



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA CHEMICKÁ
ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

FACULTY OF CHEMISTRY
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

PŘÍPRAVA PÓROBETONU PRO TEPELNĚ IZOLAČNÍ ÚČELY

THE PREPARATION OF CELLULAR CONCRETE FOR INSULATING PURPOSES

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. ONDŘEJ KOUTNÝ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. TOMÁŠ OPRAVIL, Ph.D.

BRNO 2014



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno 12

Zadání diplomové práce

Číslo diplomové práce:	FCH-DIP0768/2013	Akademický rok: 2013/2014
Ústav:	Ústav chemie materiálů	
Student(ka):	Bc. Ondřej Koutný	
Studijní program:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (N2820)	
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808T016)	
Vedoucí práce	Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.	
Konzultanti:		

Název diplomové práce:

Příprava pórobetonu pro tepelně izolační účely

Zadání diplomové práce:

Práce se bude zabývat možnostmi přípravy lehkých tepelně izolačních materiálů na bázi pórobetonu. Cílem bude navrhnout a odzkoušet recepturu pro přípravu prekurzoru pro autoklávování velmi lehkých pórobetonů s objemovou hmotností pod 200 kg.m³. Jedním z hlavních úkolů bude vymyslet způsob jak udržet vykynutou směs při procesu tuhnutí stabilní, tj. bez objemových změn. Po otestování preautoklávovacího procesu, bude připravena série testovacích vzorků a ty budou autoklávovány přímo ve výrobním autoklávu v podniku XELLA Hrušovany s.r.o. U vzorků budou sledovány především mechanické vlastnosti a hodnota součinitele tepelné vodivosti

Termín odevzdání diplomové práce: 19.5.2014

Diplomová práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu diplomové práce. Toto zadání je přílohou diplomové práce.

Bc. Ondřej Koutný
Student(ka)

Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 31.1.2014

prof. Ing. Jaromír Havlica, DrSc.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

V současné době doznívající ekonomické krize je ve stavebním průmyslu pozornost směřována zejména k systémům, které efektivně šetří energii, a tedy snižují náklady spojené s užíváním obytných i průmyslových prostor. Zejména se jedná o tepelně-izolační systémy, které svým charakterem a konstrukcí poskytují úsporná řešení. S výhodou lze použít materiál na bázi pórobetonu, který již tak svými tepelně-izolačními vlastnostmi mezi stavebními materiály vyniká. Také díky kombinaci přírodního charakteru a dostatečným pevnostem tohoto materiálu se použití čistě pro tepelně-izolační účely jeví, jako plnohodnotná alternativa ke standardním zateplovacím systémům. Tato práce se zabývá možnostmi přípravy nenosného tepelně-izolačního materiálu na bázi autoklávovaného pórobetonu s objemovou hmotností pod 200 kg/m^3 .

ABSTRACT

In these days of economic crisis subsiding, in the civil engineering the attention is pointed especially to the systems, which effectively reduce energy and decrease costs associated with using of residential or industrial premises. Especially the heat-insulating systems are mentioned, because of their characteristics and construction which will be applied economical solutions. It is possible to use the materials based on aerated concrete which excel within construction materials due to its heat-insulating properties. The use of this material for clearly heat-insulations seems to be fully-fledged alternative to standard heat-insulating systems also due to combination of nature character and sufficient strength. This work deals with possibility of preparation non-bearing, heat-insulating material based on autoclaved aerated concrete with volume weight under 200 kg/m^3 .

KLÍČOVÁ SLOVA

pórobeton, autoklávování, tobermorit, tepelně-izolační materiály, objemová hmotnost

KEYWORDS

cellular concrete, aerated concrete, autoclaving, tobermorite, heat-insulating materials, volume weight

KOUTNÝ, O. *Příprava pórobetonu pro tepelně izolační účely*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2014. 84 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Tomáš Opravil, Ph.D..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citoval. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych velmi rád poděkoval svému vedoucímu diplomové práce Ing. Tomáši Opravilovi, Ph.D. za jeho ochotu, vstřícnost a množství podnětných informací, bez kterých by tato práce nemohla vzniknout. Dále patří velký dík hlavnímu technologovi závodu Xella CZ, s.r.o. Hrušovany u Brna Ing. Zdeňku Ovečkovi za poskytnutí prostředků a praktických podnětů při přípravě pórobetonu v praxi. Dále bych rád poděkoval projektu Centra materiálového výzkumu na FCH VUT v Brně, CZ.1.05/2.1.00/01.0012 za jehož podpory tato diplomová práce vznikla.

OBSAH

1	ÚVOD	8
2	TEORETICKÁ ČÁST.....	9
2.1	Tepelně-izolační materiály pro stavební účely	9
2.1.1	Pěnoplastické materiály	9
2.1.2	Vláknité materiály	10
2.1.3	Mínérální materiály	10
2.1.4	Pěnové silikáty.....	11
2.2	Historie.....	11
2.3	Hydrotermální proces.....	12
2.4	Suroviny v technologii pórobetonu.....	14
2.4.1	Křemičitý písek.....	14
2.4.2	Mikrosilika.....	14
2.4.3	Vysokoteplotní elektrárenský popílek	15
2.4.4	Vápno.....	15
2.4.5	Portlandský cement.....	16
2.4.6	Hliníkový prášek.....	16
2.4.7	Voda.....	17
2.4.8	Pomocné suroviny	18
2.5	Technologie pórobetonu	18
2.5.1	Zpracování surovin a zrání	19
2.5.2	Autoklávování	19
2.5.3	Současné technologie	21
2.6	Fyzikální vlastnosti pórobetonu	22
2.6.1	Pevnost v tlaku.....	22
2.6.2	Objemová hmotnost.....	23
2.6.3	Tepelná vodivost.....	23
3	CÍL PRÁCE.....	25
4	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	26
4.1	Charakterizace použitých surovin.....	26
4.1.1	Stanovení měrného povrchu	26
4.1.2	Granulometrická analýza	28
4.1.3	Stanovení chemického složení metodou ICP-OES	28
4.2	Základní předpoklady	29
4.2.1	Fyzikálně – matematický pohled.....	29

4.3	Mechanismus stabilizace	30
4.4	Návrh základní receptury	30
4.5	Příprava zkušebních těles	31
4.6	Metodika optimalizace receptury	34
4.6.1	Optimalizace – M/S poměr	35
4.6.2	Optimalizace – jemnost mletí písku	35
4.6.3	Optimalizace – teplota záměsové vody	35
4.6.4	Optimalizace – konzistence záměsi	35
4.6.5	Optimalizace – množství stabilizátoru	35
4.6.6	Optimalizace – množství pěnícího činidla.....	35
4.6.7	Optimalizace – množství vápna.....	35
4.7	Standardizace přípravy zkušebních těles	36
4.8	Návrh finální receptury	36
4.9	Stanovení pevnosti v tlaku	36
4.10	Stanovení objemové hmotnosti	37
4.11	Stanovení hodnoty A-zahl.....	38
4.12	Stanovení střední velikosti pórů	38
4.13	Fázová analýza vzorků	39
4.13.1	Rentgenová analýza práškovou difrakcí – XRD	39
4.13.2	Termogravimetrická a diferenční termická analýza – TG-DTA	40
5	VÝSLEDKY A DISKUZE	42
5.1	Stanovení měrného povrchu.....	42
5.2	Granulometrická analýza	43
5.3	Optimalizace receptury	43
5.3.1	Optimalizace – poměr M/S.....	44
5.3.2	Optimalizace – jemnost mletí písku	46
5.3.3	Optimalizace – teplota záměsové vody	47
5.3.4	Optimalizace – konzistence záměsi	49
5.3.5	Optimalizace – množství pěnícího činidla.....	51
5.3.6	Optimalizace – množství stabilizátoru	53
5.3.7	Optimalizace – množství páleného vápna	56
5.4	Standartizace přípravy zkušebních těles	57
5.5	Sestavení finální receptury	58
5.5.1	Mechanické vlastnosti	59
5.5.2	XRD analýza – Fázové složení.....	61

5.5.3	TG-DTA analýza – Množství 11Å Tobermoritu	62
5.6	Poloprovozní zkouška	63
6	ZÁVĚR.....	65
7	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	67
	SEZNAM PŘÍLOH	70

1 ÚVOD

V dnešní době je kladen důraz na vývoj a produkci tzv. funkčních materiálů, které jsou díky svým specifickým vlastnostem schopny plnit nejrůznější funkce podle toho, za jakým účelem byly navrženy. Tento globální trend se nevyhýbá ani jednomu z nejstarších průmyslových odvětví, stavebnictví. Spektrum funkcí, které jsou dnešní stavební materiály schopny plnit, je velice široké, proto není s podivem, že každá aplikace si i přes svou specifickou dokáže najít vhodný materiál a tak maximálně využít celkový potenciál výrobku. Průmysl stavebních hmot a dílců dnes požaduje levné, lehké, stálé a v neposlední řadě i takzvané „zelené“ materiály, které budou svými vlastnostmi, jakými jsou například tepelná odolnost, tepelná vodivost nebo pevnost, specializovány přímo pro konkrétní aplikaci. Tato diferenciací je, mimo jiné, patrná také v technologii pórobetonu. Tento relativně mladý stavební materiál nabývá na oblibě zejména díky nízké objemové hmotnosti a z ní plynoucím vynikajícím tepelně-izolačním vlastnostem při zachování dostatečně vysokých pevností. Široká škála pórobetonových produktů tak může úspěšně pokrýt materiálové potřeby jak pro nosné zdivo, tak i pro zateplení budov. Použití sekundárních surovin, jako například mikrosilika, pak otevírá další dimenzi ve zdokonalování užitečných vlastností pórobetonu.

Pórobeton je porézní zdící materiál, jehož konečných (zejména mechanických) vlastností je dosaženo vytvrzením za zvýšeného tlaku v prostředí syté vodní páry částečně zatuhlé a napěněné směsi jemně mletého písku, portlandského cementu, vápna, síranu vápenatého různého stupně hydratace a vody. V důsledku silně alkalického prostředí vytvořeného hydratací cementu se jako plynotvorné činidlo používá téměř výhradně práškový hliník.

Tato diplomová práce se zabývá možnostmi přípravy autoklávovaného pórobetonu s objemovou hmotností nižší než 200 kg/m^3 určenému primárně pro tepelně-izolační účely. Práce vznikla ve spolupráci se společností Xella CZ, s.r.o. a Sika CZ, s.r.o.

2 TEORETICKÁ ČÁST

Pórobeton, zejména pak autoklávovaný, má v dnešní době již své pevné místo na trhu se stavebními materiály a lze s jistotou říci, že tak tvoří zdravou konkurenci tradičním stavebním materiálům na bázi keramiky. Kombinace výborných tepelně-izolačních vlastností a dostatečných pevností tak neoddiskutovatelně řadí pórobetonové stavební dílce mezi stavební materiál dneška, ne-li zítřka.

Z obecného hlediska lze pórobeton dle objemové hmotnosti zařadit do třídy lehkých betonů (objemová hmotnost nižší než $2000 \text{ kg}\cdot\text{m}^3$). Toho je docíleno přítomností makropórů ve struktuře materiálu, které mohou tvořit více jak 80 % objemu. Takováto struktura vzniká v důsledku přítomnosti plynotvorných, popřípadě pěnotvorných látek, které svou reakcí napěňují nezatuhlou záměs. Pórobetonové stavební dílce lze na základě mechanických vlastností dělit do několika skupin a tříd, které jsou charakterizovány maximální objemovou hmotností (kg/m^3) a minimální pevností v tlaku (MPa) při 6% vlhkosti. Pórobeton s označením např. P2 - 350 dosahuje tedy při maximální objemové hmotnosti $350 \text{ kg}/\text{m}^3$ minimální pevnosti v tlaku 2 MPa.

Z hlediska použitého pojiva lze pórobeton také rozlišovat na plynobeton, kde je jako pojivo použit cement portlandského typu, a plynosilikáty, které mají vápenopískový charakter. Z hlediska aktivního plniva (hlavního zdroje SiO_2), které je majoritní složkou ve směsi, je možné rozlišit tzv. bílý a šedý pórobeton. U bílého pórobetonu je použito jako plnivo křemičitý písek. Naproti tomu u šedého je to vysokoteplotní elektrárenský popílek. Samotná barva však nemusí být indikátorem použitého plniva. Pórobeton na bázi popílku představuje jisté řešení problematiky likvidace tuhých zbytků po spalování fosilních paliv, které jsou jinak nákladně deponovány. Díky přítomnosti skelné fáze vykazují popílkové pórobeton o něco lepší mechanické vlastnosti, než je tomu u pórobetonů pískových. I přes tyto aspekty je však poptávka na českém trhu po pískovém (bílém) pórobetonu vyšší.

2.1 Tepelně-izolační materiály pro stavební účely

Současný trh nabízí širokou škálu tepelně-izolačních materiálů na organické či anorganické bázi. Prakticky všechny tepelně-izolační materiály pracují na principu uzavření vzduchu do pórů nebo mezi vlákna a zabránění jeho konvekce. Vzhledem k faktu, že vzduch má velice nízkou tepelnou vodivost, má i takto strukturovaný výsledný materiál velmi příznivé tepelně-izolační vlastnosti. Tyto materiály proto velmi často vykazují relativně nízkou objemovou hmotnost a vysokou porozitu. Vzhledem k tomu, že s rostoucí teplotou se míra konvekce plynů zvyšuje, zvyšuje se i výsledná tepelná vodivost. Tepelná izolace je tedy efektivnější při použití za nižších teplot. Tepelná vodivost je přímo úměrná obsahu plynu (vzduchu) v materiálu, proto materiály na stejné bázi o nižší objemové hmotnosti (tedy vyšší porozitě) budou vykazovat nižší hodnoty tepelné vodivosti.[5]

Tepelně izolační materiály dostupné na současném trhu lze rozdělit do několika skupin. Jsou to pěnoplastické materiály, vláknité materiály a minerální materiály.[4]

2.1.1 Pěnoplastické materiály

Do této kategorie spadají pěněné a extrudované polymery jako PS, PU, PE, popř. PVC. Tyto materiály jsou charakteristické velice nízkou tepelnou vodivostí, zejména díky uzavřené porozitě a velmi malé velikosti pórů, kdy plyn nevykazuje téměř žádnou konvekci. Teplo je

tedy vedeno víceméně pouze polymerem, který také sám o sobě vykazuje velice nízké hodnoty tepelné vodivosti. Díky uzavřené porositě však tyto materiály nejsou propustné pro vodní páru, což bývá hlavním problémem při zateplování. Zároveň je jejich odolnost vůči povětrnostním vlivům, kvůli jejich polymerní povaze, snížena. Tabulka 1 ukazuje přibližnou hodnotu součinitele tepelné vodivosti při dané objemové hmotnosti pro výše zmíněné materiály.[5]

Tabulka 1

Hodnoty součinitele tepelné vodivosti pro pěnoplastické tepelně-izolační materiály[5]

Materiál	ρ_{obj} [kg/m ³]	λ [W/m·K]
Pěnový PS	30 – 50	0,035 – 0,042
Extrudovaný PS	30 – 50	0,030 – 0,039
Pěnový PU	35	0,027
Pěnový PE	25	0,026
Pěnový PVC	60	0,043

2.1.2 Vlákenné materiály

Společně s pěnoplastickými materiály se jedná o nejpoužívanější tepelně-izolační materiály pro stavební účely. Vlákenná struktura umožňuje propustnost pro vodní páru a tím zabraňuje její akumulaci na rozhraní nosná zeď – izolace. Mezi tyto materiály patří skelná a minerální vata (tavený čedič) a celulózová vlákna impregnovaná boraxem (snížení hořlavosti) vyráběná recyklačním papírem. Mezi tyto materiály patří i materiály tradiční, jako jsou ovčí vlna nebo sláma. Hlavní výhodou těchto materiálů spočívá v jejich přírodní povaze a tedy i šetrnosti k životnímu prostředí. V Tabulce 2 jsou shrnuty hodnoty součinitele tepelné vodivosti při dané objemové hmotnosti pro zmíněné materiály.[4]

Tabulka 2

Hodnoty součinitele tepelné vodivosti pro vlákenné tepelně-izolační materiály[4]

Materiál	ρ_{obj} [kg/m ³]	λ [W/m·K]
Skelná vata	50	0,038
Minerální vata	75	0,037
Celulózová vlákna	30	0,039
Ovčí vlna	30	0,039
Sláma	70	0,050

2.1.3 Minerální materiály

Jedná se o materiály přírodní, zejména sopečného původu. Pokud materiál obsahuje chemicky vázanou vodu, dochází při zahřátí na teplotu okolo 1000 °C k prudkému uvolnění vody a k expanzi těchto částic do pětinašobné až desetinásobné velikosti. Výsledný produkt má charakter dutých kuliček. Jedná se chemicky inertní, nehořlavé a netoxické materiály použitelné v širokém teplotním rozsahu. Mezi tyto materiály patří například expandovaný

perlit, keramzit nebo strusková pemza. Hodnoty součinitele tepelné vodivosti pro tyto materiály jsou uvedeny v Tabulce 3.[5]

Tabulka 3

Hodnoty součinitele tepelné vodivosti pro minerální tepelně-izolační materiály[5]

Materiál	ρ_{obj} [kg/m ³]	λ [W/m·K]
Expandovaný perlit	75	0,060
Expandovaný vermikulit	100	0,065
Keramzit	350	0,110

2.1.4 Pěnové silikáty

Mezi speciální materiály lze zařadit výrobky na bázi pěněných silikátů. Mezi těmito materiály má, jako čistě tepelně-izolační materiál, největší zastoupení pěněné sklo. Tento materiál je pevný, velice tuhý, chemicky odolný a má srovnatelné tepelně izolační vlastnosti jako pěnový polystyren. Jeho velkému rozšíření brání vysoká cena.

V současné době se do popředí dostává tepelná izolace na bázi pórobetonu, který i jakožto stavební materiál pro nosné zdivo vyniká svými tepelně izolačními vlastnostmi. Hlavní výhoda oproti standardním tepelně-izolačním systémům na bázi pěnového polystyrenu spočívá ve struktuře materiálu, který je díky otevřené porozitě plně paropropustný a mechanicky pevný. V důsledku silikátové povahy je tento materiál také vůči povětrnostním podmínkám velice stálý, chemicky odolný a nehořlavý. Jak bylo řečeno výše, tepelná vodivost je úměrná objemové hmotnosti materiálu. V případě pórobetonu tepelná vodivost srovnatelná s pěnovým polystyrenem odpovídá objemové hmotnosti 100 – 120 kg/m³. V Tabulce 4 jsou shrnuty součinitele tepelné vodivosti pro pěnové silikáty.[1][12]

Tabulka 4

Hodnota součinitele tepelné vodivosti pro tepelně-izolační materiály na bázi pěnových silikátů[5]

Materiál	ρ_{obj} [kg/m ³]	λ [W/m·K]
Pěnové sklo	120	0,044
Pórobeton	300 - 500	0,080 – 0,150

2.2 Historie

Jako počátek výroby pórobetonu, objevu Švéda A. Erikssona, je označován rok 1924, kdy byl ve válkou zdecimované Evropě nedostatek energie a kvalitních stavebních materiálů. Vzhledem k chladnému severskému klimatu náklady na vytápění budov představovaly neúnosnou zátěž pro obyvatelstvo i stát v důsledku prakticky žádných tepelně-izolačních vlastností tehdejších zdících materiálů. Tento fakt se stal hlavním iniciátorem pro vznik nového materiálu se vzduchovými tepelně-izolačními dutinami – pórobetonu. Dalším mezníkem, kdy bylo dosaženo masivního rozvoje, dosáhla technologie pórobetonu v roce 1929, kdy vznikla v Yxhults Anghärdade (Švédsko) první továrna pro sériovou produkci pórobetonu. První oficiální název dostal pórobeton v roce 1940 ze spojení slov místa výroby a

názvu technologie **Yxhult + Gasbetong = Ytong**. V důsledku ekonomické krize se materiál rozšířil do celé Evropy.[2]

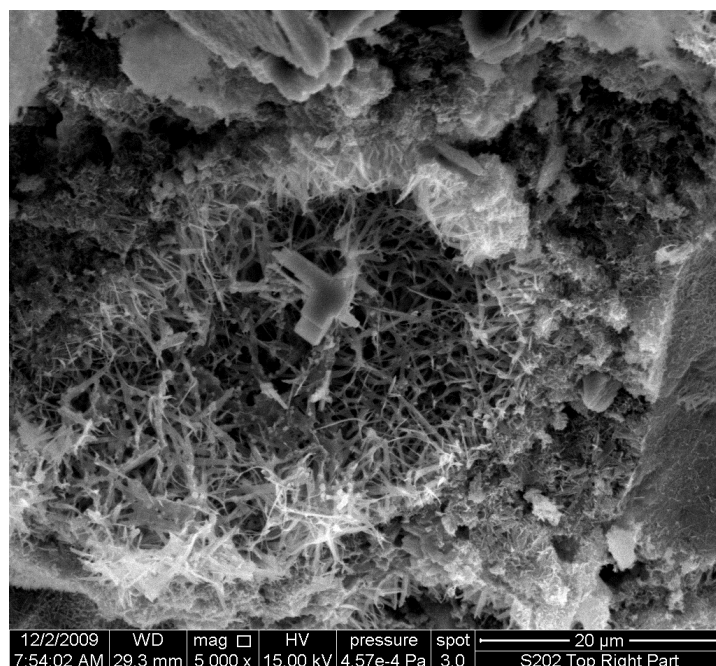
První počátky pórobetonu na našem území se datují do roku 1958, kdy vznikla v Plaveckém Štvtku (Slovensko) první zkušební linka. O rok později byla zavedena výroba v Zemianských Kostolanech (Slovensko) na základě polské technologie UNIPOL. První pískový pórobeton na bázi cementu se u nás začal vyrábět v roce 1963 technologií SIPOREX. V 70. letech byla v Československu zavedena holandská technologie CALSILOX (DUROX), kdy bylo poprvé využito elektrárenského popílku jakožto hlavního zdroje SiO_2 . [1]

V současné době je na českém trhu k dostání široká škála pórobetonových stavebních dílců jak na bázi popílku, tak na bázi písku. V oblasti popílkových tvárnic má největší zastoupení společnost Porfix CZ, a.s. a v oblasti pískových tvárnic společnost Xella CZ, s.r.o. s produkty YTONG.[11]

2.3 Hydrotermální proces

Podstatou výsledných mechanických vlastností pórobetonu je tvorba kalciumhydrosilikátů, tedy minerálů o složení $m\text{CaO} \cdot n\text{SiO}_2 \cdot o\text{H}_2\text{O}$ ($\text{C}_m\text{S}_n\text{H}_o$) v hydrotermálních podmínkách, tedy při zvýšeném tlaku v prostředí syté páry. Konkrétně hovoříme o tlacích 0,8 až 1,3 MPa a jim odpovídajícím teplotám 175 až 192 °C. Tyto podmínky umožňují využít za normálních podmínek téměř nerozpustný krystalický SiO_2 nejen jako plnivo, ale díky jeho zvýšené rozpustnosti i jako aktivně účastníci se složku. Přítomnost a množství daných minerálů a tedy vlastnosti výsledného produktu jsou závislé jak na vnějších termodynamických podmínkách, tak na fyzikálně-chemické povaze výchozích látek. Ta je dána nejenom použitím výchozích surovin, ale zejména specifickým povrchem tj. jemností mletí surovin, dobou trvání hydrotermální reakce, chemickým a fyzikálním charakterem výchozích složek (chemická vazba, amorfní nebo krystalický stav, aj.), množstvím a teplotou záměsové vody a poměrem aktivního CaO a SiO_2 . Všechna tato kritéria ovlivňují konečné mineralogické složení výsledného produktu a tím i jeho vlastnosti.[1][29][30]

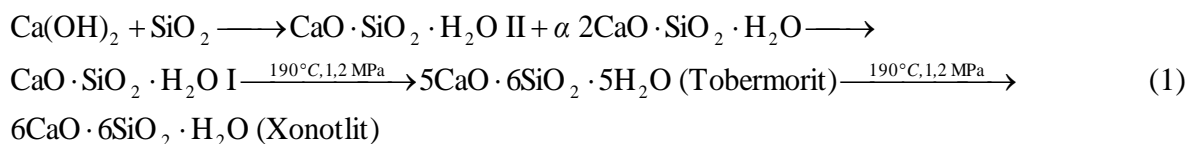
Touto cestou vzniká hned několik minerálů, např. Hillebrandit $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ nebo Afwillit $3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Nejvýznamnějším je však Xonotlit $6\text{CaO} \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ a 11Å Tobermorit $5\text{CaO} \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, který je přímo zodpovědný za konečné mechanické vlastnosti výsledného výrobku. V závislosti na poměru reakčních složek tvoří Tobermorit destičkovité, jehlicovité nebo lístečkovité krystaly o velikosti cca 1 μm . Nejvýhodnější poměr mezi CaO a SiO_2 pro vznik 11Å Tobermoritu se pohybuje v rozmezí 0,8 až 1.[9][7]



Obrázek 1

SEM - snímek jehlicovitých krystalů tobermoritu

Vznikající kalciumhydrosilikáty tvoří v průběhu autoklávování velmi složité navzájem prorostlé útvary a vytváří širokou škálu amorfních i krystalických meziproduktů. V počátečních stádiích reakce se vytváří gelovité či semi-krystalické produkty. Z tohoto důvodu je, mimo jiné, znesnadněna identifikace jednotlivých minerálů. Schematický průběh hlavních reakcí znázorňuje následující reakční schéma (1).[1][7][28]



Dané kalciumhydrosilikáty v průběhu autoklávování krystalizují z roztoku. Proto je nutné, aby poměr rozpuštěného CaO (resp. Ca(OH)₂) a SiO₂ byl v intervalu 0,8 – 1. Toto je zabezpečeno výše zmíněnými hydrotermálními podmínkami v autoklávu. Rozpustnost Ca(OH)₂ ve vodě se s rostoucí teplotou rapidně snižuje. Naproti tomu rozpustnost SiO₂ má naprosto opačný charakter. Pokud bychom tedy porovnali křivky rozpustnosti Ca(OH)₂ a SiO₂ ve vodě, ideální teplota pro daný poměr, tedy výše zmíněná teplota 174 až 193 °C, se nachází těsně za průsečíkem obou křivek.[1][8][8]

Je však třeba brát v úvahu fakt, že nedochází k úplnému rozpuštění zrn SiO₂ a CaO, resp. zna se rozpouštějí pouze na povrchu. Množství rozpuštěného CaO a SiO₂ lze regulovat měrným povrchem výchozích surovin, popřípadě jejich charakterem (amorfni/krystalický). V praxi je proto výhodnější použít množství aktivního CaO a SiO₂ v hmotnostním poměru pohybujícím se okolo 0,5. V současnosti se však ukazuje, že přesnějším a spolehlivějším měřítkem pro vznik a charakterizaci daných minerálů je tento poměr brát z hlediska poměru povrchů výchozích surovin obsahujících aktivní CaO a SiO₂. [13][19][28]

2.4 Suroviny v technologii pórobetonu

Je zřejmé, že poměr a charakter výchozích surovin má přímý vliv na vzhled a mechanické vlastnosti výrobku. V technologii pórobetonu je používáno několik typů surovin. Jsou jimi obecně aktivní plniva, pojiva, plynotvorné látky, pomocné látky a voda. Jako aktivní plnivo se používá mletý křemičitý písek nebo vysokoteplotní elektrárenský popílek. Roli pojiva tvoří pálené vápno a portlandský cement. Plynotvornou látkou, která je zodpovědná za vznik porézní struktury, je zde hliník ve formě jemně mletého prášku nebo pasty. Teoreticky lze však použít i jiné látky, jako například peroxid vodíku nebo kovy jako hořčík či vápník. Pomocné látky, ač přidávané oproti ostatním látkám v malé míře, mají zásadní a nezastupitelný vliv na průběh reakcí probíhajících při zrání a tuhnutí pórobetonu. Jsou jimi například energosádovec, sádra a povrchově-aktivní látky různého charakteru. Poslední nepostradatelnou surovinou je voda, která poskytuje prostředí pro vlastní tuhnutí. Množstvím vody je nastavena vhodná konzistence záměsi.

2.4.1 Křemičitý písek

Funkci aktivního plniva v záměsi zastupuje křemičitý písek. Netvoří tedy jen inertní část surovinové skladby, ale při hydrotermálních podmínkách se aktivně účastní vlastní reakce. V České Republice se převážně používají písky váté a písky z plavení kaolinu. Lze ale použít i jiné typy, jako jsou pískovcové písky nebo říční písky. Zásadní je obsah jílové složky v písku. Ten nesmí být vyšší než 1,5 %. V opačném případě dochází často ke zpomalení tuhnutí, snížení výsledné pevnosti a vzniku trhlin ve výrobku. Optimální složení písku určuje norma ČSN 73 1358-1. Složení je shrnuto v následující tabulce.[1]

Tabulka 5

Složení písku dle normy ČSN 73 1358-1[3]

látka	množství
SiO ₂	≥ 90 %
K ₂ O + Na ₂ O ve slídě a živci	≤ 1,5 %
rozpustný Na ₂ O	≤ 0,2 %
slída	≤ 0,5 %
jíl	≤ 1,5 %
FeS ₂ + S	≤ 1 %

Stejně jako u většiny základních komponent pro výrobu pórobetonu je i u písku důležitá jemnost mletí, tedy měrný povrch. Je vyžadován minimální měrný povrch 200 m²·kg⁻¹, což odpovídá přibližně 80% propadu na síť 0,063 mm¹. Jemností je dosaženo nejenom zintenzivnění vlastní hydrotermální reakce, ale i snížení sedimentace a částečné stabilizace porézní struktury.[1][3]

2.4.2 Mikrosilika

V kombinaci s křemenným pískem lze s výhodou použít materiál zvaný mikrosilika. Jedná se o amorfní materiál na bázi SiO₂ (> 98 %) s velmi malými sférickými částicemi získávaný jako sekundární surovina z některých průmyslových výrob (výroba kovového křemíku či ferrosilicia) nebo cíleně připravovaný různými precipitačními metodami. Díky své

¹ Zkouška probíhá při podtlaku po dobu 6 minut.

pucolánové aktivitě, amorfnímu charakteru a velkému měrnému povrchu (cca 2000 m²/kg, ale i více) je jeho reaktivita výrazně zvýšena, a tak lze s úspěchem předpokládat výraznější zapojení této formy SiO₂ do hydrotermálního procesu, než je tomu u krystalické formy (písek). Z fyzikálního hlediska je možné tento materiál využít jako mikrofiller a touto cestou zvýšit mechanické vlastnosti produktu.[31][20]

2.4.3 Vysokoteplotní elektrárenský popílek

Druhou možností pro funkci aktivního plniva jsou tuhé zbytky vysokoteplotního spalování – vysokoteplotní elektrárenský popílek. Jelikož se jedná o sekundární surovinu, nabízí se možnost použití popílků jako elegantního řešení problému skladování tohoto odpadu. Ve srovnání s pískem má popílek velmi vysokou reaktivitu, zejména díky přítomnosti SiO₂ ve skelné fázi, což má za následek mírné zvýšení pevností. V neposlední řadě jejich vysoký měrný povrch díky poréznímu charakteru jistou měrou přispívá ke snížení objemové hmotnosti výrobku. Na chemické složení popílků pro výrobu pórobetonu jsou kladeny tyto požadavky:[3]

Tabulka 6

Složení popílku pro výrobu pórobetonu[3]

látká	množství
SiO ₂	≥ 45 %
ztráta žiháním	≤ 7 %
síra jako SO ₃	≤ 0,2 %
MgO	≤ 2 %
Al ₂ O ₃	≤ 35 %
Fe ₂ O ₃	≤ 18 %

2.4.4 Vápno

V technologii pórobetonu je vápno používáno jako sekundární pojivová složka. Využívá se čerstvé, nehašené, vzdušné vápno, což umožňuje v technologickém procesu využití jeho hydratačního tepla. Vápno pro výrobu pórobetonu je charakterizováno normou ČSN EN 459-2 a musí splňovat přísné požadavky. Pro stálou kvalitu výrobků je nutné, aby vápno bylo stejnorodého chemického a mineralogického složení a bylo z jednoho zdroje vápence. V neposlední řadě je nutné, aby teplota při hašení neklesla pod 60 °C během 4 až 12 minut (50 g vápna a 170 ml vody). Předepsané chemické složení ukazuje následující tabulka.[3]

Tabulka 7

Složení vápna pro výrobu pórobetonu dle normy ČSN EN 459-2[3]

látká	množství	poznámka
CaO	≥ 90 %	-
MgO	≤ 3 %	-
sulfidová síra	≤ 0,2 %	-
CO ₂	≤ 5 %	odpovídající obsah CaCO ₃ činí 11,4 %
H ₂ O	≤ 3 %	ztráta žiháním může být max. 3 – 6 %, max. obsah Ca(OH) ₂ je 12,3 %

