

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA PEDAGOGICKÁ

KATEDRA CHEMIE

PŘÍPRAVA A CHARAKTERIZACE OCHRANNÉ

HLINITOKŘEMIČITÉ VRSTVY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Jiří Hájek

Přírodovědná studia, obor Chemie se zaměřením na vzdělávání

Vedoucí práce: Ing. Tomáš Kovářík, Ph.D.

Plzeň, 2017

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a zdrojů informací.

V Přešticích, 30. června 2017

.....
vlastnoruční podpis

Poděkování:

Rád bych na tomto místě nejprve poděkoval Doc. Mgr. Václavu Richtrovi, CSc. za nabídku pracovat na tomto projektu v rámci své bakalářské práce. Dále chci poděkovat Ing. Tomáši Kováříkovi, Ph.D. za obětavou pomoc, časté konzultace a značnou trpělivost při vytváření této práce. Rovněž děkuji Ing. Jaroslavu Kadlecovi za osobní vedení a odbornou pomoc při práci na praktické části experimentu. Za ochotu a pomoc při experimentu bych taktéž rád jmenovitě poděkoval Michalu Polovi, Ing. Davidu Riegrovi a Ing. Jiřímu Tesařovi, Ph.D. za technickou podporu při teplotní expozici a konzultace ohledně termických dat. V neposlední řadě bych rád poděkoval všem lidem ze svého okolí za jejich podporu a porozumění při sepisování této práce.

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta pedagogická

Akademický rok: 2015/2016

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: Jiří HÁJEK

Osobní číslo: P14B0027P

Studijní program: B1001 Přírodovědná studia

Studijní obor: Chemie se zaměřením na vzdělávání

Název tématu: Příprava a charakterizace ochranné hlinitokřemičité vrstvy

Zadávací katedra: Katedra chemie

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznámit se s chemicko-fyzikálními vlastnostmi vstupních surovin (vápenné silikáty, jílové minerály, vysokopeční struska, vodné roztoky křemičitanů).
2. Seznámit se s metodikou přípravy cementových substrátů a hlinitokřemičitých vrstev.
3. Seznámit se s principy charakterizace teplotních vlastností kompozitů - termické analýzy.
4. Příprava zkušebních vzorků a jejich charakterizace.
5. Realizace experimentu a vyhodnocení naměřených dat.

Rozsah grafických prací:

Rozsah kvalifikační práce: 40 stran

Forma zpracování bakalářské práce: tištěná

Seznam odborné literatury:

Henning O., Lach V.: Chemie ve stavebnictví. SNTL, Praha 1983.

Škvára F.: Technologie anorganických pojiv I. SNTL, Praha 1995.

J. L. Provis, J. S. J. van Deventer: Geopolymers - Structures, Processing, Properties and Industrial Applications, 1st Edition, ISBN-9781845694494, 2009.

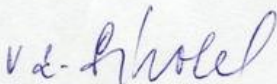
K. Sakkas, D. Panias, P. P. Nomikos, A. I. Sofianos: Potassium based geopolymer for passive fire protection of concrete tunnels linings, Tunnelling and Underground Space Technology 43, 2014, 148-156.

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Tomáš Kovářík, Ph.D.
Nové technologie - výzkumné centrum

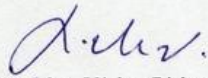
Konzultant bakalářské práce: Ing. Jaroslav Kadlec
Nové technologie - výzkumné centrum

Datum zadání bakalářské práce: 15. června 2016

Termín odevzdání bakalářské práce: 30. června 2017


RNDr. Miroslav Randa, Ph.D.
děkan




Doc. Mgr. Václav Richtr, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 15. června 2016

