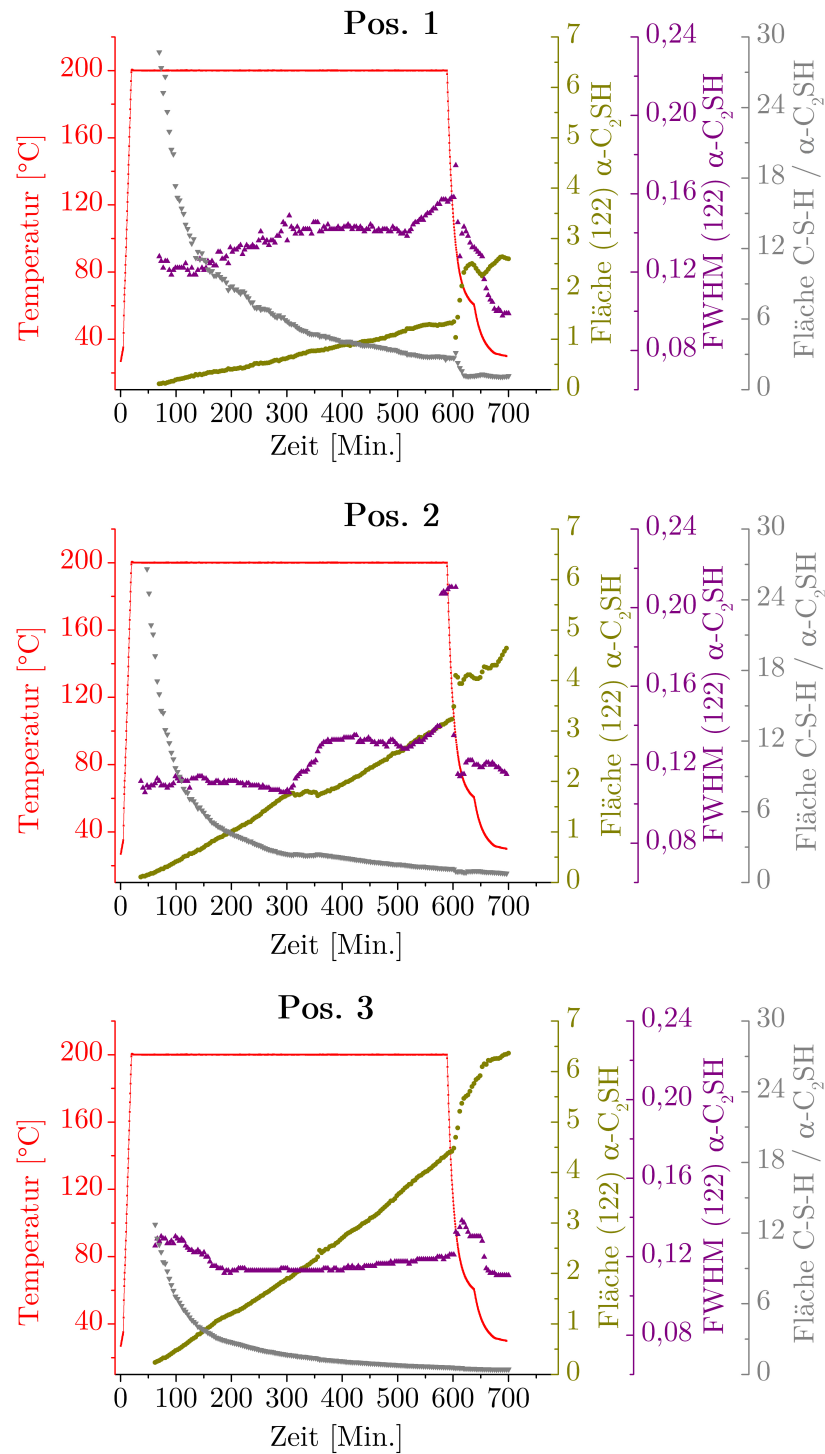


Abbildung 5.23.: Änderung der Fläche und der Halbwertsbreite des (122)-Reflexes von α -C₂SH im Verlauf der Synthese mit **hochdispersem SiO₂**, bei einem **W/F von 2** an drei Positionen. Ergänzend ist das Verhältnis der Flächen zwischen dem (110)-Reflex der nanokristallinen C-S-H-Phase und dem (122)-Reflex von α -C₂SH aufgeführt.

5. Ergebnisse

Pos. 3 den Änderungen gleicht, die in der vorangehenden Synthese bei höherem W/F von 5 beobachtet wurden, was für ein höheres Lösungsvolumen an Pos. 3 spricht. Diesen Ansatz unterstützt auch die Beobachtung, dass von den drei Punkten der Synthese an Pos. 3 am wenigsten nanokristalline C-S-H-Phase gebildet wurde und die Übersättigung dementsprechend am niedrigsten gewesen ist. Die Steigung der Fläche des (122)-Reflexes von α -C₂SH ist darüber hinaus an Pos. 3 am größten. Der größte Anteil an α -C₂SH ist an dieser Position vorhanden. Letzteres spricht ebenfalls für eine geringere Übersättigung und entsprechend mehr Lösung an Pos. 3.

Die Änderung der Halbwertsbreite des (122)-Reflexes α -C₂SH lässt darauf schließen, dass an Pos. 1 und 2 verschiedene Generationen α -C₂SH-Kristalle kristallisiert sind. An Pos. 1 nimmt die Halbwertsbreite bis zur 400. Min linear zu. Die Werte streuen dabei stark. Es wird also stetig α -C₂SH ausgefällt, wobei der Anteil an α -C₂SH an dieser Position insgesamt gering ist. Ab diesem Zeitpunkt der Synthese ist ausreichend röntgennographisch erfassbares α -C₂SH vorhanden, dass die Streuung der Werte ausbleibt. Die Fläche des (122)-Reflexes nimmt in diesem Abschnitt weiter zu, während die Halbwertsbreite konstant bleibt. Eine schnelle Zunahme der Halbwertsbreite in der letzten Stunde vor der Abkühlung spricht für die Kristallisation einer zweiten Generation α -C₂SH-Kristalle. Die Lösung ist im untersuchten Bereich abrupt übersättigt. Ein möglicher Grund hierfür ist die Verringerung der Lösungsmenge. An Pos. 2 kristallisieren zwei weitere Generationen an α -C₂SH-Kristallen, was durch die Zunahme der Halbwertsbreite gekennzeichnet ist. Dies findet zeitgleich zu Pos. 1 und zusätzlich bereits 3 h früher, etwa zur Mitte der Synthese statt. Die Halbwertsbreite streut an Pos. 2 im Gegensatz zu Pos. 1 nicht, was dafür spricht, dass schon früh mehr röntgenographisch erfassbares α -C₂SH vorhanden ist. An Pos. 3 nimmt die Halbwertsbreite zu Beginn der Synthese etwas ab, während die Fläche des (122)-Reflexes zunimmt. Das α -C₂SH wird also grobkristalliner. Ab der 200. Min. nimmt die Halbwertsbreite wieder etwas zu. Die Ausfällung von α -C₂SH schreitet geringfügig schneller fort, als das Wachstum der Kristalle.

Während der Abkühlung kommt es an allen drei Punkten zu sprunghaften Änderungen von Flächen und Halbwertsbreiten der untersuchten Reflexe. Diese werden auf die Änderungen der Löslichkeit mit der Temperaturänderung und auf Vergrößerung des Lösungsvolumens durch Kondensation des H₂O zurückgeführt. Der kristalline Phasenbestand an Pos. 1, welcher nur aus α -C₂SH besteht, ändert sich nicht. An Pos. 2 fällt Ca(OH)₂ aus. An Pos. 3 geht Calcit, bedingt durch die Zunahme der Löslichkeit bei Abnahme der Temperatur (Plummer u. Busenberg, 1982) in Lösung. Die Übersättigung führt daraufhin zur Ausfällung von Ca(OH)₂. Die Halbwertsbreite des (122)-Reflexes von α -C₂SH nimmt an allen drei Positionen ab, während die Fläche zunimmt. α -C₂SH wird grobkristalliner. Auch die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase ändert sich sprung-

5. Ergebnisse

haft. An Pos. 1 wird nanokristalline C-S-H-Phase gelöst. An Pos. 2 nimmt die Fläche erst zu und dann ab, so dass während der Abkühlung in Summe nanokristalline C-S-H-Phase gelöst wird. An Pos. 3 nimmt die Fläche sprunghaft zu und dann mit der gleichen Tendenz ab wie vor Beginn der Abkühlung.

Zusammenfassend ist die Änderung des Phasenbestandes innerhalb dieser Synthese an Pos. 1 und 2 qualitativ identisch, während der Phasenbestandes an Pos. 3 zusätzlich Calcit umfasst. Der dadurch auf den ersten Blick große Unterschied im Syntheseverlauf von Pos. 3 erweist sich bei genauerer Analyse des (122)-Reflexes von α -C₂SH als gering. Ein Vergleich beider Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ zeigt, dass ein geringeres W/F zu mehr nanokristalliner C-S-H-Phase zu Beginn der Synthese führt. Dies wird auf das geringere Lösungsvolumen und eine daraus resultierende höhere Übersättigung zurückgeführt. Die nanokristalline C-S-H-Phase setzt sich im Verlauf allerdings anteilig zu α -C₂SH um. Das Verhältnis der Flächen der Reflexe von nanokristalliner C-S-H-Phase und α -C₂SH ist am Ende der Synthesen für beide W/F ähnlich (Abb. 5.19 und 5.23).

Morphologie der Produkte (REM)

An der Oberfläche der Presstablette treten hauptsächlich zwei Morphologien auf. Dies sind zum einen α -C₂SH-Platten sowie zum anderen wolkiges Matrixmaterial, welches die α -C₂SH-Kristalle umgibt. Die Phasen sind in Abb. 5.24 zu sehen. Die α -C₂SH-Kristalle sind vollständig idiomorph ausgebildet, mit Längen von mehr als 10 μ m, Breiten bis 10 μ m und Höhen von maximal 1 μ m. Im Vergleich zu den Kristallen der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ und einem W/F von 5 sind die Kristalle dieser Synthese größer und weniger gedrungen (siehe Abb. 5.35). In Bild A ist eine separierte Verwachsung von α -C₂SH-Kristallen zu sehen. Das amorphe Matrixmaterial geht an einigen Stellen der Presstablette in stengelige, bis 1 μ m lange Kristalle über. Daraus entstehen wiederum Bänder die am Übergang zum plattigen Kristall stehen. Dies ist im oberen linken Viertel von Bild B in Abb. 5.24 zu sehen. Vermutlich zeigt dies den Umsatz von nanokristalliner C-S-H-Phase in α -C₂SH. Die idiomorph ausgebildeten α -C₂SH-Kristalle entsprechen der ersten Generation, wohingegen die hypidiomorph ausgebildeten α -C₂SH-Kristalle in Vergesellschaftung mit nanokristalliner C-S-H-Phase im späteren Verlauf der Synthese kristallisiert sind.

5.4.4. Synthese mit industriellem Quarzmehl und einem W/F von 2

Mit industriellem Quarzmehl und einem W/F von 2 wurden zwei gleichwertige Synthesen unter identischen Bedingungen durchgeführt. Der Syntheseverlauf wurde in Summe an 6 Positionen erfasst. Abweichend war die Synthesedauer, welche für die erste Synthese

5. Ergebnisse

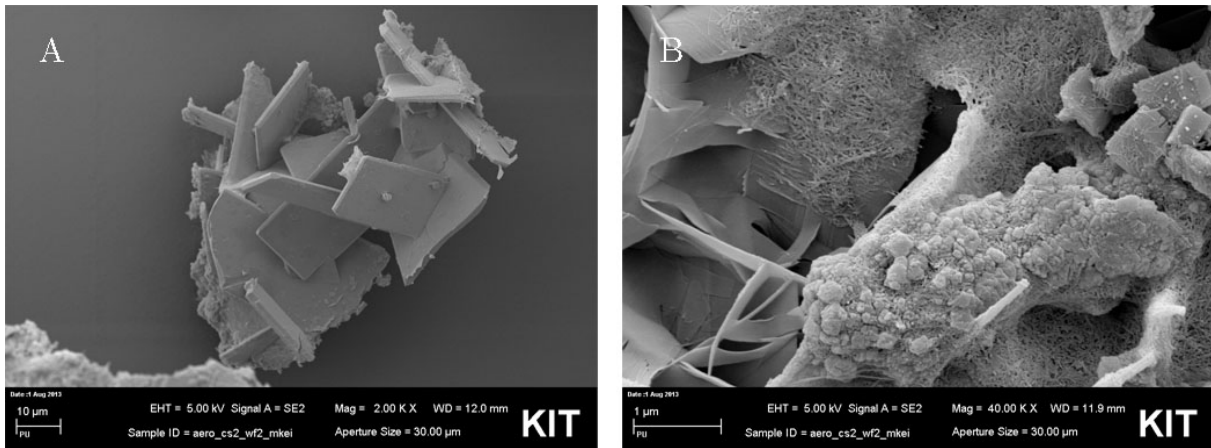


Abbildung 5.24.: Morphologie der Phasen der Synthese mit **hochdispersem SiO₂** bei einem **W/F von 2**. Gezeigt sind Aggregate von α -C₂SH-Kristallen (Bild A) sowie ein Bereich der vermutlich hauptsächlich aus nanokristalliner C-S-H-Phase besteht (Bild B).

570 Min. und für die zweite Synthese 700 Min. betrug. Im Folgenden werden die Änderungen des Phasenbestandes an Pos. 1 der ersten Synthese und Pos. 2 und 3 der zweiten Synthese behandelt. Der Vergleich der Positionen unterschiedlicher Synthesen ermöglicht zusätzlich eine Einschätzung über die Reproduzierbarkeit der *in situ* Experimente. Der Phasenbestand ist in Abb. 5.25 und die Änderung der Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase sowie des C/S der kristallinen Phasen in Abb. 5.26 dargestellt. Identisch zu den bereits beschriebenen Synthesen zeigt Abb. 5.27 die Fläche und die Halbwertsbreite (FWHM) des (122)-Reflexes von α -C₂SH sowie das Verhältnis zwischen den Flächen des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH. Darüber hinaus wird anhand der Änderung der Gitterkonstanten (Abb. 5.28) und der grafischen Darstellung des Kristallgitters (Abb. 5.29) die Ausbildung der Kristallstruktur von α -C₂SH diskutiert. Die Morphologie der Phasen nach Versuchsende wird anhand der REM-Aufnahmen in Abb. 5.30 beschrieben. Die Synthesebedingungen sind in Tab. A.1 (Pos. 1) und A.2 (Pos. 2, 3) im Anhang aufgeführt. Außerdem ist über den Zeitraum der Synthese der Strahlstrom, die Lebensdauer und die Energie des Strahls der Synchrotronquelle in Abb. A.1 (Pos. 1) und A.3 (Pos. 2, 3) dargestellt sowie der Temperaturverlauf innerhalb der Zelle in Abb. A.2 (Pos. 1) und A.4 (Pos. 2, 3). Auch die zuletzt genannten Diagramme sind im Anhang zu finden.

Änderung des Phasenbestandes

Der Phasenbestand der Synthese umfasst die Ausgangsstoffe Ca(OH)₂ und Quarz, das gewünschte Syntheseprodukt α -C₂SH sowie Calcit, wobei letzterer nur an Pos. 2 und 3 kristallisiert. Der industrielle Quarz wird im Gegensatz zum hochdispersen SiO₂ röntge-

5. Ergebnisse

nographisch erfasst, so dass der Verbrauch beider Ausgangsstoffe direkt verfolgt werden kann. Während des Aufheizvorgangs nimmt der kristalline Anteil an Quarz um einige Gew.-% zu. Dies ist darauf zurückzuführen, das durch das Mahlen des Quarzes (industriell) etwa 20 Gew.-% röntgenamorph vorliegen. Wird der Quarz aufgeheizt, wird dieser amorphe Anteil, wenn noch nicht in Lösung, wieder grobkristalliner und taucht im kristallinen Phasenbestand auf. Im darauf folgenden Syntheseverlauf wird der Quarz innerhalb von 250 bis 400 Min. vollständig oder nahezu vollständig umgesetzt. Dies ist für das $\text{Ca}(\text{OH})_2$ nicht der Fall. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ macht am Ende der Synthesen zwischen 17 und 37 Gew.-% des kristallinen Phasenbestandes aus.

Innerhalb der ersten 15 Min. bildet sich zunächst vermehrt nanokristalline C-S-H-Phase. Die Zunahme der Fläche des (110)-Reflexes ist jedoch deutlich geringer als für die beiden Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 . Die maximal erreichte Fläche in den ersten 100 Min. beträgt nur etwa die Hälfte der Fläche, die in der Synthese mit hochdisperssem SiO_2 bei einem W/F von 5 erreicht wird. In der Synthese mit hochdisperssem SiO_2 bei einem W/F von 2 ist die Fläche des (110)-Reflexes sogar viermal so groß wie bei Verwendung von industriellem Quarzmehl. Die Übersättigung der Lösung ist durch den weniger reaktiven Quarz geringer. Die Ausfällung der nanokristallinen C-S-H-Phase setzt sich nach den ersten 50 Min. der Synthese mit geringerer Geschwindigkeit bis zum Beginn der Abkühlung fort. An Pos. 2 und 3 bildet sich auch während der Abkühlung noch nanokristalline C-S-H-Phase. Dies steht ebenfalls im Gegensatz zu den Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 , für welche das Maximum an nanokristalliner C-S-H-Phase zumeist in einem frühen Stadium der Synthesen erreicht wird (zwischen 50 und 200 Min.) und sich diese dann wieder auflöst. Nur an Pos. 3 kommt es im Syntheseverlauf kurzfristig zur Auflösung von nanokristalliner C-S-H-Phase und zwar zu dem Zeitpunkt, an dem der Quarz vollständig umgesetzt ist. Die Bildung der nanokristallinen C-S-H-Phase führt auch bei Verwendung von industriellem Quarzmehl dazu, dass mehr SiO_2 verbraucht wird als für ein stöchiometrisches Verhältnis von 2 kalkuliert wurde. Das C/S der kristallinen Phasen steigt damit innerhalb der ersten 50 bis 75 Min. an. Dieser Anstieg ist für Pos. 3 am stärksten ausgeprägt. Das Flächenverhältnis zwischen (110)-Reflex der nanokristallinen C-S-H-Phase und (122)-Reflex von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ liegt allerdings bereits nach 150 Min. unter 0,5. Im Vergleich zu den Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 (Abschnitt 5.4.2 und 5.4.3) bildet sich also relativ zu $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ weniger nanokristalline C-S-H-Phase, wenn industrielles Quarzmehl verwendet wird.

Parallel zur Ausfällung der nanokristallinen C-S-H-Phase beginnt innerhalb der ersten 15 Min. auch die Kristallisation von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. An Pos. 1 und 2 ist die Kristallisation zunächst noch gehemmt, setzt sich ab der 100. Min. dann aber an allen drei Positionen mit höherer und gleichbleibender Geschwindigkeit fort, bis der Quarz vollständig in Lösung gegangen ist und dieser Ausgangsstoff nicht mehr zur Verfügung steht. Nach 250

5. Ergebnisse

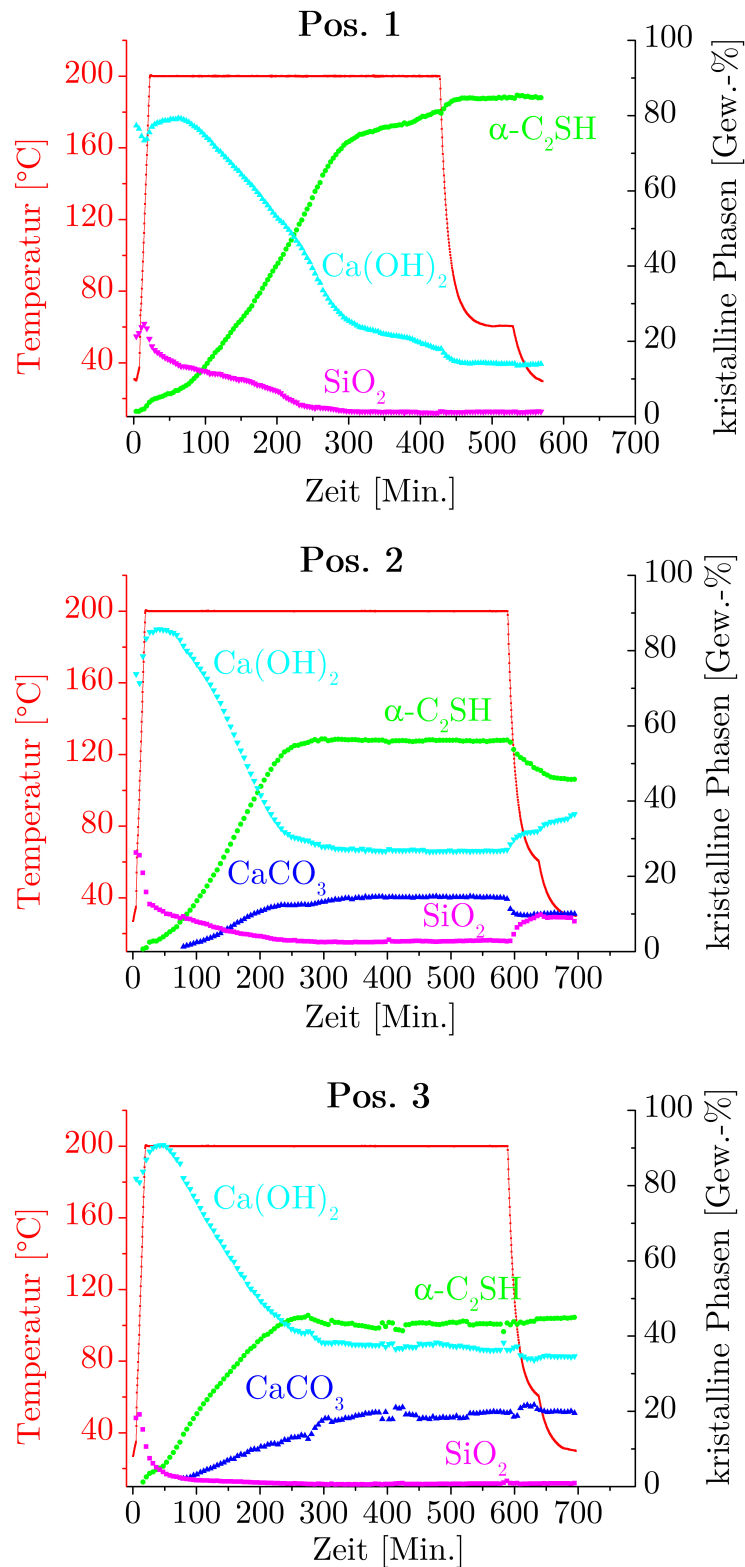


Abbildung 5.25.: Änderung des kristallinen Phasenbestandes der beiden Synthesen mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F von 2**. Die Auflösung und das Wachstum der auf 100% normierten kristallinen Phasen ist in Gew.-% angegeben.

5. Ergebnisse

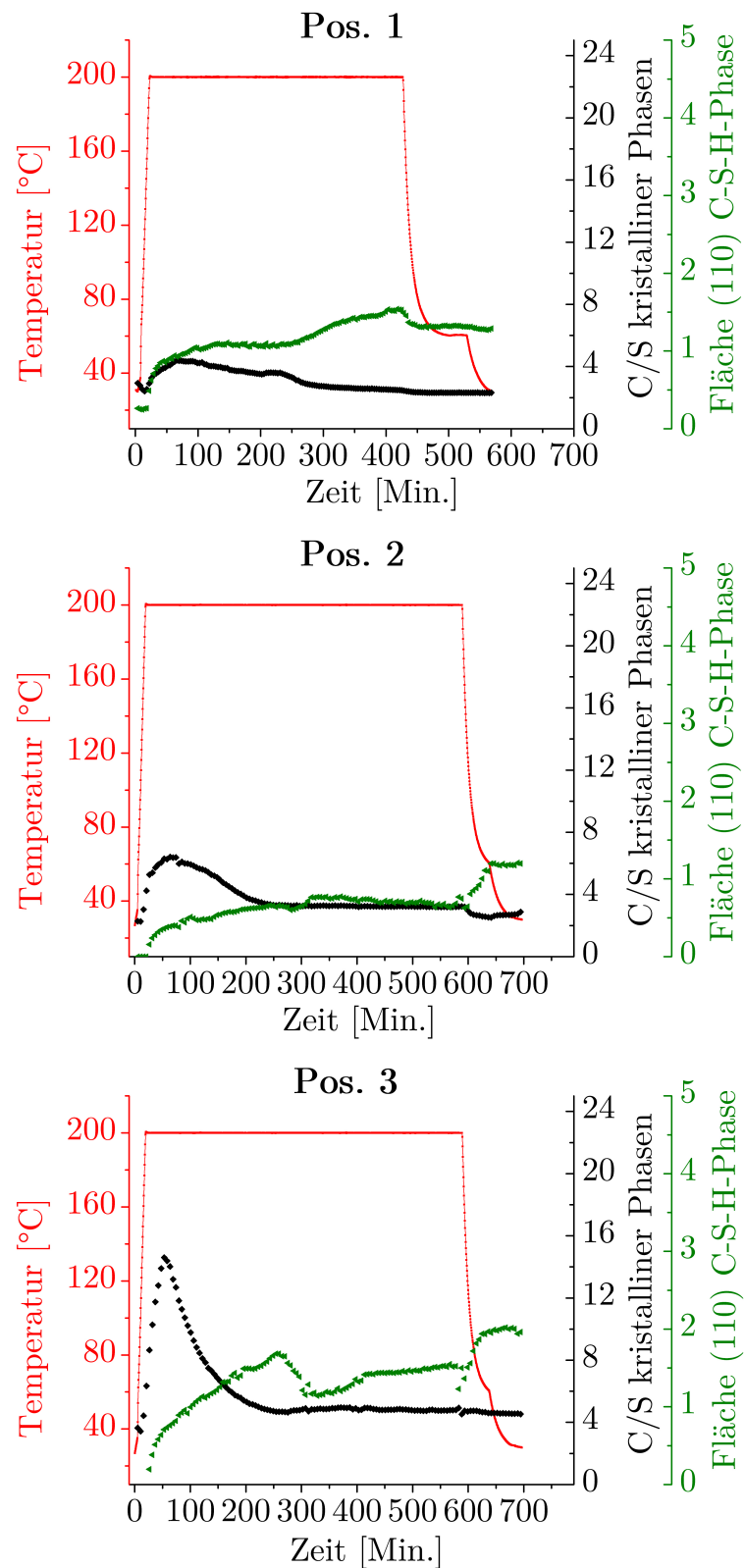


Abbildung 5.26.: Änderung des C/S der kristallinen Phasen und der Fläche des (110)-Reflexes der beiden Synthesen mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F** von **2**.

5. Ergebnisse

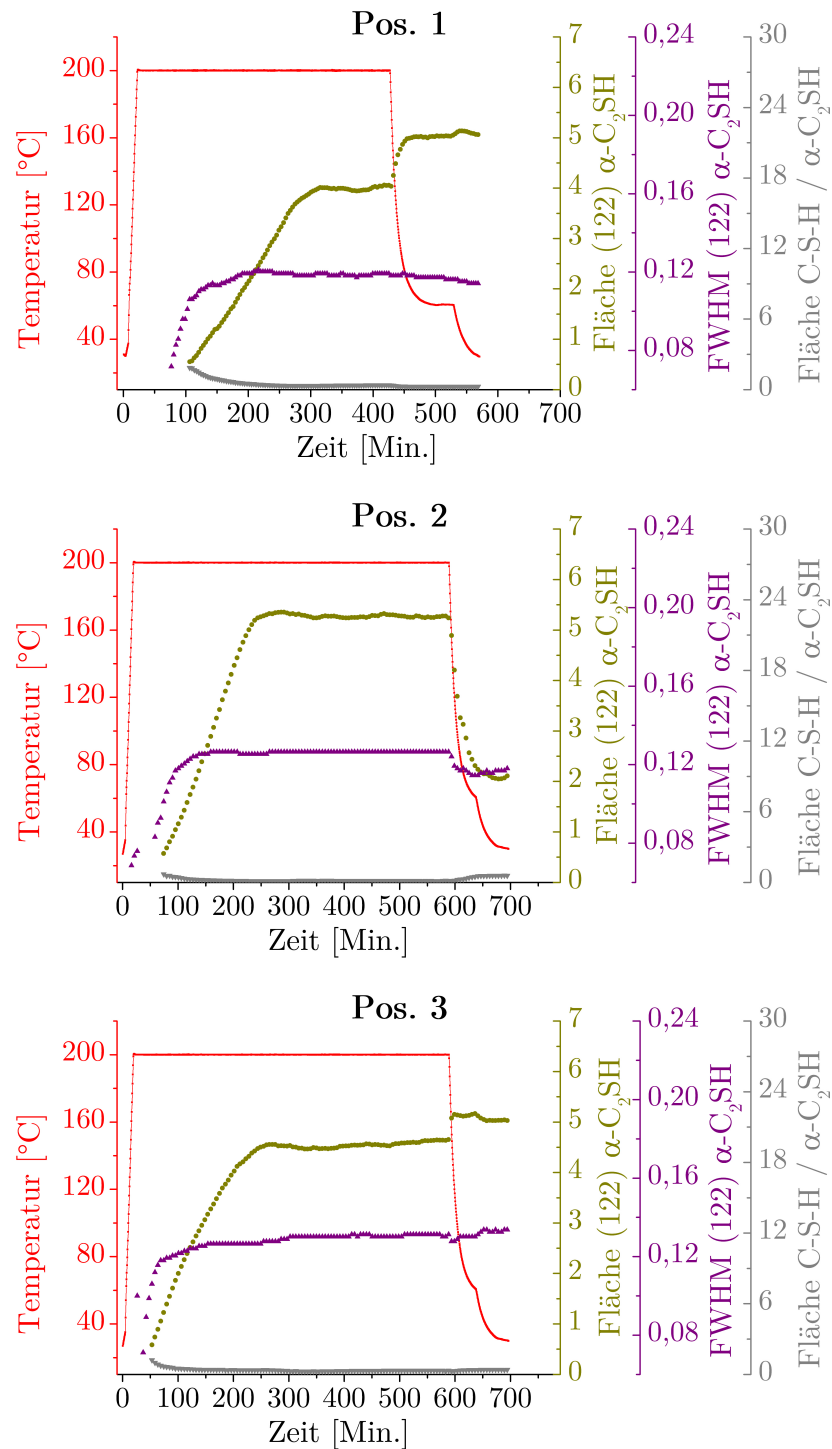


Abbildung 5.27.: Änderung der Fläche und der Halbwertsbreite des (122)-Reflexes von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ im Verlauf der beiden Synthesen mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F von 2**. Ergänzend ist das Verhältnis der Flächen zwischen dem (110)-Reflex der nanokristallinen C-S-H-Phase und dem (122)-Reflex von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ aufgeführt.

5. Ergebnisse

bis 300 Min. wird an Pos. 2 und 3 kein weiteres α -C₂SH gebildet. An Pos. 1 nimmt die Bildungsgeschwindigkeit ab, α -C₂SH kristallisiert aber weiterhin. Die Fläche des (122)-Reflexes von α -C₂SH nimmt an allen drei Positionen bis zum vollständigen Umsatz des Quarzes mit gleichbleibender Geschwindigkeit zu und bleibt dann gleich bis zum Beginn der Abkühlung. Ähnliches gilt für die Halbwertsbreite, welche in den ersten 150 Min. ansteigt und noch während die Fläche des Reflexes weiter zunimmt, einen konstanten Wert erreicht, der bis zum Beginn der Abkühlung gleich bleibt. Der Anstieg der Halbwertsbreite zu Beginn der Synthese ist auf die Kristallisation von α -C₂SH, also die Entstehung des Reflexes an sich, zurückzuführen. Dies entspricht keiner Verbreiterung durch eine Abnahme der Korngröße (Spiess et al., 2009, S. 68-70, 102ff.).

An Pos. 2 und 3 kristallisiert neben α -C₂SH auch Calcit. An dieser Stelle sei noch einmal erwähnt, dass es sich bei Pos. 1 um eine von Pos. 2 und 3 unabhängige Synthese handelt. Mit dem Ziel, CO₂ weitestgehend auszuschließen, wurden zwei Synthesen auf die gleiche Weise präpariert. Wie die Synthese mit hochdisperssem SiO₂ (Abschnitt 5.4.2) zeigt, existieren auch innerhalb einer Synthese Positionen, an denen Calcit kristallisiert neben solchen Positionen, an denen dies nicht der Fall ist. Bei Pos. 2 und 3 dieser Synthese ist die Kristallisation von Calcit ab der 75 Min. röntgenographisch zu erfassen und setzt sich bis zur 400. Min. fort. Der vollständige bzw. nahezu vollständige Umsatz von Quarz ist die Ursache dafür weshalb sich ab diesem Zeitpunkt kein weiteres α -C₂SH mehr bildet. Die Kristallisation von Calcit setzt sich allerdings ebenfalls nicht weiter fort. Wie bereits im Abschnitt 5.4.1 angeführt, besteht die Möglichkeit, dass die vorhandene Lösung an den betrachteten Positionen zeitweise vollständig in die Gasphase übergegangen ist und die Kristallisation zum Erliegen kommt. Ebenfalls denkbar wäre, dass die einzelnen Phasen Diffusionsbarrieren für die jeweils anderen bilden und dadurch weitere Reaktionen ausbleiben.

Während der Abkühlung ändert sich der kristalline Phasenbestand an Pos. 1 und Pos. 3 nur um wenige Prozentpunkte. Ca(OH)₂ wird anteilig aufgelöst, α -C₂SH bildet sich. An Pos. 1 wird darüber hinaus auch nanokristalline C-S-H-Phase aufgelöst. Die Kristallisation von α -C₂SH während der Abkühlung ist anhand der Zunahme der Fläche des (122)-Reflexes deutlicher auszumachen. An Pos. 3 bildet sich nanokristalline C-S-H-Phase anstatt sich wie an Pos. 1 aufzulösen. Dies unterstützt die These, dass an dieser Position zeitweise keine Lösung mehr vorhanden war. Kondensierende Lösung ermöglicht die Diffusion von zusätzlichem Quarz aus der Umgebung und die Kristallisation von weiterem Produkt. Dieselbe Ursache wird auch für Pos. 2 angeführt, an welcher allerdings abweichend zu Pos. 3 α -C₂SH und Calcit gelöst werden und nanokristalline C-S-H-Phase, Ca(OH)₂ und Quarz ausfallen.

5. Ergebnisse

Zusammenfassend bilden sich aus industriellem Quarzmehl und $\text{Ca}(\text{OH})_2$ eine nanokristalline C-S-H-Phase und $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Verglichen mit den *in situ* Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 (Abschnitt 5.4.2 und 5.4.3) bildet sich in dieser Synthese zu Beginn weniger nanokristalline C-S-H-Phase. Der Anteil an $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ relativ zur nanokristallinen C-S-H-Phase ist zu Beginn größer. Am Ende der Synthese werden gleiche Verhältnisse unabhängig von der SiO_2 -Quelle erreicht. Darüber hinaus tritt in der zweiten Synthese, repräsentiert durch Pos. 2 und 3, Calcit auf. Dies ist in der ersten Synthese unter identischen Bedingungen (Pos. 1) nicht der Fall. Vergleicht man alle sechs Positionen der beiden Synthesen, verläuft der Umsatz zu $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ an fünf Positionen wie für Pos. 2 und 3 beschrieben. Der finale Anteil von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ am kristallinen Phasenbestand bewegt sich zwischen 40 und 50 Gew.-%. Davon weicht lediglich der Umsatz an Pos. 1 der ersten Synthese ab, welcher bei 85 Gew.-% liegt. Die Reproduzierbarkeit der *in situ* Experimente kann damit als bestätigt angesehen werden.

Zusammensetzung des amorphen Anteils

Im Folgenden wird die Änderung der Zusammensetzung des amorphen Anteils der Synthese diskutiert. Dies erfolgt anhand der Zusammensetzung des kristallinen Phasenbestandes (C/S des kristallinen Anteils) und der Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase. Die Änderungen verlaufen an allen Positionen identisch. Am stärksten ausgeprägt sind diese an Pos. 1, was vermutlich auf den vollständigeren Umsatz an diesem Punkt zurückzuführen ist. Die Änderung der Zusammensetzung des amorphen Anteils wird daher anhand von Pos. 1 diskutiert.

Die Zusammensetzung des amorphen Anteils wurde bereits in Abschnitt 5.1.4 für die *ex situ* betrachteten Synthesen mit industriellem Quarzmehl und einem W/F von 2 diskutiert. Dabei hat sich ergeben, dass mit zunehmender Synthesedauer das C/S des amorphen Anteils ebenfalls zunehmen muss, um für das Syntheseprodukt in Summe das C/S von 2 zu erreichen, in dem die Ausgangsstoffe gemischt wurden. Näherungsweise wurde angenommen, dass der amorphe Anteil vollständig aus einer nanokristallinen C-S-H-Phase gleicher Zusammensetzung besteht und keine weiteren Phasen enthalten sind. Im Abschnitt 5.3.1 wurde für eine Synthese unter identischen Bedingungen gezeigt, dass der Anteil an $\text{Ca}(\text{OH})_2$ welcher röntgenographisch bestimmt wird, in guter Übereinstimmung mit dem Anteil liegt, welcher titrimetrisch bestimmt wird. Ein Anteil an amorphem $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ist also unwahrscheinlich. Amorphes SiO_2 kann nicht ausgeschlossen werden. Weiterhin muss für die im Folgenden diskutierte *in situ* Synthese in Betracht gezogen werden, dass die Presstablette nicht vollständig homogen zusammengesetzt ist und damit nicht zwangsläufig ein C/S von 2 vorlag. Die Berechnung der Zusammensetzung und die Herleitung eines Trends führt dennoch zu schlüssigen Ergebnissen.

5. Ergebnisse

Die Berechnung wurde für die Zusammensetzung nach 180 Min (3 h), 360 Min. (6 h) und 570 Min. (9,5 h) durchgeführt. In Abb. A.11 im Anhang sind diese Zeitpunkte im Syntheseverlauf markiert. In Tab. 5.9 sind die theoretischen Anteile der nanokristallinen C-S-H-Phase zusammengefasst (in Prozent). Abhängig von der Zusammensetzung der nanokristallinen C-S-H-Phase ändern sich die Anteile, welche nötig wären um für die Probe an Pos. 1 insgesamt ein C/S von 2 zu erreichen. Je geringer das C/S ist, welches für die nanokristalline C-S-H-Phase angesetzt wird, umso geringer ist auch der benötigte Anteil, um das höhere C/S der kristallinen Bestandteile auszugleichen.

Tabelle 5.9.: Abschätzung der Anteile (in Gew.-%) der nanokristallinen C-S-H-Phase auf Basis ihrer Zusammensetzung für das Produkt der *in situ* Synthese mit **Quarzmehl** und einem **W/F** von **2**.

| | $Ca_5[HSi_2O_7]_2 \cdot 8H_2O$ | $Ca_6[Si_2O_7]_2 \cdot 9H_2O$ | $Ca_7[Si_2O_7]_2(OH)_2 \cdot 8H_2O$ |
|----------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------------|
| C/S | 1,25 | 1,5 | 1,75 |
| 180 Min. | 53,8 | 65,4 | 80,2 |
| 360 Min. | 36,3 | 48,0 | 66,5 |
| 570 Min. | 25,0 | 35,2 | 53,8 |

Wenn ein C/S von 1,25 angenommen wird, liegt der theoretische Anteil der nanokristallinen C-S-H-Phase nach 180 Min. (3 h) bei über 50 Gew.-% und reicht bis 80,2 Gew.-% für ein angenommenes C/S von 1,75. Dies kann zur *ex situ* Syntheseriehe aus Abschnitt 5.1 in Beziehung gesetzt werden. Der amorphe Anteil der *ex situ*-Messung der Synthese nach 180 Min. (3 h; 64,6 Gew.-%) und die Abschätzung (*in situ*) für die nanokristalline C-S-H-Phase mit der Zusammensetzung $Ca_6[Si_2O_7]_2 \cdot 9 H_2O$ (C/S von 1,5; 65,4.-%) stimmen etwa überein. Dieser Vergleich zwischen *in situ*- und *ex situ*-Messung wurde ebenso für die Ergebnisse nach 360 Min. (6 h) angestellt. Die theoretische Berechnung mit einem C/S von 1,75 mit 66,5 Gew.-% (*in situ*) entspricht am ehesten den 68,1 Gew.-% (*ex situ*) amorphen Anteil im Syntheseprodukt. Für die *in situ*- Messung nach 570 Min. (9,5 h) ergeben sich für die nanokristalline C-S-H-Phase zwischen 25,0 (C/S = 1,25) und 53,8 Gew.-% (C/S = 1,75). Der amorphe Anteil der *ex situ*-Messung nach 12 h liegt mit 69,6 Gew.-% deutlich darüber. Erst der amorphe Anteil nach 24 h Synthesedauer liegt mit 43,9 Gew.-% im Bereich zwischen den kalkulierten Anteilen mit C/S = 1,5 und C/S = 1,75.

Die theoretischen Anteile der C-S-H-Phase mit unterschiedlichem C/S und die Änderung der Fläche des (110)-Reflexes lassen auf folgenden möglichen Ablauf schließen: In den ersten 100 Min. fällt zunächst eine nanokristalline C-S-H-Phase mit einem C/S von maximal 1,5 aus. Zwischen 100 und 250 Min. kommt die Bildung von nanokristalliner C-S-H-Phase zugunsten des Wachstums von α -C₂SH zum Erliegen. Die Wachstumsge-

5. Ergebnisse

schwindigkeit von α -C₂SH erreicht ihren Höhepunkt, bis nach 270 Min. der größte Teil an Quarz umgesetzt ist. Zu diesem Zeitpunkt setzt die Ausfällung von nanokristalliner C-S-H-Phase wieder ein. Die sich im späteren Verlauf bildende nanokristalline C-S-H-Phase hat ein höheres C/S. Die Untersättigung an Quarz führt zum Einbau von zusätzlichem CaO in die Zwischenschicht.

Dieser Trend, dass die C-S-H-Phase im Syntheseverlauf reicher an CaO wird, stimmt mit dem Trend überein, welcher auch *ex situ* für die Synthese mit industriellem Quarzmehl und einem W/F von 2 festgestellt wurde. Für die *in situ* Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ konnte dies nicht überprüft werden, da eine Berechnung des C/S der kristallinen Anteile das hochdisperse SiO₂ als SiO-Quelle nicht mit einbezieht.

Änderung der Gitterkonstanten von α -C₂SH

In Abb. 5.28 wird die Änderung der Gitterkonstanten von α -C₂SH an Pos. 1 gezeigt. An der zuvor ausgeführten Pos. 2 sind die Änderungen der Gitterkonstanten vergleichbar. An Pos. 3 ist die berechnete Standardabweichung größer als die Änderung der Gitterkonstanten. Die Änderung verläuft darüber hinaus unabhängig von Si-Quelle oder W/F für alle vier *in situ* Synthesen ähnlich.

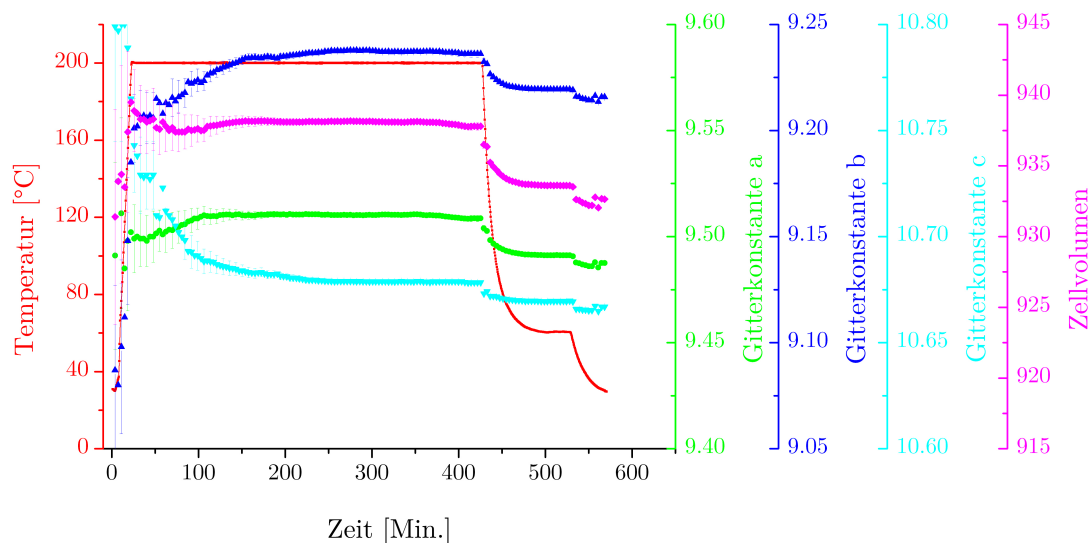


Abbildung 5.28.: Änderung der Gitterkonstanten von α -C₂SH der Synthese mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F von 2**, an **Position 1**.

Von besonderem Interesse ist die Änderung der Gitterkonstanten im frühen Stadium der Synthese. Die Gitterkonstanten *a* und *b* nehmen größere Werte an, wobei dies für *b* stärker ausgeprägt ist. Es tritt eine Dehnung entlang der *a-b*-Ebene auf. Gitterkonstante *c* nimmt ab, was einer Stauchung parallel *c* entspricht. Das Zellvolumen stellt das Pro-

5. Ergebnisse

dukt aus diesen drei Verläufen dar. Ausgehend von der Ausführung im vorangehenden Abschnitt, dass das C/S der nanokristallinen C-S-H-Phase im Verlauf der Synthese vermutlich zunimmt, kann für α -C₂SH ein ähnlicher Mechanismus zugrunde gelegt werden. Es wurde bereits angeführt, dass frühe Bildungen von α -C₂SH röntgenamorph vorliegen (Assarson, 1962; Taylor, 1964). Der in den Gleichungen 5.4 und 5.5 beschriebene Mechanismus wäre denkbar.



In Abb. 5.29 ist dieser Mechanismus grafisch dargestellt. Die instabilen SiO₄-Monomere reagieren mit Ca(OH)₂ und bilden protonierte Schichten mit der Summenformel Ca[HSiO₄]. Diese Schichten stapeln sich und bilden ein Gefüge mit Fehlstellen. Die vorhandenen Fehlstellen werden mit der Zeit mit CaO gefüllt, was zur finalen Struktur von α -C₂SH mit der Summenformel Ca₂[HSiO₄](OH) führt. Durch die zusätzlichen Bindungen durch die Besetzung der Fehlstellen mit CaO wird die Struktur eingeregelt. Dies führt zur Änderung der Gitterkonstanten.

Morphologie der Produkte (REM)

Einen Überblick über die verschiedenen Phasen in der Presstablette liefert Abb. 5.30. Das Matrixmaterial besteht aus zwei Phasen. Dabei handelt es sich zum einen um wolkige Kristallisationen wie sie in Bild A von Abb. 5.30 zu sehen sind und so bereits in den vorangehenden Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ auftraten. Diese Morphologie wurde unter anderem von Fylak et al. (2006) und McFarlane (2007, S. 44) für die nanokristalline C-S-H-Phase beschrieben. Daneben treten feinste Fasern bis hin zu stengeligen Ausbildungen auf, welche mehrere Mikrometer lang und bis 0,5 μ m breit sind (Bild B und D). Eine Analyse der Elementzusammensetzung war nur für eine Summe und nicht für einzelne Kristalle möglich. Diese ergab ein C/S das kleiner ist als 2. Dieses C/S deutet auf ein Agglomerat aus α -C₂SH und nanokristalliner C-S-H-Phase hin. Sporadisch treten auf der Presstablette Aggregate von größeren α -C₂SH-Kristallen auf (Bild C). α -C₂SH nimmt die Form der typischen Platten an (Vigfusson et al., 1934). Die Platten sind verwachsen und im Einzelnen maximal 0,3 μ m hoch, bis zu 10 μ m breit und erreichen Längen von teilweise über 20 μ m. Die Kanten der Platten sind abgerundet, was als Auflösungserscheinung interpretiert wird. Betrachtet man die Matrix aus feineren Fasern und Nadeln in

5. Ergebnisse

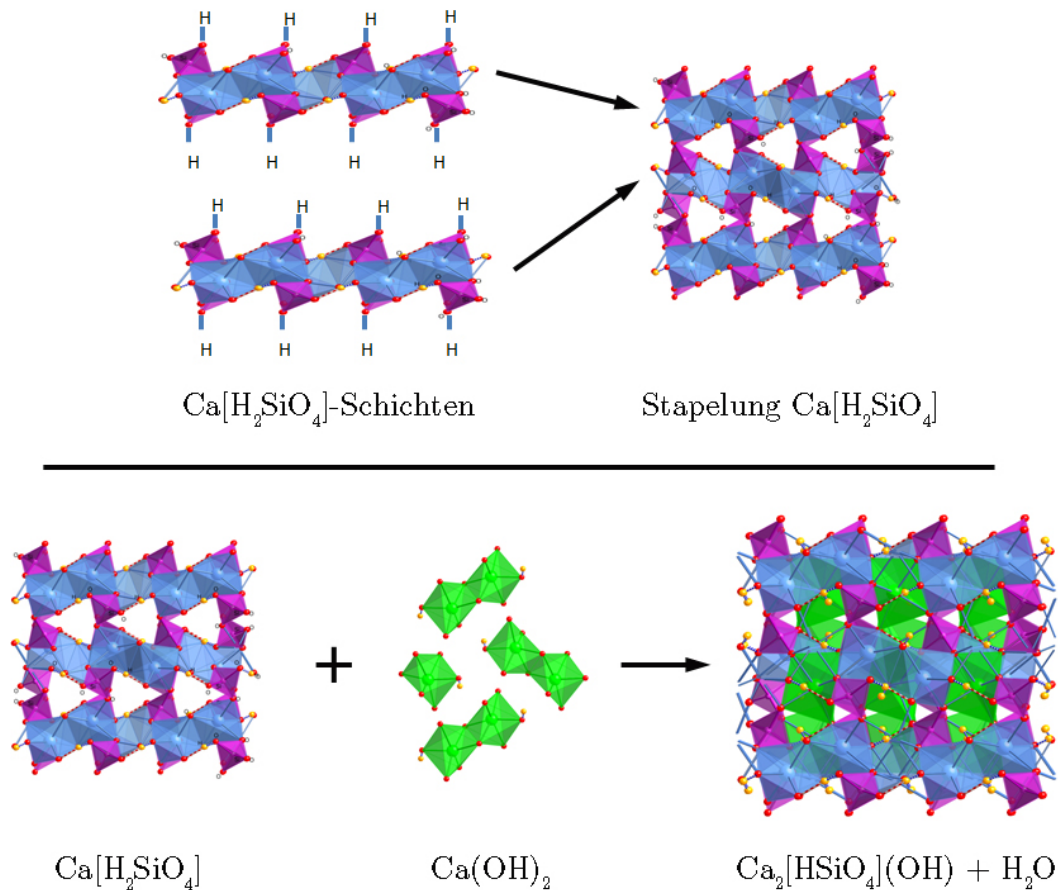


Abbildung 5.29.: Schematische Darstellung des Aufbaus der Struktur von α -C₂SH. Die Ca-Polyeder der $\text{Ca}[\text{H}_2\text{SiO}_4]$ -Schichten sind in blauer Farbe dargestellt. SiO_4 -Tetraeder sind lila gefärbt. Die zusätzlichen Ca-Polyeder, welche die Besetzung der Fehlstellen repräsentieren, sind grün gefärbt. Sauerstoffe werden durch rote und Wasserstoffe durch gelbe Kugeln dargestellt.

Bild B, so befinden sich darunter Kristalle, die am Übergang zur plattigen Ausbildung stehen und den großen α -C₂SH-Kristallen dieser Synthese sehr ähnlich sind. In Bild C und D in Abb. 5.30 sind diese Kristalle direkt gegenübergestellt. Diese Beobachtungen unterstützen den Ansatz, dass sich durch die geringere Übersättigung bei den Synthesen mit industriellem Quarzmehl weniger nanokristalline C-S-H-Phase bildet und stattdessen zu Beginn der Synthese mehr α -C₂SH kristallisiert (siehe auch Assarson (1962) und Taylor (1964, S. 212-213)). Demgegenüber resultiert aus der größeren Übersättigung bei Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 mehr nanokristalline C-S-H-Phase und wenige idiomorph ausgebildete α -C₂SH-Kristalle.

5. Ergebnisse

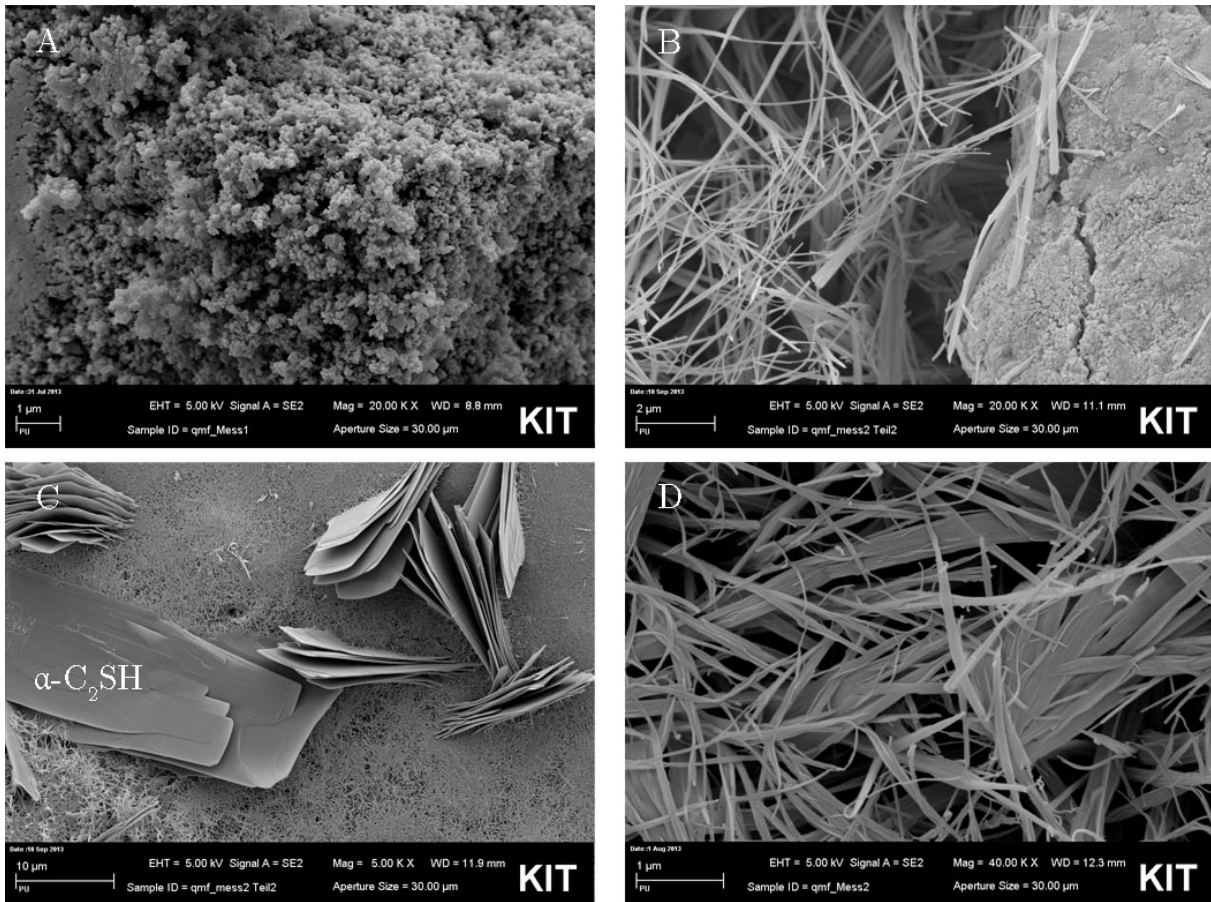


Abbildung 5.30.: Morphologie der Phasen der Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 2**. Gezeigt wird die nanokristalline C-S-H-Phase (Bild A und B), die faserig bis stengelig ausgebildeten Mineralphasen (Bild B und D) sowie verwachsene α -C₂SH-Kristalle (Bild C).

5.4.5. Synthese mit industriellem Quarzmehl und einem W/F von 5

In diesem Abschnitt wird die Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5 betrachtet und diskutiert. Der Phasenbestand dieser Synthese ist in Abb. 5.31 dargestellt, die Änderung der Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase sowie des C/S der kristallinen Phasen in Abb. 5.32. Abb. 5.33 zeigt die Fläche und die Halbwertsbreite (FWHM) des (122)-Reflexes von α -C₂SH sowie das Verhältnis zwischen den Flächen des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH. Darüber hinaus wird die Kristallisation einer Hydrogranatphase anhand der Änderung der Gitterkonstanten in Abb. 5.34 betrachtet. Die Morphologie der Phasen nach Versuchsende wird mittels der REM-Aufnahmen in Abb. 5.35 diskutiert. Die Synthesebedingungen sind in Tab. A.3 im Anhang aufgeführt. Ebenfalls im Anhang zu finden sind der Verlauf des

5. Ergebnisse

Strahlstroms, der Lebensdauer und der Energie des Strahls der Synchrotronquelle (Abb. A.5) sowie der Temperaturverlauf innerhalb der Zelle (Abb. A.6).

Änderung des Phasenbestandes

Neben den Edukten Quarz und Ca(OH)_2 umfasst der kristalline Phasenbestand dieser Synthese $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ und Calcit welche auch in den anderen *in situ* Synthesen vorhanden sind sowie darüber hinaus Katoit und 11\AA -Tobermorit. Die nanokristalline C-S-H-Phase wird nur zu Beginn der Synthese erfasst. An Pos. 3 weicht der Phasenbestand dahingehend ab, dass Calcit und Katotit nicht kristallisieren.

Während des Aufheizvorgangs ändert sich das Verhältnis zwischen Quarz und Ca(OH)_2 sprunghaft. Dieser Effekt ist an Pos. 1 und 2 stärker und vermutlich auf die größere Menge Lösung in dieser Synthese zurückzuführen. Der Tropfen Lösung befindet sich zu Beginn der Synthese in der Mitte der Presstablette (Abschnitt 5.4.1). Mit steigender Temperatur beginnt die Lösung zu sieden, ein Teil geht in die Gasphase über, die Menge an Lösung und damit die Konzentrationen in Lösung ändern sich. Der gleiche Effekt zeigt sich in der Synthese mit hochdisperssem SiO_2 bei einem W/F von 5, wobei die SiO_2 -Quelle dort nicht im kristallinen Phasenbestand auftaucht. Nach etwa 30 Min. kann die Änderung des Phasenbestandes verfolgt werden. An Pos. 1 setzen sich Quarz und Ca(OH)_2 mit relativ gleichbleibender Geschwindigkeit um, bis nach 350 Min. nur noch wenige Gew.-% vorhanden sind. An Pos. 2 nimmt die Auflösungsgeschwindigkeit nach 200 Min. etwas ab. Denkbar ist, dass durch die neu gebildeten Phasen Diffusionsbarrieren entstehen, welche den Stofftransport verhindern. Der vollständige Umsatz wird an Pos. 2 daher für Quarz erst nach 600 Min. erreicht. Ca(OH)_2 wird zu keinem Zeitpunkt vollständig verbraucht. An Pos. 3 gehen Ca(OH)_2 und Quarz in den ersten 100 Min. schneller als an den beiden anderen Positionen in Lösung. Die Auflösungsgeschwindigkeit nimmt dann deutlich ab und verringert sich nach 400 Min. erneut. Nach 500 Min. sind an Pos. 3 ebenfalls nur noch wenige Gew.-% der Ausgangsstoffe vorhanden. Auch an dieser Position ist anzunehmen, dass durch die neu gebildeten Phasen Diffusionsbarrieren entstehen, welche den Stofftransport beeinflussen. Die Kristallisation von Phasen bleibt allerdings zu keinem Zeitpunkt der Synthese vollständig aus. Das Fehlen einer Lösung als Ursache für eine Änderung der Auflösungsgeschwindigkeit der Edukte ist daher unwahrscheinlich.