Je třeba, aby bylo použité vápno měkce nebo středně tvrdě pálené a aby neobsahovalo přepal. Tvrdě pálené vápno a zejména přepálené vápno obsahuje aglomeráty zrn o velikosti cca 10 μm, čímž se zásadně sníží jeho měrný povrch a porozita a tím reaktivita s vodou. Nejreaktivnější vápno lze získat výpalem při teplotě 900 °C. Na výsledné vlastnosti má vliv i následné mletí vápna. Obecně platí, že čím je vápno jemnější, tím je dosaženo vyšší reaktivity a tím i vyšší pevnosti. V neposlední řadě vápno snižuje sedimentaci směsi. Kvalita vápna (zejména měrný povrch) má přímý vliv na tvorbu minerálů při autoklávování, tedy na finální vlastnosti výrobku.[3][10]

2.4.5 Portlandský cement

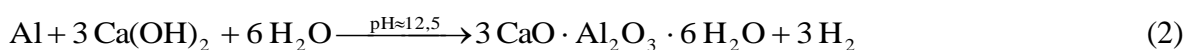
V technologii pórobetonu je možné využívat všech cementů portlandského typu. Složení cementu je dáno normou ČSN EN 197-1 „Cement. Složení, jakostní požadavky a kritéria pro stanovení shody. Část 1: Cementy pro obecné použití“. Portlandské cementy jsou rozděleny do pěti tříd CEM I až CEM V. Nejčastěji je však využíván portlandský cement s označením CEM I. Při použití vysoce kvalitního vápna je možné využít i cement o nižší aktivitě. Dalším kritériem pro použitelný cement je jeho třída, resp. minimální pevnost v tlaku po 28 dnech. V současnosti jsou v průmyslu využívány portlandské cementy pevnostních tříd 32,5 MPa, 42,5 MPa a 52,5 MPa. Pro použitelnost v technologii pórobetonu je dostačující cement třídy 32,5, nicméně běžně jsou používány rychlovazné cementy třídy 42,5 a 52,5 (CEM I 42,5 R, CEM I 52,5 R).[1][3]

Pro kompletní vývoj plynu a rovnoměrné pění je důležitá přítomnost malého množství rozpustných alkálií v cementu, a to zejména K₂O v množství 0,8 % až 1 % a Na₂O v množství 0,2 % a 0,5 %. Obsah těchto oxidů je však striktně hlídán, protože jejich nadbytek má vliv na tvorbu výkvětu, což je nežádoucí jev. Pro případnou úpravu alkality je také vhodné přidávat do cementu malé množství vápenného hydrátu. Vápenný hydrát musí ve vysušeném stavu dle normy ČSN EN 459-1 obsahovat minimálně 67 % CaO + MgO, z toho MgO maximálně 7 %. Vápenný hydrát je přidáván ve formě kaše kvůli dobré homogenizaci a snížení smršťování při tuhnutí. V neposlední řadě zabraňuje, stejně jako vápno, sedimentaci směsi.[1][10]

2.4.6 Hliníkový prášek

Hliník, a to ve formě pasty nebo jemně mletého prášku, je přísada zapříčiňující vznik porézní struktury. Ta je přímo zodpovědná za charakteristickou nízkou objemovou hmotnost a tepelně-izolační vlastnosti. Zároveň taky způsobuje přerušování kapilár ve hmotě a zabraňuje tak vzlínání a vlhnutí dílců.[13]

Vysoce zásadité prostředí, které poskytuje reakce cementu s vodou, umožňuje použít hliník jako pěnící činidlo. Vodík, který se reakcí hliníku s vodou v silně alkalickém prostředí uvolňuje, difunduje skrz směs k povrchu a tím ji napěňuje. Reakce probíhá podle rovnice (2) následovně.[1]





Obrázek 2

Pěnění hliníkové suspenze při vysokém pH v přítomnosti surfaktantu

Kritéria kladená na tento materiál jsou velmi přísná. Hliníkový prášek nesmí obsahovat méně než 94 % hliníku a jeho obsah nesmí kolísat více než o 1 %. Jednotlivé částice musí mít úzkou distribuci velikostí a musí mít šupinovitý tvar (takové částice jsou získány mletím hliníku). Měrný povrch by měl být v rozmezí 700 až 1200 m²·kg. Kritéria jsou důležitá zejména pro dokonalý a definovatelný vývoj plynu. V případě nízkého měrného povrchu lze očekávat vývoj příliš velkých bublin, což má negativní vliv na konečnou pevnost. Obsah tuku, který je důležitý pro inertnost zrn při skladování, by měl být nižší než 1,3 %. Pokud je tomu naopak, nastávají problémy s odmašťováním a tím způsobeným pozdním vývojem plynu. Je rovněž nežádoucí, aby hliníkový prášek, zejména díky svému malému aktivnímu povrchu, obsahoval hrudky nebo kulovitá zrna. V závislosti na receptuře se na 1 m³ pórobetonu přidává 0,1 až 2,5 kg (nejčastěji 0,25 až 0,5 kg) hliníkového prášku.[1][3]

2.4.7 Voda

Voda tvoří hlavní složku nejen pórobetonové směsi, ale všech betonů vůbec. Poskytuje reakční prostředí a je i nedílným reaktantem, bez kterého by k hydrataci nedošlo. Složení vody musí odpovídat normě ČSN 73 2010 „Složení betonové směsi“ a ČSN 73 2028 „Voda pro výrobu betonu“. Z těchto ustanovení vyplývá, že je vhodné používat pitnou vodu, jejíž složení je shrnuto v následující tabulce.[3]

Tabulka 8

Složení vody[3]

kritérium	množství
Obsah nerozpustných látek	≤ 2000 mg/l
Ztráta nerozpuštěných látek žíháním	≤ 800 mg/l
Odparek	≤ 3000 mg/l
pH	≥ 4
SO ₄ ²⁻	≤ 1500 mg
Cl ⁻	≤ 500 mg
Mg ²⁺	≤ 500 mg
Manganistanové číslo	≤ 15 mg O ₂ /l

Manganistanové číslo je mírou oxidovatelnosti vzorku MnO_2 na oxidaci reaktantů. Značně se v poslední době rozšířilo používání kondenzátové vody z autoklávu. Problémem však zůstává vysoká alkalita této vody. Proto je mísená s vodou z vodovodního řadu nebo povrchovou vodou z vodních toků.[3]

Ve vodě jsou také rozplavovány zbytky hmoty po seřezání nakynutého bloku na dílce. Tato suspenze je poté přidávána do záměsi. Toto je výhodné nejen z ekonomického hlediska, ale i z hlediska ekologického. Nevznikají tak žádné odpadní produkty. Tyto kaly rovněž působí jako nukleační centra.[3]

2.4.8 Pomocné suroviny

Při výrobě pórobetonu je nutné využívat mnoha dalších přísad, které ovlivňují pění, tuhnutí a tvorbu minerálů při autoklávování. Tyto suroviny jsou využívány v malém množství a jejich kvalitativní a kvantitativní zastoupení je pro každý typově rozdílný produkt různé.[1]

Největší zastoupení ve směsi z hlediska pomocných surovin má CaSO_4 , a to ve formě sádrovce, sádry, případně anhydritu. Zlepšuje pevnost výsledných výrobků a funguje jako regulátor tuhnutí směsi tím, že zpožďuje a prodlužuje průběh hašení vápna. V případě použití sádry lze regulovat průběh vývoje plynu z hliníku. Sádra používaná za tímto účelem musí však být velmi jemně mletá. Její měrný povrch by se měl blížit měrnému povrchu cementu. Velmi výhodné je používání takzvaného energetického sádrovce – energosádrovce. Tato látka vzniká jako odpadní produkt při vysokoteplotním spalování fosilních paliv v důsledku odsiřování spalin.[1]

Další hojně využívanou přísadou jsou krystalizační zárodky. Jedná se o krystalické kalciumhydrosilikáty připravené pomletím autoklávovaných zmetkových dílců. Krystalizační zárodky jsou rozplavovány ve vodě a přidávány ke směsi. Akcelerují vznik minerálu a zkracují tak dobu potřebnou pro autoklávování. Navíc tímto způsobem není nutné zmetkové výrobky nákladně deponovat.[1]

V malém množství může být také přidáván roztok NaOH , nejčastěji o koncentraci 37,7 %. Zvyšuje alkalitu směsi a tím umožňuje plný vývoj vodíku. Reakce probíhá podle rovnice (3).[1]



V důsledku silně alkalického prostředí, vytvořeného díky NaOH , se aktivují zrna SiO_2 , čímž se zintenzivňuje jejich rozpouštění.[1]

Další důležitým prvkem je mýdlo a formovací olej. Mýdlo svým povrchově aktivním charakterem výrazně napomáhá k odmašťování hliníkového prášku a umožňuje tak jeho reakci s vodou. Formovacím olejem jsou vymazávány zrací formy pro snadnější odformování bez porušení struktury bloku.

2.5 Technologie pórobetonu

Technologický proces lze obecně rozdělit na dvě základní fáze. V první fázi dochází ke zpracování surovin, pění a zrání. Druhá fáze spočívá v samotném autoklávování. Následně jdou výrobky na balící linky, odkud jsou expedovány.

2.5.1 Zpracování surovin a zrání

Výrobní proces začíná smísením písku, vápna a cementu a jejich následná homogenizace v kulovém mlýně. Zastoupení jednotlivých komponent je dáno výrobcem a je součástí know-how produktu. K této homogenizované výrobní směsi je dále přidáno již přesně definované množství cementu, páleného vápna a případných pomocných surovin, zejména tedy energosádrovce, sádry, popř. anhydritu. Výsledná směs je v míchacích zařízeních smíšena s přehřátou vodou, přerostovými kaly a případnými pomocnými přísadami. Po intenzivním míchání, nutném pro dokonalou homogenizaci, je k velmi řídké a tekuté směsi přidán práškový hliník rozdispergovaný ve vodě. Výsledná směs je nalita do vyhřáté a vymazané formy, kde dochází k vlastnímu kynutí a tunutí směsi v důsledku vývoje vodíku a hydratace cementu a vápna. Do suspenze jsou před tunutím ponořena vibrační tělesa z důvodu vyčeření větších bublin. Forma se suspenzí, která má teplotu 60 °C – 80 °C, zejména v důsledku hydratace vápna, je přesunuta do vyhřáté haly – zracího pole, kde setrvá cca 3 - 5 hodin. Tato doba je nutná pro dostatečné zatuhnutí pro následné zpracování a liší se v závislosti na typu produktu. Po uplynutí doby nutné pro zatuhnutí je blok odformován a jeřábem přenesen na krájecí linku. Zde jsou odkrojeny okraje (přerostové kaly) a zbytek je nařezán dráty na požadovaný tvar.[1][9]

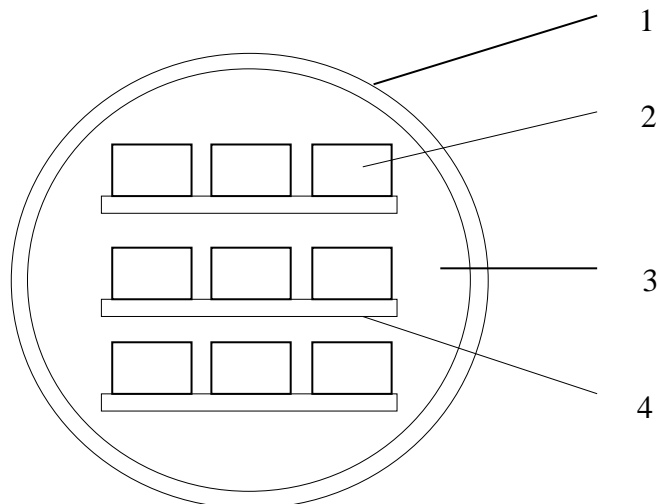


Obrázek 3
Pohled na zrací pole

2.5.2 Autoklávování

Autoklávování je hlavní částí výroby pórobetonu. Při teplotě 170 – 190 °C v prostředí nasycené vodní páry a odpovídajícím tlaku dochází k rozpouštění SiO_2 na povrchu zrn a vlastní hydrotermální reakci s Ca(OH)_2 a tvorbě minerálů zodpovědných za konečné mechanické vlastnosti výrobku.

Autokláv pro výrobu pórobetonu je válcová, horizontálně uložená nádoba o průměru přibližně 2,6 m a délce přibližně 20 m. Každý takový autokláv pojme přibližně 54 – 81 m³ materiálu. Na každé straně se nacházejí odklápěcí hermeticky uzavíratelná víka pro plnění a vyprazdňování.[1]



Obrázek 3

Schéma řezu autoklávem. 1) plášť autoklávu; 2) autoklávovaný materiál; 3) atmosféra tvořená sytou vodní párou; 4) transportní vozík

Autoklávovací proces se skládá ze čtyř fází. V první fázi dochází k vakuování a ve druhé fázi se v důsledku přivádění horké páry zvyšuje tlak. Ve třetí fázi je tlak a jemu odpovídající teplota v prostředí syté páry udržována na stále výši a to přibližně na 1,2 MPa. Odpovídající teplota se pohybuje v rozmezí již zmíněných 170 – 190 °C. Tato teplota odpovídá okolí bodu, kdy se křivky rozpustnosti SiO_2 a Ca(OH)_2 protínají. Daná fáze se nazývá izotermní výdrž a trvá v průměru 6 – 10 hodin. V této fázi je do autoklávu stále přiváděna pára, ale jen v množství odpovídající úbytku v důsledku tepelných ztrát a tvorby kondenzátu. V poslední fázi dochází k vyrovnání tlaků a s tím spojenému ochlazení. Celkový proces autoklávování trvá v průměru 12 – 16 hodin. Doba se pro produkty s vyšší objemovou hmotností a přísadkou ocelové výztuže prodlužuje.[1]



Obrázek 4
Autoklávy v závodě Xella CZ, s.r.o. v Hrušovanech u Brna

2.5.3 Současné technologie

V současnosti jsou stále ještě používány starší technologie, ovšem ty jsou postupně nahrazovány novými moderními technologiemi. Mezi nejvýznamnější a nejrozšířenější patří technologie CALSILOX (DUROX) a ze starších potom UNIPOL a SIPOREX. Přehled technologií používaných v České Republice, ale i v Evropě, je popsán níže.

2.5.3.1 Technologie CALSILOX (DUROX)

Původem holandská technologie, dříve známá pod názvem DUROX, byla u nás zavedena v 70. letech minulého století. Surovinovou základnu tvoří pálené vápno, cement, písek, energosádrovec nebo anhydrit a práškový hliník. Základní suroviny jsou za sucha mlety a ve stabilní míchačce míchány s vodou a ostatními přísadami. Vzniklá směs zraje v rozevratelných pojízdných formách. Vzniklý blok je jeřábem přesunut na rošt, kde je krájen a posléze i autoklávován. Tuto technologii v České Republice využívá zejména společnost Xella CZ, s.r.o. ve výrobních závodech Hrušovany u Brna, Mělník – Horní Počaply a Chlumčany.[1]

2.5.3.2 Technologie UNIPOL

Jedna z prvních technologií na území České Republiky využívající jako zdroj SiO_2 elektrárenský popílek namísto křemičitého písku. Z dalších surovin jsou to pálené vápno, energosádrovec nebo sádra a práškový hliník. Suroviny jsou spolu s vodou míchány v pojízdné míchačce, která poté směs vlije do statických forem se snímatelnými bočnicemi. Tato technologie umožňuje zrání hmoty v klidu. Po dozrání jsou bočnice odejmuty a blok je nařezán a formy jsou opět uzavřeny. Takto připravené formy jsou, nejčastěji v počtu tří, autoklávovány. Po ukončení procesu je blok odformován a produkty jsou baleny. Technologie je využívána zejména firmou Porfix CZ, a.s. v Ostravě - Třebovicích, Trutnově - Poříčí a Mostě - Kopisty.[1]

2.5.3.3 Technologie HEBEL

Technologie využívající mokré mletí písku a následné mísení s cementem a páleným vápnem. Dalšími využívanými surovinami jsou anhydrit a hliník ve formě pasty. Směs je míchána ve statické míchačce a následně je vlita do pojízdných rozebíratelných forem, kde dochází ke zrání. Blok je následně přesunut na rošt, kde je nakrájen na speciálním řezacím stroji. Následně je na roštu blok autoklávován. Existuje přibližně 50 licencovaných závodů po celém světě, např. Německo, Japonsko, apod. V České Republice není výrobní linka s originální strojní technologií.[1]

2.5.3.4 Technologie YTONG

Hlavními surovinovými složkami jsou pálené vápno, cement a písek. Tyto složky jsou společně mlety suchou cestou. Poté je ve statické míchačce přidán hliníkový prášek, směs je homogenizována a vlita do pojízdné rozebíratelné formy, kde zraje. Po uplynutí nutné doby pro zrání je blok odformován, překlopen o 90 ° na jednu z bočnic formy a nakrájen. Přetočení o 90 ° má řadu technologických výhod. Umožňuje řezání při minimálním zatuhnutí, což snižuje množství potřebného pojiva. Dále umožňuje opracování úzkých hran po rozřezání a zejména umožňuje výrobu velmi přesných dílců díky krátkým řezacím strunám. Nařezané bloky jsou na bočnicích autoklávovány. Na závěr dochází jako u všech technologií k balení a expedici. Z údajů z roku 1999 vyplývá, že v České Republice doposud neexistuje závod s touto technologií. Avšak hojně je tato technologie využívána v Rakousku a zejména v Německu.[1]

2.6 Fyzikální vlastnosti pórobetonu

Jako každý jiný stavební materiál musí i pórobeton splňovat několik kritérií, která jsou velmi striktně hlídána. Pórobeton se řadí k lehkým stavebním hmotám. Proto jsou sledovány i vlastnosti, které nejsou u stavebních materiálů zcela běžné. Charakteristické požadavky kladené na pórobetonové dílce jsou zejména nízká objemová hmotnost při dostatečných pevnostech v tlaku umožňujících použití pro nosné zdivo, výrazné tepelně-izolační vlastnosti charakterizované součinitelem tepelného vodivosti λ , nízká navlhavost popř. malá nasákavost a rychlá vysychavost, chemická, tepelná a biologická trvanlivost a celková stálost všech vlastností.[1]

Největší pozornost je věnována objemové hmotnosti, s ní spojené tepelné vodivosti λ a pevnosti v tlaku. Tyto aspekty jsou směrodatné zejména pro jakost a použitelnost daného výrobku. Pórobetonové produkty se rozdělují do tříd, ze kterých si zákazník vybírá dle svých potřeb. Každá třída je charakterizována kombinací minimální pevnosti v tlaku v MPa a maximální objemové hmotnosti v kg/m^3 udávanou výrobcem. Z toho vyplývá, že např. výrobek třídy P1,8 – 300 bude dosahovat minimální pevnosti v tlaku 1,8 MPa při maximální objemové hmotnosti 300 kg/m^3 .

2.6.1 Pevnost v tlaku

Pevnost v tlaku je taková hodnota jednoosého napětí, při kterém dochází k úplnému porušení vzorku. Pevnost v tlaku je jednou z nejdůležitějších vlastností sledovanou u stavebních hmot. V případě pórobetonu je tato vlastnost úměrná velikosti a množství pórů a pevnosti stěn mezi póry. Přímý vliv na pevnost má také kvalita, zpracování, měrný povrch a ideální poměr použitých výchozích surovin. Za konečnou pevnost je totiž zodpovědný minerál 11Å Tobermorit, který vzniká při autoklávování v hydrotermálních podmínkách.

Norma ČSN EN 679 charakterizuje zkoušku pevnosti v tlaku. Ta je prováděna na krychlích o hraně 10 cm vysušených při 60 °C na vlhkost 4 – 8 % při působení napětí v kolmém směru na směr kynutí směsi. Díky procesu autoklávování nemá stáří vzorku vliv na pevnost. Přímý vliv na pevnost má vlhkost. Díky ní může dojít k poklesu pevnosti o 15 – 20 %.[18]

2.6.2 Objemová hmotnost

Tento parametr je rozhodující pro všechny ostatní fyzikální vlastnosti. Obecně lze říci, že nízká objemová hmotnost je pro stavební materiály výhodná. Ta je dána zejména množstvím pórů v bloku. U pórobetonu se objemová hmotnost pohybuje mezi 300 až 700 kg/m³. Objemová hmotnost má stejný rozměr jako hustota. Dohodou je ale stanoveno, že u těles heterogenního složení se na místo hustoty používá právě objemová hmotnost. Tento parametr se stanovuje ve stavu vysušeném při 105 °C. Odchyłka může činit maximálně 50 kg/m³. Zvýšením objemové hmotnosti dochází i ke zvýšené pevnosti v tlaku a tepelné vodivosti.[1]

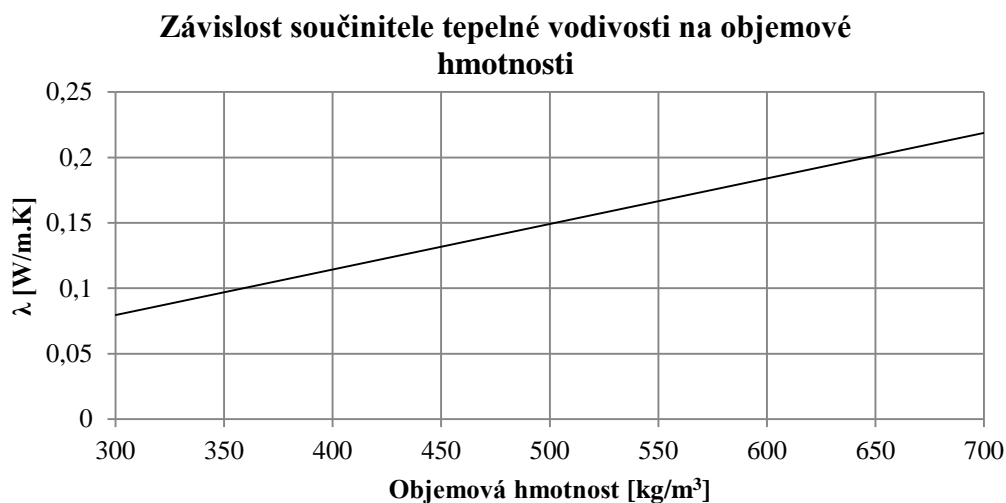
2.6.3 Tepelná vodivost

V současné době růstu cen energií se očekává, mimo jiné, rostoucí význam tepelně-izolačních vlastností stavebních hmot, a proto je i u pórobetonu tepelná vodivost a s ní spojené parametry jedním z hlavních kritérií. Lze říci, že tepelná vodivost se rovnoměrně snižuje s objemovou hmotností, resp. se zvětšováním celkové pórovitosti při konstantní distribuci velikostí pórů. Při stejné objemové hmotnosti má lepší tepelné charakteristiky pórobeton s malými, rovnoměrně rozmístěnými póry. Důvodem je fakt, že teplo je, mimo jiné, vedeno konvekcí. Pokud se sníží objem plynu (v případě pórobetonu vzduch) v pórech, je tím významně omezena jeho konvekce a tedy i tepelná vodivost. Součinitel tepelného odporu je charakteristickým prvkem tepelné vodivosti a při 6% vlhkosti výrobku určeného pro nosné účely dosahuje hodnot od 0,12 – 0,22 W/m·K.[1][11]

Nejnižšího součinitele tepelné vodivosti λ dosahuje výrobek Ytong Theta P1,8 – 300 s hodnotou 0,08 W·m⁻¹·K⁻¹ a Ytong Lambda P2 – 350 s hodnotou 0,085 W/m·K. Ještě nižšího součinitele lze dosáhnou kombinací zdiva a izolačních desek Ytong Multipor. Výrobce deklaruje součinitel tepelné vodivosti 0,067 W/m·K.[11]

Graf 1

Závislost součinitele tepelné vodivosti pískového pórobetonu na objemové hmotnosti při 6% vlhkosti[1]



Hlavním kritériem negativně ovlivňující tepelné vlastnosti je opět vlhkost, především vzhledem k vysoké tepelné vodivosti vody. Materiály totiž prakticky neexistují v suchém stavu zejména díky množství pórů, ve kterých se uplatňují kapilární jevy. Vliv vlhkosti na součinitel tepelné vodivosti je zdatelnější u pórobetonů vyšších objemových hmotností.[1]

3 CÍL PRÁCE

Tato diplomová práce se zabývá možností přípravy porézního materiálu na bázi autoklávovaného pórobetonu s objemovou hmotností nižší než 200 kg/m^3 za účelem produkce tepelně-izolačních desek pro zateplení nosných zdí, střešních systémů, popř. konstrukce nenosných příček. Pro optimalizaci surovinového složení, technologického postupu a přípravy materiálu s vysokou porozitou tj. s nízkou objemovou hmotností a tedy lepšími tepelně-izolačními vlastnostmi byly použity směsi s vysokým měrným povrchem, a to díky částečné náhradě písku mikrosilikou. Tyto záměsi byly zároveň chemicky stabilizovány vůči objemovým změnám způsobených koalescencí vzniklých pěn. Na připravených vzorcích byly zkoumány mechanické vlastnosti, jako jsou objemová hmotnost a pevnost v tlaku, střední velikost pórů, fázové složení a množství 11\AA Tobermoritu. Sestavení základní záměsi a nalezení mechanismu její stabilizace bylo prováděno v závodě Sika CZ, s.r.o. Modřice zabývající se výrobou a prodejem stavebních hmot a stavební chemie. Následná příprava vlastních autoklávovaných vzorků a optimalizace složení záměsi a technologického postupu probíhala v závodě Xella CZ, s.r.o. Hrušovany u Brna zabývající se výrobou pórobetonu značky YTONG. Výchozí suroviny byly poskytnuty oběma subjekty a Fakultou chemickou VUT v Brně. Z důvodů ochrany obchodního tajemství nelze udávat přesné složení receptur.

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4.1 Charakterizace použitých surovin

	specifikace	dodavatel	místo
směs I	mlýn I	Xella CZ, s.r.o.	Hrušovany u Brna
směs II	mlýn II	Xella CZ, s.r.o.	Hrušovany u Brna
písek		Tvarbet Moravia, a.s.	Bzenec
cement	CEM I 52,5 R	HeidelbergCement Group, a.s.	Mokrá u Brna
vápno	CL 90	Vápenka Vitošov, s.r.o.	Vitošov
mikrosilika	RW Füller	Sika CZ, s.r.o.	Brno - Modřice
energósádovec	vlhkost: 30 %	ČEZ, a.s.	Chvaletice
sádra	-	-	-
hliníkový prášek	-	-	-
mýdlový roztok	ALTARAN S8	Chemotex Děčín, a.s.	Děčín
voda	-	-	vodní nádrž Vír I
stabilizátor 1	-	-	-
stabilizátor 2	-	-	-

4.1.1 Stanovení měrného povrchu

Měrný povrch práškového materiálů je jednou ze základních charakteristik udávajících jemnost, a má tak přímou souvislost s velikostí částic v daném systému. Tento parametr přímo ovlivňuje reaktivitu, popř. kinetiku rozpouštění dané látky. V technologii pórobetonu lze díky tomuto údaji pomocí experimentálních dat predikovat množství Tobermoritu vzniklého při hydrotermální reakci, a tak i usuzovat na vyšší konečnou pevnost výrobku. V neposlední řadě také směsi s vyšším celkovým měrným povrchem dosahují v důsledku vyššího množství adsorpce vznikajícího plynu na povrch zrn nižších objemových hmotností.[20]

Měrný povrch je definován jako celková plocha částic vztažená na jednotkovou hmotnost materiálu (m^2/kg). Pro stanovení měrného povrchu písku, cementu a směsi byla použita permeabilní metoda dle Blaina. Měrný povrch mikrosiliky byl stanoven výpočtem z BET izotermy.

4.1.1.1 Stanovení měrného povrchu permeabilní metodou dle Blaina

Permeabilní metoda stanovení měrného povrchu dle Blaina je srovnávací metodou. Je tedy nutné přístroj kalibrovat na vzorek materiálu o známém měrném povrchu. Princip metody spočívá v měření času, za který projde definované množství vzduchu materiálem tvořícím zpevněné lůžko o dané porositě. Za normalizovaných podmínek je měrný povrch úměrný druhé odmocnině času, který je třeba k průtoku definovaného množství vzduchu zpevněným lůžkem.[24]

Stanovení bylo provedeno na přístroji BLAIN M-2. Měrná hmotnost vzorků byla stanovena pyknometricky.



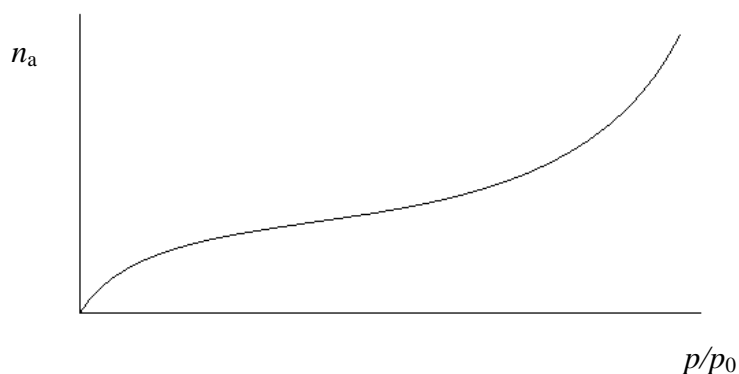
Obrázek 5
Přístroj BLAIN M-2

4.1.1.2 Stanovení měrného povrchu pomocí sorpce plynu (BET)

BET teorie je základem volumetrické analytické metody pro měření měrného povrchu disperzního nebo porézního materiálu. V roce 1938 byla Stephanem Brunauerem, Paulem Emmettem a Edwardem Tellerem formulována izoterma, která (na rozdíl od Langmuierovy izotermy) uvažuje adsorpci plynu na povrch pevných látek do multivrstev, což je v praktických aplikacích zcela běžné. Analytickým vyjádřením BET izotermy je následující dvouparametrová rovnice

$$n_a = n_m \frac{C \frac{P}{P_0}}{\left(1 - \frac{P}{P_0}\right) \left[1 + (C - 1) \frac{P}{P_0}\right]} \quad (4)$$

kde n_a je objem adsorbovaného plynu při dané teplotě a daném tlaku, p a p_0 je rovnovážný a saturační tlak adsorbátu, n_m je objem plynu v monovrstvě a C je tzv. BET konstanta, která je měřítkem velikosti interakce adsorbent-adsorbát. Při ideálních podmínkách nabývá hodnoty 80 – 150 (dusík, 77 K). Nelze ji však použít k výpočtu adsorpční energie. Typický průběh BET izotermy je znázorněn na následujícím obrázku.[23]



Obrázek 6

Typický průběh BET izotermy

Rozsah aplikovatelnosti BET teorie je limitován pouze na lineární část izotermy, která odpovídá multivrstevné adsorpci. Umístění této lineární části závisí na adsorpčním systému adsorbent-adsorbát a pracovní teplotě. Nejčastěji se měření provádí pomocí adsorpce dusíku při teplotě 77 K. Pro stanovení měrného povrchu byly vybrány body v rozmezí hodnot p/p_0 0,1 - 0,25.[23]

4.1.2 Granulometrická analýza

Granulometrická analýza je prováděna pomocí difrakce laserového paprsku, která je způsobena interakcí částic se zářením. Matematický popis daného jevu na práškových vzorcích poskytuje MIE teorie. Tato teorie slouží k předpovědi dráhy světla, které je od kulovitých částic difraktováno. Difrakční obrazec pro kulovou částici má kruhovou strukturu, kde vzdálenost r_0 vedoucí od centra difrakčního obrazce k prvnímu minimu je mírou velikosti částice. Úhel difraktovaného záření je pak nepřímo úměrný velikosti částice, naopak intenzita záření je přímo úměrná velikosti částic. Výsledná distribuční křivka je určena superpozicí všech difrakčních obrazců.[16]

Granulometrická analýza byla prováděna na přístroji HELOS KR od firmy Sympatec. Zdrojem záření je He-Ne laser. Přístroj umožňuje měření suchou i mokrou cestou.

4.1.3 Stanovení chemického složení metodou ICP-OES

Atomová emisní spektrometrie v indukčně vázaném plazmatu (ICP-OES) je stopová analytická metoda sloužící ke stanovení stopových a významných koncentrací jednotlivých prvků nejen ve vzorcích na bázi silikátů. Princip metody spočívá ve zmlžení roztoku vzorku do proudu argonu, kterým je veden do hořáku, kde je pomocí vysokofrekvenčního proudu vytvářeno střídavé magnetické pole, díky němuž je udržováno plazma o teplotě cca 6 000 – 10 000 K. Díky vysoké energii plazmatu dojde k excitaci přítomných atomů na vyšší energetické hladiny. Při zpětné deexcitaci tyto atomy emitují záření o přesně definované vlnové délce, která je dána rozdílem obou energetických hladin. Emitované světlo je dále vedeno přes monochromátor a fotonásobič na detektor, kde je světelný signál převeden na elektrický.[25]

Pro účely diplomové práce bylo chemické složení suroviny poskytnuto společností Xella CZ, s.r.o.