Obsah

Seznam zkratek.....	3
1 Úvod.....	6
2 Teoretická část.....	8
2.1 Beton.....	8
2.1.1 Struktura materiálu	8
2.1.2 Kompozitní materiály	8
2.1.3 Cementy	9
2.1.4 Kamenivo.....	10
2.1.5 Voda.....	11
2.1.6 Sekundární suroviny	11
2.1.7 Ostatní přísady	12
2.1.8 Hydratace	13
2.1.9 Vlastnosti standardních betonových směsí	14
2.1.10 Chemismus degradace betonu	15
2.1.11 Teplotní odolnost betonu	16
2.2 Hlinitokřemičité vrstvy.....	17
2.2.1 Popis materiálu a chemismus.....	17
2.2.2 Vlastnosti	18
2.2.3 Kinetika.....	19
2.2.4 Hlinitokřemičitá prášková složka	20
2.2.5 Vodní sklo.....	20
2.2.6 Keramické plnivo.....	21
2.2.7 Vlákna	21
2.2.8 Teplotní odolnost vrstev	22
2.3 Teplotní analýzy	23
2.3.1 Termogravimetrická analýza	23
2.3.2 Termomechanická analýza	25
2.3.3 Teplotní expozice.....	26
3 Praktická část.....	29
3.1 Postup experimentu	29
3.1.1 Příprava betonových vzorků	29
3.1.2 Příprava ochranné vrstvy	31
3.1.3 Nanášení vrstvy.....	33
3.2 Výsledky a diskuze.....	34
3.2.1 Vrstvy.....	34
3.2.2 Teplotní analýzy	36
3.2.3 Termogravimetrická analýza	36
3.2.4 Termomechanická analýza	40
3.2.5 Teplotní expozice.....	43
4 Závěr	50
5 Seznam použité literatury	51
Resumé	53

Seznam obrázků a tabulek	54
Přílohy	I
Seznam příloh.....	IV

Seznam zkratek

Chemické názvosloví (prvky, minerály, sloučeniny):

Al – hliník C – uhlík Ca – vápník Cl – chlor Fe – železo H – vodík

K – draslík Mg – hořčík N – dusík Na – sodík O – kyslík P – fosfor

S – síra Si – křemík Ti - titan

alit - trikalciumsilikát - (C₃S) - (3CaO·SiO₂)

afwillit - (3CaO·2SiO₂·3H₂O)

belit - dikalcium silikát - (C₂S) - (2CaO·SiO₂)

celit - tetrakalcium aluminoforit - (C₄AF) - (4CaO·Al₂O₃·Fe₂O₃)

ettringit - (3CaO·Al₂O₃·3CaSO₄·32H₂O)

hillebrandit - (2CaO·SiO₂·H₂O)

kaolinit - (Al₄(OH)₈Si₄O₁₀)

tobermorit - (5CaO·6SiO₂·5H₂O)

trikalciualuminát - (C₃A) - (3CaO·Al₂O₃)

xonotlit - (6CaO·6SiO₂·H₂O)

H₂CO₃ - kyselina uhličitá

HNO₃ - kyselina dusičná

HCl - kyselina chlorovodíková

SO₄⁻² - síranový anion

NO₃⁻ - dusičnanový anion

Ca²⁺ - vápenatý kation

H₂O - voda

Al₂O₃ - oxid hlinitý

CO₂ - oxid uhličitý

CaO - oxid vápenatý, pálené vápno

Fe₂O₃ - oxid železitý

K₂O - oxid draselný

MgO - oxid hořečnatý

Na₂O - oxid sodný

SiO₂ - oxid křemičitý

TiO₂ - oxid titaničitý

Ca(OH)₂ - hydroxid vápenatý, hašené vápno

CaCO₃ - uhličitan vápenatý

CaSO₄·2H₂O - dihydrát síranu vápenatého, sádrovec

K₂SiO₃ - křemičitan draselný

Na₂SiO₃ - křemičitan sodný

Ca(HCO₃)₂ - monohydrogenuhličitan vápenatý

CO₃⁻² - karbonáty (uhličitany), soli

CSH - 3CaO·2SiO₂·3H₂O, kalcium-silikátový-hydrát

NASH - Na₂O·Al₂O₃·2SiO₂·nH₂O

PP - polypropylen

pH - potential of hydrogen (vodíkový exponent)

Teplotní analýzy:

TGA - termogravimetrická analýza

TMA - termomechanická analýza

IR záření - infračervené záření

Jednotky a veličiny:

°C - jednotka teploty (Celsiova stupnice)

cm - metrická jednotka (centimetr)

dm³ - jednotka objemu (decimetry krychlové)

F - síla

min. - jednotka času (minuta)

ml - jednotka objemu (mililitr)

mm - metrická jednotka (milimetr)

MPa - jednotka tlaku (megapascal)

Ms - křemičitý modul

N - jednotka síly (newton)

Rh - relative humidity (relativní vlhkost vzduchu)

s - jednotka času (sekunda)

µm - metrická jednotka (mikrometr)

Ostatní:

apod. - a podobně

čed. vl. - čedičová vlákna

geo. kom. - geopolymerní kompozit

hm. - hmotnostní

např. - například

tj. - to jest

1 Úvod

Tato bakalářská práce si pokládá za hlavní cíl bližší prozkoumání obsáhlé problematiky týkající se aktuálního využití a přímé práce s hlinitokřemičitou vrstvou. Ústřední prioritou zkoumání vrstvy inklinuje k výslovné identifikaci vlastností rezistence materiálu vůči dlouhodobému působení zvýšené teploty na jeho povrch.

Podstatnou intencí je analyzovat veškeré důsledky degradace při teplotním zatížení betonového bloku obohaceného ochrannou vrstvou, která je hlinitokřemičité povahy. Žádoucí je zhotovit pomocí vhodně zvolené receptury takovou vrstvu, která bude odrážet v rezultátu dostatečnou odolnost při teplotním experimentu.

Tato rovina má klíčovou roli ve značné souvislosti s možnou diferencí časového prodloužení, které je schopno ovlivnit konečnou odolnost celého kompozitu vůči vysoké teplotě. V praxi to odpovídá bezpečnostnímu zabezpečení objektu vlivem prodloužení doby na případnou evakuaci v bezprostřední situaci, jež ohrožuje lidské životy.

Na základě stanovení několika proměnných, (receptura, tloušťka, povrch, technologie nanášení) o kterých lze dopředu usuzovat, že budou mít vliv na vlastnosti finální produkt, se bude detailněji rozvíjet analýza, jež bude mít za cíl v první řadě ověřit jejich velikost působení na teplotní odolnost a posléze prozkoumat a poukázat na eventuelní možnosti další aplikace produktu zejména ve stavebnictví.

V následné systematické analýze bude zahrnuto kompletní identifikování příčin teplotního ovlivnění jednotlivých použitých složek na výsledný kompozit (sloučení dvou materiálů za účelem zlepšení vlastností a potlačení nepříznivých vlastností) při jeho závěrečné teplotní expozici.

Experimentální komponenta je strukturována do několika navazujících etap. Nejprve se dle předem definované receptury a velikosti připraví betonové kvádry a po jejich dozrání se práce přesune k monitorování hlinitokřemičité vrstvy a hledání její nejlépe vyhovující receptury, která bude splňovat zušlechťení materiálu pro uplatnění na účely odolání zvýšené teploty v řádu stovek stupňů Celsia. Zde se bude odehrávat těžiště rozboru stanovených proměnných.

V závěrečné fázi po zhotovení kýženého produktu budou následovat rozsáhlé testovací pokusy na adekvátní ověření výsledných teplotních vlastností a rozeznávání funkcí jednotlivých použitých složek v přehledných diagramech.

Jsem rád, že jsem se stal nedílnou součástí tohoto rozsáhlého výzkumu a mám nepochybnou možnost získat zde svoje první nové a cenné zkušenosti v tomto úzce profilovaném oboru a šanci přispět na následujícím vývoji prospěšných aplikací pro zevrubné využití v širším měřítku naší společnosti v oblasti vědeckého výzkumu.