Die nanokristalline C-S-H-Phase, deren Ausfällung die Anfangsphase der zuvor beschriebenen Synthesen dominiert, tritt in dieser Synthese nur an Pos. 1 und 2 auf. Der (110)-Reflex kann an Pos. 1 noch korrekt erfasst werden. Die nanokristalline C-S-H-Phase löst sich allerdings bis zur 300 Min. wieder vollständig. An Pos. 2 gelingt es noch in den ersten 50 Min., eine Fläche für den (110)-Reflex anzupassen. Der Wert schwankt allerdings von Messung zu Messung stark. Über diesen Zeitpunkt hinaus wird keine nanokristalline

5. Ergebnisse

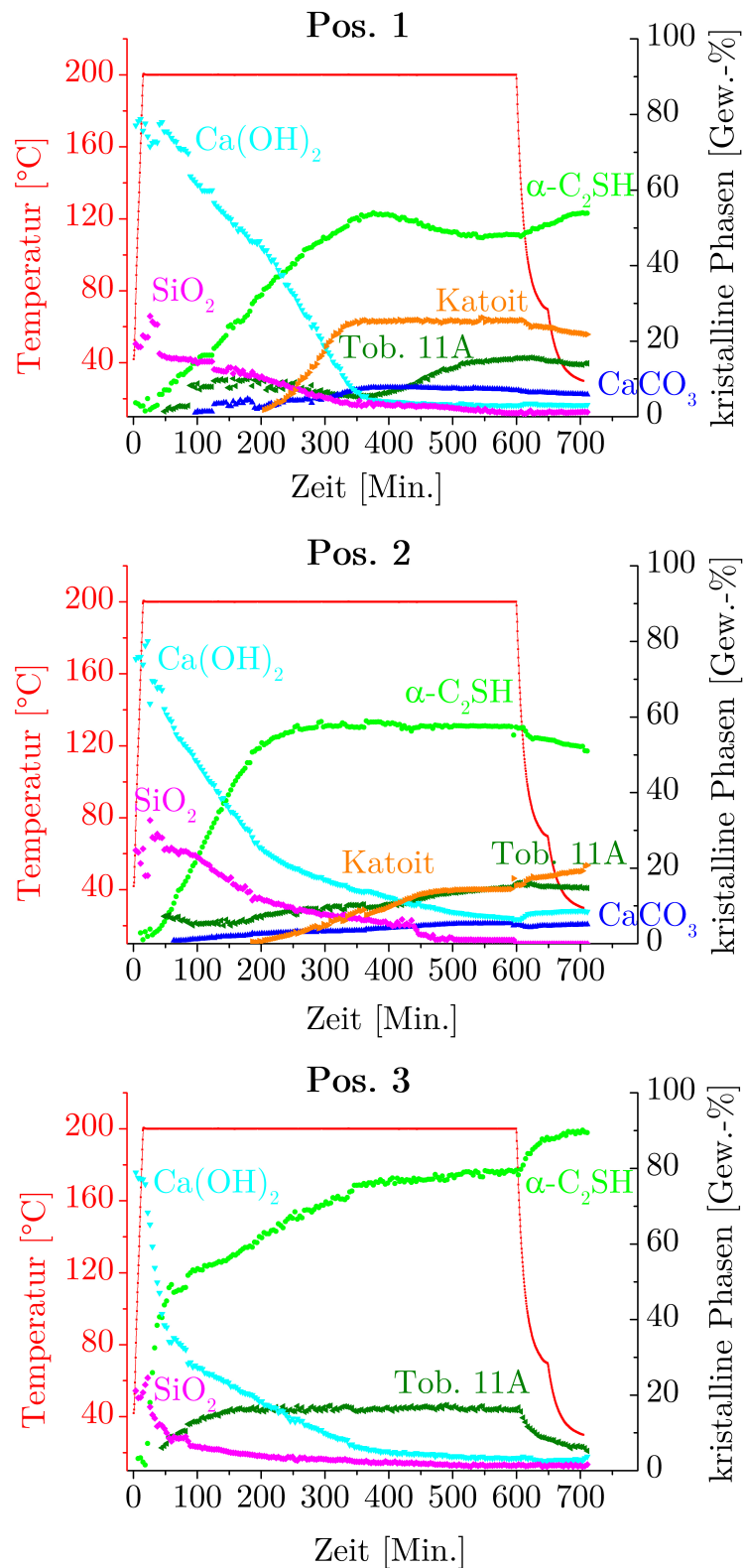


Abbildung 5.31.: Änderung des kristallinen Phasenbestandes der Synthese mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F von 5** an drei Positionen. Die Auflösung und das Wachstum der auf 100% normierten kristallinen Phasen ist in Gew.-% angegeben.

5. Ergebnisse

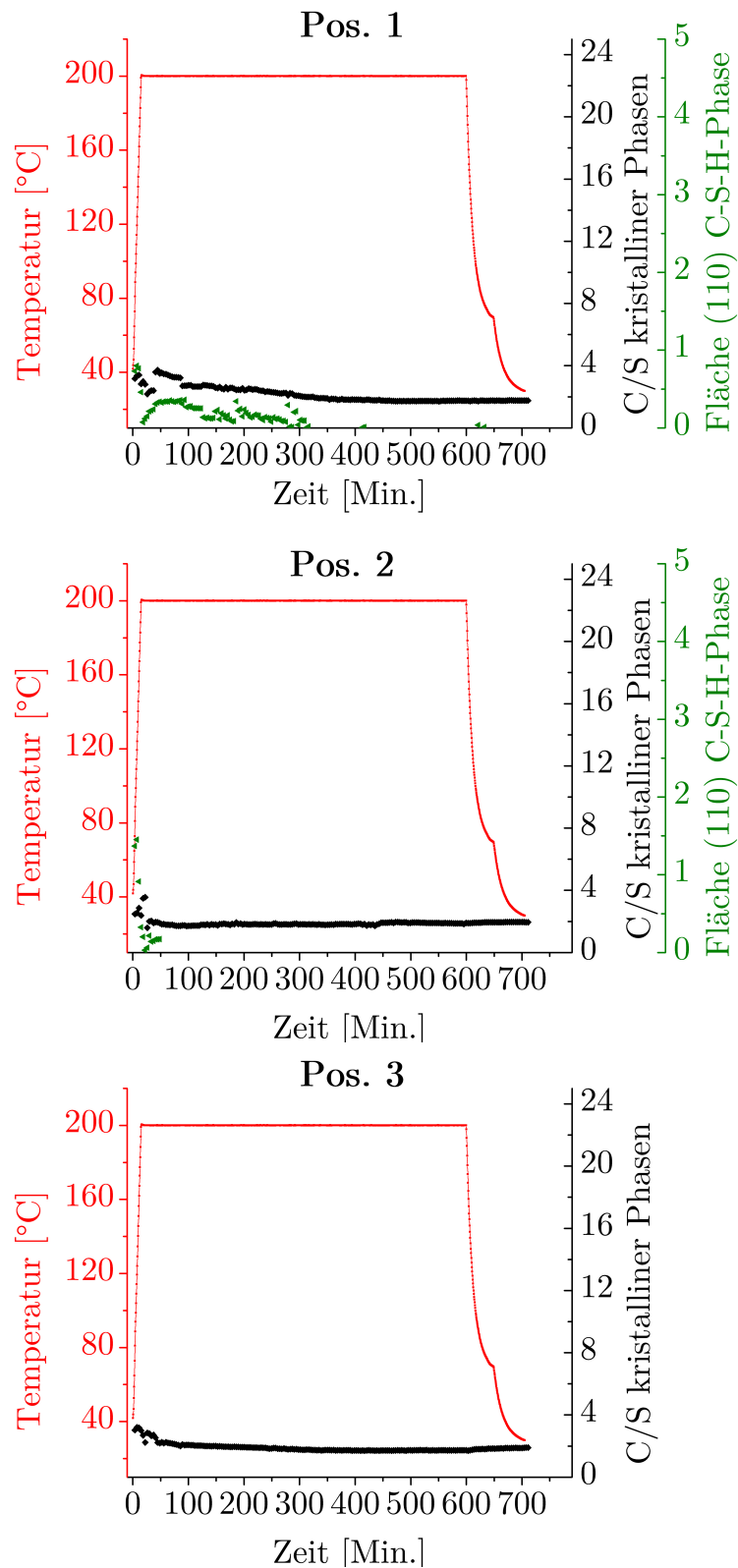


Abbildung 5.32.: Änderung des C/S der kristallinen Phasen und der Fläche des (110)-Reflexes der Synthese mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F von 5** an drei Positionen.

5. Ergebnisse

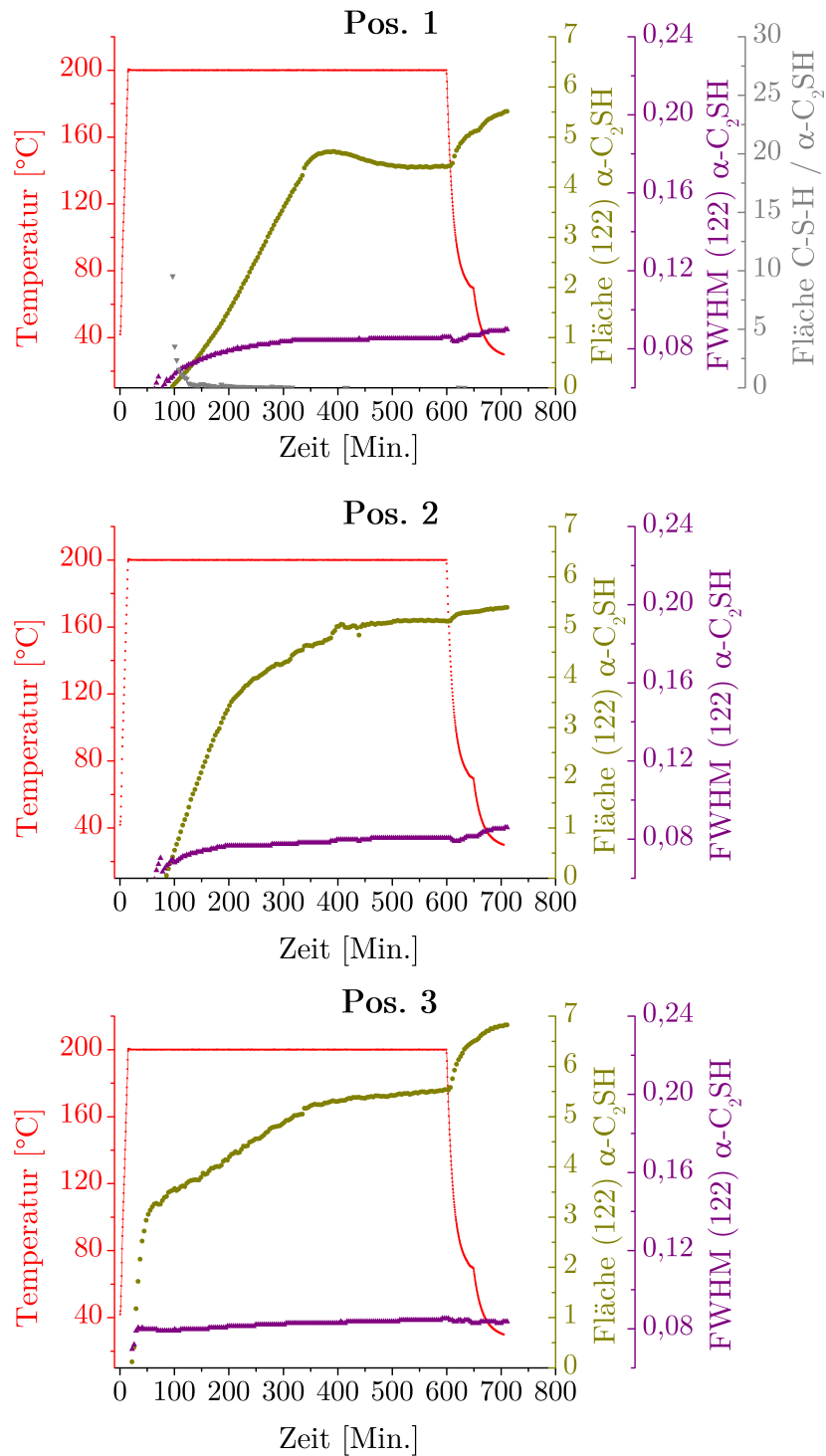


Abbildung 5.33.: Änderung der Fläche und der Halbwertsbreite des (122)-Reflexes von α -C₂SH im Verlauf der Synthese mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F von 5** an drei Positionen. Ergänzend ist das Verhältnis der Flächen zwischen dem (110)-Reflex der nanokristallinen C-S-H-Phase und dem (122)-Reflex von α -C₂SH aufgeführt.

5. Ergebnisse

C-S-H-Phase erfasst. Shaw et al. (2002) und Kikuma et al. (2009) beschreiben den Umsatz von nanokristalliner C-S-H-Phase zu 11Å-Tobermorit. An Pos. 1 nimmt der Anteil an 11Å-Tobermorit stetig zu, während sich die nanokristalline C-S-H-Phase auflöst. Konsistent zu den Angaben dieser Autoren setzt sich die nanokristalline C-S-H-Phase auch in dieser Synthese zu 11Å-Tobermorit um. Etwa zeitgleich zur vollständigen Auflösung der nanokristallinen C-S-H-Phase sinkt das C/S der kristallinen Phasen auf 2. An den beiden anderen Positionen, an denen kaum oder keine nanokristalline C-S-H-Phase auftritt, werden C/S um 2 bereits nach 50 Min. oder weniger erreicht.

Das Hauptprodukt der Synthese ist α -C₂SH. Durch die Zugabe der Keime ist die Bildungsgeschwindigkeit größer als für die anderen Syntheseprodukte. Die Kristallisation von α -C₂SH ist an Pos. 1 innerhalb der ersten 300 Min. und an Pos. 2 immerhin noch innerhalb der ersten 200 Min. unbeeinflusst von anderen Syntheseprodukten. An Pos. 3 nimmt die Bildungsgeschwindigkeit ab nachdem die Kristallisation des 11Å-Tobermorit einsetzt. Eine erneute Abnahme der Bildungsgeschwindigkeit nach 350 Min. wird, wie bereits für die Ausgangsstoffe beschrieben, darauf zurückgeführt dass die Diffusion durch die beteiligten Phasen nicht mehr ungehindert ablaufen kann und dass kaum mehr Quarz vorhanden ist. Auch an Pos. 1 kommt es zur Wechselwirkung von α -C₂SH mit 11Å-Tobermorit. Nach etwa 400 Min. wird α -C₂SH aufgelöst, während sich die Bildungsgeschwindigkeit von 11Å-Tobermorit erhöht. Der Anteil an 11Å-Tobermorit erreicht nach 600 Min. ein Maximum, wonach sich die Kristallisation von α -C₂SH umgekehrt auf Kosten von 11Å-Tobermorit wieder fortsetzt. Die Fläche des (122)-Reflexes von α -C₂SH folgt im Wesentlichen der Änderung des Anteils am kristallinen Phasenbestand. Lediglich an Pos. 2 nimmt der Anteil von α -C₂SH am kristallinen Phasenbestand ab, während die Fläche und die Halbwertsbreite stattdessen zunehmen. Vermutlich sind die Änderungen in Fläche und Halbwertsbreite auf die Ausfällung einer zusätzlichen Generation α -C₂SH-Kristalle zurückzuführen, während sich die Änderung des kristallinen Phasenbestandes durch die ausgeprägtere Kristallisation von Katoit ergibt.

Die erste Kristallisation von Katoit setzt an Pos. 1 und 2 nach etwa 200 Min. ein. An Pos. 3 tritt kein Katoit auf. Der Anteil an Katoit erhöht sich an Pos. 1 schneller als an Pos. 2, läuft allerdings nach 340 Minuten gegen einen Grenzwert. Vermutlich ist dies der Zeitpunkt, an welchem an Pos. 1 kein uneingeschränktes Wachstum der Phasen möglich ist, da die Kristalle in Kontakt miteinander geraten. Auch ist der Anteil an Quarz und Ca(OH)₂, der noch zur Verfügung steht, gering. In diesem Zeitabschnitt ist die Gitterkonstante von Katoit von besonderem Interesse (siehe Abb. 5.34). Diese nimmt vom ersten Auftreten von Katoit an bis zur 310. Min. der Synthese stetig zu, passiert ein Maximum und nimmt dann im Verlauf von weiteren 30 Min. wieder etwas ab. Die Hydrogranat-Gruppe ist eine Mischkristallreihe mit den Endgliedern Grossular, Ca₃Al₂(SiO₄)₃ und

5. Ergebnisse

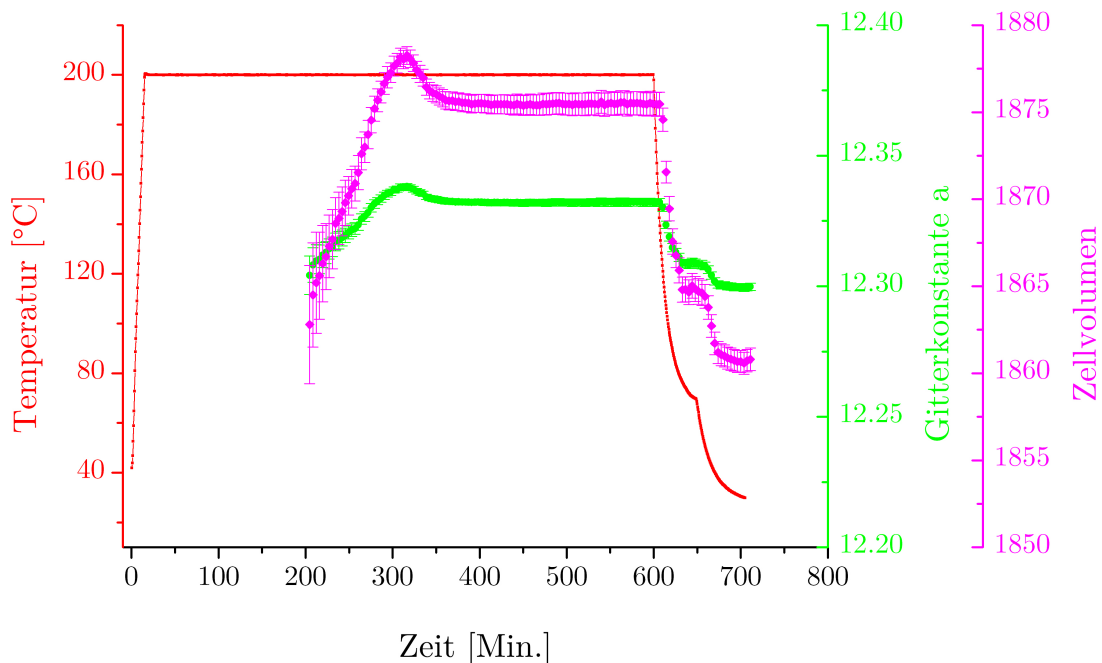


Abbildung 5.34.: Änderung der Gitterkonstante von Katoit während der Synthese in der HT-Zelle, mit **industriellem Quarzmehl**, bei einem **W/F von 5**, an **Pos. 1**.

Hydrogrossular, $\text{Ca}_3\text{Al}_2((\text{OH})_4)_3$. Dabei erfolgt eine isomorphe Substitution eines SiO_4 -Tetraeders durch 4 OH-Gruppen, was zu einer Vergrößerung der Gitterkonstanten ohne Änderung der Struktur führt. Wie in Kapitel 2.2 bereits beschrieben, werden Vertreter der Hydrogranat-Gruppe mit mehr als 50 % Grossularanteil als Hibscht bezeichnet, solche mit weniger als 50 % Grossularanteil als Katoit (Ferro et al., 2003). Während der betrachteten Synthese bildet sich zunächst ein Produkt nahe dem Grossular-Endglied welches im Verlauf reicher an OH^- wird, wodurch sich die Gitterkonstante vergrößert. Nach 310 Min. wird ein Maximum erreicht. Die Lösung wird anschließend lokal vermutlich reicher an SiO_2 . Daraufhin ändert sich die Zusammensetzung des Hydrogranats wieder in Richtung Hydrogrossular-Endglied. Final liegt ein Katoit vor.

Calcit tritt in dieser Synthese an zwei Positionen auf. Die Kristallisation setzt an Pos. 1 nach 100 Min., an Pos. 2 bereits nach 50 Min. ein. An Pos. 1 wird der Calcit nach 300 Min. anteilig wieder aufgelöst, nachdem die Ausgangsstoffe nahezu verbraucht sind. An Pos. 2 setzt sich die Kristallisation bis zum Ende der Synthese fort. Der jeweils erreichte maximale Anteil am kristallinen Phasenbestand liegt an beiden Punkten unter 10 Gew.-%.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass sich in der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5 mehr verschiedene kristalline Phasen bilden als bei den anderen *in situ* Synthesen. Das C/S der kristallinen Phasen in Summe entspricht dem

5. Ergebnisse

C/S der Mischung der Ausgangsstoffe. Die Bildung der nanokristallinen C-S-H-Phase ist gering oder bleibt sogar ganz aus. Dies wird mit der geringeren Übersättigung durch die größere Menge an Lösung in Zusammenhang gestellt. Die nanokristalline C-S-H-Phase, die sich noch bildet, wird in den strukturell ähnlichen 11Å-Tobermorit umgesetzt.

Morphologie der Produkte (REM)

Abb. 5.35 gibt einen Überblick über die Mineralphasen, welche in der Presstablette dieser Synthese auftreten. Zunächst wird mit Bild A eine Aufnahme bei geringer Vergrößerung gezeigt. Auf dieser sind Felder mit unterschiedlichen Morphologien auszumachen. Bei den gekrümmten Plättchen, welche in der rechten unteren Bildhälfte zu sehen sind, handelt es sich um 11Å-Tobermorit. Der 11Å-Tobermorit ist in Bild B vergrößert dargestellt. Die linke obere Hälfte in Bild A wird von den für α -C₂SH typischen Platten eingenommen (Vigfusson et al., 1934). Die Kristalle sind im Vergleich zu den Kristallen der vorangehenden Synthese (Abschnitt 5.4.4) zahlreicher, idiomorph ausgebildet und eher gedrungen als flach und länglich (Bild D). Dies unterstützt den Ansatz, dass eine geringere Übersättigung in der Synthese vorherrschte und dadurch ausgeprägteres Kristallwachstum möglich war.

Eine weitere Erscheinung in Bild A sind runde Flächen. Die α -C₂SH-Kristalle sind in zwei unterschiedliche Matrixmaterialien eingebettet, wie in Bild C gezeigt wird. Zum einen in ein gröberes Material, ähnlich dem 11Å-Tobermorit. Zum anderen in das Material, welches die runden Flächen bildet. Dieses ist amorph und umschließt die α -C₂SH-Kristalle lückenlos. Vermutlich handelt es sich um Kondensate, welche sich während der Abkühlung am Ende einer Synthese bilden. Es wurde beobachtet, dass während des Abkühlens mit sinkender Temperatur Wassertropfen an zufälligen Positionen in der Zelle, unter anderem auch auf der Presstablette, kondensieren. An den Stellen an denen sich die Tropfen und somit die Restlösungen sammeln, kommt es zu einer Änderung der Lösungsmenge und damit zu Konzentrationsunterschieden in der Lösung. Auf diese sind die Lösungs- und Fällungsvorgänge zurückzuführen, die während der Abkühlung beobachtet werden. Bezüglich des amorphen Matrixmaterials, welches das α -C₂SH umgibt und die runden Flächen bildet, ist unklar, ob dieses bereits während der Abkühlung entsteht, oder erst nach Abschluss der Synthese und Öffnen der HT-Zelle. In letzterem Fall würde eine Zunahme der Konzentration der gelösten Stoffe dadurch erzeugt werden, dass der Tropfen langsam verdunstet. Die Zusammensetzung dieses amorphen Matrixmaterials konnte nicht getrennt erfasst werden. Die späte Bildung einer nanokristallinen C-S-H-Phase ist nicht auszuschließen, auch wenn die röntgenographische Untersuchung den Umsatz der zu Beginn einer Synthese gebildeten nanokristallinen C-S-H-Phase zu 11Å-Tobermorit zeigt.

5. Ergebnisse

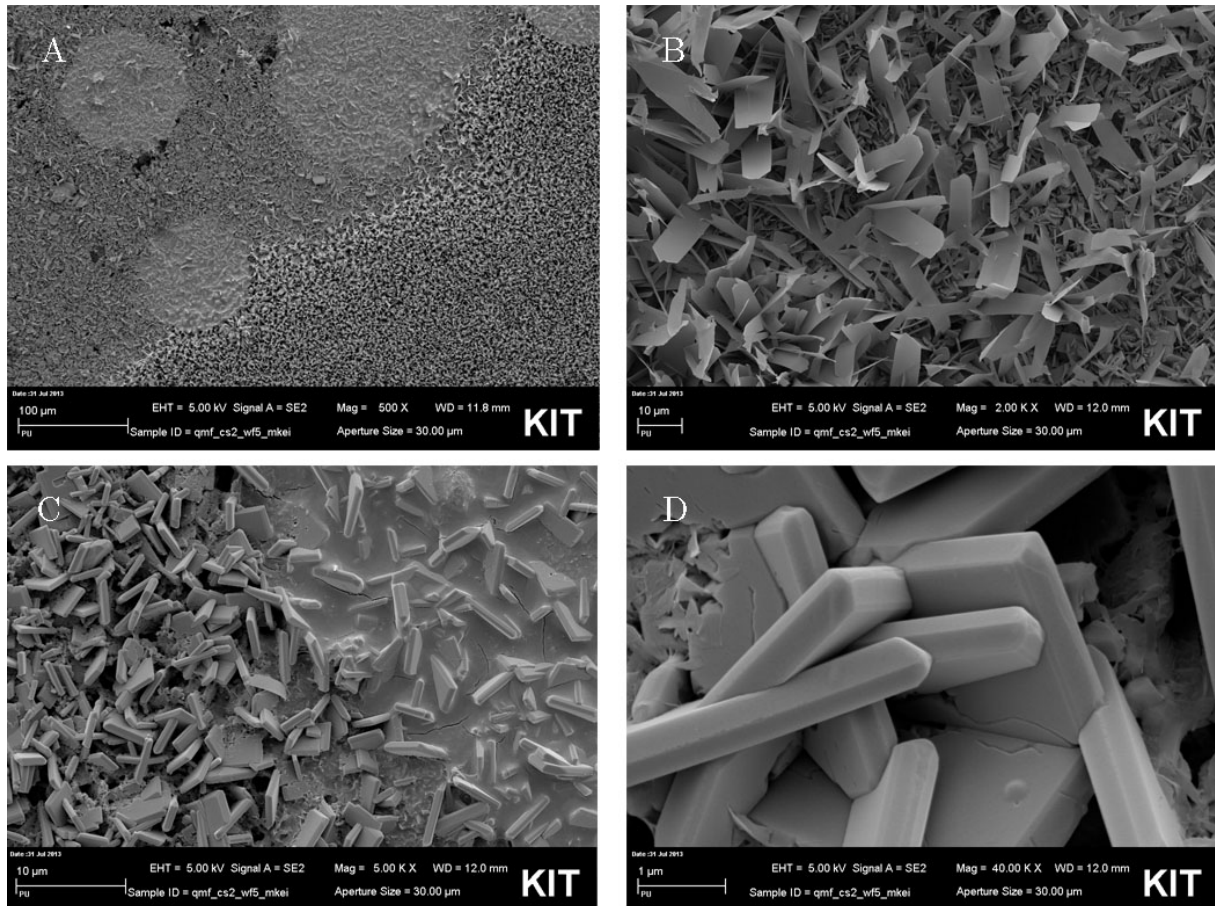


Abbildung 5.35.: Morphologie der Phasen der Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 5**. Gezeigt wird die Inhomogenität des Presslings (Bild A und C), die bandförmigen Mineralphasen (Bild B) sowie Aggregate von α -C₂SH-Kristallen (Bild D).

6. Zusammenfassende Diskussion

In der vorliegenden Arbeit wurde die hydrothermale Synthese von α -C₂SH bei 200°C aus Mischungen verschiedener SiO₂-Quellen mit Ca(OH)₂ im C/S von 2 bei Zugabe von α -C₂SH-Keimen untersucht. Des Weiteren wurde der Einfluss des W/F auf die Bildung von α -C₂SH betrachtet. Zu diesem Zweck wurde eine HT-Zelle für den Einsatz an einer Synchrotronstrahlungsquelle entwickelt, welche es ermöglicht den Phasenbestand im Verlauf einer Synthese *in situ* zu verfolgen. Den Versuchen mit der HT-Zelle (Abschnitt 5.4) liegen eine Reihe an *ex situ* Untersuchungen von Syntheseprodukten aus Laborautoklaven zugrunde (Abschnitt 5.1 bis 5.3). Im Folgenden sollen die Ergebnisse nach verschiedenen Aspekten zusammengefasst und diskutiert werden.

6.1. Reaktivität der SiO₂-Quelle

In Abb. 6.1 sind die Umsätze zu α -C₂SH innerhalb von 24 h gegen die spezifischen Oberflächen der verwendeten SiO₂-Quellen aufgetragen. Der höchste Umsatz wird erreicht, wenn Quarzmehl in Laborqualität (1,5 m²/g) verwendet wird. Der Anteil liegt bei über 70 Gew.-%. Der Umsatz mit industriellem Quarzmehl (0,8 m²/g) fällt mit 50,9 Gew.-% etwas geringer aus. Gleiches gilt für das Syntheseprodukt der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ (185,2 m²/g), welches 53,7 Gew.-% α -C₂SH enthält. Die Bildung von α -C₂SH aus grobem Quarz (0,3 - 0,4 m²/g) lässt sich auch durch die Zugabe von α -C₂SH-Keimen nicht kontrollieren, so dass sich ein Anteil von nur 19,0 Gew.-% ergibt. Dieser geringe Umsatz steht in Zusammenhang mit der Neubildung anderer kristalliner C-S-H-Phasen wie 11Å-Tobermorit und Pektolith. Der Phasenbestand, der sich bei einer groben Körnung bzw. bei einer geringen spezifischen Oberfläche ergibt, wird auf Konzentrationsunterschiede in der Lösung zurückgeführt. Durch die groben Quarzkörner ergeben sich lokal C/S kleiner als 2, welche zur Bildung von kristallinen C-S-H-Phasen mit einem ebenso niedrigen C/S führen.

Durch Mahlen des gleichen Ausgangsstoffes in einer Labormühle werden höhere Umsätze zu α -C₂SH erzielt. Bei einer spezifischen Oberfläche von 4,4 m²/g (5 Min. Mahldauer) liegt der Anteil an α -C₂SH bei 66,0 Gew.-%. Zusätzliche kristalline C-S-H-Phasen treten nicht mehr auf. Höhere spezifische Oberflächen des Quarzes führen dahingegen wieder zu

6. Zusammenfassende Diskussion

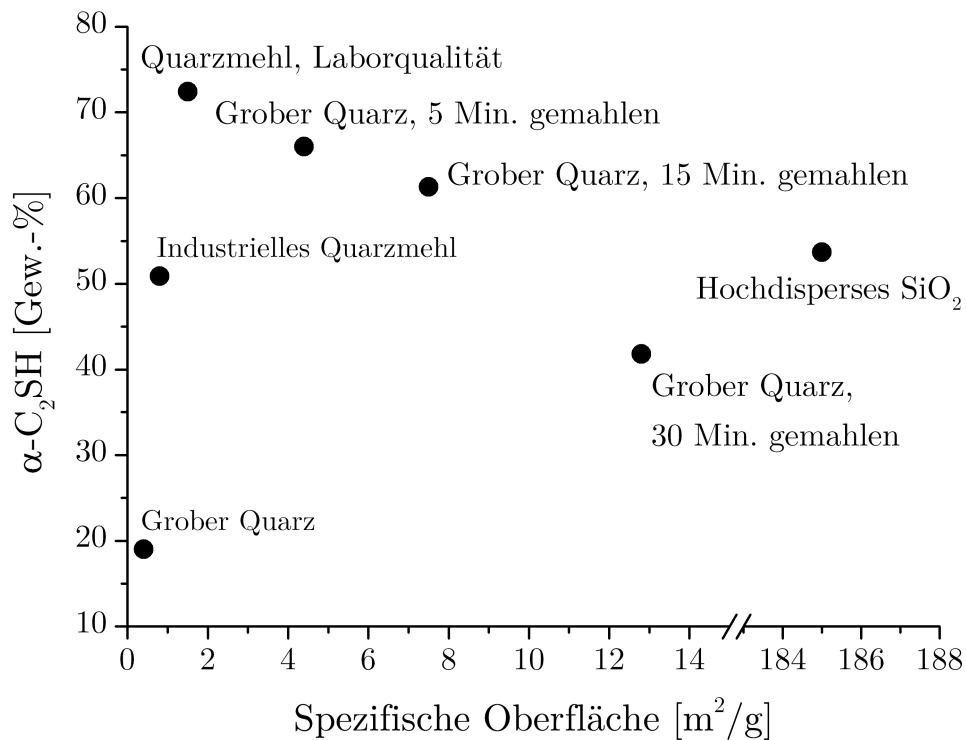


Abbildung 6.1.: Einfluss der spezifischen Oberfläche der SiO₂-Quelle auf die Synthese von α-C₂SH. Der Anteil von α-C₂SH am Phasenbestand nach 24 h Synthesedauer ist gegen die spezifische Oberfläche der SiO₂-Quelle aufgetragen.

einer Abnahme des α-C₂SH und zu einer Zunahme des amorphen Anteils. Für eine Maximierung des Umsatzes zu α-C₂SH liegt das Optimum der spezifischen Oberfläche somit im Bereich um 1,5 m²/g. Zusätzlich zeigt sich der Effekt von eingetragendem Eisen. Das Syntheseprodukt mit dem 30 Min. aufgemahlenen Quarz (spezifische Oberfläche 12,8 m²/g) enthält Hydroandradit. Der bei Verdoppelung der Mahldauer um 1/3 geringere Anteil von 41,8 Gew.-% α-C₂SH kann allerdings nicht ausschließlich auf die Kristallisation von 4 Gew.-% Hydroandradit zurückgeführt werden. Es tritt auch mehr amorphes Material auf.

Die Änderung des kristallinen Anteils an α-C₂SH bei unterschiedlicher Synthesedauer ist für die vier eingesetzten SiO₂-Quellen in Abb. 6.2 dargestellt. Mit hochdisperssem SiO₂ ändert sich die Zusammensetzung des Syntheseproduktes und damit der Anteil an α-C₂SH mit der Synthesedauer nur wenig. Neben α-C₂SH ist der größte Teil des Produktes amorph. Nebenbestandteile (weniger 5 Gew.-%) sind Calcit und Ca(OH)₂. Die größeren Quarze führen bei kurzer Synthesedauer zu höheren Umsätzen zu α-C₂SH. Bei einer Synthesedauer von 28 Tagen treten dann aber zusätzliche kristalline C-S-H-Phasen auf. Dies unterstützt die Annahme, dass α-C₂SH bei 200°C nur metastabil vorhanden

6. Zusammenfassende Diskussion

ist. Der Umsatz von α -C₂SH in C-S-H-Phasen mit niedrigerem C/S und Ca(OH)₂ bei einer Synthesedauer bis 20 Tagen wird auch von Assarsson (1958) sowie Aitken u. Taylor (1960) beschrieben.

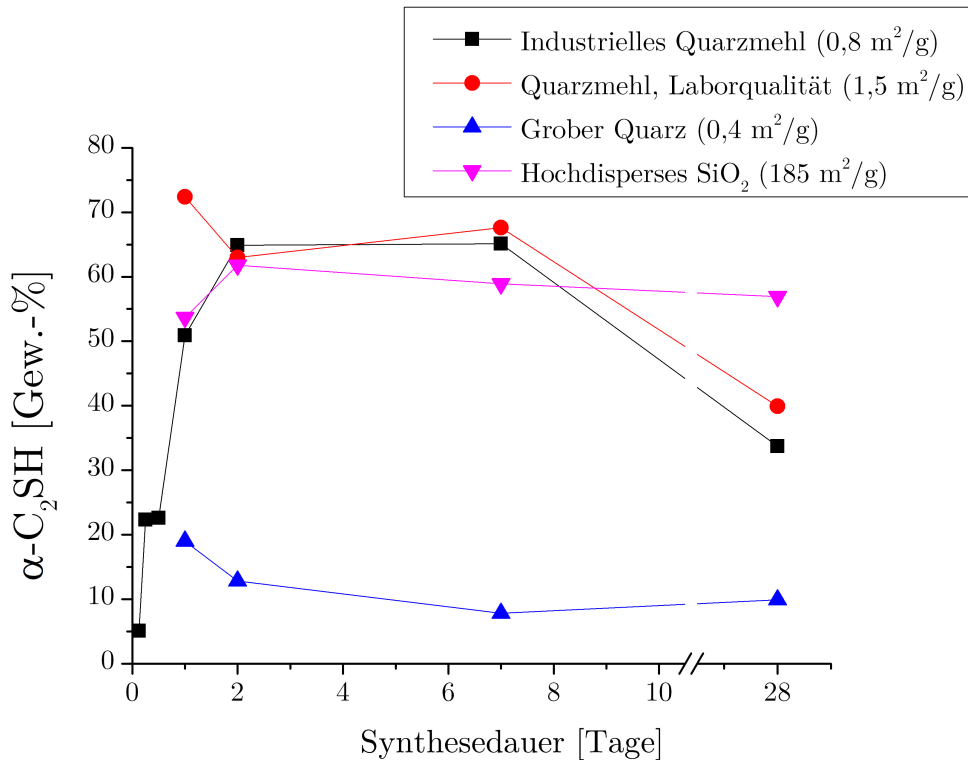


Abbildung 6.2.: Einfluss von Synthesedauer und SiO₂-Quelle auf den Umsatz zu α -C₂SH. Aufgeführt sind die kristallinen Anteile an α -C₂SH an den Syntheseprodukten nach 1, 2, 7 und 28 Tagen Synthesedauer.

Der unterschiedliche Syntheseverlauf wird auf die unterschiedliche Reaktivität der SiO₂-Quellen zurückgeführt. Die Reaktivität von SiO₂-Quellen in Zusammenhang mit dem Umsatz zu 11Å-Tobermorit ist Inhalt zahlreicher Studien (El-Hemaly et al. (1977), Chan u. Mitsuda (1978), Kikuma et al. (2011)). Von Matsui et al. (2011) wurden zwei unterschiedlich reaktive SiO₂-Quellen für die hydrothermale Synthese von 11Å-Tobermorit untersucht. Es wurde ein schnellerer Umsatz zu Zwischenprodukten, inklusive einer nanokristallinen C-S-H-Phase festgestellt, wenn der reaktivere Quarz eingesetzt wurde. In verschiedenen Untersuchungen dieser Arbeit wurde analog dazu das industrielle Quarzmehl mit dem hochdispersen SiO₂ verglichen. In den *in situ* Synthesen bildete sich zu Beginn um ein Vielfaches mehr nanokristalline C-S-H-Phase, wenn hochdisperses SiO₂ eingesetzt wurde. In Abb. 6.3 und Abb. 6.4 ist die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase für die jeweils drei Positionen jeder Synthese dargestellt.

Die höhere Reaktivität des hochdispersen SiO₂ führt zu einer stärkeren Übersättigung der Lösung. Mit zunehmender Übersättigung wird die Keimbildung erhöht (Berner, 1983,

6. Zusammenfassende Diskussion

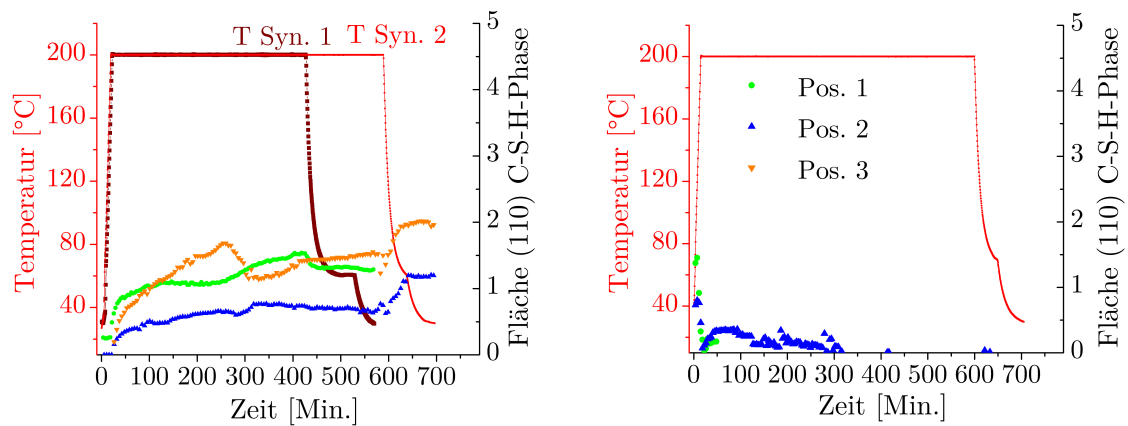


Abbildung 6.3.: Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase während der zwei Synthesen mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 (links) und der Synthese bei einem W/F von 5 (rechts).

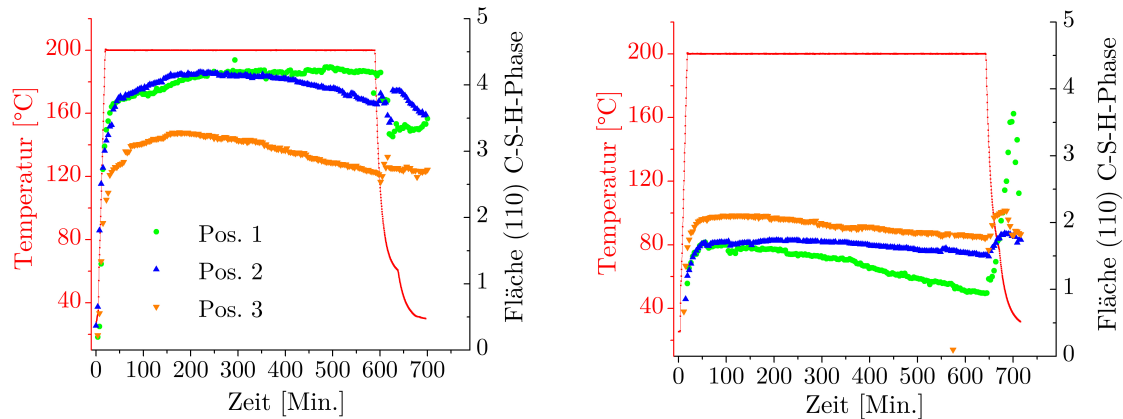


Abbildung 6.4.: Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase während der zwei Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 bei einem W/F von 2 (links) und einem W/F von 5 (rechts).

S. 113). Es wird mehr nanokristalline C-S-H-Phase gefällt. Das dabei bereits umgesetzte Ausgangsmaterial steht nicht für die Bildung von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ zur Verfügung. Wird statt hochdisperssem SiO_2 das industrielle Quarzmehl eingesetzt, liegt eine weniger reaktive SiO_2 -Quelle vor. Die Übersättigung der Lösung ist geringer. Der dominierende Prozess ist daraufhin das Wachstum von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Die nanokristalline C-S-H-Phase wirkt darüber hinaus auch als Diffusionsbarriere. Bei geringerer Übersättigung durch die weniger reaktive SiO_2 -Quelle und längerer Synthesedauer treten zusätzliche kristalline C-S-H-Phasen auf, was die *ex situ* untersuchten Syntheseprodukte zeigen. Dies ist durch die eingeschränkte Diffusion, also den gehemmten Stofftransport bei den Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 nicht der Fall. Wie im folgenden Abschnitt 6.2 ausgeführt wird, spielt bei diesem Effekt auch das Lösungsvolumen eine Rolle.

6. Zusammenfassende Diskussion

Chan u. Mitsuda (1978) beobachteten, dass die Bildung von 11Å-Tobermorit aus hochdisperssem SiO₂ und Kalk stets über die Bildung einer nanokristallinen C-S-H-Phase abläuft. In der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ wird die nanokristalline C-S-H-Phase im Syntheseverlauf ebenfalls wieder aufgelöst, während gleichzeitig weiteres α-C₂SH kristallisiert. Der Umsatz ist jedoch, im zeitlichen Rahmen der Betrachtungen, nicht vollständig.

In Abb. 6.5 und 6.6 ist die Fläche des (122)-Reflexes von α-C₂SH während der *in situ* Synthesen dargestellt. Mit industriellem Quarzmehl sind die Bildungsgeschwindigkeiten zunächst höher als mit hochdisperssem SiO₂. Es wird bei diesen Synthesen allerdings ein Punkt erreicht ab welchem die Kristallisation langsamer fortgesetzt wird, oder kein weiteres α-C₂SH mehr entsteht. Zu Beginn dieser Synthese ist ausreichend Edukt verfügbar. Die Kristallisation von α-C₂SH ist zunächst reaktionslimitiert. Im Verlauf der Synthese nimmt die Verfügbarkeit der Ausgangsstoffe ab, der Mechanismus der Kristallisation wird diffusionskontrolliert. Demgegenüber ist die Kristallisation in der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ von Beginn an diffusionskontrolliert, da der Hauptteil der Edukte zu Beginn zu nanokristalliner C-S-H-Phase umgesetzt wird. α-C₂SH bildet sich in den Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ langsamer, aber mit gleichbleibender Geschwindigkeit.

6.2. Erhöhung des Lösungsvolumens

Ein höheres W/F beeinflusst die Synthesen dahingehend, dass weniger amorphes Material im Produkt auftritt. Durch das höhere Lösungsvolumen wird die Übersättigung der Lösung zu Beginn der Synthese herabgesetzt, der Stofftransport ist begünstigt. Dies erhöht das Kristallwachstum gegenüber der Ausfällung bzw. Keimbildung (Berner, 1983). Dennoch entsteht in der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei höherem W/F weniger α-C₂SH, was daran liegt, dass sich zusätzliche kristalline C-S-H-Phasen bilden. Bei den *ex situ* Synthesen war dies Foshagit, dessen Anteil bei den W/F-Verhältnissen 2, 5 und 10 von 4,0 Gew.-% auf 8,3 Gew.-% bis hin zu 19,1 Gew.-% zunahm. Bei den *in situ* Synthesen kristallisierte Katoit und 11Å-Tobermorit. Der (110)-Reflex der nanokristallinen C-S-H-Phase verschwand bei letzteren vollständig. Die nanokristalline C-S-H-Phase wurde vollständig gelöst bzw. umgesetzt. Bei den *ex situ* untersuchten Synthesen ist auch bei längerer Synthesedauer ein amorpher Anteil vorhanden. Bei diesen Synthesen wurde allerdings kein 11Å-Tobermorit gebildet. Die nanokristalline C-S-H-Phase setzt sich durch strukturelle Ordnung der Schichten entlang der *c*-Achse zu 11Å-Tobermorit um (Chan u. Mitsuda, 1978). Wie bereits in Abschnitt 5.4.1 angeführt, wird in den Synthesen kein Gleichgewichtszustand erreicht (Steinour, 1947; Taylor, 1964). Spontane Keimbildung, lokale Konzentrationsunterschiede und Ungleichgewichtsreaktionen führen dazu, dass der Phasenbestand zwischen zwei Reaktionen unter gleichen Bedingungen variieren kann (Ait-

6. Zusammenfassende Diskussion

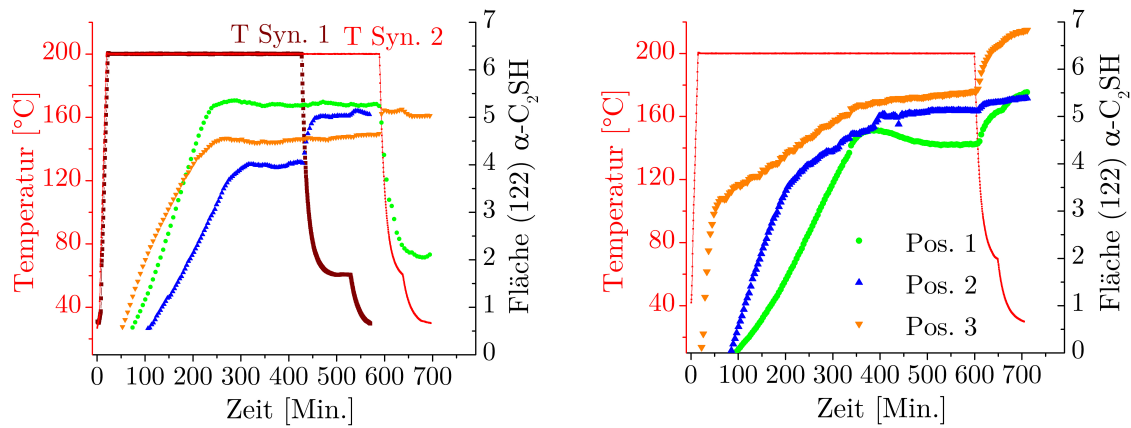


Abbildung 6.5.: Kristallisation von α -C₂SH während der zwei Synthesen mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 (links) und 5 (rechts).

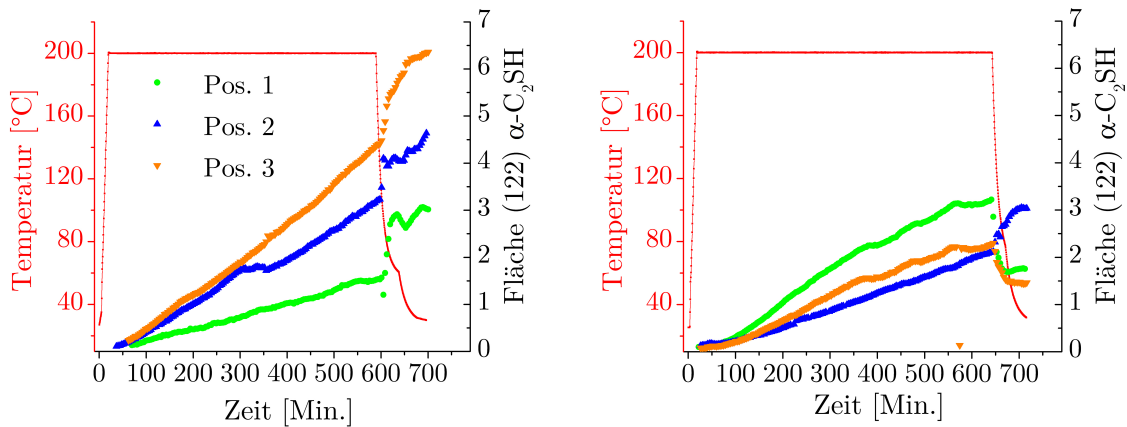


Abbildung 6.6.: Kristallisation von α -C₂SH während der zwei Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 2 (links) und 5 (rechts).

ken u. Taylor, 1960). Der Trend hin zu weniger nanokristalliner C-S-H-Phase und einem geringeren amorphen Anteil durch das höhere Lösungsvolumen besteht allerdings für alle durchgeführten Synthesen mit industriellem Quarzmehl.

Auch bei den *ex situ* untersuchten Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ wurde bei einem W/F von 5 ein geringerer Anteil an amorphem Material festgestellt. In diesem Fall resultierte das höhere W/F direkt in mehr α -C₂SH. Eine weitere Erhöhung des Lösungsvolumens (W/F von 10) hatte demgegenüber zur Folge, dass kaum mehr kristalline Produkte entstanden. Dies wird darauf zurückgeführt, dass sich ein Teil der α -C₂SH-Keime durch das höhere Lösungsvolumen gelöst hat. Die Abnahme der Keime resultiert bei gleichbleibenden Mechanismen in einer geringeren Menge an α -C₂SH im Produkt. Die Synthesen, die mit hochdisperssem SiO₂ in der HT-Zelle durchgeführt wurden, unterscheiden sich dahingehend, dass bei einem W/F von 2 mehr nanokristalline C-S-H-Phase gebildet wird

als bei einem W/F von 5 (siehe Abb. 5.18 und 5.22). Bei einem W/F von 2 weichen Pos. 1 und 2 darüber hinaus dahingehend ab, dass mit α -C₂SH und Ca(OH)₂ nur zwei kristalline Phasen auftreten, wohingegen an Pos. 3 bei gleichem W/F und allen drei Positionen bei höherem W/F zusätzlich Calcit kristallisiert. Eine Abnahme des Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase wurde bei beiden W/F beobachtet. Die Auflösung war allerdings im Gegensatz zu der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5 nicht vollständig. Dies lässt sich auf die deutlich unterschiedlichen Anteile an nanokristalliner C-S-H-Phase zurückführen. Ebenfalls eine Rolle spielt der bereits angeführte Umsatz von nanokristalliner C-S-H-Phase zu 11Å-Tobermorit durch strukturelle Ordnung der Schichten (siehe auch Richardson (2008)). Demgegenüber findet der Übergang von nanokristalliner C-S-H-Phase in α -C₂SH durch Auflösung und Fällung aus der Lösung statt. Es ist anzunehmen, dass die kristalline Ordnung hin zu 11Å-Tobermorit schneller abläuft als die Umkristallisation zu α -C₂SH durch Auflösung und Fällung.

Ein Vergleich der vier Synthesen die *in situ* durchgeführt wurden zeigt die direkte Abhängigkeit zwischen der Menge an nanokristalliner C-S-H-Phase und der Übersättigung der Lösung. Die geringste Übersättigung liegt bei dem weniger reaktiven industriellen Quarzmehl und dem höheren W/F von 5 vor. Die nanokristalline C-S-H-Phase wird vollständig umgesetzt. Dem folgt die Synthese mit der gleichen SiO₂-Quelle bei geringerem W/F. Mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 5 werden am Ende der Synthese etwa gleiche Mengen nanokristalliner C-S-H-Phase erreicht. Die nanokristalline C-S-H-Phase wird dabei allerdings innerhalb der ersten 100 Min. ausgefällt und geht dann anteilig wieder in Lösung. In der Synthese mit industriellem Quarzmehl (W/F von 2) bildet sich die nanokristalline C-S-H-Phase stetig während der gesamten Synthesedauer. Die höchste Übersättigung und der höchste Anteil an nanokristalliner C-S-H-Phase ergibt sich mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 2.

6.3. Nanokristalline C-S-H-Phase und Kristallisation von α -C₂SH

Im Verlauf der *in situ* Synthese mit industriellem Quarzmehl nimmt das C/S der nanokristallinen C-S-H-Phase von minimal etwa 1,25 auf maximal etwa 1,75 zu. Dies geht aus den Berechnungen aus Abschnitt 5.1.4 hervor. Assarson (1962) beschreibt die Kristallisation der C-S-H-Phase als Reaktion der [SiO₄]²⁻-Ionen mit Ca²⁺-Ionen aus der Lösung. Daraus bilden sich die unter anderem von Garbev et al. (2008b) beschriebenen Komplexschichten, welche unregelmäßig über variable Zwischenschichten verbunden sind. Folgender Mechanismus ist denkbar: mit im Verlauf der Synthese abnehmender SiO₂-Konzentration der Lösung überwiegt der Einbau an Ca²⁺ (sowie OH⁻ und H₂O) in die Zwischenschicht ge-

6. Zusammenfassende Diskussion

genüber der Bildung der Komplexschichten. Das C/S der nanokristallinen C-S-H-Phase nimmt daraufhin zu. Dies erklärt darüber hinaus auch die Zunahme der Fläche des Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase auch nach vollständigem Umsatz von SiO_2 sowie den weiter fortschreitenden Umsatz von $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Eine erneute Abnahme der Fläche des (110)-Reflexes im späteren Verlauf einer Synthese resultiert entweder aus der Auflösung der CaO-reichen Zwischenschicht wodurch das C/S wieder abnimmt, oder der Auflösung der gesamten C-S-H-Phase.

Gemäß Assarson (1962, S. 190) können hydrothermal aus Lösungen von Kalkstein und amorphem SiO_2 oder Quarz initial vier Produkte entstehen. Welches Produkt entsteht ist abhängig von der Verfügbarkeit der Ca-Ionen und damit von dem C/S in der Lösung. Die vier Produkte sind Tetrahydrogenorthosilikat, Trihydrogenorthosilikat, Dihydrogencalciumsilikat und Dicalciumsilikatmonohydrat ($\alpha\text{-C}_2\text{SH}$). Bei niedrigem C/S der Lösung, wie dies für die Synthesen mit dem reaktiven hochdisperssem SiO_2 der Fall ist, sind die ersten Fällungen Ca-arm. Daraus entwickelt sich, wie bereits beschrieben, eine nanokristalline C-S-H-Phase mit Strukturelementen ähnlich dem Tobermorit. Keimbildung und Kristallisation von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ sind daraufhin eingeschränkt. Demgegenüber stehen die Bildungsmechanismen von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ in den Synthesen mit industriellem Quarzmehl. Durch die weniger reaktive SiO_2 -Quelle ist das C/S in Lösung höher, wodurch initial gemäß Assarson $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ entsteht. Das $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ kann ebenfalls im amorphen Anteil enthalten sein. Die REM-Aufnahmen in Abb. 5.30 zeigen Fasern, die bereits am Übergang zur plattigen Ausbildung stehen und größeren $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ -Kristallen dieser Synthese sehr ähnlich sind (Abschnitt 5.4.4). Denkbar ist ein nanokristalliner Anteil dessen Struktureigenschaften denen des $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ ähneln, der aber noch nicht röntgenographisch erfasst werden kann. Dieser Ansatz nimmt die Auslegungen von Assarson als Grundlage und wurde in Grundzügen unter anderem bereits von Taylor (1964, S. 212-213) angeführt.

Darüber hinaus wurde die Änderung der Gitterkonstanten von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ verfolgt. Die Änderung verläuft unabhängig von Si-Quelle oder W/F für alle vier *in situ* Synthesen ähnlich. Einige Punkte können aufgrund der berechneten Standardabweichung (welche größer ist als die absolute Änderung der Gitterkonstanten) nicht interpretiert werden. Generell nimmt Gitterkonstante c ab, während a und b zunehmen. Die Kristallisation von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ wird demzufolge im Mechanismus auf molekularer Ebene nicht von den Ausgangsparametern beeinflusst. Die Einregelung der Gitterkonstanten dauert unterschiedlich lange, über alle Synthesen betrachtet zwischen 190 und 460 Minuten. Für die Synthesen mit hochdisperssem SiO_2 dauert sie tendenziell länger als für die Synthesen mit industriellen Quarzmehl. Zugrunde liegt die von Marsh (1994) vorgeschlagene Struktur von $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$. Diese besteht aus gewellten Ca-Polyederschichten welche über Si-Tetraeder und Wasserstoffbrückenbindungen verknüpft sind. Durch Ca-Fehlstellen ergibt sich für $\alpha\text{-C}_2\text{SH}$ ein

6. Zusammenfassende Diskussion

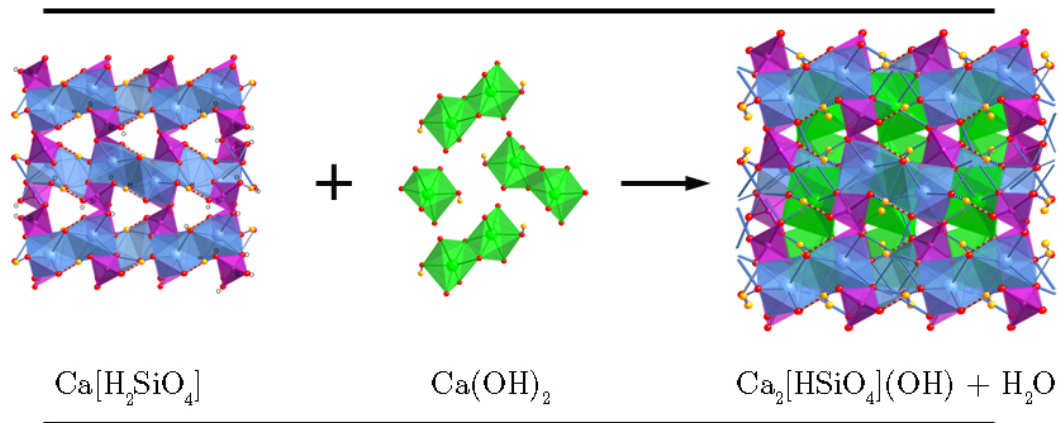


Abbildung 6.7.: Auszug aus Abb. 5.29 aus Abschnitt 5.4.4. Schematische Darstellung des Aufbaus der Struktur von α -C₂SH. Die Ca-Polyeder der Ca[H₂SiO₄]-Schichten sind in blauer Farbe dargestellt. SiO₄-Tetraeder sind lila gefärbt. Die zusätzlichen Ca-Polyeder, welche die Besetzung der Fehlstellen repräsentieren, sind grün gefärbt. Sauerstoffe werden durch rote und Wasserstoffe durch gelbe Kugeln dargestellt.