Tabulka 9

Chemické složení základních surovin (zdroj: Xella CZ, s.r.o.)

písek Bzenec		cement CEM I 52,5 R Mokrá		vápno CL 90 Vitošov	
SiO ₂	91,3 hm. %	SiO ₂	18,74 hm. %	SiO ₂	0,75 hm. %
TiO ₂	0,25 hm. %	TiO ₂	0,26 hm. %	TiO ₂	< 0,05 hm. %
Al ₂ O ₃	4,02 hm. %	Al ₂ O ₃	5,02 hm. %	Al ₂ O ₃	0,31 hm. %
Fe ₂ O ₃	0,96 hm. %	Fe ₂ O ₃	3,38 hm. %	Fe ₂ O ₃	0,18 hm. %
MnO	0,05 hm. %	MnO	0,21 hm. %	MnO	< 0,05 hm. %
MgO	0,17 hm. %	MgO	1,29 hm. %	MgO	0,49 hm. %
CaO	0,45 hm. %	CaO	65,76 hm. %	CaO	92,82 hm. %
Na ₂ O	0,62 hm. %	Na ₂ O	< 0,05 hm. %	Na ₂ O	< 0,05 hm. %
K ₂ O	1,42 hm. %	K ₂ O	0,62 hm. %	K ₂ O	0,06 hm. %
		volné vápno	1,48 hm. %	volné vápno	85,3 hm. %
mikrosilika RW-Füller Q1					
SiO ₂	97 hm. %				

4.2 Základní předpoklady

Jak vyplynulo z předchozích studií [20] a [21], se zvýšením celkového měrného povrchu záměsí v důsledku použití jemných práškových surovin (mikrosilika, metakaolin) dochází při použití stejného množství pěnicího činidla ke zvýšení celkové porosity, tedy ke snížení výsledné objemové hmotnosti produktu v důsledku vyšší adsorpce plynu na částice a celkově nižší hmotností těchto částic, které tak mohou být snadněji v daném objemu transportovány. V důsledku zvyšování měrného povrchu, zejména díky adici sférických hydrofilních částic v podobě mikrosiliky, však dochází k výrazné destabilizaci a následné koalescenci vzniklé pěny, což má za následek zhroucení celé struktury.

4.2.1 Fyzikálně – matematický pohled

Je známo, že pokud je částice transportována na fázové rozhraní plyn – kapalina, dochází ke snížení celkové volné Gibbsovy energie systému v důsledku ustanovení termodynamické rovnováhy. Energie je snížena v důsledku adsorpčních procesů a plocha mezifáze může být matematicky popsána rovnicí (5).

$$\Delta G_{ads} = \pi R_p^2 \gamma (1 \pm \cos \theta)^2 \quad (5)$$

kde γ je povrchové napětí mezifáze plyn-kapalina, R_p je poloměr částic a θ je úhel smáčení. Pokud platí, že $0^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$, pak nabývá $\cos \theta$ kladného znaménka. Pokud $\theta > 90^\circ$, $\cos \theta$ nabývá záporného znaménka.[22]

Nicméně hodnotu ΔG_{ads} nelze samostatně použít jako hodnotící kritérium stability mezifáze. Argument může být použitelný pouze v případě srovnání energie uvolněné v důsledku adsorpce pevných částic s jejich vlastní tepelnou energií, což má původ v Brownově pohybu částic v suspenzi. Pokud je hodnota tepelné energie částic blízká jejich adsorpční energii, budou mít ty částice snahu se z daného mezifázového rozhraní (plyn – kapalina) odpoutávat a rozhraní tak destabilizovat.[22]

Tepelná energie částic je popsána součinem Boltzmanovy konstanty K_B a absolutní teploty T . Díky součinu $K_B T$ je tedy možné definovat stabilitu částic adsorbovaných na mezifázi plyn – kapalina. Tento fakt popisuje rovnice (6).

$$\text{Stabilita mezifáze} = \frac{\Delta G_{ads}}{K_B T} = \frac{\text{Adsorpční energie}}{\text{Tepelná energie}} \quad (6)$$

Tato závislost umožňuje zhodnotit a porovnat stabilitu pěn tvořených pevnými částicemi na základě jejich poloměru, smáčivosti a teploty pění. Z hlediska stability pěn je tedy poměr adsorpční a tepelné energie částic hlavním hodnotícím prvkem. Z experimentálních výsledků vyplývá, že v případě suspenzí tvořených mikrosilikou dochází ke stabilizačnímu účinku tehdy, když je adsorpční energie alespoň o tři řády vyšší než energie tepelná, což je také důvod, proč nejsou obecně pěny tvořené hydrofilními částicemi stabilní, kde je jejich adsorpční energie srovnatelná s tepelnou energií.[22]

4.3 Mechanismus stabilizace

Jak bylo zmíněno výše, pěny tvořené tuhými hydrofilními částicemi vykazují nízkou stabilitu a dochází tak k jejich koalescenci. Inspirací pro vyřešení tohoto problému v technologii pórobetonu může být mechanismus a princip funkce flotačních zařízení. Zde dochází, mimo jiné, k separaci pevných podílů v důsledku rozdílného smáčivého úhlu θ a jejich zachytávání do pěny, která je takto stabilizována a lze ji tak periodicky odebírat. Změny smáčivého úhlu θ a tedy i hydrofility materiálu k vodě je docíleno adsorpcí různých druhů organických molekul (podle druhu flotovaného materiálu) na povrch zrn. Obecně tedy takové molekuly, které mají polární skupinu schopnou adsorpce, potažmo solvatace na povrch zrn, dostatečně dlouhý uhlíkový řetězec zodpovědný za snížení hydrofility materiálu a jsou rozpustné ve vodě.[34]

V reálu se poté děje to, že dochází k vypuzování vody materiálem na fázové rozhraní plyn – pevná látka, což má za následek zhutnění pevné fáze ve filmu, resp. v přepážce mezi póry, a výrazné zvýšení stability takto vzniklé struktury. Obecně lze tedy říci, že stabilitu filmů tvořených pevnými částicemi lze výrazně zvýšit redukcí vody v těchto filmech. Látkami, které v tomto případě silikátový systém tímto způsobem ovlivňují, mohou být monokarboxylové kyseliny, α -substituované dikarboxylové kyseliny, deriváty karboxylových kyselin jako amidy a estery, nebo primární aminy. Pro účely diplomové práce byly zvoleny, s ohledem na dostupnost, cenu a toxicitu, dva typy stabilizujících přísad, stabilizátor 1 a stabilizátor 2.[26][32][33]

4.4 Návrh základní receptury

Konečné mechanické vlastnosti jsou dány poměrem výchozích surovin, jejich charakterem a termodynamickými podmínkami při jejich mísení a následném autoklávování. Návrh základní receptury spočíval ve zvolení vhodné poměru výchozích surovin tak, aby výsledná směs splňovala dvě podmínky. První podmínkou je odolnost vůči koalescenci vzniklé pěny, tj. nalezení vhodného stabilizačního mechanismu. Druhou podmínkou pak bylo nastavení vhodného hmotnostního poměru aktivního CaO a SiO₂ ve směsi (C/S poměr) vhodného pro tvorbu Tobermoritu. Základní receptura se skládala z písku, mikrosiliky, portlandského cementu, páleného vápna, vody a hliníkového prášku jako pěnícího činidla. Z empirického

výzkumu a pozorování prováděného v laboratoři společnosti Sika CZ, s.r.o. vyplynulo, že z hlediska stabilizace pěny při použití stabilizátoru se jako nejvýhodnější jeví C/S poměr o hodnotě 0,47 (odpovídá nulovému podílu mikrosiliky) při teplotě záměsové vody $t_w = 40\text{ °C}$. Hodnota C/S poměru je zároveň dle současných technologických údajů použitelná v reálné výrobě. Množství hliníkového prášku bylo adekvátně navýšeno pro získání materiálu o vyšší porozitě. Vzhledem k použití velice jemně mletých surovin byl vodní součinitel pro získání ideální konzistence záměsi úměrně navýšen. Množství stabilizátoru pro základní záměs bylo empiricky stanoveno na 0,3 hm. %. Pro základní záměs byl použit stabilizátor 1. Údaje o složení základní receptury jsou shrnuty v Tabulce 10.

Tabulka 10

Složení základní receptury

C/S poměr	0,47
množství pěnicího činidla	0,5 hm. %
množství stabilizátoru	0,3 hm. %
w_f	1,02
t_w	40 °C

S ohledem na aktivní účast všech základních surovin při hydrotermální reakce je vodní součinitel w_f vztažen k sumě všech suchých složek. Zdánlivě řídká konzistence záměsi je velice důležitým parametrem, který je zodpovědný rovnoměrné kynutí záměsi a její lepší homogenizaci.

4.5 Příprava zkušebních těles

Podmínky přípravy zkušebních těles byly nastaveny tak, aby je bylo možné co nejefektivněji srovnávat s výrobky z reálného provozu. Jednotlivé záměsi byly homogenizovány pomocí laboratorní míchačky KitchenAid. Zkušební tělesa byla připravována do forem tvaru komolého jehlanu o objemu cca 9 l.



Obrázek 7

Forma pro přípravu vzorků



Obrázek 8

Laboratorní míchačka KitchenAid

Souhrnný postup přípravy vypadá takto:

- Forma byla vyhřáta na 50 °C
- Suroviny byly temperovány na laboratorní teplotu
- Odvážené množství hliníkového prášku bylo rozplaveno v 50 ml vody při použití minimálního množství mýdlového roztoku Altaran S8



Obrázek 9

Nemísitelnost hliníkového prášku s vodou v důsledku mastného povrchu částic



Obrázek 10

Dokonale dispergovaný hliníkový prášek za pomoci mýdlového roztoku Altaran S8

- Do laboratorní míchačky bylo vliato požadované množství vody (snížené o 50 ml) o požadované teplotě, ve kterém bylo rozpuštěno odvážené množství stabilizátoru.
- Za stálého míchání byly do vody přidávány jednotlivá odvážená množství surovin v pořadí mikrosilika, písek, cement vápno, suspenze hliníkového prášku.



Obrázek 11

Připravená záměs před vlitím do formy

- Celá směs byla intenzivně míchána po dobu 40 sekund

- Vyhřátá forma byla vymazána formovacím olejem a připravená záměs byla do této formy vлита a umístěna do sušárny s vypnutou konvekcí a vyhřátou na 50 °C, simulující zrací pole.



Obrázek 12

Částečně napěněná záměs ve formě

- Forma se vzorkem byla při této teplotě ponechána po dobu 5 – 7 hodin.
- Po 21 – 23 hodinách byla vzniklá zatuhlá (umožňující manipulaci) a vlhká záměs vyjmuta z formy, vyhřátá na 60 °C a spolu s originálními výrobky YTONG autoklávována při maximálním tlaku 1,2 MPa.



Obrázek 13

Dokonale nakynutá záměs



Obrázek 14

Čerstvě odformovaný vzorek

- Po vyjmutí z autoklávu byly připravené vzorky nařezány pásovou pilou na dvě zkušební tělesa tvaru krychle o hraně 100 mm a desku o přibližných rozměrech 100×100×30 mm.



Obrázek 15
Vzorky po vyjmutí z autoklávu



Obrázek 16
Pásová pila pro přípravu zkušebních těles

- Zkušební tělesa byla vysušena na vlhkost 4 – 8 % při 60 °C po dobu 24 hodin pro stanovení pevnosti v tlaku.
- Tělesa byla dosušena na konstantní vlhkost při 105 °C pro stanovení objemové hmotnosti.

Vlastní vývoj vodíku a tedy kynutí směsi do maximálního objemu trvalo přibližně 15 – 20 minut. Pro laboratorní přípravu kvalitního a reprezentativního vzorku má vliv velká řada zdánlivě zanedbatelných faktorů. Zejména je to konstantní souslednost všech operací, jako vyhřátí formy, temperace surovin nebo dodržení požadovaných teplot. Velkým problémem při přípravě vzorků je také nedefinovatelná dynamika míchání a tak je každý vzorek, byť stejného složení, svým způsobem originál. Vzhledem k faktu, že vzorky byly autoklávovány společně s originálními výrobky při autoklávovacím režimu s maximálním tlakem 1,2 MPa, bylo nutné tomuto přizpůsobit časové prodlevy mezi vlitím směsi do formy a následným autoklávováním, což mělo za následek rozdíly v celkové době zrání vzorků.

4.6 Metodika optimalizace receptury

Metodika optimalizace receptury spočívá v modifikaci základní receptury několika proměnnými parametry ovlivňujícími výsledné mechanické vlastnosti. Těmito parametry jsou vzájemný hmotnostní poměr mikrosiliky a písku (M/S poměr), jemnost mletí použitého písku (určená měrným povrchem), teplota záměsové vody, vodní součinitel, resp. konzistence záměsi, množství stabilizátoru, množství pěnícího činidla a poměru cementu a vápna (C/L poměr). Na základě zjištěných údajů z každé sady vzorků byla sestavena sada finálních záměsí a tak nalezeno optimální složení pro výrobek s nejnižší objemovou hmotností při maximální pevnosti v tlaku, tj. s nejvyšší hodnotou A-zahl. Jednotlivé parametry byly zkoumány pro každou sadu na záměsích o konstantním složení za použití originálních výrobních směsí společnosti Xella CZ, s.r.o. U vzorků byla sledována objemová hmotnost, pevnost v tlaku a střední velikost pórů. Zastoupení jednotlivých surovin je udáváno hmotnostním procentem.

4.6.1 Optimalizace – M/S poměr

Pro stanovení ideálního zastoupení mikrosiliky, jakožto přímého zdroje SiO₂, byly připraveny vzorky s M/S poměrem 0 %; 10 %; 20 %; 30 %; 40 % a 50 %. Vyšší zastoupení mikrosiliky vedlo, i za použití stabilizátoru, ve všech případech k destabilizaci a koalescenci vzniklé pěny.

4.6.2 Optimalizace – jemnost mletí písku

Optimalizace množství mikrosiliky byla provedena pro čtyři šarže písků o přibližném měrném povrchu 300, 350, 400 a 450 m²/kg (písek 1 – 4). Písek byl připraven v kulovém mlýnu s ocelovými mlecími tělesy. Ze získaných údajů byla na závěr odhadnuta konečná jemnost mletí písku pro získání výrobku s objemovou hmotností 120 kg/m³.

4.6.3 Optimalizace – teplota záměsové vody

Za použití směsi I a množství pěnícího činidla o 0,25% zastoupení v základní záměsi byla připravena sada vzorků při použití záměsové vody o teplotě 30, 40, 50, 60, 70, 75 a 80 °C. Na základě získaných údajů byla zvolena optimální teplota záměsové vody.

4.6.4 Optimalizace – konzistence záměsi

Za použití směsi II, množství pěnícího činidla v 0,25% zastoupení v základní záměsi a záměsové vody o teplotě 50 °C byla připravena sada vzorků s proměnným vodním součinitelem w_f . Ten nabýval hodnot 0,9; 1; 1,1; 1,2; 1,3 a 1,4. Na základě získaných údajů byl vybrán vhodný vodní součinitel. Konzistence záměsi, za použití zvoleného vodního součinitele, byla definována časem průtoku Fordovým průtokovým pohárkem. Na základě změřeného času byl vodní součinitel pro finální záměsi, v důsledku změny celkového měrného povrchu, jehož je konzistence funkcí, adekvátně pozměněn tak, aby tak výsledná konzistence odpovídala zjištěným údajům.

4.6.5 Optimalizace – množství stabilizátoru

Za použití směsi I, množství pěnícího činidla v 0,3% zastoupení v základní záměsi a záměsové vody o teplotě 80 °C byla připravena sada vzorků o procentuálním zastoupení stabilizátoru 0,1 %; 0,2 %; 0,3 %; 0,4 %; 0,5 % a 0,6 %. Pro každý typ stabilizátoru byla připravena sada zvlášť. Na základě zjištěných údajů bylo zvoleno optimální množství a typ stabilizátoru.

4.6.6 Optimalizace – množství pěnícího činidla

Za použití směsi I v základní záměsi a záměsové vody o teplotě 70 °C byla připravena sada vzorků s procentuálním zastoupením pěnícího činidla 0,1 %; 0,2 %; 0,3 %; 0,4 % a 0,5 %. Na základě zjištěných údajů bylo zvoleno optimální množství pěnícího činidla.

4.6.7 Optimalizace – množství vápna

Za použití směsi II, množství pěnícího činidla v 0,3% zastoupení v základní záměsi a záměsové vody o teplotě 60 °C byla připravena sada vzorků o obsahu páleného vápna 4 %; 6 %; 8 %; 10 %; 12 % a 16 %. Pro zachování konstantního množství mikrosiliky a písku byl vzniklý deficit, popř. nadbytek vápna vůči celkové záměsi, vyrovnáván změnou množství cementu. Ze zjištěných údajů bylo stanoveno optimální množství páleného vápna.

4.7 Standardizace přípravy zkušebních těles

V důsledku odlišností mezi laboratorní přípravou vzorků pórobetonu a reálnou produkcí dochází ke vzniku jistých chyb měření, které nelze zcela eliminovat. Jsou to zejména výrazné rozdíly mezi objemy záměsi v laboratorní měřítku a v reálu a také časová souslednost všech dílčích technologických kroků. Z tohoto důvodu byl v laboratorních podmínkách připraven vzorek dle originální receptury pro P2 – 350. Zjištěné mechanické vlastnosti, střední velikost pórů a fázové složení bylo porovnáno se vzorkem P2 – 350 z reálné produkce. Odlišnosti mezi jednotlivými veličinami pak mohou poskytnout informaci o tom, jak se bude laboratorně připravený vzorek o dané receptuře chovat v reálném provozu.

4.8 Návrh finální receptury

Na základě zjištěných údajů z optimalizace receptury byla sestavena záměs tak, aby bylo dosaženo nejvyšší hodnoty A-zahl. Zároveň byl kladen důraz na dosažení co nejnižší objemové hmotnosti (cílová hodnota objemové hmotnosti byla stanovena na 120 kg/m^3) při pevnosti v tlaku minimálně 0,45 MPa. Vzhledem k nutnosti dodržení minimální pevnosti umožňující praktické použití tohoto materiálu byla rovněž upřednostňována hutnější makrostruktura, tedy nízká střední velikost pórů. Tento parametr by měl mít také pozitivní vliv na nízkou hodnotu součinitele tepelné vodivosti λ .

U finální receptury byl rovněž testován vliv přídavku CaSO_4 ve formě stavební sádry a energosádrovce v procentuálním zastoupení 3 % a 6 %, což odpovídá standartnímu přídavku v reálné výrobě. Navážky stavební sádry a energosádrovce byly upraveny na ekvimolární množství CaSO_4 .

Pro srovnání laboratorně připravených výrobků s reálnou produkcí byl laboratorně připraven vzorek na základě originální receptury P2 – 350. Na vzorku byla sledována pevnost v tlaku, objemová hmotnost, střední velikost pórů. Tyto informace poskytly představu o chybě způsobené laboratorní přípravou.

4.9 Stanovení pevnosti v tlaku

Pevnost v tlaku R_p je jednou ze základních materiálových konstant nejen pórobetonu. Tato hodnota byla stanovena pomocí přístroje Zwick Roell Toni Technik laboratorních prostorách závodu Xella CZ, s.r.o. v Hrušovanech u Brna. Zkouška byla prováděna dle normy ČSN EN 679 na zkušebních tělesech tvaru krychle o hraně 100 mm. Tato tělesa byla před samotnou zkouškou vysušena při $60 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 24 hodin na vlhkost 4 – 8 %. Pevnost v tlaku byla stanovována ve směru kolmém ke směru kynutí tělesa.[18]



Obrázek 17 Přístroj
Zwick Roell pro stanovení pevnosti v tlaku

Principiálně je pevnost v tlaku udávána jako hodnota jednoosého napětí, při kterém dochází k poklesu zatěžovacího napětí v důsledku porušení materiálu. Píst přístroje působí tlakovou silou F na těleso o průřezu A kolmém na vektor síly F . V našem případě se jedná o konstantní plochu 100×100 mm. V okamžiku vzniku křehkého lomu a následného porušení materiálu dojde k poklesu odporu vůči tlakové síle a měření je tak ukončeno. Software zjištěné hodnoty síly F zapisuje do formuláře. Pokud tuto hodnotu podělíme plochou dle rovnice 7, dostáváme tak hodnotu napětí, která odpovídá samotné pevnosti v tlaku.[18]

$$\sigma = \frac{F}{A} \Rightarrow \frac{[\text{N}]}{[\text{mm}^2]} = \text{MPa} \quad (7)$$

4.10 Stanovení objemové hmotnosti

Objemová hmotnost ρ_{obj} byla stanovena gravimetricky vážením zkušebních těles o objemu $V = 1 \text{ dm}^3$ vysušených při $105 \text{ }^\circ\text{C}$ na konstantní hmotnost $m_{konst.}$ [13]

Dosušení na konstantní hmotnost však probíhalo po stanovení pevnosti v tlaku. Proto bylo nutné stanovit zbytkovou vlhkost v materiálu při stanovení pevnosti v tlaku. Stanovení objemové hmotnosti probíhalo dle následujícího sledu:

- Byla zjištěna hmotnost m_1 zkušebního tělesa vysušeného při $60 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 24 hodin před zkouškou pevnosti v tlaku.
- Byla zjištěna hmotnost m_2 zkušebního tělesa po zkoušce pevnosti v tlaku.
- Zkušební těleso bylo dosušeno při $105 \text{ }^\circ\text{C}$ na konstantní hmotnost $m_{konst.}$
- Z hmotnostního rozdílu $m_2 - m_{konst}$ byla zjištěna přesná vlhkost materiálu při zkoušce v tlaku.
- Dle rovnice 8 byla vyjádřena objemová hmotnost vzorku ρ_{obj} .

$$\rho_{obj} \left[\frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \right] = \frac{m_1 \left(1 - \frac{m_2 - m_{konst}}{m_2} \right)}{V} \frac{[\text{g}]}{[\text{dm}^3]} \quad (8)$$

4.11 Stanovení hodnoty A-zahl

Pro klasifikaci mechanických vlastností pórobetonu používá společnost Xella hodnotu zvanou A-zahl. Zde je využito vzájemné souvislosti mezi pevností v tlaku a objemovou hmotností. Jedná se, zjednodušeně řečeno, o vztažení pevnosti v tlaku na jednotkovou objemovou hmotnost. A-zahl je však empirickou hodnotou a je stanoven pomocí rovnice 9.

$$\text{A-zahl} = \frac{R_p}{\rho^2 \cdot 0,016} \frac{[\text{Pa}]}{[\text{kg} \cdot \text{dm}^3]} \quad (9)$$

A-zahl je hlavním kontrolním kritériem pro posuzování mechanických vlastností pórobetonu značky YTONG.[13]

Pro stanovení mechanických vlastností byla připravena pro každou záměs dvě zkušební tělesa. Hodnoty pevnosti v tlaku, objemové hmotnosti a následně hodnoty A-zahl byly zprůměrovány.

4.12 Stanovení střední velikosti pórů

Velikost pórů je důležitým parametrem ovlivňujícím nejen mechanické vlastnosti materiálu, ale zejména vlastnosti související s přenosem a přestupem energie. Je tedy zřejmé, že střední velikost pórů nutně ovlivní i hodnotu součinitele tepelné vodivosti λ , která je základní charakteristikou všech tepelně-izolačních materiálů. Velikost pórů a distribuce velikostí pórů se odráží v kinetice napěňovací reakce hliníku s vodou. Proto budou hlavními parametry ovlivňujícími velikost pórů množství pěnícího činidla a celková teplota záměsi, kterou nejvíce ovlivňuje teplota záměsové vody a podíl páleného vápna.

Střední velikost pórů byla stanovena metodou optické analýzy dle následujícího postupu.

- Pro každý vzorek byla pořízena fotografie o rozlišení 3000×2000 px způsobem zřejmým z Obrázku 20



Obrázek 18

Snímek vzoru T6 pro obrazovou analýzu střední velikosti pórů

- Pomocí přiložené stupnice byly u každé fotografie převedeny pixely na milimetry.
- Pomocí programu ImageJ byla změřena plocha nejméně sta náhodně vybraných pórů
- Zjištěná plocha byla aproximována na plochu kružnice, jejíž průměr udává velikost pórů
- Střední velikost pórů byla poté stanovena jako median (D_{50}) velikostí analyzovaných pórů

4.13 Fázová analýza vzorků

Fázové složení, resp. mineralogické složení, je jedním z atributů majících přímý vliv na výsledné mechanické vlastnosti materiálu. Zodpovědnost za relativně dobré mechanické vlastnosti má minerál 11Å Tobermorit, který je jedním z produktů hydrotermální reakce při autoklávování pórobetonu. Při této reakci však může docházet i ke vzniku jiných minerálních struktur, které mají na konečnou pevnost naopak negativní vliv. Takovým nežádoucím minerálem je například Xonotlit. U finálních vzorků byla sledována přítomnost a množství 11Å Tobermoritu a Xonotlitu. Kvalitativní stanovení fázového složení bylo určeno metodou práškové difrakce Rentgenova záření (XRD). Kvantitativní složení bylo stanoveno termogravimetrickou a diferenční termickou analýzou (TG-DTA).

4.13.1 Rentgenová analýza práškovou difrakcí – XRD

Rentgenová difrakční analýza je metoda popisující strukturu pevných látek, resp. jejich krystalických fází. Při interakci Rentgenova záření s povrchem materiálu může docházet ke dvěma jevům. V prvním případě je Rentgenovo záření atomem látky pohlceno, čímž dojde k emisi elektronu. Ve druhém případě je záření rozptýleno. Díky pravidelnému periodickému uspořádání atomů v krystalické mřížce dochází k rozptylu a následné interferenci Rentgenova záření, což vede ke vzniku difrakčních maxim, jejichž poloha, intenzita a tvar dávají informaci o druhu atomů a jejich strukturnímu uspořádání. K samotné difrakci a vzniku difrakčních obrazců při dopadu monochromatického záření na krystal dochází pouze v případě, pokud je splněna Braggova podmínka (10)[15]

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \theta \quad (10)$$

kde n (řád difrakce) je celé číslo, λ je vlnová délka záření, d je vzdálenost sousedních rovnoběžných rovin v krystalu a θ je úhel difrakce Rentgenova záření. Při dopadu záření na materiál dochází k průchodu a několikanásobnému odražení záření od sousedních rovin krystalu. Pokud se dostanou odražená vlnění do fáze, dojde k interferenčnímu zesílení záření, což je detekováno zvýšením intenzity. Při použití monokrystalu by difraktované záření od roviny ve vzdálenosti d svou rotací vytvořilo difrakční kužel o velikosti 4θ . Místo otáčení jedním monokrystalem lze však použít soubor statisticky dostatečně velkého množství krystalů, což zajišťuje přítomnost všech možných poloh dané krystalické struktury v prostoru. Při vhodné poloze, kdy je splněna Braggova podmínka, dojde k difrakci záření. Jak z principu měření vyplývá, difrakci Rentgenova záření lze použít pouze pro analýzu krystalických fází ve vzorku. Ukazatelem kvality vzorku je tedy úhel, při kterém dojde k difrakci záření. Ukazatelem kvantity je pak intenzita tohoto záření. V důsledku silného pohlcování Rentgenova záření okolní atmosférou je však velmi obtížné stanovovat kvantitativní složení vzorku. Pro vlastní měření byl použit přístroj Empyrean od firmy Panalytical.[14]



Obrázek 19
Přístroj Empyrean

4.13.2 Termogravimetrická a diferenční termická analýza – TG-DTA

Principem termických analýz je sledování účinků dodávaného nebo odebíraného tepla na vlastnosti materiálu s těmito ději souvisejícími.

Diferenční termická analýza (DTA) sleduje teplotní rozdíl mezi referenčním a sledovaným vzorkem při ohřevu a následném ochlazování konstantní rychlostí. V referenčním vzorku nenastávají v důsledku změny teploty žádné fyzikální nebo chemické změny. Pokud v důsledku změny teploty dojde u sledovaného vzorku k tepelnému ději (odpaření vody, uvolnění plynu, tání, rekrystalizace, atd.), dojde ke změně teploty samotného vzorku proti referenčnímu vzorku, což je detekujícím zařízením zaznamenáno. Poloha těchto změn na

teplotní škále je charakteristická pro každou složku přítomnou ve vzorku. U současných DTA přístrojů lze pracovat až do teplot okolo 1600 °C.

Termogravimetrická analýza (TGA) sleduje hmotnostní úbytek sledovaného vzorku v závislosti na teplotě. Při úbytku hmotnosti, v důsledku uvolnění molekuly plynu, je zaznamenáván pokles hmotnosti. Poloha těchto hmotnostních změn souvisí s charakterem složky ve vzorku. Míra hmotnostního úbytku souvisí s množstvím dané složky ve vzorku.

Na rozlišovací schopnost termických analýz má vliv několik faktorů. S nižší rychlostí ohřevu, nižší hmotností vzorku a vyšší tepelnou vodivostí inertní atmosféry se rozlišovací schopnost zvyšuje.

S výhodou se u termických analýz využívá simultánní zapojení na infračervený spektrometr umožňující detekci unikajících plynů. Lze tak určit charakter unikajících plynů a tím zpřesnit samotnou termickou analýzu. Plynné produkty rozkladných procesů jsou vyhřívanou kapilárou vedeny do měřicí komory infračerveného spektrometru, kde je pomocí interakce dlouhého infračerveného záření (50 – 100 μm) určen jejich chemický charakter. Výsledná data jsou pak zpracovávána matematickým aparátem zvaným Fourierova transformace (FTIR).[17]



Obrázek 20

TG-DTA přístroj od firmy TA Instruments

Dle [27] je množství Tobermoritu pomocí TGA analýzy stanovováno jak množství krystalové vody uvolněné v teplotním intervalu 50 – 250 °C. Vzhledem k tomu, že české státní normy udávají pro stanovení pevnosti v tlaku sušení vzorku při 60 °C a pro stanovení objemové hmotnosti sušení při 105 °C, lze odůvodněně usuzovat, že do této teploty nelze předpokládat rozklad Tobermoritu. Ten by zcela jistě zapříčinil zkreslení těchto hodnot. Množství 11Å Tobermoritu bylo tedy stanoveno jako množství uvolněné krystalové vody v teplotním intervalu 110 – 250 °C. Pomocí DTA byly potvrzovány předpoklady z TGA a zjišťována případná fázová přeměna minerálů.

5 VÝSLEDKY A DISKUZE

V následující části byla vyhodnocena data ze stanovení pevnosti v tlaku a stanovení objemové hmotnosti pro optimalizaci záměsí. Na základě těchto dat byla sestavena série finálních záměsí (viz kapitola 4.8). Mimo stanovení pevnosti v tlaku, objemové hmotnosti a střední velikosti pórů pro všechny vzorky bylo u vybraných záměsí stanoveno fázové složení metodou XRD, množství 11Å Tobermoritu metodou TG-DTA. Hodnota součinitele teplené vodivosti byla porovnána s laboratorně připraveným originálním materiálem P2 – 350 a materiálem P1,8 – 300 připraveným v reálném provozu.

5.1 Stanovení měrného povrchu

V tabulce 11 jsou shrnuty výsledky ze stanovení měrného povrchu permeabilní metodou dle Blaina a metodou sorpce plynů.

Tabulka 11

Měrné povrchy použitých surovin

	specifikace	měrný povrch [m²/kg]
písek 1	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	304(Blain)
písek 2	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	354(Blain)
písek 3	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	406 (Blain)
písek 4	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	459 (Blain)
písek 5	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	630 (Blain)
mikrosilika	RW Füller Q1, Sika CZ, s.r.o.	32 770(BET)
cement	CEM I 52,5 R, Xella CZ, s.r.o.	520 (Blain)
směs I	mlýn I, Xella CZ, s.r.o.	312 (Blain)
směs II	mlýn II, Xella CZ, s.r.o.	503 (Blain)

5.2 Granulometrická analýza

V tabulce 12 jsou shrnuty výsledky granulometrické analýzy použitých surovin.

Tabulka 12

Výsledky granulometrické analýzy použitých surovin

	specifikace	D ₁₀ [μm]	D ₅₀ [μm]	D ₉₀ [μm]
písek 1	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	1,06	22,45	94,21
písek 2	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	0,89	18,72	91,31
písek 3	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	0,75	15,96	82,47
písek 4	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	0,54	11,48	57,02
písek 5	Bzenec, Xella CZ, s.r.o.	0,42	7,22	42,45
mikrosilika	RW Füller Q1, Sika CZ, s.r.o.	0,85	4,17	9,85
cement	CEM I 52,5 R, Xella CZ, s.r.o.	0,36	6,51	23,70
vápno	CL 90, Xella CZ, s.r.o.	0,89	18,85	88,20
směs I	mlýn I, Xella CZ, s.r.o.	0,73	16,38	111,56
směs II	mlýn II, Xella CZ, s.r.o.	0,42	7,22	44,16

Směs II byla připravena za použití komerčního intenzifikátoru mletí od firmy Sika CZ, s.r.o. Granulometrická analýza použité mikrosiliky vykazuje vysoké hodnoty pravděpodobně v důsledku přítomnosti velkých aglomerátů, které nebylo možné rozdispergovat turbovzduchovým dispergátorem. Podle údajů z materiálového listu je dle SEM snímku velikost primárních zrn v rozmezí 0,1 – 0,3 μm.