2 Teoretická část

2.1 Beton

2.1.1 Struktura materiálu

Beton je velmi rozšířený základní prvek používaný ve velké míře ve stavebnictví. Betonové směsi jsou fundamentálně specifikovány stanoveným obsahem kameniva, cementu a vody. Fungují na bázi kompozitních materiálů, pojivovou část tvoří cement s vodou a kamenivo je zde reprezentováno plnivem. V komerčních betonových směsích se však cement dodává spolu s kamenivem a teprve pak se smíchává s vodou. Použití těchto základních typů jednotlivých komponentů předurčuje jejich pole působnosti při průmyslovém využití. Cement zaujímá hned po kamenivu hmotnostně největší část. Jeho složení odpovídá výpalu za vysokých teplot, vápence (CaCO_3) a jílu za vzniku slínku, který se následným rozdrčením na menší částice používá pro betonové směsi, v níž plní funkci pojiva, jelikož váže kamenitou část s vodou a cementem v jeden společný celek.

Cement patří v rámci anorganické chemie k výrobkům, které jsou získávány chemickou reakcí i proto je v hojné míře zastoupen množstvím sloučenin. Chemické zastoupení čtyř stěžejních oxidů (CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3) jak ve slínku (produkt z cementářské pece ve formě kuliček), tak v cementu je udáváno tzv. modulem (pojem zavedený v průběhu 19. století).¹ Druhotně se vyskytují v betonu i další oxidy, které již tvoří pouze zlomek celkového množství. Jsou to tyto oxidy: MgO , TiO_2 , Na_2O , K_2O .

2.1.2 Kompozitní materiály

Jsou charakteristické svým složením nejméně ze dvou složek, přičemž se liší jejich původní vlastností oproti inovovaným atributům vzniklého materiálů spojením zvolených

¹ ŠKVÁRA, František. *Technologie anorganických pojiv I*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1995. ISBN 80-7080-224-3.

komponentů. Aby se dalo hovořit o obsahu složek, existuje přesně definované množství, ve kterém musí být obsaženy, aby byla splněna podmínka charakteru komponentů. Nezbytnou antecedencí je rovněž zachování primární identity složek, čímž nedochází k vzájemnému rozpouštění jedné látky v druhé ani naopak. Dle možností rozlišitelnosti se dělí na makrokompozity, mikrokompozity a nanokompozity. První skupiny lze detekovat buď přímo lidským okem, nebo za pomoci lupy, na ostatní je nevyhnutelné použití přístrojů.

Elementární složky kompozitů se rozlišují na základní matrici a výztuž. Matrice plní funkci pojiva, dle vlastností obvykle vykazuje vyšší míru poddajnosti. Naopak výztuž je reprezentována složkou, jež je pevnější a tvrdší ve srovnání s matricí.

Kompozity jsou vytvářeny obzvláště pro svoje inovativní finální vlastnosti. Mezi ně mohou patřit lepší mechanické vlastnosti (odolnost vůči agresivnímu prostředí a teplotní rezistence). Na stárnutí a degradaci materiálu pak má obecně největší podíl působení teploty a vlhkého prostředí.

2.1.3 Cementy

Do široké oblasti variability pro potenciální modifikace vlastností betonu spadá zejména cement. Jeho nesčetné variace udávají hlavní ráz konečným vlastnostem betonu. Mezi velmi časté členění cementů patří systematické dělení dle směsnosti. Tato uvedená vlastnost úzce koresponduje s rozpustností, v tomto konkrétním případě se jedná o rozpustnost ve vodě. Udává kromě specifického označení i konkrétní množství, které lze smíchat s vodou. V tomto systematickém rozdělení je několik frekventovaných druhů. Mezi ně patří pět důležitých zástupců, kterými jmenovitě jsou:

- a) portlandský
- b) vysokopecný
- c) pucolánový
- d) směsný
- e) portlandský směsný²

² PYTLÍK, Petr. *Technologie betonu*. Brno: VUT Brno, 2000.