C/S kleiner als 2. Die frühen Kristallisationen geringerer Ordnung sind Ca-ärmer. Durch die Fehlstellen ergeben sich abweichende Gitterkonstanten. Im Verlauf der Synthese nimmt die Struktur Ca auf, die Fehlstellen werden besetzt und die Struktur regelt sich ein. Dies ist in Abb.6.7 schematisch dargestellt. Final resultiert daraus die Ausdehnung der *ab*-Ebene sowie die Abnahme entlang *c*.

7. Ausblick

Die entwickelte HT-Zelle für die *in situ* Untersuchung von Hydrothermalsynthesen hat sich als leistungsfähiges Werkzeug für das Erschließen der Mechanismen von C-S-H-Phasen erwiesen. Das Potenzial konnte im Rahmen dieser Arbeit allerdings nicht vollständig ausgeschöpft werden. Die XRD-Messungen an SUL-X wurden mit fokussiertem Strahl durchgeführt. Dies ermöglichte es die Phasenzusammensetzung an unterschiedlichen Punkten der Probe aufzulösen, wodurch Inhomogenitäten auf kleinstem Maßstab nachgewiesen werden konnten. Es wäre für zukünftige Messungen mit der HT-Zelle an SUL-X auch denkbar, mit einem größeren Strahlquerschnitt von bis zu $1 \times 1 \text{ mm}^2$ zu arbeiten. Dadurch ließe sich die Summe des Phasenbestandes eines größeren Volumens der Probe erfassen. Ganz unabhängig davon wurde die HT-Zelle so konstruiert, dass sie auch mit anderen Analysemethoden eingesetzt werden kann.

7.1. IR-Spektroskopie mit der HT-Zelle

Das Probenvolumen der HT-Zelle von $27 \mu\text{l}$ und die Präparation der Probe als Presstablette mit Dicken von unter $100 \mu\text{m}$ ermöglichen den Einsatz der Zelle mit IR-Spektroskopie. Für Messungen im mittleren Infrarot wird die Zelle mit hochtransparenten Diamantfenstern bestückt. Erste Messungen wurden in Transmission durchgeführt. Die Pfadlänge durch die Zelle betrug dabei 1 mm . Die Ergebnisse waren vielversprechend. Durch Wahl eines flacheren Spacers lassen sich darüber hinaus auch geringere Pfadlängen realisieren. Es gilt zu bedenken, dass hierdurch auch das Probenvolumen verringert wird. Die Messungen sind mit der Globarquelle eines herkömmlichen Laborgerätes mit IR-Mikroskop möglich, wobei die Anwendung der HT-Zelle für die Beamline IR2 an der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA getestet und optimiert wurde. Die Beamline verfügt über ein Spektrometer des Typs Vertex80v von Bruker, welches mit einem Mikroskop des Typs IRscope2 gekoppelt ist (ebenfalls von Bruker). Der Einsatz von Synchrotronstrahlung ermöglicht in diesem Zusammenhang unter anderem eine höhere räumliche Auflösung. Da mittels IR-Spektroskopie die Nahordnung der Phasen betrachtet wird, sollte es möglich sein die Entstehung der nanokristallinen C-S-H-Phase zu verfolgen.

7.2. Röntgenfluoreszenz mit der HT-Zelle

Die Beamline SUL-X verfügt über die notwendige technische Ausstattung um neben Röntgendiffraktometrie unter anderem auch Röntgenfluoreszenzanalysen durchzuführen. Erste Testmessungen haben ergeben, dass sich die HT-Zelle auch hierfür einsetzen lässt. Durch Fluoreszenzmappings ließe sich damit beispielsweise die Verteilung und ggf. die Anreicherung von Elementen in verschiedenen Phasen im Pressling untersuchen. Die Methodik war während erster Tests durch die Absorption der Saphirfenster auf schwerere Elemente wie Sr beschränkt. Weniger stark absorbierende Diamantfenster würden den Einsatzbereich in diesem Zusammenhang erweitern.

7.3. Ergänzende Synthesen

Im Folgenden soll nicht auf die zahlreichen Parameter eingegangen werden, die im Zusammenhang mit der hydrothermalen Synthese von α -C₂SH noch variiert werden könnten. Wie bereits im einleitenden Kapitel dieser Arbeit ausgeführt wurde, sind die Möglichkeiten diesbezüglich groß. Doch bereits ergänzende Messungen für die Parameter die in dieser Arbeit variiert wurden, scheinen vielversprechend zu sein. Die *ex situ* Untersuchung der Produkte aus den Synthesen mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 und einer Synthesedauer von 3, 6, und 12 h, wie auch die *in situ* erfassten Daten haben gezeigt, dass ein Großteil der Edukte bereits in den ersten Stunden umgesetzt wird. Zusätzliche *ex situ* Untersuchungen der Produkte aus Synthesen mit einer Synthesedauer zwischen 3 und 12 h bei höheren W/F-Verhältnissen und auch mit anderen eingesetzten Si-Quellen wie z.B. dem hochdispersen SiO₂ wären denkbar. *Ex situ* XRD-Messungen mit internem Standard würden die bereits durchgeführten *in situ* Untersuchungen ergänzen und ließen in Bezug auf die Synthesen mit hochdisperssem SiO₂ zusätzliche Rückschlüsse auf die Anteile an α -C₂SH am Gesamtprodukt zu.

Anhang

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

Tabelle A.1.: Synthesebedingungen der ersten Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

| | |
|-------------------|--|
| Synthese | |
| Zelle geschlossen | 19:45 Uhr |
| Erste Messung | 22:12 Uhr |
| Temperaturverlauf | nach 15 Min. 200°C, 402 Min. auf 200°C, 105 Min. bis 60°C; 48 Min. bis 30°C |
| Synthesendauer | 570 Min. (9 h 30 Min.) |
| Einwaage | 2,3 mg + 4,1 µl H ₂ O + 0,5 µl NaOH |
| Ausgangsstoffe | QMF = 0,47022 g; Ca(OH) ₂ = 1,15965 g; Keime = 0,01630 g |
| Druck | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) bei 27 µl Gesamtvolumen des Reaktionsraums |
| Zelle | |
| Dichtung | Multidichtsatz; 8° Viton |
| Fenster & Spacer | Saphir: W01, W06; Saphir S01 |
| Anmerkung | Nach der Synthese optisch kein H ₂ O im Probenraum festgestellt |
| Beamline | |
| Wellenlänge | 0.77621 Å (16 keV) |
| CCD | Position: -188, Abstand 128 mm |
| Belichtungszeit | 60 s, keine Pause |
| Messungen | 3 Pos. x 155 Diffraktogramme |

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

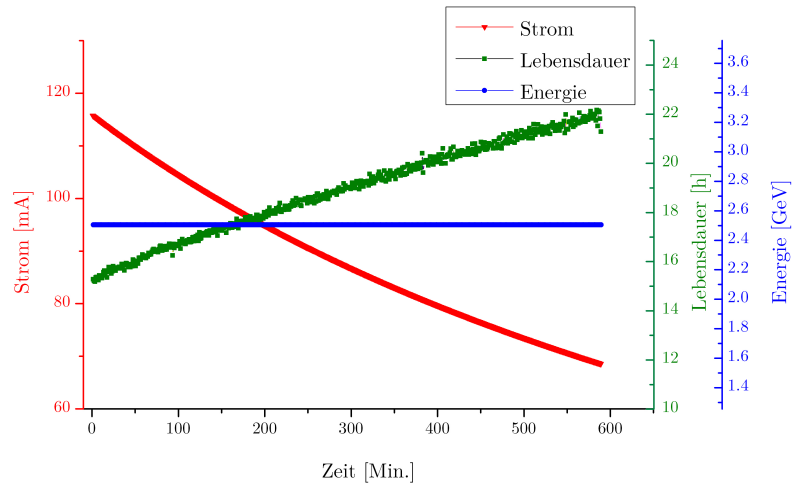


Abbildung A.1.: Änderung von Strahlstrom [mA], Lebensdauer [h] und Energie [GeV] der Synchrotronquelle während der ersten Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

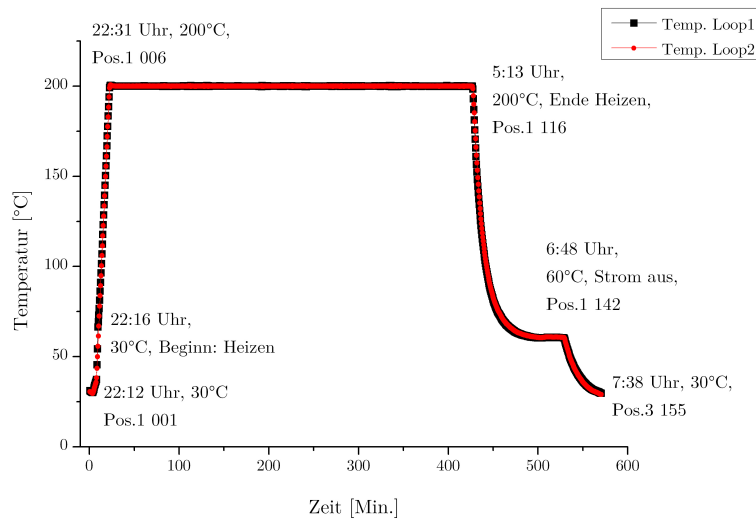


Abbildung A.2.: Temperaturverlauf der ersten Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

Tabelle A.2.: Parameter der zweiten Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

| Synthese | |
|-------------------|---|
| Zelle geschlossen | 18:55 Uhr |
| Erste Messung | 20:26 Uhr |
| Temperaturverlauf | nach 15 Min. 200°C, 570 Min. auf 200°C, 49 Min. bis 60°C, 58 Min. bis 30°C |
| Synthesendauer | 696 Min (11 h 36 Min.) |
| Einwaage | 2,20 mg + 3,40 µl H ₂ O; 1,00 µl NaOH (2-molar) |
| Ausgangsstoffe | QMF = 0,4702 g; Ca(OH) ₂ = 1,1597 g; Keime = 0,0167 g |
| Druck | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) bei 27 µl Gesamtvolumen des Reaktionsraums |
| Zelle | |
| Dichtung | Viton-Dichtsatz; 12° Viton; flacherer Stützring |
| Fenster & Spacer | Saphir W05, W07; Saphir S06 |
| Anmerkung | Nach der Synthese wurde optisch kein H ₂ O im Probenraum festgestellt. |
| Beamline | |
| Wellenlänge | 0,77640 Å; (E = 16 keV) |
| CCD | Position: -188, Abstand 128 mm |
| Belichtungszeit | 90 s, keine Pause |
| Messungen | 3 Pos. x 131 Diffraktogramme |

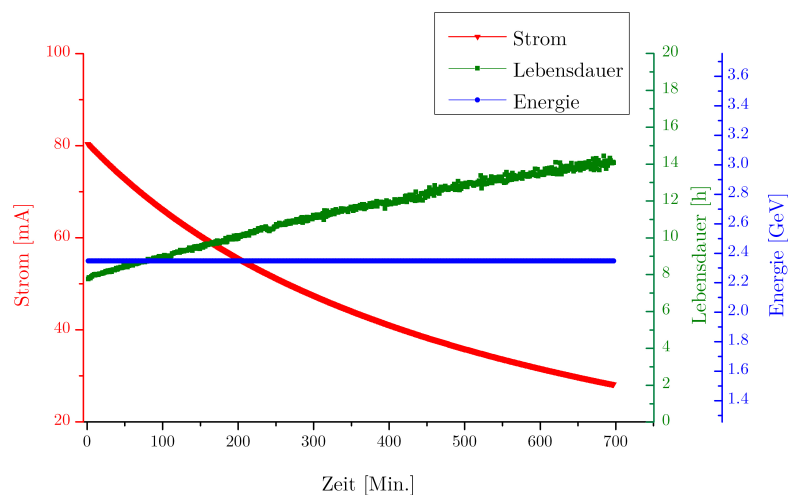


Abbildung A.3.: Änderung von Strahlstrom [mA], Lebensdauer [h] und Energie [GeV] der Synchrotronquelle während der zweiten Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

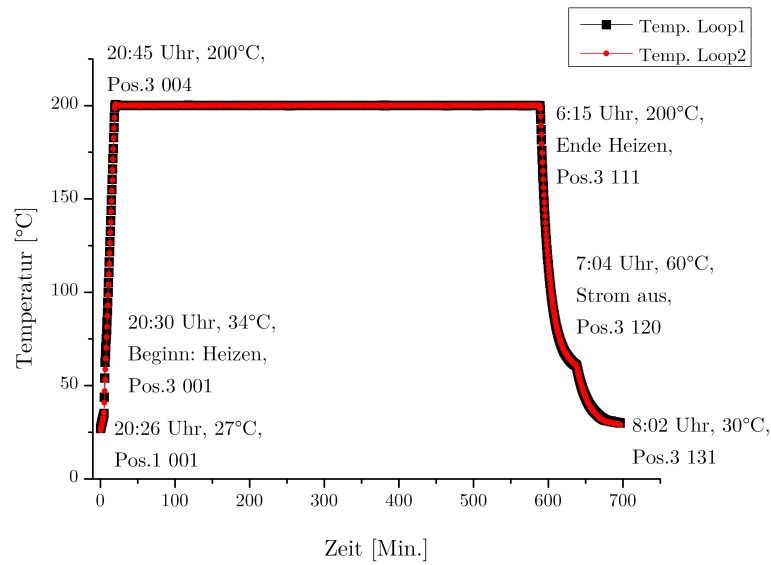


Abbildung A.4.: Temperaturverlauf der zweiten Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

Tabelle A.3.: Parameter der Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 5**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

| | |
|-------------------|---|
| Synthese | |
| Zelle geschlossen | 17:50 Uhr |
| Erste Messung | 19:47 Uhr |
| Temperaturverlauf | 14 Min. von RT bis 200°C; 585 Min. auf 200°C; 50 Min. von 200 auf 69°C; 55 Min. von 69°C auf 30°C |
| Synthesendauer | 709 Min. (11 h 49 Min.) |
| Einwaage | m[Pressling]: 1,1 mg; V[NaOH]: 5,5 µl (0.33-molar) |
| Ausgangsstoffe | QMF = 0,2300 g; Ca(OH) ₂ = 0,5672 g; Keime = 0,0040 g |
| Druck | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) bei 27 µl Gesamtvolumen des Reaktionsraums |
| Zelle | |
| Dichtung | Viton-Dichtsatz; Viton-Ring (3°; Ø- 3,0 mm) |
| Fenster & Spacer | Saphir W14 (unten), W15 (oben); S08 |
| Anmerkung | neue Zelle |
| Beamline | |
| Wellenlänge | 0,776164 Å; (E = 16 KeV) |
| CCD | Position: -188, Abstand 128 mm |
| Belichtungszeit | 60 s, keine Pause |
| Messungen | 3 Pos. x 191 Diffraktogramme |

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

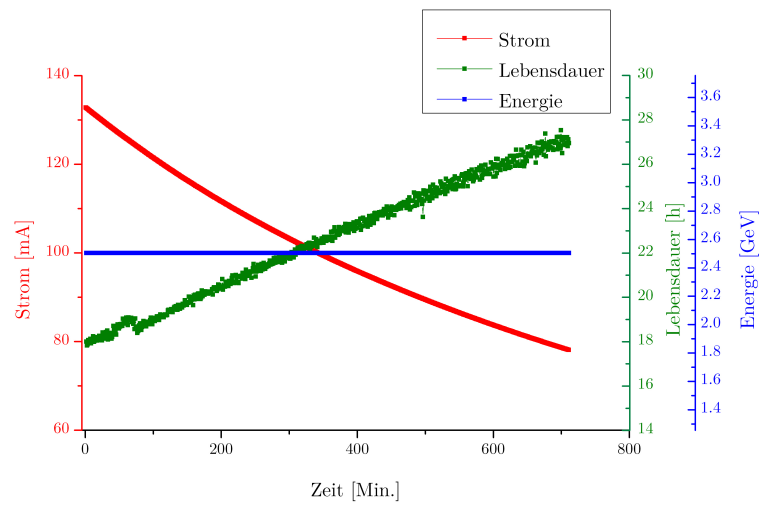


Abbildung A.5.: Änderung von Strahlstrom [mA], Lebensdauer [h] und Energie [GeV] der Synchrotronquelle während der Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 5**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

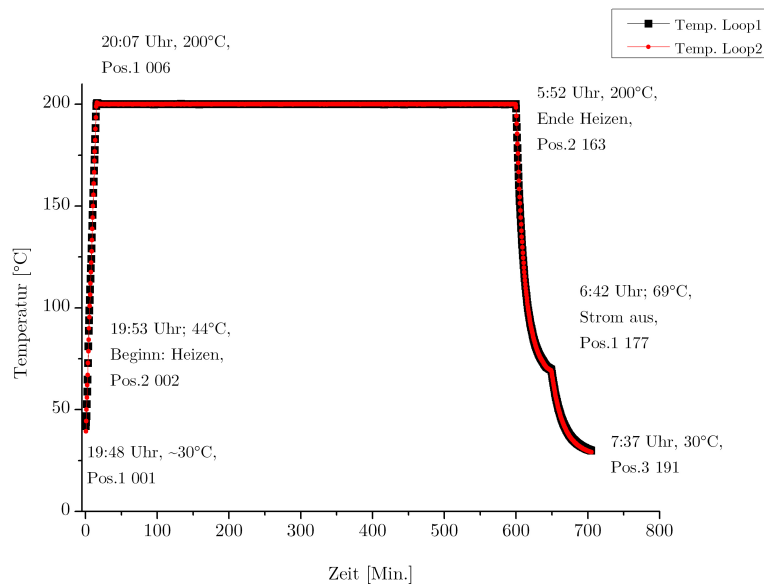


Abbildung A.6.: Temperaturverlauf der Synthese mit **industriellem Quarzmehl** bei einem **W/F von 5**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

Tabelle A.4.: Parameter der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

| Synthese | |
|-------------------|--|
| Zelle geschlossen | 19:10 Uhr |
| Erste Messung | 20:13 Uhr |
| Temperaturverlauf | nach 16 Min. 200°C, 679 Min. auf 200°C, 48 Min. bis 64°C, 55 Min. bis 29°C |
| Synthesendauer | 700 Min (11 h 40 Min.) |
| Einwaage | 2,0 mg + 4,0 µl H ₂ O |
| Ausgangsstoffe | Aerosil = 0,4716 g; Ca(OH) ₂ = 1,1601 g; Keime = 0,0081 g |
| Druck | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) bei 27 µl Gesamtvolumen des Reaktionsraums |
| Zelle | |
| Dichtung | Viton-Dichtsatz; 12° Viton |
| Fenster & Spacer | Saphir W11, W12; Saphir S06 |
| Anmerkung | Nach der Synthese optisch deutlich H ₂ O im Probenraum festgestellt |
| Beamline | |
| Wellenlänge | 0,776348 Å; (E = 16 KeV) |
| CCD | Position: -188, Abstand 128 mm |
| Belichtungszeit | 60 s, keine Pause |
| Messungen | 3 Pos. x 192 Diffraktogramme |

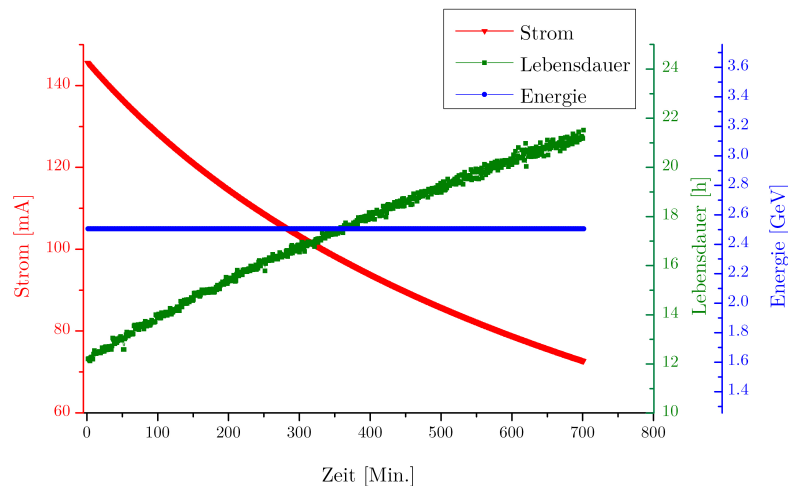


Abbildung A.7.: Änderung von Strahlstrom [mA], Lebensdauer [h] und Energie [GeV] der Synchrotronquelle während der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂**, bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

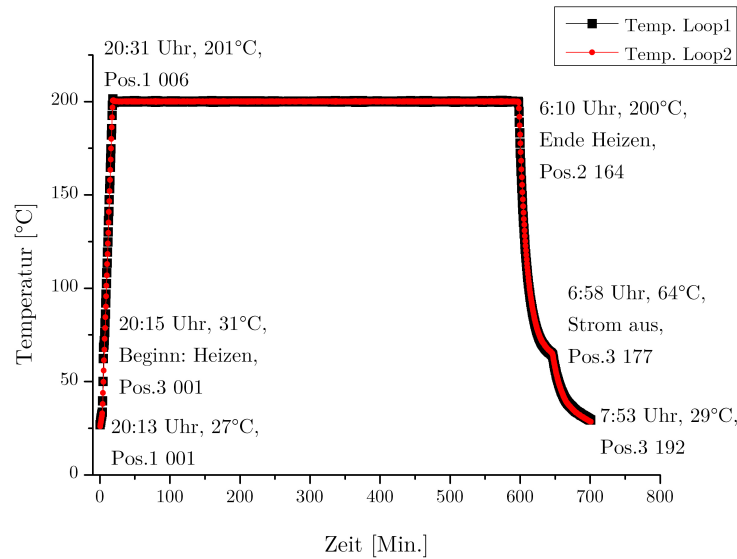


Abbildung A.8.: Temperaturverlauf der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂** bei einem **W/F von 2**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

Tabelle A.5.: Parameter der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂** bei einem **W/F von 5**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

| | |
|-------------------|---|
| Synthese | |
| Zelle geschlossen | 17:20 Uhr |
| Erste Messung | 19:32 Uhr |
| Temperaturverlauf | nach 15 Min. 200°C, 664 Min. auf 200°C, 29 Min. bis 77°C, 44 Min. bis 32°C |
| Einwaage | m[Pressling]: 1 mg; V[NaOH]: 5 µl (0,33 molar) |
| Ausgangsstoffe | Aerosil = 0,2301 g; Ca(OH) ₂ = 0,5672 g Keime = 0,0157 g |
| Druck | 15,79 bar (gesättigter Dampfdruck) bei 27 µl Gesamtvolumen des Reaktionsraums |
| Zelle | |
| Dichtung | Viton-Dichtsatz; Viton-Ring (3°; Ø-2,7 mm) |
| Fenster & Spacer | Saphir W18 (unten), W17 (oben); S08 |
| Anmerkung | |
| Beamline | |
| Wellenlänge | 0,776223 Å; (E = 16 KeV) |
| CCD | Position: -188, Abstand 128 mm |
| Belichtungszeit | 60 s, keine Pause |
| Messungen | 3 Pos. x 192 Diffraktogramme |

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

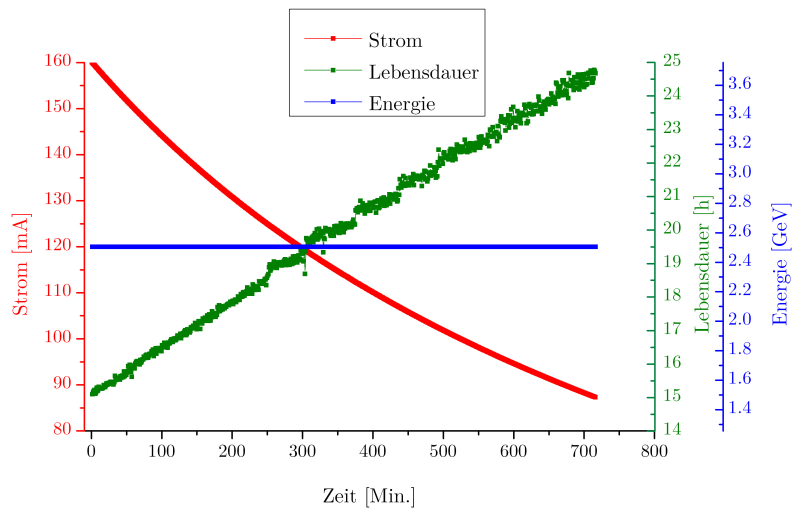


Abbildung A.9.: Änderung von Strahlstrom [mA], Lebensdauer [h] und Energie [GeV] der Synchrotronquelle während der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂** bei einem **W/F von 5**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

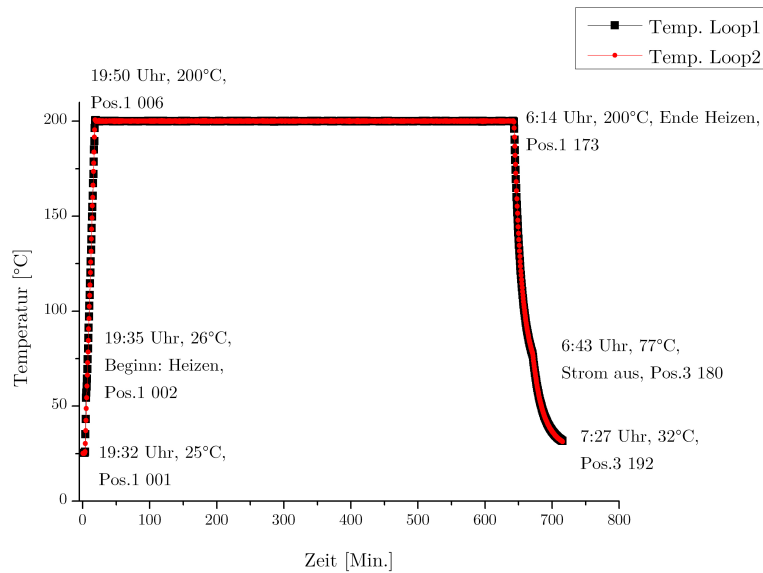


Abbildung A.10.: Temperaturverlauf der Synthese mit **hochdisperssem SiO₂** bei einem **W/F von 5**, deren Phasenbestand *in situ* erfasst wurde.

A. Ausgangsparameter der *in situ* Messungen

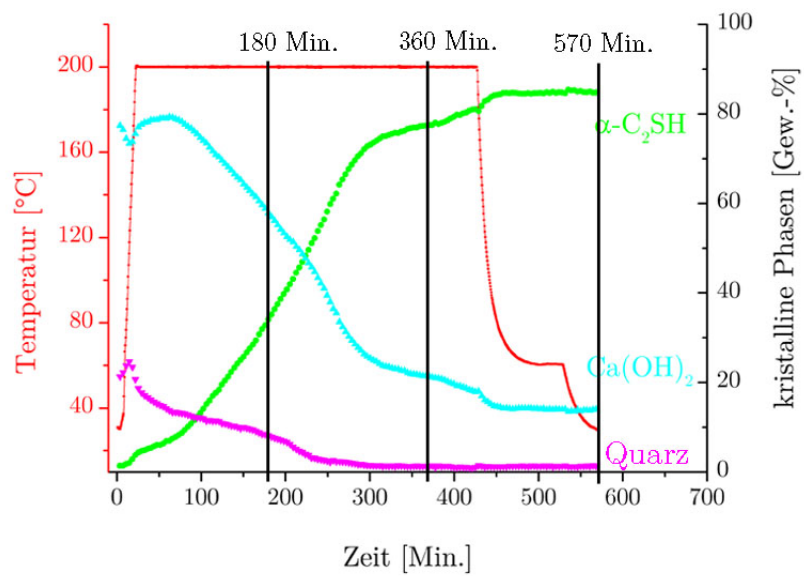


Abbildung A.11.: Zeitpunkte für die die Berechnung der Zusammensetzung des amorphen Anteils durchgeführt wurde (Erste Synthese mit industriellem Quarzmehl bei W/F 2 an Pos. 1)

B. Automatisierte Auswertung der *in situ* Daten

Listing B.1: Topas Input-Datei zur Auswertung von Diffraktogrammen im Launch Mode

```
1 #ifndef !GUI_LINES
2 macro FileName {D:\Pfad zum Diffraktogramm\...\Diffraktogramm}
3 #endif
4
5 r_exp 0.1 r_exp_dash 0.1 r_wp 0.1 r_wp_dash 0.1 r_p 0.1 r_p_dash 0.1 weighted_Durbin_Watson
   0.1 gof 0.1
6
7 do_errors
8
9 RAW(FileName)
10     r_exp 0.1 r_exp_dash 0.1 r_wp 0.1 r_wp_dash 0.1 r_p 0.1 r_p_dash 0.1
       weighted_Durbin_Watson 0.1 gof 0.1
11     range 1
12     bkg @
13     start_X 4
14     finish_X 28
15     LP_Factor(90)
16     Rp 217.5
17     Rs 217.5
18     Absorption_With_Sample_Thickness_mm_Shape(@, 0.1 min =0.1; max =1;)
19
20     str
21         .
22         .
23         .
24     PAT_Out_Header(ErstePhase.txt)
25     PAT_Out_ac2sh(ErstePhase.txt)
26
27     str
28         .
29         .
30         .
31     PAT_Out_Header(ZweitePhase.txt)
```

B. Automatisierte Auswertung der *in situ* Daten

```
32 PAT_Out_CaOH2(ZweitePhase.txt)
33
34 xo_ls
35     xo pos304 14.7 min =14.5; max =15.0;
36     peak_type spv
37         spv_h1 fwhm304a 0.1
38         spv_h2 fwhm304b 0.1
39         spv_l1 @ 0.1
40         spv_l2 @ 0.1
41     I Int304 0.1
42
43 out AmorphePhaseWerte.txt append
44
45     Out_String("\t C-S-H 3.04")
46     Out(pos304, "\tPosition \t%8.5f")
47     Out(Int304, "\tFlaeche \t%8.5f")
48     Out(fwhm304a, "\tFWHMa \t%8.5f")
49     Out(fwhm304b, "\tFWHMb \t%8.5f")
50
51
52 PAT_Out_GOF_String(GOF_Werte.txt)
53 PAT_Out_GOF(GOF_Werte.txt)
```

Listing B.2: Schleife zur automatisierten Auswertung mehrerer Diffraktogramme

```
1 @echo off
2 for /L %%H IN (0, 1, 1) DO (
3     for /L %%Z IN (0, 1, 9) DO (
4         for /L %%E IN (0, 1, 9) DO (
5             C:\Topas4\tc D:\...\NameINP "macro FileName {D:\...\Diffraktogramm_%%H
6                 %%Z%%E} #define GUI_LINES"
7                 copy "D:\...\OutputDokument.out" "D:\...\IndividuellesINP_%%H%%Z%%E.inp
8                 "
9             )
6         )
7     )
8 )
```

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.1.: Kristallographische Daten von kristallinen C-S-H-Phasen auf Basis der Zusammenfassung von Richardson (2008).

| Phase | Formel | RG | C/S | V [\AA^3] | a | b | c | α | β | γ |
|------------------------------|--|-------------------------------|-------|----------------------|---------|--------|--------|----------|---------|----------|
| α -C ₂ SH) | C ₂ (HSiO ₄)(OH) | <i>Pbca</i> | 2 | 928,8 | 9,487 | 9,179 | 10,666 | 90 | 90 | 90 |
| Xonotlit | C ₆ Si ₆ O ₁₇ (OH) ₂ | <i>P2/a</i> | 1,0 | 853,00 | 16,530 | 7,330 | 7,040 | 90 | 90,00 | 90 |
| Foshagit | C ₄ (Si ₃ O ₉)(OH) ₂ | <i>P$\bar{1}$</i> | 1,33 | 513,0 | 10,32 | 7,36 | 14,07 | 90 | 106,4 | 90 |
| Killalait | C _{3,2} (H _{0,6} Si ₂ O ₇)(OH) | <i>P 2₁/m</i> | 1,6 | 710,15 | 6,807 | 15,459 | 6,811 | 90 | 97,76 | 90 |
| Tobermorit-Gruppe | | | | | | | | | | |
| 14Å-Tobermorit | C ₅ Si ₆ O ₁₆ (OH) ₂ · 7 H ₂ O | <i>F2dd</i> | 0,82 | 4578,56 | 11,2 | 7,3 | 56,0 | 90 | 90 | 90 |
| 14Å-Tobermorit | C ₅ Si ₆ O ₁₆ (OH) ₂ · 7 H ₂ O | <i>B11b</i> | 0,82 | 1170,4 | 6,735 | 7,425 | 27,987 | 90 | 90 | 123,25 |
| 11Å-Tob. (normal) | C ₄ Si ₆ O ₁₅ (OH) ₂ · 5 H ₂ O | <i>F2dd</i> | 0,67 | 3741,65 | 11,265 | 7,386 | 44,970 | 90 | 90 | 90 |
| 11Å-Tob. (normal) | C _{4,5} Si ₆ O ₁₅ (OH) ₂ · 5 H ₂ O | <i>B11m</i> | 0,75 | 941,68 | 6,732 | 7,369 | 22,680 | 90 | 90 | 123,18 |
| 11Å-Tob. (anormal) | C ₄ Si ₆ O ₁₅ (OH) ₂ · 5 H ₂ O | <i>B11m</i> | 0,67 | 935,4 | 6,735 | 7,385 | 22,487 | 90 | 90 | 123,25 |
| 10Å-Tobermorit | C ₄ Si ₆ O ₁₅ (OH) ₂ | ? | 0,66 | ? | 11,2 | 3,67 | 20,1 | 90 | 90 | 90 |
| 9Å-Tobermorit | C ₅ Si ₆ O ₁₆ (OH) ₂ | <i>Fd2d</i> | 0,83 | 3055,25 | 11,16 | 7,32 | 37,40 | 90 | 90 | 90 |
| Hydrogranat-Gruppe | | | | | | | | | | |
| Grossular | C ₃ Al ₂ (SiO ₄) ₃ | <i>$\bar{I}3d$</i> | 1 | 1546,81 | 11,565 | - | - | 90 | 90 | 90 |
| Hibschit | C ₃ Al ₂ (SiO ₄) _{1,25} (OH) ₇ | <i>$\bar{I}3d$</i> | (<1) | 1855,20 | 12,2875 | - | - | 90 | 90 | 90 |
| Katoit | C ₃ Al ₂ ((OH) ₄) ₃ | <i>$\bar{I}3d$</i> | - | 1987,40 | 12,5727 | - | - | 90 | 90 | 90 |
| Pektolith | C ₂ NaHSi ₃ O ₉ | <i>P$\bar{1}$</i> | 1,0*1 | 383,82 | 7,99 | 7,04 | 7,02 | 90,52 | 95,18 | 102,47 |
| Scawtit | C ₇ (Si ₆ O ₁₈)(CO ₃) · 2 H ₂ O | <i>I2/m</i> | 1,17 | 1001,44 | 10,118 | 15,187 | 6,626 | 90 | 100,40 | 90 |

Tabelle C.2.: Phasenbestand der *ex situ* Synthesen mit **industriellem Quarzmehl** und **variabler Synthesedauer**. Der Phasenbestand ist in Gew.-% angegeben, die Gitterkonstanten in Å. Die Standardabweichung ist in Klammern nachgestellt.

| | 3h | 6h | 12h | 24h | 48h | 7 Tage | 28 Tage |
|---|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| α -C ₂ SH | 5,1 (1) | 22,3 (1) | 22,6 (1) | 50,9 (1) | 64,9 (1) | 65,1 (1) | 33,7 (4) |
| Ca(OH) ₂ | 20,8 (1) | 6,0 (1) | 5,1 (1) | 0,7 (<1) | 1,5 (1) | 0,5 (1) | 6,9 (1) |
| Quarz | 5,3 (1) | 0,5 (1) | 0 (0) | 0 (0) | 0,6 (1) | 0 (0) | 0 (0) |
| Calcit | 4,3 (1) | 3,1 (1) | 2,6 (1) | 3,4 (1) | 3,7 (1) | 3,1 (1) | 0 (0) |
| Scawtit | - | - | - | 1,2 (1) | - | 1,1 (1) | - |
| Killalait | - | - | - | - | - | - | 17,1 (1) |
| NaCa(HSiO ₄) | - | - | - | - | - | - | 7,9 (1) |
| amorpher Anteil | 64,6 (2) | 68,1 (2) | 69,6 (2) | 43,9 (3) | 29,3 (4) | 30,3 (4) | 33,7 (4) |
| Gitterkonstanten von α-C₂SH | | | | | | | |
| <i>a</i> | 9,465 (1) | 9,4680 (4) | 9,4665 (4) | 9,4672 (3) | 9,4670 (3) | 9,4676 (3) | 9,4672 (3) |
| <i>b</i> | 9,201 (1) | 9,1990 (4) | 9,1980 (4) | 9,1967 (3) | 9,1956 (3) | 9,1959 (3) | 9,1954 (3) |
| <i>c</i> | 10,645 (1) | 10,6456 (5) | 10,6437 (5) | 10,6453 (4) | 10,6440 (3) | 10,6450 (3) | 10,6446 (3) |
| koh. str. Domäne | 136 (9) | 161 (3) | 175 (3) | 234 (4) | 283 (5) | 287 (5) | 324 (6) |
| Zellvolumen | 927,0 (2) | 927,18 (7) | 926,77 (8) | 926,86 (6) | 926,61 (5) | 926,78 (5) | 926,66 (5) |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.3.: Phasenbestand der *ex situ* Synthesen mit **hochdisperssem SiO₂** und **variabler Synthesedauer**. Der Phasenbestand ist in Gew.-% angegeben, die Gitterkonstanten in Å. Die Standardabweichung ist in Klammern nachgestellt.

| | 24 h | 48 h | 7 Tage | 28 Tage |
|---|------------|------------|-------------|-------------|
| α -C ₂ SH | 53,7 (2) | 61,8 (1) | 58,9 (2) | 56,9 (2) |
| Ca(OH) ₂ | 4,0 (1) | 2,6 (7) | 1,2 (1) | 2,1 (1) |
| Calcit | 2,5 (1) | 3,0 (1) | 2,4 (1) | 0,6 (1) |
| amorpher Anteil | 39,8 (4) | 32,7 (4) | 36,7 (6) | 40,5 (6) |
| Gitterkonstanten von α-C₂SH | | | | |
| <i>a</i> | 9,4707 (3) | 9,4716 (3) | 9,4700 (3) | 9,4692 (3) |
| <i>b</i> | 9,1967 (3) | 9,2004 (3) | 9,199 (3) | 9,1985 (3) |
| <i>c</i> | 10,648 (3) | 10,648 (2) | 10,6460 (2) | 10,6457 (3) |
| koh. str. Domäne | 440 (10) | 410 (8) | 438 (8) | 430 (10) |
| Zellvolumen | 927,77 (4) | 927,29 (5) | 927,42 (4) | 926,78 (5) |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.4.: Phasenbestand der *ex situ* Synthesen mit **Quarzmehl in Laborqualität** und **variabler Synthesedauer**. Der Phasenbestand ist in Gew.-% angegeben, die Gitterkonstanten in Å. Die Standardabweichung ist in Klammern nachgestellt.

| | 24 h | 48 h | 7 Tage | 28 Tage |
|---|-------------|-------------|-------------|-------------|
| α -C ₂ SH | 72,4 (1) | 63,0 (1) | 67,6 (1) | 39,9 (5) |
| Ca(OH) ₂ | 0,8 (1) | 0 (0) | 0 (0) | 7,3 (1) |
| Quarz | 0,2 (1) | 0 (0) | 0 (0) | 0 (0) |
| Calcit | 2,6 (1) | 2,1 (1) | 2,2 (1) | 0 (0) |
| Scawtit | - | 1,6 (1) | 3,3 (1) | - |
| Killalait | - | - | - | 11,7 (9) |
| Foshagit | - | - | - | 0,9 (1) |
| NaCaHSiO ₄ | - | - | - | 9,9 (4) |
| amorpher Anteil | 23,9 (3) | 33,4 (3) | 26,9 (4) | 30 (1) |
| Gitterkonstanten von α-C₂SH | | | | |
| <i>a</i> | 9,4691 (3) | 9,4688 (3) | 9,4682 (2) | 9,4673 (3) |
| <i>b</i> | 9,1976 (3) | 9,1970 (3) | 9,1965 (2) | 9,1951 (3) |
| <i>c</i> | 10,6476 (3) | 10,6464 (3) | 10,6448 (3) | 10,6447 (3) |
| koh. str. Domäne | 258 (3) | 332 (6) | 302 (5) | 294 (5) |
| Zellvolumen | 927,34 (4) | 927,14 (5) | 926,90 (4) | 926,65 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.5.: Phasenbestand der *ex situ* Synthesen mit **grobem Quarz in Laborqualität** und **variabler Synthesedauer**. Der Phasenbestand ist in Gew.-% angegeben, die Gitterkonstanten in Å. Die Standardabweichung ist in Klammern nachgestellt.

| | 24 h | 48 h | 7 Tage | 28 Tage |
|---|-------------|------------|------------|-------------|
| α -C ₂ SH | 19,0 (2) | 12,8 (2) | 7,8 (5) | 9,9 (2) |
| Ca(OH) ₂ | 20,2 (1) | 22,7 (2) | 33,0 (5) | 26,3 (2) |
| Quarz | 1,6 (<1) | 0 (0) | 0,2 (1) | 0,5 (1) |
| Calcit | 2,8 (<1) | 3,9 (1) | 3,2 (2) | 2,7 (1) |
| Scawtit | - | - | 1,0 (2) | - |
| Pektolith | 10,4 (2) | 20,4 (3) | 26,0 (2) | 24,3 (3) |
| Xonotlit | - | - | 5,3 (4) | - |
| Killalait | - | 5,2 (3) | - | - |
| Foshagit | - | 3,2 (2) | 4,3 (3) | 5,8 (2) |
| 11Å-Tobermorit | 7,3 (3) | 1,8 (2) | | |
| amorpher Anteil | 38,8 (6) | 30,1 (7) | 20,0 (7) | 30,5 (8) |
| Gitterkonstanten von α-C₂SH | | | | |
| <i>a</i> | 9,4635 (6) | 9,4700 (6) | 9,4680 (6) | 9,4700 (7) |
| <i>b</i> | 9,1946 (5) | 9,2002 (6) | 9,1988 (6) | 9,2002 (7) |
| <i>c</i> | 10,6413 (5) | 10,647 (4) | 10,643 (3) | 10,6444 (4) |
| koh. str. Domäne | 228 (8) | 440 (30) | 410 (20) | |
| | | | 590 (40) | |
| Zellvolumen | 925,93 (9) | 927,59 (9) | 926,92 (9) | 927,4 (1) |

Tabelle C.6.: Phasenbestand der *ex situ* Synthesen mit **gemahlenem Quarz von Merck**. Die drei Synthesen unterscheiden sich durch die Mahldauer. Der Phasenbestand ist in Gew.-% angegeben, die Gitterkonstanten in Å. Die Standardabweichung ist in Klammern nachgestellt.

| | 5 Min. gemahlen | 15 Min. gemahlen | 30 Min. gemahlen |
|---|-----------------|------------------|------------------|
| α -C ₂ SH | 66,0 (1) | 61,3 (1) | 41,8 (1) |
| Ca(OH) ₂ | 0,2 (1) | 0,4 (1) | 2,9 (1) |
| Quarz | 0,4 (1) | 0,4 (1) | 0,4 (1) |
| Calcit | 2,8 (1) | 2,3 (1) | 4,0 (1) |
| Katoit | - | - | 0,7 (1) |
| amorpher Anteil | 30,7 (4) | 35,6 (3) | 50,2 (2) |
| Gitterkonstanten von α-C₂SH | | | |
| <i>a</i> | 9,4676 (3) | 9,4677 (3) | 9,4672 (4) |
| <i>b</i> | 9,1978 (3) | 9,1977 (3) | 9,1991 (4) |
| <i>c</i> | 10,6458 (4) | 10,6457 (3) | 10,6449 (4) |
| koh. str. Domäne | 217 (3) | 231 (3) | 184 (2) |
| Zellvolumen | 927,05 (6) | 927,04 (5) | 927,07 (7) |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.7.: Phasenbestand der *ex situ* Synthesen mit **einem W/F von 2, 5 und 10** und **industriellem Quarzmehl**. Der Phasenbestand ist in Gew.-% angegeben, die Gitterkonstanten in Å. Die Standardabweichung ist in Klammern nachgestellt.

| | 2 | 5 | 10 |
|---|-------------|------------|-------------|
| α -C ₂ SH | 48,2 (1) | 46,9 (2) | 33,1 (2) |
| Ca(OH) ₂ | 5,3 (1) | 5,9 (1) | 9,9 (1) |
| Quarz | 0,6 (1) | 1,1 (1) | 1,3 (1) |
| Calcit | 0 (0) | 0 (0) | 0 (0) |
| Foshagit | 4,0 (1) | 8,3 (2) | 19,1 (2) |
| amorpher Anteil | 42,0 (3) | 37,9 (4) | 36,7 (5) |
| Gitterkonstanten von α-C₂SH | | | |
| <i>a</i> | 9,4748 (3) | 9,4750 (4) | 9,4755 (6) |
| <i>b</i> | 9,2004 (3) | 9,2003 (4) | 9,2036 (5) |
| <i>c</i> | 10,6524 (3) | 10,653 (4) | 10,6534 (5) |
| koh. str. Domäne | 297 (5) | 268 (5) | 277 (7) |
| Zellvolumen | 928,59 (5) | 928,68 (6) | 929,07 (9) |

Tabelle C.8.: Phasenbestand der *ex situ* Synthesen mit **einem W/F von 5 und 10** und **hochdisperssem SiO₂**. Ergänzend wurde die Synthese mit hochdisperssem SiO₂ (24 h) aus Abschnitt 5.2.1 hinzugefügt. Der Phasenbestand ist in Gew.-% angegeben, die Gitterkonstanten in Å. Die Standardabweichung ist in Klammern nachgestellt.

| | (2) | 5 | 10 |
|---|------------|-------------|------------|
| α -C ₂ SH | 53,7 (2) | 66,6 (2) | 7,9 (2) |
| Ca(OH) ₂ | 4 (1) | 2,8 (<1) | 28,8 (2) |
| Calcit | 2,5 (1) | 0 (0) | 1,4 (3) |
| Foshagit | - | 2,4 (2) | 1,8 (2) |
| amorpher Anteil | 39,8 (4) | 28,3 (5) | 60,1 (5) |
| Gitterkonstanten von α-C₂SH | | | |
| <i>a</i> | 9,4707 (3) | 9,4753 (3) | 9,480 (1) |
| <i>b</i> | 9,1995 (3) | 9,2041 (3) | 9,209 (1) |
| <i>c</i> | 10,648 (3) | 10,6519 (3) | 10,651 (5) |
| koh. str. Domäne | 440 (10) | 391 (8) | 480 (40) |
| Zellvolumen | 927,70 (4) | 928,96 (5) | 929,9 (2) |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.9.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 1. Pos. der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 5. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | - | - | 100 | - | - | - | - | - |
| 4 | - | - | 100 | - | - | - | - | - |
| 7 | - | - | 100 | - | - | - | - | - |
| 11 | - | - | 100 | - | - | - | - | - |
| 15 | - | - | 100 | - | 1,09 | - | - | - |
| 19 | 7,5 | - | 92,5 | 33,6 | 1,32 | 0,10 | 0,099 | 12,81 |
| 22 | 5,5 | - | 94,5 | 46,5 | 1,40 | 0,11 | 0,087 | 13,27 |
| 26 | 10,2 | - | 89,8 | 24,7 | 1,49 | 0,11 | 0,096 | 14,08 |
| 30 | 11,0 | - | 89,0 | 22,7 | 1,55 | 0,10 | 0,090 | 15,15 |
| 34 | 8,0 | - | 92,0 | 31,5 | 1,53 | 0,12 | 0,091 | 12,79 |
| 37 | 8,7 | - | 91,3 | 29 | 1,57 | 0,12 | 0,085 | 13,01 |
| 41 | 12,5 | - | 87,5 | 20 | 1,65 | 0,13 | 0,085 | 13,17 |
| 45 | 11,3 | - | 88,7 | 22,1 | 1,68 | 0,14 | 0,072 | 11,88 |
| 48 | 11,7 | - | 88,3 | 21,4 | 1,70 | 0,14 | 0,074 | 12,45 |
| 52 | 15,0 | - | 85,0 | 16,6 | 1,71 | 0,14 | 0,090 | 11,90 |
| 56 | 9,7 | - | 90,3 | 25,8 | 1,65 | 0,14 | 0,079 | 11,86 |
| 60 | 12,5 | - | 87,5 | 20 | 1,62 | 0,16 | 0,077 | 10,34 |
| 63 | 10,8 | - | 89,2 | 23,2 | 1,63 | 0,17 | 0,078 | 9,69 |
| 67 | 11,4 | - | 88,6 | 21,9 | 1,64 | 0,18 | 0,078 | 9,12 |
| 71 | 13,2 | - | 86,8 | 18,9 | 1,65 | 0,20 | 0,080 | 8,42 |
| 75 | 13,6 | - | 86,4 | 18,4 | 1,66 | 0,22 | 0,079 | 7,66 |
| 78 | 14,1 | - | 85,9 | 17,6 | 1,65 | 0,22 | 0,078 | 7,39 |
| 82 | 15,4 | - | 84,6 | 16,2 | 1,66 | 0,24 | 0,078 | 6,98 |
| 86 | 16,0 | - | 84,0 | 15,5 | 1,65 | 0,26 | 0,078 | 6,39 |
| 90 | 16,7 | - | 83,3 | 14,8 | 1,67 | 0,27 | 0,078 | 6,12 |
| 93 | 17,3 | - | 82,7 | 14,3 | 1,66 | 0,29 | 0,079 | 5,74 |
| 97 | 18,3 | - | 81,7 | 13,5 | 1,67 | 0,31 | 0,079 | 5,32 |
| 101 | 16,8 | 9,3 | 73,9 | 14,4 | 1,57 | 0,34 | 0,079 | 4,64 |
| 104 | 17,6 | 9,2 | 73,2 | 13,6 | 1,54 | 0,36 | 0,080 | 4,29 |
| 108 | 17,2 | 9,6 | 73,2 | 14 | 1,57 | 0,38 | 0,080 | 4,17 |
| 112 | 16,7 | 9,8 | 73,4 | 14,4 | 1,56 | 0,40 | 0,080 | 3,93 |
| 116 | 17,1 | 10,2 | 72,7 | 14 | 1,54 | 0,42 | 0,080 | 3,63 |
| 119 | 17,4 | 9,1 | 73,5 | 13,8 | 1,60 | 0,45 | 0,080 | 3,56 |
| 123 | 18,7 | 9,3 | 71,9 | 12,8 | 1,61 | 0,48 | 0,082 | 3,39 |
| 127 | 18,9 | 9,3 | 71,8 | 12,7 | 1,60 | 0,50 | 0,082 | 3,17 |
| 131 | 19,8 | 9,1 | 71,1 | 12,1 | 1,62 | 0,52 | 0,082 | 3,09 |
| 134 | 19,9 | 9,3 | 70,8 | 12 | 1,62 | 0,55 | 0,083 | 2,93 |
| 138 | 21,2 | 9,6 | 69,3 | 11,3 | 1,61 | 0,58 | 0,083 | 2,79 |
| 142 | 22,0 | 9,2 | 68,8 | 10,8 | 1,63 | 0,61 | 0,085 | 2,68 |
| 145 | 22,8 | 9,0 | 68,2 | 10,4 | 1,62 | 0,63 | 0,085 | 2,57 |
| 149 | 23,4 | 9,6 | 67,1 | 10,2 | 1,61 | 0,66 | 0,086 | 2,45 |
| 153 | 23,9 | 10,1 | 66,0 | 9,91 | 1,61 | 0,68 | 0,087 | 2,37 |
| 157 | 24,7 | 9,7 | 65,6 | 9,55 | 1,62 | 0,71 | 0,088 | 2,27 |
| 160 | 25,0 | 10,3 | 64,6 | 9,41 | 1,60 | 0,74 | 0,087 | 2,15 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.9

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 164 | 25,8 | 10,2 | 64,0 | 9,13 | 1,59 | 0,76 | 0,088 | 2,10 |
| 168 | 26,1 | 10,4 | 63,5 | 9 | 1,59 | 0,79 | 0,088 | 2,01 |
| 172 | 26,6 | 10,4 | 63,0 | 8,83 | 1,61 | 0,83 | 0,089 | 1,93 |
| 175 | 26,9 | 10,6 | 62,6 | 8,72 | 1,60 | 0,86 | 0,087 | 1,85 |
| 179 | 27,4 | 10,7 | 61,8 | 8,53 | 1,60 | 0,89 | 0,088 | 1,80 |
| 183 | 28,6 | 10,8 | 60,6 | 8,15 | 1,60 | 0,92 | 0,089 | 1,74 |
| 186 | 29,2 | 10,7 | 60,1 | 7,98 | 1,60 | 0,95 | 0,088 | 1,68 |
| 190 | 29,7 | 10,5 | 59,8 | 7,84 | 1,61 | 0,98 | 0,089 | 1,64 |
| 194 | 30,2 | 10,7 | 59,1 | 7,69 | 1,59 | 1,02 | 0,089 | 1,57 |
| 198 | 30,8 | 11,0 | 58,2 | 7,54 | 1,60 | 1,05 | 0,089 | 1,52 |
| 201 | 31,6 | 10,8 | 57,5 | 7,32 | 1,60 | 1,09 | 0,089 | 1,47 |
| 205 | 31,3 | 10,9 | 57,8 | 7,4 | 1,58 | 1,12 | 0,087 | 1,41 |
| 209 | 32,8 | 11,1 | 56,1 | 7,04 | 1,60 | 1,15 | 0,089 | 1,40 |
| 213 | 32,2 | 11,3 | 56,5 | 7,17 | 1,58 | 1,17 | 0,088 | 1,35 |
| 216 | 33,0 | 11,0 | 56,0 | 6,99 | 1,58 | 1,20 | 0,088 | 1,32 |
| 220 | 32,9 | 11,4 | 55,7 | 7 | 1,59 | 1,23 | 0,088 | 1,29 |
| 224 | 32,8 | 11,7 | 55,5 | 7,02 | 1,53 | 1,26 | 0,088 | 1,22 |
| 227 | 32,9 | 11,7 | 55,4 | 7,01 | 1,53 | 1,27 | 0,088 | 1,20 |
| 231 | 33,5 | 11,9 | 54,6 | 6,85 | 1,52 | 1,29 | 0,088 | 1,18 |
| 235 | 34,0 | 12,0 | 53,9 | 6,74 | 1,53 | 1,32 | 0,088 | 1,16 |
| 239 | 35,0 | 12,1 | 52,9 | 6,53 | 1,53 | 1,34 | 0,088 | 1,14 |
| 242 | 35,4 | 12,2 | 52,5 | 6,46 | 1,53 | 1,36 | 0,088 | 1,12 |
| 246 | 36,2 | 12,5 | 51,4 | 6,3 | 1,51 | 1,39 | 0,089 | 1,08 |
| 250 | 36,8 | 12,5 | 50,7 | 6,18 | 1,52 | 1,43 | 0,088 | 1,06 |
| 254 | 37,6 | 12,5 | 49,9 | 6,04 | 1,53 | 1,47 | 0,088 | 1,04 |
| 257 | 37,8 | 12,9 | 49,3 | 6 | 1,52 | 1,49 | 0,088 | 1,02 |
| 261 | 38,2 | 12,9 | 48,9 | 5,93 | 1,53 | 1,51 | 0,088 | 1,01 |
| 265 | 38,9 | 13,1 | 48,1 | 5,82 | 1,51 | 1,55 | 0,089 | 0,98 |
| 269 | 39,4 | 13,2 | 47,4 | 5,73 | 1,52 | 1,58 | 0,088 | 0,96 |
| 272 | 38,9 | 13,4 | 47,7 | 5,8 | 1,50 | 1,61 | 0,088 | 0,94 |
| 276 | 38,9 | 13,6 | 47,5 | 5,8 | 1,50 | 1,63 | 0,087 | 0,92 |
| 280 | 39,8 | 13,7 | 46,5 | 5,65 | 1,50 | 1,64 | 0,087 | 0,91 |
| 283 | 39,9 | 13,8 | 46,3 | 5,63 | 1,50 | 1,67 | 0,086 | 0,90 |
| 287 | 40,2 | 13,6 | 46,1 | 5,59 | 1,50 | 1,69 | 0,086 | 0,89 |
| 291 | 40,5 | 14,2 | 45,3 | 5,54 | 1,49 | 1,73 | 0,086 | 0,86 |
| 295 | 41,3 | 14,0 | 44,6 | 5,42 | 1,50 | 1,74 | 0,086 | 0,86 |
| 298 | 41,4 | 14,3 | 44,2 | 5,4 | 1,47 | 1,77 | 0,087 | 0,83 |
| 302 | 42,2 | 14,3 | 43,5 | 5,29 | 1,48 | 1,79 | 0,087 | 0,83 |
| 306 | 42,4 | 14,7 | 43,0 | 5,26 | 1,46 | 1,81 | 0,087 | 0,81 |
| 310 | 42,5 | 14,6 | 42,9 | 5,25 | 1,47 | 1,84 | 0,087 | 0,80 |
| 313 | 42,6 | 14,8 | 42,5 | 5,22 | 1,46 | 1,87 | 0,086 | 0,78 |
| 317 | 43,3 | 14,8 | 41,8 | 5,13 | 1,46 | 1,88 | 0,087 | 0,78 |
| 321 | 44,0 | 14,9 | 41,1 | 5,05 | 1,47 | 1,92 | 0,087 | 0,76 |
| 324 | 44,8 | 15,1 | 40,1 | 4,94 | 1,47 | 1,95 | 0,088 | 0,75 |
| 328 | 44,6 | 15,2 | 40,2 | 4,96 | 1,45 | 1,96 | 0,087 | 0,74 |
| 332 | 44,9 | 15,6 | 39,5 | 4,92 | 1,45 | 1,98 | 0,088 | 0,73 |
| 336 | 45,5 | 15,3 | 39,2 | 4,86 | 1,46 | 2,01 | 0,088 | 0,73 |
| 339 | 45,9 | 15,4 | 38,7 | 4,8 | 1,47 | 2,03 | 0,088 | 0,72 |
| 343 | 46,0 | 15,7 | 38,2 | 4,78 | 1,44 | 2,06 | 0,088 | 0,70 |
| 347 | 46,4 | 15,7 | 37,9 | 4,74 | 1,44 | 2,08 | 0,088 | 0,69 |
| 351 | 46,8 | 15,8 | 37,3 | 4,69 | 1,44 | 2,11 | 0,089 | 0,68 |
| 354 | 47,7 | 15,6 | 36,7 | 4,6 | 1,46 | 2,13 | 0,088 | 0,68 |
| 358 | 47,9 | 16,0 | 36,2 | 4,58 | 1,44 | 2,16 | 0,088 | 0,67 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.9