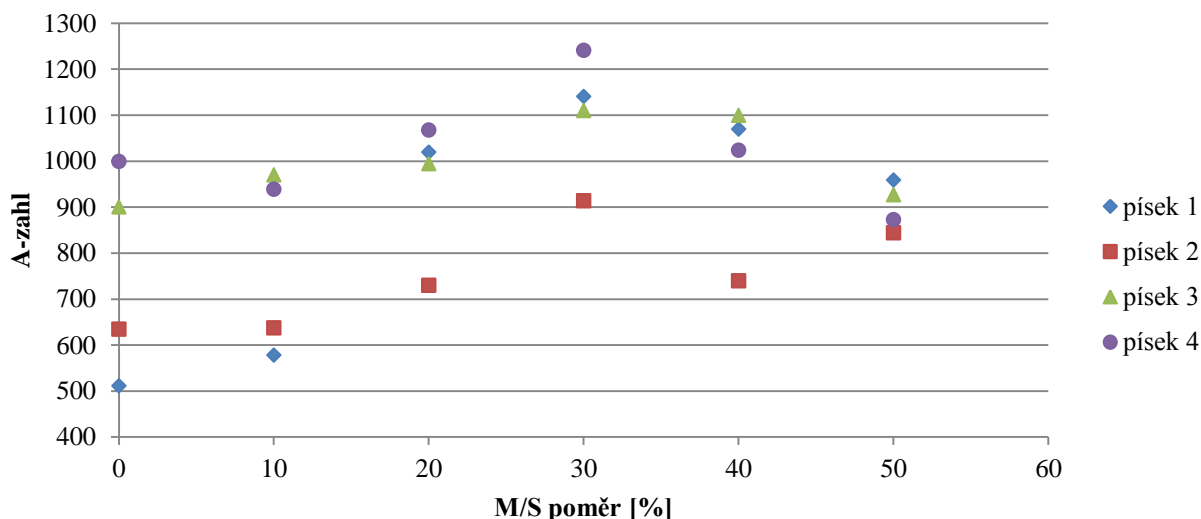
5.3 Optimalizace receptury

Hlavním kritériem pro hodnocení vlivu daného optimalizačního parametru byla maximální hodnota A-zahl při objemové hmotnosti nižší než 200 kg/m³, pokud to složení optimalizační záměsi umožňovalo. Dále byla sledována střední velikost pórů (D₅₀). Byl také kladen důraz na vysokou stabilitu napěněné záměsi. Upřednostňovány byly tedy ty receptury, které vykazovaly vysokou stabilitu při nízké objemové hmotnosti a vysoké pevnosti v tlaku (vysoké hodnoty A-zahl).

5.3.1 Optimalizace – poměr M/S

Graf 2

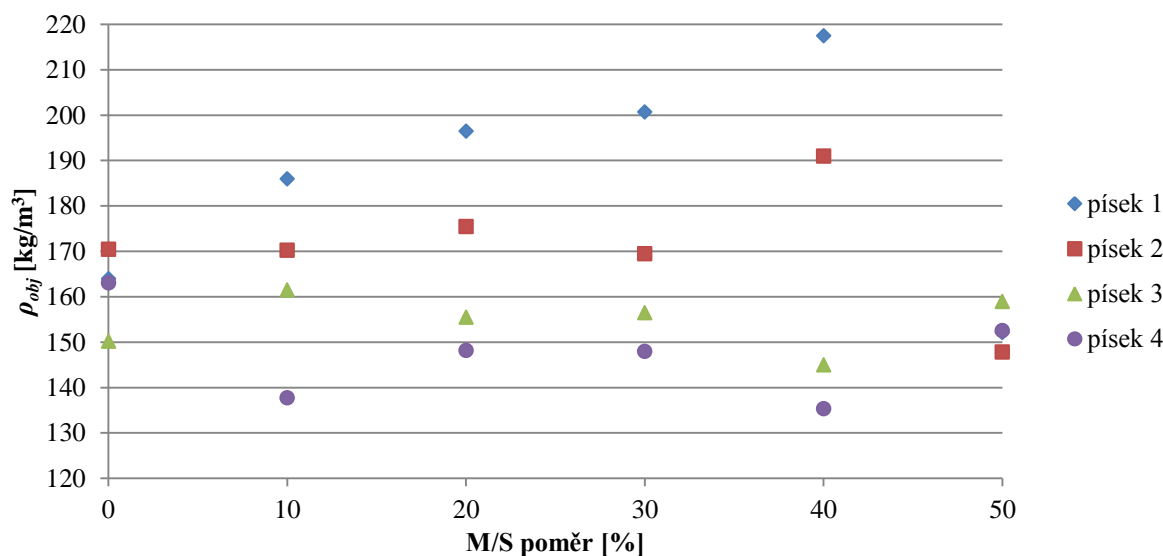
Závislost hodnoty A-zahl na poměru mikrosiliky a písku různé jemnosti mletí



Z grafu 2 je patrné, že pro všechny použité písky o různém měrném povrchu bylo dosaženo maxima závislosti pro vzájemný poměr mikrosiliky a písku 30 %, přičemž nejvyšší hodnoty A-zahl bylo dosaženo pro písek 4 ($s = 459 \text{ m}^2/\text{Kg}$). Dle původních předpokladů bylo při nulovém obsahu mikrosiliky ($M/S = 0 \%$) dosaženo nejvyšší hodnoty A-zahl v pořadí rostoucího měrného povrchu písku. Při použití receptury s 50% obsahem mikrosiliky proti písku nedocházelo k výrazné změně mechanických vlastností v závislosti na měrném povrchu písku. Většina povrchu aktivního SiO_2 je v tomto případě tvořena zrny mikrosiliky. Vzhledem k tomu, že u všech záměsí byl dodržen konstantní C/S poměr vztažený na hmotnost, lze na základě získaných dat s jistotou říci, že mechanické vlastnosti (A-zahl) jsou funkční závislostí celkového měrného povrchu a reaktivity aktivního SiO_2 , který byl v tomto případě proměnnou. Měrný povrch byl spolu s reaktivitou SiO_2 ve směsi díky adici mikrosiliky (amorfní SiO_2) výrazně zvyšován.

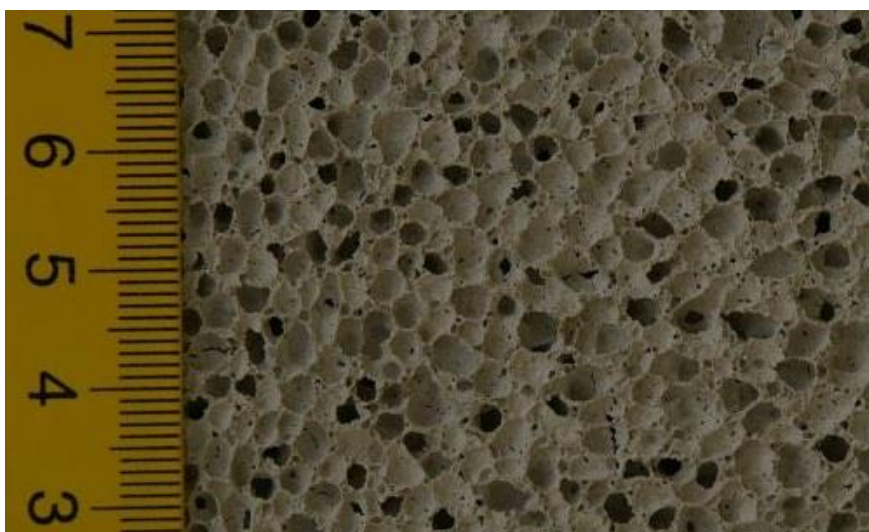
Graf 3

Závislost objemové hmotnosti na poměru mikrosiliky a písku různé jemnosti mletí



Z grafu 3 je patrné, že nejnižších objemových hmotností bylo dosaženo při použití písku 4 tj. písku s největším měrným povrchem ($459 \text{ m}^2/\text{kg}$). Objemové hmotnosti pro každý M/S poměr klesají, s výjimkou krajních hodnot, v pořadí klesajících měrných povrchů použitých písků. U krajních hodnot byly získány vzorky s velmi podobnou objemovou hmotností, zejména pak u M/S poměru 50 %. Z toho lze vyvodit, že při takovémto podílu mikrosiliky přestává mít samotný písek a jeho jemnost přímý vliv na mechanické vlastnosti výrobku.

Střední velikost pórů se s přidávkem mikrosiliky téměř neměnila a odpovídala hodnotě 2,7 mm. Typická porézní struktura odpovídající vzorkům z následující sady je ukázána na Obrázku 21.



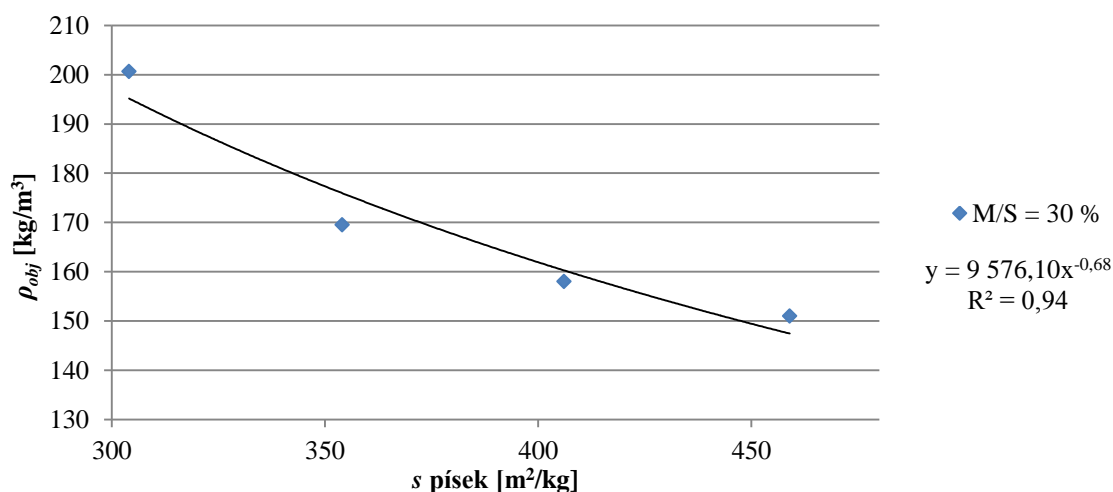
Obrázek 21

Vzorek 13; M/S = 50 %; $D_{50} = 2,67 \text{ mm}$

5.3.2 Optimalizace – jemnost mletí písku

Graf 4

Závislost měrné hmotnosti vzorku na měrném povrchu použitého písku pro M/S poměry 10 %; 20 % a 30 %



Graf 4 ukazuje souhrnný přehled vlivu měrného povrchu písku na konečnou objemovou hmotnost výrobku. Pro získání materiálu s dobrými tepelně-izolačními vlastnostmi je důležitá nízká objemová hmotnost. S ohledem na výsledky z optimalizace M/S poměru byly vyneseny objemové hmotnosti vzorků při poměru M/S = 30 % jako funkční závislost měrného povrchu použitého písku. Závislost byla proložena křivkou mocniné funkce, z jejíž rovnice byl aproximací stanoven vhodný měrný povrch písku pro získání materiálu s objemovou hmotností 120 kg/m³. Úpravou regresní rovnice získáváme vztah (rovnice 11) pro výpočet vhodného měrného povrchu písku s pro získání materiálu s danou objemovou hmotností ρ_{obj} .

$$s = \frac{715631}{\sqrt[0,68]{\rho_{obj}}} \text{ [m}^2 \text{ / kg]} \quad (11)$$

Dosažením 120 kg/m³ za objemovou hmotnost ρ_{obj} dostáváme hodnotu odpovídajícího měrného povrchu písku $s = 627 \text{ m}^2/\text{kg}$. Na takto zjištěný měrný povrch byl připraven písek (písek 5) pro sestavení finální receptury. Písek o vypočteném povrchu byl odzkoušen při použití v základní receptuře. Výsledné mechanické vlastnosti jsou shrnuty v Tabulce 13.

Tabulka 13

Dosažené mechanické vlastnosti při použití písku s měrným povrchem 630 m²/kg v základní receptuře

M/S	ρ _{obj} [kg/m ³]	R _p [MPa]	D ₅₀ [mm]
30 %	125,9	0,35	2,65

V Tabulce 13 je vidět, že teoreticky předpovězená hodnota měrného povrchu použitého písku při M/S poměru 30 % má velice dobrou shodu s experimentálními výsledky. Bylo

dosaženo objemové hmotnosti $125,9 \text{ kg/m}^3$, což je o 4,9 % více, než je cílová hodnota 120 kg/m^3 . Tuto odchylku lze přisuzovat chybě vzniklé při přípravě vzorků a zkušebních těles a koeficientu spolehlivosti R.

Stejně jako v kapitole 5.3.1 se střední velikost pórů u celé sady téměř nelišila a odpovídá hodnotě 2,7 mm (viz.: Obrázek 21).

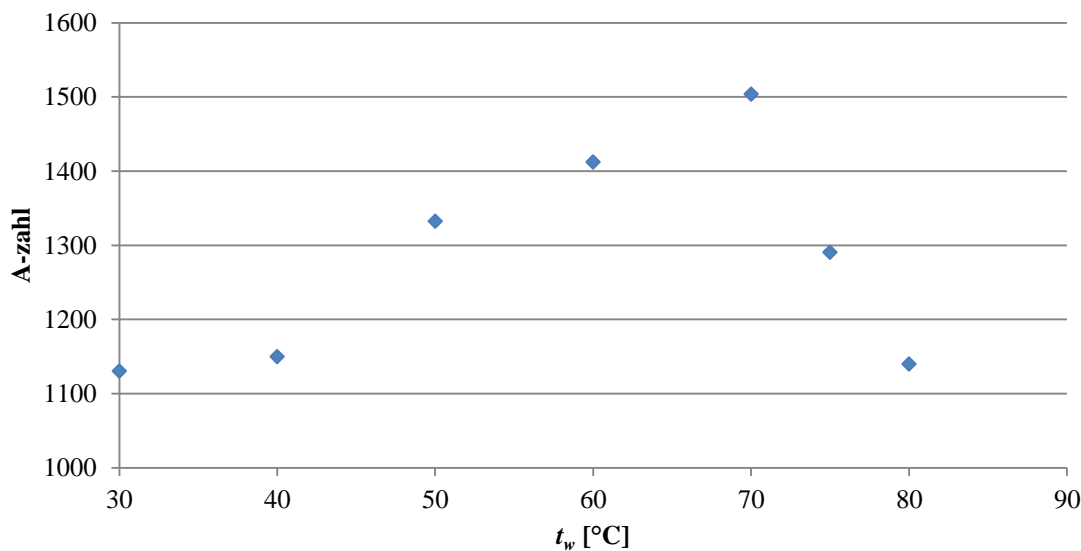
5.3.3 Optimalizace – teplota záměsové vody

Teplota záměsové vody je důležitým parametrem ovlivňujícím kinetiku vývoje vodíky při reakci hliníku a vody a tedy i na celkovou makroporézní strukturu. Při příliš vysoké teplotě záměsové vody může dojít k tzv. „vyvření“ napěněné záměsi. Příliš vysoká teplota výrazně urychluje hydrataci portlandského cementu a tuhnutí celé směsi. V průběhu tuhnutí se snižuje difuze plynu generovaného pěnicím činidlem skrz tuhnoucí směs a může v ní tak dojít ke vzniku plynových kapes. Tento jev má pak za následek částečnou nebo úplnou destabilizaci záměsi a její zborcení. Tento efekt je výraznější při vyšších podílech páleného vápna ve směsi. Problém „vyvření“ lze v praxi částečně (při nízké intenzitě) řešit propichováním napěněné směsi na zracím poli. V laboratorním měřítku je toto však nerealizovatelné. Došlo by ke znehodnocení vzorku vznikem makrodefektů po propichování a tím zkreslení měření pevnosti v tlaku.

Vzorky pro optimalizaci teploty záměsové vody byly připravovány z receptury s M/S poměrem 30 %.

Graf 5

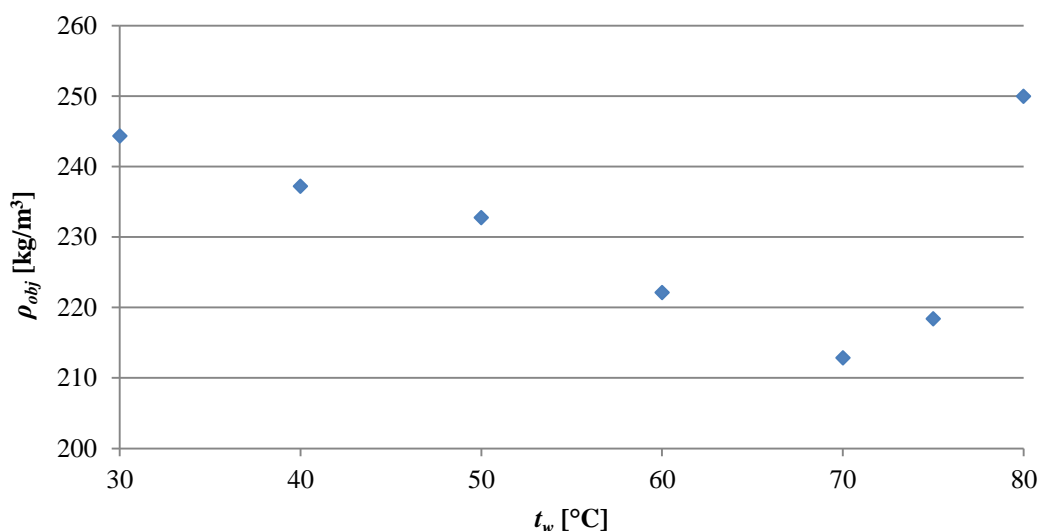
Závislost hodnoty A-zahl na teplotě záměsové vody



Ze zjištěné závislosti vyplývá, že maximum mechanických vlastností vzorku (A-zahl) nastává při použití záměsové vody o teplotě 70 °C. Za touto hranicí poté dochází prudkému poklesu hodnoty A-zahl zejména kvůli nestabilitě vzniklé pěny v důsledku „vyvření“.

Graf 6

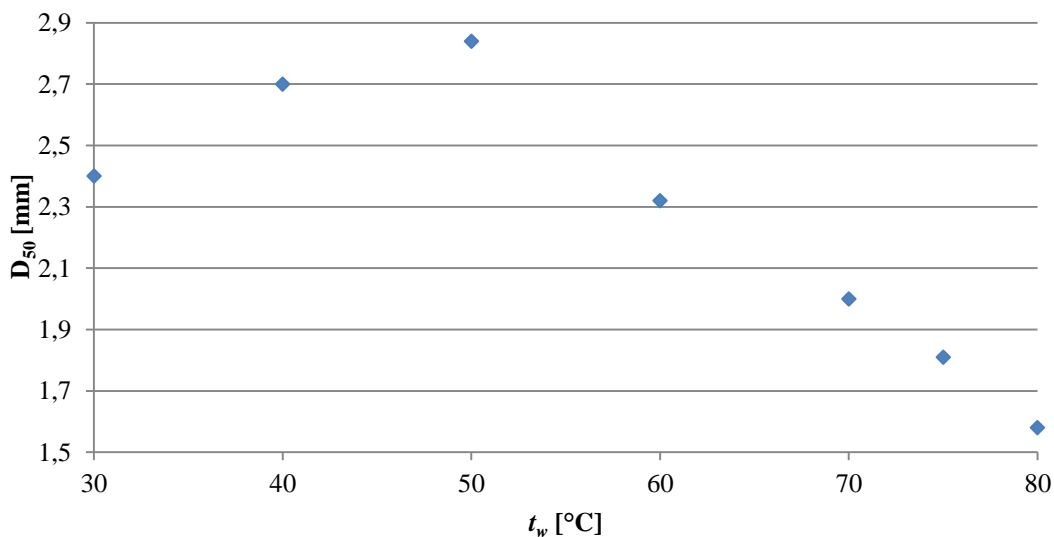
Závislost měrné hmotnosti vzorku na teplotě záměsové vody



Zjištěná závislost objemové hmotnosti vzorku na teplotě záměsové vody koresponduje s údaji z grafu 5. V tomto případě bylo dosaženo minimální objemové hmotnosti rovněž při 70 °C. Při vyšších teplotách se objemová hmotnost rapidně zvyšovala z výše zmíněného důvodu.

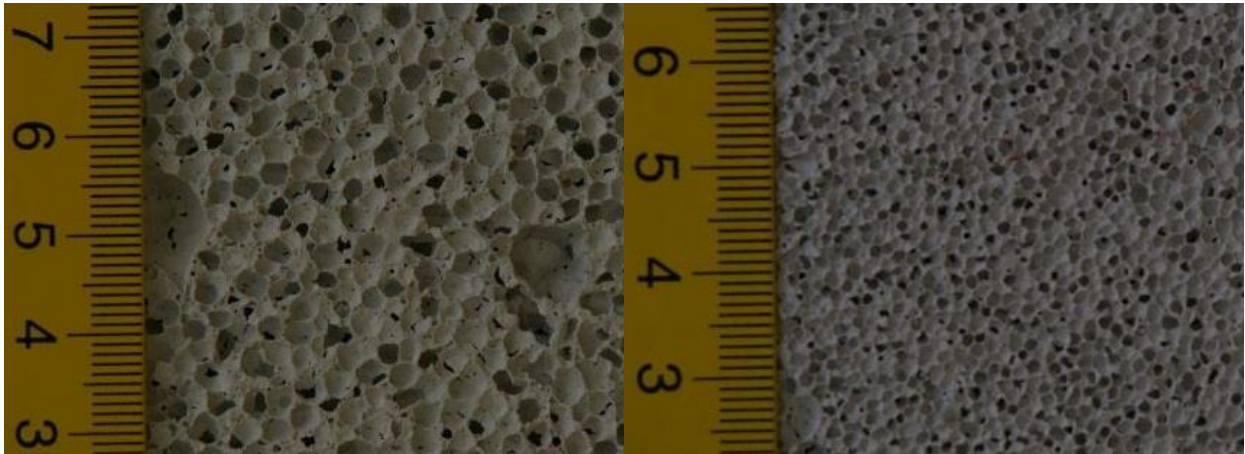
Graf 7

Závislost střední velikosti pórů na teplotě záměsové vody



Jak je patrné z grafu 7, teplota záměsové vody a tedy i celková teplota záměsi má výrazný vliv na střední velikost pórů. Nejvyšší velikosti pórů bylo dosaženo při teplotě záměsové vody 50 °C. Nejmenší póry pak vznikaly při teplotě záměsové vody 80 °C. Vyšší hodnoty středních velikostí pórů při nižších teplotách jsou pravděpodobně způsobeny zpomalením reakce hliníku s vodou. Vzhledem k tomu, že reaktivita portlandského cementu se s rostoucí teplotou zvyšuje, dochází při teplotě záměsové vody vyšší než 50 °C k redukcí velikostí pórů

v důsledku hydratace a tunutí portlandského cementu. Obrázek 22 a 23 ukazují rozdíl mezi velikostmi pórů mezi vzorkem s 50°C záměsovou vodou a 80°C záměsovou vodou.



Obrázek 22

Vzorek W3; $t_w = 50\text{ °C}$; $D_{50} = 2,84\text{ mm}$

Obrázek 23

Vzorek W6; $t_w = 80\text{ °C}$; $D_{50} = 1,58\text{ mm}$

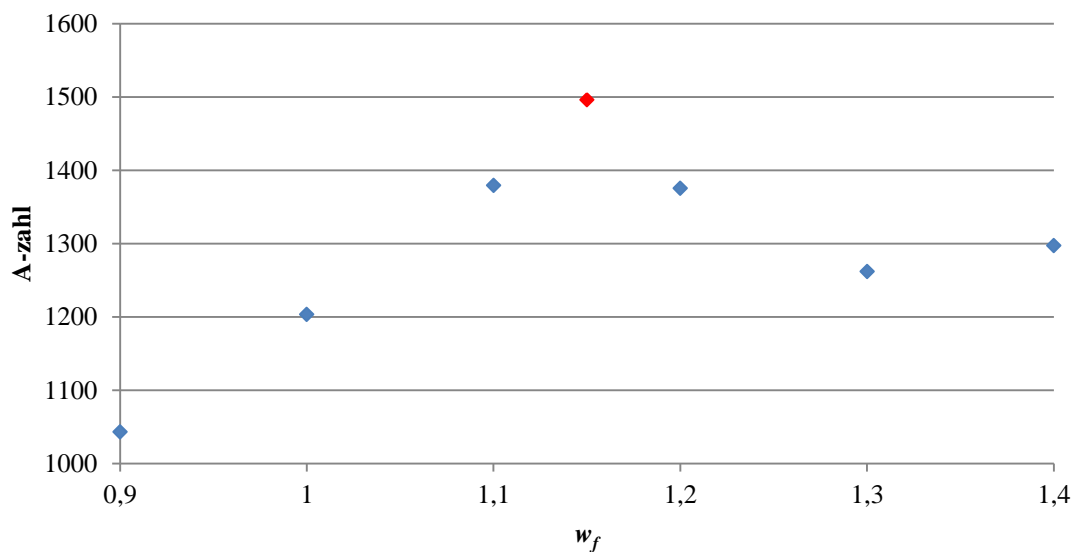
S ohledem na všechny tři parametry (A-zahl, objemová hmotnost, střední velikost pórů) a stabilitu záměsi byla pro finální recepturu zvolena teplota záměsové vody 70 °C. Výsledky byly porovnány.

5.3.4 Optimalizace – konzistence záměsi

Vzorky pro optimalizaci konzistence záměsi byly připravovány z receptury o M/S poměru 30 %.

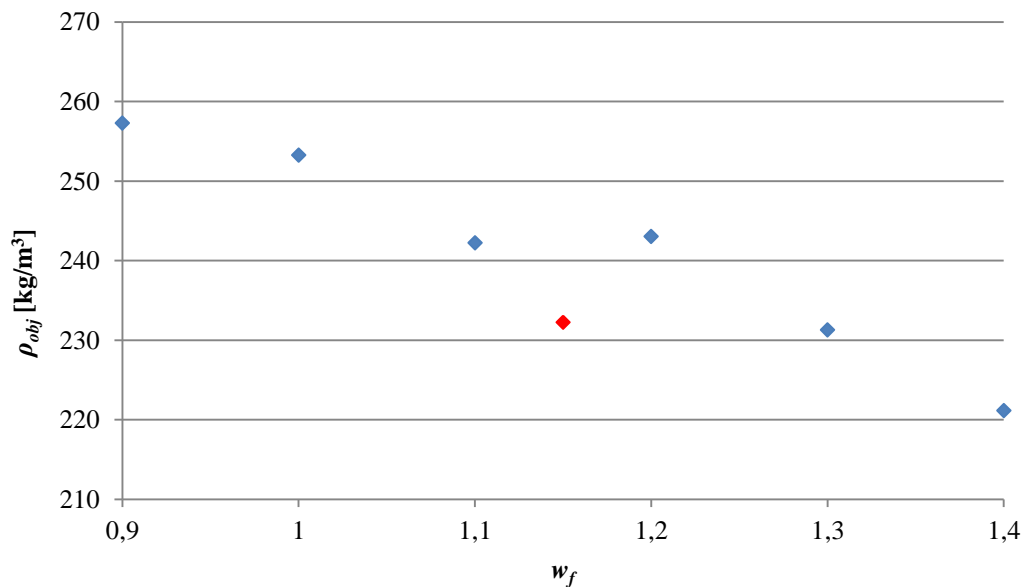
Graf 8

Závislost hodnoty A-zahl na vodním součiniteli w_f pro recepturu o konstantním složení



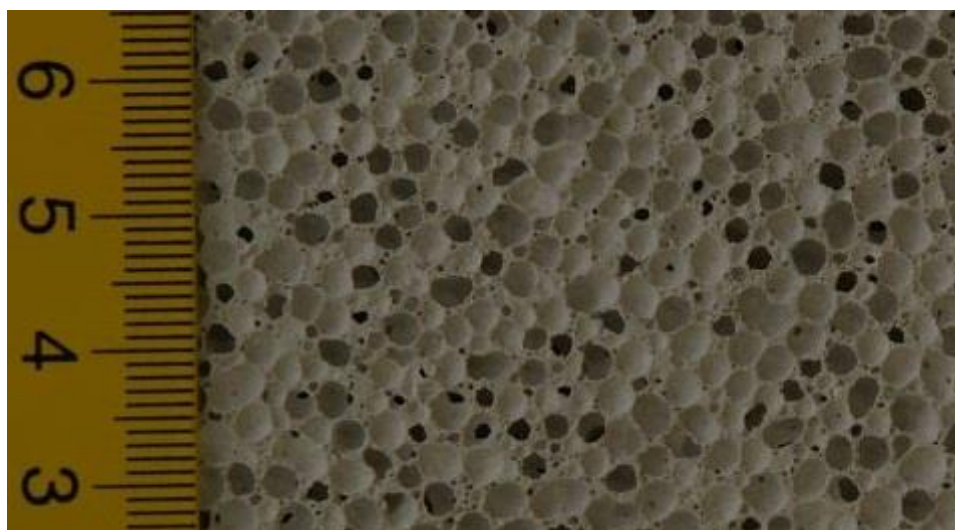
Graf 9

Závislost objemové hmotnosti vzorku na vodním součiniteli pro recepturu o konstantním složení



Modré body závislosti mechanických vlastností a objemové hmotnosti na vodním součiniteli odkazují na původní sadu vzorků. Vzhledem k očekávanému maximu hodnoty A-zahl mezi body pro vodní součinitel 1,1 a 1,2 byl dodatečně připraven vzorek s vodním součinitelem 1,15 (červený bod). Dle původního předpokladu tento bod tvoří maximum hodnoty A-zahl. I přes fakt, že při vodním součiniteli 1,15 nebylo dle grafu 9 dosaženo minimální objemové hmotnosti, byla v důsledku maximální hodnoty A-zahl odpovídající konzistence použita pro sestavení finální receptury.

Při změně konzistence téměř nedocházelo ke změně střední velikosti pórů. Ta se pohybovala kolem hodnoty 2,4 mm. Typická porézní struktura je znázorněna na Obrázku 24.



Obrázek 24

Vzorek W6; $w_f = 1,4$; $D_{50} = 2,43$ mm

5.3.4.1 Definování konzistence

Konzistence záměsi byla definována časem průtoku Fordovým průtokovým pohárkem s tryskou o průměru 2 mm. Konečný čas průtoku byl určen jako průměr pěti změřených hodnot.

Tabulka 14

Časy průtoku Fordovým pohárkem pro vodní součinitel 1,15

t_1 [s]	t_2 [s]	t_3 [s]	t_4 [s]	t_5 [s]	$t \bar{\theta}$ [s]
11,96	11,98	12,01	12,02	11,97	11,99



Obrázek 25

Fordův průtokový pohárek

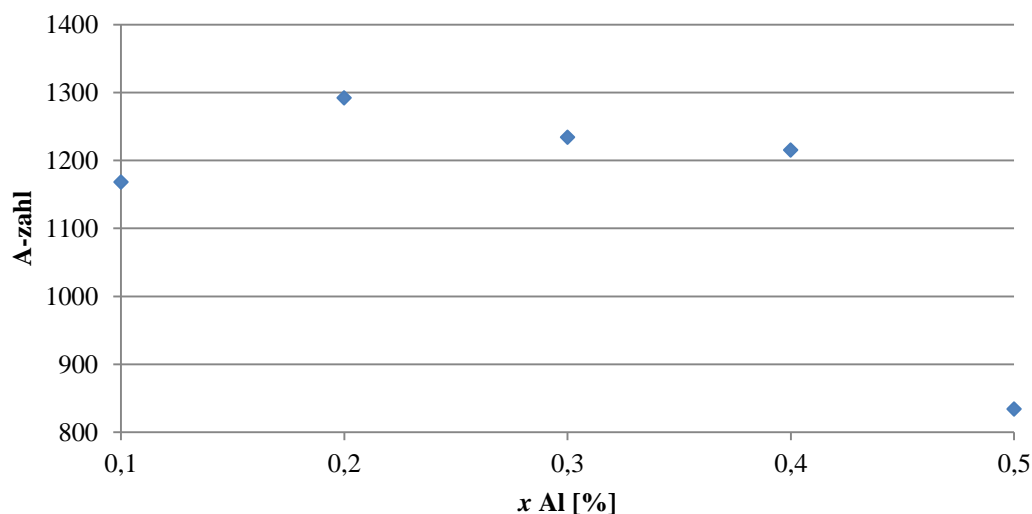
Pro finální recepturu byla pomocí vody nastavena konzistence tak, aby byla její doba průtoku Fordovým pohárkem 12 s.

5.3.5 Optimalizace – množství pěního činidla

Množství pěního činidla (hliníkové prášku) je hlavním parametrem ovlivňujícím výslednou objemovou hmotnost výrobku. Z tohoto důvodu byla pozornost u vzorků pro optimalizaci pěního činidla zaměřena na výslednou objemovou hmotnost a střední velikost pórů.