Poslední z nich je rekombinací dvou předešlých. Navzájem se liší v podílu hmotnosti složky a chemickém složení slínku, ten je značně bohatý na minerály. Prvně jmenovaný zástupce je vhodný k použití při požadavku na vysokou pevnost, vyznačuje se i rychlým nárůstem mechanické pevnosti. Portlandský cement je rovněž obohacený širokým spektrem chemických sloučenin. Ve sloučeninách oxidů přítomných v portlandském slínku, což je produkt technologické výroby slinováním, se vyskytuje obsažná škála různých prvků, jako je hliník, železo, fosfor, sodík, draslík, titan, hořčík, síra. Z těchto základních částí se tvoří minerály.³ Vysokopecní cement je předurčen zejména pro tvorbu betonových konstrukcí, které jsou vystaveny dlouhodobě vlhkému prostředí.

Poculánový cement je taktéž vhodný do vlhkého až mokrého prostředí a je vysoce rezistentní i vůči působení slané vody. Frekventovaným poculánem v betonu je popílek, který je druhotným produktem při spalování v teplených elektrárnách. Směsný cement se využívá při stavbě náročných betonových produktů a pro masivní konstrukce. Poslední zástupce vzniklý rekombinací je specifický pro svoje široké uplatnění ve stavebnictví. Lze ho používat pro mohutné konstrukce, vlhké prostředí a výrobu transportbetonů. To jsou druhy betonu vyrobené přímo v betonárně a jsou dopravovány za stálého míchání na požadované místo stavby.

Dále vznikají specifické typy betonu, které se využívají v situacích, ke kterým jsou primárně vyrobeny, jelikož jsou obvykle zušlechtěny v určité speciální vlastnosti. Takové parametry splňují síranovzdorné cementy, které jsou aplikovány pro navýšení doby životnosti, jelikož lépe odolávají působení agresivních síranových aniontů.

2.1.4 Kamenivo

Kamenivo lze rozdělit do několika klíčových kategorií dle velikosti nebo zdroje původu. Při uplatnění prvního kritéria je hranicí velikosti částic mezní hodnota 4 mm. Pro jemné kamenivo je toto maximální přípustný číselný údaj. Hrubé kamenivo je složeno z částí odpovídající vyšší hodnotě než předešlý uvedený index. Dle druhého

³ HENNING, Otto. *Chemie ve stavebnictví*: Praha: SNTL, 1983.

členění se klasifikuje kamenivo na přírodní, umělé a recyklované. Přírodním zdrojem jsou ve většině případů oblasti řek, kde je možné získat kameny oválných tvarů, nebo území kolem lomů. Uměle vyráběné kamenivo je ve své finální struktuře dosti pórovité. Pro jejich vznik se uplatňuje jíla nebo břidlice.

S ohledem na životní prostředí se jako lepší varianta jeví práce s recyklovaným kamenivem, při čemž se poměrně efektivně zužitkovává starý beton. Kromě této výhody naopak existují některé nevýhody, které kladou překážky při základním procesu výroby. Mezi ně patří problémy spojené s neidentifikovatelným chemickým složením, tím nemůže být zaručena dostatečná homogenita. Takové zavedení odlišnosti ve vstupním složení neblaze působí na vlastnosti kameniva. Tím se podstatně snižuje jejich četnost využívání obzvláště v případech, kde je kladen důraz na exaktní obsah chemického uspořádání.

2.1.5 Voda

Voda má ve výsledku dvě bazální funkce v betonové směsi. První z nich se týká svojí podstatou procesu hydratace. Pro zdárný průběh je nepostradatelný přísávek vody o čtvrtině hmotnostního množství cementu. Kýženým výsledkem je vytvoření pevné struktury. Druhá vlastnost je reologická. Ta je vystižena tvorbou přechodné fáze betonu, ještě když je čerstvý, kdy lze využít jeho tvárnosti. Kromě použití pitné vody, která je bezpečně vyhovující, se musí provádět více či méně odborné analýzy pro zjištění kvality vody, z hlediska obsahu rozpustných iontů (např.: síranové, dusičnanové). Na změření jakosti barvy postačí pouze vizuální kontrola. Vyhovující pH vody se pohybuje v intervalu 6,5 - 9,5 (z celkově definovaného rozsahu pH 0 - 14 se jedná o oblast mírně kyselé až mírně zásaditého prostředí) jako je tomu i u pitné kohoutkové vody.