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 362 | 47,9 | 16,1 | 36,0 | 4,57 | 1,43 | 2,17 | 0,088 | 0,66 |
| 365 | 47,4 | 16,5 | 36,2 | 4,62 | 1,42 | 2,19 | 0,088 | 0,65 |
| 369 | 48,8 | 16,8 | 34,4 | 4,47 | 1,39 | 2,21 | 0,088 | 0,63 |
| 373 | 48,8 | 16,9 | 34,3 | 4,47 | 1,38 | 2,22 | 0,088 | 0,62 |
| 377 | 49,2 | 16,8 | 34,0 | 4,42 | 1,39 | 2,24 | 0,088 | 0,62 |
| 380 | 48,8 | 17,2 | 34,0 | 4,46 | 1,36 | 2,25 | 0,088 | 0,61 |
| 384 | 48,6 | 17,3 | 34,2 | 4,48 | 1,35 | 2,24 | 0,088 | 0,60 |
| 388 | 48,6 | 17,4 | 34,0 | 4,48 | 1,35 | 2,24 | 0,087 | 0,60 |
| 392 | 48,8 | 17,4 | 33,8 | 4,46 | 1,35 | 2,26 | 0,087 | 0,60 |
| 395 | 48,7 | 17,6 | 33,7 | 4,46 | 1,31 | 2,24 | 0,087 | 0,58 |
| 399 | 48,9 | 17,7 | 33,4 | 4,44 | 1,32 | 2,26 | 0,087 | 0,58 |
| 403 | 49,0 | 17,7 | 33,3 | 4,43 | 1,32 | 2,27 | 0,088 | 0,58 |
| 406 | 49,1 | 17,9 | 32,9 | 4,41 | 1,31 | 2,29 | 0,088 | 0,57 |
| 410 | 49,2 | 18,0 | 32,8 | 4,41 | 1,30 | 2,31 | 0,088 | 0,56 |
| 414 | 49,3 | 18,1 | 32,5 | 4,39 | 1,29 | 2,33 | 0,088 | 0,56 |
| 418 | 49,6 | 18,4 | 32,1 | 4,37 | 1,28 | 2,34 | 0,088 | 0,55 |
| 421 | 49,8 | 18,3 | 31,9 | 4,35 | 1,29 | 2,35 | 0,088 | 0,55 |
| 425 | 49,9 | 18,7 | 31,4 | 4,33 | 1,27 | 2,38 | 0,088 | 0,53 |
| 429 | 50,3 | 18,5 | 31,2 | 4,29 | 1,27 | 2,40 | 0,089 | 0,53 |
| 433 | 50,4 | 18,6 | 30,9 | 4,28 | 1,25 | 2,42 | 0,088 | 0,52 |
| 436 | 50,4 | 18,7 | 30,9 | 4,28 | 1,23 | 2,42 | 0,088 | 0,51 |
| 440 | 50,8 | 18,9 | 30,3 | 4,24 | 1,23 | 2,47 | 0,089 | 0,50 |
| 444 | 51,1 | 18,8 | 30,1 | 4,21 | 1,24 | 2,51 | 0,089 | 0,50 |
| 448 | 51,4 | 19,0 | 29,5 | 4,18 | 1,23 | 2,54 | 0,090 | 0,48 |
| 451 | 51,8 | 19,2 | 28,9 | 4,14 | 1,22 | 2,56 | 0,090 | 0,48 |
| 455 | 52,1 | 19,4 | 28,6 | 4,12 | 1,22 | 2,59 | 0,090 | 0,47 |
| 459 | 51,7 | 19,8 | 28,6 | 4,15 | 1,20 | 2,61 | 0,090 | 0,46 |
| 462 | 52,1 | 19,4 | 28,5 | 4,11 | 1,24 | 2,62 | 0,090 | 0,47 |
| 466 | 52,3 | 19,7 | 28,0 | 4,09 | 1,21 | 2,65 | 0,090 | 0,46 |
| 470 | 52,5 | 19,6 | 27,9 | 4,07 | 1,24 | 2,68 | 0,090 | 0,46 |
| 474 | 52,7 | 20,0 | 27,3 | 4,05 | 1,20 | 2,69 | 0,090 | 0,44 |
| 477 | 52,6 | 20,0 | 27,4 | 4,06 | 1,19 | 2,71 | 0,090 | 0,44 |
| 481 | 52,7 | 20,1 | 27,2 | 4,05 | 1,17 | 2,72 | 0,090 | 0,43 |
| 485 | 52,4 | 20,3 | 27,3 | 4,07 | 1,17 | 2,71 | 0,090 | 0,43 |
| 489 | 52,6 | 20,1 | 27,2 | 4,06 | 1,18 | 2,71 | 0,090 | 0,44 |
| 492 | 52,9 | 20,3 | 26,9 | 4,03 | 1,17 | 2,73 | 0,089 | 0,43 |
| 496 | 52,8 | 20,3 | 26,9 | 4,03 | 1,16 | 2,74 | 0,090 | 0,42 |
| 500 | 53,0 | 20,5 | 26,5 | 4,02 | 1,16 | 2,76 | 0,090 | 0,42 |
| 503 | 53,1 | 20,5 | 26,4 | 4,01 | 1,16 | 2,77 | 0,090 | 0,42 |
| 507 | 53,6 | 20,5 | 26,0 | 3,97 | 1,15 | 2,79 | 0,091 | 0,41 |
| 511 | 53,7 | 20,6 | 25,6 | 3,96 | 1,12 | 2,81 | 0,090 | 0,40 |
| 515 | 53,8 | 20,7 | 25,5 | 3,95 | 1,13 | 2,84 | 0,091 | 0,40 |
| 518 | 53,9 | 20,7 | 25,4 | 3,94 | 1,12 | 2,84 | 0,092 | 0,40 |
| 522 | 53,6 | 21,2 | 25,3 | 3,96 | 1,07 | 2,89 | 0,092 | 0,37 |
| 526 | 54,5 | 20,6 | 24,9 | 3,9 | 1,11 | 2,91 | 0,092 | 0,38 |
| 530 | 54,4 | 20,7 | 24,9 | 3,9 | 1,11 | 2,93 | 0,093 | 0,38 |
| 533 | 54,5 | 20,8 | 24,7 | 3,89 | 1,12 | 2,96 | 0,093 | 0,38 |
| 537 | 54,6 | 21,0 | 24,4 | 3,88 | 1,11 | 2,97 | 0,093 | 0,37 |
| 541 | 54,3 | 20,8 | 24,9 | 3,9 | 1,10 | 3,00 | 0,093 | 0,37 |
| 544 | 54,8 | 21,0 | 24,2 | 3,86 | 1,11 | 3,03 | 0,094 | 0,37 |
| 548 | 55,0 | 21,0 | 24,0 | 3,85 | 1,09 | 3,06 | 0,094 | 0,36 |
| 552 | 55,6 | 20,9 | 23,5 | 3,8 | 1,10 | 3,08 | 0,094 | 0,36 |
| 556 | 55,5 | 21,1 | 23,4 | 3,8 | 1,09 | 3,11 | 0,094 | 0,35 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.9

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 559 | 56,1 | 21,1 | 22,9 | 3,76 | 1,08 | 3,13 | 0,095 | 0,34 |
| 563 | 55,9 | 21,0 | 23,1 | 3,78 | 1,08 | 3,14 | 0,095 | 0,35 |
| 567 | 56,0 | 21,1 | 23,0 | 3,77 | 1,09 | 3,14 | 0,094 | 0,35 |
| 571 | 55,6 | 21,5 | 23,0 | 3,8 | 1,06 | 3,13 | 0,094 | 0,34 |
| 574 | 55,9 | 21,6 | 22,5 | 3,77 | 1,01 | 3,11 | 0,094 | 0,33 |
| 578 | 55,8 | 21,5 | 22,7 | 3,78 | 1,04 | 3,10 | 0,094 | 0,33 |
| 582 | 55,8 | 21,4 | 22,8 | 3,78 | 1,01 | 3,10 | 0,094 | 0,33 |
| 585 | 55,8 | 21,5 | 22,6 | 3,77 | 1,02 | 3,10 | 0,094 | 0,33 |
| 589 | 55,6 | 21,8 | 22,6 | 3,79 | 0,99 | 3,12 | 0,095 | 0,32 |
| 593 | 56,0 | 21,8 | 22,3 | 3,76 | 0,99 | 3,12 | 0,094 | 0,32 |
| 597 | 55,9 | 21,8 | 22,4 | 3,77 | 0,97 | 3,09 | 0,094 | 0,31 |
| 600 | 56,4 | 21,7 | 21,9 | 3,73 | 0,96 | 3,12 | 0,095 | 0,31 |
| 604 | 56,3 | 21,7 | 22,0 | 3,73 | 0,98 | 3,12 | 0,095 | 0,31 |
| 608 | 56,3 | 21,8 | 21,8 | 3,73 | 0,96 | 3,12 | 0,095 | 0,31 |
| 612 | 56,8 | 21,7 | 21,5 | 3,7 | 0,97 | 3,12 | 0,095 | 0,31 |
| 615 | 56,6 | 21,7 | 21,7 | 3,71 | 0,97 | 3,13 | 0,095 | 0,31 |
| 619 | 57,1 | 21,7 | 21,2 | 3,68 | 0,96 | 3,13 | 0,095 | 0,31 |
| 623 | 56,9 | 21,8 | 21,3 | 3,69 | 0,96 | 3,15 | 0,095 | 0,30 |
| 627 | 55,8 | 22,2 | 22,0 | 3,77 | 0,95 | 3,17 | 0,095 | 0,30 |
| 630 | 56,0 | 22,2 | 21,8 | 3,76 | 0,95 | 3,18 | 0,096 | 0,30 |
| 634 | 56,0 | 22,2 | 21,7 | 3,75 | 0,94 | 3,19 | 0,096 | 0,30 |
| 638 | 56,2 | 22,6 | 21,3 | 3,74 | 0,94 | 3,22 | 0,096 | 0,29 |
| 641 | 57,1 | 20,7 | 22,2 | 3,68 | 0,95 | 2,86 | 0,087 | 0,33 |
| 645 | 57,4 | 18,7 | 23,9 | 3,69 | 1,16 | 2,11 | 0,106 | 0,55 |
| 649 | 55,3 | 18,4 | 26,3 | 3,85 | 1,14 | 2,11 | 0,098 | 0,54 |
| 653 | 54,1 | 17,8 | 28,1 | 3,96 | 1,19 | 1,99 | 0,101 | 0,60 |
| 656 | 52,2 | 18,1 | 29,6 | 4,12 | 1,28 | 1,87 | 0,106 | 0,68 |
| 660 | 51,4 | 18,6 | 30,0 | 4,19 | 1,41 | 1,76 | 0,114 | 0,80 |
| 664 | 50,9 | 18,6 | 30,5 | 4,23 | 1,72 | 1,72 | 0,115 | 1,00 |
| 668 | 50,7 | 18,6 | 30,7 | 4,25 | 1,75 | 1,70 | 0,117 | 1,03 |
| 671 | 49,5 | 18,9 | 31,6 | 4,37 | 2,03 | 1,69 | 0,119 | 1,20 |
| 675 | 49,0 | 18,8 | 32,2 | 4,42 | 2,15 | 1,69 | 0,123 | 1,27 |
| 679 | 47,9 | 20,3 | 31,7 | 4,51 | 2,49 | 1,70 | 0,128 | 1,46 |
| 682 | 47,9 | 20,2 | 31,8 | 4,51 | 2,62 | 1,71 | 0,129 | 1,53 |
| 686 | 47,4 | 20,9 | 31,7 | 4,55 | 3,05 | 1,73 | 0,132 | 1,76 |
| 690 | 47,2 | 21,3 | 31,4 | 4,57 | 3,50 | 1,74 | 0,133 | 2,01 |
| 694 | 46,8 | 22,0 | 31,2 | 4,61 | 3,51 | 1,75 | 0,135 | 2,01 |
| 697 | 47,1 | 21,8 | 31,1 | 4,58 | 3,63 | 1,76 | 0,135 | 2,07 |
| 701 | 49,5 | 19,2 | 31,3 | 4,36 | 2,90 | 1,76 | 0,134 | 1,65 |
| 705 | 48,1 | 20,9 | 31,1 | 4,48 | 3,24 | 1,77 | 0,135 | 1,83 |
| 709 | 49,8 | 18,3 | 31,9 | 4,35 | 2,44 | 1,75 | 0,134 | 1,39 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.10.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 2. Pos. der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 5. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | 16,5 | - | 83,5 | 15,00 | - | - | - | - |
| 4 | 15,6 | - | 84,4 | 15,90 | - | - | - | - |
| 7 | 8,7 | - | 91,3 | 29,10 | - | - | - | - |
| 11 | 11,0 | - | 89,0 | 22,90 | 0,85 | - | - | - |
| 15 | 8,2 | - | 91,8 | 30,80 | 1,20 | - | - | - |
| 19 | 8,0 | - | 92,0 | 31,70 | 1,29 | - | - | - |
| 22 | 9,8 | - | 90,2 | 25,70 | 1,39 | 0,13 | 0,100 | 10,82 |
| 26 | 10,6 | - | 89,4 | 23,70 | 1,48 | 0,14 | 0,093 | 10,81 |
| 30 | 10,6 | - | 89,4 | 23,60 | 1,53 | 0,14 | 0,085 | 10,76 |
| 34 | 11,8 | - | 88,2 | 21,10 | 1,58 | 0,14 | 0,104 | 11,27 |
| 37 | 12,0 | - | 88,0 | 20,70 | 1,62 | 0,16 | 0,075 | 9,83 |
| 41 | 11,8 | - | 88,2 | 21,20 | 1,65 | 0,17 | 0,072 | 9,61 |
| 45 | 11,7 | - | 88,3 | 21,40 | 1,68 | 0,18 | 0,071 | 9,54 |
| 48 | 13,7 | - | 86,3 | 18,20 | 1,69 | 0,16 | 0,081 | 10,28 |
| 52 | 13,0 | - | 87,0 | 19,10 | 1,69 | 0,16 | 0,082 | 10,56 |
| 56 | 10,3 | - | 89,7 | 24,40 | 1,65 | 0,15 | 0,076 | 10,75 |
| 60 | 10,5 | - | 89,5 | 23,90 | 1,65 | 0,16 | 0,079 | 10,22 |
| 63 | 10,7 | - | 89,3 | 23,50 | 1,68 | 0,16 | 0,077 | 10,51 |
| 67 | 10,8 | - | 89,2 | 23,10 | 1,69 | 0,17 | 0,079 | 10,07 |
| 71 | 11,7 | - | 88,3 | 21,40 | 1,70 | 0,17 | 0,079 | 9,88 |
| 75 | 12,0 | - | 88,0 | 20,90 | 1,69 | 0,18 | 0,079 | 9,67 |
| 78 | 13,4 | - | 86,6 | 18,60 | 1,70 | 0,18 | 0,080 | 9,62 |
| 82 | 12,8 | - | 87,2 | 19,40 | 1,70 | 0,19 | 0,082 | 9,00 |
| 86 | 12,9 | - | 87,1 | 19,40 | 1,71 | 0,19 | 0,082 | 8,91 |
| 90 | 13,7 | - | 86,3 | 18,20 | 1,70 | 0,21 | 0,084 | 8,07 |
| 93 | 13,7 | - | 86,3 | 18,20 | 1,70 | 0,21 | 0,082 | 8,09 |
| 97 | 15,4 | - | 84,6 | 16,10 | 1,71 | 0,22 | 0,085 | 7,74 |
| 101 | 14,8 | - | 85,2 | 16,80 | 1,72 | 0,23 | 0,085 | 7,38 |
| 104 | 14,5 | 10,1 | 75,4 | 16,70 | 1,65 | 0,23 | 0,085 | 7,29 |
| 108 | 14,4 | 9,5 | 76,1 | 16,90 | 1,67 | 0,24 | 0,085 | 6,85 |
| 112 | 15,0 | 9,6 | 75,4 | 16,10 | 1,67 | 0,26 | 0,085 | 6,48 |
| 116 | 15,7 | 9,6 | 74,7 | 15,40 | 1,67 | 0,28 | 0,085 | 6,07 |
| 119 | 16,0 | 9,8 | 74,1 | 15,00 | 1,67 | 0,29 | 0,085 | 5,79 |
| 123 | 16,7 | 9,8 | 73,5 | 14,40 | 1,69 | 0,30 | 0,086 | 5,60 |
| 127 | 16,9 | 9,9 | 73,2 | 14,30 | 1,69 | 0,30 | 0,084 | 5,60 |
| 131 | 17,7 | 10,0 | 72,3 | 13,60 | 1,69 | 0,32 | 0,086 | 5,28 |
| 134 | 17,9 | 10,4 | 71,7 | 13,40 | 1,69 | 0,33 | 0,087 | 5,14 |
| 138 | 18,4 | 10,4 | 71,2 | 13,00 | 1,69 | 0,34 | 0,088 | 4,99 |
| 142 | 18,9 | 10,3 | 70,8 | 12,60 | 1,70 | 0,34 | 0,087 | 5,02 |
| 145 | 17,9 | 9,6 | 72,5 | 13,40 | 1,70 | 0,35 | 0,088 | 4,88 |
| 149 | 20,5 | 12,0 | 67,5 | 11,50 | 1,66 | 0,35 | 0,090 | 4,69 |
| 153 | 19,1 | 10,0 | 70,8 | 12,50 | 1,70 | 0,37 | 0,093 | 4,55 |
| 157 | 19,4 | 10,3 | 70,3 | 12,30 | 1,70 | 0,37 | 0,092 | 4,56 |
| 160 | 19,9 | 10,2 | 69,9 | 12,00 | 1,70 | 0,40 | 0,094 | 4,28 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.10

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 164 | 20,3 | 10,6 | 69,1 | 11,70 | 1,71 | 0,40 | 0,094 | 4,23 |
| 168 | 20,8 | 10,4 | 68,9 | 11,50 | 1,72 | 0,42 | 0,095 | 4,12 |
| 172 | 21,1 | 10,9 | 68,0 | 11,20 | 1,71 | 0,42 | 0,093 | 4,04 |
| 175 | 22,0 | 11,0 | 67,0 | 10,80 | 1,72 | 0,44 | 0,093 | 3,93 |
| 179 | 22,1 | 11,0 | 66,8 | 10,70 | 1,71 | 0,44 | 0,093 | 3,87 |
| 183 | 22,3 | 11,5 | 66,1 | 10,60 | 1,72 | 0,46 | 0,092 | 3,76 |
| 186 | 22,8 | 11,6 | 65,6 | 10,40 | 1,74 | 0,47 | 0,091 | 3,71 |
| 190 | 23,0 | 11,5 | 65,5 | 10,20 | 1,73 | 0,49 | 0,092 | 3,53 |
| 194 | 23,7 | 11,6 | 64,7 | 9,94 | 1,73 | 0,50 | 0,091 | 3,44 |
| 198 | 23,9 | 11,7 | 64,4 | 9,84 | 1,73 | 0,51 | 0,090 | 3,40 |
| 201 | 24,4 | 12,1 | 63,6 | 9,63 | 1,74 | 0,53 | 0,090 | 3,28 |
| 205 | 24,8 | 12,3 | 62,9 | 9,47 | 1,73 | 0,54 | 0,090 | 3,18 |
| 209 | 24,9 | 12,5 | 62,6 | 9,42 | 1,73 | 0,56 | 0,090 | 3,08 |
| 213 | 25,5 | 12,5 | 62,1 | 9,19 | 1,73 | 0,57 | 0,089 | 3,05 |
| 216 | – | – | – | – | – | 0,57 | 0,089 | – |
| 220 | 26,4 | 12,8 | 60,8 | 8,83 | 1,72 | 0,59 | 0,089 | 2,94 |
| 224 | 29,1 | 12,8 | 58,1 | 7,96 | 1,74 | 0,66 | 0,089 | 2,64 |
| 227 | 29,2 | 12,9 | 57,9 | 7,92 | 1,73 | 0,67 | 0,089 | 2,59 |
| 231 | 30,4 | 13,0 | 56,5 | 7,58 | 1,73 | 0,68 | 0,089 | 2,54 |
| 235 | 29,9 | 13,2 | 56,9 | 7,71 | 1,73 | 0,69 | 0,089 | 2,51 |
| 239 | 30,3 | 13,6 | 56,1 | 7,60 | 1,73 | 0,69 | 0,088 | 2,51 |
| 242 | 30,9 | 13,5 | 55,7 | 7,46 | 1,73 | 0,71 | 0,089 | 2,44 |
| 246 | 30,7 | 14,2 | 55,1 | 7,49 | 1,73 | 0,71 | 0,089 | 2,45 |
| 250 | 31,0 | 14,4 | 54,6 | 7,40 | 1,72 | 0,72 | 0,088 | 2,39 |
| 254 | – | – | – | – | – | 0,74 | 0,089 | – |
| 257 | 31,1 | 15,0 | 53,9 | 7,36 | 1,72 | 0,74 | 0,089 | 2,32 |
| 261 | 31,3 | 15,0 | 53,7 | 7,32 | 1,72 | 0,75 | 0,089 | 2,27 |
| 265 | 31,7 | 15,4 | 52,9 | 7,22 | 1,73 | 0,76 | 0,089 | 2,26 |
| 269 | 32,0 | 15,6 | 52,4 | 7,13 | 1,71 | 0,77 | 0,089 | 2,23 |
| 272 | 32,5 | 15,9 | 51,6 | 7,01 | 1,72 | 0,78 | 0,089 | 2,19 |
| 276 | 32,5 | 16,1 | 51,4 | 7,01 | 1,72 | 0,80 | 0,089 | 2,14 |
| 280 | 32,6 | 16,4 | 51,0 | 6,97 | 1,71 | 0,81 | 0,089 | 2,12 |
| 283 | 33,4 | 16,6 | 50,0 | 6,79 | 1,72 | 0,82 | 0,089 | 2,09 |
| 287 | 33,6 | 16,7 | 49,7 | 6,75 | 1,71 | 0,84 | 0,089 | 2,04 |
| 291 | – | – | – | – | – | 0,84 | 0,089 | – |
| 294 | 34,0 | 17,5 | 48,5 | 6,64 | 1,72 | 0,85 | 0,089 | 2,01 |
| 298 | 34,3 | 17,6 | 48,1 | 6,57 | 1,70 | 0,87 | 0,089 | 1,95 |
| 302 | 34,8 | 17,9 | 47,4 | 6,48 | 1,71 | 0,89 | 0,089 | 1,93 |
| 306 | 35,2 | 17,9 | 46,9 | 6,40 | 1,71 | 0,90 | 0,089 | 1,89 |
| 310 | 35,4 | 18,3 | 46,3 | 6,34 | 1,70 | 0,91 | 0,088 | 1,86 |
| 313 | 35,5 | 18,5 | 46,0 | 6,31 | 1,70 | 0,93 | 0,089 | 1,83 |
| 317 | 36,0 | 18,7 | 45,3 | 6,22 | 1,70 | 0,94 | 0,089 | 1,80 |
| 321 | 36,2 | 19,0 | 44,8 | 6,18 | 1,71 | 0,96 | 0,089 | 1,77 |
| 324 | 36,5 | 19,2 | 44,3 | 6,12 | 1,71 | 0,97 | 0,088 | 1,76 |
| 328 | – | – | – | – | – | 0,98 | 0,088 | – |
| 332 | 37,2 | 19,8 | 43,1 | 5,98 | 1,70 | 1,00 | 0,088 | 1,71 |
| 336 | 37,6 | 19,9 | 42,6 | 5,92 | 1,70 | 1,01 | 0,088 | 1,68 |
| 339 | 37,5 | 20,2 | 42,3 | 5,92 | 1,70 | 1,02 | 0,088 | 1,66 |
| 343 | 37,7 | 20,4 | 41,9 | 5,88 | 1,70 | 1,04 | 0,088 | 1,64 |
| 347 | 38,2 | 20,5 | 41,4 | 5,80 | 1,70 | 1,05 | 0,088 | 1,62 |
| 351 | 38,0 | 20,7 | 41,3 | 5,82 | 1,70 | 1,06 | 0,088 | 1,60 |
| 354 | 38,6 | 21,0 | 40,4 | 5,72 | 1,69 | 1,07 | 0,087 | 1,58 |
| 358 | 38,5 | 21,1 | 40,4 | 5,74 | 1,68 | 1,08 | 0,088 | 1,56 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.10

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 362 | 38,6 | 21,3 | 40,2 | 5,72 | 1,68 | 1,09 | 0,087 | 1,54 |
| 365 | 39,1 | 21,6 | 39,3 | 5,63 | 1,68 | 1,11 | 0,087 | 1,51 |
| 369 | 39,5 | 22,4 | 38,1 | 5,55 | 1,68 | 1,12 | 0,087 | 1,50 |
| 373 | 39,6 | 22,6 | 37,8 | 5,53 | 1,68 | 1,14 | 0,087 | 1,47 |
| 377 | 39,7 | 22,9 | 37,4 | 5,52 | 1,67 | 1,15 | 0,087 | 1,45 |
| 380 | 40,3 | 23,1 | 36,6 | 5,42 | 1,68 | 1,16 | 0,087 | 1,44 |
| 384 | 40,6 | 23,1 | 36,3 | 5,37 | 1,67 | 1,19 | 0,087 | 1,40 |
| 388 | 40,7 | 23,4 | 36,0 | 5,36 | 1,67 | 1,20 | 0,089 | 1,39 |
| 392 | 41,1 | 23,5 | 35,4 | 5,30 | 1,67 | 1,22 | 0,089 | 1,37 |
| 395 | 41,0 | 23,5 | 35,5 | 5,32 | 1,66 | 1,24 | 0,089 | 1,34 |
| 399 | 41,5 | 23,7 | 34,8 | 5,24 | 1,65 | 1,25 | 0,089 | 1,32 |
| 403 | 42,0 | 23,9 | 34,2 | 5,17 | 1,65 | 1,26 | 0,089 | 1,31 |
| 406 | 42,0 | 23,9 | 34,1 | 5,17 | 1,65 | 1,28 | 0,089 | 1,29 |
| 410 | 42,1 | 24,0 | 33,9 | 5,15 | 1,65 | 1,29 | 0,089 | 1,27 |
| 414 | 42,2 | 24,2 | 33,5 | 5,13 | 1,64 | 1,31 | 0,089 | 1,26 |
| 418 | 42,5 | 24,3 | 33,2 | 5,10 | 1,64 | 1,32 | 0,089 | 1,25 |
| 421 | 42,6 | 24,4 | 33,0 | 5,08 | 1,63 | 1,33 | 0,089 | 1,23 |
| 425 | 42,7 | 24,7 | 32,6 | 5,06 | 1,64 | 1,34 | 0,089 | 1,22 |
| 429 | 42,8 | 24,9 | 32,3 | 5,04 | 1,64 | 1,35 | 0,089 | 1,21 |
| 433 | 43,0 | 25,1 | 31,9 | 5,01 | 1,64 | 1,37 | 0,089 | 1,20 |
| 436 | 43,5 | 25,0 | 31,5 | 4,96 | 1,62 | 1,40 | 0,090 | 1,16 |
| 440 | 43,6 | 25,2 | 31,2 | 4,93 | 1,63 | 1,39 | 0,089 | 1,17 |
| 444 | 43,6 | 25,4 | 31,0 | 4,93 | 1,63 | 1,41 | 0,089 | 1,16 |
| 448 | 43,4 | 25,7 | 30,9 | 4,96 | 1,63 | 1,43 | 0,089 | 1,14 |
| 451 | 43,2 | 25,9 | 30,9 | 4,98 | 1,61 | 1,44 | 0,088 | 1,12 |
| 455 | 44,1 | 26,1 | 29,8 | 4,86 | 1,62 | 1,44 | 0,089 | 1,13 |
| 459 | 44,3 | 26,1 | 29,6 | 4,83 | 1,63 | 1,44 | 0,088 | 1,13 |
| 462 | 43,7 | 26,5 | 29,8 | 4,90 | 1,61 | 1,46 | 0,088 | 1,11 |
| 466 | 43,8 | 26,7 | 29,5 | 4,89 | 1,61 | 1,46 | 0,088 | 1,10 |
| 470 | 43,7 | 27,1 | 29,2 | 4,89 | 1,61 | 1,47 | 0,088 | 1,09 |
| 474 | 44,1 | 27,0 | 28,9 | 4,85 | 1,62 | 1,50 | 0,088 | 1,08 |
| 477 | 44,4 | 27,3 | 28,4 | 4,81 | 1,61 | 1,50 | 0,088 | 1,08 |
| 481 | 44,2 | 27,3 | 28,5 | 4,82 | 1,60 | 1,51 | 0,088 | 1,06 |
| 485 | 45,3 | 27,1 | 27,6 | 4,70 | 1,60 | 1,54 | 0,088 | 1,04 |
| 489 | 45,8 | 27,2 | 27,1 | 4,65 | 1,60 | 1,55 | 0,088 | 1,03 |
| 492 | 44,9 | 27,5 | 27,6 | 4,74 | 1,59 | 1,57 | 0,088 | 1,01 |
| 496 | 45,5 | 27,5 | 27,0 | 4,68 | 1,59 | 1,58 | 0,089 | 1,00 |
| 500 | 45,6 | 27,5 | 27,0 | 4,67 | 1,59 | 1,58 | 0,088 | 1,00 |
| 503 | 45,3 | 27,8 | 26,9 | 4,69 | 1,57 | 1,60 | 0,088 | 0,98 |
| 507 | 45,6 | 27,8 | 26,7 | 4,66 | 1,57 | 1,61 | 0,088 | 0,98 |
| 511 | 45,8 | 28,0 | 26,2 | 4,63 | 1,58 | 1,63 | 0,088 | 0,97 |
| 515 | 45,8 | 28,2 | 26,0 | 4,62 | 1,57 | 1,65 | 0,088 | 0,96 |
| 518 | 46,2 | 28,0 | 25,7 | 4,58 | 1,57 | 1,67 | 0,088 | 0,94 |
| 522 | 47,2 | 27,9 | 24,9 | 4,47 | 1,57 | 1,68 | 0,088 | 0,94 |
| 526 | 47,9 | 27,9 | 24,2 | 4,41 | 1,58 | 1,70 | 0,089 | 0,93 |
| 530 | 47,8 | 28,0 | 24,2 | 4,42 | 1,57 | 1,72 | 0,088 | 0,92 |
| 533 | 47,2 | 28,2 | 24,6 | 4,47 | 1,57 | 1,73 | 0,088 | 0,91 |
| 537 | 47,9 | 28,3 | 23,7 | 4,39 | 1,58 | 1,74 | 0,088 | 0,91 |
| 541 | 47,2 | 28,5 | 24,2 | 4,46 | 1,57 | 1,75 | 0,088 | 0,90 |
| 544 | 47,3 | 28,9 | 23,8 | 4,45 | 1,56 | 1,75 | 0,088 | 0,89 |
| 548 | 47,8 | 29,1 | 23,1 | 4,40 | 1,60 | 1,75 | 0,087 | 0,91 |
| 552 | 47,8 | 29,1 | 23,1 | 4,39 | 1,61 | 1,77 | 0,087 | 0,91 |
| 556 | 47,9 | 29,3 | 22,7 | 4,38 | 1,62 | 1,77 | 0,087 | 0,91 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.10

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 559 | 48,1 | 29,2 | 22,7 | 4,36 | 1,58 | 1,79 | 0,087 | 0,88 |
| 563 | 48,1 | 29,4 | 22,5 | 4,36 | 1,59 | 1,81 | 0,087 | 0,87 |
| 567 | 47,8 | 29,4 | 22,8 | 4,39 | 1,57 | 1,82 | 0,087 | 0,86 |
| 571 | 49,1 | 29,1 | 21,7 | 4,26 | 1,58 | 1,86 | 0,088 | 0,85 |
| 574 | 48,9 | 29,1 | 22,1 | 4,29 | 1,57 | 1,88 | 0,088 | 0,84 |
| 578 | 49,3 | 29,2 | 21,5 | 4,25 | 1,57 | 1,89 | 0,088 | 0,83 |
| 582 | 49,3 | 29,2 | 21,5 | 4,24 | 1,55 | 1,92 | 0,088 | 0,81 |
| 585 | 49,6 | 29,1 | 21,3 | 4,21 | 1,55 | 1,93 | 0,089 | 0,80 |
| 589 | 49,6 | 29,0 | 21,4 | 4,22 | 1,54 | 1,94 | 0,089 | 0,80 |
| 593 | 49,9 | 29,1 | 21,0 | 4,19 | 1,55 | 1,96 | 0,089 | 0,79 |
| 597 | 50,6 | 29,0 | 20,4 | 4,13 | 1,54 | 1,98 | 0,089 | 0,78 |
| 600 | 50,2 | 29,3 | 20,5 | 4,16 | 1,54 | 1,98 | 0,089 | 0,78 |
| 604 | 50,6 | 29,3 | 20,1 | 4,12 | 1,54 | 2,01 | 0,089 | 0,77 |
| 608 | 50,2 | 29,4 | 20,4 | 4,15 | 1,53 | 2,01 | 0,089 | 0,76 |
| 612 | 51,3 | 29,4 | 19,3 | 4,05 | 1,53 | 2,02 | 0,089 | 0,76 |
| 615 | 51,5 | 29,2 | 19,3 | 4,04 | 1,53 | 2,05 | 0,090 | 0,75 |
| 619 | 51,5 | 29,4 | 19,1 | 4,04 | 1,53 | 2,05 | 0,089 | 0,75 |
| 623 | 51,2 | 29,6 | 19,2 | 4,06 | 1,52 | 2,06 | 0,089 | 0,74 |
| 627 | 51,1 | 29,8 | 19,1 | 4,07 | 1,51 | 2,07 | 0,090 | 0,73 |
| 630 | 51,1 | 29,9 | 19,0 | 4,07 | 1,51 | 2,08 | 0,089 | 0,72 |
| 634 | 51,9 | 29,7 | 18,4 | 4,00 | 1,51 | 2,10 | 0,090 | 0,72 |
| 638 | 52,0 | 28,5 | 19,4 | 4,00 | 1,51 | 2,11 | 0,090 | 0,72 |
| 641 | 52,4 | 28,2 | 19,4 | 3,98 | 1,51 | 2,12 | 0,089 | 0,71 |
| 645 | 52,9 | 27,1 | 20,0 | 3,94 | 1,49 | 2,32 | 0,090 | 0,64 |
| 649 | 55,5 | 26,5 | 18,0 | 3,74 | 1,57 | 2,48 | 0,098 | 0,63 |
| 653 | 55,4 | 26,1 | 18,5 | 3,75 | 1,62 | 2,49 | 0,109 | 0,65 |
| 656 | 57,2 | 23,2 | 19,7 | 3,65 | 1,65 | 2,43 | 0,127 | 0,68 |
| 660 | 57,5 | 23,1 | 19,4 | 3,63 | 1,70 | 2,65 | 0,123 | 0,64 |
| 664 | 57,5 | 23,0 | 19,5 | 3,63 | 1,75 | 2,67 | 0,128 | 0,66 |
| 668 | 58,0 | 22,7 | 19,3 | 3,60 | 1,76 | 2,70 | 0,131 | 0,65 |
| 671 | 57,8 | 22,8 | 19,4 | 3,61 | 1,82 | 2,77 | 0,135 | 0,66 |
| 675 | 58,4 | 21,6 | 19,9 | 3,58 | 1,81 | 2,86 | 0,138 | 0,63 |
| 679 | 59,1 | 21,0 | 19,9 | 3,54 | 1,84 | 2,91 | 0,138 | 0,63 |
| 682 | 59,8 | 20,2 | 20,0 | 3,50 | 1,83 | 2,95 | 0,139 | 0,62 |
| 686 | 60,5 | 19,3 | 20,1 | 3,46 | 1,83 | 2,97 | 0,138 | 0,62 |
| 690 | 61,0 | 18,8 | 20,2 | 3,44 | 1,82 | 3,01 | 0,137 | 0,61 |
| 694 | 61,6 | 18,2 | 20,2 | 3,40 | 1,80 | 3,02 | 0,135 | 0,60 |
| 697 | 62,0 | 17,8 | 20,2 | 3,38 | 1,80 | 3,03 | 0,133 | 0,60 |
| 701 | 62,3 | 17,5 | 20,1 | 3,36 | 1,78 | 3,05 | 0,132 | 0,58 |
| 705 | 63,4 | 15,7 | 20,9 | 3,32 | 1,70 | 3,04 | 0,130 | 0,56 |
| 709 | 62,4 | 17,2 | 20,4 | 3,36 | 1,74 | 3,03 | 0,129 | 0,58 |
| 712 | 62,5 | 17,0 | 20,5 | 3,36 | 1,74 | 3,04 | 0,128 | 0,57 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.11.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 3. Pos. der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 5. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | 7,5 | – | 92,5 | 33,50 | – | – | – | – |
| 4 | 7,5 | – | 92,5 | 33,60 | – | – | – | – |
| 7 | 11,2 | – | 88,8 | 22,40 | 0,67 | – | – | – |
| 11 | 14,2 | – | 85,8 | 17,50 | 1,35 | – | – | – |
| 15 | 28,8 | – | 71,2 | 8,35 | 1,63 | – | – | – |
| 19 | 30,1 | 2,8 | 67,2 | 7,92 | 1,74 | – | – | – |
| 22 | 32,2 | 3,1 | 64,8 | 7,36 | 1,85 | 0,08 | 0,107 | 23,10 |
| 26 | 20,0 | 3,5 | 76,6 | 12,10 | 1,87 | 0,08 | 0,165 | 22,64 |
| 30 | 21,6 | 3,8 | 74,7 | 11,20 | 1,94 | 0,09 | 0,108 | 22,32 |
| 34 | 23,2 | 4,2 | 72,8 | 10,40 | 1,98 | 0,09 | 0,099 | 22,80 |
| 37 | 25,6 | 4,6 | 70,0 | 9,36 | 2,02 | 0,10 | 0,095 | 19,38 |
| 41 | 27,4 | 4,9 | 67,9 | 8,71 | 2,03 | 0,11 | 0,108 | 18,47 |
| 45 | 26,4 | 5,3 | 68,6 | 9,05 | 2,05 | 0,12 | 0,097 | 17,76 |
| 48 | 27,6 | 5,6 | 67,1 | 8,64 | 2,05 | 0,13 | 0,108 | 16,21 |
| 52 | 28,0 | 6,0 | 66,3 | 8,48 | 2,07 | 0,13 | 0,104 | 16,42 |
| 56 | 27,0 | 6,3 | 67,0 | 8,81 | 2,04 | 0,12 | 0,100 | 17,27 |
| 60 | 28,2 | 6,7 | 65,5 | 8,41 | 2,07 | 0,13 | 0,102 | 16,51 |
| 63 | 30,2 | 7,1 | 63,3 | 7,83 | 2,08 | 0,13 | 0,104 | 16,18 |
| 67 | 30,5 | 7,4 | 62,6 | 7,74 | 2,09 | 0,14 | 0,105 | 15,29 |
| 71 | 31,0 | 7,8 | 61,8 | 7,59 | 2,08 | 0,14 | 0,106 | 15,23 |
| 75 | 32,8 | 8,1 | 59,7 | 7,15 | 2,09 | 0,15 | 0,106 | 13,97 |
| 78 | 33,6 | 8,5 | 58,6 | 6,96 | 2,09 | 0,16 | 0,109 | 12,78 |
| 82 | 35,0 | 8,8 | 56,8 | 6,64 | 2,09 | 0,17 | 0,111 | 12,00 |
| 86 | 35,2 | 9,2 | 56,4 | 6,62 | 2,09 | 0,18 | 0,116 | 11,34 |
| 90 | 37,9 | 9,6 | 53,4 | 6,09 | 2,11 | 0,20 | 0,117 | 10,67 |
| 93 | 39,2 | 9,9 | 51,8 | 5,88 | 2,10 | 0,20 | 0,115 | 10,43 |
| 97 | 40,0 | 10,3 | 50,7 | 5,74 | 2,10 | 0,22 | 0,118 | 9,58 |
| 101 | 41,3 | 10,6 | 49,1 | 5,54 | 2,10 | 0,23 | 0,118 | 9,28 |
| 104 | 41,5 | 11,0 | 48,6 | 5,52 | 2,09 | 0,23 | 0,118 | 9,12 |
| 108 | 43,3 | 11,3 | 46,6 | 5,26 | 2,11 | 0,25 | 0,120 | 8,35 |
| 112 | 43,9 | 11,7 | 45,7 | 5,18 | 2,10 | 0,26 | 0,123 | 7,98 |
| 116 | 45,1 | 12,0 | 44,1 | 5,02 | 2,11 | 0,27 | 0,123 | 7,66 |
| 119 | 46,4 | 12,4 | 42,5 | 4,86 | 2,10 | 0,29 | 0,126 | 7,24 |
| 123 | 47,7 | 12,8 | 41,0 | 4,72 | 2,11 | 0,31 | 0,128 | 6,91 |
| 127 | 48,7 | 13,1 | 39,7 | 4,61 | 2,10 | 0,33 | 0,128 | 6,46 |
| 131 | 49,1 | 13,5 | 39,0 | 4,56 | 2,10 | 0,34 | 0,129 | 6,22 |
| 134 | 49,8 | 13,8 | 38,1 | 4,49 | 2,10 | 0,37 | 0,129 | 5,72 |
| 138 | 51,4 | 14,2 | 36,1 | 4,33 | 2,11 | 0,38 | 0,129 | 5,56 |
| 142 | 50,5 | 14,5 | 36,8 | 4,42 | 2,09 | 0,39 | 0,128 | 5,41 |
| 145 | 51,9 | 14,9 | 35,2 | 4,29 | 2,10 | 0,41 | 0,127 | 5,18 |
| 149 | 52,9 | 15,3 | 33,9 | 4,19 | 2,10 | 0,43 | 0,128 | 4,92 |
| 153 | 53,3 | 15,6 | 33,2 | 4,16 | 2,09 | 0,45 | 0,128 | 4,63 |
| 157 | 53,7 | 16,0 | 32,5 | 4,12 | 2,08 | 0,47 | 0,127 | 4,44 |
| 160 | 54,6 | 16,3 | 31,4 | 4,05 | 2,11 | 0,49 | 0,127 | 4,30 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.11

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 164 | 54,5 | 16,7 | 31,2 | 4,05 | 2,07 | 0,51 | 0,127 | 4,06 |
| 168 | 55,7 | 17,0 | 29,7 | 3,95 | 2,10 | 0,52 | 0,126 | 4,03 |
| 172 | 55,9 | 17,4 | 29,3 | 3,93 | 2,09 | 0,55 | 0,126 | 3,84 |
| 175 | 56,7 | 17,8 | 28,3 | 3,88 | 2,10 | 0,56 | 0,127 | 3,75 |
| 179 | 57,3 | 18,1 | 27,4 | 3,83 | 2,10 | 0,57 | 0,126 | 3,67 |
| 183 | 55,8 | 17,3 | 26,9 | 3,83 | 2,10 | 0,59 | 0,124 | 3,56 |
| 186 | 57,3 | 19,5 | 23,3 | 3,69 | 2,06 | 0,61 | 0,123 | 3,39 |
| 190 | 55,2 | 19,6 | 25,3 | 3,85 | 2,05 | 0,63 | 0,123 | 3,28 |
| 194 | 58,7 | 19,3 | 21,9 | 3,58 | 2,07 | 0,65 | 0,122 | 3,19 |
| 198 | 58,9 | 19,6 | 21,5 | 3,57 | 2,07 | 0,67 | 0,121 | 3,10 |
| 201 | 59,1 | 20,0 | 20,9 | 3,55 | 2,08 | 0,69 | 0,121 | 3,01 |
| 205 | 59,1 | 20,7 | 20,2 | 3,54 | 2,06 | 0,71 | 0,121 | 2,92 |
| 209 | 59,6 | 20,5 | 19,9 | 3,51 | 2,05 | 0,72 | 0,120 | 2,85 |
| 213 | 60,3 | 20,4 | 19,3 | 3,46 | 2,06 | 0,75 | 0,121 | 2,76 |
| 216 | 59,6 | 21,1 | 19,3 | 3,50 | 2,05 | 0,77 | 0,118 | 2,68 |
| 220 | 60,9 | 20,9 | 18,3 | 3,42 | 2,06 | 0,78 | 0,120 | 2,64 |
| 224 | 60,9 | 20,9 | 18,3 | 3,42 | 2,06 | 0,78 | 0,120 | 2,64 |
| 227 | 60,3 | 21,8 | 17,7 | 3,44 | 2,05 | 0,80 | 0,118 | 2,56 |
| 231 | 61,1 | 21,3 | 17,2 | 3,39 | 2,06 | 0,83 | 0,119 | 2,49 |
| 235 | 60,8 | 21,8 | 16,9 | 3,40 | 2,05 | 0,84 | 0,117 | 2,43 |
| 239 | 60,8 | 22,1 | 16,4 | 3,38 | 2,04 | 0,88 | 0,118 | 2,33 |
| 242 | 60,9 | 22,7 | 15,4 | 3,36 | 2,04 | 0,90 | 0,119 | 2,27 |
| 246 | 61,0 | 22,6 | 15,2 | 3,35 | 2,04 | 0,92 | 0,120 | 2,23 |
| 250 | 61,3 | 22,9 | 14,3 | 3,31 | 2,04 | 0,94 | 0,120 | 2,18 |
| 254 | 61,4 | 23,0 | 13,9 | 3,30 | 2,02 | 0,95 | 0,121 | 2,12 |
| 257 | 61,4 | 23,0 | 13,9 | 3,30 | 2,02 | 0,99 | 0,123 | 2,05 |
| 261 | 61,5 | 23,6 | 12,9 | 3,27 | 2,01 | 1,01 | 0,122 | 2,00 |
| 265 | 61,6 | 23,8 | 12,5 | 3,25 | 2,02 | 1,03 | 0,122 | 1,95 |
| 269 | 60,9 | 24,4 | 12,5 | 3,29 | 2,01 | 1,06 | 0,122 | 1,90 |
| 272 | 61,0 | 24,6 | 12,1 | 3,28 | 2,02 | 1,07 | 0,122 | 1,89 |
| 276 | 61,8 | 24,3 | 11,3 | 3,22 | 2,02 | 1,09 | 0,121 | 1,87 |
| 280 | 62,1 | 24,7 | 10,3 | 3,18 | 2,01 | 1,11 | 0,121 | 1,82 |
| 283 | 62,4 | 24,3 | 10,3 | 3,16 | 2,03 | 1,13 | 0,121 | 1,79 |
| 287 | 60,8 | 26,3 | 9,6 | 3,23 | 1,97 | 1,13 | 0,121 | 1,74 |
| 291 | 60,9 | 26,4 | 9,2 | 3,21 | 1,97 | 1,16 | 0,121 | 1,70 |
| 295 | 61,3 | 26,2 | 9,0 | 3,19 | 1,99 | 1,19 | 0,121 | 1,68 |
| 298 | 60,8 | 26,7 | 9,1 | 3,22 | 1,97 | 1,19 | 0,120 | 1,66 |
| 302 | 61,4 | 26,2 | 8,9 | 3,18 | 1,98 | 1,23 | 0,121 | 1,61 |
| 306 | 61,2 | 26,9 | 8,0 | 3,17 | 1,96 | 1,24 | 0,120 | 1,58 |
| 310 | 61,6 | 26,6 | 8,0 | 3,15 | 1,97 | 1,27 | 0,119 | 1,55 |
| 313 | 61,1 | 27,5 | 7,3 | 3,16 | 1,95 | 1,28 | 0,120 | 1,52 |
| 317 | 61,6 | 27,0 | 7,2 | 3,14 | 1,95 | 1,30 | 0,119 | 1,50 |
| 321 | 61,8 | 26,9 | 7,0 | 3,12 | 1,95 | 1,33 | 0,120 | 1,47 |
| 324 | 61,6 | 27,6 | 6,4 | 3,12 | 1,93 | 1,35 | 0,119 | 1,43 |
| 328 | 61,8 | 27,5 | 6,2 | 3,10 | 1,95 | 1,37 | 0,119 | 1,42 |
| 332 | 61,8 | 27,4 | 6,2 | 3,10 | 1,95 | 1,39 | 0,119 | 1,40 |
| 336 | 61,8 | 27,6 | 6,1 | 3,10 | 1,94 | 1,39 | 0,119 | 1,40 |
| 339 | 61,6 | 28,0 | 5,7 | 3,10 | 1,91 | 1,43 | 0,119 | 1,34 |
| 343 | 61,8 | 27,9 | 5,6 | 3,09 | 1,93 | 1,45 | 0,120 | 1,33 |
| 347 | 61,9 | 27,9 | 5,3 | 3,08 | 1,92 | 1,48 | 0,119 | 1,30 |
| 351 | 62,0 | 27,8 | 5,3 | 3,07 | 1,93 | 1,48 | 0,120 | 1,30 |
| 354 | 61,5 | 28,5 | 5,1 | 3,09 | 1,92 | 1,50 | 0,120 | 1,28 |
| 358 | 61,0 | 29,0 | 5,0 | 3,11 | 1,91 | 1,52 | 0,119 | 1,26 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.11

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 362 | 61,7 | 28,4 | 4,9 | 3,08 | 1,93 | 1,53 | 0,118 | 1,26 |
| 365 | 62,0 | 28,2 | 4,7 | 3,06 | 1,93 | 1,55 | 0,120 | 1,24 |
| 369 | 60,9 | 29,6 | 4,2 | 3,10 | 1,90 | 1,56 | 0,118 | 1,22 |
| 373 | 61,1 | 29,3 | 4,3 | 3,09 | 1,91 | 1,57 | 0,118 | 1,22 |
| 377 | 62,3 | 28,4 | 4,0 | 3,03 | 1,94 | 1,57 | 0,118 | 1,24 |
| 380 | 61,1 | 29,5 | 3,9 | 3,08 | 1,91 | 1,56 | 0,119 | 1,23 |
| 384 | 62,1 | 28,9 | 3,4 | 3,03 | 1,94 | 1,55 | 0,120 | 1,26 |
| 388 | 62,0 | 29,1 | 3,3 | 3,03 | 1,93 | 1,55 | 0,120 | 1,24 |
| 392 | 61,6 | 29,6 | 3,1 | 3,04 | 1,93 | 1,56 | 0,120 | 1,24 |
| 395 | 61,4 | 29,8 | 3,1 | 3,05 | 1,94 | 1,59 | 0,120 | 1,22 |
| 399 | 61,7 | 29,6 | 2,9 | 3,03 | 1,94 | 1,58 | 0,120 | 1,23 |
| 403 | 61,4 | 30,0 | 2,6 | 3,04 | 1,93 | 1,59 | 0,119 | 1,21 |
| 406 | 60,8 | 30,7 | 2,6 | 3,07 | 1,92 | 1,59 | 0,120 | 1,21 |
| 410 | 60,9 | 30,7 | 2,4 | 3,06 | 1,93 | 1,60 | 0,120 | 1,21 |
| 414 | 60,5 | 31,2 | 2,3 | 3,08 | 1,91 | 1,62 | 0,120 | 1,18 |
| 418 | 60,1 | 31,5 | 2,4 | 3,10 | 1,90 | 1,64 | 0,120 | 1,16 |
| 421 | 61,1 | 30,8 | 2,0 | 3,04 | 1,91 | 1,64 | 0,120 | 1,16 |
| 425 | 60,5 | 31,3 | 2,1 | 3,07 | 1,90 | 1,68 | 0,120 | 1,14 |
| 429 | 59,8 | 31,9 | 2,0 | 3,10 | 1,89 | 1,69 | 0,120 | 1,12 |
| 433 | 60,6 | 31,6 | 1,3 | 3,05 | 1,90 | 1,69 | 0,120 | 1,12 |
| 436 | 60,0 | 31,9 | 2,0 | 3,09 | 1,88 | 1,70 | 0,120 | 1,11 |
| 440 | 60,9 | 31,2 | 1,6 | 3,04 | 1,89 | 1,74 | 0,120 | 1,09 |
| 444 | 61,2 | 31,2 | 1,2 | 3,02 | 1,88 | 1,76 | 0,120 | 1,07 |
| 448 | 61,0 | 31,2 | 1,4 | 3,03 | 1,88 | 1,78 | 0,119 | 1,05 |
| 451 | 60,6 | 31,8 | 1,1 | 3,04 | 1,87 | 1,81 | 0,120 | 1,03 |
| 455 | 60,9 | 31,4 | 1,2 | 3,03 | 1,88 | 1,83 | 0,120 | 1,03 |
| 459 | 60,6 | 31,6 | 1,4 | 3,05 | 1,88 | 1,85 | 0,119 | 1,02 |
| 462 | 60,4 | 31,9 | 1,3 | 3,06 | 1,87 | 1,86 | 0,119 | 1,01 |
| 466 | 60,6 | 32,0 | 0,8 | 3,03 | 1,85 | 1,88 | 0,120 | 0,99 |
| 470 | 61,1 | 31,6 | 0,7 | 3,01 | 1,86 | 1,91 | 0,119 | 0,98 |
| 474 | 60,9 | 31,6 | 1,0 | 3,03 | 1,87 | 1,93 | 0,118 | 0,97 |
| 477 | 60,9 | 31,8 | 0,5 | 3,01 | 1,86 | 1,92 | 0,118 | 0,97 |
| 481 | 60,8 | 31,7 | 0,9 | 3,03 | 1,87 | 1,93 | 0,119 | 0,97 |
| 485 | 60,3 | 32,1 | 1,1 | 3,06 | 1,85 | 1,92 | 0,121 | 0,97 |
| 489 | 60,5 | 32,3 | 0,4 | 3,03 | 1,84 | 1,90 | 0,121 | 0,97 |
| 492 | 59,9 | 32,9 | 0,3 | 3,06 | 1,84 | 1,91 | 0,120 | 0,96 |
| 496 | 60,7 | 31,7 | 1,1 | 3,04 | 1,85 | 1,93 | 0,120 | 0,96 |
| 500 | 60,6 | 32,0 | 0,7 | 3,03 | 1,86 | 1,96 | 0,120 | 0,95 |
| 503 | 60,4 | 32,4 | 0,4 | 3,03 | 1,85 | 1,96 | 0,121 | 0,94 |
| 507 | 60,9 | 31,8 | 0,6 | 3,02 | 1,85 | 1,98 | 0,120 | 0,94 |
| 511 | 61,1 | 31,7 | 0,4 | 3,00 | 1,86 | 2,00 | 0,121 | 0,93 |
| 515 | 60,9 | 32,1 | 0,1 | 3,01 | 1,84 | 2,00 | 0,120 | 0,92 |
| 518 | 60,4 | 32,5 | 0,2 | 3,03 | 1,83 | 2,01 | 0,120 | 0,91 |
| 522 | 60,9 | 31,6 | 0,9 | 3,02 | 1,85 | 2,03 | 0,120 | 0,91 |
| 526 | 61,0 | 31,7 | 0,5 | 3,01 | 1,84 | 2,03 | 0,120 | 0,90 |
| 530 | 61,4 | 31,5 | 0,3 | 2,99 | 1,85 | 2,05 | 0,120 | 0,90 |
| 533 | 61,2 | 31,3 | 1,1 | 3,02 | 1,85 | 2,08 | 0,119 | 0,89 |
| 537 | 61,1 | 31,6 | 0,6 | 3,01 | 1,84 | 2,08 | 0,120 | 0,88 |
| 541 | 60,6 | 32,1 | 0,5 | 3,03 | 1,82 | 2,12 | 0,120 | 0,86 |
| 544 | 60,2 | 32,6 | 0,3 | 3,04 | 1,80 | 2,15 | 0,119 | 0,84 |
| 548 | 61,1 | 32,0 | 0,0 | 3,00 | 1,80 | 2,18 | 0,119 | 0,83 |
| 552 | 61,1 | 31,7 | 0,5 | 3,01 | 1,82 | 2,20 | 0,119 | 0,83 |
| 556 | 61,6 | 31,4 | 0,2 | 2,98 | 1,82 | 2,22 | 0,119 | 0,82 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.11

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 559 | 61,5 | 31,3 | 0,4 | 2,98 | 1,84 | 2,22 | 0,119 | 0,83 |
| 563 | 61,1 | 31,8 | 0,2 | 3,00 | 1,82 | 2,22 | 0,119 | 0,82 |
| 567 | 61,1 | 31,9 | 0,1 | 3,06 | 0,10 | 0,14 | 0,118 | 0,72 |
| 571 | 61,1 | 31,8 | 0,3 | 3,00 | 1,81 | 2,18 | 0,120 | 0,83 |
| 574 | 60,9 | 32,0 | 0,3 | 3,00 | 1,82 | 2,21 | 0,120 | 0,82 |
| 578 | 61,2 | 31,8 | 0,2 | 3,01 | 1,81 | 2,20 | 0,120 | 0,83 |
| 582 | 61,4 | 31,5 | 0,3 | 3,00 | 1,82 | 2,19 | 0,121 | 0,83 |
| 585 | 60,6 | 32,3 | 0,3 | 2,99 | 1,82 | 2,17 | 0,121 | 0,84 |
| 589 | 61,1 | 31,9 | 0,1 | 3,03 | 1,80 | 2,17 | 0,121 | 0,83 |
| 593 | 60,6 | 32,4 | 0,2 | 3,00 | 1,81 | 2,17 | 0,121 | 0,83 |
| 597 | 60,8 | 32,1 | 0,3 | 3,02 | 1,81 | 2,19 | 0,121 | 0,83 |
| 600 | 60,9 | 32,0 | 0,3 | 3,02 | 1,81 | 2,19 | 0,121 | 0,83 |
| 604 | 59,6 | 33,0 | 0,6 | 3,01 | 1,81 | 2,20 | 0,120 | 0,82 |
| 608 | 60,7 | 32,3 | 0,1 | 3,08 | 1,79 | 2,19 | 0,121 | 0,81 |
| 612 | 61,1 | 31,9 | 0,1 | 3,02 | 1,80 | 2,20 | 0,121 | 0,82 |
| 615 | 60,9 | 32,0 | 0,3 | 3,00 | 1,79 | 2,21 | 0,121 | 0,81 |
| 619 | 60,8 | 32,2 | 0,1 | 3,01 | 1,80 | 2,23 | 0,120 | 0,81 |
| 623 | 60,3 | 32,7 | 0,2 | 3,01 | 1,80 | 2,23 | 0,121 | 0,81 |
| 627 | 60,4 | 32,5 | 0,3 | 3,04 | 1,78 | 2,25 | 0,121 | 0,79 |
| 630 | 59,5 | 33,3 | 0,4 | 3,04 | 1,78 | 2,27 | 0,121 | 0,79 |
| 634 | 60,6 | 32,4 | 0,1 | 3,08 | 1,76 | 2,27 | 0,121 | 0,78 |
| 638 | 57,9 | 35,0 | 0,0 | 3,02 | 1,78 | 2,30 | 0,121 | 0,78 |
| 641 | 61,7 | 31,0 | 0,7 | 3,15 | 1,59 | 2,13 | 0,123 | 0,75 |
| 645 | 61,4 | 30,4 | 2,0 | 2,98 | 1,81 | 1,90 | 0,116 | 0,95 |
| 649 | 62,7 | 28,1 | 3,9 | 3,03 | 1,96 | 1,80 | 0,109 | 1,09 |
| 653 | 62,0 | 27,5 | 5,9 | 3,01 | 2,07 | 1,74 | 0,103 | 1,19 |
| 656 | 61,4 | 27,0 | 7,5 | 3,09 | 2,11 | 1,67 | 0,106 | 1,26 |
| 660 | 60,3 | 27,2 | 9,0 | 3,15 | 2,12 | 1,58 | 0,102 | 1,34 |
| 664 | 61,4 | 25,8 | 9,6 | 3,24 | 2,14 | 1,53 | 0,098 | 1,40 |
| 668 | 61,2 | 24,8 | 11,5 | 3,20 | 2,16 | 1,50 | 0,099 | 1,44 |
| 671 | 61,1 | 23,8 | 13,3 | 3,25 | 2,16 | 1,50 | 0,100 | 1,45 |
| 675 | 61,5 | 22,2 | 15,1 | 3,30 | 2,18 | 1,50 | 0,102 | 1,46 |
| 679 | 61,7 | 21,6 | 15,8 | 3,32 | 2,18 | 1,48 | 0,102 | 1,47 |
| 682 | 61,2 | 21,0 | 17,5 | 3,33 | 2,05 | 1,47 | 0,102 | 1,39 |
| 686 | 58,8 | 21,5 | 20,4 | 3,39 | 1,95 | 1,48 | 0,102 | 1,32 |
| 690 | 59,2 | 20,7 | 21,0 | 3,59 | 1,82 | 1,47 | 0,101 | 1,24 |
| 694 | 58,5 | 20,2 | 23,0 | 3,58 | 1,81 | 1,47 | 0,101 | 1,23 |
| 697 | 58,0 | 19,8 | 24,4 | 3,67 | 1,88 | 1,45 | 0,101 | 1,29 |
| 701 | 56,9 | 19,7 | 26,2 | 3,73 | 1,87 | 1,44 | 0,102 | 1,29 |
| 705 | 57,7 | 18,6 | 26,8 | 3,84 | 1,84 | 1,45 | 0,102 | 1,27 |
| 709 | 56,6 | 19,0 | 27,9 | 3,81 | 1,83 | 1,46 | 0,103 | 1,25 |
| 712 | 34,5 | 21,9 | 43,6 | 3,90 | 1,82 | 1,46 | 0,103 | 1,24 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.12.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 1. Pos. der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 2. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | - | 0 | - | - | 0,20 | - | - | - |
| 4 | - | 0 | - | - | 0,35 | - | - | - |
| 7 | - | 0 | - | - | 1,30 | - | - | - |
| 11 | - | 0 | - | - | 2,73 | - | - | - |
| 15 | - | 0 | - | - | 3,08 | - | - | - |
| 18 | - | 0 | - | - | 3,32 | - | - | - |
| 22 | - | 0 | - | - | 3,45 | - | - | - |
| 26 | - | 0 | - | - | 3,58 | - | - | - |
| 29 | - | 0 | - | - | 3,67 | - | - | - |
| 33 | - | 0 | - | - | 3,71 | - | - | - |
| 37 | - | 0 | - | - | 3,72 | - | - | - |
| 40 | - | 0 | - | - | 3,75 | - | - | - |
| 44 | - | 0 | - | - | 3,76 | - | - | - |
| 48 | - | 0 | - | - | 3,80 | - | - | - |
| 51 | - | 0 | - | - | 3,79 | - | - | - |
| 55 | - | 0 | - | - | 3,79 | - | - | - |
| 59 | - | 0 | - | - | 3,80 | - | - | - |
| 62 | - | 0 | - | - | 3,80 | - | - | - |
| 66 | 76,9 | 0 | 23,1 | 2,77 | 3,80 | 0,13 | 0,128 | 28,7 |
| 70 | 83,4 | 0 | 16,6 | 2,51 | 3,84 | 0,14 | 0,126 | 27,4 |
| 73 | 84,6 | 0 | 15,4 | 2,47 | 3,83 | 0,15 | 0,122 | 25,3 |
| 77 | 86,6 | 0 | 13,4 | 2,40 | 3,84 | 0,14 | 0,126 | 26,6 |
| 81 | 89,1 | 0 | 10,9 | 2,31 | 3,87 | 0,16 | 0,126 | 23,6 |
| 84 | 90,6 | 0 | 9,45 | 2,27 | 3,88 | 0,18 | 0,121 | 21,9 |
| 88 | 92,5 | 0 | 7,49 | 2,21 | 3,89 | 0,19 | 0,119 | 20,4 |
| 92 | 94,3 | 0 | 5,66 | 2,15 | 3,91 | 0,20 | 0,121 | 20,0 |
| 95 | 95,0 | 0 | 4,95 | 2,13 | 3,86 | 0,22 | 0,122 | 17,3 |
| 99 | 95,5 | 0 | 4,49 | 2,12 | 3,86 | 0,24 | 0,122 | 16,3 |
| 103 | 97,4 | 0 | 2,58 | 2,07 | 3,87 | 0,24 | 0,122 | 16,1 |
| 106 | 99,6 | 0 | 0,42 | 2,01 | 3,84 | 0,25 | 0,122 | 15,4 |
| 110 | 99,5 | 0 | 0,54 | 2,01 | 3,87 | 0,26 | 0,122 | 15,0 |
| 114 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,87 | 0,28 | 0,124 | 14,0 |
| 117 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,87 | 0,28 | 0,121 | 13,7 |
| 121 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,89 | 0,30 | 0,119 | 13,1 |
| 125 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,94 | 0,32 | 0,122 | 12,4 |
| 128 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,92 | 0,31 | 0,119 | 12,8 |
| 132 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,92 | 0,35 | 0,119 | 11,2 |
| 136 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,94 | 0,34 | 0,121 | 11,7 |
| 139 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,93 | 0,35 | 0,127 | 11,1 |
| 143 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,96 | 0,34 | 0,122 | 11,6 |
| 147 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,97 | 0,36 | 0,121 | 11,0 |
| 150 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,99 | 0,37 | 0,122 | 10,9 |
| 154 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,99 | 0,39 | 0,126 | 10,2 |
| 158 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,02 | 0,40 | 0,124 | 10,1 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.12

