

### Sintesi e caratterizzazione del silicato di calcio idrato

Scopo del presente lavoro di tesi è stato la sintesi e la caratterizzazione di una fase pura di silicato di calcio idrato,  $(\text{CaO})_x\text{-SiO}_2\text{-(H}_2\text{O)}_y$ , o brevemente nella notazione chimica del cemento C-S-H. La sintesi è stata condotta per idratazione di  $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  sintetico in eccesso di acqua e in atmosfera controllata, al fine di minimizzare la formazione dell'idrossido di calcio e la carbonatazione del campione. Il C-S-H è il principale responsabile dell'evoluzione delle proprietà meccaniche proprie del cemento nonché delle sue caratteristiche leganti. Secondo il modello colloidale di Jennings, il C-S-H è formato da unità di base a forma di disco, dette globuli, di dimensioni di circa 5 nm, che si impacchettano a formare un frattale di massa ad elevata porosità. L'acqua in equilibrio può essere confinata nei pori del C-S-H, che sono distinti in tre categorie principali: LGP (Large Gel Pores) di dimensioni comprese fra 3 e 12 nm, SGP (Small Gel Pores) di dimensioni comprese nell'intervallo 1-3 nm, e infine IGP (Intra-Globular Pores) aventi dimensioni inferiori o uguali a 1 nm. Mentre i pori LGP e SGP si formano tra i globuli di base, gli IGP risiedono all'interno dei globuli stessi. Ad oggi, esistono ancora molti dubbi sulla struttura dell'unità base presente nel C-S-H e sui possibili metodi impiegabili al fine di modificarla per migliorare le proprietà meccaniche del cemento.

Il C-S-H e l'acqua in esso contenuta sono stati caratterizzati in questo lavoro di tesi tramite microscopia a scansione di elettroni con microsonda (SEM/EDX), diffrazione a raggi X (XRD), analisi termogravimetrica (TGA), calorimetria a scansione differenziale (DSC) e spettroscopia nel vicino infrarosso a bassa temperatura (LT-NIR).

In particolare, l'analisi SEM/EDX sul campione ottenuto ha rivelato valori del rapporto Ca/Si intorno a 1.3-1.4 in buon accordo con quanto riportato in letteratura per la fase C-S-H (I). L'analisi XRD ha mostrato la presenza di una miscela di tobermorite 1.4 nm e tobermorite 1.1 nm. I picchi di diffrazione sono piuttosto allargati a causa delle piccole dimensioni dei domini cristallini, della presenza di micro-difetti e della natura parzialmente amorfa dell'idrato. In letteratura questo ordine cristallino è solitamente attribuito a strati di silicato di calcio alternati a strati di acqua, che si trovano all'interno della struttura dei globuli di C-S-H, come recentemente trovato da misure di diffusione di neutroni a basso angolo effettuate su campioni di C-S-H analoghi a quelli studiati in questo lavoro di tesi.

A complemento dell'analisi strutturale l'acqua presente nel C-S-H è stata caratterizzata anche al variare del contenuto in acqua (dal 60% al 20%). In particolare, l'acqua contenuta nel C-S-H è stata quantificata attraverso analisi TGA. Una dettagliata analisi del termogramma permette di suddividere l'acqua totale in: acqua evaporabile (confinata in LGP e SGP), acqua legata (che interagisce direttamente con la superficie del C-S-H attraverso legami a idrogeno), e acqua strutturale, che fa parte del reticolo cristallino del C-S-H. I valori trovati per l'acqua strutturale sono indipendenti dal contenuto in acqua totale e risultano in accordo con la formula minima  $(\text{CaO})_{1.7}\text{-SiO}_2\text{-(H}_2\text{O)}_{1.2}$  attribuita in letteratura al "C-S-H dry".

L'uso accoppiato di DSC e LT-NIR ha infine permesso: la localizzazione dell'acqua evaporabile fra SGP, LGP e macropori e la quantificazione del grado di confinamento imposto dalla porosità del C-S-H sulle molecole di acqua presenti. Il presente studio è stato funzionale all'ottenimento di C-S-H ben caratterizzato al fine di evidenziare come le condizioni di sintesi (temperatura, presenza di additivi, etc.) modificano l'unità di base presente nel materiale da costruzione ad oggi più impiegato e in definitiva le sue proprietà meccaniche.