Graf 10

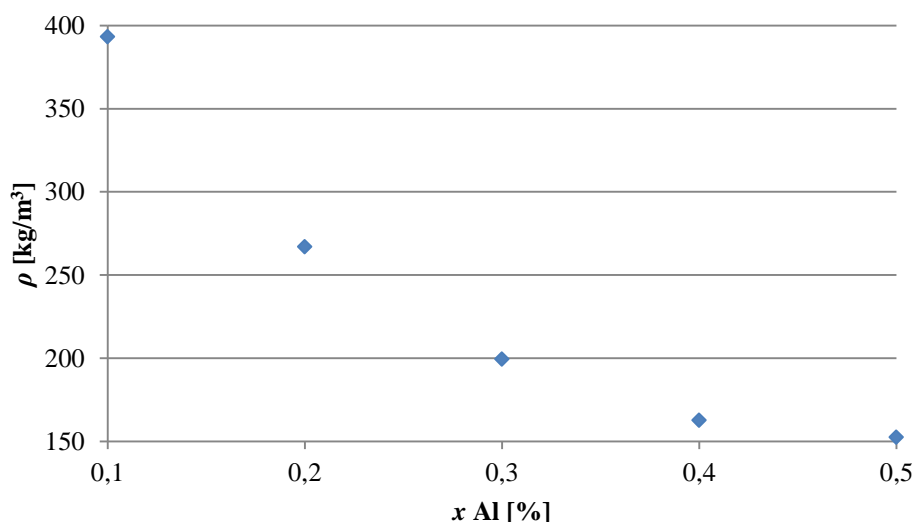
Závislost hodnoty A-zahl na hmotnostním poměru pěnícího činidla



Z grafu 10 vyplývá, že k výraznému poklesu mechanických vlastností vzoru dochází při použití záměsi s obsahem pěnícího činidla od 0,5 %. U nižších obsahů lze říci, že jsou mechanické vlastnosti téměř konstantní. Z pohledu hodnocení objemové hmotnosti byly pro finální recepturu testovány přídavky 0,4 % a 0,45 % pěnícího činidla.

Graf 11

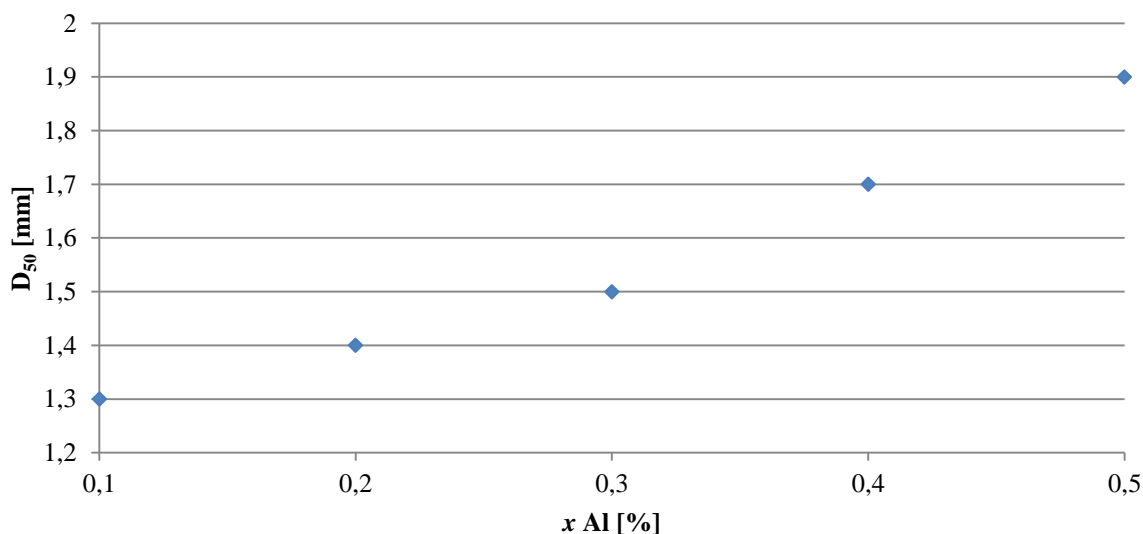
Závislost objemové hmotnosti na hmotnostním podílu pěnícího činidla



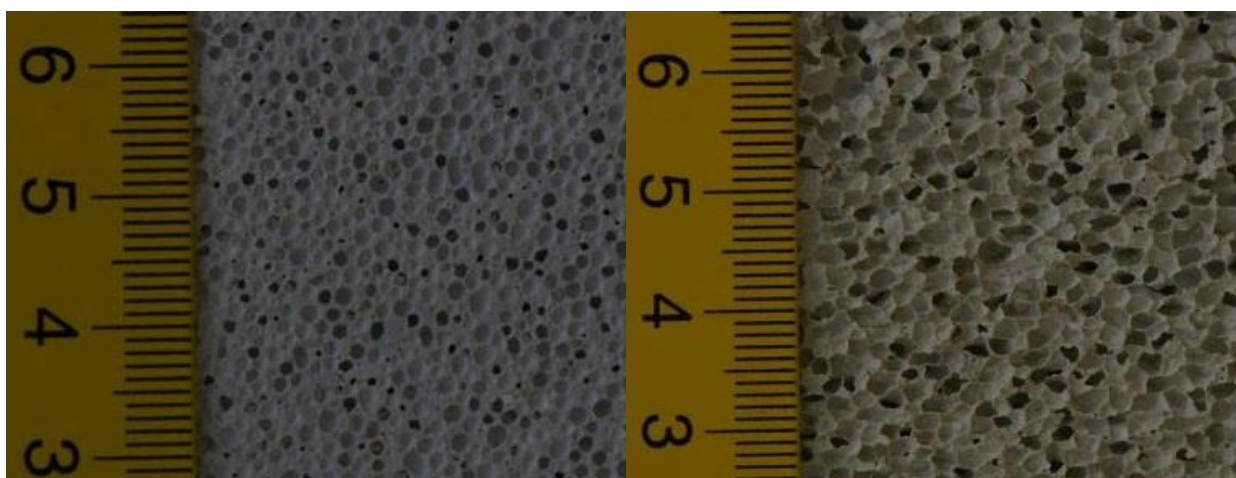
Původní předpoklad potvrzují i výsledky shrnuté v grafu 11, kdy s lineárně rostoucím hmotnostním podílem pěnícího činidla klesá objemová hmotnost mocninnou řadou. Jak je zřejmé, objemová hmotnost výrobku klesla pod hranici 200 kg/m³ při podílu pěnícího činidla větším než 0,3 %. Z pohledu hodnocení objemové hmotnosti byly pro finální recepturu testovány přídavky 0,4 % a 0,45 % pěnícího činidla.

Graf 12

Závislost střední velikosti pórů na množství pěnicího činidla



Výsledky z grafu 12 korespondují s původními předpoklady. S rostoucím množstvím pěnicího činidla roste střední velikost pórů, což se mimo jiné odráží i v objemové hmotnosti vzorků. Obrázek 26 a 27 ukazuje vzájemný rozdíl v porézní struktuře pro vzorky s 0,1% a 0,5% přídatkem pěnicího činidla.



Obrázek 26

Vzorek H1; $x Al = 0,1 \%$; $D_{50} = 1,29 \text{ mm}$

Obrázek 27

Vzorek H5; $x Al = 0,5 \%$; $D_{50} = 1,89 \text{ mm}$

Z pohledu hodnocení objemové hmotnosti byly i přes vyšší hodnoty střední velikosti pórů pro finální recepturu testovány přídatky 0,4 % a 0,45 % pěnicího činidla.

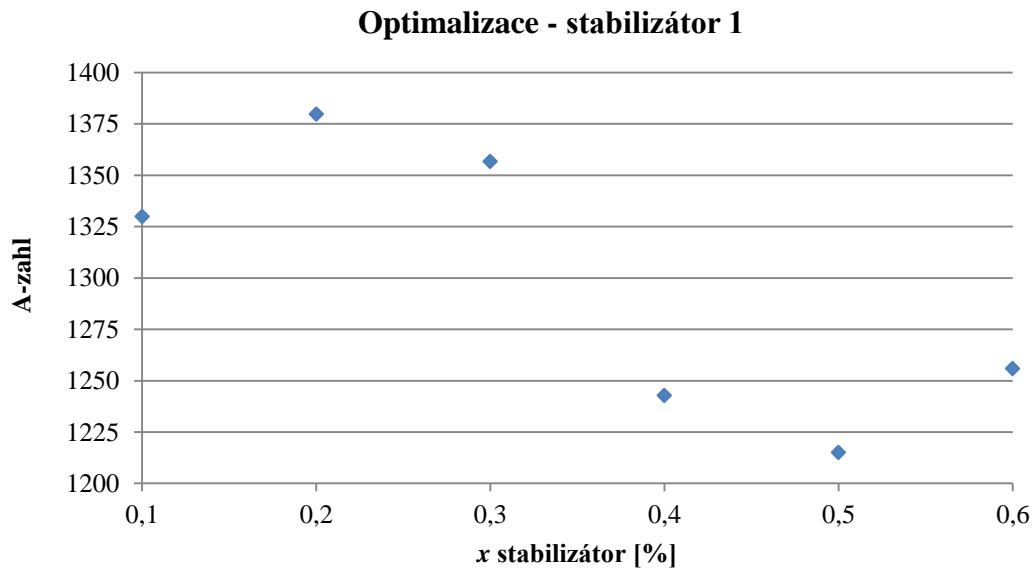
5.3.6 Optimalizace – množství stabilizátoru

Pro získání materiálu na bázi pórobetonu s objemovou hmotností nižší než 200 kg/m^3 je dle dosavadních získaných poznatků nutné použít suroviny o relativně velkém měrném povrchu, což rapidně snižuje stabilitu napěněné směsi. U použitých stabilizačních přísad byl sledován zejména jejich stabilizační efekt na záměs a dále pak maximální přípustné množství, které

negativním způsobem neovlivní konečné mechanické vlastnosti výrobku. Pro finální recepturu byl testován vliv obou typů stabilizátorů.

Graf 13

Závislost hodnoty A-zahl na hmotnostním podílu stabilizátoru 1



Stabilizátor 1 se jeví jako vhodná surovina pro stabilizaci pěn tvořenými pevnými anorganickými částicemi. Z grafu 13 je patrné, že k výraznému snížení mechanických vlastností vzorků dochází při přidavku stabilizátoru ve větším množství než 0,3 %. U vzorku s 0,1% přidavkem došlo k poklesu mechanických vlastností zejména z důvodu nízké stability pěny (plyne z pozorování). Jako ideální množství se tedy jeví přidavek v rozmezí 0,2 – 0,3 %.

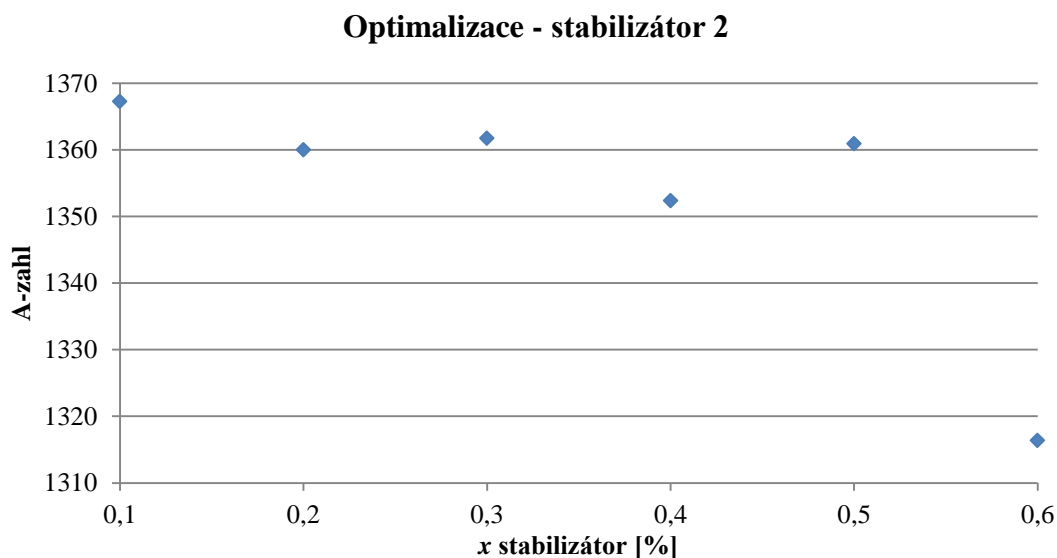


Obrázek 28

Viditelná objemová změna nakynuté záměsi v důsledku nízkého obsahu stabilizátoru

Graf 14

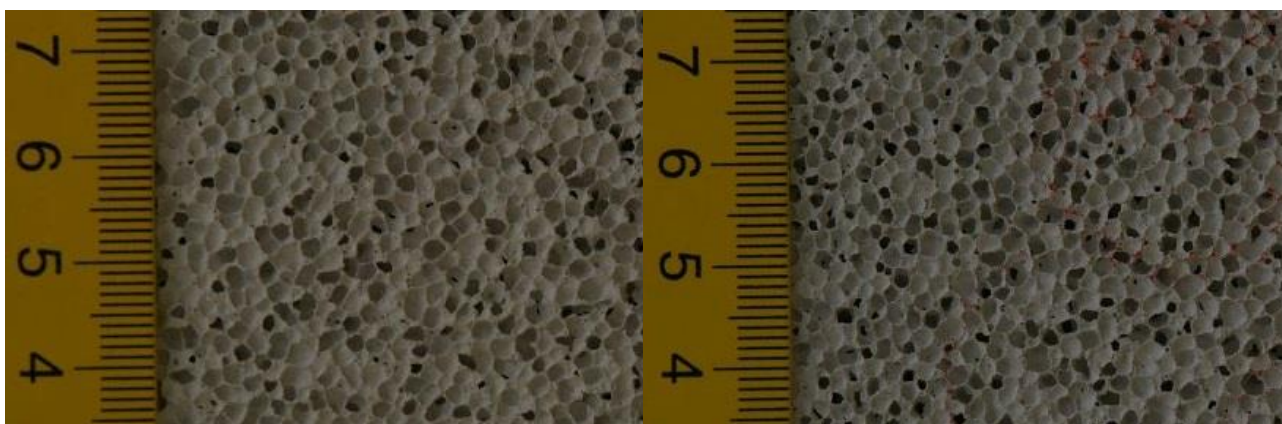
Závislost hodnoty A-zahl na hmotnostním podílu stabilizátoru 2



Z grafu 14 vyplývá, že se mechanické vlastnosti do podílu 0,5 % prakticky téměř nemění. Pro obsah 0,1 % však záměs vykazovala sníženou stabilitu (viz.: Obrázek 28). Pro finální recepturu byl s ohledem na ekonomiku a stabilizační účinek volen přídavek 0,3 %.

Při vzájemném srovnání stabilizačního efektu obou stabilizátorů bylo z pozorování zjištěno, že při vyšších teplotách záměsové vody je stabilizační účín prakticky totožný. Při snižování teploty záměsové vody se však začíná stabilizační účinek stabilizátoru 2 snižovat, a to zejména v důsledku jeho klesající rozpustnosti ve vodě.

Nebylo zjištěno, že by množství stabilizátoru mělo vliv na střední velikosti pórů. Pro obě sady bylo zjištěno, že hodnota střední velikosti pórů se pohybuje v rozmezí 1,9 – 2 mm. Typické získané struktury jsou ukázány na Obrázku 29 a 30.



Obrázek 29

Vzorek S1 (stabilizátor 1);
 x stabilizátor = 0,1 %; D_{50} = 1,94 mm

Obrázek 30

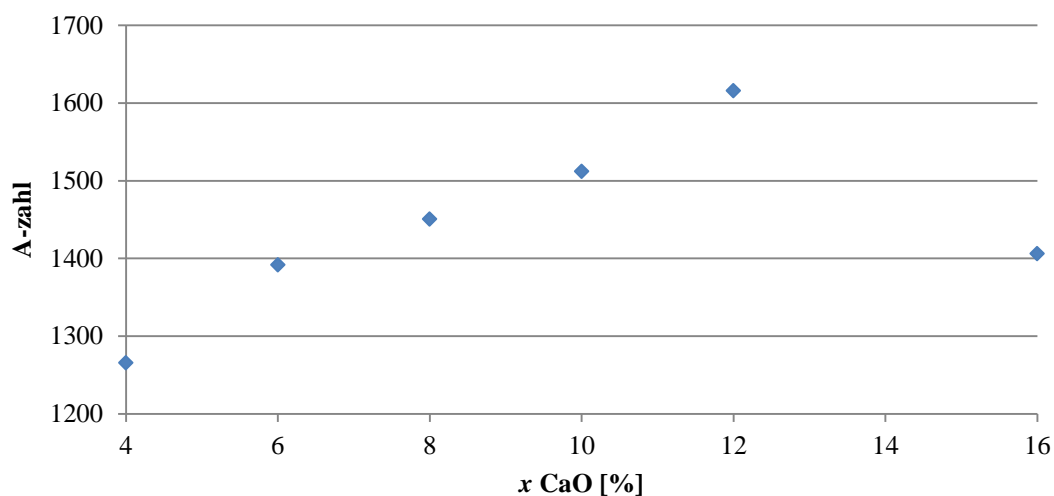
Vzorek S9 (stabilizátor 2); x stabilizátor = 0,3 %;
 D_{50} = 1,92 mm

5.3.7 Optimalizace – množství páleného vápna

Při změně obsahu páleného vápna v receptuře se mění hmotnostní C/S poměr, což nutně souvisí se změnou množství 11Å Tobermoritu a tím pádem i se změnou mechanických vlastností výrobku. Při použití vysokého množství páleného vápna dochází k uvolnění velkého množství hydratačního tepla, což může mít za následek, stejně jako při použití zaměsové vody o vysoké teplotě, „vyvření“ směsi a její následnou destabilizaci a zborcení. Tento efekt má se zvyšujícím se objemem záměsi výraznější projev.

Graf 15

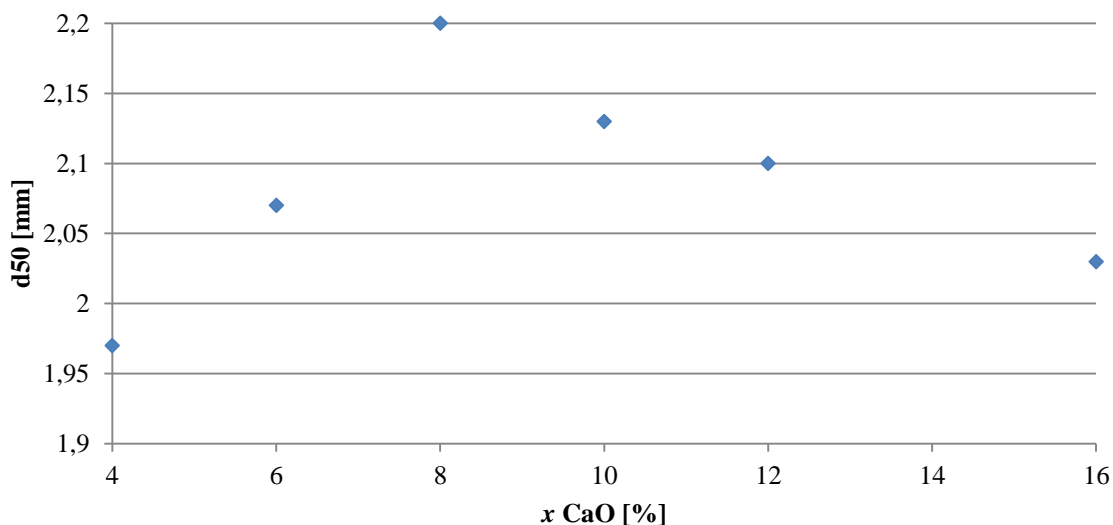
Závislost hodnoty A-zahl na hmotnostním podílu páleného vápna



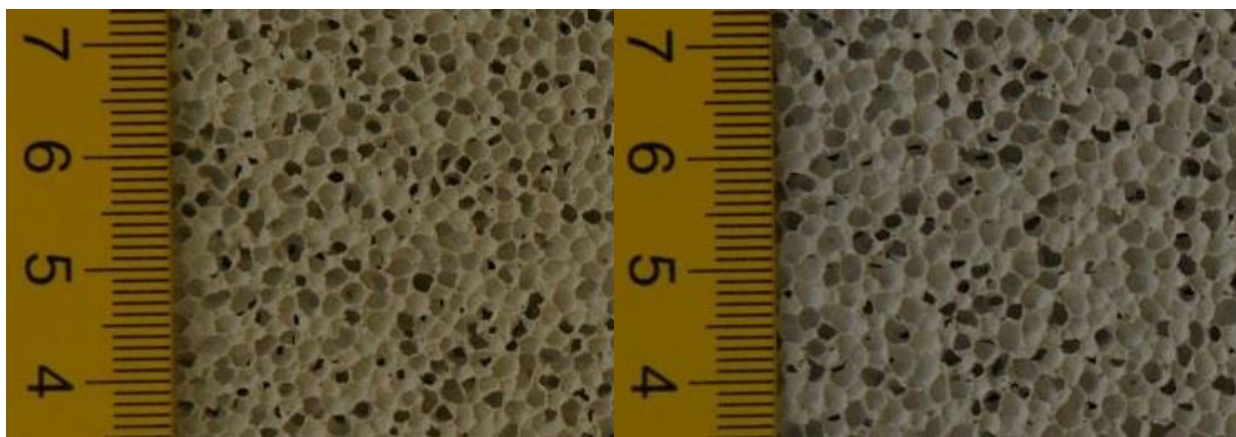
Z grafu 15 je patrné, že hodnota A-zahl relativně lineárně roste se zvyšujícím se obsahem páleného vápna, tj. se zvyšujícím se C/S poměrem. Je však vidět, že při podílu páleného vápna 16 % došlo k výraznému snížení mechanických vlastností. Tento jev je způsoben výše zmíněným „vyvřením“ směsi. Ačkoliv podíl 12 % páleného vápna vykazuje nejvyšší A-zahl, došlo u tohoto vzorku k výraznější destabilizaci nakynuté směsi. Pro přípravu finální receptury byl tedy primárně zvolen obsah páleného vápna 10 %.

Graf 16

Závislost střední velikosti pórů na podílu páleného vápna v záměsi



Jak je vidět z grafu 16, průběh závislosti plně odpovídá průběhu v grafu 7 Závislost střední velikosti pórů na teplotě záměsové vody s tím rozdílem, že zde je rozptyl hodnot podstatně nižší (cca 1,95 – 2,2 mm). Pálené vápno při hydrataci uvolňuje značné množství tepla, čímž ovlivňuje celkovou teplotu záměsi. Charakter trendu v grafu 16 má tedy s největší pravděpodobností stejný důvod jako u sady pro optimalizaci teploty záměsové vody (graf 7). Obrázek 31 a 32 ukazují struktury pro vzorky s obsahem páleného vápna 6 % a 8 %.



Obrázek 31

Vzorek V1; $x \text{ CaO} = 4 \%$; $D_{50} = 1,97 \text{ mm}$

Obrázek 32

Vzorek V3; $x \text{ CaO} = 8 \%$; $D_{50} = 2,2 \text{ mm}$

5.4 Standartizace přípravy zkušebních těles

Při porovnání mechanických vlastností těles o stejném složení v laboratoři a v reálném provozu byly sledovány vzájemné odchylky, na základě nichž bylo možná získat informaci o tom, jakých mechanických vlastností by mohly dosáhnout experimentální, laboratorně připravené vzorky.

Tabulka 15

Výsledné mechanické vlastnosti pro vzorky originální receptury P2 – 350 připravené v reálném provozu a v laboratoři

	P2 – 350 originál	P2 – 350 laboratorní
R_p [MPa]	2,50 – 2,80	2,31
ρ_{obj} [kg/m ³]	325 – 338	337
A-zahl	1480 – 1530	1272
D ₅₀ [mm]	1,07 – 1,19	1,37

Jak je vidět z Tabulky 15, v laboratorních podmínkách bylo dosaženo nižší hodnoty A-zahl, než u originálního výrobku a to zejména v důsledku nízké pevnosti v tlaku. Zároveň bylo zjištěno, že při laboratorní preparaci vzorků dochází k růstu střední velikosti pórů proti reálnému provozu. Z této informace lze usuzovat na zvýšenou tepelnou vodivost laboratorně připravených vzorků oproti reálnému provozu.

Pro oba vzorky bylo stanoveno množství 11Å Tobermoritu x_T metodou TG-DTA. 11Å Tobermorit byl stanoven, jako množství krystalové vody uvolněné v teplotním rozsahu 110 – 250 °C. Výsledky jsou shrnuty v následující tabulce.

Tabulka 16

Množství 11Å Tobermoritu pro vzorky originální receptury P2 – 350 připravené v reálném provozu a v laboratoři

	P2 – 350 originál	P2 – 350 laboratorní
x_T [%]	32,3	31,9

Jak je vidět z výsledků, množství 11Å Tobermoritu je v obou vzorcích téměř totožné. Způsob přípravy záměsi a její kynutí tedy nemá vliv na množství tohoto minerálu, což plně koresponduje s dosavadními předpoklady. Za snížení pevnosti u vzorků připraveného v laboratorních podmínkách je tedy s největší pravděpodobností zodpovědná vyšší střední velikost pórů, díky níž má materiál nižší kompaktnost.

5.5 Sestavení finální receptury

Při vyhodnocování dat pro sestavení finální receptury pro získání výrobku s minimálním součinitelem tepelné vodivosti byl kladen důraz na minimální objemovou hmotnost při minimální pevnosti v tlaku 0,45 MPa a střední velikosti pórů 2 mm. Na základě údajů z kapitoly 5.3 Optimalizace receptury byl sestaven návrh finální receptury, jejíž složení je shrnuto v následující tabulce. Pro dosažení minimální objemové hmotnosti bylo použito pěnící činidlo v množství 0,45 %.

Tabulka 17

Základní návrh finální receptury

s písku [m ² /kg]	M/S poměr [%]	x stabilizátor [%]	x Al [%]	x CaO [%]	t_w [°C]
630	30	0,3	0,4; 0,45	10	70

Každá záměs byla doplněna o 3% nebo 6% přídavek CaSO₄ ve formě sádry (hemihydrát) nebo energosádrovce (dihydrát). Vodní součinitel byl pro všechny finální receptury nastaven

tak, aby konzistence odpovídala času průtoku zjištěnému z údajů v kapitole 5.3.4 Optimalizace – konzistence záměsi.

5.5.1 Mechanické vlastnosti

Vliv množství a formy CaSO_4 na mechanické vlastnosti a střední velikost pórů je shrnut v následující Tabulce 18 a Grafu 17.

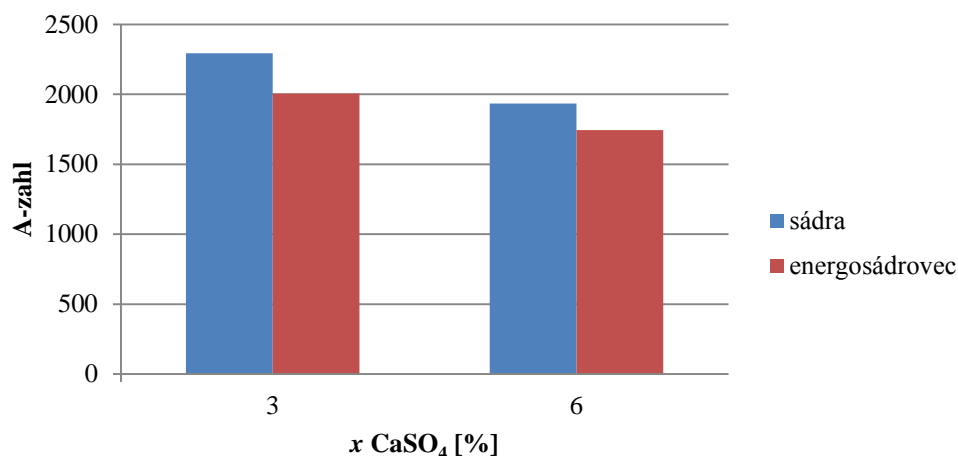
Tabulka 18

Výsledné mechanické vlastnosti finálních záměsí při adici CaSO_4 ve formě sádry nebo energosádrovec; množství pěnicího činidla: 0,45 %

	CaSO ₄ - sádra [%]		CaSO ₄ - energosádrovec [%]	
	3	6	3	6
R_p [MPa]	0,63	0,55	0,56	0,52
ρ_{obj} [kg/m ³]	133	133	132	136
A-zahl	2223	1933	2005	1744
D ₅₀ [mm]	2,01	2,05	1,89	1,91

Graf 17

Výsledné mechanické vlastnosti finálních záměsí při adici CaSO_4 ve formě sádry nebo energosádrovec; množství pěnicího činidla: 0,45 %



Jak je patrné, největší hodnoty A-zahl bylo dosaženo při přidavku 3 % CaSO_4 ve formě stavební sádry. Nejnižší hodnota pak byla zaznamenána při přidavku 6 % CaSO_4 ve formě energosádrovec. Vzhledem k relativně shodným objemovým hmotnostem u všech sledovaných vzorků lze konstatovat, že snížení hodnoty A-zahl je způsobeno snížením pevnosti v tlaku (viz.: Tabulka 16). Důvodem může být částečný stabilizační účinek sádry v synergii s použitým stabilizátorem, což umožnilo vznik kompaktnější makrostruktury. Při použití sádrovec jako zdroje CaSO_4 bylo celkově dosaženo nižší střední velikosti pórů při zachování přibližně stejné objemové hmotnosti a dostatečně vysoké pevnosti v tlaku. Ačkoliv jsou hodnoty A-zahl pro vzorky se sádrkou vyšší, celkově se pro přípravu tepelně-izolačních materiálů jeví jako nejvýhodnější použít 3% přidavek CaSO_4 ve formě energosádrovec.

Na výslednou objemovou hmotnost má, mimo jiné, primární vliv množství uvolněného plynu při kynutí, tj. množství pěnicího činidla. Z kapitoly 5.3.5 Optimalizace – množství

pěnícího činidla vyplynulo, že ideální přírůvek pěnicího činidla pro zachování dobrých mechanických vlastností je 0,4 %. Pro získání nižší objemové hmotnosti byl zároveň testován přírůvek 0,45 % pěnicího činidla. Pro každý přírůvek pěnicího činidla byly připraveny čtyři vzorky, z nichž byla vytvořena dvě zkušební tělesa. Výsledky mechanických zkoušek byly pro jednotlivé vzorky zprůměrovány a byla určena jejich směrodatná odchylka δ .

Tabulka 19

Mechanické vlastnosti vzorků s přírůvkem pěnicího činidla 0,4 %

vzorek	F10	F13	F14	F16	$\bar{\sigma} \pm \delta$
R_p [MPa]	0,68	0,72	0,71	0,79	$0,725 \pm 0,040$
ρ_{obj} [kg/m³]	144	151	150	153	$149,5 \pm 3,4$
A-zahl	2042	1961	1953	2101	2014 ± 61
D₅₀ [mm]	1,69	1,76	1,67	1,71	$1,71 \pm 0,03$

Tabulka 20

Mechanické vlastnosti vzorků s přírůvkem pěnicího činidla 0,45 %

vzorek	F17	F18	F23	F26	$\bar{\sigma} \pm \delta$
R_p [MPa]	0,63	0,58	0,56	0,52	$0,573 \pm 0,040$
ρ_{obj} [kg/m³]	133	134	132	129	$131,8 \pm 1,8$
A-zahl	2223	2032	2005	1962	2055 ± 100
D₅₀ [mm]	2,05	2,11	1,89	2,04	$2,02 \pm 0,08$

Jak je ze získaných dat shrnutých v Tabulkách 19 a 20 vidět, množství pěnicího činidla dle původních předpokladů ovlivňuje hodnotu objemové hmotnosti. Ta je při vyšším přírůvku pěnicího činidla snížena zejména díky zvýšené střední velikosti pórů. Tento efekt má ovšem v konečném důsledku negativní vliv na pevnost v tlaku, nicméně dosažené pevnosti jsou u všech vzorků dostatečně vysoké. Při přírůvku 0,4 % pěnicího činidla se pevnosti v tlaku zvyšují přibližně o 30 % a objemová hmotnost se zvyšuje přibližně o 14 %. Střední velikost pórů je zvýšena přibližně o 18 %, což do jisté míry odpovídá rozdílům v objemových hmotnostech. Hodnota A-zahl je změněna minimálně. Vyšší hodnoty A-zahl byly však zaznamenány při přírůvku pěnicího činidla 0,45 %. Vzhledem k tomu, že pevnosti v tlaku byly u všech vzorků dostatečně vysoké, jeví se tedy pro přípravu tepelně-izolačních materiálů jako výhodnější použití receptury s přírůvkem 0,45 % pěnicího činidla, zejména díky nižší dosažené objemové hmotnosti.

Je velice pravděpodobné, že odchylka hodnoty A-zahl mezi jednotlivými vzorky (zejména pro nižší hodnoty A-zahl), může být způsobena nedostatečným prohřátím částečně zatuhlého bloku před autoklávováním. Následný tepelný šok pak v autoklávu způsobil vznik mikrodefektů, které tak ovlivnily stanovení pevnosti v tlaku. Lze tedy s velkou pravděpodobností předpokládat, že vysoké hodnoty A-zahl, zejména u vzorků F16 a F17, jsou zatíženy jen velmi malou chybou. V praxi je tomuto jevu zamezeno přímým transportem částečně zatuhlých bloků ze zracího pole (teplota 60 °C) na krájecí linku a posléze přes vyhřívaný tunel do autoklávu. Při laboratorní preparaci vzorků nebylo vždy možné docílit úplného prohřátí těles, zejména z důvodu synchronizace s reálnou produkcí výrobků.