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-----|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 161 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,02 | 0,40 | 0,126 | 10,1 |
| 165 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,03 | 0,42 | 0,123 | 9,70 |
| 169 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,03 | 0,42 | 0,123 | 9,70 |
| 172 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,07 | 0,41 | 0,130 | 9,83 |
| 176 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,07 | 0,42 | 0,130 | 9,58 |
| 180 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,07 | 0,43 | 0,127 | 9,39 |
| 183 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,09 | 0,43 | 0,127 | 9,43 |
| 187 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,09 | 0,45 | 0,128 | 9,12 |
| 191 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,09 | 0,48 | 0,124 | 8,47 |
| 194 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,10 | 0,47 | 0,133 | 8,72 |
| 198 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,14 | 0,47 | 0,130 | 8,80 |
| 202 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,12 | 0,48 | 0,131 | 8,51 |
| 205 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,11 | 0,48 | 0,131 | 8,53 |
| 209 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,12 | 0,49 | 0,133 | 8,35 |
| 213 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,12 | 0,50 | 0,134 | 8,18 |
| 216 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,13 | 0,49 | 0,129 | 8,36 |
| 220 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,14 | 0,50 | 0,131 | 8,25 |
| 224 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,15 | 0,52 | 0,134 | 7,93 |
| 227 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,14 | 0,53 | 0,133 | 7,79 |
| 231 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,13 | 0,56 | 0,133 | 7,43 |
| 235 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 0,56 | 0,134 | 7,43 |
| 238 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,60 | 0,133 | 6,99 |
| 242 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,60 | 0,133 | 6,92 |
| 246 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,60 | 0,136 | 7,04 |
| 249 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,61 | 0,141 | 6,81 |
| 253 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 0,61 | 0,137 | 6,89 |
| 257 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 0,61 | 0,135 | 6,84 |
| 260 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,61 | 0,136 | 6,83 |
| 264 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,16 | 0,62 | 0,134 | 6,73 |
| 268 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,16 | 0,64 | 0,136 | 6,51 |
| 271 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,66 | 0,136 | 6,39 |
| 275 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,68 | 0,135 | 6,21 |
| 279 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 0,68 | 0,138 | 6,15 |
| 282 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,66 | 0,138 | 6,33 |
| 286 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 0,69 | 0,141 | 6,13 |
| 290 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,37 | 0,71 | 0,145 | 6,16 |
| 293 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,71 | 0,144 | 5,92 |
| 297 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,72 | 0,136 | 5,80 |
| 301 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,75 | 0,149 | 5,63 |
| 304 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,75 | 0,143 | 5,57 |
| 308 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,75 | 0,142 | 5,57 |
| 312 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,77 | 0,140 | 5,42 |
| 315 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 0,80 | 0,143 | 5,28 |
| 319 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 0,82 | 0,141 | 5,15 |
| 323 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,82 | 0,140 | 5,07 |
| 326 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,84 | 0,142 | 5,01 |
| 330 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,84 | 0,142 | 4,99 |
| 334 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 0,87 | 0,142 | 4,84 |
| 337 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 0,88 | 0,142 | 4,76 |
| 341 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 0,89 | 0,140 | 4,72 |
| 345 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 0,89 | 0,145 | 4,73 |
| 348 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 0,89 | 0,145 | 4,72 |
| 352 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 0,90 | 0,145 | 4,68 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.12

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-----|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 356 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,09 | 0,90 | 0,141 | 4,53 |
| 359 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,16 | 0,91 | 0,141 | 4,56 |
| 363 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,91 | 0,143 | 4,58 |
| 367 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,94 | 0,142 | 4,45 |
| 370 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,93 | 0,144 | 4,52 |
| 374 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,95 | 0,142 | 4,40 |
| 378 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 0,96 | 0,142 | 4,36 |
| 381 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,97 | 0,142 | 4,32 |
| 385 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 0,99 | 0,142 | 4,25 |
| 389 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 0,99 | 0,143 | 4,22 |
| 392 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 1,02 | 0,142 | 4,10 |
| 396 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 1,02 | 0,142 | 4,08 |
| 400 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,03 | 0,143 | 4,08 |
| 403 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,04 | 0,143 | 4,06 |
| 407 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 1,03 | 0,144 | 4,09 |
| 411 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,14 | 1,02 | 0,143 | 4,08 |
| 414 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 1,05 | 0,142 | 3,98 |
| 418 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 1,05 | 0,143 | 4,00 |
| 422 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,16 | 1,07 | 0,143 | 3,91 |
| 425 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 1,07 | 0,142 | 3,91 |
| 429 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 1,09 | 0,143 | 3,82 |
| 433 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 1,11 | 0,142 | 3,76 |
| 436 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,17 | 1,11 | 0,141 | 3,75 |
| 440 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 1,12 | 0,142 | 3,78 |
| 444 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,23 | 1,13 | 0,142 | 3,76 |
| 447 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 1,13 | 0,144 | 3,74 |
| 451 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,13 | 0,143 | 3,74 |
| 455 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 1,14 | 0,141 | 3,68 |
| 458 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 1,16 | 0,141 | 3,65 |
| 462 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 1,16 | 0,142 | 3,63 |
| 466 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 1,18 | 0,141 | 3,57 |
| 469 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,18 | 0,142 | 3,56 |
| 473 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,18 | 0,142 | 3,54 |
| 477 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 1,22 | 0,142 | 3,46 |
| 480 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,27 | 1,23 | 0,141 | 3,46 |
| 484 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,27 | 1,25 | 0,141 | 3,41 |
| 488 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,26 | 1,25 | 0,143 | 3,39 |
| 491 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,27 | 1,26 | 0,142 | 3,39 |
| 495 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,27 | 1,29 | 0,142 | 3,31 |
| 499 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,24 | 1,31 | 0,141 | 3,23 |
| 502 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,22 | 1,33 | 0,140 | 3,18 |
| 506 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,25 | 1,35 | 0,140 | 3,15 |
| 510 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,24 | 1,35 | 0,141 | 3,14 |
| 513 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,23 | 1,41 | 0,138 | 3,01 |
| 517 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,23 | 1,40 | 0,141 | 3,01 |
| 521 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,41 | 0,142 | 2,99 |
| 524 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,41 | 0,144 | 3,00 |
| 528 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,43 | 0,145 | 2,95 |
| 532 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,44 | 0,145 | 2,91 |
| 535 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 1,46 | 0,147 | 2,88 |
| 539 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,47 | 0,148 | 2,84 |
| 543 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,49 | 0,147 | 2,81 |
| 546 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,49 | 0,149 | 2,82 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.12

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-----|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 550 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,50 | 0,150 | 2,80 |
| 554 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,50 | 0,150 | 2,80 |
| 557 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,49 | 0,151 | 2,81 |
| 561 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,49 | 0,152 | 2,82 |
| 565 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,21 | 1,49 | 0,152 | 2,82 |
| 568 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 1,48 | 0,155 | 2,84 |
| 572 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,20 | 1,50 | 0,155 | 2,80 |
| 576 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,50 | 0,157 | 2,80 |
| 579 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,50 | 0,157 | 2,80 |
| 583 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,88 | 1,51 | 0,157 | 2,56 |
| 587 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 1,53 | 0,156 | 2,74 |
| 590 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,14 | 1,54 | 0,157 | 2,69 |
| 594 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,18 | 1,53 | 0,158 | 2,73 |
| 598 | 100 | 0 | 0 | 2 | 4,19 | 1,57 | 0,158 | 2,67 |
| 601 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,76 | 1,20 | 0,174 | 3,12 |
| 605 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,78 | 1,67 | 0,145 | 2,26 |
| 609 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,78 | 2,06 | 0,128 | 1,83 |
| 612 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,76 | 2,39 | 0,140 | 1,58 |
| 616 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,26 | 2,70 | 0,143 | 1,21 |
| 620 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,24 | 2,80 | 0,141 | 1,16 |
| 623 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,22 | 2,86 | 0,138 | 1,13 |
| 627 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,30 | 2,89 | 0,135 | 1,14 |
| 631 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,41 | 2,91 | 0,133 | 1,17 |
| 634 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,35 | 2,87 | 0,133 | 1,17 |
| 638 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,32 | 2,80 | 0,131 | 1,19 |
| 642 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,35 | 2,73 | 0,130 | 1,23 |
| 645 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,35 | 2,68 | 0,129 | 1,25 |
| 649 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,40 | 2,62 | 0,128 | 1,29 |
| 653 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,37 | 2,68 | 0,116 | 1,26 |
| 656 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,36 | 2,72 | 0,112 | 1,24 |
| 660 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,31 | 2,78 | 0,108 | 1,19 |
| 664 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,34 | 2,84 | 0,106 | 1,17 |
| 667 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,32 | 2,88 | 0,105 | 1,15 |
| 671 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,33 | 2,91 | 0,101 | 1,14 |
| 675 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,34 | 2,97 | 0,100 | 1,13 |
| 678 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,33 | 3,01 | 0,101 | 1,10 |
| 682 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,35 | 3,06 | 0,100 | 1,10 |
| 686 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,37 | 3,07 | 0,098 | 1,10 |
| 689 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,41 | 3,05 | 0,099 | 1,12 |
| 693 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,41 | 3,03 | 0,099 | 1,13 |
| 697 | 100 | 0 | 0 | 2 | 3,49 | 3,02 | 0,099 | 1,16 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.13.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 2. Pos. der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 2. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | - | - | - | 0,37 | - | - | - |
| 4 | - | - | - | 0,65 | - | - | - |
| 7 | - | - | - | 1,80 | - | - | - |
| 11 | - | - | - | 2,51 | - | - | - |
| 15 | - | - | - | 2,75 | - | - | - |
| 18 | - | - | - | 3,01 | - | - | - |
| 22 | - | - | - | 3,16 | - | - | - |
| 26 | - | - | - | 3,24 | - | - | - |
| 29 | - | - | - | 3,37 | - | - | - |
| 33 | - | - | - | 3,39 | - | - | - |
| 37 | 30,3 | 69,7 | 7,90 | 3,63 | 0,11 | 0,112 | 33,9 |
| 40 | 32,9 | 67,1 | 7,23 | 3,67 | 0,12 | 0,108 | 30,4 |
| 44 | 34,0 | 66,0 | 6,98 | 3,76 | 0,12 | 0,106 | 30,3 |
| 48 | 35,4 | 64,6 | 6,69 | 3,80 | 0,14 | 0,109 | 26,6 |
| 51 | 38,5 | 61,5 | 6,1 | 3,83 | 0,16 | 0,108 | 24,5 |
| 55 | 40,6 | 59,4 | 5,76 | 3,79 | 0,17 | 0,109 | 21,8 |
| 59 | 40,8 | 59,2 | 5,72 | 3,80 | 0,18 | 0,109 | 21,1 |
| 62 | 44,9 | 55,1 | 5,15 | 3,85 | 0,20 | 0,110 | 19,2 |
| 66 | 46,8 | 53,2 | 4,92 | 3,84 | 0,22 | 0,113 | 17,1 |
| 70 | 51,3 | 48,7 | 4,44 | 3,86 | 0,24 | 0,112 | 16,0 |
| 73 | 52,6 | 47,4 | 4,31 | 3,86 | 0,27 | 0,109 | 14,6 |
| 77 | 52,9 | 47,1 | 4,28 | 3,88 | 0,27 | 0,109 | 14,4 |
| 81 | 56,0 | 44,0 | 4,01 | 3,89 | 0,30 | 0,109 | 13,0 |
| 84 | 56,9 | 43,1 | 3,95 | 3,90 | 0,31 | 0,108 | 12,6 |
| 88 | 57,9 | 42,1 | 3,87 | 3,92 | 0,33 | 0,109 | 11,8 |
| 92 | 62,2 | 37,8 | 3,56 | 3,94 | 0,36 | 0,109 | 11,0 |
| 95 | 63,8 | 36,2 | 3,46 | 3,95 | 0,38 | 0,110 | 10,5 |
| 99 | 68,6 | 31,4 | 3,18 | 3,93 | 0,40 | 0,114 | 9,71 |
| 103 | 68,8 | 31,2 | 3,16 | 3,97 | 0,42 | 0,113 | 9,38 |
| 106 | 69,6 | 30,4 | 3,12 | 3,95 | 0,44 | 0,112 | 8,98 |
| 110 | 72,3 | 27,7 | 2,98 | 3,99 | 0,46 | 0,113 | 8,64 |
| 114 | 73,4 | 26,6 | 2,93 | 4,01 | 0,50 | 0,112 | 7,95 |
| 117 | 74,3 | 25,7 | 2,89 | 4,00 | 0,52 | 0,112 | 7,70 |
| 121 | 77,3 | 22,7 | 2,75 | 4,02 | 0,53 | 0,112 | 7,59 |
| 125 | 78,3 | 21,7 | 2,71 | 4,03 | 0,57 | 0,108 | 7,08 |
| 128 | 80,5 | 19,5 | 2,62 | 4,03 | 0,57 | 0,113 | 7,08 |
| 132 | 81,8 | 18,2 | 2,57 | 4,04 | 0,59 | 0,113 | 6,90 |
| 136 | 83,2 | 16,8 | 2,52 | 4,05 | 0,61 | 0,113 | 6,64 |
| 139 | 81,6 | 18,4 | 2,58 | 4,04 | 0,64 | 0,114 | 6,29 |
| 143 | 85,2 | 14,8 | 2,45 | 4,09 | 0,64 | 0,114 | 6,37 |
| 147 | 87,0 | 13,0 | 2,38 | 4,10 | 0,67 | 0,114 | 6,12 |
| 150 | 87,5 | 12,5 | 2,37 | 4,11 | 0,70 | 0,113 | 5,92 |
| 154 | 86,1 | 13,9 | 2,42 | 4,13 | 0,73 | 0,113 | 5,64 |
| 158 | 87,5 | 12,5 | 2,37 | 4,16 | 0,75 | 0,112 | 5,57 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.13

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 161 | 85,8 | 14,2 | 2,43 | 4,13 | 0,78 | 0,110 | 5,32 |
| 165 | 85,5 | 14,5 | 2,43 | 4,14 | 0,81 | 0,110 | 5,10 |
| 169 | 97,8 | 2,24 | 2,06 | 4,14 | 0,82 | 0,110 | 5,02 |
| 172 | 98,4 | 1,60 | 2,04 | 4,15 | 0,85 | 0,112 | 4,87 |
| 176 | 98,6 | 1,44 | 2,04 | 4,16 | 0,88 | 0,112 | 4,73 |
| 180 | 98,8 | 1,15 | 2,03 | 4,17 | 0,89 | 0,110 | 4,66 |
| 183 | 99,9 | 0 | 2 | 4,15 | 0,90 | 0,110 | 4,59 |
| 187 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 0,94 | 0,112 | 4,42 |
| 191 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 0,95 | 0,110 | 4,35 |
| 194 | 100 | 0 | 2 | 4,18 | 0,97 | 0,112 | 4,30 |
| 198 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,00 | 0,112 | 4,17 |
| 202 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,01 | 0,112 | 4,09 |
| 205 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,04 | 0,112 | 4,00 |
| 209 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,05 | 0,112 | 3,95 |
| 213 | 100 | 0 | 2 | 4,16 | 1,08 | 0,110 | 3,86 |
| 216 | 100 | 0 | 2 | 4,18 | 1,10 | 0,110 | 3,80 |
| 220 | 100 | 0 | 2 | 4,19 | 1,13 | 0,110 | 3,71 |
| 224 | 100 | 0 | 2 | 4,19 | 1,14 | 0,109 | 3,67 |
| 227 | 100 | 0 | 2 | 4,18 | 1,17 | 0,110 | 3,58 |
| 231 | 100 | 0 | 2 | 4,16 | 1,19 | 0,110 | 3,49 |
| 235 | 100 | 0 | 2 | 4,19 | 1,20 | 0,109 | 3,49 |
| 238 | 100 | 0 | 2 | 4,19 | 1,24 | 0,109 | 3,37 |
| 242 | 100 | 0 | 2 | 4,18 | 1,27 | 0,109 | 3,28 |
| 246 | 100 | 0 | 2 | 4,17 | 1,30 | 0,109 | 3,21 |
| 249 | 100 | 0 | 2 | 4,17 | 1,32 | 0,109 | 3,16 |
| 253 | 100 | 0 | 2 | 4,18 | 1,35 | 0,108 | 3,09 |
| 257 | 100 | 0 | 2 | 4,17 | 1,40 | 0,109 | 2,98 |
| 260 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 1,42 | 0,108 | 2,91 |
| 264 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 1,45 | 0,108 | 2,85 |
| 268 | 100 | 0 | 2 | 4,13 | 1,49 | 0,108 | 2,78 |
| 271 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,51 | 0,107 | 2,74 |
| 275 | 100 | 0 | 2 | 4,17 | 1,55 | 0,107 | 2,69 |
| 279 | 100 | 0 | 2 | 4,17 | 1,57 | 0,107 | 2,66 |
| 282 | 100 | 0 | 2 | 4,13 | 1,61 | 0,107 | 2,57 |
| 286 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,63 | 0,107 | 2,55 |
| 290 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 1,66 | 0,106 | 2,49 |
| 293 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 1,69 | 0,106 | 2,46 |
| 297 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,70 | 0,106 | 2,42 |
| 301 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 1,73 | 0,107 | 2,39 |
| 304 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,74 | 0,106 | 2,38 |
| 308 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 1,76 | 0,108 | 2,34 |
| 312 | 100 | 0 | 2 | 4,13 | 1,76 | 0,109 | 2,34 |
| 315 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,72 | 0,113 | 2,41 |
| 319 | 100 | 0 | 2 | 4,15 | 1,74 | 0,114 | 2,39 |
| 323 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,73 | 0,115 | 2,38 |
| 326 | 100 | 0 | 2 | 4,14 | 1,75 | 0,116 | 2,36 |
| 330 | 100 | 0 | 2 | 4,10 | 1,78 | 0,116 | 2,31 |
| 334 | 100 | 0 | 2 | 4,13 | 1,80 | 0,116 | 2,29 |
| 337 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,80 | 0,117 | 2,28 |
| 341 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,79 | 0,120 | 2,31 |
| 345 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,78 | 0,121 | 2,32 |
| 348 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,79 | 0,121 | 2,30 |
| 352 | 100 | 0 | 2 | 4,16 | 1,78 | 0,122 | 2,34 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.13

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|-----|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 356 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,72 | 0,127 | 2,40 |
| 359 | 100 | 0 | 2 | 4,13 | 1,74 | 0,129 | 2,37 |
| 363 | 100 | 0 | 2 | 4,13 | 1,76 | 0,130 | 2,34 |
| 367 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,77 | 0,131 | 2,33 |
| 370 | 100 | 0 | 2 | 4,12 | 1,79 | 0,131 | 2,30 |
| 374 | 100 | 0 | 2 | 4,10 | 1,82 | 0,133 | 2,25 |
| 378 | 100 | 0 | 2 | 4,10 | 1,81 | 0,131 | 2,26 |
| 381 | 100 | 0 | 2 | 4,10 | 1,85 | 0,133 | 2,22 |
| 385 | 100 | 0 | 2 | 4,09 | 1,86 | 0,133 | 2,21 |
| 389 | 100 | 0 | 2 | 4,09 | 1,87 | 0,133 | 2,19 |
| 392 | 100 | 0 | 2 | 4,09 | 1,89 | 0,133 | 2,17 |
| 396 | 100 | 0 | 2 | 4,10 | 1,92 | 0,133 | 2,13 |
| 400 | 100 | 0 | 2 | 4,10 | 1,94 | 0,133 | 2,12 |
| 403 | 100 | 0 | 2 | 4,08 | 1,96 | 0,134 | 2,08 |
| 407 | 100 | 0 | 2 | 4,08 | 1,99 | 0,134 | 2,06 |
| 411 | 100 | 0 | 2 | 4,07 | 2,00 | 0,134 | 2,04 |
| 414 | 100 | 0 | 2 | 4,07 | 2,02 | 0,134 | 2,01 |
| 418 | 100 | 0 | 2 | 4,07 | 2,04 | 0,134 | 2,00 |
| 422 | 100 | 0 | 2 | 4,07 | 2,07 | 0,135 | 1,96 |
| 425 | 100 | 0 | 2 | 4,04 | 2,09 | 0,135 | 1,93 |
| 429 | 100 | 0 | 2 | 4,04 | 2,10 | 0,131 | 1,92 |
| 433 | 100 | 0 | 2 | 4,03 | 2,13 | 0,133 | 1,90 |
| 436 | 100 | 0 | 2 | 4,03 | 2,16 | 0,131 | 1,87 |
| 440 | 100 | 0 | 2 | 4,02 | 2,18 | 0,133 | 1,84 |
| 444 | 100 | 0 | 2 | 4,01 | 2,22 | 0,133 | 1,80 |
| 447 | 100 | 0 | 2 | 4,02 | 2,24 | 0,134 | 1,80 |
| 451 | 100 | 0 | 2 | 4,00 | 2,27 | 0,133 | 1,76 |
| 455 | 100 | 0 | 2 | 4,00 | 2,28 | 0,131 | 1,75 |
| 458 | 100 | 0 | 2 | 3,99 | 2,31 | 0,131 | 1,72 |
| 462 | 100 | 0 | 2 | 3,99 | 2,33 | 0,130 | 1,71 |
| 466 | 100 | 0 | 2 | 3,98 | 2,35 | 0,131 | 1,69 |
| 469 | 100 | 0 | 2 | 3,97 | 2,38 | 0,131 | 1,67 |
| 473 | 100 | 0 | 2 | 3,96 | 2,40 | 0,131 | 1,65 |
| 477 | 100 | 0 | 2 | 3,98 | 2,42 | 0,130 | 1,64 |
| 480 | 100 | 0 | 2 | 3,96 | 2,43 | 0,129 | 1,63 |
| 484 | 100 | 0 | 2 | 3,95 | 2,49 | 0,131 | 1,59 |
| 488 | 100 | 0 | 2 | 3,94 | 2,51 | 0,133 | 1,57 |
| 491 | 100 | 0 | 2 | 3,94 | 2,55 | 0,133 | 1,55 |
| 495 | 100 | 0 | 2 | 3,95 | 2,55 | 0,131 | 1,55 |
| 499 | 100 | 0 | 2 | 3,94 | 2,57 | 0,130 | 1,53 |
| 502 | 100 | 0 | 2 | 3,95 | 2,58 | 0,129 | 1,53 |
| 506 | 100 | 0 | 2 | 3,94 | 2,60 | 0,129 | 1,51 |
| 510 | 100 | 0 | 2 | 3,93 | 2,61 | 0,128 | 1,50 |
| 513 | 100 | 0 | 2 | 3,92 | 2,66 | 0,128 | 1,47 |
| 517 | 100 | 0 | 2 | 3,90 | 2,67 | 0,128 | 1,46 |
| 521 | 100 | 0 | 2 | 3,90 | 2,71 | 0,129 | 1,44 |
| 524 | 100 | 0 | 2 | 3,87 | 2,76 | 0,129 | 1,40 |
| 528 | 100 | 0 | 2 | 3,84 | 2,77 | 0,130 | 1,38 |
| 532 | 100 | 0 | 2 | 3,84 | 2,81 | 0,131 | 1,37 |
| 535 | 100 | 0 | 2 | 3,83 | 2,83 | 0,131 | 1,35 |
| 539 | 100 | 0 | 2 | 3,87 | 2,88 | 0,133 | 1,35 |
| 543 | 100 | 0 | 2 | 3,87 | 2,87 | 0,131 | 1,35 |
| 546 | 100 | 0 | 2 | 3,86 | 2,87 | 0,133 | 1,35 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.13

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 550 | 100 | 0 | 2 | 3,82 | 2,91 | 0,134 | 1,31 |
| 554 | 100 | 0 | 2 | 3,80 | 2,93 | 0,135 | 1,29 |
| 557 | 100 | 0 | 2 | 3,78 | 2,96 | 0,135 | 1,28 |
| 561 | 100 | 0 | 2 | 3,78 | 2,97 | 0,136 | 1,27 |
| 565 | 100 | 0 | 2 | 3,78 | 3,01 | 0,137 | 1,26 |
| 568 | 100 | 0 | 2 | 3,76 | 3,04 | 0,138 | 1,24 |
| 572 | 100 | 0 | 2 | 3,75 | 3,08 | 0,140 | 1,22 |
| 576 | 100 | 0 | 2 | 3,74 | 3,08 | 0,140 | 1,21 |
| 579 | 100 | 0 | 2 | 3,72 | 3,12 | 0,207 | 1,19 |
| 583 | 100 | 0 | 2 | 3,72 | 3,13 | 0,208 | 1,19 |
| 587 | 100 | 0 | 2 | 3,73 | 3,16 | 0,207 | 1,18 |
| 590 | 100 | 0 | 2 | 3,71 | 3,20 | 0,209 | 1,16 |
| 594 | 100 | 0 | 2 | 3,71 | 3,22 | 0,210 | 1,15 |
| 598 | 100 | 0 | 2 | 3,75 | 3,23 | 0,210 | 1,16 |
| 601 | 100 | 0 | 2 | 3,87 | 3,48 | 0,135 | 1,11 |
| 605 | 100 | 0 | 2 | 3,82 | 4,10 | 0,210 | 0,93 |
| 609 | 100 | 0 | 2 | 3,72 | 4,07 | 0,115 | 0,91 |
| 612 | 100 | 0 | 2 | 3,73 | 3,94 | 0,114 | 0,95 |
| 616 | 100 | 0 | 2 | 3,54 | 3,94 | 0,115 | 0,90 |
| 620 | 100 | 0 | 2 | 3,43 | 4,02 | 0,115 | 0,85 |
| 623 | 100 | 0 | 2 | 3,47 | 4,08 | 0,121 | 0,85 |
| 627 | 99,2 | 0,9 | 2,02 | 3,92 | 4,11 | 0,122 | 0,95 |
| 631 | 99,2 | 0,8 | 2,02 | 3,90 | 4,11 | 0,122 | 0,95 |
| 634 | 99,1 | 0,9 | 2,02 | 3,91 | 4,08 | 0,122 | 0,96 |
| 638 | 99,5 | 0,5 | 2,01 | 3,91 | 4,05 | 0,120 | 0,97 |
| 642 | 99,3 | 0,7 | 2,02 | 3,91 | 4,03 | 0,120 | 0,97 |
| 645 | 99,3 | 0,7 | 2,02 | 3,89 | 4,04 | 0,120 | 0,96 |
| 649 | 99,0 | 1,0 | 2,02 | 3,86 | 4,06 | 0,119 | 0,95 |
| 653 | 98,4 | 1,6 | 2,04 | 3,84 | 4,17 | 0,119 | 0,92 |
| 656 | 98,8 | 1,2 | 2,03 | 3,81 | 4,27 | 0,120 | 0,89 |
| 660 | 98,8 | 1,2 | 2,03 | 3,76 | 4,26 | 0,121 | 0,88 |
| 664 | 98,7 | 1,3 | 2,03 | 3,72 | 4,24 | 0,121 | 0,88 |
| 667 | 99,0 | 1,0 | 2,03 | 3,71 | 4,25 | 0,120 | 0,87 |
| 671 | 98,6 | 1,4 | 2,04 | 3,68 | 4,30 | 0,121 | 0,86 |
| 675 | 98,7 | 1,3 | 2,03 | 3,64 | 4,30 | 0,120 | 0,85 |
| 678 | 98,2 | 1,8 | 2,05 | 3,63 | 4,30 | 0,119 | 0,84 |
| 682 | 98,3 | 1,7 | 2,05 | 3,60 | 4,37 | 0,119 | 0,82 |
| 686 | 98,7 | 1,3 | 2,03 | 3,57 | 4,43 | 0,117 | 0,81 |
| 689 | 98,3 | 1,3 | 2,04 | 3,59 | 4,50 | 0,116 | 0,80 |
| 693 | 99,2 | 0,8 | 2,02 | 3,54 | 4,58 | 0,116 | 0,77 |
| 697 | 98,8 | 1,2 | 2,03 | 3,55 | 4,64 | 0,115 | 0,77 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.14.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 3. Pos. der Synthese mit hochdisperssem SiO₂ bei einem W/F von 2. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | - | - | - | - | 0,23 | - | - | - |
| 4 | - | - | - | - | 0,56 | - | - | - |
| 7 | - | - | - | - | 1,34 | - | - | - |
| 11 | - | - | - | - | 1,92 | - | - | - |
| 15 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 18 | - | - | - | - | 2,27 | - | - | - |
| 22 | - | - | - | - | 2,37 | - | - | - |
| 26 | - | - | - | - | 2,64 | - | - | - |
| 29 | - | - | - | - | 2,69 | - | - | - |
| 33 | - | - | - | - | 2,73 | - | - | - |
| 37 | - | - | - | - | 2,76 | - | - | - |
| 40 | - | - | - | - | 2,76 | - | - | - |
| 44 | - | - | - | - | 2,79 | - | - | - |
| 48 | - | - | - | - | 2,81 | - | - | - |
| 51 | - | - | - | - | 2,81 | - | - | - |
| 55 | - | - | - | - | 2,84 | - | - | - |
| 59 | 11,3 | - | 88,7 | 22,10 | 3,00 | 0,24 | 0,126 | 12,71 |
| 62 | 11,6 | - | 88,4 | 21,60 | 2,98 | 0,26 | 0,129 | 11,54 |
| 66 | 11,3 | - | 88,7 | 22,20 | 3,00 | 0,27 | 0,128 | 11,01 |
| 70 | 12,0 | - | 88,0 | 20,90 | 3,08 | 0,30 | 0,130 | 10,38 |
| 73 | 12,8 | - | 87,2 | 19,50 | 3,09 | 0,32 | 0,129 | 9,54 |
| 77 | 13,0 | - | 87,0 | 19,20 | 3,09 | 0,33 | 0,129 | 9,41 |
| 81 | 13,4 | - | 86,6 | 18,60 | 3,10 | 0,35 | 0,127 | 8,75 |
| 84 | 13,7 | - | 86,3 | 18,20 | 3,10 | 0,38 | 0,127 | 8,13 |
| 88 | 14,5 | - | 85,5 | 17,20 | 3,11 | 0,41 | 0,128 | 7,59 |
| 92 | 14,9 | - | 85,1 | 16,70 | 3,11 | 0,44 | 0,127 | 7,10 |
| 95 | 15,5 | - | 84,5 | 16,00 | 3,12 | 0,47 | 0,130 | 6,62 |
| 99 | 16,5 | - | 83,5 | 15,00 | 3,13 | 0,49 | 0,129 | 6,40 |
| 103 | 16,8 | 1,8 | 81,3 | 14,60 | 3,13 | 0,51 | 0,128 | 6,10 |
| 106 | 18,0 | 2,1 | 79,9 | 13,60 | 3,15 | 0,54 | 0,129 | 5,82 |
| 110 | 18,8 | 2,3 | 79,0 | 13,00 | 3,15 | 0,57 | 0,128 | 5,51 |
| 114 | 18,8 | 2,2 | 79,0 | 13,00 | 3,16 | 0,59 | 0,126 | 5,33 |
| 117 | 19,4 | 2,3 | 78,3 | 12,60 | 3,19 | 0,62 | 0,124 | 5,10 |
| 121 | 20,0 | 2,5 | 77,5 | 12,20 | 3,18 | 0,66 | 0,123 | 4,85 |
| 125 | 20,3 | 2,5 | 77,2 | 12,00 | 3,18 | 0,69 | 0,123 | 4,61 |
| 128 | 20,8 | 2,6 | 76,6 | 11,70 | 3,19 | 0,72 | 0,122 | 4,46 |
| 132 | 21,6 | 2,7 | 75,7 | 11,30 | 3,20 | 0,74 | 0,122 | 4,33 |
| 136 | 21,6 | 2,8 | 75,6 | 11,20 | 3,20 | 0,79 | 0,123 | 4,06 |
| 139 | 22,3 | 2,9 | 74,8 | 10,80 | 3,20 | 0,80 | 0,122 | 4,00 |
| 143 | 23,4 | 2,9 | 73,7 | 10,30 | 3,22 | 0,83 | 0,121 | 3,88 |
| 147 | 23,9 | 3,0 | 73,0 | 10,10 | 3,24 | 0,87 | 0,122 | 3,73 |
| 150 | 25,0 | 3,3 | 71,8 | 9,63 | 3,26 | 0,88 | 0,120 | 3,69 |
| 154 | 24,9 | 3,5 | 71,6 | 9,65 | 3,26 | 0,92 | 0,120 | 3,54 |
| 158 | 25,6 | 3,6 | 70,9 | 9,39 | 3,28 | 0,95 | 0,117 | 3,47 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.14

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 161 | 25,9 | 3,7 | 70,4 | 9,26 | 3,27 | 0,98 | 0,115 | 3,34 |
| 165 | 26,5 | 4,0 | 69,5 | 9,02 | 3,27 | 1,01 | 0,115 | 3,24 |
| 169 | 27,0 | 3,7 | 69,2 | 8,84 | 3,27 | 1,05 | 0,115 | 3,12 |
| 172 | 27,6 | 4,1 | 68,3 | 8,65 | 3,29 | 1,07 | 0,114 | 3,07 |
| 176 | 28,2 | 4,1 | 67,7 | 8,44 | 3,27 | 1,09 | 0,114 | 2,99 |
| 180 | 28,3 | 4,4 | 67,3 | 8,41 | 3,28 | 1,12 | 0,114 | 2,93 |
| 183 | 28,8 | 4,6 | 66,7 | 8,25 | 3,28 | 1,13 | 0,112 | 2,89 |
| 187 | 28,8 | 4,9 | 66,3 | 8,24 | 3,28 | 1,16 | 0,113 | 2,83 |
| 191 | 29,2 | 5,0 | 65,8 | 8,11 | 3,28 | 1,18 | 0,113 | 2,79 |
| 194 | 29,7 | 5,0 | 65,3 | 7,96 | 3,27 | 1,19 | 0,112 | 2,75 |
| 198 | 29,4 | 5,2 | 65,4 | 8,05 | 3,27 | 1,21 | 0,113 | 2,70 |
| 202 | 29,8 | 5,3 | 64,8 | 7,92 | 3,27 | 1,23 | 0,113 | 2,65 |
| 205 | 30,1 | 5,3 | 64,5 | 7,83 | 3,26 | 1,25 | 0,113 | 2,61 |
| 209 | 30,3 | 5,5 | 64,1 | 7,77 | 3,26 | 1,26 | 0,114 | 2,59 |
| 213 | 31,2 | 5,6 | 63,2 | 7,54 | 3,26 | 1,28 | 0,114 | 2,54 |
| 216 | 31,1 | 5,8 | 63,2 | 7,57 | 3,24 | 1,31 | 0,114 | 2,48 |
| 220 | 32,0 | 5,8 | 62,2 | 7,33 | 3,25 | 1,33 | 0,114 | 2,44 |
| 224 | 31,4 | 6,2 | 62,4 | 7,47 | 3,23 | 1,36 | 0,113 | 2,37 |
| 227 | 31,8 | 6,3 | 61,9 | 7,37 | 3,22 | 1,39 | 0,113 | 2,32 |
| 231 | 32,5 | 6,4 | 61,2 | 7,21 | 3,23 | 1,41 | 0,113 | 2,30 |
| 235 | 33,0 | 6,5 | 60,5 | 7,08 | 3,25 | 1,44 | 0,113 | 2,25 |
| 238 | 32,7 | 6,8 | 60,4 | 7,14 | 3,23 | 1,46 | 0,113 | 2,21 |
| 242 | 33,4 | 6,9 | 59,7 | 6,98 | 3,23 | 1,49 | 0,113 | 2,17 |
| 246 | 32,8 | 7,3 | 60,0 | 7,12 | 3,19 | 1,52 | 0,113 | 2,11 |
| 249 | 34,1 | 7,2 | 58,7 | 6,83 | 3,23 | 1,55 | 0,113 | 2,08 |
| 253 | 33,7 | 7,5 | 58,8 | 6,89 | 3,19 | 1,57 | 0,113 | 2,04 |
| 257 | 34,7 | 7,5 | 57,8 | 6,69 | 3,20 | 1,60 | 0,113 | 2,00 |
| 260 | 34,5 | 7,8 | 57,7 | 6,72 | 3,19 | 1,62 | 0,113 | 1,96 |
| 264 | 35,2 | 7,8 | 56,9 | 6,57 | 3,20 | 1,65 | 0,113 | 1,94 |
| 268 | 36,0 | 7,8 | 56,2 | 6,42 | 3,22 | 1,68 | 0,113 | 1,92 |
| 271 | 35,9 | 7,8 | 56,2 | 6,43 | 3,21 | 1,70 | 0,113 | 1,88 |
| 275 | 35,2 | 8,3 | 56,5 | 6,56 | 3,18 | 1,73 | 0,113 | 1,84 |
| 279 | 36,3 | 8,2 | 55,5 | 6,35 | 3,19 | 1,76 | 0,113 | 1,81 |
| 282 | 36,9 | 8,3 | 54,9 | 6,25 | 3,19 | 1,79 | 0,113 | 1,78 |
| 286 | 37,7 | 8,3 | 54,1 | 6,10 | 3,20 | 1,82 | 0,114 | 1,76 |
| 290 | 37,4 | 8,4 | 54,2 | 6,14 | 3,19 | 1,84 | 0,114 | 1,74 |
| 293 | 37,1 | 8,8 | 54,0 | 6,19 | 3,17 | 1,87 | 0,114 | 1,70 |
| 297 | 37,5 | 8,9 | 53,6 | 6,12 | 3,16 | 1,90 | 0,114 | 1,66 |
| 301 | 38,3 | 9,0 | 52,7 | 5,98 | 3,17 | 1,90 | 0,113 | 1,67 |
| 304 | 38,1 | 9,2 | 52,8 | 6,02 | 3,15 | 1,93 | 0,113 | 1,63 |
| 308 | 38,5 | 9,4 | 52,1 | 5,93 | 3,15 | 1,96 | 0,113 | 1,61 |
| 312 | 39,6 | 9,3 | 51,1 | 5,76 | 3,17 | 2,00 | 0,113 | 1,59 |
| 315 | 38,8 | 10,1 | 51,1 | 5,87 | 3,13 | 2,03 | 0,113 | 1,54 |
| 319 | 39,3 | 10,2 | 50,5 | 5,80 | 3,15 | 2,05 | 0,113 | 1,54 |
| 323 | 40,4 | 10,0 | 49,7 | 5,63 | 3,17 | 2,09 | 0,113 | 1,52 |
| 326 | 40,5 | 10,2 | 49,4 | 5,61 | 3,16 | 2,11 | 0,113 | 1,50 |
| 330 | 41,0 | 10,4 | 48,6 | 5,52 | 3,16 | 2,13 | 0,113 | 1,48 |
| 334 | 40,3 | 10,9 | 48,8 | 5,62 | 3,14 | 2,16 | 0,113 | 1,45 |
| 337 | 41,8 | 10,6 | 47,5 | 5,40 | 3,15 | 2,19 | 0,113 | 1,44 |
| 341 | 41,4 | 11,0 | 47,6 | 5,45 | 3,14 | 2,22 | 0,113 | 1,41 |
| 345 | 42,4 | 10,8 | 46,8 | 5,32 | 3,14 | 2,25 | 0,113 | 1,40 |
| 348 | 42,4 | 11,2 | 46,5 | 5,32 | 3,13 | 2,27 | 0,113 | 1,38 |
| 352 | 43,6 | 10,5 | 45,8 | 5,16 | 3,09 | 2,33 | 0,113 | 1,33 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.14

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 356 | 43,5 | 10,4 | 46,1 | 5,18 | 3,10 | 2,46 | 0,113 | 1,26 |
| 359 | 42,9 | 10,5 | 46,6 | 5,26 | 3,07 | 2,41 | 0,113 | 1,28 |
| 363 | 43,7 | 10,5 | 45,8 | 5,15 | 3,07 | 2,44 | 0,114 | 1,26 |
| 367 | 43,6 | 10,7 | 45,7 | 5,16 | 3,05 | 2,48 | 0,114 | 1,23 |
| 370 | 44,5 | 10,5 | 45,0 | 5,05 | 3,07 | 2,48 | 0,114 | 1,24 |
| 374 | 44,1 | 10,8 | 45,2 | 5,10 | 3,05 | 2,53 | 0,113 | 1,20 |
| 378 | 44,6 | 10,8 | 44,6 | 5,03 | 3,03 | 2,55 | 0,113 | 1,19 |
| 381 | 44,5 | 11,0 | 44,5 | 5,04 | 3,03 | 2,56 | 0,114 | 1,18 |
| 385 | 46,0 | 10,8 | 43,1 | 4,85 | 3,06 | 2,60 | 0,114 | 1,18 |
| 389 | 45,2 | 11,4 | 43,4 | 4,94 | 3,01 | 2,62 | 0,113 | 1,15 |
| 392 | 45,5 | 11,5 | 43,0 | 4,91 | 3,02 | 2,66 | 0,113 | 1,14 |
| 396 | 45,3 | 11,6 | 43,1 | 4,93 | 3,01 | 2,70 | 0,113 | 1,12 |
| 400 | 46,8 | 11,2 | 42,0 | 4,76 | 3,04 | 2,73 | 0,114 | 1,11 |
| 403 | 45,5 | 11,8 | 42,7 | 4,90 | 2,99 | 2,77 | 0,114 | 1,08 |
| 407 | 46,0 | 11,9 | 42,1 | 4,84 | 2,99 | 2,80 | 0,115 | 1,07 |
| 411 | 46,2 | 11,9 | 41,9 | 4,82 | 2,99 | 2,82 | 0,114 | 1,06 |
| 414 | 46,4 | 12,1 | 41,5 | 4,79 | 2,97 | 2,85 | 0,115 | 1,05 |
| 418 | 46,7 | 12,1 | 41,1 | 4,76 | 2,97 | 2,87 | 0,114 | 1,03 |
| 422 | 47,6 | 11,9 | 40,5 | 4,66 | 2,98 | 2,89 | 0,114 | 1,03 |
| 425 | 48,9 | 12,1 | 39,0 | 4,51 | 2,98 | 2,91 | 0,115 | 1,02 |
| 429 | 48,0 | 12,4 | 39,7 | 4,61 | 2,95 | 2,95 | 0,114 | 1,00 |
| 433 | 47,9 | 12,4 | 39,8 | 4,63 | 2,96 | 2,98 | 0,114 | 0,99 |
| 436 | 49,4 | 11,9 | 38,7 | 4,47 | 2,97 | 3,00 | 0,115 | 0,99 |
| 440 | 48,7 | 12,0 | 39,3 | 4,54 | 2,95 | 3,03 | 0,115 | 0,97 |
| 444 | 48,0 | 12,5 | 39,5 | 4,61 | 2,91 | 3,05 | 0,115 | 0,96 |
| 447 | 48,4 | 12,6 | 39,0 | 4,56 | 2,91 | 3,09 | 0,115 | 0,94 |
| 451 | 48,8 | 12,6 | 38,5 | 4,52 | 2,90 | 3,11 | 0,115 | 0,93 |
| 455 | 49,3 | 12,7 | 38,0 | 4,47 | 2,89 | 3,13 | 0,115 | 0,92 |
| 458 | 49,5 | 12,8 | 37,7 | 4,45 | 2,90 | 3,17 | 0,116 | 0,91 |
| 462 | 49,8 | 12,8 | 37,3 | 4,41 | 2,89 | 3,20 | 0,116 | 0,90 |
| 466 | 49,9 | 12,7 | 37,4 | 4,41 | 2,87 | 3,24 | 0,116 | 0,88 |
| 469 | 50,4 | 12,7 | 36,9 | 4,36 | 2,88 | 3,28 | 0,116 | 0,88 |
| 473 | 50,8 | 12,9 | 36,3 | 4,31 | 2,85 | 3,31 | 0,116 | 0,86 |
| 477 | 50,8 | 13,0 | 36,1 | 4,31 | 2,86 | 3,35 | 0,116 | 0,85 |
| 480 | 51,4 | 12,8 | 35,8 | 4,26 | 2,84 | 3,39 | 0,116 | 0,84 |
| 484 | 51,2 | 13,1 | 35,7 | 4,28 | 2,84 | 3,44 | 0,117 | 0,83 |
| 488 | 51,7 | 13,1 | 35,2 | 4,23 | 2,84 | 3,44 | 0,116 | 0,83 |
| 491 | 52,2 | 13,3 | 34,5 | 4,18 | 2,83 | 3,48 | 0,117 | 0,81 |
| 495 | 52,6 | 13,4 | 34,0 | 4,15 | 2,83 | 3,54 | 0,117 | 0,80 |
| 499 | 53,9 | 12,7 | 33,4 | 4,04 | 2,83 | 3,58 | 0,117 | 0,79 |
| 502 | 53,4 | 13,4 | 33,2 | 4,08 | 2,82 | 3,61 | 0,117 | 0,78 |
| 506 | 54,0 | 13,4 | 32,6 | 4,02 | 2,83 | 3,65 | 0,117 | 0,78 |
| 510 | 54,2 | 13,7 | 32,1 | 4,00 | 2,81 | 3,69 | 0,117 | 0,76 |
| 513 | 54,7 | 13,8 | 31,6 | 3,96 | 2,80 | 3,72 | 0,117 | 0,75 |
| 517 | 54,6 | 13,9 | 31,5 | 3,97 | 2,81 | 3,76 | 0,116 | 0,75 |
| 521 | 54,7 | 13,8 | 31,4 | 3,95 | 2,80 | 3,77 | 0,117 | 0,74 |
| 524 | 55,1 | 13,8 | 31,2 | 3,93 | 2,80 | 3,83 | 0,117 | 0,73 |
| 528 | 55,1 | 14,0 | 30,9 | 3,92 | 2,77 | 3,85 | 0,117 | 0,72 |
| 532 | 55,2 | 14,0 | 30,7 | 3,91 | 2,78 | 3,90 | 0,119 | 0,71 |
| 535 | 55,8 | 14,1 | 30,1 | 3,87 | 2,78 | 3,93 | 0,119 | 0,71 |
| 539 | 55,6 | 14,3 | 30,1 | 3,88 | 2,76 | 3,95 | 0,119 | 0,70 |
| 543 | 56,0 | 14,3 | 29,7 | 3,85 | 2,75 | 3,98 | 0,119 | 0,69 |
| 546 | 55,9 | 14,3 | 29,8 | 3,86 | 2,78 | 4,01 | 0,119 | 0,69 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.14

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 550 | 56,3 | 14,5 | 29,2 | 3,82 | 2,76 | 4,03 | 0,119 | 0,68 |
| 554 | 56,6 | 14,4 | 29,0 | 3,80 | 2,75 | 4,07 | 0,119 | 0,68 |
| 557 | 56,9 | 14,3 | 28,8 | 3,78 | 2,74 | 4,09 | 0,119 | 0,67 |
| 561 | 56,5 | 14,3 | 29,2 | 3,81 | 2,73 | 4,13 | 0,119 | 0,66 |
| 565 | 56,8 | 14,3 | 28,9 | 3,78 | 2,72 | 4,16 | 0,119 | 0,65 |
| 568 | 56,9 | 14,3 | 28,8 | 3,78 | 2,71 | 4,21 | 0,120 | 0,64 |
| 572 | 57,5 | 14,2 | 28,3 | 3,74 | 2,72 | 4,23 | 0,120 | 0,64 |
| 576 | 57,4 | 14,5 | 28,1 | 3,74 | 2,70 | 4,28 | 0,120 | 0,63 |
| 579 | 57,9 | 14,6 | 27,5 | 3,70 | 2,69 | 4,30 | 0,119 | 0,63 |
| 583 | 58,0 | 14,6 | 27,5 | 3,69 | 2,69 | 4,33 | 0,120 | 0,62 |
| 587 | 58,2 | 14,7 | 27,1 | 3,68 | 2,68 | 4,38 | 0,120 | 0,61 |
| 590 | 57,9 | 14,9 | 27,2 | 3,70 | 2,67 | 4,40 | 0,121 | 0,61 |
| 594 | 58,0 | 14,8 | 27,2 | 3,69 | 2,65 | 4,42 | 0,121 | 0,60 |
| 598 | 57,0 | 13,6 | 29,3 | 3,77 | 2,54 | 4,48 | 0,121 | 0,57 |
| 601 | 54,6 | 12,6 | 32,8 | 3,98 | 2,62 | 4,69 | 0,133 | 0,56 |
| 605 | 56,7 | 10,9 | 32,4 | 3,83 | 2,81 | 4,88 | 0,131 | 0,58 |
| 609 | 57,3 | 9,3 | 33,4 | 3,81 | 2,75 | 5,21 | 0,135 | 0,53 |
| 612 | 60,0 | 7,9 | 32,1 | 3,62 | 2,92 | 5,37 | 0,138 | 0,54 |
| 616 | 57,4 | 9,0 | 33,6 | 3,80 | 2,76 | 5,47 | 0,137 | 0,50 |
| 620 | 57,0 | 9,0 | 34,0 | 3,83 | 2,74 | 5,51 | 0,135 | 0,50 |
| 623 | 57,4 | 8,5 | 34,1 | 3,81 | 2,74 | 5,54 | 0,133 | 0,50 |
| 627 | 57,5 | 8,1 | 34,4 | 3,80 | 2,75 | 5,61 | 0,130 | 0,49 |
| 631 | 57,6 | 7,9 | 34,6 | 3,80 | 2,74 | 5,70 | 0,130 | 0,48 |
| 634 | 57,5 | 7,7 | 34,7 | 3,80 | 2,75 | 5,76 | 0,130 | 0,48 |
| 638 | 57,4 | 7,5 | 35,1 | 3,82 | 2,72 | 5,84 | 0,130 | 0,47 |
| 642 | 57,4 | 7,4 | 35,2 | 3,82 | 2,72 | 5,87 | 0,130 | 0,46 |
| 645 | 58,5 | 6,6 | 35,0 | 3,75 | 2,71 | 5,92 | 0,130 | 0,46 |
| 649 | 60,3 | 5,6 | 34,1 | 3,63 | 2,74 | 6,10 | 0,128 | 0,45 |
| 653 | 60,7 | 5,1 | 34,2 | 3,61 | 2,77 | 6,15 | 0,120 | 0,45 |
| 656 | 60,8 | 4,9 | 34,3 | 3,60 | 2,75 | 6,14 | 0,114 | 0,45 |
| 660 | 60,9 | 4,7 | 34,3 | 3,59 | 2,75 | 6,22 | 0,113 | 0,44 |
| 664 | 60,8 | 4,7 | 34,5 | 3,61 | 2,71 | 6,22 | 0,112 | 0,44 |
| 667 | 60,8 | 4,6 | 34,6 | 3,60 | 2,71 | 6,24 | 0,112 | 0,43 |
| 671 | 60,8 | 4,3 | 34,9 | 3,61 | 2,71 | 6,25 | 0,112 | 0,43 |
| 675 | 59,9 | 4,3 | 35,9 | 3,67 | 2,61 | 6,26 | 0,110 | 0,42 |
| 678 | 61,2 | 3,8 | 34,9 | 3,58 | 2,70 | 6,26 | 0,110 | 0,43 |
| 682 | 61,3 | 3,7 | 35,1 | 3,58 | 2,69 | 6,27 | 0,110 | 0,43 |
| 686 | 61,5 | 3,6 | 35,0 | 3,57 | 2,69 | 6,31 | 0,110 | 0,43 |
| 689 | 62,1 | 3,6 | 34,3 | 3,53 | 2,70 | 6,34 | 0,110 | 0,43 |
| 693 | 61,9 | 3,5 | 34,7 | 3,55 | 2,70 | 6,34 | 0,110 | 0,43 |
| 697 | 62,2 | 3,4 | 34,4 | 3,52 | 2,72 | 6,36 | 0,110 | 0,43 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.15.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 1. Pos. der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | 1,4 | 77,3 | 21,3 | 2,93 | 0,26 | – | – | – |
| 4 | 1,4 | 76,5 | 22,2 | 2,78 | 0,25 | – | – | – |
| 7 | 1,8 | 74,5 | 23,7 | 2,53 | 0,25 | – | – | – |
| 11 | 2,0 | 73,4 | 24,6 | 2,41 | 0,26 | – | – | – |
| 15 | 2,8 | 73,8 | 23,4 | 2,54 | 0,26 | – | – | – |
| 18 | 3,8 | 75,6 | 20,7 | 2,91 | 0,49 | – | – | – |
| 22 | 4,4 | 77,0 | 18,6 | 3,26 | 0,62 | – | – | – |
| 26 | 4,7 | 77,7 | 17,7 | 3,45 | 0,71 | – | – | – |
| 29 | 4,9 | 78,0 | 17,1 | 3,56 | 0,78 | – | – | – |
| 33 | 5,2 | 78,2 | 16,6 | 3,65 | 0,81 | – | – | – |
| 37 | 5,3 | 78,6 | 16,1 | 3,78 | 0,85 | – | – | – |
| 40 | 5,7 | 78,7 | 15,6 | 3,87 | 0,87 | – | – | – |
| 44 | 6,1 | 78,7 | 15,3 | 3,93 | 0,85 | – | – | – |
| 48 | 6,1 | 79,0 | 14,9 | 4,03 | 0,88 | – | – | – |
| 51 | 6,4 | 79,0 | 14,6 | 4,09 | 0,90 | – | – | – |
| 55 | 6,9 | 79,0 | 14,1 | 4,20 | 0,90 | – | – | – |
| 59 | 6,9 | 79,3 | 13,8 | 4,31 | 0,94 | – | – | – |
| 62 | 7,5 | 79,2 | 13,3 | 4,39 | 0,93 | – | – | – |
| 66 | 7,8 | 78,9 | 13,3 | 4,37 | 0,94 | – | – | – |
| 70 | 8,2 | 78,6 | 13,2 | 4,36 | 0,96 | – | – | – |
| 73 | 8,7 | 78,2 | 13,1 | 4,35 | 0,96 | – | 0,072 | – |
| 77 | 9,4 | 77,7 | 13,0 | 4,32 | 0,97 | – | 0,078 | – |
| 81 | 10,1 | 77,1 | 12,8 | 4,32 | 0,99 | – | 0,083 | – |
| 84 | 10,8 | 76,7 | 12,5 | 4,34 | 1,01 | – | 0,086 | – |
| 88 | 11,6 | 76,2 | 12,3 | 4,34 | 1,03 | – | 0,091 | – |
| 92 | 12,4 | 75,5 | 12,1 | 4,30 | 1,04 | – | 0,096 | – |
| 95 | 13,2 | 74,7 | 12,1 | 4,23 | 1,04 | – | 0,096 | – |
| 99 | 14,1 | 74,0 | 11,8 | 4,23 | 1,02 | – | 0,101 | – |
| 103 | 15,2 | 73,4 | 11,4 | 4,27 | 1,03 | 0,55 | 0,106 | 1,86 |
| 106 | 15,9 | 72,5 | 11,5 | 4,15 | 1,04 | 0,57 | 0,106 | 1,83 |
| 110 | 17,0 | 71,7 | 11,3 | 4,12 | 1,05 | 0,63 | 0,107 | 1,66 |
| 114 | 17,7 | 70,9 | 11,4 | 4,04 | 1,06 | 0,67 | 0,108 | 1,57 |
| 117 | 18,3 | 70,4 | 11,3 | 4,02 | 1,07 | 0,74 | 0,110 | 1,45 |
| 121 | 19,5 | 69,6 | 10,9 | 4,03 | 1,08 | 0,82 | 0,111 | 1,33 |
| 125 | 20,4 | 68,9 | 10,8 | 4,00 | 1,09 | 0,88 | 0,111 | 1,24 |
| 128 | 21,3 | 68,1 | 10,6 | 3,96 | 1,09 | 0,94 | 0,112 | 1,17 |
| 132 | 22,3 | 67,4 | 10,3 | 3,96 | 1,08 | 1,01 | 0,113 | 1,07 |
| 136 | 23,2 | 66,6 | 10,2 | 3,91 | 1,08 | 1,06 | 0,113 | 1,02 |
| 139 | 24,2 | 65,8 | 10,0 | 3,90 | 1,08 | 1,13 | 0,114 | 0,96 |
| 143 | 25,0 | 65,3 | 9,7 | 3,90 | 1,11 | 1,19 | 0,113 | 0,93 |
| 147 | 25,7 | 64,3 | 10,0 | 3,78 | 1,09 | 1,21 | 0,113 | 0,90 |
| 150 | 26,7 | 63,6 | 9,7 | 3,76 | 1,07 | 1,26 | 0,113 | 0,85 |
| 154 | 27,6 | 62,8 | 9,6 | 3,74 | 1,08 | 1,33 | 0,114 | 0,81 |
| 158 | 28,5 | 62,1 | 9,4 | 3,71 | 1,08 | 1,39 | 0,114 | 0,78 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.15

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 161 | 29,4 | 61,4 | 9,1 | 3,71 | 1,07 | 1,46 | 0,115 | 0,73 |
| 165 | 30,7 | 60,5 | 8,7 | 3,71 | 1,09 | 1,53 | 0,115 | 0,71 |
| 169 | 31,9 | 59,6 | 8,4 | 3,70 | 1,09 | 1,60 | 0,116 | 0,68 |
| 172 | 32,8 | 58,9 | 8,4 | 3,65 | 1,09 | 1,65 | 0,116 | 0,66 |
| 176 | 34,1 | 57,8 | 8,1 | 3,63 | 1,06 | 1,73 | 0,117 | 0,61 |
| 180 | 35,2 | 57,0 | 7,8 | 3,61 | 1,06 | 1,81 | 0,118 | 0,58 |
| 183 | 36,3 | 56,1 | 7,6 | 3,59 | 1,09 | 1,88 | 0,118 | 0,58 |
| 187 | 37,5 | 55,2 | 7,4 | 3,57 | 1,09 | 1,97 | 0,119 | 0,55 |
| 191 | 38,7 | 54,2 | 7,1 | 3,53 | 1,06 | 2,02 | 0,119 | 0,53 |
| 194 | 39,7 | 53,4 | 6,9 | 3,52 | 1,07 | 2,10 | 0,119 | 0,51 |
| 198 | 40,8 | 52,6 | 6,7 | 3,50 | 1,06 | 2,16 | 0,119 | 0,49 |
| 202 | 41,9 | 51,9 | 6,2 | 3,53 | 1,06 | 2,23 | 0,119 | 0,47 |
| 205 | 43,1 | 51,4 | 5,5 | 3,60 | 1,10 | 2,30 | 0,120 | 0,48 |
| 209 | 44,5 | 50,4 | 5,1 | 3,60 | 1,06 | 2,38 | 0,120 | 0,44 |
| 213 | 45,7 | 49,6 | 4,7 | 3,62 | 1,07 | 2,46 | 0,121 | 0,43 |
| 216 | 46,9 | 48,7 | 4,4 | 3,60 | 1,08 | 2,53 | 0,120 | 0,43 |
| 220 | 48,3 | 47,7 | 4,0 | 3,59 | 1,06 | 2,62 | 0,120 | 0,41 |
| 224 | 49,6 | 46,7 | 3,7 | 3,57 | 1,07 | 2,68 | 0,120 | 0,40 |
| 227 | 51,1 | 45,7 | 3,1 | 3,60 | 1,09 | 2,77 | 0,120 | 0,39 |
| 231 | 52,2 | 44,7 | 3,1 | 3,54 | 1,09 | 2,86 | 0,120 | 0,38 |
| 235 | 53,8 | 43,4 | 2,8 | 3,49 | 1,08 | 2,93 | 0,120 | 0,37 |
| 238 | 55,2 | 42,1 | 2,7 | 3,42 | 1,09 | 2,99 | 0,119 | 0,36 |
| 242 | 56,4 | 41,0 | 2,6 | 3,37 | 1,09 | 3,06 | 0,119 | 0,35 |
| 246 | 58,1 | 39,5 | 2,4 | 3,31 | 1,09 | 3,16 | 0,119 | 0,35 |
| 249 | 59,8 | 38,0 | 2,2 | 3,25 | 1,11 | 3,23 | 0,119 | 0,34 |
| 253 | 61,0 | 36,5 | 2,5 | 3,12 | 1,11 | 3,31 | 0,119 | 0,34 |
| 257 | 62,2 | 35,5 | 2,3 | 3,10 | 1,11 | 3,41 | 0,119 | 0,33 |
| 260 | 64,2 | 33,5 | 2,3 | 3,00 | 1,14 | 3,50 | 0,119 | 0,33 |
| 264 | 65,3 | 32,4 | 2,3 | 2,95 | 1,15 | 3,56 | 0,119 | 0,32 |
| 268 | 66,5 | 31,3 | 2,2 | 2,91 | 1,17 | 3,62 | 0,119 | 0,32 |
| 271 | 67,7 | 30,3 | 2,1 | 2,87 | 1,17 | 3,68 | 0,118 | 0,32 |
| 275 | 68,7 | 29,4 | 2,0 | 2,84 | 1,19 | 3,72 | 0,118 | 0,32 |
| 279 | 69,6 | 28,5 | 1,9 | 2,81 | 1,19 | 3,76 | 0,118 | 0,32 |
| 282 | 70,6 | 27,8 | 1,7 | 2,80 | 1,21 | 3,79 | 0,118 | 0,32 |
| 286 | 71,2 | 27,1 | 1,7 | 2,77 | 1,23 | 3,82 | 0,118 | 0,32 |
| 290 | 72,1 | 26,3 | 1,6 | 2,75 | 1,25 | 3,85 | 0,118 | 0,32 |
| 293 | 72,8 | 25,8 | 1,4 | 2,74 | 1,26 | 3,88 | 0,118 | 0,32 |
| 297 | 73,1 | 25,4 | 1,4 | 2,72 | 1,28 | 3,92 | 0,118 | 0,33 |
| 301 | 73,6 | 25,0 | 1,4 | 2,71 | 1,29 | 3,94 | 0,118 | 0,33 |
| 304 | 74,0 | 24,6 | 1,4 | 2,70 | 1,31 | 3,96 | 0,119 | 0,33 |
| 308 | 74,4 | 24,2 | 1,4 | 2,68 | 1,32 | 3,99 | 0,119 | 0,33 |
| 312 | 75,0 | 23,8 | 1,2 | 2,68 | 1,34 | 4,01 | 0,119 | 0,33 |
| 315 | 75,1 | 23,6 | 1,3 | 2,66 | 1,35 | 4,01 | 0,119 | 0,34 |
| 319 | 75,3 | 23,5 | 1,3 | 2,66 | 1,35 | 4,01 | 0,119 | 0,34 |
| 323 | 75,5 | 23,2 | 1,3 | 2,64 | 1,36 | 4,01 | 0,119 | 0,34 |
| 326 | 75,8 | 23,0 | 1,2 | 2,64 | 1,38 | 3,99 | 0,118 | 0,35 |
| 330 | 75,7 | 22,9 | 1,4 | 2,63 | 1,38 | 3,99 | 0,118 | 0,35 |
| 334 | 76,0 | 22,6 | 1,3 | 2,62 | 1,39 | 4,00 | 0,118 | 0,35 |
| 337 | 76,2 | 22,6 | 1,2 | 2,62 | 1,40 | 3,98 | 0,118 | 0,35 |
| 341 | 76,6 | 22,2 | 1,2 | 2,61 | 1,42 | 3,99 | 0,118 | 0,35 |
| 345 | 76,8 | 22,0 | 1,2 | 2,60 | 1,42 | 3,99 | 0,119 | 0,36 |
| 348 | 76,9 | 21,8 | 1,3 | 2,59 | 1,41 | 3,99 | 0,119 | 0,35 |
| 352 | 76,9 | 21,7 | 1,3 | 2,58 | 1,42 | 3,99 | 0,118 | 0,36 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.15

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 356 | 77,2 | 21,6 | 1,2 | 2,59 | 1,44 | 3,98 | 0,118 | 0,36 |
| 359 | 77,3 | 21,4 | 1,3 | 2,58 | 1,44 | 3,96 | 0,118 | 0,36 |
| 363 | 77,4 | 21,4 | 1,3 | 2,58 | 1,43 | 3,95 | 0,118 | 0,36 |
| 367 | 77,5 | 21,3 | 1,2 | 2,58 | 1,45 | 3,95 | 0,118 | 0,37 |
| 370 | 77,5 | 21,2 | 1,3 | 2,56 | 1,45 | 3,94 | 0,117 | 0,37 |
| 374 | 78,0 | 21,0 | 1,0 | 2,59 | 1,45 | 3,95 | 0,118 | 0,37 |
| 378 | 77,7 | 21,0 | 1,3 | 2,55 | 1,45 | 3,95 | 0,118 | 0,37 |
| 381 | 78,0 | 20,8 | 1,2 | 2,56 | 1,45 | 3,96 | 0,118 | 0,37 |
| 385 | 78,2 | 20,5 | 1,3 | 2,54 | 1,46 | 3,96 | 0,118 | 0,37 |
| 389 | 78,5 | 20,2 | 1,3 | 2,53 | 1,47 | 3,97 | 0,118 | 0,37 |
| 392 | 79,0 | 19,9 | 1,1 | 2,53 | 1,49 | 3,99 | 0,118 | 0,37 |
| 396 | 79,3 | 19,6 | 1,0 | 2,53 | 1,51 | 4,02 | 0,119 | 0,38 |
| 400 | 79,8 | 19,2 | 1,0 | 2,52 | 1,54 | 4,03 | 0,119 | 0,38 |
| 403 | 79,7 | 19,2 | 1,1 | 2,51 | 1,52 | 4,02 | 0,119 | 0,38 |
| 407 | 80,1 | 18,9 | 1,1 | 2,50 | 1,52 | 4,04 | 0,119 | 0,38 |
| 411 | 80,3 | 18,7 | 1,0 | 2,49 | 1,52 | 4,04 | 0,119 | 0,38 |
| 414 | 80,8 | 18,3 | 0,9 | 2,49 | 1,54 | 4,06 | 0,119 | 0,38 |
| 418 | 81,0 | 18,1 | 0,9 | 2,49 | 1,53 | 4,05 | 0,119 | 0,38 |
| 422 | 81,0 | 17,9 | 1,0 | 2,47 | 1,53 | 4,05 | 0,119 | 0,38 |
| 425 | 80,6 | 18,0 | 1,4 | 2,44 | 1,49 | 4,03 | 0,118 | 0,37 |
| 429 | 81,8 | 17,0 | 1,3 | 2,42 | 1,45 | 4,25 | 0,118 | 0,34 |
| 433 | 82,9 | 16,1 | 1,0 | 2,40 | 1,37 | 4,48 | 0,118 | 0,31 |
| 436 | 83,2 | 15,6 | 1,2 | 2,37 | 1,35 | 4,66 | 0,118 | 0,29 |
| 440 | 83,7 | 15,1 | 1,1 | 2,36 | 1,34 | 4,77 | 0,118 | 0,28 |
| 444 | 84,1 | 14,8 | 1,2 | 2,35 | 1,33 | 4,87 | 0,119 | 0,27 |
| 447 | 84,2 | 14,6 | 1,2 | 2,34 | 1,31 | 4,93 | 0,119 | 0,27 |
| 451 | 84,4 | 14,5 | 1,2 | 2,34 | 1,31 | 4,98 | 0,118 | 0,26 |
| 455 | 84,6 | 14,2 | 1,2 | 2,33 | 1,31 | 4,99 | 0,118 | 0,26 |
| 458 | 84,6 | 14,2 | 1,2 | 2,33 | 1,32 | 5,00 | 0,118 | 0,26 |
| 462 | 84,6 | 14,1 | 1,3 | 2,32 | 1,30 | 5,02 | 0,118 | 0,26 |
| 466 | 84,7 | 14,0 | 1,3 | 2,32 | 1,32 | 5,02 | 0,117 | 0,26 |
| 469 | 84,6 | 14,1 | 1,3 | 2,32 | 1,31 | 5,02 | 0,117 | 0,26 |
| 473 | 84,5 | 14,2 | 1,3 | 2,32 | 1,31 | 5,02 | 0,117 | 0,26 |
| 477 | 84,5 | 14,2 | 1,3 | 2,32 | 1,31 | 5,01 | 0,117 | 0,26 |
| 480 | 84,5 | 14,2 | 1,3 | 2,32 | 1,31 | 5,01 | 0,117 | 0,26 |
| 484 | 84,6 | 14,2 | 1,2 | 2,33 | 1,32 | 5,00 | 0,117 | 0,26 |
| 488 | 84,5 | 14,2 | 1,3 | 2,32 | 1,32 | 5,02 | 0,117 | 0,26 |
| 491 | 84,6 | 14,1 | 1,3 | 2,31 | 1,33 | 5,02 | 0,117 | 0,26 |
| 495 | 84,6 | 14,1 | 1,3 | 2,32 | 1,32 | 5,02 | 0,117 | 0,26 |
| 499 | 84,7 | 14,0 | 1,3 | 2,31 | 1,32 | 5,04 | 0,117 | 0,26 |
| 502 | 84,6 | 14,1 | 1,3 | 2,32 | 1,32 | 5,03 | 0,117 | 0,26 |
| 506 | 84,8 | 13,9 | 1,2 | 2,32 | 1,33 | 5,03 | 0,117 | 0,26 |
| 510 | 84,7 | 14,0 | 1,3 | 2,31 | 1,32 | 5,03 | 0,117 | 0,26 |
| 513 | 85,0 | 13,9 | 1,1 | 2,32 | 1,32 | 5,04 | 0,116 | 0,26 |
| 517 | 84,7 | 14,1 | 1,3 | 2,31 | 1,31 | 5,03 | 0,116 | 0,26 |
| 521 | 84,8 | 14,0 | 1,2 | 2,32 | 1,31 | 5,03 | 0,116 | 0,26 |
| 524 | 84,8 | 14,0 | 1,2 | 2,31 | 1,31 | 5,05 | 0,116 | 0,26 |
| 528 | 84,6 | 14,1 | 1,3 | 2,31 | 1,31 | 5,08 | 0,116 | 0,26 |
| 532 | 85,4 | 13,5 | 1,1 | 2,31 | 1,31 | 5,11 | 0,116 | 0,26 |
| 535 | 85,2 | 13,6 | 1,2 | 2,31 | 1,30 | 5,13 | 0,115 | 0,25 |
| 539 | 85,3 | 13,5 | 1,1 | 2,31 | 1,29 | 5,13 | 0,115 | 0,25 |
| 543 | 85,0 | 13,9 | 1,1 | 2,32 | 1,28 | 5,13 | 0,115 | 0,25 |
| 546 | 85,1 | 13,6 | 1,3 | 2,30 | 1,28 | 5,12 | 0,115 | 0,25 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.15

| Zeit | α -C ₂ SH | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 550 | 84,9 | 13,8 | 1,3 | 2,31 | 1,28 | 5,11 | 0,114 | 0,25 |
| 554 | 84,8 | 13,8 | 1,3 | 2,30 | 1,28 | 5,09 | 0,114 | 0,25 |
| 557 | 85,0 | 13,8 | 1,2 | 2,31 | 1,27 | 5,08 | 0,114 | 0,25 |
| 561 | 84,7 | 13,9 | 1,4 | 2,31 | 1,28 | 5,07 | 0,114 | 0,25 |
| 565 | 84,8 | 14,0 | 1,3 | 2,31 | 1,29 | 5,06 | 0,114 | 0,25 |

Tabelle C.16.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 2. Pos. der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | – | – | 73,8 | 26,2 | 2,28 | – | – | – | – |
| 5 | – | – | 71,3 | 25,6 | 2,26 | – | – | – | – |
| 11 | 0,6 | – | 78,5 | 20,9 | 3,03 | – | – | 0,069 | – |
| 16 | 1,0 | – | 83,2 | 15,8 | 4,23 | – | – | 0,073 | – |
| 21 | 2,5 | – | 84,9 | 12,6 | 5,27 | 0,16 | – | 0,076 | – |
| 27 | 2,8 | – | 85,0 | 12,2 | 5,40 | 0,24 | – | – | – |
| 32 | 2,8 | – | 85,6 | 11,6 | 5,72 | 0,28 | – | – | – |
| 37 | 3,3 | – | 85,7 | 11,0 | 5,93 | 0,32 | – | – | – |
| 42 | 3,9 | – | 85,5 | 10,7 | 6,05 | 0,34 | – | – | – |
| 48 | 4,6 | – | 85,4 | 10,0 | 6,30 | 0,36 | – | – | – |
| 53 | 5,2 | – | 84,9 | 9,9 | 6,27 | 0,38 | – | 0,083 | – |
| 58 | 5,8 | – | 84,7 | 9,5 | 6,40 | 0,39 | – | 0,090 | – |
| 64 | 6,6 | – | 84,1 | 9,3 | 6,36 | 0,40 | – | 0,093 | – |
| 69 | 7,8 | – | 82,9 | 8,9 | 6,37 | 0,40 | 0,57 | 0,101 | 0,70 |
| 74 | 8,8 | 1,3 | 81,3 | 9,3 | 5,97 | 0,38 | 0,68 | 0,106 | 0,56 |
| 80 | 9,9 | 1,6 | 79,9 | 8,7 | 6,09 | 0,46 | 0,80 | 0,111 | 0,57 |
| 85 | 11,0 | 1,8 | 79,0 | 8,6 | 5,99 | 0,44 | 0,91 | 0,113 | 0,48 |
| 90 | 12,2 | 2,1 | 77,8 | 8,2 | 5,98 | 0,49 | 1,04 | 0,117 | 0,47 |
| 95 | 13,5 | 2,4 | 76,5 | 7,9 | 5,92 | 0,51 | 1,16 | 0,118 | 0,44 |
| 101 | 14,8 | 2,6 | 75,2 | 7,6 | 5,84 | 0,49 | 1,29 | 0,119 | 0,38 |
| 106 | 16,0 | 2,9 | 73,9 | 7,5 | 5,74 | 0,47 | 1,43 | 0,120 | 0,33 |
| 111 | 17,4 | 3,3 | 72,5 | 7,2 | 5,65 | 0,47 | 1,58 | 0,122 | 0,30 |
| 117 | 18,9 | 3,6 | 71,0 | 6,8 | 5,61 | 0,48 | 1,74 | 0,123 | 0,28 |
| 122 | 20,3 | 4,0 | 69,4 | 6,5 | 5,54 | 0,48 | 1,89 | 0,124 | 0,25 |
| 127 | 21,7 | 4,4 | 67,8 | 6,3 | 5,42 | 0,49 | 2,05 | 0,124 | 0,24 |
| 133 | 23,4 | 4,8 | 66,1 | 6,2 | 5,26 | 0,48 | 2,21 | 0,125 | 0,22 |
| 138 | 25,1 | 5,5 | 64,0 | 5,7 | 5,20 | 0,51 | 2,39 | 0,125 | 0,21 |
| 143 | 26,8 | 6,0 | 61,9 | 5,4 | 5,10 | 0,54 | 2,55 | 0,125 | 0,21 |
| 148 | 28,5 | 6,5 | 59,8 | 5,3 | 4,92 | 0,54 | 2,71 | 0,125 | 0,20 |
| 154 | 30,3 | 7,0 | 57,7 | 5,2 | 4,75 | 0,56 | 2,89 | 0,127 | 0,19 |
| 159 | 32,1 | 7,7 | 55,5 | 4,9 | 4,63 | 0,56 | 3,07 | 0,127 | 0,18 |
| 164 | 33,8 | 8,1 | 53,4 | 4,7 | 4,51 | 0,58 | 3,25 | 0,127 | 0,18 |
| 170 | 35,4 | 8,6 | 51,5 | 4,6 | 4,39 | 0,57 | 3,42 | 0,127 | 0,17 |
| 175 | 37,2 | 9,2 | 49,3 | 4,5 | 4,23 | 0,58 | 3,62 | 0,127 | 0,16 |
| 180 | 38,9 | 9,6 | 47,3 | 4,4 | 4,12 | 0,59 | 3,79 | 0,127 | 0,16 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.16

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 186 | 40,5 | 10,1 | 45,3 | 4,2 | 4,03 | 0,61 | 3,95 | 0,127 | 0,15 |
| 191 | 42,2 | 10,3 | 43,4 | 4,1 | 3,91 | 0,61 | 4,12 | 0,127 | 0,15 |
| 196 | 43,9 | 10,8 | 41,5 | 4,0 | 3,79 | 0,61 | 4,30 | 0,127 | 0,14 |
| 201 | 45,5 | 11,1 | 39,7 | 3,8 | 3,71 | 0,62 | 4,45 | 0,127 | 0,14 |
| 207 | 47,1 | 11,5 | 38,0 | 3,7 | 3,64 | 0,62 | 4,61 | 0,125 | 0,14 |
| 212 | 48,4 | 11,8 | 36,5 | 3,4 | 3,60 | 0,62 | 4,76 | 0,125 | 0,13 |
| 217 | 49,9 | 11,9 | 35,1 | 3,3 | 3,52 | 0,63 | 4,89 | 0,125 | 0,13 |
| 223 | 50,8 | 12,1 | 33,9 | 3,2 | 3,48 | 0,63 | 5,01 | 0,125 | 0,13 |
| 228 | 52,0 | 12,3 | 32,7 | 3,1 | 3,41 | 0,64 | 5,11 | 0,125 | 0,12 |
| 233 | 53,0 | 12,3 | 31,7 | 3,0 | 3,38 | 0,65 | 5,19 | 0,125 | 0,13 |
| 239 | 53,6 | 12,3 | 31,2 | 2,9 | 3,36 | 0,66 | 5,24 | 0,125 | 0,13 |
| 244 | 54,2 | 12,3 | 30,5 | 2,9 | 3,31 | 0,66 | 5,26 | 0,125 | 0,12 |
| 249 | 54,7 | 12,3 | 30,3 | 3,0 | 3,29 | 0,64 | 5,28 | 0,125 | 0,12 |
| 254 | 54,8 | 12,4 | 30,1 | 2,7 | 3,32 | 0,66 | 5,30 | 0,125 | 0,12 |
| 260 | 55,1 | 12,4 | 29,8 | 2,7 | 3,30 | 0,65 | 5,32 | 0,127 | 0,12 |
| 265 | 55,3 | 12,5 | 29,5 | 2,7 | 3,30 | 0,64 | 5,32 | 0,127 | 0,12 |
| 270 | 55,5 | 12,3 | 29,5 | 2,7 | 3,28 | 0,63 | 5,34 | 0,127 | 0,12 |
| 276 | 56,0 | 12,5 | 28,9 | 2,6 | 3,27 | 0,60 | 5,35 | 0,127 | 0,11 |
| 281 | 56,3 | 12,7 | 28,5 | 2,5 | 3,26 | 0,61 | 5,35 | 0,127 | 0,11 |
| 286 | 56,0 | 12,9 | 28,6 | 2,5 | 3,29 | 0,62 | 5,35 | 0,127 | 0,12 |
| 292 | 56,5 | 13,1 | 27,9 | 2,5 | 3,26 | 0,64 | 5,34 | 0,127 | 0,12 |
| 297 | 56,5 | 13,2 | 27,8 | 2,5 | 3,26 | 0,65 | 5,31 | 0,127 | 0,12 |
| 302 | 56,1 | 13,5 | 28,0 | 2,5 | 3,28 | 0,68 | 5,32 | 0,127 | 0,13 |
| 307 | 56,2 | 13,6 | 27,7 | 2,5 | 3,26 | 0,72 | 5,31 | 0,127 | 0,14 |
| 313 | 56,4 | 13,8 | 27,3 | 2,5 | 3,25 | 0,76 | 5,31 | 0,127 | 0,14 |
| 318 | 56,5 | 13,8 | 27,3 | 2,4 | 3,26 | 0,76 | 5,29 | 0,127 | 0,14 |
| 323 | 56,4 | 13,9 | 27,2 | 2,4 | 3,26 | 0,77 | 5,29 | 0,127 | 0,15 |
| 329 | 56,3 | 14,1 | 27,2 | 2,4 | 3,27 | 0,77 | 5,27 | 0,127 | 0,15 |
| 334 | 56,3 | 14,2 | 27,1 | 2,4 | 3,28 | 0,76 | 5,26 | 0,127 | 0,14 |
| 339 | 56,3 | 13,8 | 27,4 | 2,4 | 3,28 | 0,77 | 5,24 | 0,127 | 0,15 |
| 345 | 56,3 | 14,2 | 27,0 | 2,5 | 3,26 | 0,75 | 5,24 | 0,127 | 0,14 |
| 350 | 56,2 | 14,3 | 27,0 | 2,5 | 3,27 | 0,75 | 5,25 | 0,127 | 0,14 |
| 355 | 56,1 | 14,1 | 27,3 | 2,4 | 3,28 | 0,76 | 5,27 | 0,127 | 0,14 |
| 360 | 56,3 | 14,5 | 26,8 | 2,5 | 3,26 | 0,76 | 5,28 | 0,127 | 0,14 |
| 366 | 56,1 | 14,3 | 27,1 | 2,4 | 3,28 | 0,77 | 5,27 | 0,127 | 0,15 |
| 371 | 56,2 | 14,5 | 26,8 | 2,5 | 3,26 | 0,76 | 5,27 | 0,127 | 0,14 |
| 376 | 56,2 | 14,5 | 26,8 | 2,5 | 3,26 | 0,75 | 5,27 | 0,127 | 0,14 |
| 382 | 56,2 | 14,5 | 26,8 | 2,5 | 3,26 | 0,74 | 5,27 | 0,127 | 0,14 |
| 387 | 56,2 | 14,5 | 26,7 | 2,5 | 3,25 | 0,73 | 5,25 | 0,127 | 0,14 |
| 392 | 55,9 | 14,3 | 26,7 | 2,6 | 3,24 | 0,74 | 5,24 | 0,127 | 0,14 |
| 398 | 55,6 | 14,5 | 27,2 | 3,1 | 3,19 | 0,70 | 5,24 | 0,127 | 0,13 |
| 403 | 56,0 | 14,5 | 26,9 | 2,7 | 3,23 | 0,74 | 5,24 | 0,127 | 0,14 |
| 408 | 56,0 | 14,4 | 26,9 | 2,6 | 3,24 | 0,74 | 5,25 | 0,127 | 0,14 |
| 413 | 56,0 | 14,4 | 26,9 | 2,6 | 3,24 | 0,74 | 5,25 | 0,127 | 0,14 |
| 419 | 56,1 | 14,4 | 26,8 | 2,7 | 3,23 | 0,73 | 5,25 | 0,127 | 0,14 |
| 424 | 56,0 | 14,4 | 26,9 | 2,7 | 3,23 | 0,72 | 5,26 | 0,127 | 0,14 |
| 429 | 55,9 | 14,5 | 26,9 | 2,7 | 3,23 | 0,71 | 5,26 | 0,127 | 0,13 |
| 435 | 55,8 | 14,3 | 27,1 | 2,7 | 3,23 | 0,69 | 5,25 | 0,127 | 0,13 |
| 440 | 55,9 | 14,4 | 26,9 | 2,8 | 3,21 | 0,70 | 5,27 | 0,127 | 0,13 |
| 445 | 56,0 | 14,4 | 26,9 | 2,8 | 3,22 | 0,72 | 5,29 | 0,127 | 0,14 |
| 451 | 55,9 | 14,4 | 27,0 | 2,7 | 3,23 | 0,70 | 5,29 | 0,127 | 0,13 |
| 456 | 56,2 | 14,4 | 26,7 | 2,7 | 3,21 | 0,71 | 5,28 | 0,127 | 0,13 |
| 461 | 56,3 | 14,6 | 26,5 | 2,7 | 3,22 | 0,69 | 5,31 | 0,127 | 0,13 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.16

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 466 | 56,3 | 14,6 | 26,6 | 2,6 | 3,23 | 0,71 | 5,32 | 0,127 | 0,13 |
| 472 | 56,1 | 14,7 | 26,6 | 2,6 | 3,25 | 0,70 | 5,31 | 0,127 | 0,13 |
| 477 | 56,2 | 14,5 | 26,7 | 2,6 | 3,23 | 0,70 | 5,30 | 0,127 | 0,13 |
| 482 | 56,2 | 14,5 | 26,7 | 2,7 | 3,22 | 0,68 | 5,30 | 0,127 | 0,13 |
| 488 | 56,2 | 14,5 | 26,7 | 2,7 | 3,23 | 0,69 | 5,29 | 0,127 | 0,13 |
| 493 | 56,1 | 14,3 | 26,8 | 2,7 | 3,23 | 0,70 | 5,28 | 0,127 | 0,13 |
| 498 | 56,1 | 14,5 | 26,6 | 2,7 | 3,22 | 0,69 | 5,27 | 0,127 | 0,13 |
| 504 | 56,2 | 14,4 | 26,6 | 2,7 | 3,21 | 0,70 | 5,27 | 0,127 | 0,13 |
| 509 | 56,0 | 14,4 | 26,8 | 2,8 | 3,21 | 0,72 | 5,26 | 0,127 | 0,14 |
| 514 | 55,9 | 14,5 | 26,8 | 2,7 | 3,22 | 0,70 | 5,25 | 0,127 | 0,13 |
| 519 | 56,0 | 14,4 | 26,7 | 2,8 | 3,21 | 0,69 | 5,25 | 0,127 | 0,13 |
| 525 | 56,0 | 14,7 | 26,6 | 2,8 | 3,20 | 0,69 | 5,28 | 0,127 | 0,13 |
| 530 | 55,9 | 14,6 | 26,7 | 2,8 | 3,21 | 0,68 | 5,27 | 0,127 | 0,13 |
| 535 | 56,0 | 14,4 | 26,7 | 2,9 | 3,20 | 0,64 | 5,25 | 0,127 | 0,12 |
| 541 | 55,9 | 14,4 | 26,7 | 2,9 | 3,20 | 0,67 | 5,24 | 0,127 | 0,13 |
| 546 | 56,0 | 14,3 | 26,8 | 2,9 | 3,18 | 0,66 | 5,26 | 0,127 | 0,13 |
| 551 | 55,8 | 14,4 | 26,8 | 2,9 | 3,20 | 0,68 | 5,25 | 0,127 | 0,13 |
| 557 | 56,0 | 14,4 | 26,8 | 3,0 | 3,18 | 0,65 | 5,25 | 0,127 | 0,12 |
| 562 | 56,0 | 14,4 | 26,7 | 2,9 | 3,19 | 0,63 | 5,26 | 0,127 | 0,12 |
| 567 | 56,2 | 14,3 | 26,8 | 2,8 | 3,20 | 0,66 | 5,27 | 0,127 | 0,12 |
| 572 | 56,1 | 14,3 | 26,8 | 2,8 | 3,21 | 0,69 | 5,28 | 0,127 | 0,13 |
| 578 | 56,1 | 14,3 | 26,9 | 2,8 | 3,21 | 0,77 | 5,28 | 0,127 | 0,15 |
| 583 | 56,2 | 14,0 | 27,0 | 2,7 | 3,22 | 0,75 | 5,24 | 0,127 | 0,14 |
| 588 | 55,6 | 11,3 | 28,5 | 2,8 | 3,19 | 0,63 | 4,89 | 0,124 | 0,13 |
| 594 | 53,7 | 10,2 | 29,8 | 4,6 | 2,98 | 0,65 | 4,21 | 0,119 | 0,15 |
| 599 | 52,5 | 9,8 | 30,6 | 6,4 | 2,78 | 0,81 | 3,69 | 0,118 | 0,22 |
| 604 | 51,6 | 9,7 | 30,9 | 7,2 | 2,70 | 0,85 | 3,26 | 0,117 | 0,26 |
| 610 | 51,0 | 9,6 | 31,3 | 7,8 | 2,65 | 0,88 | 3,13 | 0,118 | 0,28 |
| 615 | 50,1 | 9,6 | 31,7 | 8,1 | 2,64 | 0,92 | 2,86 | 0,117 | 0,32 |
| 620 | 50,0 | 9,4 | 31,7 | 8,6 | 2,58 | 1,00 | 2,57 | 0,116 | 0,39 |
| 625 | 48,9 | 9,9 | 31,8 | 8,9 | 2,57 | 1,11 | 2,44 | 0,114 | 0,45 |
| 631 | 48,5 | 9,8 | 31,9 | 9,4 | 2,53 | 1,10 | 2,31 | 0,114 | 0,48 |
| 636 | 48,1 | 9,9 | 32,8 | 9,8 | 2,52 | 1,20 | 2,24 | 0,114 | 0,53 |
| 641 | 47,3 | 10,0 | 33,7 | 9,2 | 2,62 | 1,20 | 2,19 | 0,116 | 0,55 |
| 647 | 46,9 | 10,0 | 34,0 | 8,9 | 2,66 | 1,18 | 2,15 | 0,116 | 0,55 |
| 652 | 46,4 | 10,1 | 34,5 | 9,1 | 2,67 | 1,17 | 2,15 | 0,117 | 0,55 |
| 657 | 46,2 | 10,2 | 34,5 | 9,1 | 2,67 | 1,19 | 2,11 | 0,116 | 0,56 |
| 663 | 46,1 | 10,0 | 34,8 | 9,0 | 2,69 | 1,17 | 2,07 | 0,116 | 0,57 |
| 668 | 46,0 | 10,0 | 35,0 | 9,1 | 2,69 | 1,18 | 2,06 | 0,117 | 0,57 |
| 673 | 46,0 | 10,0 | 35,1 | 9,0 | 2,70 | 1,18 | 2,05 | 0,117 | 0,57 |
| 678 | 45,8 | 10,0 | 35,3 | 8,9 | 2,72 | 1,18 | 2,05 | 0,117 | 0,57 |
| 684 | 45,7 | 10,1 | 36,2 | 9,0 | 2,75 | 1,20 | 2,07 | 0,117 | 0,58 |
| 689 | 45,8 | 10,0 | 36,5 | 8,0 | 2,87 | 1,20 | 2,11 | 0,118 | 0,57 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.17.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 3. Pos. der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|-------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | – | – | 81,8 | 18,2 | 3,64 | – | – | – | – |
| 5 | – | – | 80,9 | 19,1 | 3,42 | – | – | – | – |
| 11 | 1,2 | – | 83,7 | 15,1 | 4,42 | – | – | – | – |
| 16 | 2,5 | – | 86,9 | 10,6 | 6,34 | – | – | – | – |
| 21 | 3,5 | – | 89,0 | 7,5 | 8,65 | 0,19 | – | 0,100 | – |
| 27 | 3,9 | – | 90,0 | 6,1 | 10,28 | 0,38 | – | – | – |
| 32 | 4,4 | – | 90,5 | 5,1 | 11,75 | 0,51 | – | 0,071 | – |
| 37 | 4,9 | – | 90,7 | 4,4 | 12,81 | 0,58 | – | 0,089 | – |
| 42 | 5,4 | – | 90,7 | 3,8 | 13,90 | 0,64 | – | 0,099 | – |
| 48 | 6,5 | – | 90,3 | 3,3 | 14,60 | 0,71 | 0,58 | 0,106 | 1,21 |
| 53 | 7,7 | – | 89,3 | 2,9 | 14,39 | 0,73 | 0,74 | 0,112 | 0,99 |
| 58 | 9,0 | – | 88,3 | 2,7 | 14,02 | 0,76 | 0,89 | 0,116 | 0,85 |
| 64 | 10,4 | – | 87,0 | 2,6 | 13,20 | 0,79 | 1,06 | 0,118 | 0,75 |
| 69 | 11,8 | – | 85,9 | 2,4 | 12,68 | 0,82 | 1,23 | 0,118 | 0,67 |
| 74 | 13,9 | 2,1 | 82,0 | 2,1 | 11,83 | 0,89 | 1,39 | 0,119 | 0,64 |
| 80 | 15,2 | 2,3 | 80,5 | 2,0 | 11,28 | 0,93 | 1,54 | 0,119 | 0,60 |
| 85 | 16,7 | 2,4 | 79,1 | 1,8 | 10,73 | 0,96 | 1,71 | 0,120 | 0,56 |
| 90 | 18,0 | 2,9 | 77,3 | 1,7 | 10,22 | 0,92 | 1,86 | 0,120 | 0,49 |
| 95 | 19,3 | 3,2 | 75,8 | 1,6 | 9,78 | 1,00 | 2,00 | 0,122 | 0,50 |
| 101 | 20,7 | 3,7 | 74,0 | 1,6 | 9,26 | 1,03 | 2,14 | 0,122 | 0,48 |
| 106 | 21,9 | 4,1 | 72,4 | 1,6 | 8,82 | 1,07 | 2,27 | 0,123 | 0,47 |
| 111 | 23,1 | 4,5 | 70,9 | 1,6 | 8,46 | 1,10 | 2,39 | 0,123 | 0,46 |
| 117 | 24,3 | 4,8 | 69,4 | 1,5 | 8,11 | 1,13 | 2,51 | 0,124 | 0,45 |
| 122 | 25,3 | 5,1 | 68,1 | 1,5 | 7,84 | 1,12 | 2,62 | 0,124 | 0,43 |
| 127 | 26,4 | 5,6 | 66,4 | 1,5 | 7,49 | 1,15 | 2,74 | 0,124 | 0,42 |
| 133 | 27,4 | 6,0 | 65,2 | 1,4 | 7,32 | 1,17 | 2,84 | 0,125 | 0,41 |
| 138 | 28,6 | 6,4 | 63,7 | 1,3 | 7,10 | 1,19 | 2,95 | 0,125 | 0,40 |
| 143 | 29,6 | 6,9 | 62,2 | 1,3 | 6,86 | 1,22 | 3,06 | 0,125 | 0,40 |
| 148 | 30,6 | 7,3 | 60,8 | 1,3 | 6,64 | 1,26 | 3,17 | 0,127 | 0,40 |
| 154 | 31,7 | 7,3 | 59,7 | 1,3 | 6,45 | 1,32 | 3,28 | 0,127 | 0,40 |
| 159 | 32,6 | 8,0 | 58,0 | 1,3 | 6,25 | 1,32 | 3,37 | 0,127 | 0,39 |
| 164 | 33,7 | 8,5 | 56,5 | 1,2 | 6,07 | 1,33 | 3,48 | 0,127 | 0,38 |
| 170 | 34,8 | 8,4 | 55,6 | 1,2 | 5,93 | 1,40 | 3,58 | 0,127 | 0,39 |
| 175 | 35,8 | 9,1 | 53,9 | 1,2 | 5,76 | 1,43 | 3,69 | 0,127 | 0,39 |
| 180 | 36,6 | 9,7 | 52,6 | 1,1 | 5,67 | 1,37 | 3,77 | 0,127 | 0,36 |
| 186 | 37,3 | 9,9 | 51,7 | 1,1 | 5,57 | 1,40 | 3,85 | 0,127 | 0,36 |
| 191 | 38,5 | 9,8 | 50,7 | 1,0 | 5,41 | 1,49 | 3,94 | 0,127 | 0,38 |
| 196 | 39,2 | 10,6 | 49,3 | 1,0 | 5,32 | 1,49 | 4,03 | 0,127 | 0,37 |
| 201 | 40,1 | 10,6 | 48,3 | 1,0 | 5,20 | 1,49 | 4,12 | 0,127 | 0,36 |
| 207 | 40,5 | 11,1 | 47,5 | 0,9 | 5,15 | 1,48 | 4,17 | 0,127 | 0,36 |
| 212 | 41,1 | 11,4 | 46,6 | 0,9 | 5,08 | 1,49 | 4,21 | 0,127 | 0,35 |
| 217 | 41,9 | 11,4 | 45,8 | 0,9 | 4,99 | 1,52 | 4,27 | 0,127 | 0,35 |
| 223 | 42,7 | 11,2 | 45,3 | 0,8 | 4,91 | 1,53 | 4,32 | 0,127 | 0,35 |
| 228 | 43,1 | 11,8 | 44,3 | 0,8 | 4,86 | 1,56 | 4,38 | 0,127 | 0,36 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.17

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 233 | 43,5 | 12,4 | 43,3 | 0,8 | 4,81 | 1,58 | 4,42 | 0,127 | 0,36 |
| 239 | 44,1 | 12,3 | 42,9 | 0,8 | 4,77 | 1,62 | 4,47 | 0,127 | 0,36 |
| 244 | 44,4 | 13,0 | 41,9 | 0,8 | 4,72 | 1,66 | 4,50 | 0,127 | 0,37 |
| 249 | 44,7 | 13,1 | 41,5 | 0,8 | 4,68 | 1,68 | 4,52 | 0,128 | 0,37 |
| 254 | 44,8 | 13,1 | 41,4 | 0,7 | 4,68 | 1,68 | 4,55 | 0,128 | 0,37 |
| 260 | 44,8 | 13,6 | 40,8 | 0,7 | 4,68 | 1,65 | 4,55 | 0,128 | 0,36 |
| 265 | 45,0 | 13,5 | 40,8 | 0,7 | 4,66 | 1,65 | 4,56 | 0,128 | 0,36 |
| 270 | 45,5 | 12,6 | 41,3 | 0,7 | 4,64 | 1,56 | 4,55 | 0,128 | 0,34 |
| 276 | 44,6 | 13,9 | 40,9 | 0,6 | 4,73 | 1,53 | 4,53 | 0,128 | 0,34 |
| 281 | 44,2 | 15,5 | 39,6 | 0,6 | 4,76 | 1,46 | 4,53 | 0,129 | 0,32 |
| 286 | 43,9 | 16,4 | 39,0 | 0,7 | 4,76 | 1,43 | 4,53 | 0,129 | 0,32 |
| 292 | 43,6 | 17,4 | 38,3 | 0,6 | 4,79 | 1,38 | 4,52 | 0,129 | 0,31 |
| 297 | 43,3 | 18,1 | 38,1 | 0,6 | 4,85 | 1,21 | 4,53 | 0,130 | 0,27 |
| 302 | 43,0 | 18,2 | 38,3 | 0,5 | 4,90 | 1,15 | 4,51 | 0,130 | 0,26 |
| 307 | 44,2 | 17,1 | 38,0 | 0,7 | 4,72 | 1,29 | 4,50 | 0,130 | 0,29 |
| 313 | 43,6 | 17,5 | 38,4 | 0,5 | 4,83 | 1,17 | 4,48 | 0,130 | 0,26 |
| 318 | 43,6 | 17,6 | 38,2 | 0,6 | 4,83 | 1,18 | 4,48 | 0,130 | 0,26 |
| 323 | 43,4 | 17,7 | 38,3 | 0,6 | 4,85 | 1,14 | 4,47 | 0,130 | 0,26 |
| 329 | 43,2 | 18,2 | 38,1 | 0,5 | 4,88 | 1,15 | 4,47 | 0,130 | 0,26 |
| 334 | 43,3 | 18,1 | 38,0 | 0,6 | 4,85 | 1,16 | 4,47 | 0,130 | 0,26 |
| 339 | 43,4 | 18,3 | 37,7 | 0,5 | 4,85 | 1,19 | 4,50 | 0,130 | 0,27 |
| 345 | 42,9 | 18,8 | 37,7 | 0,6 | 4,87 | 1,18 | 4,49 | 0,130 | 0,26 |
| 350 | 42,8 | 18,9 | 37,8 | 0,5 | 4,91 | 1,17 | 4,47 | 0,130 | 0,26 |
| 355 | 42,8 | 19,0 | 37,7 | 0,6 | 4,90 | 1,20 | 4,47 | 0,130 | 0,27 |
| 360 | 42,6 | 19,4 | 37,5 | 0,5 | 4,94 | 1,24 | 4,48 | 0,130 | 0,28 |
| 366 | 42,4 | 19,4 | 37,7 | 0,5 | 4,96 | 1,20 | 4,47 | 0,130 | 0,27 |
| 371 | 42,2 | 19,6 | 37,6 | 0,6 | 4,95 | 1,23 | 4,48 | 0,130 | 0,27 |
| 376 | 42,0 | 19,7 | 37,6 | 0,7 | 4,93 | 1,24 | 4,48 | 0,130 | 0,28 |
| 382 | 42,1 | 19,7 | 37,6 | 0,6 | 4,95 | 1,27 | 4,49 | 0,130 | 0,28 |
| 387 | 43,5 | 17,9 | 38,1 | 0,5 | 4,84 | 1,29 | 4,52 | 0,130 | 0,29 |
| 392 | 42,5 | 19,8 | 37,1 | 0,6 | 4,90 | 1,35 | 4,52 | 0,130 | 0,30 |
| 398 | 43,6 | 17,9 | 37,9 | 0,6 | 4,79 | 1,32 | 4,52 | 0,130 | 0,29 |
| 403 | 43,5 | 17,9 | 38,0 | 0,6 | 4,81 | 1,34 | 4,53 | 0,130 | 0,30 |
| 408 | 41,7 | 21,0 | 36,5 | 0,7 | 4,93 | 1,41 | 4,54 | 0,131 | 0,31 |
| 413 | 41,7 | 20,7 | 36,8 | 0,8 | 4,92 | 1,42 | 4,54 | 0,131 | 0,31 |
| 419 | 41,4 | 21,0 | 36,7 | 0,9 | 4,92 | 1,42 | 4,54 | 0,130 | 0,31 |
| 424 | 43,0 | 19,1 | 37,3 | 0,6 | 4,86 | 1,42 | 4,54 | 0,131 | 0,31 |
| 429 | 43,0 | 19,2 | 37,2 | 0,6 | 4,84 | 1,43 | 4,55 | 0,131 | 0,32 |
| 435 | 43,4 | 19,0 | 37,0 | 0,6 | 4,80 | 1,44 | 4,57 | 0,131 | 0,31 |
| 440 | 43,4 | 18,9 | 37,1 | 0,6 | 4,80 | 1,44 | 4,56 | 0,131 | 0,31 |
| 445 | 43,5 | 17,9 | 38,0 | 0,6 | 4,80 | 1,43 | 4,54 | 0,130 | 0,32 |
| 451 | 43,5 | 18,2 | 37,7 | 0,6 | 4,81 | 1,44 | 4,55 | 0,130 | 0,32 |
| 456 | 43,4 | 18,1 | 37,9 | 0,6 | 4,82 | 1,44 | 4,55 | 0,130 | 0,32 |
| 461 | 43,5 | 17,9 | 38,0 | 0,6 | 4,81 | 1,43 | 4,54 | 0,130 | 0,32 |
| 466 | 43,2 | 18,5 | 37,7 | 0,6 | 4,83 | 1,44 | 4,54 | 0,130 | 0,32 |
| 472 | 43,1 | 18,1 | 38,3 | 0,6 | 4,86 | 1,44 | 4,53 | 0,130 | 0,32 |
| 477 | 43,1 | 18,2 | 38,1 | 0,7 | 4,83 | 1,46 | 4,53 | 0,130 | 0,32 |
| 482 | 43,2 | 18,4 | 37,7 | 0,7 | 4,82 | 1,45 | 4,55 | 0,130 | 0,32 |
| 488 | 43,4 | 18,2 | 37,8 | 0,7 | 4,79 | 1,47 | 4,57 | 0,130 | 0,32 |
| 493 | 43,6 | 18,3 | 37,5 | 0,6 | 4,78 | 1,45 | 4,57 | 0,130 | 0,32 |
| 498 | 43,7 | 18,3 | 37,3 | 0,7 | 4,76 | 1,47 | 4,58 | 0,130 | 0,32 |
| 504 | 43,5 | 18,7 | 37,1 | 0,7 | 4,77 | 1,46 | 4,58 | 0,131 | 0,32 |
| 509 | 43,7 | 18,1 | 37,5 | 0,7 | 4,75 | 1,46 | 4,59 | 0,131 | 0,32 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.17

| Zeit | α -C ₂ SH | Calcit | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|--------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 514 | 44,0 | 18,2 | 37,2 | 0,6 | 4,74 | 1,49 | 4,59 | 0,131 | 0,33 |
| 519 | 43,9 | 18,3 | 37,1 | 0,7 | 4,74 | 1,49 | 4,60 | 0,131 | 0,32 |
| 525 | 43,0 | 19,4 | 36,9 | 0,8 | 4,79 | 1,49 | 4,59 | 0,131 | 0,32 |
| 530 | 42,9 | 19,4 | 36,9 | 0,7 | 4,81 | 1,50 | 4,59 | 0,131 | 0,33 |
| 535 | 43,2 | 19,4 | 36,7 | 0,7 | 4,77 | 1,51 | 4,62 | 0,131 | 0,33 |
| 541 | 43,3 | 19,6 | 36,4 | 0,8 | 4,76 | 1,51 | 4,63 | 0,131 | 0,33 |
| 546 | 43,3 | 19,6 | 36,4 | 0,8 | 4,75 | 1,52 | 4,63 | 0,131 | 0,33 |
| 551 | 43,2 | 19,7 | 36,3 | 0,7 | 4,77 | 1,53 | 4,63 | 0,131 | 0,33 |
| 557 | 43,3 | 19,8 | 36,2 | 0,7 | 4,75 | 1,51 | 4,63 | 0,131 | 0,33 |
| 562 | 43,1 | 19,9 | 36,2 | 0,7 | 4,78 | 1,55 | 4,64 | 0,131 | 0,33 |
| 567 | 43,2 | 19,8 | 36,3 | 0,7 | 4,78 | 1,52 | 4,64 | 0,131 | 0,33 |
| 572 | 43,1 | 19,9 | 36,3 | 0,7 | 4,79 | 1,52 | 4,64 | 0,130 | 0,33 |
| 578 | 41,2 | 19,7 | 38,2 | 1,0 | 4,92 | 1,23 | 4,64 | 0,130 | 0,27 |
| 583 | 43,4 | 19,5 | 36,4 | 1,5 | 4,52 | 1,50 | 4,65 | 0,131 | 0,32 |
| 588 | 43,0 | 19,8 | 36,4 | 0,9 | 4,74 | 1,36 | 5,08 | 0,128 | 0,27 |
| 594 | 43,8 | 18,5 | 36,9 | 0,8 | 4,70 | 1,51 | 5,15 | 0,128 | 0,29 |
| 599 | 43,2 | 18,8 | 37,2 | 0,9 | 4,74 | 1,56 | 5,14 | 0,129 | 0,30 |
| 604 | 43,7 | 20,8 | 34,9 | 0,6 | 4,73 | 1,72 | 5,12 | 0,130 | 0,34 |
| 610 | 43,4 | 21,4 | 34,5 | 0,7 | 4,74 | 1,82 | 5,11 | 0,130 | 0,36 |
| 615 | 43,7 | 21,7 | 34,0 | 0,7 | 4,70 | 1,87 | 5,12 | 0,130 | 0,36 |
| 620 | 43,9 | 21,2 | 34,1 | 0,8 | 4,66 | 1,94 | 5,13 | 0,130 | 0,38 |
| 625 | 43,9 | 21,7 | 33,6 | 0,8 | 4,65 | 1,94 | 5,15 | 0,130 | 0,38 |
| 631 | 44,5 | 20,6 | 34,1 | 0,8 | 4,59 | 1,97 | 5,17 | 0,130 | 0,38 |
| 636 | 44,6 | 20,3 | 34,4 | 0,8 | 4,60 | 1,95 | 5,12 | 0,131 | 0,38 |
| 641 | 44,5 | 20,0 | 34,7 | 0,8 | 4,60 | 1,99 | 5,08 | 0,133 | 0,39 |
| 647 | 44,7 | 19,7 | 34,8 | 0,8 | 4,59 | 1,98 | 5,05 | 0,134 | 0,39 |
| 652 | 44,7 | 19,9 | 34,7 | 0,8 | 4,57 | 2,00 | 5,02 | 0,134 | 0,40 |
| 657 | 44,7 | 19,9 | 34,6 | 0,8 | 4,58 | 2,01 | 5,03 | 0,133 | 0,40 |
| 663 | 44,7 | 20,0 | 34,5 | 0,8 | 4,57 | 2,02 | 5,03 | 0,133 | 0,40 |
| 668 | 44,7 | 19,9 | 34,6 | 0,8 | 4,57 | 2,00 | 5,03 | 0,134 | 0,40 |
| 673 | 44,8 | 19,8 | 34,6 | 0,8 | 4,55 | 2,01 | 5,03 | 0,133 | 0,40 |
| 678 | 44,8 | 19,8 | 34,6 | 0,8 | 4,56 | 2,00 | 5,03 | 0,133 | 0,40 |
| 684 | 44,8 | 20,0 | 34,4 | 0,8 | 4,57 | 1,94 | 5,04 | 0,134 | 0,38 |
| 689 | 44,9 | 19,5 | 34,6 | 0,9 | 4,53 | 1,96 | 5,03 | 0,134 | 0,39 |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.18.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 1. Pos. der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | 3,7 | - | - | 77,0 | 19,3 | - | 3,17 | 0,73 | - | 0,030 | - |
| 4 | 3,4 | - | - | 78,2 | 18,5 | - | 3,35 | 0,80 | - | 0,046 | - |
| 7 | 2,8 | - | - | 78,8 | 18,5 | - | 3,39 | 0,77 | - | 0,044 | - |
| 11 | 2,8 | - | - | 75,7 | 21,5 | - | 2,82 | 0,46 | - | 0,037 | - |
| 15 | 1,5 | - | - | 77,6 | 20,9 | - | 2,98 | 0,07 | - | 0,020 | - |
| 19 | 4,8 | - | - | 74,1 | 21,1 | - | 2,80 | 0,12 | - | 0,058 | - |
| 22 | 1,9 | - | - | 71,5 | 26,6 | - | 2,18 | 0,15 | - | - | - |
| 26 | 2,4 | - | - | 72,5 | 25,1 | - | 2,33 | 0,21 | - | - | - |
| 30 | 2,7 | - | - | 72,8 | 24,5 | - | 2,40 | 0,23 | - | - | - |
| 34 | 3,0 | - | - | 72,6 | 24,4 | - | 2,40 | 0,24 | - | - | - |
| 37 | 5,9 | - | - | 77,4 | 16,7 | - | 3,59 | 0,31 | - | - | - |
| 41 | 5,9 | - | - | 77,9 | 16,2 | - | 3,71 | 0,33 | - | - | - |
| 45 | 7,1 | 1,4 | - | 75,5 | 16,0 | - | 3,50 | 0,34 | - | - | - |
| 48 | 7,1 | 1,8 | - | 75,5 | 15,6 | - | 3,54 | 0,33 | - | - | - |
| 52 | 7,0 | 2,5 | - | 74,9 | 15,6 | - | 3,47 | 0,34 | - | - | - |
| 56 | 8,9 | 2,0 | - | 73,8 | 15,4 | - | 3,46 | 0,34 | - | - | - |
| 60 | 9,4 | 2,1 | - | 73,0 | 15,4 | - | 3,39 | 0,34 | - | 0,059 | - |
| 63 | 9,2 | 2,5 | - | 72,8 | 15,5 | - | 3,35 | 0,35 | - | 0,063 | - |
| 67 | 10,8 | 2,8 | - | 71,2 | 15,2 | - | 3,28 | 0,34 | - | 0,066 | - |
| 71 | 11,2 | 2,8 | - | 70,8 | 15,2 | - | 3,26 | 0,33 | - | 0,058 | - |
| 74 | 11,1 | 2,7 | - | 70,9 | 15,3 | - | 3,25 | 0,34 | - | 0,060 | - |
| 78 | 11,8 | 2,7 | - | 70,4 | 15,2 | - | 3,24 | 0,35 | - | 0,062 | - |
| 82 | 12,3 | 3,0 | - | 69,7 | 15,0 | - | 3,21 | 0,36 | - | 0,064 | - |
| 86 | 12,8 | 8,3 | - | 63,6 | 15,3 | - | 2,69 | 0,31 | - | 0,063 | - |
| 89 | 14,1 | 8,4 | - | 62,8 | 14,7 | - | 2,72 | 0,36 | - | 0,065 | - |
| 93 | 14,1 | 7,7 | 1,1 | 62,2 | 15,0 | - | 2,72 | 0,27 | 0,03 | 0,066 | 9,53 |
| 97 | 14,3 | 8,8 | 1,4 | 61,3 | 14,1 | - | 2,75 | 0,28 | 0,08 | 0,067 | 3,51 |
| 101 | 15,8 | 7,2 | 1,2 | 61,3 | 14,6 | - | 2,74 | 0,28 | 0,12 | 0,068 | 2,36 |
| 104 | 16,2 | 7,9 | 1,3 | 59,9 | 14,6 | - | 2,66 | 0,25 | 0,16 | 0,069 | 1,54 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.18

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 108 | 16,2 | 7,9 | 1,3 | 59,9 | 14,6 | - | 2,66 | 0,25 | 0,21 | 0,070 | 1,19 |
| 112 | 16,3 | 7,9 | 1,3 | 59,9 | 14,6 | - | 2,66 | 0,25 | 0,25 | 0,070 | 1,00 |
| 115 | 16,2 | 7,9 | 1,3 | 59,9 | 14,6 | - | 2,66 | 0,25 | 0,29 | 0,070 | 0,86 |
| 119 | 16,2 | 7,9 | 1,3 | 59,9 | 14,6 | - | 2,66 | 0,25 | 0,33 | 0,071 | 0,76 |
| 123 | 18,1 | 9,5 | 3,3 | 56,6 | 12,5 | - | 2,76 | 0,14 | 0,38 | 0,072 | 0,35 |
| 127 | 18,7 | 9,7 | 3,5 | 55,8 | 12,3 | - | 2,74 | 0,12 | 0,43 | 0,072 | 0,28 |
| 130 | 19,4 | 9,6 | 3,5 | 55,3 | 12,3 | - | 2,72 | 0,13 | 0,48 | 0,073 | 0,27 |
| 134 | 20,1 | 9,9 | 3,5 | 54,4 | 12,1 | - | 2,70 | 0,12 | 0,53 | 0,073 | 0,23 |
| 138 | 20,8 | 9,6 | 3,7 | 53,9 | 12,0 | - | 2,70 | 0,12 | 0,58 | 0,073 | 0,21 |
| 141 | 21,5 | 9,7 | 3,7 | 53,1 | 12,0 | - | 2,67 | 0,13 | 0,64 | 0,074 | 0,20 |
| 145 | 23,8 | 7,7 | 2,8 | 52,7 | 13,0 | - | 2,58 | 0,21 | 0,69 | 0,074 | 0,31 |
| 149 | 24,3 | 7,6 | 2,8 | 52,3 | 13,0 | - | 2,56 | 0,23 | 0,75 | 0,075 | 0,31 |
| 153 | 23,5 | 10,1 | 4,1 | 50,9 | 11,4 | - | 2,63 | 0,11 | 0,82 | 0,075 | 0,13 |
| 156 | 25,0 | 8,1 | 3,2 | 50,9 | 12,8 | - | 2,52 | 0,19 | 0,86 | 0,076 | 0,22 |
| 160 | 25,4 | 9,6 | 3,6 | 49,2 | 12,2 | - | 2,48 | 0,16 | 0,93 | 0,076 | 0,17 |
| 164 | 25,1 | 9,5 | 4,4 | 49,8 | 11,3 | - | 2,62 | 0,12 | 0,98 | 0,077 | 0,12 |
| 168 | 25,4 | 9,6 | 3,6 | 49,2 | 12,2 | - | 2,48 | 0,16 | 1,04 | 0,077 | 0,16 |
| 171 | 26,3 | 10,0 | 4,2 | 48,4 | 11,1 | - | 2,57 | 0,10 | 1,10 | 0,077 | 0,09 |
| 175 | 26,8 | 9,9 | 4,7 | 47,7 | 10,9 | - | 2,58 | 0,08 | 1,16 | 0,077 | 0,07 |
| 179 | 27,9 | 10,3 | 4,3 | 46,6 | 10,8 | - | 2,52 | 0,09 | 1,21 | 0,077 | 0,07 |
| 182 | 29,9 | 8,2 | 3,8 | 46,3 | 11,9 | - | 2,45 | 0,34 | 1,28 | 0,078 | 0,27 |
| 186 | 30,6 | 9,7 | 2,4 | 46,4 | 10,9 | - | 2,45 | 0,22 | 1,34 | 0,078 | 0,16 |
| 190 | 31,6 | 9,7 | 2,1 | 45,9 | 10,8 | - | 2,44 | 0,24 | 1,42 | 0,078 | 0,17 |
| 194 | 31,8 | 8,8 | 2,6 | 46,5 | 10,3 | - | 2,55 | 0,15 | 1,48 | 0,079 | 0,10 |
| 197 | 32,2 | 10,0 | 2,3 | 44,8 | 10,7 | - | 2,41 | 0,24 | 1,56 | 0,079 | 0,15 |
| 201 | 33,7 | 9,4 | 2,6 | 44,0 | 10,0 | 1,8 | 2,45 | 0,19 | 1,63 | 0,079 | 0,12 |
| 205 | 34,1 | 7,1 | 2,8 | 44,1 | 9,9 | 2,1 | 2,53 | 0,17 | 1,70 | 0,080 | 0,10 |
| 208 | 34,5 | 7,8 | 3,3 | 42,5 | 9,6 | 2,3 | 2,49 | 0,13 | 1,78 | 0,080 | 0,08 |
| 212 | 35,3 | 7,9 | 3,5 | 41,2 | 9,5 | 2,6 | 2,46 | 0,14 | 1,84 | 0,080 | 0,08 |
| 216 | 36,1 | 7,1 | 2,9 | 41,6 | 9,3 | 3,0 | 2,49 | 0,17 | 1,91 | 0,080 | 0,09 |
| 220 | 36,9 | 7,1 | 3,1 | 40,3 | 9,1 | 3,5 | 2,47 | 0,16 | 1,99 | 0,080 | 0,08 |
| 223 | 37,0 | 8,1 | 3,3 | 38,8 | 8,7 | 4,0 | 2,42 | 0,16 | 2,08 | 0,080 | 0,08 |
| 227 | 37,3 | 9,0 | 4,0 | 37,4 | 8,5 | 3,8 | 2,39 | 0,12 | 2,14 | 0,080 | 0,05 |
| 231 | 38,2 | 7,4 | 3,8 | 37,5 | 8,9 | 4,2 | 2,39 | 0,10 | 2,21 | 0,080 | 0,04 |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.18