5.5.2 XRD analýza – Fázové složení

Pro analýzu rentgenovou difrakcí byly zvoleny, s ohledem na následnou TG-DTA analýzu, vzorky F17, F23, F26, F19 a F20. Zároveň byly testovány i vzorky originální receptury P2 – 350 připravené laboratorně a v reálném provozu. Sledována byla zejména přítomnost 11Å Tobermoritu a Xonotlitu. Dále byla sledována přítomnost doprovodných minerálů, jako kalcit a anhydrit. Bylo zjištěno, že kvalitativní fázové složení je u všech vzorků přibližně stejné. Dále bylo zjištěno, že žádný ze vzorků neobsahuje Xonotlit. Jednotlivé složky a jejich přibližné zastoupení je shrnuto v následující tabulce. Semi-kvantitativní množství bylo rozlišeno dle následující legendy.

(++++) - hlavní fáze, přítomná v množství větším, než 50 %

(+++) - hlavní fáze, přítomná v množství nižším než 50 %

(++) - vedlejší fáze

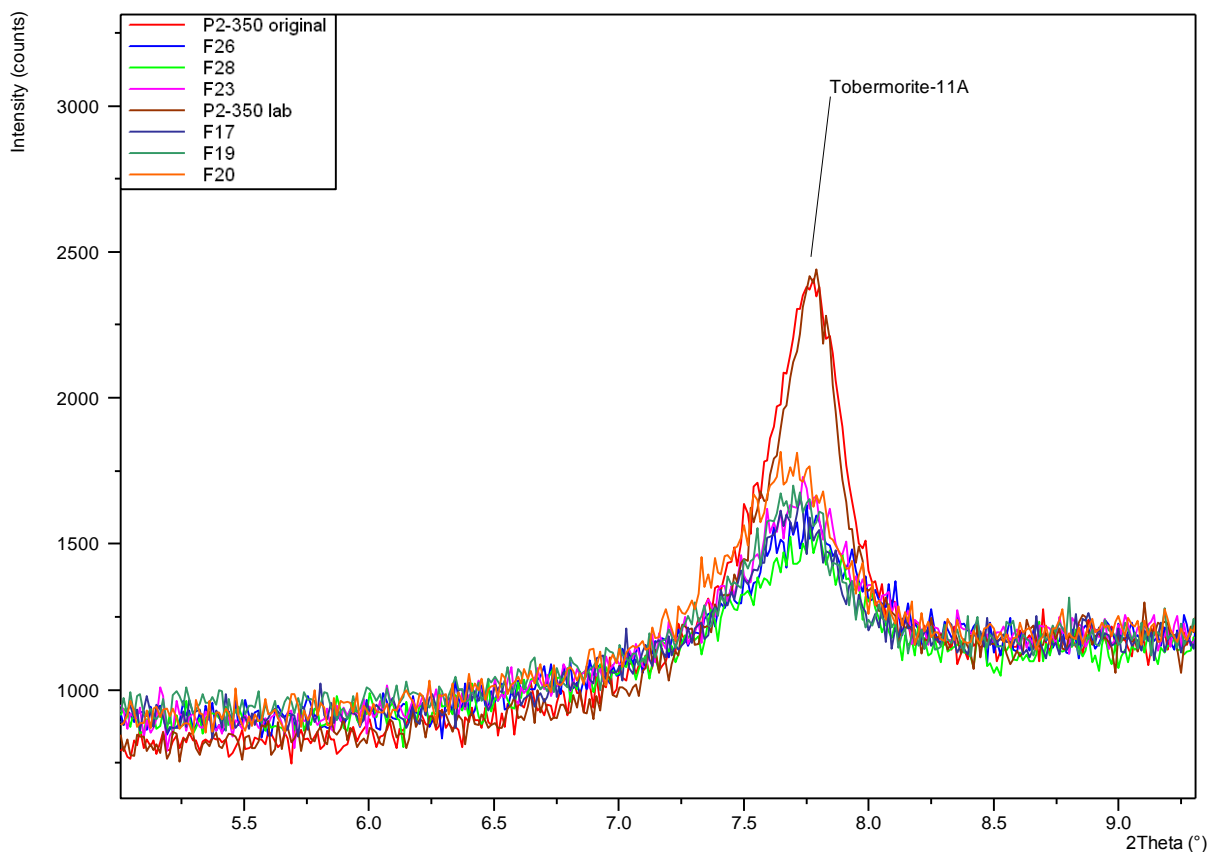
(+) - minoritní fáze

Tabulka 21

Fázové složení vzorků

vzorek	Křemen	11Å Tobermorit	Anhydrit	Katoit	Kalcit	Ortoklas	Albit
F17	++++	++	++	+	++	+	+
F23	++++	++	++	+	+	+	+
F26	++++	++	++	+	+	+	+
F19	++++	++	+	+	+	+	+
F20	++++	++	++	+	++	+	+
P2-350 lab.	+++	+++	+++	+	+	+	+
P2-350 org.	+++	+++	+++	+	+	+	+

Rozdíly jsou patrné u vzorků P2 – 350 lab. a P2 – 350 org., kde je, proti ostatním vzorkům, zvýšené množství 11Å Tobermoritu a anhydritu a naopak nižší množství křemene. Důvodem je odlišná receptura tj. složení výchozí záměsi.



Obrázek 33

Detail na hlavní difrakční pík 11Å Tobermoritu

5.5.3 TG-DTA analýza – Množství 11Å Tobermoritu

Pro stanovení množství 11Å Tobermoritu x_T byly vybrány tři vzorky finální receptury s přidavkem pěnícího činidla 0,45 % (vzorky F17, F23 a F26). Dále byly porovnány vzorky F19 základní receptury s M/S poměrem 30 % a s pískem o měrném povrchu 630 m²/kg a finální receptury F20 lišící se zejména vyšším C/S poměrem. Při přípravě obou vzorků byla použita teplota záměsové vody 40 °C.

Tabulka 22

Mechanické vlastnosti a množství 11Å Tobermoritu (pentahydrát) vybraných vzorků

	F17	F23	F26	F19	F20
R_p [MPa]	0,63	0,56	0,52	0,35	0,49
ρ_{obj} [kg/m ³]	133	132	129	126	126
A-zahl	2223	2005	1962	1378	1915
D ₅₀ [mm]	2,05	1,89	2,04	2,83	2,78
x_T [%]	30,9	30,9	30,4	26,4	28,3

Jak je z výsledků kvantitativního stanovení 11Å Tobermoritu patrné, jeho množství do jisté míry koresponduje s mechanickými vlastnostmi vzorků tj. s hodnotou A-zahl. U vzorků finální receptury bylo prokázáno, že množství tohoto minerálu, zodpovědného zejména za konečnou pevnost, je téměř stejné. Jeho obsah je přibližně 31 %. Určitý pokles byl

zaznamenán u vzorku F26, který ovšem vykazuje i nejnižší hodnotu A-zahl. Při porovnání těchto vzorků se vzorky originální receptury je množství přibližně o 1 % nižší.

V rámci porovnání vzorků F19 a F20 bylo zjištěno, že zvýšení hmotnostního C/S poměru mělo za následek i zvýšení množství 11Å Tobermoritu a tím i vyšší pevnost při stejné objemové hmotnosti. Zvýšené množství tohoto minerálu potvrzuje i XRD analýza.

Při porovnání všech zjištěných hodnot lze konstatovat, že vyšší teplota záměsové vody má příznivý vliv na tvorbu 11Å Tobermoritu, což potvrzují i data z kapitoly 5.3.3 Optimalizace – teplota záměsové vody.

5.6 Poloprovozní zkouška

Po konzultaci s technologem závodu Xella CZ, s.r.o. Hrušovany u Brna byla provedena poloprovozní zkouška finální záměsi za použití modelového míchacího zařízení v měřítku 1:100. Byla použita finální záměs s obsahem pěnícího činidla 0,4 %. Množství záměsi bylo optimalizováno pro konečný objem produktu 70 dm³.



Obrázek 34

Modelové míchací zařízení 1:100

Z provozně-technických důvodů závodu byla použita záměsová voda o teplotě 60 °C. Zrání směsi probíhalo při teplotě 25 °C.



Obrázek 35
Napěněná záměs



Obrázek 36
Odformovaný blok

Výsledné mechanické vlastnosti materiálu z poloprovozní zkoušky jsou shrnuty v následující tabulce.

Tabulka 23

Mechanické vlastnosti finální záměsi připravené v poloprovozních podmínkách

R_p [MPa]	ρ_{obj} [kg/m ³]	A-zahl	D_{50} [mm]
0,76	157,2	1922	1,89

Jak je z tabulky 23 patrné, došlo k odchylkám mechanických vlastností oproti laboratorním výsledkům. Toto snížení hodnoty A-zahl a zvýšení střední velikosti pórů lze pravděpodobně přisuzovat snížené teplotě záměsové vody a nízké teplotě při tuhnutí a zrání záměsi v důsledku pomalejšímu průběhu hydratace portlandského cementu.

6 ZÁVĚR

Cílem diplomové práce bylo připravit materiál na bázi autoklávovaného pórobetonu pro tepelně-izolační účely. Základním parametrem takového materiálu je tedy nízká hodnota součinitele tepelné vodivosti λ a tedy nízká objemová hmotnost. Pro praktickou použitelnost tohoto materiálu byla pozornost také zaměřena na konečnou pevnost v tlaku a její minimální hodnotu 0,45 MPa. Pro přípravu tohoto materiálu byly, dle původního předpokladu, použity suroviny o vysokém měrném povrchu tj. jemně mletý písek a mikrosilika (RW Füller Q1). Důraz byl kladen na možnost použitelnosti současné technologie při potenciální následné hromadné výrobě tohoto materiálu. U připravených vzorků byla sledována pevnost v tlaku, objemová hmotnost, střední velikost pórů, fázové složení a množství 11Å Tobermoritu metodou XRD a TG-DTA. Pro srovnání mechanických vlastností laboratorně připravených vzorků s reálnou výrobou byl připraven vzorek podle originální receptury P2 – 350.

Základním úkolem bylo nalezení mechanismu pro stabilizaci vzniklé pěny o vysoké porozitě, která v důsledku přítomnosti malých hydrofilních částic vykazovala značnou nestabilitu. Na základě teorie popsané v kapitole 4.3 byl použit stabilizační systém na bázi α substituovaných dikarboxylových kyselin a jejich esterů.

Na základě dat získaných z optimalizace receptury bylo prokázáno, že výsledná objemová hmotnost materiálu a tedy kinetika pěnění značně závisí na měrném povrchu použitých surovin. Na základě empiricky sestavené rovnice, dávající do souvislosti objemovou hmotnost výrobku a měrný povrch použitého písku, byl pro přípravu materiálu s objemovou hmotností 120 kg/m³ použit písek pomletý na měrný povrch 630 m²/kg. Tato hodnota je platná pro záměs s 30% obsahem mikrosiliky proti písku. Při tomto poměru byly u vzorků pozorovány nejvhodnější mechanické vlastnosti. Na základě těchto dvou parametrů a zbylých parametrů získaných z dat v rámci optimalizace receptury byly sestaveny záměsi s množstvím pěnícího činidla 0,4 a 0,45 %. Pomocí těchto finálních záměsů byly připraveny vzorky o průměrné objemové hmotnosti 149,5 kg/m³ a 131,8 kg/m³, střední velikosti pórů 1,71 mm a 2,02 mm a průměrné pevnosti v tlaku 0,72 MPa a 0,57 MPa, což je dostatečně vysoká hodnota. Tato hodnota je zatížena chybou ve smyslu jejího snížení vlivem přítomnosti defektů vzniklých popraskáním bloků při autoklávování v důsledku nedostatečného prohrátí. V reálných podmínkách lze tedy očekávat vyšší hodnoty, což bylo potvrzeno v rámci standardizace přípravy vzorků. Bylo zjištěno, že v reálných podmínkách je dosaženo vyšší pevnosti v tlaku přibližně o 8 – 20 %, zejména v důsledku absence defektů. Nejvyšší hodnoty A-zahl dosahovaly vzorky připravené ze záměsi s obsahem pěnícího činidla 0,45 %. Tato hodnota v průměru činí 2055 ± 100, nejvyšší dosažená pak 2223 při objemové hmotnosti 133 kg/m³. Lze očekávat, že hodnota součinitele tepelné vodivosti λ tohoto materiálu se bude pohybovat okolo 0,05 W/m·K. XRD analýza prokázala absenci Xonotlitu a jiných minerálů, které mají v důsledku své struktury negativní vliv na pevnost autoklávovaného pórobetonu. Pomocí TG-DTA analýzy bylo zjištěno, že množství 11Å Tobermoritu koresponduje s výslednými mechanickými vlastnostmi. Nejvyšší množství bylo zjištěno u vzorku s nejvyšší hodnotou A-zahl (F17), nejnižší pak u vzorku s nejnižší hodnotou A-zahl (F19). Obsah tohoto minerálu se u finální receptury pohyboval okolo 30 %.

Po konzultaci s technologem závodu Xella CZ, s.r.o. Hrušovany u Brna byla provedena poloprovozní zkouška přípravy tohoto materiálů v reálných výrobních podmínkách v měřítku 1:100. Pro tuto zkoušku byla zvolena finální záměs s obsahem pěnícího činidla 0,4 %.

Z provozně-technických důvodů byla použita záměsová voda o teplotě 60 °C a zrání směsi probíhalo při teplotě 25 °C. Tyto dva parametry se odrazily v konečných mechanických vlastnostech produktu a to zejména v objemové hmotnosti, která byla mírně zvýšená oproti laboratorně připraveným vzorkům. Dále bylo detekováno mírné zvýšení střední velikosti pórů a to na hodnotu 1,89 mm, což je o přibližně 10 % více než u laboratorně připravených vzorků. Celková hodnota A-zahl činí 1922. Tato hodnota je, zejména v důsledku vyšší objemové hmotnosti, přibližně o 1,5 – 7,5 % nižší, než u laboratorně připravených vzorků.

7 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] VÝBORNÝ, Jaroslav, et al. *Nauka o materiálech: Pórobeton*. Praha: ČVUT, 1999. 123 s. ISBN 80-01-02063.
- [2] *IMateriály* [online]. 2009-09-07 [cit. 2011-11-03]. Pórobeton - moderna, nebo tradice. Dostupné z WWW: <<http://www.imaterialy.cz/Materialy/Porobeton-moderna-nebo-tradice.html>>.
- [3] SVOBODA, Luboš, et al. *Stavební hmoty*. 1. české vydání. Bratislava: Jaga group s. r. o., 2004. 471 s.
- [4] DAŇKOVÁ, Dana a Jiří HEJHÁLEK. Tepelné izolace – přehled, materiály, druhy, způsoby použití. *Stavebnictví a interiér* [online]. 2009 [cit. 2014-05-12]. Dostupné z: <http://www.stavebnictvi3000.cz/clanky/tepelne-izolace-prehled-materialy-druhy-zpusoby-po/>
- [5] NEUWIRTHOVÁ, Petra. *Energetická optimalizace obalových konstrukcí*. 1. vyd. Praha: Česká energetická agentura, 1998.
- [6] ŠKVÁRA, František. *Technologie anorganických pojiv I*. Praha: VŠCHT, 1995. 150 s. ISBN 80-7080-224-3.
- [7] ŠAUMAN, Zdeněk a Oldřich HOFFMANN. *Závěrečná zpráva: Studium pojivových systémů autoklávovaných stavebních hmot*. Brno, 1981.
- [8] EUN OH, Jae. *High Pressure Synchrotron X-ray Diffraction Study of Calcium Silicate Hydrates and Alkali-activated Inorganic Binders*. Berkeley, 2009. 153 s. Dizertační práce. University of California, Engineering-Civil and Environmental Engineering.
- [9] STRAKA, Radek. *Studium použitelnosti písků pro přípravu porobetonu v hydrotermálních podmínkách*. Brno, 2010. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická. Vedoucí práce Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.
- [10] HLAVÁČ, Jan. *Základy technologie silikátů*. 2. upravené vydání. Praha: SNTL, 1988. 516 s.
- [11] YTONG AND SILKA. Produktový katalog. 2011, 47 s.
- [12] YTONG AND SILKA. Doporučené ceny Ytong 2011. 2011, 23 s.
- [13] BALSEVIC, *Laborbericht 1330: Bildung und reaction Sulfohaltiger Phasen.: Materiály Xella*, 39 s. Schrobenuhausen 1996.
- [14] Rentgenová difrakční analýza na práškových vzorcích. In: MÁŠILKO, Jiří. *Chempoint* [online]. 24. 3. 2011 [cit. 2012-04-18]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/rentgenova-difrakcni-analyza-na-praskovych-vzorcich>
- [15] VALVODA, Václav, Milena POLCAROVÁ a Pavel LUKÁČ. *Základy strukturní analýzy*. 1. vydání. Praha: Karolinum, 1992. ISBN 80-200-0280-4.
- [16] KLOUDA, Pavel. *Moderní analytické metody*. 2. upravené a doplněné vydání. Praha: Pavel Klouda, 2003. ISBN 80-86369-07-2.
- [17] NOSKOVÁ, Magdaléna. Využití simultánní TG - DTA analýzy v silikátové technologii. In: *Chempoint: silipoint* [online]. 21. 6. 2011 [cit. 2012-04-20]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/vyuziti-simultanni-tg-dta-v-silikatove-technologie>
- [18] ČSN EN 679. *Stanovení pevnosti v tlaku autoklávovaného pórobetonu*. Praha: Český normalizační institut, 2006.

- [19] NOSKOVÁ, Magdalena. *Aktivace silikátů pro zachytávání emisí oxidu uhličitého*. Brno, 2009. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická. Vedoucí práce Ing. Petr Ptáček, Ph.D.
- [20] BROTHÁNKOVÁ, A. *Technologie pórobetonu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2012. 41 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Tomáš Opravil, Ph.D..
- [21] KOUTNÝ, O. *Technologie pórobetonu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2012. 45 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Tomáš Opravil, Ph.D..
- [22] VIVALDINI, D.O., A.P. LUZ, V.R. SALVINI a V.C. PANDOLFELLI. Why foams containing colloidal hydrophilic particles are unstable?. *Ceramics International*. 2013, č. 39, 6005 - 6008.
- [23] PECHOUŠEK, Jiří. Měření plochy pevných látek a určování jejich porozity metodou sorpce plynu. [online]. 2010 [cit. 2014-04-02]. Dostupné z: <http://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/ostatni/BET.pdf>
- [24] PTÁČEK, Petr, Tomáš OPRAVIL, František ŠOUKAL a Jaromír HAVLICA. *Praktikum z preparativních a testovacích metod I*. 1. vyd. Brno: Vysoké učení technické v Brně, fakulta chemická, 2012. ISBN 978-80-214-4392-1.
- [25] ČERNOHORSKÝ, Tomáš a Pavel JANDERA. *Atomová spektrometrie*. Pardubice: Univerzita Pardubice, fakulta chemicko-technologická, 1997.
- [26] ALFA AESAR, A Johnson Mattrey Company. *Research Chemicals, Metals and Materials*. místo vydání: nakladatelství, 2013. ISBN identifikátor.
- [27] SHAW, S, C.M.B HENDERSON a B.U. KOMANSCHKEK. Dehydration/recrystallization mechanisms, energetics, and kinetics of hydrated calcium silicate minerals: an in situ TGA/DSC and synchrotron radiation SAXS/WAXS study. *Chemical Geology* [online]. 2000. 167, 1-2, s. 141-159 [cit. 2013-04-20]. ISSN 00092541.
- [28] ŠAUMAN, Zdeněk. *Maltoviny I*. první. Brno: Nakladatelství Brno, 1993. ISBN 80-214-0509-0.
- [29] NEVILLE, A. M. *Properties of Concrete*. third. UK: Longman Scientific and Technical, 1990. ISBN 0-582-40626-9.
- [30] HEWLETT, Peter C. *Lea's chemistry of cement and concrete*. fourth. Elsevier Science & Technology Books, 2004. ISBN 0750662565.
- [31] BERNSTEIN, S. a K. T. FEHR. The formation of 1.13 nm tobermorite under hydrothermal conditions: 1. The influence of quartz grain size within the system CaO-SiO₂-D₂O. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*. 2012, č. 58, 84 - 91.
- [32] HOROZOV, Tommy S. Foams and foam films stabilised by solid particles. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*. 2008, č. 13, 134 - 140.
- [33] JULLERAT, Frantiska K., Urs T. GONZENBACH a Ludwig J. GAUCKLER. Tailoring the hierarchical pore structures in self-setting particle-stabilized foams made from calcium aluminate cement. *Materials Letters*. 2012, č. 70.

- [34] KRUGLYAKOV, Pyotr M., Svetlana I. ELANEVA a Natalya G. VILKOVA.
About mechanism of foam stabilization by solid particles. *Advances in Colloid
and Interface Science*. 2011, č. 165, 108 - 116.

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1: Materiálový list k mikrosilice RW Füller Q1

Příloha 2: Distribuční křivky velikostí částic

- písek 1
- písek 2
- písek 3
- písek 4
- písek 5
- mikrosilika
- cement
- vápno
- směs I
- směs II

Příloha 3: Difraktogramy z XRD analýzy

- vzorek F17
- vzorek F19
- vzorek F20
- vzorek F23
- vzorek F26
- vzorek P2 – 350 original
- vzorek P2 – 350 laboratorní

Příloha 4: TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu

- vzorek F17
- vzorek F19
- vzorek F20
- vzorek F23
- vzorek F26
- vzorek P2 – 350 original
- vzorek P2 – 350 laboratorní

Příloha 1

Materiálový list mikrosiliky RW-Füller Q1, strana 1 z 2

Produktspezifikation
Technical data sheet
Fiche produit



RW silicium GmbH

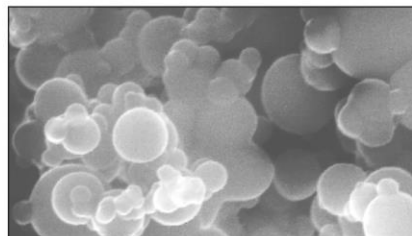
Rottwerk Pocking

SiO₂ "RW-Füller Q1"

Mikrosilica (weiß)

Silica fume (white)

Acide silicique (blanc)



x 30 000 | 0,3 μm |

Ein trockener Feinstaub (amorphe Kieselsäure), der bei der metallurgischen Erzeugung von Silicium im Lichtbogenofen entsteht.

A dry powder (amorphous silica), obtained by the metallurgical process of silicon in an electrical arc furnace.

Une poudre blanche (amorph acide silicique), obtenue par procédé métallurgique de métal de silicium dans un four à arc.

Haupteinsatzgebiete:

- Mörtel und Massen
- Wärmedämmbaustoffe
- keramische und feuerfeste Erzeugnisse

Main application:

- mortar and castables
- insulating materials
- ceramic and refractory products

Applications principales:

- mortier et masses
- matériaux isolants
- produits réfractaires et céramiques

		<u>typisch / typical / typique</u>	
Chemische Durchschnittsanalyse: (wasserfreie Substanz)	SiO ₂ (diff.)	97,0 %	
	SiC	0,5 %	max. 1,1 %
	MgO	0,3 %	max. 0,4 %
Average analysis: (dry material)	Al ₂ O ₃	0,15 %	max. 0,3 %
	CaO	0,2 %	max. 0,3 %
	Na ₂ O	0,05 %	max. 0,1 %
Analyse chimique typique: (sans eau)	K ₂ O	0,8 %	max. 1,0 %
	Fe ₂ O ₃	0,03 %	max. 0,1 %
	Glühverlust loss on ignition (< 1023 K) perte au feu	0,8 %	max. 1,0 %
<hr/>			
	Trockenverlust moisture (< 383 K) humidité	0,05 %	max. 0,3 %
	C _{frei}	0,4 %	max. 1,0 %
	C _{free}		
	C _{libre}		

Příloha 1

Materiálový list mikrosiliky RW-Füller Q1, strana 2 z 2

RW-Füller
Q1

Helligkeitsfaktor L*: Brightness-Factor L*: Clarté métrique L*:		72 - 82
pH:		7,5 ± 0,5
Stampfdichte: Rammed density: Densité après damage:	(Papiersäcke) (paper bags) (sac de papier)	ca. 330 - 360 kg/m³
Röntgenbeugungsanalyse: X-ray diffraction: Analyse à rayons X:	amorph amorphous amorph	
Spezifische Oberfläche (BET): Specific surface (BET): Surface spécifique (BET):		16 - 20 m²/g
Körnung: Screen analysis: Granulométrie:	- <u>Primärpartikel</u> - primary particles - grain primaire	ca. 0,1 - 0,3 µm
	- <u>Sekundärpartikel</u> (Agglomerate) - secondary particles (agglomerates) - grain secondaire (agglomérat)	> 1 µm 30 % > 10 µm 5 %
Grobkornanteile: Coarse fraction: Fraction de particules:		> 45 µm ca. 1,5 %

Verpackung: - 20 kg (± 0,5) Papiersäcke, palettiert und verschrumpft
- in Big Bags, palettiert und verschrumpft

Packing: - in 20 kg (± 0,5) paper bags on pallets and shrinked
- in big bags on pallets and shrinked

Emballage: - en 20 kg (± 0,5) sacs de papier sur palettes avec
housse plastique
- en big bags sur palettes avec housse plastique

Lieferwerk: Delivery plant: Lieu de livraison:	RW silicium GmbH Postfach / Post box / boîte postale 1147 D-94052 Pocking Wöhlerstraße 30 D-94060 Pocking Telefon: (0 85 31) 702-0 Telefax: (0 85 31) 702-99 e-mail: info@silicium.de
---	--

Alle Daten sind Richtwerte, die auf RW silicium-Testmethoden basieren und einer produktionsbedingten Toleranz unterliegen. Wir geben gerne Auskunft über Analysemethoden, Toleranzbreiten und vereinbaren fallweise besondere Grenzwerte.

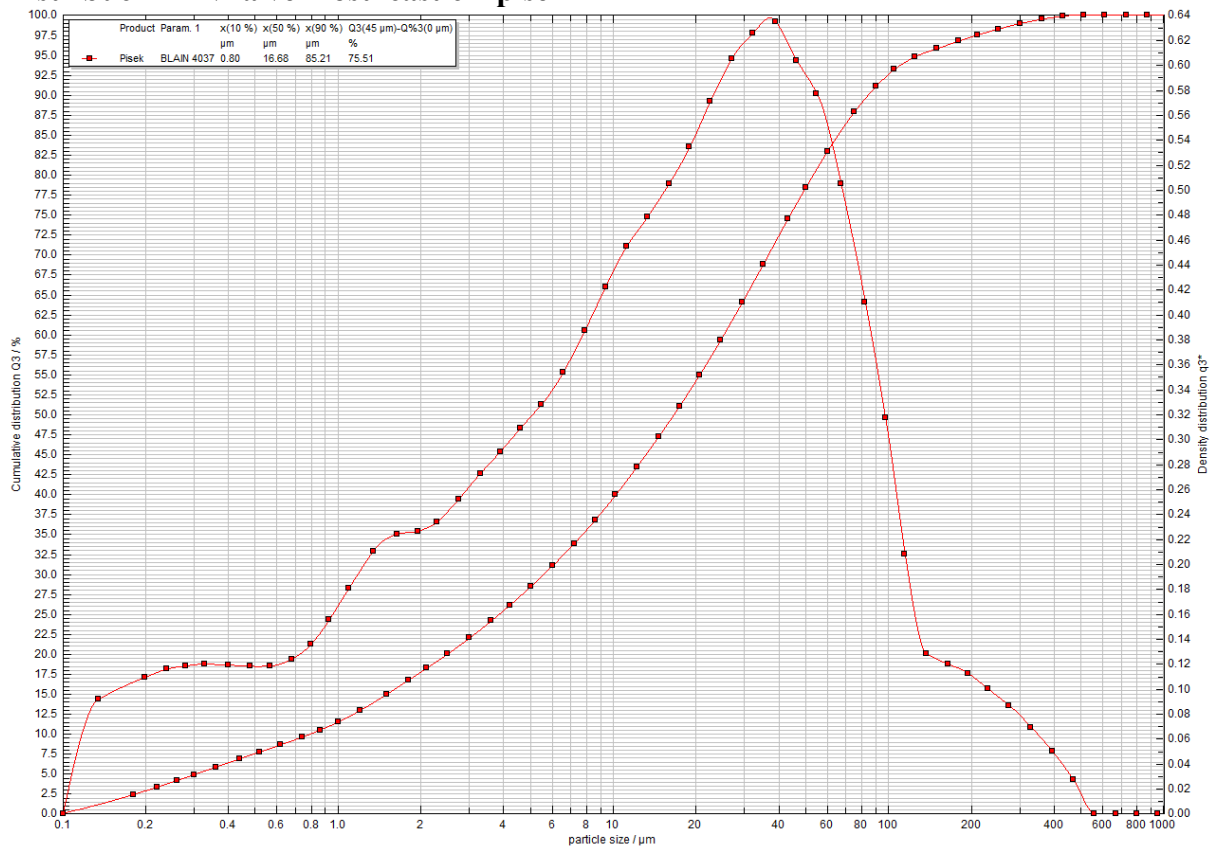
All datas refer to analysis according to RW silicium-standards and can be subject to variations due to technical processes. On request we are ready to inform you about test methods, tolerances and to agree upon special tolerance ranges.

Toutes les valeurs sont donnée à titre indicativ. Elles sont obtenues par les methodes d'analyse de RW silicium et sont soumises aux tolérances de variation de production. Nous vous renseignons volontiers sur les marges de ces tolérances et dans le cas échéant nous fixerons des limites particulières.

Pocking 1002

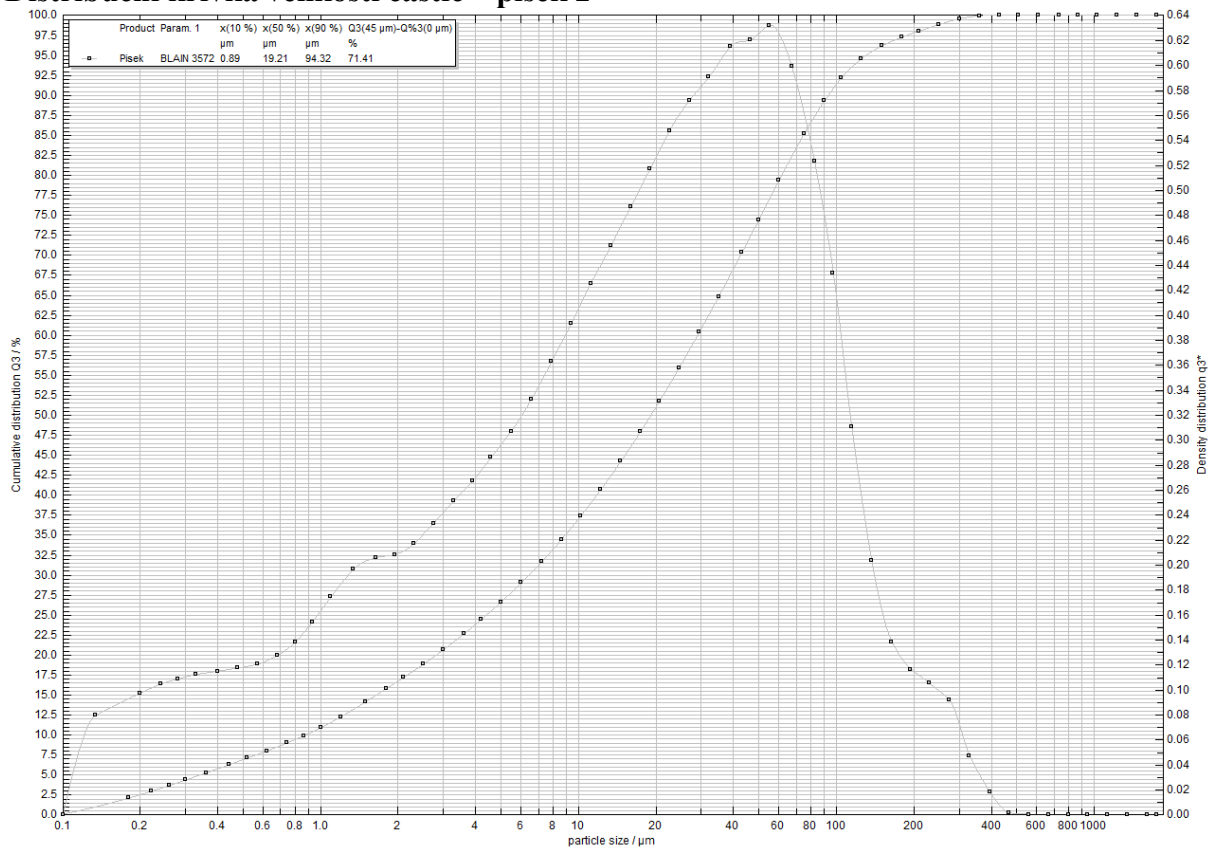
Příloha 2

Distribuční křivka velikosti částic – písek 1

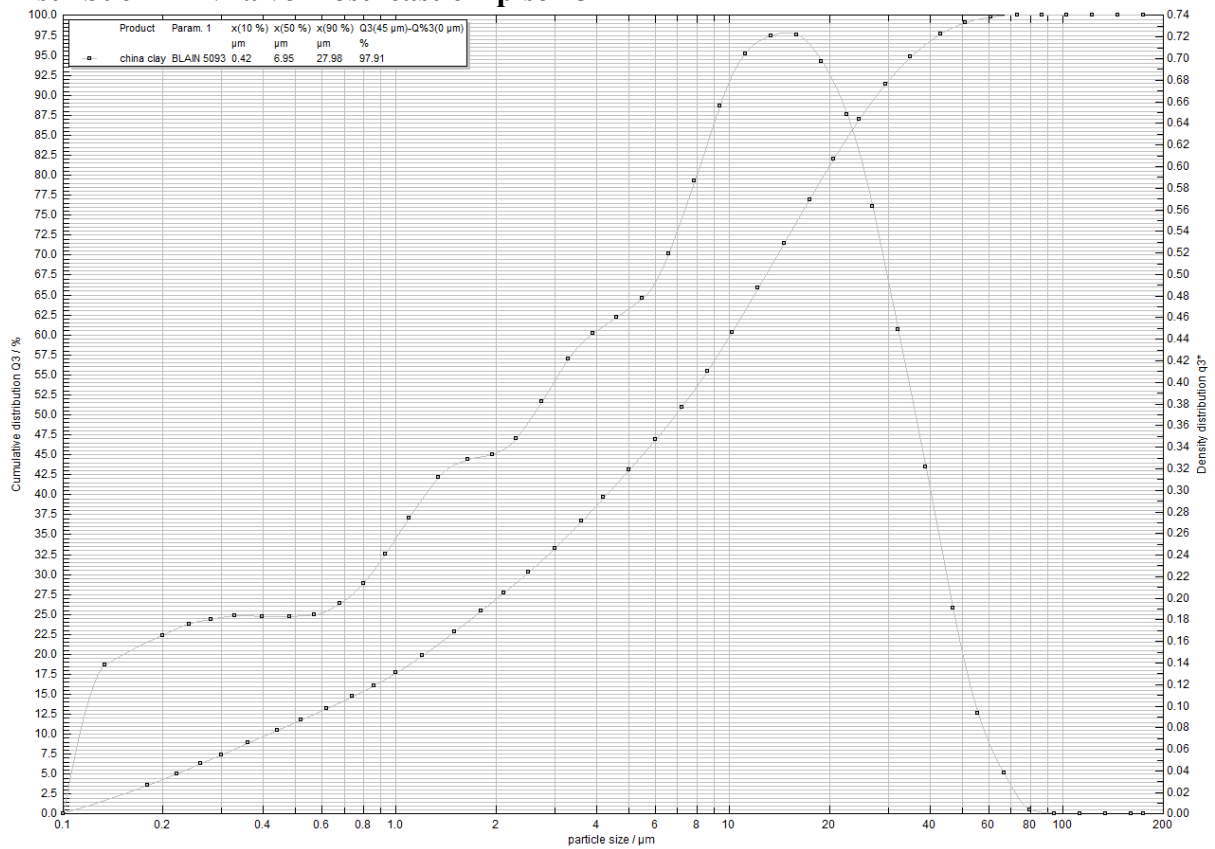


Příloha 2

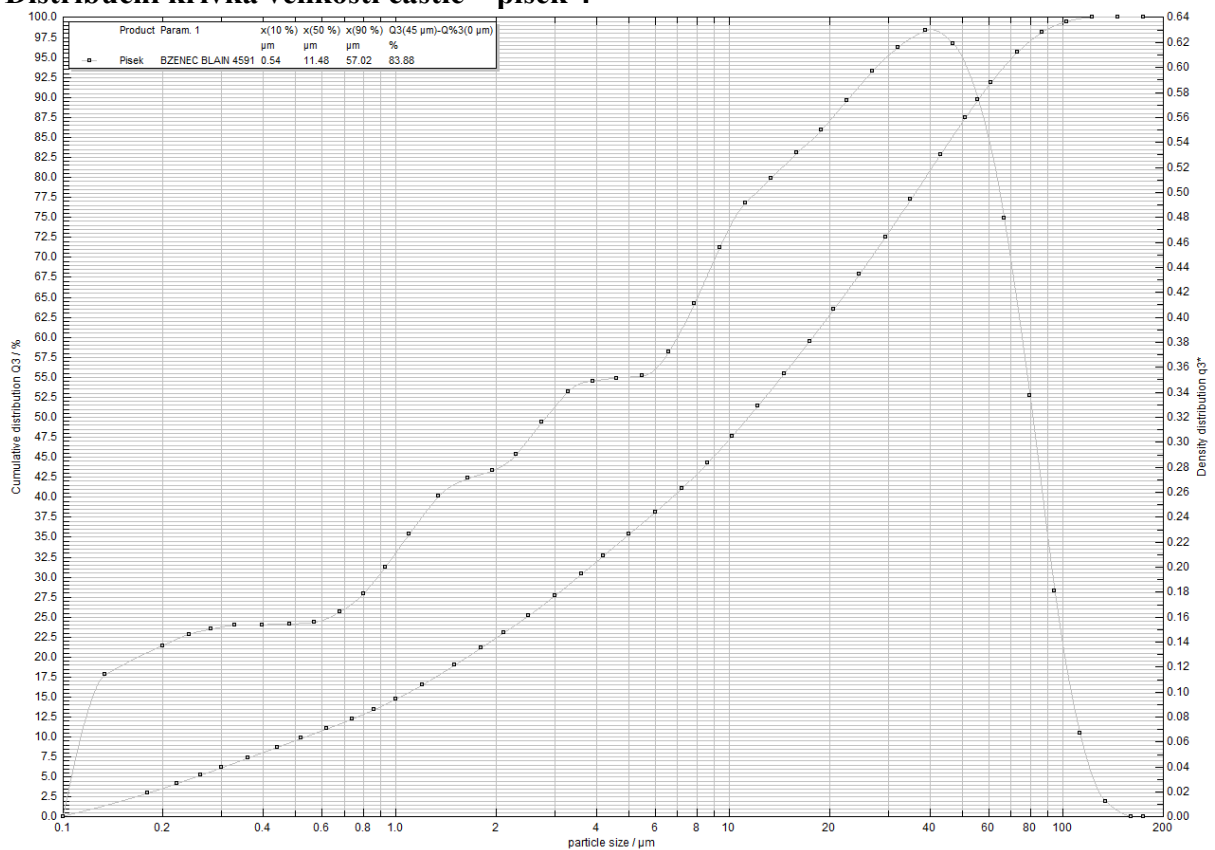
Distribuční křivka velikosti částic – písek 2



Příloha 2 Distribuční křivka velikosti částic – písek 3

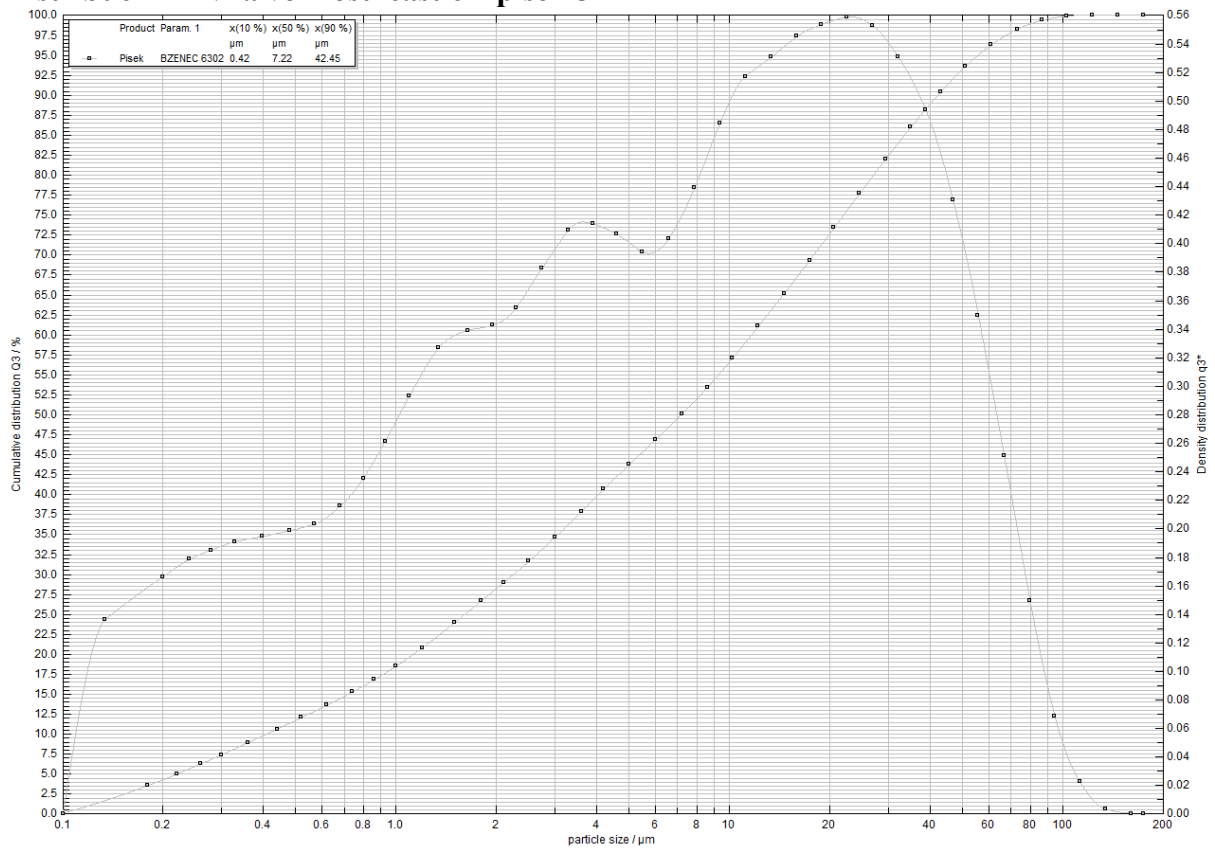


Příloha 2 Distribuční křivka velikosti částic – písek 4



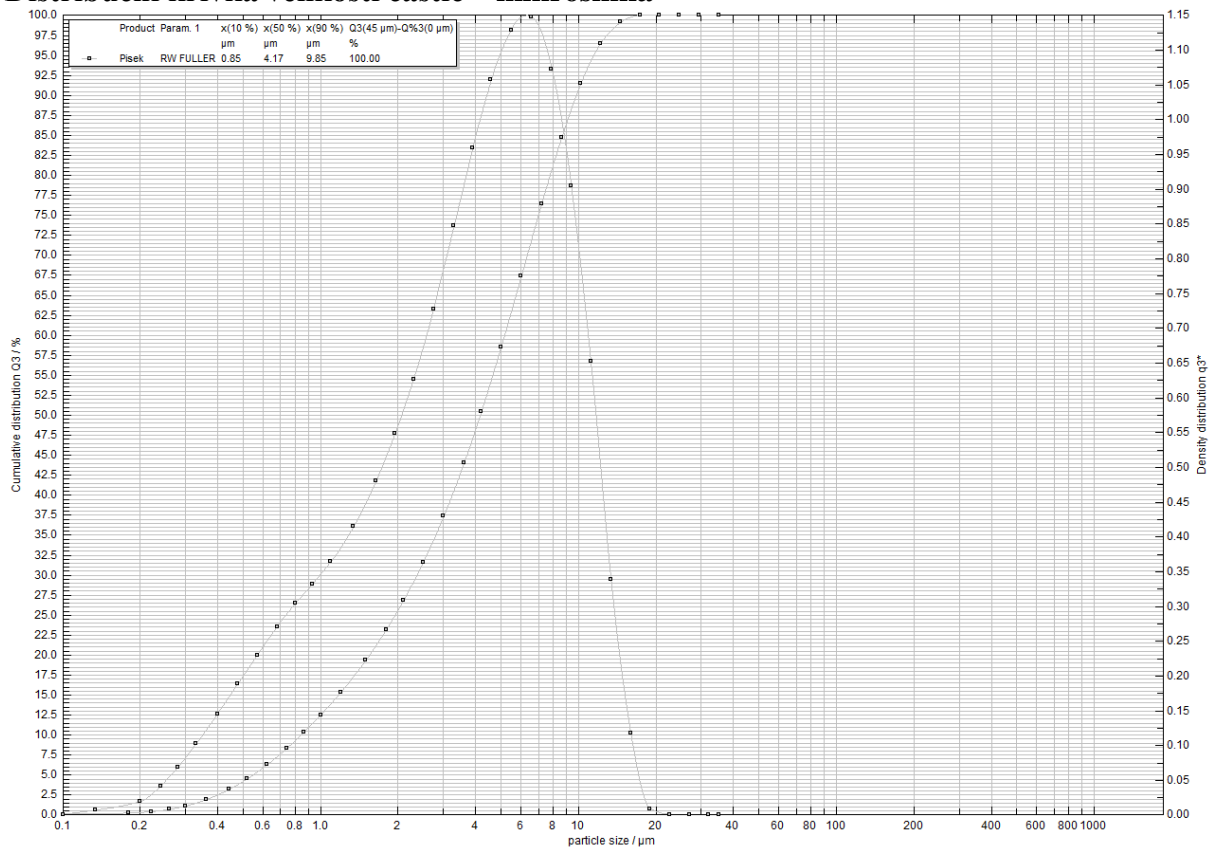
Příloha 2

Distribuční křivka velikosti částic – písek 5



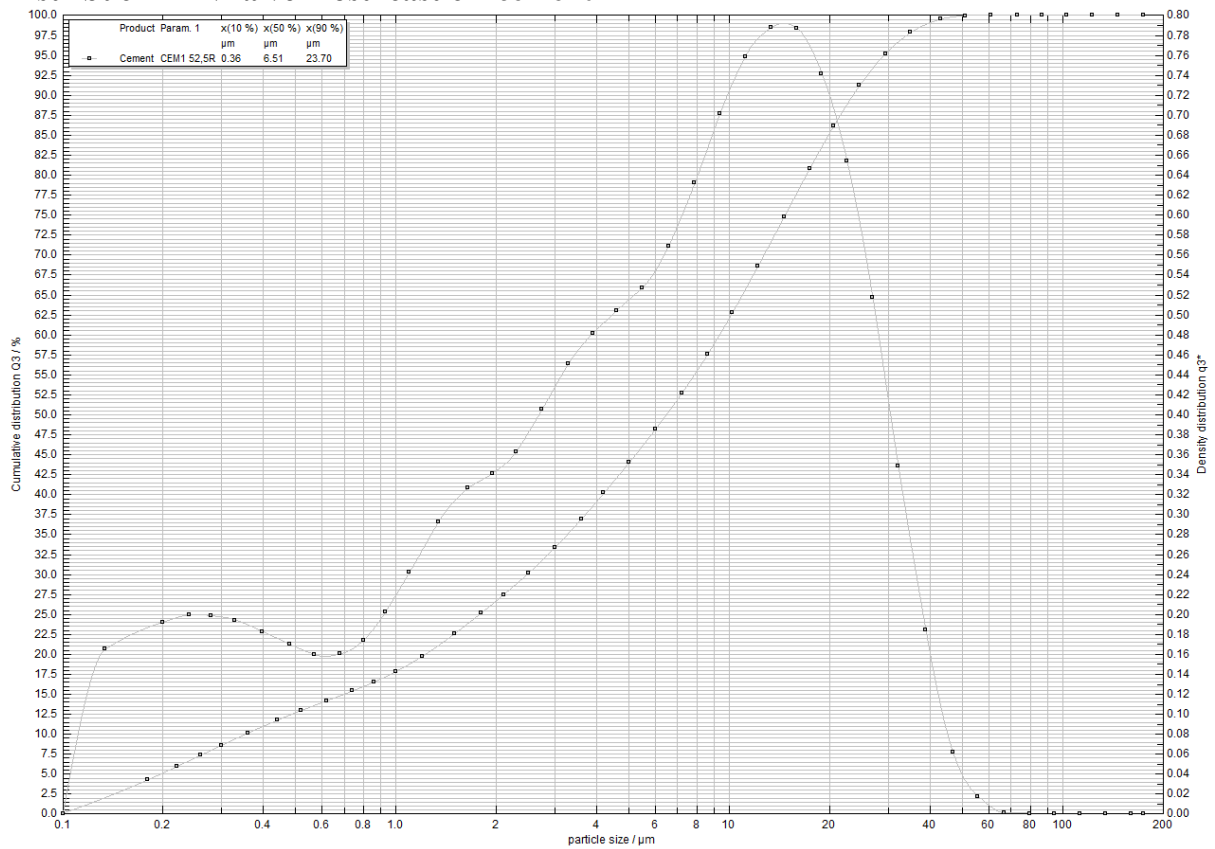
Příloha 2

Distribuční křivka velikosti částic – mikrosilika



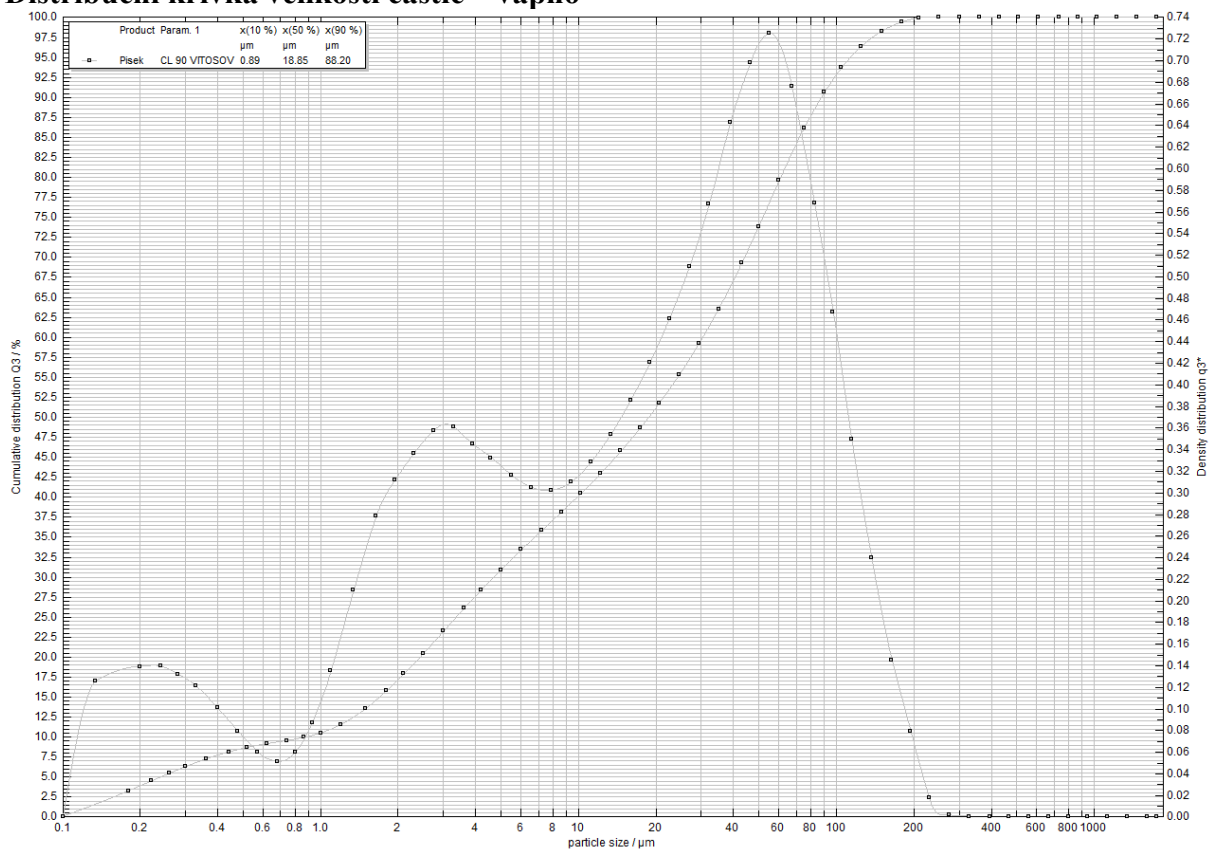
Příloha 2

Distribuční křivka velikosti částic – cement



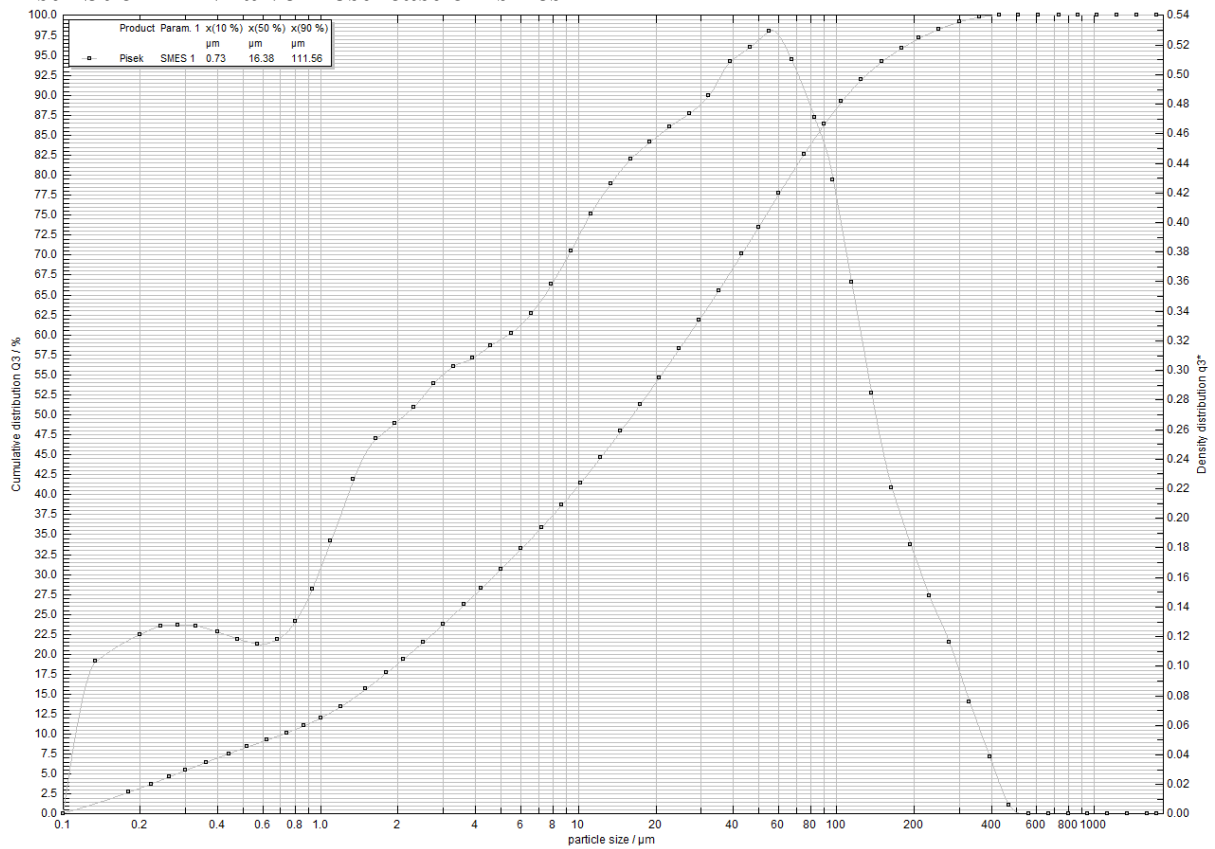
Příloha 2

Distribuční křivka velikosti částic – vápno



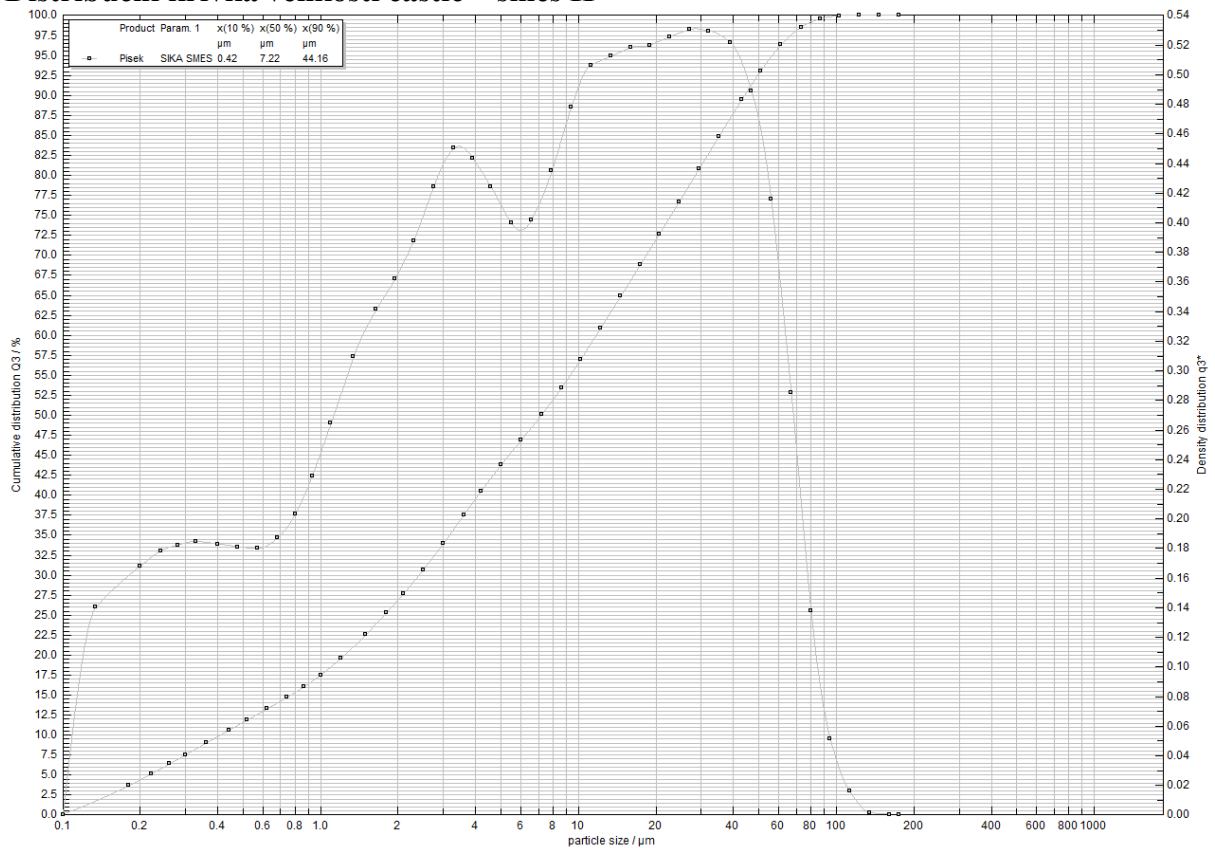
Příloha 2

Distribuční křivka velikosti částic – směs I



Příloha 2

Distribuční křivka velikosti částic – směs II

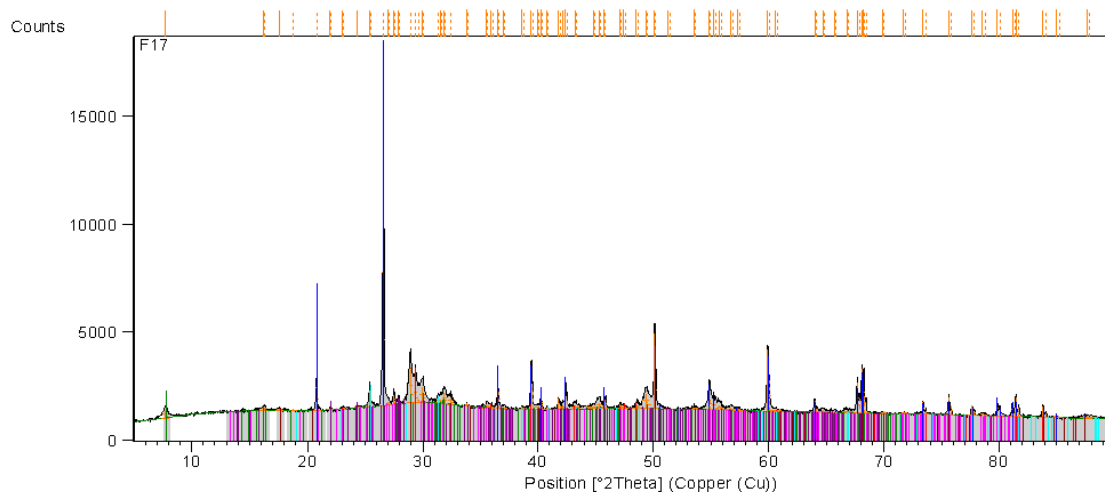


Příloha 3 Difraktogramy z XRD analýzy – vzorek F17

Date: 5/2/2014 Time: 1:10:47 PM

File: F17

User: lab0009



Peak List
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Quartz, low; SQ: 67 [%]; Hexagonal; P3121
Ca ₄ Si ₆ O ₁₆ (OH)(H ₂ O) ₅ ; Calcium Silicon Oxide Hydroxide Hydrate; Tobermorite-11A; SQ: 10 [%]; Monoclinic; Bm
Ca (CO ₃); Calcium Carbonate; Calcite, syn; SQ: 7 [%]; Rhombohedral; R-3c
Ca ₃ Al ₂ (OH) ₄ ·H ₂ O; Calcium Aluminum Hydroxide; Katoite; SQ: 1 [%]; Cubic; Ia-3d
Ca (SO ₄); Calcium Sulfate; Anhydrite; SQ: 9 [%]; Orthorhombic; Amma
K (AlSi ₃ O ₈); Potassium Aluminum Silicate; Orthoclase; SQ: 3 [%]; Monoclinic; C2/m
Na (AlSi ₃ O ₈); Sodium Aluminum Silicate; Albite, ordered; SQ: 3 [%]; Anorthic; C-1

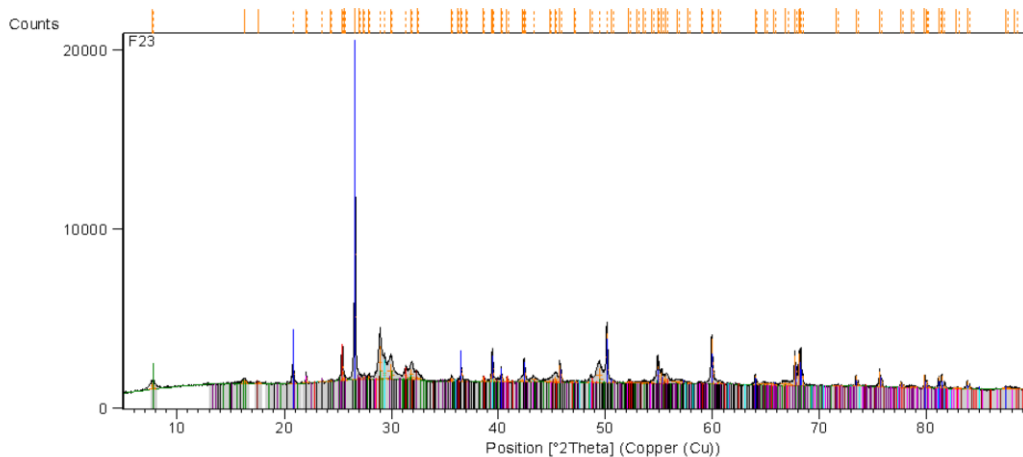
Page: 1 of 1

Příloha 3 Difraktogramy z XRD analýzy – vzorek F23

Date: 5/2/2014 Time: 1:12:36 PM

File: F23

User: lab0009



Peak List
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Quartz, syn; SQ: 63 [%]; Hexagonal; P3221
Ca ₄ Si ₆ O ₁₆ (OH)(H ₂ O) ₅ ; Calcium Silicon Oxide Hydroxide Hydrate; Tobermorite-11A; SQ: 9 [%]; Monoclinic; Bm
Ca (SO ₄); Calcium Sulfate; Anhydrite, syn; SQ: 13 [%]; Orthorhombic; Bbmm
(CaO) ₃ (Al ₂ O ₃) _{1.75} (H ₂ O) _{3.75} ; Calcium Aluminum Oxide Hydrate; Katoite, syn; SQ: 5 [%]; Cubic; Ia-3d
Ca (CO ₃); Calcium Carbonate; Calcite; SQ: 4 [%]; Rhombohedral; R-3c
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Cristobalite; SQ: 1 [%]; Tetragonal; P41212
K (AlSi ₃ O ₈); Potassium Aluminum Silicate; Orthoclase; SQ: 4 [%]; Monoclinic; C2/m
Na (AlSi ₃ O ₈); Sodium Aluminum Silicate; Albite; SQ: 1 [%]; Anorthic; C-1