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 235 | 38,3 | 9,2 | 4,3 | 35,0 | 8,3 | 4,9 | 2,32 | 0,14 | 2,30 | 0,081 | 0,06 |
| 238 | 39,1 | 8,3 | 4,3 | 34,8 | 8,1 | 5,4 | 2,35 | 0,13 | 2,39 | 0,081 | 0,05 |
| 242 | 39,5 | 8,7 | 4,4 | 33,4 | 7,7 | 6,4 | 2,32 | 0,12 | 2,46 | 0,081 | 0,05 |
| 246 | 40,5 | 8,7 | 4,4 | 32,7 | 7,6 | 6,1 | 2,30 | 0,08 | 2,53 | 0,081 | 0,03 |
| 249 | 40,4 | 9,1 | 4,2 | 32,0 | 7,3 | 7,0 | 2,29 | 0,14 | 2,60 | 0,082 | 0,05 |
| 253 | 41,7 | 7,2 | 4,4 | 30,7 | 7,4 | 8,6 | 2,28 | 0,11 | 2,69 | 0,082 | 0,04 |
| 257 | 42,4 | 7,3 | 4,3 | 29,4 | 7,2 | 9,4 | 2,24 | 0,12 | 2,77 | 0,082 | 0,04 |
| 261 | 42,6 | 7,6 | 4,3 | 28,2 | 6,9 | 10,4 | 2,22 | 0,11 | 2,84 | 0,082 | 0,04 |
| 264 | 44,1 | 7,1 | 4,6 | 27,1 | 6,8 | 10,2 | 2,21 | 0,09 | 2,92 | 0,082 | 0,03 |
| 268 | 44,4 | 7,1 | 4,7 | 26,6 | 6,1 | 11,1 | 2,24 | 0,09 | 3,01 | 0,082 | 0,03 |
| 272 | 44,7 | 6,9 | 4,5 | 26,2 | 5,9 | 11,7 | 2,25 | 0,08 | 3,09 | 0,083 | 0,02 |
| 275 | 44,8 | 8,3 | 3,6 | 23,8 | 6,2 | 13,3 | 2,09 | 0,29 | 3,16 | 0,083 | 0,09 |
| 279 | 45,5 | 6,6 | 4,8 | 24,4 | 5,5 | 13,1 | 2,22 | 0,02 | 3,25 | 0,083 | 0,01 |
| 283 | 45,9 | 6,5 | 4,9 | 23,3 | 5,4 | 13,9 | 2,20 | 0,01 | 3,32 | 0,083 | 0,00 |
| 287 | 46,1 | 6,7 | 4,7 | 21,4 | 5,6 | 15,4 | 2,10 | 0,20 | 3,39 | 0,083 | 0,06 |
| 290 | 46,4 | 7,0 | 4,5 | 20,6 | 5,5 | 16,0 | 2,07 | 0,22 | 3,46 | 0,084 | 0,06 |
| 294 | 47,5 | 6,3 | 5,1 | 19,0 | 5,1 | 17,0 | 2,08 | 0,04 | 3,53 | 0,084 | 0,01 |
| 298 | 47,1 | 6,5 | 4,9 | 17,9 | 5,0 | 18,6 | 2,04 | 0,10 | 3,61 | 0,084 | 0,03 |
| 302 | 47,3 | 6,5 | 4,9 | 17,0 | 4,9 | 19,5 | 2,02 | 0,09 | 3,68 | 0,084 | 0,03 |
| 305 | 47,8 | 6,1 | 5,1 | 16,1 | 4,9 | 20,0 | 2,00 | 0,09 | 3,75 | 0,084 | 0,02 |
| 309 | 48,5 | 6,0 | 5,4 | 14,5 | 4,4 | 21,3 | 1,99 | 0,00 | 3,83 | 0,084 | 0,00 |
| 313 | 48,6 | 5,9 | 5,5 | 13,7 | 4,2 | 22,1 | 1,99 | 0,02 | 3,90 | 0,084 | 0,00 |
| 316 | 49,1 | 5,6 | 5,8 | 13,4 | 4,2 | 21,9 | 1,99 | - | 3,96 | 0,084 | - |
| 320 | 49,4 | 5,7 | 5,8 | 12,7 | 3,7 | 22,7 | 1,99 | - | 4,04 | 0,084 | - |
| 324 | 49,8 | 5,7 | 6,2 | 10,9 | 3,7 | 23,7 | 1,95 | - | 4,10 | 0,084 | - |
| 328 | 50,2 | 5,7 | 6,4 | 10,1 | 3,8 | 23,9 | 1,93 | - | 4,16 | 0,084 | - |
| 331 | 50,5 | 5,5 | 6,6 | 9,0 | 3,8 | 24,6 | 1,90 | - | 4,23 | 0,084 | - |
| 335 | 51,8 | 5,6 | 6,6 | 8,2 | 3,3 | 24,4 | 1,91 | - | 4,39 | 0,084 | - |
| 339 | 52,2 | 5,4 | 7,0 | 7,6 | 3,2 | 24,7 | 1,91 | - | 4,45 | 0,084 | - |
| 342 | 52,4 | 5,4 | 7,1 | 7,1 | 3,2 | 24,9 | 1,90 | - | 4,50 | 0,084 | - |
| 346 | 52,6 | 5,4 | 7,2 | 6,6 | 3,0 | 25,2 | 1,90 | - | 4,54 | 0,084 | - |
| 350 | 52,0 | 5,5 | 7,2 | 6,3 | 4,2 | 24,8 | 1,81 | - | 4,59 | 0,084 | - |
| 354 | 53,4 | 5,6 | 7,4 | 5,4 | 2,8 | 25,3 | 1,88 | - | 4,62 | 0,084 | - |
| 357 | 53,0 | 5,5 | 7,4 | 5,4 | 3,2 | 25,5 | 1,85 | - | 4,64 | 0,084 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.18

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 361 | 53,1 | 5,5 | 7,4 | 5,4 | 3,1 | 25,5 | 1,86 | - | 4,67 | 0,084 | - |
| 365 | 53,4 | 5,6 | 7,6 | 4,5 | 3,7 | 25,1 | 1,80 | - | 4,67 | 0,084 | - |
| 369 | 53,5 | 5,5 | 7,7 | 4,4 | 3,6 | 25,2 | 1,81 | - | 4,68 | 0,084 | - |
| 372 | 54,0 | 5,6 | 7,7 | 4,4 | 2,9 | 25,4 | 1,86 | - | 4,70 | 0,084 | - |
| 376 | 53,6 | 5,7 | 7,7 | 4,3 | 3,5 | 25,2 | 1,81 | - | 4,71 | 0,084 | - |
| 380 | 53,5 | 6,0 | 7,6 | 4,3 | 3,4 | 25,2 | 1,81 | - | 4,71 | 0,084 | - |
| 383 | 53,6 | 5,9 | 7,7 | 4,1 | 3,3 | 25,3 | 1,81 | - | 4,70 | 0,084 | - |
| 387 | 53,4 | 6,3 | 7,7 | 4,0 | 3,5 | 25,2 | 1,80 | - | 4,71 | 0,084 | - |
| 391 | 53,5 | 6,2 | 7,7 | 4,1 | 3,1 | 25,3 | 1,82 | - | 4,71 | 0,084 | - |
| 395 | 53,6 | 6,4 | 7,7 | 4,0 | 3,1 | 25,2 | 1,82 | - | 4,69 | 0,084 | - |
| 398 | 53,3 | 6,5 | 7,7 | 4,0 | 3,0 | 25,4 | 1,82 | - | 4,70 | 0,084 | - |
| 402 | 53,3 | 6,8 | 7,8 | 3,9 | 2,9 | 25,2 | 1,82 | - | 4,68 | 0,084 | - |
| 406 | 53,0 | 6,8 | 7,7 | 3,9 | 3,0 | 25,5 | 1,81 | - | 4,67 | 0,084 | - |
| 409 | 52,6 | 7,2 | 7,7 | 3,9 | 3,3 | 25,2 | 1,79 | 0,01 | 4,67 | 0,084 | 0,00 |
| 413 | 52,2 | 7,3 | 7,7 | 3,9 | 3,3 | 25,7 | 1,78 | 0,01 | 4,66 | 0,084 | 0,00 |
| 417 | 52,7 | 7,5 | 7,7 | 3,9 | 2,8 | 25,3 | 1,81 | - | 4,65 | 0,084 | - |
| 421 | 52,7 | 7,7 | 7,8 | 3,8 | 2,7 | 25,3 | 1,81 | - | 4,64 | 0,084 | - |
| 424 | 52,0 | 7,9 | 7,8 | 3,7 | 3,0 | 25,5 | 1,79 | - | 4,63 | 0,084 | - |
| 428 | 51,8 | 8,2 | 7,8 | 3,6 | 3,0 | 25,6 | 1,78 | - | 4,61 | 0,084 | - |
| 432 | 51,8 | 8,4 | 7,7 | 3,6 | 3,0 | 25,5 | 1,78 | - | 4,60 | 0,084 | - |
| 436 | 51,7 | 8,6 | 7,8 | 3,5 | 2,8 | 25,5 | 1,78 | - | 4,58 | 0,085 | - |
| 439 | 52,0 | 8,4 | 7,9 | 3,5 | 2,6 | 25,6 | 1,80 | - | 4,57 | 0,084 | - |
| 443 | 51,0 | 9,4 | 7,7 | 3,4 | 2,8 | 25,6 | 1,76 | - | 4,56 | 0,084 | - |
| 447 | 51,2 | 9,5 | 7,8 | 3,3 | 2,8 | 25,4 | 1,76 | - | 4,54 | 0,084 | - |
| 450 | 50,5 | 10,3 | 7,6 | 3,6 | 3,0 | 25,1 | 1,74 | - | 4,53 | 0,084 | - |
| 454 | 50,3 | 10,4 | 7,6 | 3,4 | 2,8 | 25,4 | 1,75 | - | 4,53 | 0,085 | - |
| 458 | 50,6 | 9,9 | 7,7 | 3,4 | 2,8 | 25,7 | 1,76 | - | 4,51 | 0,085 | - |
| 462 | 49,7 | 11,1 | 7,6 | 3,4 | 2,8 | 25,4 | 1,73 | - | 4,50 | 0,085 | - |
| 465 | 50,1 | 11,0 | 7,6 | 3,3 | 2,8 | 25,3 | 1,74 | - | 4,48 | 0,085 | - |
| 469 | 49,6 | 11,6 | 7,6 | 3,3 | 2,8 | 25,2 | 1,72 | - | 4,47 | 0,085 | - |
| 473 | 49,5 | 11,8 | 7,5 | 3,1 | 2,7 | 25,4 | 1,72 | - | 4,47 | 0,085 | - |
| 476 | 49,5 | 12,1 | 7,5 | 3,3 | 2,6 | 25,0 | 1,73 | - | 4,47 | 0,085 | - |
| 480 | 49,1 | 12,6 | 7,5 | 3,4 | 2,6 | 24,8 | 1,72 | - | 4,47 | 0,085 | - |
| 484 | 49,1 | 12,4 | 7,4 | 3,4 | 2,5 | 25,2 | 1,73 | - | 4,45 | 0,085 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.18

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 488 | 49,1 | 12,4 | 7,5 | 3,2 | 2,6 | 25,2 | 1,72 | - | 4,44 | 0,085 | - |
| 491 | 48,9 | 12,7 | 7,4 | 3,3 | 2,4 | 25,4 | 1,73 | - | 4,44 | 0,085 | - |
| 495 | 48,8 | 12,7 | 7,6 | 3,0 | 2,4 | 25,6 | 1,72 | - | 4,44 | 0,085 | - |
| 499 | 48,9 | 13,0 | 7,5 | 3,0 | 2,2 | 25,3 | 1,72 | - | 4,43 | 0,085 | - |
| 503 | 48,8 | 13,1 | 7,5 | 3,0 | 2,2 | 25,3 | 1,73 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 506 | 48,2 | 13,5 | 7,4 | 3,2 | 2,2 | 25,4 | 1,72 | - | 4,42 | 0,085 | - |
| 510 | 48,0 | 14,1 | 7,3 | 3,5 | 2,0 | 25,0 | 1,73 | - | 4,42 | 0,085 | - |
| 514 | 48,2 | 14,0 | 7,3 | 3,3 | 1,9 | 25,2 | 1,73 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 517 | 47,8 | 14,3 | 7,4 | 3,3 | 2,0 | 25,2 | 1,72 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 521 | 48,3 | 14,2 | 7,4 | 3,2 | 1,8 | 25,2 | 1,73 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 525 | 47,9 | 14,5 | 7,3 | 3,3 | 1,8 | 25,2 | 1,73 | - | 4,39 | 0,085 | - |
| 529 | 48,4 | 14,4 | 7,6 | 3,0 | 1,7 | 24,9 | 1,73 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 532 | 48,3 | 14,6 | 7,5 | 2,9 | 1,6 | 25,0 | 1,73 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 536 | 47,5 | 14,6 | 7,5 | 3,2 | 2,1 | 25,2 | 1,71 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 540 | 47,4 | 14,6 | 7,4 | 3,0 | 1,5 | 26,1 | 1,73 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 543 | 47,4 | 14,4 | 7,4 | 3,0 | 1,6 | 26,2 | 1,73 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 547 | 47,8 | 14,8 | 7,3 | 3,0 | 2,0 | 25,1 | 1,71 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 551 | 47,7 | 14,7 | 7,4 | 3,0 | 1,5 | 25,7 | 1,74 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 555 | 47,9 | 14,8 | 7,3 | 3,0 | 1,3 | 25,6 | 1,75 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 558 | 47,8 | 15,0 | 7,3 | 3,0 | 1,6 | 25,3 | 1,73 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 562 | 48,0 | 15,0 | 7,3 | 3,0 | 1,3 | 25,3 | 1,74 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 566 | 48,0 | 14,9 | 7,3 | 3,0 | 1,2 | 25,6 | 1,75 | - | 4,39 | 0,085 | - |
| 570 | 48,1 | 15,0 | 7,3 | 3,0 | 1,3 | 25,4 | 1,74 | - | 4,40 | 0,085 | - |
| 573 | 48,0 | 15,1 | 7,3 | 2,9 | 1,1 | 25,6 | 1,75 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 577 | 48,1 | 15,2 | 7,2 | 3,0 | 1,1 | 25,5 | 1,75 | - | 4,42 | 0,085 | - |
| 581 | 48,3 | 15,2 | 7,2 | 2,9 | 1,0 | 25,4 | 1,75 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 584 | 48,2 | 15,2 | 7,1 | 3,0 | 1,0 | 25,4 | 1,75 | - | 4,41 | 0,085 | - |
| 588 | 48,2 | 15,1 | 7,1 | 3,0 | 1,0 | 25,6 | 1,75 | - | 4,42 | 0,086 | - |
| 592 | 48,2 | 15,4 | 7,0 | 3,0 | 1,0 | 25,5 | 1,75 | - | 4,41 | 0,086 | - |
| 596 | 48,1 | 15,5 | 7,0 | 3,0 | 1,0 | 25,4 | 1,75 | - | 4,41 | 0,086 | - |
| 599 | 48,1 | 15,5 | 7,0 | 3,0 | 1,0 | 25,4 | 1,75 | - | 4,42 | 0,086 | - |
| 603 | 47,7 | 15,5 | 6,8 | 3,0 | 1,3 | 25,6 | 1,72 | - | 4,43 | 0,086 | - |
| 607 | 48,1 | 15,6 | 6,6 | 3,2 | 0,9 | 25,6 | 1,75 | - | 4,48 | 0,084 | - |
| 610 | 48,7 | 15,5 | 6,6 | 3,4 | 0,8 | 25,0 | 1,76 | - | 4,62 | 0,084 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.18

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 614 | 48,8 | 15,5 | 6,5 | 3,4 | 1,1 | 24,6 | 1,74 | - | 4,73 | 0,084 | - |
| 618 | 49,0 | 15,6 | 6,4 | 3,5 | 1,6 | 23,8 | 1,71 | 0,04 | 4,80 | 0,084 | 0,01 |
| 622 | 49,8 | 15,6 | 6,5 | 3,5 | 0,9 | 23,8 | 1,76 | - | 4,88 | 0,084 | - |
| 626 | 49,7 | 15,4 | 6,4 | 3,5 | 0,9 | 24,0 | 1,76 | - | 4,91 | 0,085 | - |
| 630 | 49,7 | 15,4 | 6,5 | 3,3 | 1,2 | 24,0 | 1,74 | 0,01 | 4,96 | 0,085 | 0,00 |
| 634 | 50,2 | 15,2 | 6,5 | 3,2 | 1,0 | 23,9 | 1,75 | - | 5,01 | 0,086 | - |
| 637 | 50,2 | 15,2 | 6,4 | 3,2 | 1,1 | 23,8 | 1,75 | - | 5,03 | 0,087 | - |
| 641 | 50,8 | 14,9 | 6,4 | 3,2 | 1,0 | 23,6 | 1,76 | - | 5,07 | 0,087 | - |
| 645 | 50,8 | 14,8 | 6,4 | 3,2 | 1,1 | 23,7 | 1,75 | - | 5,09 | 0,087 | - |
| 649 | 50,8 | 14,7 | 6,3 | 3,2 | 1,4 | 23,6 | 1,74 | - | 5,11 | 0,087 | - |
| 654 | 51,1 | 14,7 | 6,3 | 3,2 | 1,1 | 23,6 | 1,75 | - | 5,12 | 0,087 | - |
| 658 | 51,3 | 14,8 | 6,3 | 3,2 | 1,1 | 23,5 | 1,75 | - | 5,14 | 0,087 | - |
| 660 | 51,6 | 14,6 | 6,3 | 3,1 | 1,2 | 23,3 | 1,75 | - | 5,19 | 0,088 | - |
| 664 | 52,0 | 14,7 | 6,1 | 3,0 | 1,2 | 22,9 | 1,75 | - | 5,24 | 0,088 | - |
| 667 | 52,1 | 14,5 | 6,1 | 3,2 | 1,3 | 22,8 | 1,75 | - | 5,28 | 0,088 | - |
| 671 | 52,8 | 14,2 | 6,1 | 3,1 | 1,1 | 22,7 | 1,76 | - | 5,32 | 0,088 | - |
| 675 | 53,0 | 14,2 | 6,1 | 3,1 | 1,0 | 22,6 | 1,77 | - | 5,36 | 0,089 | - |
| 679 | 53,3 | 14,0 | 6,1 | 3,1 | 1,1 | 22,5 | 1,77 | - | 5,38 | 0,089 | - |
| 683 | 53,5 | 13,9 | 6,1 | 3,1 | 1,1 | 22,3 | 1,76 | - | 5,40 | 0,089 | - |
| 688 | 53,7 | 13,9 | 6,0 | 3,0 | 1,2 | 22,2 | 1,76 | - | 5,42 | 0,089 | - |
| 692 | 53,6 | 13,9 | 6,0 | 3,0 | 1,2 | 22,2 | 1,76 | - | 5,43 | 0,089 | - |
| 696 | 53,7 | 13,8 | 6,0 | 3,1 | 1,2 | 22,2 | 1,76 | - | 5,45 | 0,089 | - |
| 700 | 53,8 | 13,8 | 6,0 | 3,1 | 1,2 | 22,1 | 1,76 | - | 5,46 | 0,089 | - |
| 704 | 54,0 | 13,7 | 6,0 | 3,0 | 1,3 | 22,0 | 1,76 | - | 5,48 | 0,089 | - |
| 707 | 53,8 | 14,1 | 5,9 | 3,1 | 1,3 | 21,8 | 1,75 | - | 5,51 | 0,090 | - |
| 711 | 53,9 | 14,1 | 5,9 | 3,1 | 1,2 | 21,8 | 1,76 | - | 5,51 | 0,090 | - |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.19.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 2. Pos. der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | - | - | - | 75,3 | 24,7 | - | 2,47 | 1,37 | - | 0,027 | - |
| 4 | - | - | - | 75,9 | 24,1 | - | 2,55 | 1,45 | - | 0,046 | - |
| 7 | 2,9 | - | - | 75,9 | 21,3 | - | 2,86 | 0,91 | - | 0,051 | - |
| 11 | 1,0 | - | - | 73,9 | 25,1 | - | 2,38 | 0,33 | - | 0,024 | - |
| 15 | 3,1 | - | - | 78,9 | 18,0 | - | 3,48 | 0,20 | - | 0,045 | - |
| 19 | 1,9 | - | - | 80,1 | 18,0 | - | 3,55 | 0,03 | - | - | - |
| 22 | 3,8 | - | - | 63,5 | 32,7 | - | 1,59 | 0,06 | - | - | - |
| 26 | 2,3 | - | - | 69,5 | 28,1 | - | 2,00 | 0,22 | - | - | - |
| 30 | 2,9 | - | - | 69,3 | 27,8 | - | 2,02 | 0,14 | - | - | - |
| 34 | 3,3 | - | - | 67,6 | 29,0 | - | 1,89 | 0,15 | - | - | - |
| 37 | 3,9 | - | - | 67,9 | 28,2 | - | 1,96 | 0,17 | - | 0,054 | - |
| 41 | 4,9 | - | - | 67,1 | 28,0 | - | 1,94 | 0,17 | - | - | - |
| 45 | 5,8 | 7,2 | - | 62,1 | 24,9 | - | 1,88 | 0,17 | - | - | - |
| 48 | 6,8 | 7,3 | - | 60,6 | 25,2 | - | 1,82 | - | - | - | - |
| 52 | 8,3 | 7,5 | - | 59,5 | 24,7 | - | 1,82 | - | - | - | - |
| 56 | 9,1 | 6,8 | - | 58,8 | 25,3 | - | 1,78 | - | - | - | - |
| 60 | 10,7 | 6,5 | 0,9 | 57,1 | 24,8 | - | 1,79 | - | - | 0,059 | - |
| 63 | 12,5 | 7,0 | 0,8 | 55,4 | 24,4 | - | 1,77 | - | - | 0,064 | - |
| 67 | 14,1 | 7,1 | 0,8 | 54,4 | 23,7 | - | 1,78 | - | - | 0,067 | - |
| 71 | 14,5 | 6,1 | 0,8 | 54,0 | 24,6 | - | 1,74 | - | - | 0,070 | - |
| 74 | 15,5 | 6,4 | 0,8 | 52,9 | 24,4 | - | 1,72 | - | - | 0,063 | - |
| 78 | 16,5 | 5,9 | 0,9 | 52,3 | 24,4 | - | 1,71 | - | - | 0,065 | - |
| 82 | 17,6 | 5,9 | 0,9 | 51,5 | 24,1 | - | 1,71 | - | 0,05 | 0,066 | - |
| 86 | 19,2 | 5,2 | 1,1 | 50,9 | 23,6 | - | 1,74 | - | 0,19 | 0,067 | - |
| 89 | 20,6 | 4,9 | 1,2 | 50,0 | 23,4 | - | 1,74 | - | 0,31 | 0,069 | - |
| 93 | 21,3 | 5,5 | 1,1 | 48,6 | 23,4 | - | 1,70 | - | 0,42 | 0,070 | - |
| 97 | 22,7 | 5,2 | 1,2 | 48,0 | 22,9 | - | 1,72 | - | 0,56 | 0,068 | - |
| 101 | 24,0 | 5,3 | 1,3 | 46,9 | 22,5 | - | 1,72 | - | 0,67 | 0,069 | - |
| 104 | 25,6 | 5,3 | 1,3 | 46,0 | 21,8 | - | 1,73 | - | 0,78 | 0,070 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.19

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 108 | 26,8 | 5,4 | 1,4 | 45,0 | 21,4 | - | 1,73 | - | 0,92 | 0,070 | - |
| 112 | 28,1 | 5,4 | 1,4 | 44,0 | 21,1 | - | 1,73 | - | 1,06 | 0,071 | - |
| 115 | 29,4 | 5,3 | 1,5 | 43,1 | 20,8 | - | 1,73 | - | 1,16 | 0,071 | - |
| 119 | 30,7 | 5,5 | 1,7 | 42,5 | 19,6 | - | 1,79 | - | 1,27 | 0,072 | - |
| 123 | 31,9 | 5,3 | 1,5 | 42,0 | 19,3 | - | 1,79 | - | 1,41 | 0,072 | - |
| 127 | 33,1 | 5,8 | 1,8 | 40,4 | 18,8 | - | 1,78 | - | 1,57 | 0,073 | - |
| 130 | 34,9 | 5,1 | 1,7 | 40,0 | 18,3 | - | 1,81 | - | 1,68 | 0,073 | - |
| 134 | 35,4 | 6,1 | 1,9 | 38,3 | 18,2 | - | 1,76 | - | 1,77 | 0,073 | - |
| 138 | 37,1 | 4,8 | 1,9 | 38,6 | 17,6 | - | 1,82 | - | 1,88 | 0,073 | - |
| 141 | 37,9 | 6,4 | 1,9 | 36,7 | 17,1 | - | 1,78 | - | 1,98 | 0,073 | - |
| 145 | 39,4 | 5,6 | 1,9 | 36,2 | 16,9 | - | 1,80 | - | 2,10 | 0,073 | - |
| 149 | 40,7 | 4,8 | 2,1 | 34,9 | 17,5 | - | 1,75 | - | 2,22 | 0,074 | - |
| 153 | 42,0 | 5,6 | 1,9 | 34,7 | 15,7 | - | 1,83 | - | 2,32 | 0,074 | - |
| 156 | 43,1 | 5,3 | 2,0 | 34,1 | 15,5 | - | 1,83 | - | 2,42 | 0,074 | - |
| 160 | 44,2 | 5,8 | 2,1 | 33,3 | 14,7 | - | 1,86 | - | 2,55 | 0,074 | - |
| 164 | 44,9 | 5,9 | 2,1 | 32,3 | 14,8 | - | 1,82 | - | 2,64 | 0,075 | - |
| 168 | 45,7 | 6,3 | 2,0 | 31,4 | 14,5 | - | 1,81 | - | 2,75 | 0,075 | - |
| 171 | 46,4 | 5,8 | 2,2 | 30,5 | 15,1 | - | 1,77 | - | 2,85 | 0,075 | - |
| 175 | 47,9 | 6,0 | 2,2 | 30,3 | 13,6 | - | 1,85 | - | 2,92 | 0,076 | - |
| 179 | 47,9 | 6,2 | 2,3 | 29,7 | 13,8 | - | 1,82 | - | 2,98 | 0,076 | - |
| 182 | 50,7 | 6,3 | 2,7 | 28,2 | 11,5 | 0,5 | 1,92 | - | 3,09 | 0,076 | - |
| 186 | 50,9 | 7,1 | 2,5 | 26,8 | 12,3 | 0,4 | 1,83 | - | 3,19 | 0,076 | - |
| 190 | 51,5 | 6,9 | 2,5 | 26,8 | 11,9 | 0,4 | 1,85 | - | 3,28 | 0,077 | - |
| 194 | 51,7 | 7,3 | 2,6 | 25,5 | 12,2 | 0,7 | 1,80 | - | 3,35 | 0,077 | - |
| 197 | 53,2 | 7,0 | 2,7 | 25,2 | 11,8 | 0,5 | 1,83 | - | 3,43 | 0,077 | - |
| 201 | 52,6 | 7,6 | 2,6 | 24,5 | 11,4 | 0,9 | 1,81 | - | 3,51 | 0,077 | - |
| 205 | 53,1 | 7,7 | 2,7 | 24,1 | 11,4 | 1,0 | 1,80 | - | 3,57 | 0,077 | - |
| 208 | 53,5 | 7,8 | 2,7 | 23,7 | 11,2 | 1,1 | 1,81 | - | 3,61 | 0,077 | - |
| 212 | 54,1 | 7,7 | 2,8 | 23,3 | 11,0 | 1,2 | 1,81 | - | 3,65 | 0,077 | - |
| 216 | 54,5 | 7,8 | 2,8 | 22,9 | 10,6 | 1,4 | 1,83 | - | 3,68 | 0,077 | - |
| 220 | 54,7 | 8,0 | 2,8 | 22,5 | 10,5 | 1,5 | 1,82 | - | 3,72 | 0,077 | - |
| 223 | 54,7 | 8,1 | 2,9 | 22,1 | 10,6 | 1,7 | 1,80 | - | 3,78 | 0,077 | - |
| 227 | 55,2 | 8,1 | 2,9 | 21,7 | 10,3 | 1,8 | 1,81 | - | 3,83 | 0,077 | - |
| 231 | 55,2 | 8,3 | 2,9 | 21,4 | 10,3 | 1,9 | 1,80 | - | 3,84 | 0,077 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.19

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 235 | 55,8 | 8,5 | 2,9 | 21,0 | 9,8 | 2,1 | 1,82 | - | 3,89 | 0,077 | - |
| 238 | 55,8 | 8,7 | 2,9 | 20,6 | 9,8 | 2,2 | 1,80 | - | 3,93 | 0,077 | - |
| 242 | 56,0 | 8,5 | 3,0 | 20,4 | 9,7 | 2,3 | 1,81 | - | 3,97 | 0,077 | - |
| 246 | 56,2 | 8,6 | 3,0 | 20,1 | 9,5 | 2,5 | 1,80 | - | 3,98 | 0,077 | - |
| 249 | 57,4 | 7,7 | 3,2 | 19,9 | 8,8 | 3,0 | 1,86 | - | 3,99 | 0,077 | - |
| 253 | 57,7 | 7,8 | 3,3 | 19,8 | 8,7 | 2,7 | 1,87 | - | 4,03 | 0,077 | - |
| 257 | 56,8 | 8,7 | 3,1 | 19,5 | 9,1 | 2,9 | 1,81 | - | 4,05 | 0,077 | - |
| 261 | 56,7 | 9,2 | 3,0 | 19,1 | 8,9 | 3,2 | 1,81 | - | 4,08 | 0,077 | - |
| 264 | 56,8 | 9,2 | 3,1 | 18,8 | 8,8 | 3,3 | 1,81 | - | 4,11 | 0,077 | - |
| 268 | 57,0 | 9,3 | 3,0 | 18,6 | 8,5 | 3,6 | 1,81 | - | 4,15 | 0,077 | - |
| 272 | 57,1 | 9,2 | 3,1 | 18,4 | 8,5 | 3,8 | 1,81 | - | 4,18 | 0,077 | - |
| 275 | 57,1 | 9,2 | 3,1 | 18,0 | 8,5 | 4,2 | 1,80 | - | 4,20 | 0,077 | - |
| 279 | 57,1 | 9,2 | 3,1 | 17,8 | 8,3 | 4,4 | 1,80 | - | 4,22 | 0,077 | - |
| 283 | 57,3 | 9,3 | 3,1 | 17,6 | 8,0 | 4,7 | 1,81 | - | 4,26 | 0,077 | - |
| 287 | 58,5 | 8,5 | 3,3 | 17,6 | 7,9 | 4,1 | 1,84 | - | 4,26 | 0,077 | - |
| 290 | 58,8 | 8,5 | 3,4 | 17,6 | 7,6 | 4,2 | 1,86 | - | 4,25 | 0,077 | - |
| 294 | 57,4 | 9,4 | 3,2 | 17,0 | 7,9 | 5,1 | 1,81 | - | 4,26 | 0,077 | - |
| 298 | 57,6 | 9,8 | 3,2 | 16,9 | 7,7 | 4,8 | 1,81 | - | 4,29 | 0,077 | - |
| 302 | 57,8 | 9,8 | 3,3 | 16,7 | 7,6 | 4,9 | 1,81 | - | 4,31 | 0,077 | - |
| 305 | 57,7 | 9,0 | 3,4 | 16,3 | 7,5 | 6,1 | 1,82 | - | 4,31 | 0,077 | - |
| 309 | 57,5 | 9,9 | 3,2 | 16,1 | 7,5 | 5,8 | 1,80 | - | 4,36 | 0,077 | - |
| 313 | 57,6 | 9,9 | 3,2 | 15,9 | 7,1 | 6,2 | 1,81 | - | 4,44 | 0,077 | - |
| 316 | 57,5 | 9,8 | 3,2 | 15,7 | 7,3 | 6,3 | 1,80 | - | 4,47 | 0,077 | - |
| 320 | 57,7 | 9,8 | 3,3 | 15,6 | 7,0 | 6,6 | 1,81 | - | 4,50 | 0,077 | - |
| 324 | 58,4 | 9,0 | 3,5 | 15,5 | 7,6 | 6,0 | 1,79 | - | 4,52 | 0,078 | - |
| 328 | 58,0 | 9,3 | 3,4 | 15,5 | 7,6 | 6,1 | 1,79 | - | 4,53 | 0,078 | - |
| 331 | 57,5 | 10,2 | 3,4 | 15,0 | 6,7 | 7,3 | 1,81 | - | 4,54 | 0,078 | - |
| 335 | 57,3 | 10,3 | 3,4 | 14,6 | 6,8 | 7,7 | 1,79 | - | 4,62 | 0,078 | - |
| 339 | 57,4 | 10,2 | 3,4 | 14,4 | 6,7 | 7,8 | 1,79 | - | 4,63 | 0,078 | - |
| 342 | 57,3 | 10,2 | 3,5 | 14,2 | 6,8 | 8,1 | 1,78 | - | 4,63 | 0,078 | - |
| 346 | 57,3 | 10,2 | 3,4 | 14,1 | 6,5 | 8,4 | 1,79 | - | 4,63 | 0,078 | - |
| 350 | 57,2 | 9,8 | 3,5 | 14,0 | 6,8 | 8,8 | 1,78 | - | 4,62 | 0,078 | - |
| 354 | 57,4 | 10,4 | 3,5 | 13,8 | 6,3 | 8,6 | 1,80 | - | 4,66 | 0,078 | - |
| 357 | 57,3 | 10,4 | 3,5 | 13,7 | 6,3 | 9,0 | 1,79 | - | 4,67 | 0,078 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.19

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 361 | 58,9 | 9,5 | 3,8 | 13,9 | 6,2 | 7,6 | 1,83 | - | 4,68 | 0,078 | - |
| 365 | 58,5 | 9,6 | 3,8 | 13,9 | 6,4 | 7,8 | 1,81 | - | 4,68 | 0,078 | - |
| 369 | 58,7 | 9,6 | 3,8 | 13,7 | 6,1 | 8,1 | 1,83 | - | 4,69 | 0,078 | - |
| 372 | 58,7 | 9,7 | 3,9 | 13,5 | 6,0 | 8,3 | 1,83 | - | 4,73 | 0,078 | - |
| 376 | 58,6 | 9,7 | 3,9 | 13,4 | 5,9 | 8,5 | 1,83 | - | 4,74 | 0,078 | - |
| 380 | 58,7 | 9,8 | 4,0 | 13,1 | 5,7 | 8,7 | 1,83 | - | 4,76 | 0,078 | - |
| 383 | 58,7 | 9,9 | 4,0 | 12,9 | 5,6 | 8,9 | 1,83 | - | 4,78 | 0,079 | - |
| 387 | 58,3 | 10,2 | 4,0 | 12,7 | 5,8 | 9,0 | 1,81 | - | 4,88 | 0,079 | - |
| 391 | 58,0 | 10,4 | 4,1 | 12,4 | 5,9 | 9,2 | 1,80 | - | 4,93 | 0,079 | - |
| 395 | 58,4 | 10,3 | 4,1 | 12,4 | 5,3 | 9,5 | 1,83 | - | 5,01 | 0,080 | - |
| 398 | 58,2 | 10,4 | 4,2 | 12,2 | 5,2 | 9,8 | 1,83 | - | 5,01 | 0,080 | - |
| 402 | 58,4 | 10,6 | 4,2 | 12,1 | 4,7 | 10,1 | 1,85 | - | 5,05 | 0,080 | - |
| 406 | 58,2 | 10,5 | 4,2 | 11,8 | 4,8 | 10,4 | 1,84 | - | 5,04 | 0,080 | - |
| 409 | 57,9 | 10,2 | 4,3 | 11,4 | 5,7 | 10,6 | 1,78 | - | 4,99 | 0,080 | - |
| 413 | 58,0 | 10,6 | 4,3 | 11,3 | 4,8 | 10,9 | 1,82 | - | 4,99 | 0,080 | - |
| 417 | 56,9 | 10,3 | 4,3 | 11,0 | 6,4 | 11,0 | 1,73 | - | 4,99 | 0,080 | - |
| 421 | 57,7 | 10,7 | 4,4 | 10,9 | 4,9 | 11,4 | 1,81 | - | 5,00 | 0,080 | - |
| 424 | 57,0 | 10,8 | 4,4 | 10,8 | 5,3 | 11,7 | 1,78 | - | 5,02 | 0,080 | - |
| 428 | 57,2 | 10,9 | 4,5 | 10,6 | 4,8 | 12,0 | 1,80 | - | 5,02 | 0,080 | - |
| 432 | 56,3 | 10,8 | 4,5 | 10,3 | 6,2 | 12,0 | 1,72 | - | 4,98 | 0,080 | - |
| 436 | 57,1 | 11,1 | 4,5 | 10,3 | 4,6 | 12,4 | 1,80 | - | 4,84 | 0,079 | - |
| 439 | 57,2 | 11,5 | 4,6 | 10,3 | 3,7 | 12,6 | 1,85 | - | 5,00 | 0,080 | - |
| 443 | 57,2 | 12,0 | 4,6 | 10,7 | 2,6 | 12,9 | 1,92 | - | 5,05 | 0,080 | - |
| 447 | 57,7 | 12,0 | 4,7 | 10,1 | 2,4 | 13,1 | 1,91 | - | 5,03 | 0,080 | - |
| 450 | 57,6 | 12,0 | 4,8 | 10,0 | 2,3 | 13,2 | 1,92 | - | 5,05 | 0,080 | - |
| 454 | 57,5 | 12,3 | 4,8 | 9,8 | 2,3 | 13,3 | 1,91 | - | 5,05 | 0,080 | - |
| 458 | 57,5 | 12,5 | 4,8 | 9,9 | 1,9 | 13,4 | 1,93 | - | 5,08 | 0,080 | - |
| 462 | 57,5 | 12,7 | 4,9 | 9,7 | 1,6 | 13,6 | 1,94 | - | 5,07 | 0,080 | - |
| 465 | 57,0 | 12,6 | 4,9 | 9,7 | 2,2 | 13,6 | 1,90 | - | 5,05 | 0,080 | - |
| 469 | 57,8 | 13,0 | 5,0 | 9,3 | 1,1 | 13,8 | 1,96 | - | 5,07 | 0,080 | - |
| 473 | 57,7 | 13,1 | 5,0 | 9,3 | 1,1 | 13,9 | 1,96 | - | 5,08 | 0,080 | - |
| 476 | 57,7 | 13,2 | 5,0 | 9,1 | 1,1 | 13,9 | 1,95 | - | 5,07 | 0,080 | - |
| 480 | 57,3 | 13,2 | 5,0 | 9,0 | 1,5 | 14,0 | 1,93 | - | 5,07 | 0,080 | - |
| 484 | 57,7 | 13,2 | 5,1 | 8,7 | 1,2 | 14,1 | 1,94 | - | 5,07 | 0,080 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.19

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 488 | 57,7 | 13,3 | 5,2 | 8,6 | 1,1 | 14,1 | 1,94 | - | 5,08 | 0,080 | - |
| 491 | 57,3 | 13,4 | 5,2 | 8,4 | 1,7 | 14,0 | 1,89 | - | 5,09 | 0,080 | - |
| 495 | 57,4 | 13,5 | 5,2 | 8,4 | 1,5 | 14,1 | 1,90 | - | 5,09 | 0,080 | - |
| 499 | 57,7 | 13,6 | 5,2 | 8,3 | 1,1 | 14,2 | 1,93 | - | 5,11 | 0,080 | - |
| 503 | 57,7 | 13,5 | 5,3 | 8,2 | 1,1 | 14,3 | 1,93 | - | 5,11 | 0,080 | - |
| 506 | 57,7 | 13,7 | 5,3 | 8,1 | 1,0 | 14,3 | 1,93 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 510 | 57,7 | 13,7 | 5,3 | 8,1 | 1,0 | 14,3 | 1,92 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 514 | 57,6 | 13,8 | 5,3 | 7,9 | 1,1 | 14,3 | 1,92 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 517 | 57,6 | 13,9 | 5,3 | 7,9 | 1,0 | 14,3 | 1,91 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 521 | 57,5 | 14,0 | 5,3 | 7,8 | 1,0 | 14,3 | 1,91 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 525 | 57,6 | 13,9 | 5,3 | 7,7 | 1,1 | 14,3 | 1,91 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 529 | 57,7 | 14,0 | 5,3 | 7,6 | 1,0 | 14,4 | 1,91 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 532 | 57,6 | 14,1 | 5,4 | 7,5 | 1,0 | 14,4 | 1,90 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 536 | 57,6 | 14,2 | 5,3 | 7,5 | 1,1 | 14,4 | 1,90 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 540 | 57,5 | 14,3 | 5,3 | 7,5 | 1,0 | 14,4 | 1,90 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 543 | 57,6 | 14,3 | 5,3 | 7,4 | 1,0 | 14,3 | 1,90 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 547 | 57,6 | 14,4 | 5,3 | 7,3 | 1,0 | 14,4 | 1,90 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 551 | 57,6 | 14,4 | 5,3 | 7,3 | 1,0 | 14,4 | 1,89 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 555 | 57,5 | 14,5 | 5,4 | 7,2 | 1,0 | 14,4 | 1,89 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 558 | 57,5 | 14,6 | 5,3 | 7,3 | 0,9 | 14,4 | 1,89 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 562 | 57,5 | 14,6 | 5,4 | 7,1 | 1,0 | 14,4 | 1,89 | - | 5,14 | 0,080 | - |
| 566 | 57,5 | 14,6 | 5,4 | 7,1 | 1,0 | 14,4 | 1,88 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 570 | 57,5 | 14,8 | 5,4 | 7,0 | 1,0 | 14,4 | 1,88 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 573 | 57,5 | 14,9 | 5,3 | 6,9 | 1,0 | 14,4 | 1,88 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 577 | 57,6 | 14,8 | 5,4 | 6,9 | 1,0 | 14,4 | 1,88 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 581 | 57,5 | 14,8 | 5,4 | 6,9 | 1,0 | 14,4 | 1,88 | - | 5,13 | 0,080 | - |
| 584 | 57,5 | 14,8 | 5,4 | 6,8 | 1,0 | 14,5 | 1,88 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 588 | 57,5 | 14,9 | 5,4 | 6,8 | 1,0 | 14,5 | 1,87 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 592 | 55,2 | 15,4 | 4,8 | 6,4 | 1,0 | 17,3 | 1,83 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 596 | 57,3 | 15,9 | 5,0 | 6,5 | 0,0 | 15,3 | 1,90 | - | 5,11 | 0,080 | - |
| 599 | 57,0 | 16,1 | 4,9 | 6,5 | 0,0 | 15,5 | 1,89 | - | 5,11 | 0,080 | - |
| 603 | 57,1 | 16,1 | 4,9 | 6,4 | 0,0 | 15,5 | 1,89 | - | 5,12 | 0,080 | - |
| 607 | 57,2 | 15,6 | 4,7 | 6,9 | 0,0 | 15,6 | 1,91 | - | 5,17 | 0,080 | - |
| 610 | 56,2 | 15,5 | 4,5 | 7,3 | 0,0 | 16,5 | 1,91 | - | 5,21 | 0,079 | - |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.19

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Calcit | Portlandit | Quarz | Katoit | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|--------|------------|-------|--------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 614 | 55,2 | 15,6 | 4,4 | 7,8 | 0,0 | 17,0 | 1,92 | - | 5,24 | 0,079 | - |
| 618 | 54,7 | 15,9 | 4,4 | 7,9 | 0,0 | 17,2 | 1,92 | - | 5,26 | 0,079 | - |
| 622 | 54,1 | 15,6 | 4,5 | 8,0 | 0,0 | 17,7 | 1,92 | - | 5,27 | 0,080 | - |
| 625 | 54,4 | 15,5 | 4,5 | 8,1 | 0,0 | 17,4 | 1,93 | - | 5,28 | 0,080 | - |
| 629 | 54,4 | 15,3 | 4,6 | 8,2 | 0,0 | 17,4 | 1,94 | - | 5,28 | 0,080 | - |
| 633 | 54,3 | 15,1 | 4,7 | 8,2 | 0,0 | 17,6 | 1,94 | - | 5,28 | 0,081 | - |
| 637 | 54,2 | 15,1 | 4,8 | 8,2 | 0,0 | 17,7 | 1,94 | - | 5,29 | 0,081 | - |
| 640 | 54,1 | 15,1 | 4,8 | 8,3 | 0,0 | 17,7 | 1,94 | - | 5,30 | 0,081 | - |
| 644 | 54,0 | 15,2 | 4,7 | 8,3 | 0,0 | 17,7 | 1,94 | - | 5,30 | 0,081 | - |
| 648 | 53,9 | 15,2 | 4,7 | 8,3 | 0,0 | 17,8 | 1,94 | - | 5,30 | 0,081 | - |
| 651 | 53,9 | 15,1 | 4,8 | 8,3 | 0,0 | 18,0 | 1,94 | - | 5,30 | 0,081 | - |
| 655 | 53,8 | 15,1 | 4,8 | 8,4 | 0,0 | 17,9 | 1,95 | - | 5,31 | 0,082 | - |
| 659 | 53,5 | 15,1 | 4,8 | 8,5 | 0,0 | 18,2 | 1,95 | - | 5,32 | 0,083 | - |
| 663 | 53,3 | 15,0 | 4,8 | 8,5 | 0,0 | 18,4 | 1,95 | - | 5,33 | 0,084 | - |
| 666 | 53,0 | 15,0 | 4,9 | 8,6 | 0,0 | 18,5 | 1,95 | - | 5,34 | 0,084 | - |
| 670 | 52,8 | 15,0 | 4,9 | 8,6 | 0,0 | 18,7 | 1,95 | - | 5,35 | 0,084 | - |
| 674 | 52,7 | 15,0 | 4,9 | 8,6 | 0,0 | 18,7 | 1,95 | - | 5,35 | 0,084 | - |
| 677 | 52,7 | 15,0 | 5,0 | 8,6 | 0,0 | 18,7 | 1,95 | - | 5,36 | 0,084 | - |
| 681 | 52,5 | 14,8 | 5,1 | 8,6 | 0,0 | 19,0 | 1,96 | - | 5,35 | 0,085 | - |
| 685 | 52,4 | 14,9 | 5,0 | 8,7 | 0,0 | 19,0 | 1,96 | - | 5,36 | 0,085 | - |
| 689 | 52,4 | 14,9 | 5,0 | 8,6 | 0,0 | 19,1 | 1,95 | - | 5,37 | 0,085 | - |
| 692 | 52,3 | 14,8 | 5,1 | 8,6 | 0,0 | 19,2 | 1,96 | - | 5,37 | 0,085 | - |
| 696 | 52,2 | 15,0 | 5,0 | 8,7 | 0,0 | 19,1 | 1,96 | - | 5,37 | 0,085 | - |
| 700 | 52,2 | 14,7 | 5,1 | 8,7 | 0,0 | 19,2 | 1,96 | - | 5,38 | 0,085 | - |
| 704 | 51,1 | 14,8 | 5,1 | 8,5 | 0,0 | 20,6 | 1,95 | - | 5,39 | 0,086 | - |
| 707 | 51,0 | 14,7 | 5,1 | 8,4 | 0,0 | 20,7 | 1,95 | - | 5,39 | 0,086 | - |

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.20.: Phasenbestand sowie kristallographische Parameter für α -C₂SH an der 3. Pos. der Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5. Die Zeit ist in Minuten, der kristalline Phasenbestand in Gew.-% angegeben. Die Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase und des (122)-Reflexes von α -C₂SH sind in Å³ angegeben, die Halbwertsbreite von α -C₂SH in Å. Das C/S und das Verhältnis der Flächen der Reflexe sind dimensionslose Größen.

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 0 | – | – | 78,9 | 21,1 | 3,03 | – | – | – | – |
| 4 | 3,2 | – | 77,5 | 19,3 | 3,20 | – | – | 0,052 | – |
| 7 | 3,4 | – | 77,3 | 19,4 | 3,17 | – | – | 0,048 | – |
| 11 | 2,3 | – | 77,1 | 20,7 | 2,99 | – | – | 0,043 | – |
| 15 | 1,5 | – | 75,8 | 22,7 | 2,69 | – | – | 0,050 | – |
| 19 | 7,2 | – | 68,3 | 24,6 | 2,23 | – | 0,12 | 0,070 | – |
| 22 | 18,0 | – | 65,1 | 16,9 | 2,85 | – | 0,41 | 0,072 | – |
| 26 | 25,9 | – | 59,3 | 14,8 | 2,80 | – | 1,18 | 0,079 | – |
| 30 | 32,5 | – | 53,7 | 13,9 | 2,66 | – | 1,72 | 0,080 | – |
| 34 | 38,4 | – | 49,8 | 11,7 | 2,71 | – | 2,16 | 0,080 | – |
| 37 | 40,7 | – | 47,0 | 12,3 | 2,54 | – | 2,52 | 0,080 | – |
| 41 | 40,5 | 6,1 | 41,5 | 11,9 | 2,22 | – | 2,72 | 0,080 | – |
| 45 | 43,8 | 6,6 | 38,5 | 11,1 | 2,18 | – | 2,94 | 0,080 | – |
| 48 | 44,9 | 7,2 | 37,9 | 10,0 | 2,24 | – | 3,05 | 0,080 | – |
| 52 | 48,4 | 8,9 | 34,1 | 8,6 | 2,19 | – | 3,13 | 0,080 | – |
| 56 | 49,2 | 9,0 | 34,0 | 7,7 | 2,25 | – | 3,20 | 0,080 | – |
| 60 | 47,2 | 8,8 | 35,1 | 8,9 | 2,20 | – | 3,26 | 0,080 | – |
| 63 | 47,4 | 9,4 | 34,6 | 8,6 | 2,19 | – | 3,27 | 0,080 | – |
| 67 | 47,8 | 10,0 | 33,7 | 8,5 | 2,16 | – | 3,25 | 0,079 | – |
| 71 | 47,7 | 10,3 | 33,3 | 8,7 | 2,13 | – | 3,26 | 0,079 | – |
| 74 | 48,3 | 10,6 | 32,5 | 8,6 | 2,10 | – | 3,33 | 0,079 | – |
| 78 | 48,5 | 10,5 | 32,0 | 9,0 | 2,06 | – | 3,39 | 0,079 | – |
| 82 | 51,7 | 12,3 | 28,2 | 7,8 | 2,01 | – | 3,41 | 0,079 | – |
| 86 | 52,3 | 12,5 | 28,7 | 6,5 | 2,10 | – | 3,49 | 0,079 | – |
| 89 | 53,1 | 12,9 | 27,4 | 6,5 | 2,06 | – | 3,52 | 0,079 | – |
| 93 | 52,8 | 13,0 | 27,8 | 6,4 | 2,08 | – | 3,53 | 0,079 | – |
| 97 | 53,4 | 13,0 | 27,2 | 6,3 | 2,07 | – | 3,57 | 0,080 | – |
| 101 | 53,2 | 13,4 | 27,2 | 6,3 | 2,06 | – | 3,53 | 0,079 | – |
| 104 | 53,1 | 14,1 | 26,9 | 5,9 | 2,06 | – | 3,56 | 0,079 | – |
| 108 | 54,3 | 13,7 | 25,9 | 6,1 | 2,03 | – | 3,60 | 0,080 | – |
| 112 | 54,1 | 14,3 | 25,8 | 5,8 | 2,03 | – | 3,62 | 0,080 | – |
| 115 | 54,5 | 14,3 | 25,4 | 5,8 | 2,03 | – | 3,61 | 0,080 | – |
| 119 | 54,4 | 14,4 | 25,6 | 5,7 | 2,03 | – | 3,67 | 0,080 | – |
| 123 | 54,6 | 14,8 | 24,9 | 5,6 | 2,01 | – | 3,71 | 0,080 | – |
| 127 | 54,9 | 14,8 | 24,7 | 5,6 | 2,01 | – | 3,73 | 0,080 | – |
| 130 | 55,3 | 14,6 | 24,5 | 5,6 | 2,01 | – | 3,74 | 0,080 | – |
| 134 | 55,2 | 15,3 | 24,1 | 5,4 | 2,00 | – | 3,74 | 0,080 | – |
| 138 | 55,6 | 15,5 | 23,7 | 5,2 | 1,99 | – | 3,74 | 0,080 | – |
| 141 | 55,6 | 15,6 | 23,7 | 5,1 | 2,00 | – | 3,74 | 0,080 | – |
| 145 | 56,1 | 15,7 | 23,3 | 4,9 | 2,00 | – | 3,79 | 0,080 | – |
| 149 | 56,6 | 16,2 | 22,3 | 4,8 | 1,97 | – | 3,87 | 0,080 | – |
| 153 | 57,1 | 15,8 | 22,3 | 4,7 | 1,98 | – | 3,85 | 0,080 | – |
| 156 | 57,0 | 16,2 | 22,1 | 4,7 | 1,97 | – | 3,86 | 0,080 | – |
| 160 | 57,5 | 16,3 | 21,6 | 4,6 | 1,96 | – | 3,92 | 0,080 | – |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.20

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 164 | 58,1 | 16,4 | 21,0 | 4,4 | 1,96 | – | 3,97 | 0,080 | – |
| 168 | 58,6 | 16,1 | 20,8 | 4,5 | 1,95 | – | 3,97 | 0,080 | – |
| 171 | 59,1 | 16,1 | 20,4 | 4,4 | 1,95 | – | 4,00 | 0,080 | – |
| 175 | 59,1 | 16,2 | 20,4 | 4,4 | 1,95 | – | 4,01 | 0,080 | – |
| 179 | 59,4 | 16,2 | 20,2 | 4,2 | 1,95 | – | 4,00 | 0,080 | – |
| 182 | 59,1 | 16,7 | 20,0 | 4,2 | 1,94 | – | 4,03 | 0,080 | – |
| 186 | 60,5 | 16,0 | 19,4 | 4,1 | 1,94 | – | 4,11 | 0,080 | – |
| 190 | 60,4 | 16,7 | 19,0 | 3,9 | 1,93 | – | 4,14 | 0,080 | – |
| 194 | 61,9 | 15,7 | 18,3 | 4,0 | 1,93 | – | 4,13 | 0,081 | – |
| 197 | 61,7 | 16,2 | 18,3 | 3,8 | 1,93 | – | 4,20 | 0,081 | – |
| 201 | 63,0 | 15,7 | 17,5 | 3,8 | 1,92 | – | 4,25 | 0,081 | – |
| 205 | 62,7 | 16,2 | 17,4 | 3,7 | 1,92 | – | 4,27 | 0,081 | – |
| 208 | 62,7 | 16,6 | 17,2 | 3,5 | 1,91 | – | 4,30 | 0,081 | – |
| 212 | 63,5 | 16,3 | 16,6 | 3,5 | 1,90 | – | 4,28 | 0,081 | – |
| 216 | 63,7 | 15,9 | 16,7 | 3,7 | 1,91 | – | 4,29 | 0,081 | – |
| 220 | 63,3 | 16,8 | 16,5 | 3,4 | 1,90 | – | 4,35 | 0,081 | – |
| 223 | 65,4 | 15,6 | 15,4 | 3,6 | 1,88 | – | 4,41 | 0,081 | – |
| 227 | 64,8 | 16,0 | 15,9 | 3,3 | 1,91 | – | 4,41 | 0,081 | – |
| 231 | 64,3 | 17,0 | 15,6 | 3,1 | 1,89 | – | 4,42 | 0,081 | – |
| 235 | 65,9 | 16,1 | 14,9 | 3,1 | 1,89 | – | 4,49 | 0,081 | – |
| 238 | 66,6 | 15,6 | 14,1 | 3,6 | 1,85 | – | 4,51 | 0,081 | – |
| 242 | 67,3 | 16,1 | 13,1 | 3,5 | 1,82 | – | 4,53 | 0,081 | – |
| 246 | 66,8 | 15,8 | 13,8 | 3,6 | 1,84 | – | 4,56 | 0,082 | – |
| 249 | 68,5 | 15,7 | 12,9 | 2,8 | 1,87 | – | 4,56 | 0,082 | – |
| 253 | 66,6 | 17,0 | 13,7 | 2,7 | 1,87 | – | 4,57 | 0,082 | – |
| 257 | 67,4 | 16,0 | 13,2 | 3,4 | 1,83 | – | 4,60 | 0,082 | – |
| 261 | 66,9 | 16,7 | 13,1 | 3,3 | 1,83 | – | 4,63 | 0,082 | – |
| 264 | 68,9 | 15,6 | 12,1 | 3,5 | 1,82 | – | 4,68 | 0,082 | – |
| 268 | 69,0 | 15,9 | 12,1 | 3,0 | 1,84 | – | 4,70 | 0,082 | – |
| 272 | 69,0 | 16,2 | 11,8 | 3,0 | 1,82 | – | 4,75 | 0,082 | – |
| 275 | 68,4 | 16,9 | 11,5 | 3,2 | 1,79 | – | 4,78 | 0,082 | – |
| 279 | 69,1 | 16,5 | 11,4 | 3,0 | 1,81 | – | 4,79 | 0,082 | – |
| 283 | 69,9 | 15,9 | 11,1 | 3,0 | 1,81 | – | 4,80 | 0,082 | – |
| 287 | 69,6 | 16,5 | 10,7 | 3,1 | 1,79 | – | 4,81 | 0,082 | – |
| 290 | 70,2 | 15,9 | 10,7 | 3,1 | 1,80 | – | 4,82 | 0,082 | – |
| 294 | 70,3 | 16,7 | 10,0 | 3,0 | 1,77 | – | 4,85 | 0,082 | – |
| 298 | 71,1 | 16,1 | 9,8 | 3,0 | 1,78 | – | 4,88 | 0,082 | – |
| 302 | 70,6 | 17,1 | 9,4 | 2,9 | 1,76 | – | 4,93 | 0,083 | – |
| 305 | 70,8 | 17,2 | 9,2 | 2,8 | 1,76 | – | 4,93 | 0,083 | – |
| 309 | 72,2 | 15,9 | 9,1 | 2,8 | 1,78 | – | 4,95 | 0,083 | – |
| 313 | 72,0 | 16,5 | 8,8 | 2,7 | 1,77 | – | 4,98 | 0,083 | – |
| 316 | 72,6 | 16,1 | 8,5 | 2,9 | 1,76 | – | 5,02 | 0,083 | – |
| 320 | 71,9 | 16,6 | 8,6 | 2,9 | 1,75 | – | 5,03 | 0,083 | – |
| 324 | 71,9 | 16,9 | 8,4 | 2,8 | 1,75 | – | 5,03 | 0,083 | – |
| 328 | 71,7 | 17,0 | 8,2 | 3,0 | 1,73 | – | 5,05 | 0,083 | – |
| 331 | 72,3 | 16,9 | 8,1 | 2,7 | 1,74 | – | 5,05 | 0,083 | – |
| 335 | 73,8 | 16,7 | 6,8 | 2,7 | 1,72 | – | 5,17 | 0,083 | – |
| 339 | 74,0 | 16,6 | 6,9 | 2,6 | 1,73 | – | 5,17 | 0,083 | – |
| 342 | 75,5 | 15,8 | 6,3 | 2,4 | 1,74 | – | 5,19 | 0,083 | – |
| 346 | 75,5 | 15,7 | 6,4 | 2,4 | 1,75 | – | 5,21 | 0,083 | – |
| 350 | 75,6 | 15,9 | 6,2 | 2,3 | 1,74 | – | 5,23 | 0,083 | – |
| 354 | 75,5 | 16,1 | 6,0 | 2,4 | 1,73 | – | 5,25 | 0,083 | – |
| 357 | 76,0 | 15,8 | 6,0 | 2,2 | 1,74 | – | 5,24 | 0,083 | – |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.20