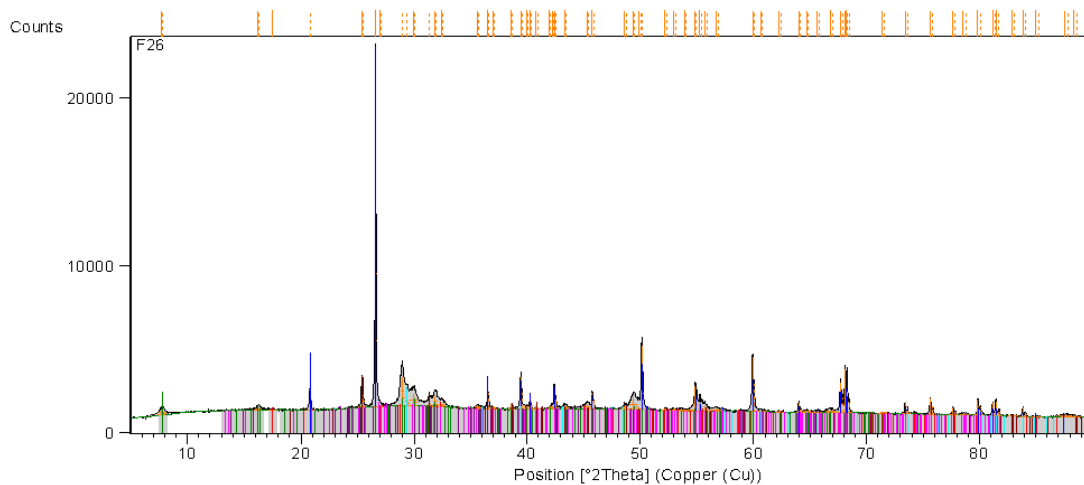
Page: 1 of 1

Příloha 3 Difraktogramy z XRD analýzy – vzorek F26

Date: 5/2/2014 Time: 1:11:37 PM

File: F26

User: lab0009



Peak List
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Quartz, syn; SQ: 69 [%]; Hexagonal; P3221
Ca ₄ Si ₆ O ₁₆ (OH) (H ₂ O) ₅ ; Calcium Silicon Oxide Hydroxide Hydrate; Tobermorite-11A; SQ: 9 [%]; Monoclinic; Bm
Ca ₂ .93 Al ₁ .97 (Si .64 O ₂ .56) (OH) ₉ .4; Calcium Aluminum Silicate Hydroxide; Katoite; SQ: 3 [%]; Cubic; Ia-3d
Ca (S O ₄); Calcium Sulfate; Anhydrite, syn; SQ: 12 [%]; Orthorhombic; Bbmm
Ca (C O ₃); Calcium Carbonate; Calcite; SQ: 4 [%]; Rhombohedral; R-3c
K (Al Si ₃ O ₈); Potassium Aluminum Silicate; Orthoclase; SQ: 3 [%]; Monoclinic; C2/m
Na Al Si ₃ O ₈ ; Sodium Aluminum Silicate; Albite, ordered; SQ: 1 [%]; Anorthic; C-1

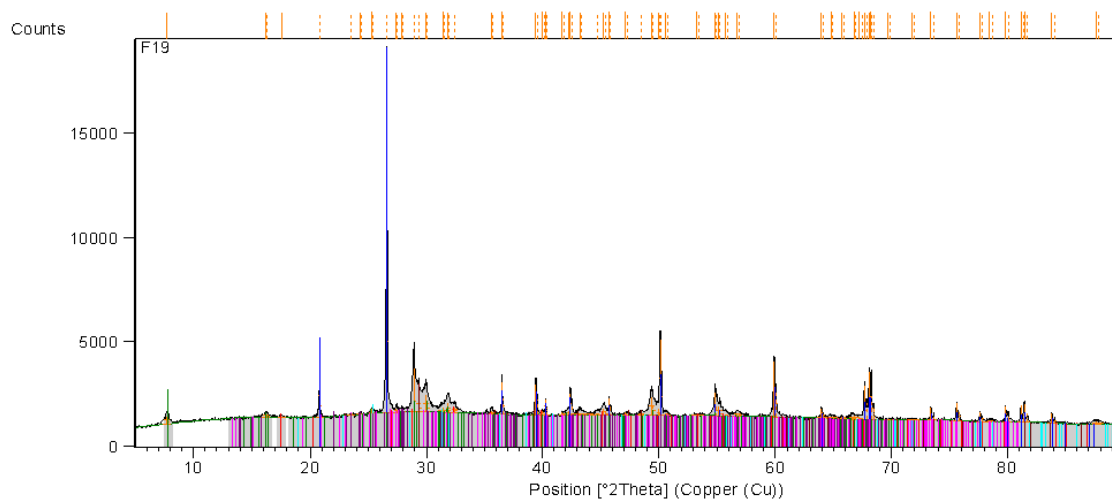
Page: 1 of 1

Příloha 3 Difraktogramy z XRD analýzy – vzorek F19

Date: 5/2/2014 Time: 1:11:14 PM

File: F19

User: lab0009



Peak List
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Quartz, syn; SQ: 72 [%]; Hexagonal; P3221
Ca ₄ Si ₆ O ₁₆ (OH) (H ₂ O) ₅ ; Calcium Silicon Oxide Hydroxide Hydrate; Tobermorite-11A; SQ: 11 [%]; Monoclinic; Bm
Ca ₂ .93 Al ₁ .97 (Si .64 O ₂ .56) (OH) ₉ .4; Calcium Aluminum Silicate Hydroxide; Katoite; SQ: 4 [%]; Cubic; Ia-3d
Ca (C O ₃); Calcium Carbonate; Calcite, syn; SQ: 5 [%]; Rhombohedral; R-3c
Ca (S O ₄); Calcium Sulfate; Anhydrite, syn; SQ: 3 [%]; Orthorhombic; Bbmm
K (Al Si ₃ O ₈); Potassium Aluminum Silicate; Orthoclase; SQ: 3 [%]; Monoclinic; C2/m
Na Al Si ₃ O ₈ ; Sodium Aluminum Silicate; Albite, ordered; SQ: 2 [%]; Anorthic; C-1

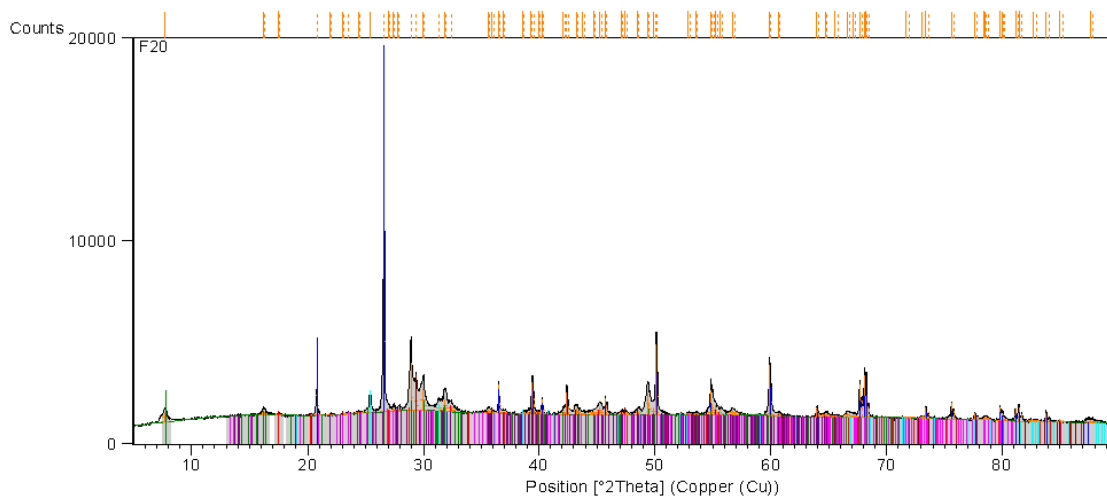
Page: 1 of 1

Příloha 3 Difraktogramy z XRD analýzy – vzorek F20

Date: 5/2/2014 Time: 1:11:25 PM

File: F20

User: lab0009



Peak List
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Quartz, syn; SQ: 68 [%]; Hexagonal; P3221
Ca ₄ .5 Si ₆ O ₁₆ (OH) (H ₂ O) ₅ ; Calcium Silicon Oxide Hydroxide Hydrate; Tobermorite-11A; SQ: 10 [%]; Monoclinic; Bm
Ca ₂ .93 Al ₁ .97 (Si ₁ .64 O ₂ .56) (OH) _{9.44} ; Calcium Aluminum Silicate Hydroxide; Katoite; SQ: 4 [%]; Cubic; Ia-3d
Ca C O ₃ ; Calcium Carbonate; Calcite; SQ: 6 [%]; Rhombohedral; R-3c
Ca (S O ₄); Calcium Sulfate; Anhydrite; SQ: 7 [%]; Orthorhombic; Amma
K (Al Si ₃ O ₈); Potassium Aluminum Silicate; Orthoclase; SQ: 2 [%]; Monoclinic; C2/m
Na (Al Si ₃ O ₈); Sodium Aluminum Silicate; Albite; SQ: 3 [%]; Anorthic; C-1

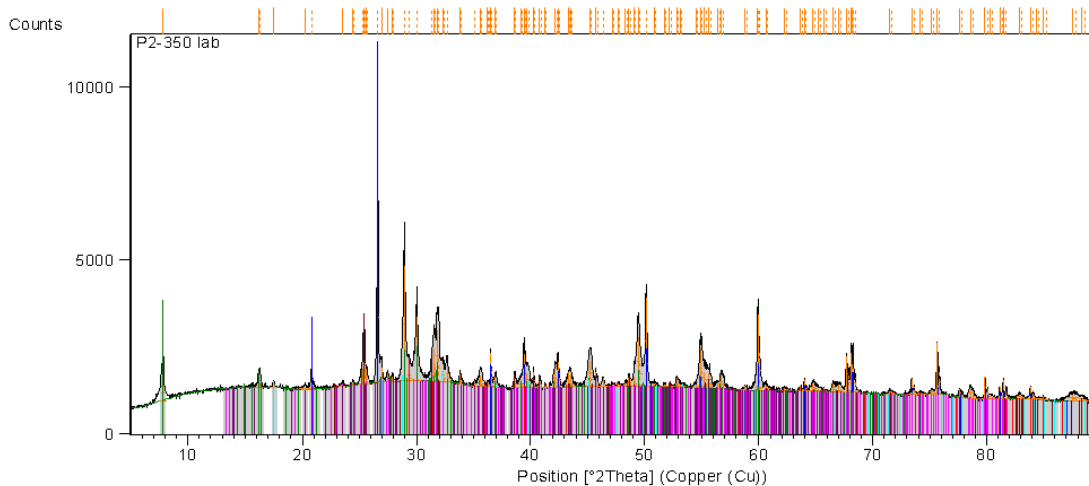
Page: 1 of 1

Příloha 3 Difraktogramy z XRD analýzy – vzorek P2-350 laboratorní

Date: 5/2/2014 Time: 1:11:01 PM

File: P2-350 lab

User: lab0009



Peak List
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Quartz, syn; SQ: 48 [%]; Hexagonal; P3221
Ca ₄ .5 Si ₆ O ₁₆ (OH) (H ₂ O) ₅ ; Calcium Silicon Oxide Hydroxide Hydrate; Tobermorite-11A; SQ: 23 [%]; Monoclinic; Bm
Ca (C O ₃); Calcium Carbonate; Calcite; SQ: 3 [%]; Rhombohedral; R-3c
Ca (S O ₄); Calcium Sulfate; Anhydrite; SQ: 17 [%]; Orthorhombic; Amma
Ca ₂ .93 Al ₁ .97 (Si ₁ .64 O ₂ .56) (OH) _{9.44} ; Calcium Aluminum Silicate Hydroxide; Katoite; SQ: 4 [%]; Cubic; Ia-3d
K (Al Si ₃ O ₈); Potassium Aluminum Silicate; Orthoclase; SQ: 2 [%]; Monoclinic; C2/m
Na (Al Si ₃ O ₈); Sodium Aluminum Silicate; Albite (heat-treated); SQ: 2 [%]; Anorthic; C-1

Page: 1 of 1

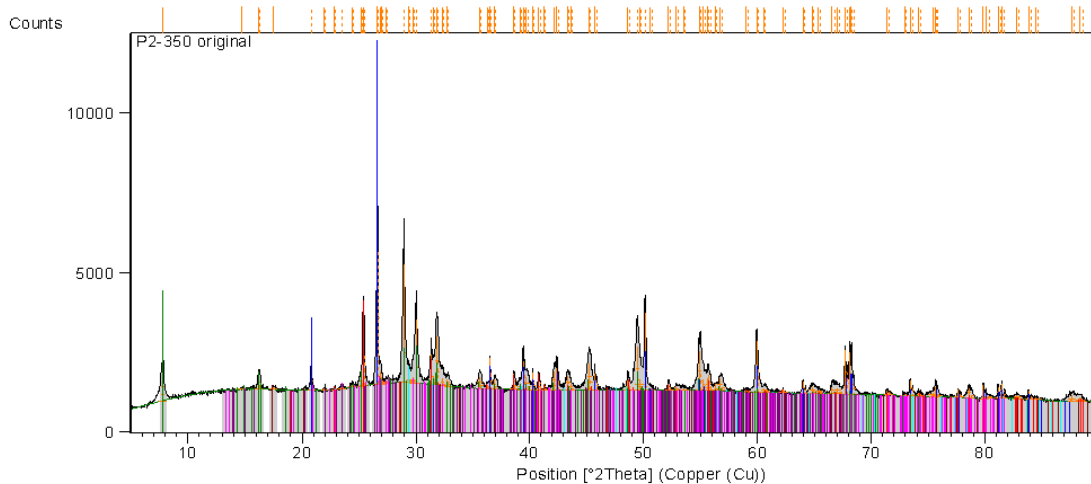
Příloha 3

Difraktogramy z XRD analýzy – vzorek P2-350 originální

Date: 5/2/2014 Time: 1:12:22 PM

File: P2-350 original

User: lab0009



Peak List
Si O ₂ ; Silicon Oxide; Quartz, <i>syn</i> ; SQ: 46 [%]; Hexagonal; P3221
Ca ₄ Si ₆ O ₁₆ (OH) (H ₂ O) ₅ ; Calcium Silicon Oxide Hydroxide Hydrate; Tobermorite-11A; SQ: 25 [%]; Monoclinic; Bm
Ca (SO ₄); Calcium Sulfate; Anhydrite; SQ: 20 [%]; Orthorhombic; Amma
Ca ₃ Al ₂ (OH) ₄] ₃ ; Calcium Aluminum Hydrogen Oxide; Katoite; SQ: 1 [%]; Cubic; Ia-3d
Ca CO ₃ ; Calcium Carbonate; Calcite; SQ: 2 [%]; Rhombohedral; R-3c
K (Al Si ₃ O ₈); Potassium Aluminum Silicate; Orthoclase; SQ: 4 [%]; Monoclinic; C2/m
Na (Al Si ₃ O ₈); Sodium Aluminum Silicate; Albite (heat-treated); SQ: 2 [%]; Anorthic; C-1

Page: 1 of 1

Příloha 4

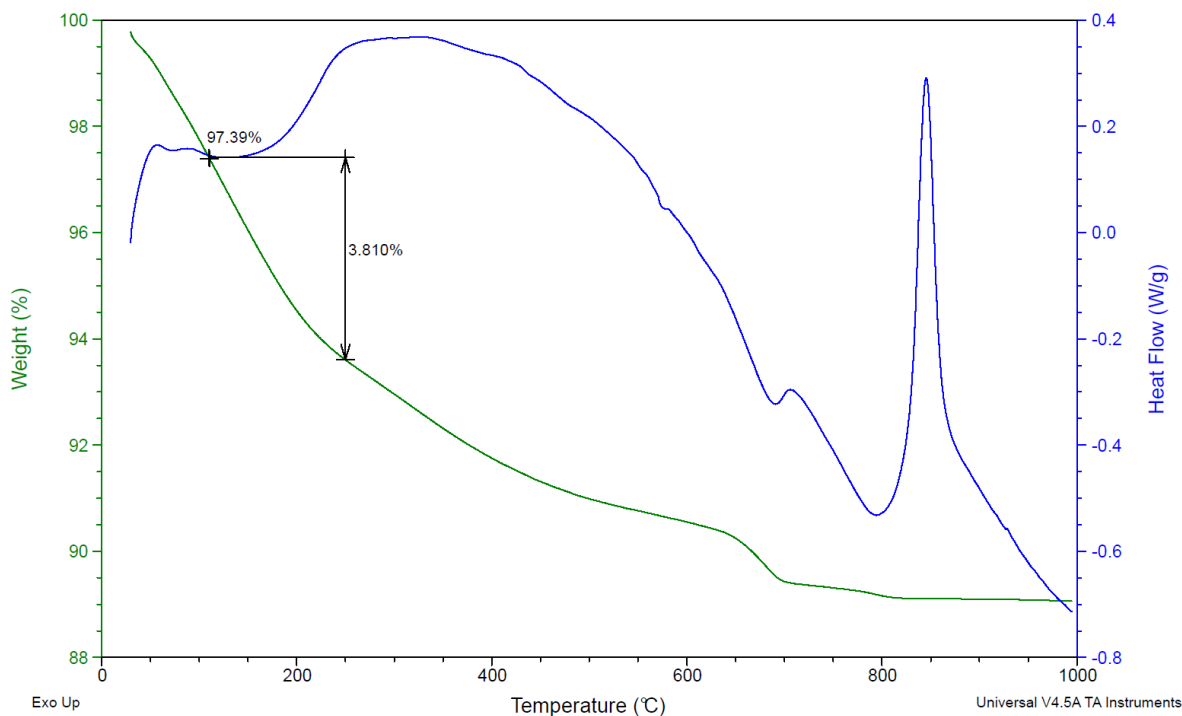
TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu – vzorek F17

Sample: F17
Size: 20.2580 mg
Method: DSC Heatflow

DSC-TGA

File: G:\DTA\F17.001

Run Date: 24-Apr-2014 16:27
Instrument: SDT Q600 V20.9 Build 20



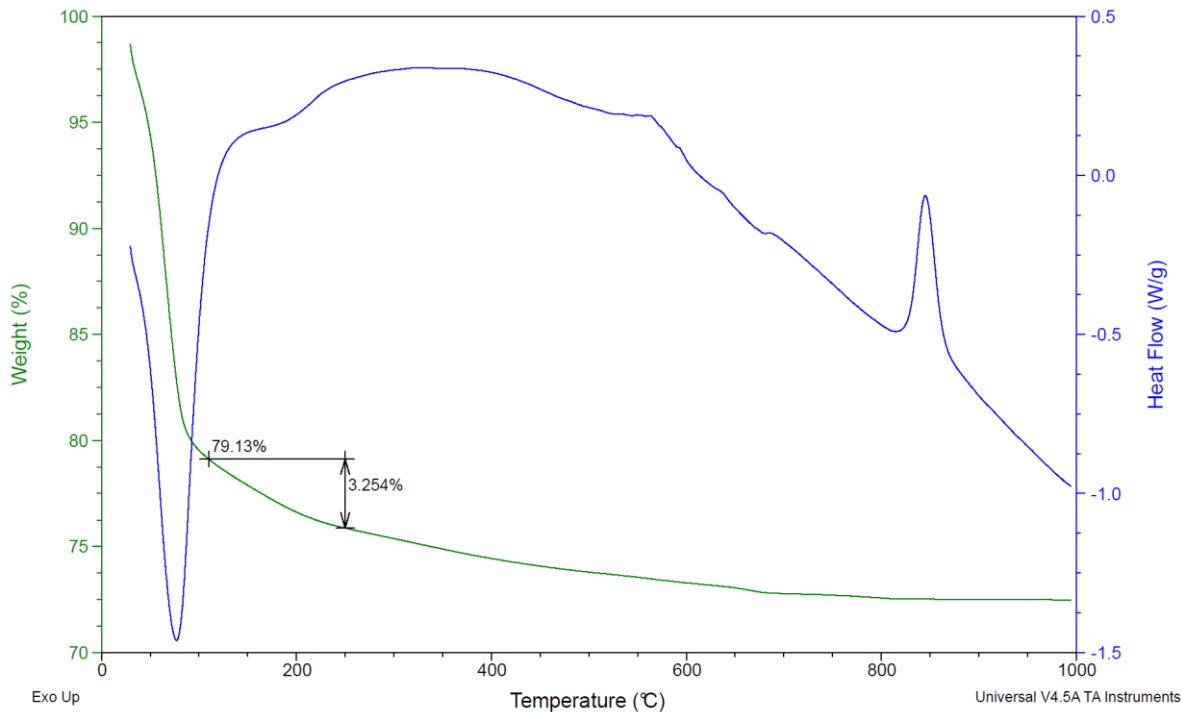
Příloha 4

TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu – vzorek F19

Sample: F19
Size: 22.8210 mg
Method: DSC Heatflow

DSC-TGA

File: G:\DTA\F19.001
Run Date: 24-Apr-2014 13:56
Instrument: SDT Q600 V20.9 Build 20



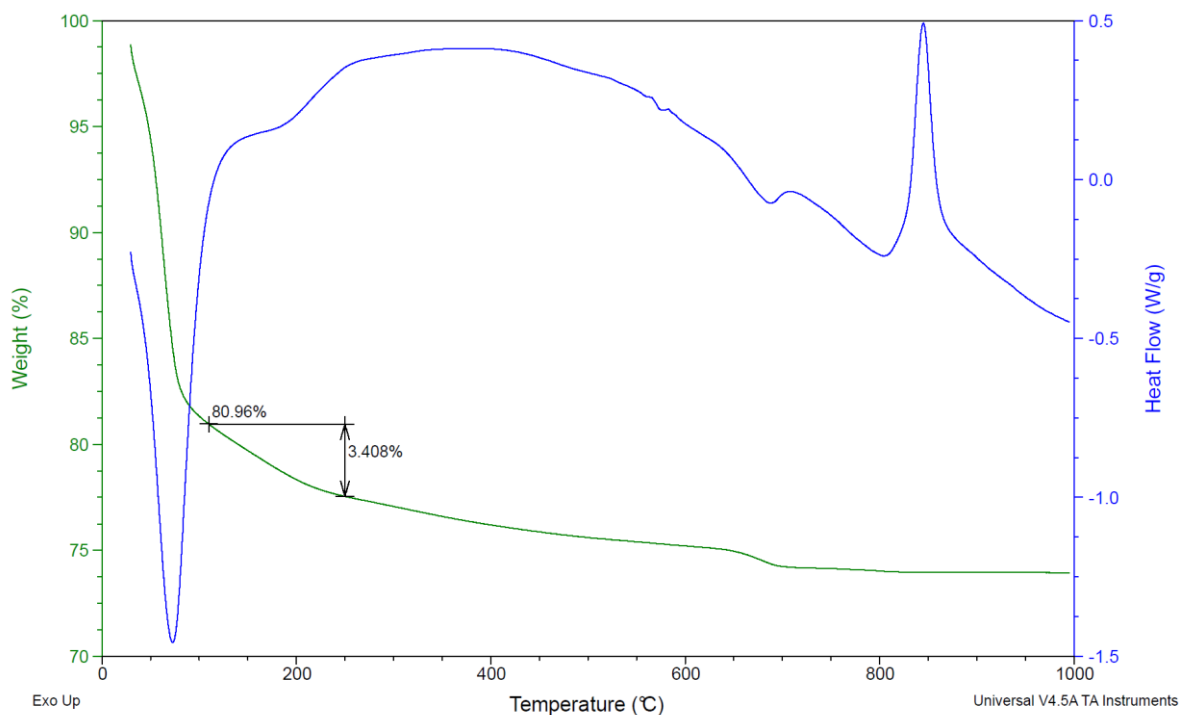
Příloha 4

TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu – vzorek F20

Sample: F20
Size: 22.4400 mg
Method: DSC Heatflow

DSC-TGA

File: G:\DTA\F20.001
Run Date: 23-Apr-2014 15:02
Instrument: SDT Q600 V20.9 Build 20



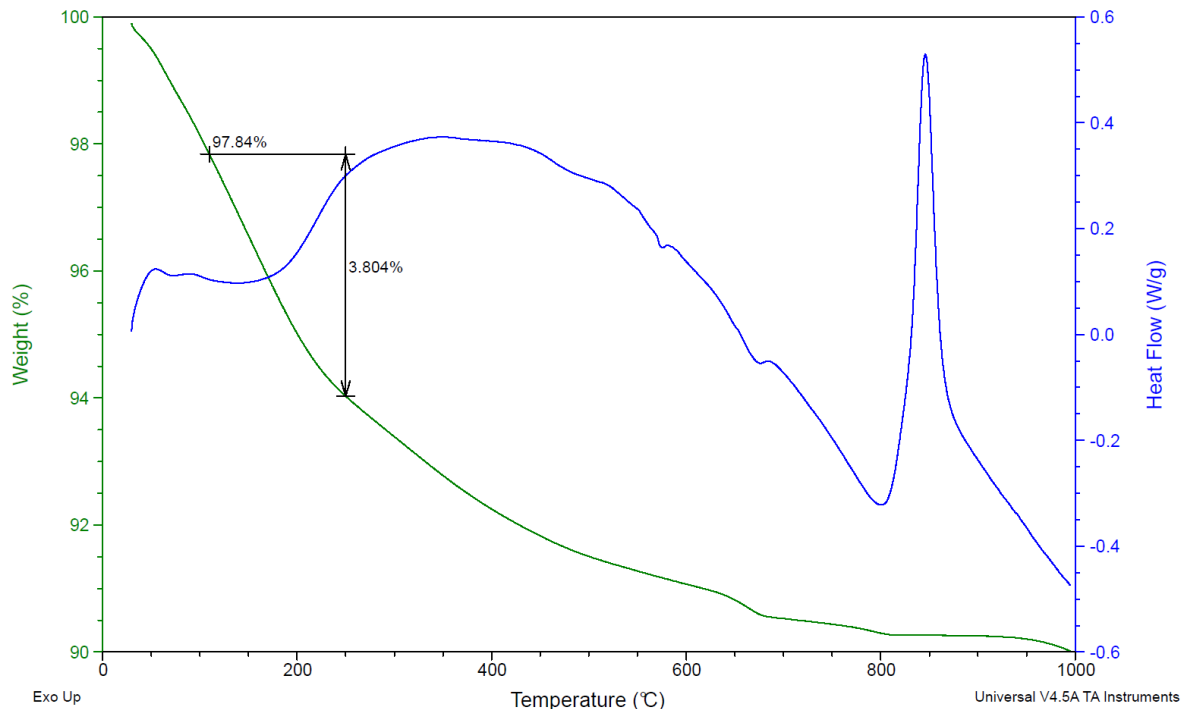
Příloha 4

TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu – vzorek F23

Sample: F23
Size: 22.4230 mg
Method: DSC Heatflow

DSC-TGA

File: G:\DTA\F23.001
Run Date: 23-Apr-2014 12:31
Instrument: SDT Q600 V20.9 Build 20



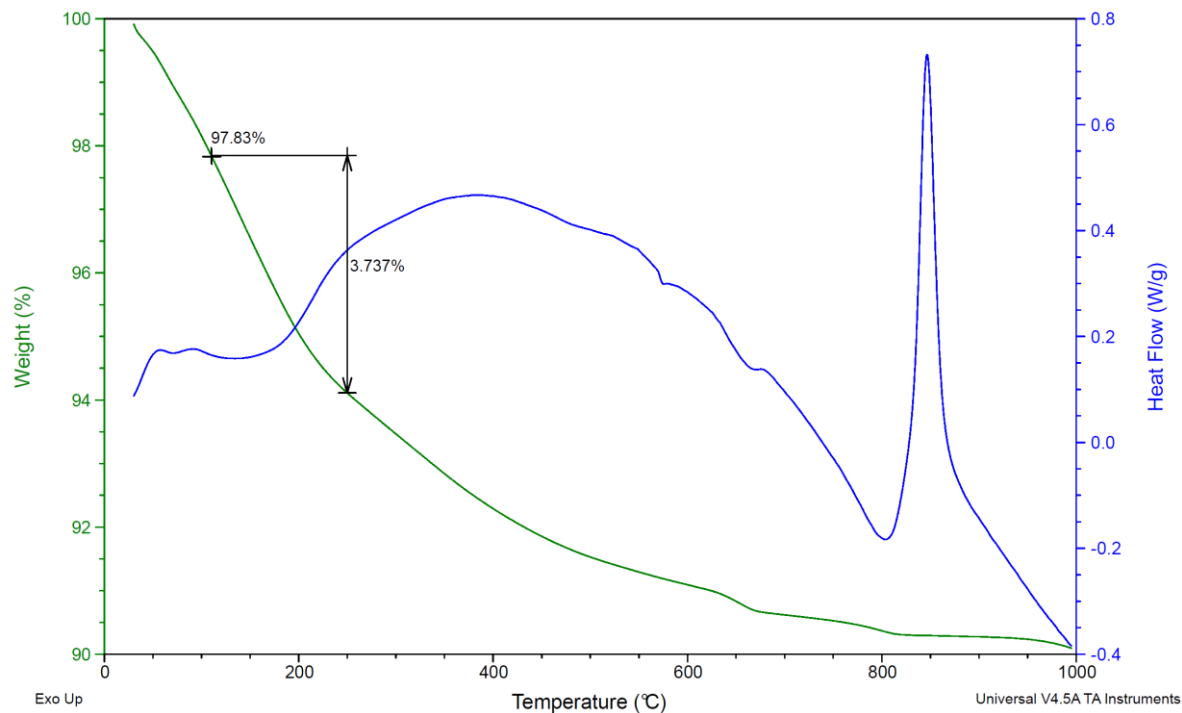
Příloha 4

TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu – vzorek F26

Sample: F26
Size: 19.3940 mg
Method: DSC Heatflow

DSC-TGA

File: G:\DTA\F26.001
Run Date: 23-Apr-2014 10:10
Instrument: SDT Q600 V20.9 Build 20



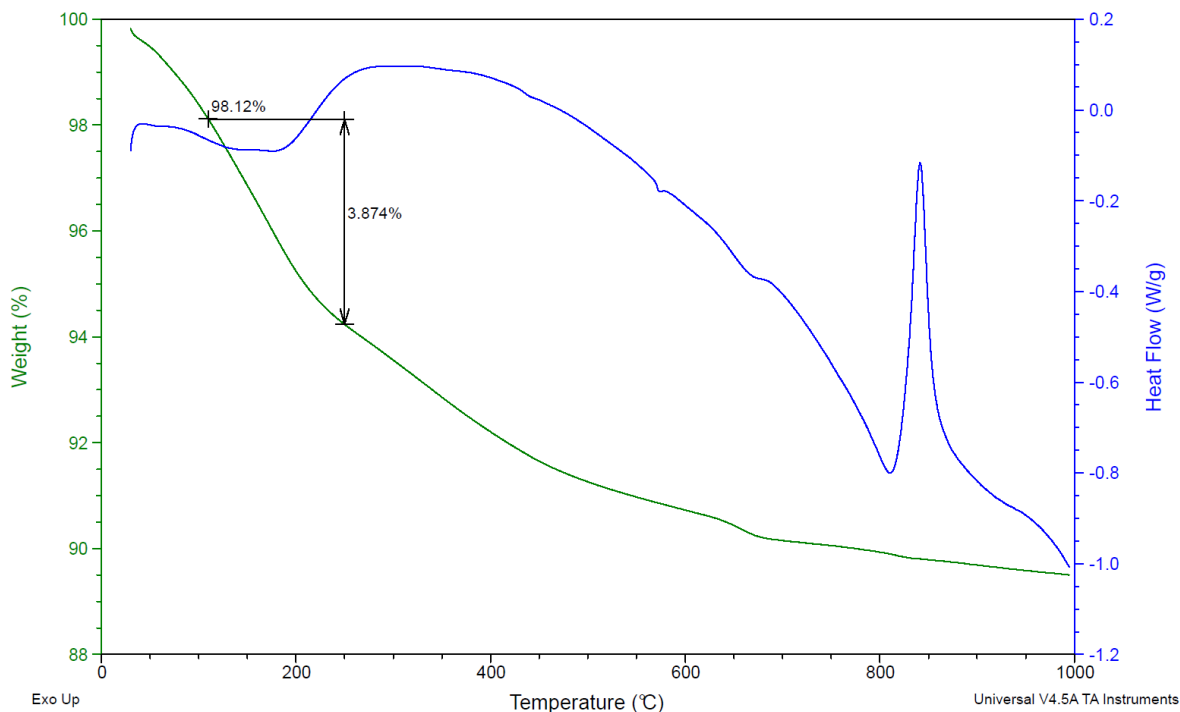
Příloha 4

TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu – vzorek P2 – 350 laboratorní

Sample: P2-350 lab
Size: 20.9230 mg
Method: DSC Heatflow

DSC-TGA

File: G:\DTA\P2-350 LAB.001
Run Date: 22-Apr-2014 10:54
Instrument: SDT Q600 V20.9 Build 20



Příloha 4

TGA křivky pro stanovení množství 11Å Tobermoritu – vzorek P2 – 350 laboratorní

Sample: P2 -350 orig
Size: 21.5500 mg
Method: DSC Heatflow

DSC-TGA

File: G:\DTA\P2-350 ORIG.001
Run Date: 22-Apr-2014 20:05
Instrument: SDT Q600 V20.9 Build 20