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 361 | 75,4 | 16,1 | 5,9 | 2,5 | 1,72 | – | 5,24 | 0,083 | – |
| 365 | 76,2 | 16,2 | 5,5 | 2,2 | 1,73 | – | 5,24 | 0,083 | – |
| 369 | 76,1 | 16,3 | 5,5 | 2,0 | 1,74 | – | 5,24 | 0,083 | – |
| 372 | 75,6 | 16,5 | 5,6 | 2,3 | 1,72 | – | 5,27 | 0,083 | – |
| 376 | 76,4 | 16,3 | 5,3 | 2,0 | 1,73 | – | 5,27 | 0,083 | – |
| 380 | 76,3 | 16,3 | 5,3 | 2,1 | 1,73 | – | 5,28 | 0,083 | – |
| 383 | 77,0 | 16,1 | 4,9 | 2,0 | 1,73 | – | 5,30 | 0,083 | – |
| 387 | 76,5 | 16,3 | 5,1 | 2,1 | 1,72 | – | 5,32 | 0,083 | – |
| 391 | 75,8 | 16,7 | 5,1 | 2,4 | 1,70 | – | 5,30 | 0,083 | – |
| 395 | 76,1 | 16,6 | 5,1 | 2,2 | 1,72 | – | 5,30 | 0,083 | – |
| 398 | 77,0 | 16,2 | 4,8 | 2,1 | 1,72 | – | 5,31 | 0,083 | – |
| 402 | 77,5 | 15,8 | 4,6 | 2,1 | 1,72 | – | 5,32 | 0,084 | – |
| 406 | 76,0 | 16,7 | 5,0 | 2,4 | 1,70 | – | 5,32 | 0,083 | – |
| 409 | 77,4 | 16,1 | 4,4 | 2,0 | 1,72 | – | 5,32 | 0,083 | – |
| 413 | 76,5 | 16,7 | 4,7 | 2,1 | 1,71 | – | 5,35 | 0,084 | – |
| 417 | 77,1 | 16,4 | 4,5 | 2,0 | 1,72 | – | 5,37 | 0,084 | – |
| 421 | 76,4 | 16,7 | 5,0 | 1,9 | 1,72 | – | 5,36 | 0,084 | – |
| 424 | 77,0 | 16,5 | 4,5 | 2,0 | 1,71 | – | 5,38 | 0,084 | – |
| 428 | 76,8 | 16,7 | 4,5 | 2,0 | 1,71 | – | 5,38 | 0,084 | – |
| 432 | 76,3 | 17,1 | 4,5 | 2,2 | 1,70 | – | 5,38 | 0,084 | – |
| 436 | 77,4 | 16,5 | 4,3 | 1,8 | 1,72 | – | 5,38 | 0,084 | – |
| 439 | 76,5 | 16,8 | 4,6 | 2,1 | 1,71 | – | 5,37 | 0,084 | – |
| 443 | 77,2 | 16,6 | 4,4 | 1,8 | 1,72 | – | 5,37 | 0,084 | – |
| 447 | 77,0 | 16,8 | 4,5 | 1,8 | 1,72 | – | 5,37 | 0,084 | – |
| 450 | 76,9 | 16,9 | 4,3 | 1,9 | 1,71 | – | 5,38 | 0,084 | – |
| 454 | 76,9 | 17,0 | 4,3 | 1,8 | 1,71 | – | 5,39 | 0,084 | – |
| 458 | 77,1 | 16,8 | 4,3 | 1,8 | 1,72 | – | 5,40 | 0,084 | – |
| 462 | 77,1 | 16,7 | 4,2 | 2,0 | 1,71 | – | 5,39 | 0,084 | – |
| 465 | 77,2 | 16,6 | 4,4 | 1,8 | 1,72 | – | 5,41 | 0,084 | – |
| 469 | 78,4 | 16,2 | 3,8 | 1,7 | 1,72 | – | 5,41 | 0,084 | – |
| 473 | 77,6 | 16,6 | 4,2 | 1,6 | 1,72 | – | 5,41 | 0,084 | – |
| 476 | 76,9 | 17,1 | 4,3 | 1,7 | 1,72 | – | 5,40 | 0,084 | – |
| 480 | 78,0 | 16,5 | 4,0 | 1,5 | 1,73 | – | 5,40 | 0,084 | – |
| 484 | 76,8 | 17,3 | 4,2 | 1,6 | 1,71 | – | 5,40 | 0,084 | – |
| 488 | 77,0 | 17,4 | 4,0 | 1,7 | 1,71 | – | 5,40 | 0,084 | – |
| 491 | 78,1 | 16,7 | 3,8 | 1,4 | 1,73 | – | 5,41 | 0,084 | – |
| 495 | 78,3 | 16,7 | 3,7 | 1,4 | 1,73 | – | 5,43 | 0,084 | – |
| 499 | 77,5 | 17,1 | 3,8 | 1,6 | 1,71 | – | 5,42 | 0,084 | – |
| 503 | 78,3 | 16,7 | 3,7 | 1,3 | 1,73 | – | 5,43 | 0,084 | – |
| 506 | 78,4 | 16,2 | 3,8 | 1,6 | 1,72 | – | 5,44 | 0,084 | – |
| 510 | 78,5 | 16,4 | 3,8 | 1,4 | 1,73 | – | 5,45 | 0,084 | – |
| 514 | 79,0 | 16,1 | 3,6 | 1,3 | 1,74 | – | 5,44 | 0,084 | – |
| 517 | 79,1 | 16,0 | 3,5 | 1,4 | 1,73 | – | 5,46 | 0,084 | – |
| 521 | 79,1 | 16,3 | 3,4 | 1,2 | 1,73 | – | 5,46 | 0,084 | – |
| 525 | 78,8 | 16,6 | 3,5 | 1,1 | 1,74 | – | 5,46 | 0,084 | – |
| 529 | 78,2 | 16,5 | 3,7 | 1,6 | 1,72 | – | 5,44 | 0,084 | – |
| 532 | 79,3 | 15,9 | 3,2 | 1,5 | 1,72 | – | 5,46 | 0,084 | – |
| 536 | 78,9 | 16,5 | 3,4 | 1,3 | 1,73 | – | 5,47 | 0,084 | – |
| 540 | 77,8 | 17,0 | 3,6 | 1,5 | 1,71 | – | 5,48 | 0,084 | – |
| 543 | 77,7 | 17,0 | 3,7 | 1,6 | 1,71 | – | 5,47 | 0,084 | – |
| 547 | 79,4 | 16,1 | 3,3 | 1,2 | 1,73 | – | 5,49 | 0,084 | – |
| 551 | 79,2 | 16,2 | 3,3 | 1,3 | 1,73 | – | 5,50 | 0,084 | – |
| 555 | 79,1 | 16,1 | 3,4 | 1,4 | 1,73 | – | 5,49 | 0,084 | – |

Fortsetzung nächste Seite

C. Ergänzende Tabellen

Tabelle C.20

| Zeit | α -C ₂ SH | 11Å-Tob. | Portlandit | Quarz | C/S | C-S-H-Fläche | Fläche α -C ₂ SH | FWHM α -C ₂ SH | Verhältnis |
|------|-----------------------------|----------|------------|-------|------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|------------|
| 558 | 79,2 | 16,2 | 3,3 | 1,3 | 1,73 | – | 5,48 | 0,084 | – |
| 562 | 78,8 | 16,3 | 3,4 | 1,5 | 1,72 | – | 5,49 | 0,084 | – |
| 566 | 79,1 | 16,0 | 3,5 | 1,4 | 1,73 | – | 5,50 | 0,084 | – |
| 570 | 78,4 | 16,7 | 3,4 | 1,5 | 1,72 | – | 5,51 | 0,084 | – |
| 573 | 79,3 | 16,1 | 3,2 | 1,4 | 1,73 | – | 5,49 | 0,084 | – |
| 577 | 78,7 | 16,3 | 3,4 | 1,6 | 1,71 | – | 5,50 | 0,084 | – |
| 581 | 79,2 | 16,2 | 3,3 | 1,4 | 1,73 | – | 5,51 | 0,084 | – |
| 584 | 79,5 | 16,0 | 3,1 | 1,4 | 1,73 | – | 5,52 | 0,084 | – |
| 588 | 79,4 | 16,1 | 3,2 | 1,2 | 1,73 | – | 5,52 | 0,085 | – |
| 592 | 79,1 | 16,1 | 3,4 | 1,4 | 1,72 | – | 5,53 | 0,085 | – |
| 596 | 79,5 | 16,0 | 3,3 | 1,3 | 1,73 | – | 5,54 | 0,085 | – |
| 599 | 78,3 | 16,7 | 3,4 | 1,6 | 1,71 | – | 5,53 | 0,085 | – |
| 603 | 79,7 | 15,6 | 3,2 | 1,4 | 1,73 | – | 5,58 | 0,084 | – |
| 607 | 80,8 | 14,0 | 3,7 | 1,5 | 1,76 | – | 5,75 | 0,084 | – |
| 610 | 82,5 | 12,8 | 3,4 | 1,2 | 1,79 | – | 5,93 | 0,084 | – |
| 614 | 83,9 | 11,6 | 3,2 | 1,2 | 1,80 | – | 6,04 | 0,084 | – |
| 618 | 83,9 | 11,2 | 3,5 | 1,5 | 1,80 | – | 6,13 | 0,084 | – |
| 622 | 85,0 | 10,5 | 3,0 | 1,4 | 1,81 | – | 6,19 | 0,084 | – |
| 625 | 85,6 | 10,1 | 2,9 | 1,5 | 1,81 | – | 6,26 | 0,084 | – |
| 629 | 86,2 | 9,5 | 2,7 | 1,6 | 1,80 | – | 6,34 | 0,084 | – |
| 633 | 86,7 | 9,0 | 2,8 | 1,6 | 1,81 | – | 6,39 | 0,084 | – |
| 637 | 87,7 | 8,8 | 2,4 | 1,0 | 1,84 | – | 6,43 | 0,084 | – |
| 640 | 87,4 | 8,7 | 2,6 | 1,3 | 1,83 | – | 6,46 | 0,084 | – |
| 644 | 88,2 | 8,4 | 2,3 | 1,1 | 1,84 | – | 6,48 | 0,083 | – |
| 648 | 87,6 | 8,3 | 2,7 | 1,4 | 1,84 | – | 6,51 | 0,083 | – |
| 651 | 87,9 | 8,1 | 2,7 | 1,4 | 1,84 | – | 6,53 | 0,083 | – |
| 655 | 87,8 | 8,0 | 2,8 | 1,4 | 1,84 | – | 6,56 | 0,083 | – |
| 659 | 88,2 | 7,5 | 2,9 | 1,4 | 1,86 | – | 6,61 | 0,084 | – |
| 663 | 88,2 | 7,6 | 2,8 | 1,5 | 1,84 | – | 6,64 | 0,084 | – |
| 666 | 88,7 | 7,1 | 2,9 | 1,3 | 1,87 | – | 6,66 | 0,084 | – |
| 670 | 89,2 | 7,0 | 2,6 | 1,2 | 1,87 | – | 6,70 | 0,084 | – |
| 674 | 88,7 | 6,9 | 2,9 | 1,6 | 1,86 | – | 6,71 | 0,084 | – |
| 677 | 89,7 | 6,5 | 2,6 | 1,2 | 1,88 | – | 6,75 | 0,084 | – |
| 681 | 89,5 | 6,0 | 2,9 | 1,6 | 1,87 | – | 6,75 | 0,084 | – |
| 685 | 89,8 | 6,5 | 2,6 | 1,1 | 1,88 | – | 6,78 | 0,084 | – |
| 689 | 89,2 | 6,3 | 3,0 | 1,5 | 1,87 | – | 6,78 | 0,083 | – |
| 692 | 89,8 | 6,5 | 2,5 | 1,2 | 1,88 | – | 6,80 | 0,083 | – |
| 696 | 89,4 | 6,3 | 3,0 | 1,4 | 1,88 | – | 6,80 | 0,083 | – |
| 700 | 90,1 | 6,3 | 2,5 | 1,1 | 1,89 | – | 6,80 | 0,084 | – |
| 704 | 89,6 | 5,9 | 3,3 | 1,2 | 1,90 | – | 6,82 | 0,084 | – |
| 707 | 89,4 | 5,2 | 3,7 | 1,6 | 1,90 | – | 6,83 | 0,084 | – |

Abbildungsverzeichnis

| | |
|--|----|
| 1.1. Schematische Darstellung des Aufbaus der Experimente | 5 |
| 2.1. Phasendiagramm im System CaO-SiO ₂ -H ₂ O modifiziert nach Taylor (1964) | 10 |
| 2.2. Kristallstruktur von α -C ₂ SH | 11 |
| 2.3. Strukturannahmen für die nanokristalline C-S-H-Phase, nach Garbev et al. | 17 |
| 2.4. Stabilitätsbereich kristalliner C-S-H- und nanokristalliner C-S-H-Phasen . . | 18 |
| 3.1. Schemazeichnung eines Druckaufschlussbehälters | 24 |
| 4.1. Explosionsdarstellung der Hydrothermalzelle | 30 |
| 4.2. HT-Zelle und Orientierung der Komponenten | 31 |
| 4.3. Bedienelemente der Heizungssteuerung | 32 |
| 4.4. Phasenumwandlung von KNO ₃ | 34 |
| 4.5. Höhe von Presstabletten | 36 |
| 4.6. Schematische Darstellung von SUL-X | 37 |
| 4.7. Probenhalter und eingebaute Zelle an SUL-X | 39 |
| 4.8. Verhalten der Quelle während einer Testmessung | 40 |
| 4.9. Vergleich des Reflexes (101) von Ca(OH) ₂ vor und nach der Normierung . | 42 |
| 4.10. Ausprägung des Reflexes (101) von Ca(OH) ₂ nach der Normierung | 43 |
| 5.1. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit industriellem Quarzmehl | 49 |
| 5.2. REM: Syntheseprodukt, Industrielles Quarzmehl und 3 h Synthesedauer . . | 50 |
| 5.3. REM: Syntheseprodukt, Industrielles Quarzmehl und 6 h Synthesedauer . . | 51 |
| 5.4. REM: Syntheseprodukt, Industrielles Quarzmehl und 12 h Synthesedauer . | 52 |
| 5.5. REM: Syntheseprodukt, Industrielles Quarzmehl und 24 h Synthesedauer . | 53 |
| 5.6. REM: Syntheseprodukt, Industrielles Quarzmehl und 48 h Synthesedauer . | 54 |
| 5.7. REM: Syntheseprodukt, Industrielles Quarzmehl und 7 T Synthesedauer . . | 55 |
| 5.8. REM: Syntheseprodukt, Industrielles Quarzmehl und 28 T Synthesedauer . | 56 |
| 5.9. Skizzierter Verlauf der Synthese von α -C ₂ SH | 57 |
| 5.10. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit hochdisperssem SiO ₂ | 62 |
| 5.11. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit Quarzmehl in Laborqualität . . . | 64 |
| 5.12. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit grobem Quarz | 65 |
| 5.13. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen die mit gemahlenem Quarz | 67 |
| 5.14. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen die variablem W/F und industriellem Quarzmehl | 70 |
| 5.15. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit variablem W/F und hochdisper- sem SiO ₂ | 72 |
| 5.16. Presstablette vor und nach einer Synthese in der HT-Zelle | 75 |
| 5.17. <i>In situ</i> Synthese (hochdisperses SiO ₂ , W/F von 5): Phasenbestand | 79 |

Abbildungsverzeichnis

| | |
|---|-----|
| 5.18. <i>In situ</i> Synthese (hochdisperses SiO ₂ , W/F von 5): C/S der kristallinen Phasen und Fläche (110)-Reflex | 80 |
| 5.19. <i>In situ</i> Synthese (hochdisperses SiO ₂ , W/F von 5): (122)-Reflexes von α-C ₂ SH | 81 |
| 5.20. REM: Produkt <i>in situ</i> Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ und W/F von 2 | 84 |
| 5.21. <i>In situ</i> Synthese (hochdisperses SiO ₂ , W/F von 2): Phasenbestand | 86 |
| 5.22. <i>In situ</i> Synthese (hochdisperses SiO ₂ , W/F von 2): C/S der kristallinen Phasen und Fläche (110)-Reflex | 87 |
| 5.23. <i>In situ</i> Synthese (hochdisperses SiO ₂ , W/F von 2): (122)-Reflex von α-C ₂ SH | 88 |
| 5.24. REM: Produkt <i>in situ</i> Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ und W/F von 2 | 91 |
| 5.25. <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2): Phasenbestand | 93 |
| 5.26. <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2): C/S der kristallinen Phasen und Fläche des (110)-Reflex | 94 |
| 5.27. <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2): (122)-Reflex von α-C ₂ SH | 95 |
| 5.28. Änderung der Gitterkonstanten von α-C ₂ SH der Synthese mit industriellem Quarzmehl, bei einem W/F von 2, an Position 1. | 99 |
| 5.29. Aufbau der Struktur von α-C ₂ SH | 101 |
| 5.30. REM: Produkt <i>in situ</i> Synthese mit industriellem Quarzmehl und W/F von 2102 | 102 |
| 5.31. <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 5): Phasenbestand | 104 |
| 5.32. <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 5): C/S der kristallinen Phasen und Fläche des (110)-Reflex | 105 |
| 5.33. <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 5): (122)-Reflex von α-C ₂ SH | 106 |
| 5.34. Änderung der Gitterkonstante von Katoit während der Synthese mit industriellem Quarzmehl, bei einem W/F von 5, an Pos. 1. | 108 |
| 5.35. REM: Produkt <i>in situ</i> Synthese mit industriellem Quarzmehl und W/F von 5110 | 110 |
| 6.1. Einfluss der spezifischen Oberfläche | 112 |
| 6.2. Einfluss von Synthesedauer in SiO ₂ -Quelle auf den Umsatz zu α-C ₂ SH | 113 |
| 6.3. Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase während der Synthesen mit industriellem Quarzmehl | 114 |
| 6.4. Fläche des (110)-Reflexes der nanokristallinen C-S-H-Phase während der Synthesen mit hochdisperssem SiO ₂ | 114 |
| 6.5. Kristallisation von α-C ₂ SH während der zwei Synthesen mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 und 5 | 116 |
| 6.6. Kristallisation von α-C ₂ SH während der zwei Synthesen mit hochdisperssem SiO ₂ bei einem W/F von 2 und 5 | 116 |
| 6.7. Aufbau der Struktur von α-C ₂ SH | 119 |
| A.1. Verhalten der Quelle: 1. <i>in situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2) | 125 |
| A.2. Temperaturverlauf: 1. <i>in situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2) | 125 |
| A.3. Verhalten der Quelle: 2. <i>in situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2) | 126 |

Abbildungsverzeichnis

| | |
|--|-----|
| A.4. Temperaturverlauf: 2. <i>in situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2) | 127 |
| A.5. Verhalten der Quelle: <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 5) | 128 |
| A.6. Temperaturverlauf: <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 5) | 128 |
| A.7. Verhalten der Quelle: <i>In situ</i> Synthese (hochdisperssem SiO ₂ , W/F von 2) . | 129 |
| A.8. Temperaturverlauf: <i>In situ</i> Synthese (hochdisperssem SiO ₂ , W/F von 2) . . | 130 |
| A.9. Verhalten der Quelle: <i>In situ</i> Synthese (hochdisperssem SiO ₂ , W/F von 5) . | 131 |
| A.10. Temperaturverlauf: <i>In situ</i> Synthese (hochdisperssem SiO ₂ , W/F von 5) . . | 131 |
| A.11. Zeitpunkte Berechnung der Zusammensetzung des amorphen Anteils der 1. Synthese mit industriellem Quarzmehl bei W/F 2 an Pos. 1 | 132 |

Tabellenverzeichnis

| | |
|--|-----|
| 3.1. Definierte Standardparameter einer Hydrothermalsynthese | 25 |
| 5.1. Parameter der Synthesereihe zur Betrachtung der Kristallisation von α -C ₂ SH | 47 |
| 5.2. Änderung der Gitterkonstanten von α -C ₂ SH mit zunehmender Synthesedauer | 58 |
| 5.3. C/S der kristallinen Phasen aus den Synthesen mit industriellem Quarzmehl | 58 |
| 5.4. Berechnung des theoretischen C/S bei Annahme unterschiedlicher Zusammensetzungen für die C-S-H-Phasen der Synthesen mit industriellem Quarzmehl und unterschiedlicher Synthesedauer | 60 |
| 5.5. Parameter der Synthesen bei variabler SiO ₂ -Quelle und Synthesedauer . . . | 61 |
| 5.6. Parameter der Synthesen mit variablem W/F | 69 |
| 5.7. Titrimetrische Bestimmung des Ca(OH) ₂ in den Synthesen mit variablem W/F und industriellem Quarzmehl | 71 |
| 5.8. Titrimetrische Bestimmung des Ca(OH) ₂ in den Synthesen mit variablem W/F und hochdisperssem SiO ₂ | 73 |
| 5.9. Abschätzung der Anteile an nanokristallinen C-S-H-Phase der <i>in situ</i> Synthese mit Quarzmehl und einem W/F von 2 | 98 |
| A.1. Syntheseparameter: 1. <i>in situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2) | 124 |
| A.2. Syntheseparameter: 2. <i>in situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 2) | 126 |
| A.3. Syntheseparameter: <i>In situ</i> Synthese (industrielles Quarzmehl, W/F von 5) | 127 |
| A.4. Syntheseparameter: <i>In situ</i> Synthese (hochdisperssem SiO ₂ , W/F von 2) . . | 129 |
| A.5. Parameter: <i>In situ</i> Synthese (hochdisperssem SiO ₂ , W/F von 5) | 130 |
| C.1. Kristalline C-S-H-Phasen | 136 |
| C.2. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit industriellem Quarzmehl und variabler Synthesedauer | 137 |
| C.3. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit hochdisperssem SiO ₂ und variabler Synthesedauer | 138 |
| C.4. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit Quarzmehl in Laborqualität und variabler Synthesedauer | 139 |
| C.5. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit grobem Quarz in Laborqualität und variabler Synthesedauer | 140 |
| C.6. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit Quarz von Merck der aufgemahlen wurde | 140 |
| C.7. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit höheren W/F und industriellem Quarzmehl | 141 |
| C.8. Phasenbestand der <i>ex situ</i> Synthesen mit höheren W/F und hochdisperssem SiO ₂ | 141 |

Tabellenverzeichnis

| | |
|---|-----|
| C.9. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ bei einem W/F von 5 an Pos. 1 | 142 |
| C.10. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ bei einem W/F von 5 an Pos. 2 | 146 |
| C.11. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ bei einem W/F von 5 an Pos. 3 | 150 |
| C.12. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ bei einem W/F von 2 an Pos. 1 | 154 |
| C.13. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ bei einem W/F von 2 an Pos. 2 | 158 |
| C.14. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit hochdisperssem SiO ₂ bei einem W/F von 2 an Pos. 3 | 162 |
| C.15. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 an Pos. 1 | 166 |
| C.16. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 an Pos. 2 | 169 |
| C.17. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 2 an Pos. 3 | 172 |
| C.18. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5 an Pos. 1 | 175 |
| C.19. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5 an Pos. 2 | 181 |
| C.20. Phasenbestand und kristallographische Parameter, <i>in situ</i> -Synthese mit industriellem Quarzmehl bei einem W/F von 5 an Pos. 3 | 187 |

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|-----------------------------|--|
| α -C ₂ SH | α -Dicalciumsilikathydrat |
| ANKA | Ångström-Quelle Karlsruhe |
| BET | S. Brunauer, P.H. Emmett und E. Teller |
| C ₂ S | Dicalciumsilikat |
| C ₃ S | Tricalciumsilikat |
| C-S-H | Calciumsilikathydrat |
| C/S | Calcium/Silizium-Verhältnis |
| CCD | Charged-Coupled Device |
| EDX | Energiedispersive Röntgenfluoreszenzanalyse |
| EDXRD | Energiedispersive Röntgenbeugung |
| ESEM | Environmental Scanning Electron Microscope |
| FT-IR | Fouriertransformierte Infrarotspektroskopie |
| FWHM | Full Width at Half Maximum |
| Gew.-% | Gewichtsprozent |
| GSE | Gasphasen-Sekundärelektronen |
| HT-Zelle | Hydrothermalzelle |
| KIT | Karlsruher Institut für Technologie |
| OPC | Ordinary Portland Cement |
| PID | Proportionalanteil, Integralanteil und Differenzialanteil |
| REM | Rasterelektronenmikroskopie |
| RFA | Röntgenfluoreszenzanalyse |
| SAXS | Small-Angle X-ray Scattering |
| SUL-X | Synchrotron-Umwelt-Labor für Röntgenanwendungen |
| W/F | Wasser/Feststoff-Verhältnis |
| WAXS | Wide-Angle X-ray Scattering |
| WDX | Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse |
| XANES | Röntgen-Nahkanten-Absorptions-Spektroskopie (X-ray Absorption Near Edge Structure) |
| XRD | Röntgenbeugung (X-ray Diffraction) |

Literaturverzeichnis

- [Aitken u. Taylor 1960] AITKEN, A. ; TAYLOR, H.F.W.: Hydrothermal Reactions in Lime-Quartz Pastes. In: *Journal of Applied Chemistry* 10 (1960), S. 7 – 15
- [Alvarez-Pinazo et al. 2012] ALVAREZ-PINAZO, G. ; CUESTA, A. ; GARCIA-MATE, M. ; SANTACRUZ, I. ; LOSILLA, E.R. ; TORRE, A.G. D. ; LEON-REINA, L. ; ARANDA, M.A.G: Rietveld Quantitative Phase Analysis of Yeelimite-Containing Cements. In: *Cement and Concrete Research* 42 (2012), S. 960 – 971
- [Ashby 2005] ASHBY, M. F. ; SCHEFFLER, M. (Hrsg.) ; COLOMBO, P. (Hrsg.): *Cellular Ceramics; Part 1 Cellular Solids - Scaling of Properties*. WILEY-VCH Verlag GmbH u. Co.HGaA, Weinheim, 2005
- [Assarson 1962] ASSARSON, G.O. (Hrsg.) ; U.S. Departement of Commerce (Veranst.): *Chemistry of Cement: Proceedings of the Fourth International Symposium, Washington*. Bd. II. Cement and Concrete Assosiation, 1962
- [Assarsson 1957] ASSARSSON, G.O.: Hydrothermal Reaction Between Calcium Hydroxide and Amorphous Silica; The Reaction Between 180 and 220°C. In: *Journal of Physical Chemistry* 61 (1957), Nr. 4, S. 473 – 479
- [Assarsson 1958] ASSARSSON, G.O.: Hydrothermal Reaction Between Calcium Hydroxide and Amorphous Silica; The Reaction Between 120 and 160°C. In: *Journal of Physical Chemistry* 62 (1958), Nr. 2, S. 223 – 228
- [Assarsson 1960] ASSARSSON, G.O.: Hydrothermal Reaction of Calcium Hydroxide-Quartz at 120-220°C. In: *Journal of Physical Chemistry* 6 (1960), Nr. 3, S. 328 – 331
- [Avrami 1939] AVRAMI, M.: Kinetics of Phase Change I. In: *Journal of Chemical Physics* 7 (1939), S. 1103 – 1112
- [Avrami 1940] AVRAMI, M.: Kinetics of Phase Change II. In: *Journal of Chemical Physics* 8 (1940), S. 212 – 223
- [Avrami 1941] AVRAMI, M.: Kinetics of Phase Change III. In: *Journal of Chemical Physics* 9 (1941), S. 177 – 184
- [Berner 1983] BERNER, R.A.: Kinetics of Weathering and Diagenesis. In: LASAGE, A.C. (Hrsg.) ; KIRKPATRICK, R.J. (Hrsg.): *Kinetics of Geochemical Processes* Bd. 8. Mineralogical Society of America, 1983

Literaturverzeichnis

- [Bernstein u. Fehr 2012] BERNSTEIN, S. ; FEHR, K.T.: The formation of 1.13 nm tobermorite under hydrothermal conditions: 1. The influence of quartz grain size within the system CaO-SiO₂-D₂O. In: *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials* 58 (2012), S. 84 – 91
- [Beuchle et al. 2008a] BEUCHLE, G. ; GARBEV, K. ; SCHWEIKE, U. ; STEMMERMANN, P.: *Einphasiges hydraulisches Bindemittel, Verfahren zu seiner Herstellung und mit diesem Bindemittel hergestellter Baustoff*. Patent (DE). Nr. 10 2007 035 257 B3, 2008
- [Beuchle et al. 2008b] BEUCHLE, G. ; GARBEV, K. ; SCHWEIKE, U. ; STEMMERMANN, P.: *Einphasiges hydraulisches Bindemittel, Verfahren zu seiner Herstellung und mit diesem Bindemittel hergestellter Baustoff*. Patent (DE). Nr. 10 2007 035 258 B3, 2008
- [Beuchle et al. 2008c] BEUCHLE, G. ; GARBEV, K. ; SCHWEIKE, U. ; STEMMERMANN, P.: *Einphasiges hydraulisches Bindemittel, Verfahren zu seiner Herstellung und mit diesem Bindemittel hergestellter Baustoff*. Patent (DE). Nr. 10 2007 035 259 B3, 2008
- [Beuchle et al. 2010] BEUCHLE, G. ; GARBEV, K. ; SCHWEIKE, U. ; STEMMERMANN, P.: *Verfahren zur Herstellung eines belithaltigen Bindemittels*. Patent (DE). Nr. 10 2009 018 632 A1, 2010
- [Biagioni et al. 2012] BIAGIONI, C. ; BONARCCORSI, E. ; MERLINO, S. ; BERSANI, D. ; FORTE, C.: Thermal behaviour of tobermorite from N’Chwaning II mine (Kalahari Manganese Field, Republic of South Africa) II. Crystallographic and spectroscopic study of tobermorite 10 Å. In: *European Journal of Mineralogy* 24 (2012), S. 991 – 1004
- [Black et al. 2007] BLACK, L. ; BREEN, C. ; YARWOOD, J. ; GARBEV, K. ; STEMMERMANN, P. ; GASHAROVA, B.: Structural Features of C-S-H(1) and Its Carbonation in Air: A Raman Spectroscopic Study. Part 2: Carbonated Phases. In: *Journal of the American Ceramic Society* 90(3) (2007), S. 908 – 917
- [Blanc et al. 2010] BLANC, Ph. ; BOURBON, X. ; A.LASSIN ; GAUCHER, E.C.: Chemical model for cement-based materials: Temperature dependence of thermodynamic functions for Nanocrystalline and crystalline C-S-H phases. In: *Cement and Concrete Research* 40 (2010), S. 851 – 866
- [Bonaccorsi et al. 2005] BONACCORSI, E. ; MERLINO, S. ; KAMPF, A.R.: The crystal structure of tobermorite 14 Å (Plombierite), a C-S-H- phase. In: *Journal of American Ceramic Society* 88 (2005), S. 505 – 512
- [Bonaccorsi et al. 2004] BONACCORSI, E. ; MERLINO, S. ; TAYLOR, H.F.W.: The crystal structure of jennite, Ca₉Si₆O₁₈(OH)₆ · 8H₂O. In: *Cement and Concrete Research* 34 (2004), S. 1481 – 1488
- [Brigley et al. 2010] BRIGLEY, C. ; BROWN, I. ; GEOGHEGAN, B. ; BRANDL, A.: A New portland Cement Derived Composite Binder for Use in Geothermal Wells. In: *Proceedings of World Geothermal Congress, 2010*
- [Brunauer et al. 1938] BRUNAUER, S. ; EMMETT, P.H. ; TELLER, E.: Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. In: *Journal of the American Chemical Society* 60 (2) (1938), S. 309 – 319

Literaturverzeichnis

- [Buerger 1956] BUERGER, M.J.: The Arrangement of Atoms in Crystals of the Wollastonite Group of Metasilicates. In: *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* Bd. 42(3), 1956, S. 113 – 116
- [Chan u. Mitsuda 1978] CHAN, C.F. ; MITSUDA, T.: Formation of 11 Å Tobermorite from Mixtures of Lime and Colloidal Silica with Quartz. In: *Cement and Concrete Research* 8 (1978), S. 135 – 138
- [Chatterjee 1996a] CHATTERJEE, A.K.: Future Technological Options: Part 2. In: *Cement and Concrete Research* 26 (1996), S. 1227 – 1237
- [Chatterjee 1996b] CHATTERJEE, A.K.: High belite Cements - Present Status and Future Technological Options: Part 1. In: *Cement and Concrete Research* 26 (1996), S. 1213 – 1225
- [Chen et al. 2004] CHEN, J.J. ; THOMAS, J.J. ; TAYLOR, H.F.W. ; JENNINGS, H.M.: Solubility and structure of calcium silicate hydrate. In: *Cement and Concrete Research* 34 (2004), S. 1499 – 1519
- [Cherkinskii 1965] CHERKINSKII, Yu.S.: Polymerisation Concepts in the Chemistry of Cements. In: *Russian Chemical Reviews* 34 (1965), S. 451 – 459
- [Christensen et al. 1996] CHRISTENSEN, A. N. ; NOBBY, P. ; HANSON, J.C. ; SHIMADA, S.: Phase Transition of KNO₃ Monitored by Synchrotron X-ray Powder Diffraction. In: *Journal of Applied Crystallography* (1996), Nr. 29, S. 265 – 269
- [Clark et al. 1995] CLARK, S.M. ; NIELD, A. ; RATHBONE, T. ; FLAHERTY, J. ; TANG, C.C. ; EVANS, J.S.O. ; FRANCIS, R.J. ; O'HARE, D.: Development of large volume reaction cells for kinetic studies using energy-dispersive powder diffraction. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 97 (1995), S. 98 – 101
- [Cong u. Kirkpatrick 1996] CONG, X. ; KIRKPATRICK, R.J.: ¹⁷O MAS NMR Investigation of the Structure of Calcium Silicate Hydrate Gel. In: *Journal of American Ceramic Society* 79 (1996), S. 1585 – 1592
- [Dornberger-Schiff u. Grell-Niemann 1961] DORNBERGER-SCHIFF, K. ; GRELL-NIEMANN, H.: On the Theory of Order-Disorder (OD) Structures. In: *Acta Crystallographica* 14 (1961), S. 167 – 177
- [Duchsesne u. Reardon 1995] DUCHSESNE, J. ; REARDON, E.J.: Measurement and Prediction of Portland Solubility in Alkali Solutions. In: *Cement and Concrete Research* (1995)
- [Eakle 1925] EAKLE, A.S.: Foshagite, a new silicate from Crestmore, California. In: *American Mineralogist* 10(4) (1925), S. 97 – 99
- [El-Hemaly et al. 1977] EL-HEMALY, S.A.S. ; MITSUDA, T. ; TAYLOR, H.F.W.: Synthesis of normal and anomalous Tobermorite. In: *Cement and Concrete Research* 7 (1977), S. 429 – 438

Literaturverzeichnis

- [Evans et al. 1995] EVANS, J.S.O. ; FRANCIS, R.J. ; O'HARE, D. ; PRICE, S.J. ; CLARK, S.M. ; FLAHERTY, J. ; GORDON, J. ; NIELD, A. ; TANG, C.C.: An apparatus for the study of the kinetics and mechanism of hydrothermal reactions by in situ energy dispersive x-ray diffraction. In: *Review of Scientific Instruments* 66 (1995), S. 2442 – 2445
- [Ferro et al. 2003] FERRO, O. ; GALLI, E. ; PAPP, G. ; QUARTIERI, S. ; SZAKALL, S.: A new occurrence of katoite and re-examination of the hydrogrossular group. In: *European Journal of Mineralogy* 15 (2003), S. 419 – 426
- [Flegler et al. 1995] FLEGLER, S. L. ; HECKMANN, J. W. ; KLOMPARENS, K. L.: *Elektronenmikroskopie: Grundlagen, Methoden, Anwendung*. Spektrum Akademischer Verlag, 1995
- [Flint et al. 1938] FLINT, E.P. ; MCMURDIE, H.F. ; WELLS, L.S.: Formation of Hydrated Calcium Silicates at Elevated Temperatures and Pressures. In: *Journal of Research of the National Bureau of Standards* 21 (1938), S. 617 – 638
- [Funk 1958] FUNK, H.: Chemische Untersuchung von Silicaten. XXII. Über Produkte der Wassereinwirkung auf verschiedene Formen des Ca_2SiO_4 bei 120° bis 350° und ihre Bildungsbedingungen. In: *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie* 297 (1958), S. 103 – 120
- [Fylak et al. 2006] FYLAK, M. ; GÖSKE, J. ; KACHLER, W. ; WENDA, R. ; PÖLLMANN, H.: Cryotransfer Scanning Electron Microscopy for the Study of Cement Systems. In: *Microscopy and Analysis* (2006)
- [Garbev 2004] GARBEV, K.: *Struktur, Eigenschaften und quantitative Rietveldanalyse von hydrothermal kristallisierten Calciumsilikathydraten (C-S-H-Phasen)*, Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg, Diss., 2004
- [Garbev et al. 2012] GARBEV, K. ; BEUCHLE, G. ; U.SCHWEIKE ; STEMMERMANN, P.: Understanding of the Hydration Behaviour and the Resulting Development of the Microstructure of Celitement[®]. In: *18. IBAUSIL*, 2012
- [Garbev et al. 2008a] GARBEV, K. ; BORNEFELD, M. ; BEUCHLE, G. ; BLACK, L. ; STEMMERMANN, P.: Cell Dimensions and Composition of Nanocrystalline Calcium Silicate Hydrate Solid Solutions. Part 1: Synchrotron Based X-ray Diffraction. In: *Journal of the American Ceramic Society* 91 (2008), S. 3005 – 3014
- [Garbev et al. 2008b] GARBEV, K. ; BORNEFELD, M. ; BEUCHLE, G. ; STEMMERMANN, P.: Cell Dimensions and Composition of Nanocrystalline Calcium Silicate Hydrate Solid Solutions. Part 2: X-ray and Thermogravimetry study. In: *Journal of the American Ceramic Society* 91 (2008), S. 3015 – 3023
- [Garbev et al. 2008c] GARBEV, K. ; GASHAROVA, B. ; BEUCHLE, G. ; KREISZ, S. ; STEMMERMANN, P.: First observation of $\alpha\text{-Ca}_2[\text{SiO}_3(\text{OH})](\text{OH}) - \text{Ca}_6[\text{Si}_2\text{O}_7][\text{SiO}_4](\text{OH})_2$ phase transformation upon thermal treatment in air. In: *Journal of American Ceramic Society* 91 (2008), S. 263 – 271

Literaturverzeichnis

- [Garbev et al. 2014] GARBEV, K. ; GASHAROVA, B. ; STEMMERMANN, P.: A Modular Concept of Crystal Structure Applied to the Thermal Transformation of α -C₂SH. In: *Journal of the American Ceramic Society* 97 (2014), Nr. 7, S. 2286 – 2297
- [Garbev et al. 2007] GARBEV, K. ; STEMMERMANN, P. ; BLACK, L. ; BREEN, C. ; YARWOOD, J. ; GASHAROVA, B.: Structural Features of C-S-H(1) and Its Carbonation in Air - A Raman Spectroscopy Study. Part 1: Fresh Phases. In: *Journal of the American Ceramic Society* 90(3) (2007), S. 900 – 907
- [Gard u. Taylor 1958] GARD, J.A. ; TAYLOR, H.F.W.: Foshagite: Composition, Unit Cell and Dehydration. In: *Journal of the Mineralogical Society of America* 43 (1958), S. 1 – 15
- [Gard u. Taylor 1960] GARD, J.A. ; TAYLOR, H.F.W.: The Crystal Structure of Foshagite. In: *Acta Crystallographica* 13 (1960), S. 785 – 793
- [Grangeon et al. 2013] GRANGEON, S. ; CLARET, F. ; LINARD, Y. ; CHIABERGE, C.: X-ray diffraction: a powerful tool to probe and understand the structure of nanocrystalline calcium silicate hydrate. In: *Acta Crystallographica Section B; Structural Science, Crystal Engineering and Materials* B69 (2013), S. 465 – 473
- [Grice 2005] GRICE, J.D.: The Structure of Spurrite, Tilleyite and Scawtite, and Relationships to other Silicate-Carbonate Minerals. In: *The Canadian Mineralogist* 43 (2005), S. 1489 – 1500
- [Grutzeck et al. 1989] GRUTZECK, M. ; BENESI, A. ; FANNING, B.: Silicon-29 Magic Angle Spinning Nuclear Magnetic Resonance Study of Calcium Silicate Hydrates. In: *Journal of American Ceramic Society* 72 (1989), Nr. 4, S. 665 – 668
- [Grutzeck 1999] GRUTZECK, M.W.: A new model for the formation of calcium silicate hydrate (C-S-H). In: *Materials Research Innovations* 3 (1999), S. 160 – 170
- [Grutzeck 2005] GRUTZECK, M.W.: Cellular Concrete. In: SCHEFFLER, M. (Hrsg.) ; COLOMBO, P. (Hrsg.): *Cellular Ceramics*. Wiley-VCH, 2005, S. 193 – 223
- [Hammerslay et al. 1995] HAMMERSLAY, A.P. ; SVENSSON, S.O. ; HANFLAND, M. ; FITCH, A.N. ; HÄUSSERMANN, D.: Two-Dimensional Detector Software: From Real Detector to Idealised Image or Two-Theta Scan. In: *High Pressure Research* 14 (1995), S. 235 – 248
- [Hejny u. Armbruster 2001] HEJNY, C. ; ARMBRUSTER, T.: Polytypism in Xonotlite Ca₆Si₆O₁₇(OH)₂. In: *Zeitschrift für Kristallographie* 216 (2001), S. 396 – 408
- [Heller 1952] HELLER, L.: The Structure of Dicalcium Silicate α -Hydrate*. In: *Acta Crystallographica* 5 (1952), S. 724 – 728
- [Heller u. Taylor 1952] HELLER, L. ; TAYLOR, H.F.W.: Hydrated Calcium Silicates. Part IV Hydrothermal Reactions: Lime:Silica Ratios 2:1 and 3:1. In: *Journal of the American Chemical Society* (1952), S. 2535 – 2541

Literaturverzeichnis

- [Hong u. Glasser 2004] HONG, S.-Y. ; GLASSER, F.P.: Phase Relation in the CaO-SiO₂-H₂O System to 200°C at Saturated Steam Pressure. In: *Cement and Concrete Research* 34 (2004), S. 1529 – 1534
- [Härtel 2005] HÄRTEL, M.: *Vergleich und Beurteilung verschiedener Methoden der Freikalkbestimmung im Portlandzement*, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Diplomarbeit, 2005
- [Ishida et al. 1993] ISHIDA, H. ; YAMAZAKI, S. ; SASAKI, K. ; OKADA, Y. ; MITSUDA, T.: α -Dicalcium Silicate Hydrate: Preparation, Decomposed Phase, and Its Hydration. In: *Journal of the American Ceramic Society* 76(7) (1993), S. 1707 – 1712
- [Jansen et al. 2011] JANSEN, D. ; STABLER, CH. ; GOETZ-NEUENHOEFFER, F. ; DITTRICH, S. ; NEUBAUER, J.: Does Ordinary Portland Cement Contain Amorphous Phase? A Quantitative Study Using an External Standard Method. In: *Powder Diffraction* 26 (2011), Nr. 1, S. 31 – 38
- [Jernejcic et al. 1977] JERNEJCIC, J. ; VENE, N. ; ZAJC, A.: Thermal Decomposition of α -Dicalcium Silicate Hydrate. In: *Thermochimica Acta* 20(2) (1977), S. 237 – 247
- [Kaldal et al. 2012] KALDAL, G.S. ; JONSSON, M.P. ; PALSSON, H. ; KARLSDOTTIR, S.N.: Thermal and Structural Analysis of the Casing in an High Temperature Geothermal Well During Discharge. In: *Proceedings of Thirty-Seventh Workshop on Geothermal Reservoir Engineering*, 2012
- [Kalousek u. Nelson 1978] KALOUSEK, G.L. ; NELSON, E.B.: Hydrothermal Reactions of Dicalcium Silicate and Silica. In: *Cement and Concrete Research* 8 (1978), S. 283 – 290
- [Kennedy et al. 1962] KENNEDY, G.C. ; WASSERBURG, G.J. ; HEARD, H.C. ; NEWTON, R.C.: The Upper Three-Phase Region in the System SiO₂-H₂O. In: *American Journal of Science* 260 (1962), S. 501 – 521
- [Kikuma et al. 2011] KIKUMA, J. ; TSUNASHIMA, M. ; ISHIKAWA, T. ; MATSUNO, S. ; OGAWA, A. ; MATSUI, K. ; SATO, M.: Effects of quartz particle size and water-to-solid ratio on hydrothermal synthesis of tobermorite studied by in-situ time-resolved X-ray diffraction. In: *Journal of Solid State Chemistry* 184 (2011), S. 2066 – 2074
- [Kikuma et al. 2010] KIKUMA, J. ; TSUNASHIMA, M. ; ISHIKAWA, T. ; MATSUNO, S.-Y. ; OGAWA, A. ; MATSUI, K. ; SATO, M.: *In Situ* Time-Resolved Diffraction of Tobermorite Formation Process Under Autoclave Condition. In: *Journal of American Ceramic Society* 93 (2010), S. 2667 – 2674
- [Kikuma et al. 2009] KIKUMA, J. ; TSUNASHIMA, M. ; ISHIKAWA, T. ; MATSUNO, S.Y. ; OGAWA, A. ; MATSUI, K. ; SATO, M.: Hydrothermal formation of tobermorite studied by *in situ* X-ray diffraction under autoclave condition. In: *Journal of Synchrotron Radiation* 16 (2009), S. 683 – 686
- [Kudoh u. Takeuchi 1979] KUDOH, Y. ; TAKEUCHI, Y.: Polytypism of xonotlite: (I) Structure of an A $\bar{1}$ polytype. In: *Mineralogical Journal* 9 (1979), S. 349 – 373

Literaturverzeichnis

- [Lager et al. 1987] LAGER, G.A. ; ARMBRUSTER, T. ; FABER, J.: Neutron and X-ray diffraction study of hydrogarnet $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{O}_4\text{H}_4)_3$. In: *American Mineralogist* 72 (1987), S. 756 – 765
- [van Lier et al. 1960] LIER, J.A. van ; BRUYN, P.L. ; OVERBEEK, J.Th.G.: The solubility of Quartz. In: *Journal of Physical Chemistry* (1960)
- [Locher 2000] LOCHER, F.W. ; MEDIEN GMBH, B.O.S.S. D. (Hrsg.): *Zement, Grundlagen der Herstellung und Verwendung*. Verlag Bau+Technik, 2000
- [Mamedov u. Belov 1955] MAMEDOV, K. S. ; BELOV, N.V.: Structure of xonotlite. In: *Doklady Akademii Nauk SSSR* 104 (1955), S. 615 – 618
- [Marsh 1994] MARSH, R. E.: A revised structure for α -dicalcium silicate hydrate. In: *Acta Crystallographica Section C* 50 (1994), Nr. 7, S. 996 – 997
- [Matkovic et al. 1991] MATKOVIC, B. ; PALJEVIC, M. ; MIKOV, M. ; CARIN, V. ; HALLE, R. ; SUN, G.-K. ; YOUNG, J.F.: Effect of Combined Additions of Silicate Fume Calcium Sulphoaluminate, and Gypsum on the Hydration and Strength Development of Ca_2SiO_4 . In: *Advances in Cement Research* 4 (1991), S. 9 – 15
- [Matsui et al. 2011] MATSUI, K. ; KIKUMA, J. ; TSUNASHIMA, M. ; ISHIKAWA, T. ; MATSUNO, S.Y. ; OGAWA, A. ; SATO, M.: *In situ* time-resolved X-ray diffraction of tobermorite formation in autoclaved aerated concrete: Influence of silica source reactivity and Al addition. In: *Cement and Concrete Research* 41 (2011), S. 510 – 519
- [McFarlane 2007] MCFARLANE, A.J.: *The Synthesis and Characterisation of Nanostructured Calcium Silicate*, Victoria University of Wellington, Diss., 2007
- [Meller et al. 2007] MELLER, N. ; HALL, C. ; KYRITIS, K. ; GIRIAT, G.: Synthesis of Cement Based $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ (CASH) Hydroceramics at 200 and 250°C: Ex-situ and In-situ diffraction. In: *Cement and Concrete Research* 37 (2007), S. 823 – 833
- [Memon et al. 2013] MEMON, K.M. ; SHUKER, M.T. ; TUNIO, S.Q. ; LASHARI, A.A. ; ABBASS, G.: Investigating Rheological Properties of High Performance Cement System for Oil Wells. In: *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology* 6 (2013), S. 3865 – 3870
- [Merlino et al. 1999] MERLINO, S. ; BONACCORSI, E. ; ARMBRUSTER, T.: Tobermorites: Their real structure and order-disorder (OD) character. In: *American Mineralogist* 84 (1999), S. 1613 – 1621
- [Merlino et al. 2001] MERLINO, S. ; BONACCORSI, E. ; ARMBRUSTER, T.: The real structure of tobermorite 11 Å: normal and anomalous forms, OD character and polytypic modifications. In: *European Journal of Mineralogy* 13 (2001), S. 577 – 590
- [Midgley 1979] MIDGLEY, H.G.: The determination of Calcium Hydroxide in Set Portland Cements. In: *Cement and Concrete Research* 9 (1979), S. 77 – 82

Literaturverzeichnis

- [Mikov u. Matkovic 1992] MIKOV, M. ; MATKOVIC, B.: Effect of Calcium Sulfoaluminate and Gypsum Addition on the Strength Development of Belite Cement. In: *American Ceramic Society Bulletin* 71 (1992), S. 1131 – 1134
- [Miller u. Witt 1929] MILLER, L.B. ; WITT, J.C.: Solubility of Calcium Hydroxide. In: *Journal of Physical Chemistry* 33 (1929), Nr. (2), S. 285 – 289
- [Miyazaki et al. 1998] MIYAZAKI, M. ; YAMAZAKI, S. ; SASAKI, K. ; ISHIDA, H. ; TORAYA, H.: Crystallographic Data of a New Phase of α Dicalcium Silicate. In: *Journal of the American Ceramic Society* 81(5) (1998), S. 1339 – 1343
- [Moy et al. 1996] MOY, J.P. ; HAMMERSLAY, A.P. ; SVENSSON, S.O. ; THOMPSON, A. ; BROWN, K. ; CLAUSTRE, L. ; GONZALEZ, A. ; MCSWEENEY, S.: A Novel technique for Accurate Intensity Calibration of Area X-ray Detectors at Almost Arbitrary Energy. In: *Journal for Synchrotron Radiation* 3 (1996), S. 1 – 5
- [Nawaz 1974] NAWAZ, R.: Killalaite, a new mineral from Co. Sligo, Ireland. In: *Mineralogical Magazine* 39 (1974), S. 544 – 548
- [Nonat 2004] NONAT, A.: The structure and stoichiometry of C-S-H. In: *Cement and Concrete Research* 34 (2004), S. 1521 – 1528
- [Novak u. Gibbs 1971] NOVAK, G.A. ; GIBBS, G.V.: The Crystal Chemistry of the Silicate Garnets. In: *American Mineralogist* 56 (1971), S. 792 – 825
- [O'Connor u. Raven 1988] O'CONNOR, B.H. ; RAVEN, M.D.: Application of the Rietveld refinement procedure in assaying powdered mixtures. In: *Powder Diffraction* 3 (1988), S. 2 – 6
- [Ohashi u. Finger 1978] OHASHI, Y. ; FINGER, L.W.: The role of octahedral cations in pyroxenoid crystal chemistry. I. Bustamite, wollastonite, and the pectolite-schizolite-serandite series. In: *American Mineralogist* 63 (1978), S. 274 – 288
- [Plummer u. Busenberg 1982] PLUMMER, L.N. ; BUSENBERG, E.: The Solubilities of Calcite, Aragonite and Vaterite in $\text{CO}_2\text{-H}_2\text{O}$ Solutions Between 0 and 90°C, and an Evaluation of the Aqueous Model for the System $\text{CaCO}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{O}$. In: *Geochemica et Cosmochimica Acta* 46 (1982), S. 1011 – 1040
- [Pluth u. Smith 1973] PLUTH, J.J. ; SMITH, J.V.: The Crystal Structure of Scawtite, $\text{Ca}_7(\text{Si}_6\text{O}_{18})(\text{CO}_3) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. In: *Acta Crystallographica* B29 (1973), S. 73 – 80
- [Prewitt 1967] PREWITT, C.T.: Refinement of the structure of pectolite, $\text{Ca}_2\text{NaHSi}_3\text{O}_9$. In: *Zeitschrift für Kristallographie* 125 (1967), S. 298 – 316
- [Price u. Galitsky 2008] PRICE, L. ; GALITSKY, C.: *Energy Efficiency Improvement and Cost Saving Opportunities for Cement Making*. Energy Star, 2008
- [Richardson 2004] RICHARDSON, I.G.: Tobermorite/jennite- and tobermorite/calcium hydroxide-based models for the structure of C-S-H: applicability to hardened pastes of tricalcium silicate, β -dicalcium silicate, Portland cement, and blends of Portland cement with blast-furnace slag, metakaolin, or silica fume. In: *Cement and Concrete Research* 34 (2004), S. 1733 – 1777

Literaturverzeichnis

- [Richardson 2008] RICHARDSON, I.G.: The calcium silicate hydrates. In: *Cement and Concrete Research* 38 (2008), S. 137 – 158
- [Rietveld 1967] RIETVELD, H. M.: Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement. In: *Acta Cryst* 22 (1967), S. 151 – 152
- [Rietveld 1969] RIETVELD, H.M.: A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. In: *J. Appl. Cryst.*, 2 (1969), S. 65 – 71
- [Scheffler et al. 1981] SCHEFFLER, K. ; STRAUB, J. ; GRIGULL, U.: *Thermodynamische Eigenschaften von Wasser und Wasserdampf bis 800°C und 800 bar*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1981
- [Shaw et al. 2000a] SHAW, S. ; CLARK, S.M. ; HENDERSON, C.M.B.: Hydrothermal formation of the calcium silicate hydrates, tobermorite ($\text{Ca}_5\text{Si}_6\text{O}_{16}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) and xonotlite ($(\text{Ca}_6\text{Si}_6\text{O}_{17}(\text{OH})_2)$): an in situ synchrotron study. In: *Chemical Geology* 167 (2000), S. 129 – 140
- [Shaw et al. 2000b] SHAW, S. ; HENDERSON, C. M. B. ; KOMANSCHER, B.U.: Dehydration/recrystallization mechanisms, energetics, and kinetics of hydrated calcium silicate minerals: an in situ TGA/DSC and synchrotron radiation SAXS/WAXS study. In: *Chemical Geology* 167 (2000), S. 141 – 159
- [Shaw et al. 2002] SHAW, S. ; HENDERSON, C.M.B. ; CLARK, S.M.: In-situ synchrotron study of the kinetics, thermodynamics, and reaction mechanisms of the hydrothermal crystallisation of gyrolite, $\text{Ca}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{60}(\text{OH})_8 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$. In: *American Mineralogist* 87 (2002), S. 533 – 451
- [Spiess et al. 2009] SPIESS, L. ; TEICHERT, G. ; BEHNKEN, H. ; GENZEL, C. ; SCHWARZER, R.: *Moderne Roentgenbeugung*. Vieweg+Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH, Wiesbaden, 2009
- [Steinour 1947] STEINOUR, H.H.: The System $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ and the Hydration of the Calcium Silicates. In: *Chemical Reviews* 40 (1947), S. 391 – 455
- [Stemmermann et al. 2012] STEMMERMANN, P. ; BEUCHLE, G. ; GARBEV, G. ; SCHWEIKE, U.: Celitement[®] - principals, making and properties. In: *18. IBAUSIL*, 2012
- [Stronach u. Glasser 1997] STRONACH, S.A. ; GLASSER, F.P.: Modelling the Impact of Abundant Geochemical Components on phase Stability and solubility of the $\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$ system at 25°C: Na^+ , K^+ , SO_4^{2-} , Cl^- and CO_3^{2-} . In: *Advance in Cement Research* 9 (1997), Nr. 36, S. 167 – 181
- [Taylor 1964] TAYLOR, H. F. W.: *The chemistry of Cements*. Academic Press London, 1964
- [Taylor 1997] TAYLOR, H. F. W.: *Cement Chemistry. 2*. Thomas Telford, 1997
- [Taylor 1950] TAYLOR, H.F.W.: Hydrated Calcium Silicates. Part I. Compound Formation at Ordinary Temperatures. In: *Journal of Chemical Society* (1950), Nr. 726, S. 3682 – 3690

Literaturverzeichnis

- [Taylor 1993] TAYLOR, H.F.W.: Nanostructure of C-S-H: Current Status. In: *Advanced Cement Based Materials* 1 (1993), S. 38 – 46
- [Taylor 1977] TAYLOR, H.W.F.: The crystal structure of killalaite. In: *Mineralogical Magazine* 41 (1977), S. 363 – 369
- [Thordvaldson u. Shelton 1929] THORDVALDSON, T. ; SHELTON, G.R.: Steam Curing of Portland Cement Mortars. A New Crystalline Substance.: (Preliminary Paper). In: *Canadian Journal of Research* 1(2) (1929), S. 148 – 154
- [Viehland et al. 1996] VIEHLAND, D. ; LI, J.-F. ; YUAN, L.-J. ; XU, Z.: Mesostructure of Calcium Silicate Hydrate (C-S-H) Gels in Portland Cement Paste: Short-Range Ordering, Nanocrystallinity, and Local Composition Order. In: *Journal of American Ceramic Society* 79 (1996), S. 1731 – 1744
- [Vigfusson et al. 1934] VIGFUSSON, V.A. ; BATES, G.N. ; THORVALDSON, T.: Hydrothermal Synthesis of Calcium Hydrosilicates. In: *Canadian Journal of Research* 11 (4) (1934), S. 520 – 529
- [World Business Council for Sustainable Development 2012] WORLD BUSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT: The Cement Sustainability Initiative. 2012. – Forschungsbericht
- [Yano et al. 1993] YANO, T. ; URABE, K. ; IKAWA, H. ; TERAUSHI, T. ; ISHIZAWA, N. ; UDAGAWA, S.: Structure of α -Dicalcium Silicate Hydrate. In: *Acta Crystallographica Section C* 49 (1993), S. 1555 – 1559
- [Yu et al. 1999] YU, P. ; KIRKPARTICK, R.J. ; POE, B. ; MCMILLAN, P.F. ; CONG, X.: Structure of Calcium Silicate Hydrate (C-S-H): Near-, Mid-, and Far-Infrared Spectroscopy. In: *Journal of American Ceramic Society* 82 (1999), S. 742 – 748

LEBENS LAUF

PATRICK ULLRICH

GEBURTSTAG: 18. JUNI 1984

GEBURTSORT: GERNSBACH

Werdegang

- | | |
|----------------|--|
| Februar 2014 | Antritt der Stelle als Sales Engineer der Abteilung DAM (Cement Additives Division) der MAPEI GmbH, Erlenbach |
| September 2010 | Antritt der Stelle als Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Technische Chemie, KIT Campus Nord, Eggenstein-Leopoldshafen |

Promotionsstudium

- | | |
|-------------------|---|
| 17. Dezember 2015 | Öffentliche Verteidigung an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg |
| April 2015 | Abgabe der schriftlichen Ausarbeitung und Antrag auf Eröffnung des Promotionsverfahrens |
| Februar 2011 | Beginn des Promotionsstudiums am Institut für Geowissenschaften Abteilung Mineralogie/Geochemie der Naturwissenschaftlichen Fakultät III an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Titel der Arbeit: <i>Untersuchung von Mechanismen und Kinetik des hydrothermalen Herstellungsprozesses von α-C₂SH</i> |

Hochschulstudium

- | | |
|----------------|---|
| März 2010 | Abschluss: Diplom Mineralogie |
| Juni 2009 | Beginn der Diplomarbeit am Institut für Mineralogie und Geochemie Karlsruhe, Titel: <i>Geochemische Charakterisierung von Impakt-Spherulen aus einem Kreide/Tertiär-Profil in Brazos, Texas</i> |
| September 2006 | Abschluss des Grundstudiums |
| Oktober 2003 | Beginn des Studium der Mineralogie an der Universität Karlsruhe (TH) |

Schulbildung

- | | |
|-------------|--|
| 2000 – 2003 | Technisches Gymnasium, Rastatt Abschluss: Allgemeine Hochschulreife |
| 1994 – 2000 | Realschule Rotenfels, Gaggenau |
| 1990 – 1994 | Hans-Thoma-Grundschule, Gaggenau |

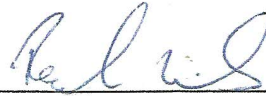
Eidesstattliche Erklärung / Declaration under Oath

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die Arbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, keine anderen als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

I declare under penalty of perjury that this thesis is my own work entirely and has been written without any help from other people. I used only the sources mentioned and included all the citations correctly both in word or content.

05.04.2015

Datum / Date



Unterschrift des Antragstellers / Signature of the applicant