2.1.6 Sekundární suroviny

Vedle hlavních látek (cement, kamenivo, voda), existují ještě látky s nižším hmotnostním obsahem, ale svojí přítomností regulují vlastnosti směsi. K těm se řadí volné

vápno (CaO), oxid hořečnatý (MgO) a sklovitá fáze.⁴ Volné vápno se vyznačuje poměrně nízkou reaktivitou, která má za následek zpoždění reakce a navíc interaguje, až když je cementový tmel vytvrzen. Oxid hořečnatý je obsažen jako vázaný ve struktuře slínkových materiálů, ale v menší míře se vyskytuje také jako volný. Oproti oxidu vápenatému je jeho hydratování pomalejší. Až po uplynutí několika ročních intervalů se v betonu začíná projevovat hořečnaté rozpínání, to zapříčiňuje zvětšení objemu. Sklovitá fáze vykazuje dobrou rezistenci vůči síranovým aniontům ve vodě, které způsobují v betonu vznik negativních objemových změn minerálů.

2.1.7 Ostatní přísady

Kromě tří fundamentálních složek (cement, kamenivo, voda) se do betonového výrobku přidávají různé druhy příměsí a přísad. Prvně zmíněná vedlejší složka slouží jako částečná úspora cementu. Příměsí jsou de facto popílků a rozemletá struska, která má svoje chemické složení v rovině $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3$. Kromě toho je směrodatný poměr kyselinotvorných (např.: SiO_2) a zásadotvorných oxidů (CaO), které obsahuje.

Popílků mohou být křemičité nebo vápenaté. Povolánovou aktivitou (schopnost reakce s hydroxidem vápenatým, z čehož se usuzují pojivové vlastnosti) se vyznačují oba druhy, ale u vápenatých popílků se mohou dostavit i hydraulické vlastnosti, mezi které patří propustnost pro vodu a výskyt pórovitosti. Tyto popílkové složky jsou odpadními produkty při řadě průmyslových výrobních procesů, takže jejich dostupnost je velká.

Metakaolin jakožto složka bohatá na kaolinit ($\text{Al}_4(\text{OH})_8\text{Si}_4\text{O}_{10}$) se uplatňuje při reakci s hašeným vápnem za běžné teploty 20 °C a za přítomnosti vody, při níž je produktem cementový tmel.

Obsahuje-li receptura některé z ostatních přísad, konkrétní dopady se projevují v prodloužení doby na zpracování a zároveň roste rezistence vůči negativním vlivům chemické povahy z okolního prostředí. Písady se přidávají při požadavku na zdůraznění vlastností betonu (pevnost v tlaku, pružnost) nebo zcela opačně pro získání nových

⁴ HELA, Rudolf. *Technologie betonu: Technologie betonu I*. Brno: VUT Brno, 2005.

vlastností, které by se obvykle u betonu nedaly nalézt. Tak vznikají nové druhy betonu (např.: vodotěsný, mrazuvzdorný). Nejběžnějšími přísadami, které se užívají, jsou plastické přísady. Ty ovlivňují množství použité vody, při smíchání s pevnou složkou směsi betonu, směrem dolů.

2.1.8 Hydratace

S vodou reagují slínkové minerály přítomné v cementu. Po přidání vody do betonové směsi se iniciuje chemická reakce, při níž se tuhé složky nasycují vodou (hydratace). Ta probíhá tak, že molekuly vody obkličují cementové částice, ze kterých se tímto účinkem pozvolna uvolňuje nerostná část do vody. Z takto obohacené vody se zanedlouho stává přesycený roztok, který není ve své podstatě stálý a hned z něj vznikají nové krystalky Ca(OH)_2 .

Souběžně se odehrává i reakce trikalciualuminátu ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3(\text{C}_3\text{A})$), který vzniká spojením nejpočetněji zastoupených oxidů a vody. Přeměňuje se při interakci se sádrovcem na ettringit ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 32\text{H}_2\text{O}$) během prvních hodin reakce (2 - 4 hod.).⁵ V první fázi reakce v řádech minut dochází k uvolňování iontů. Po dosažení nezbytné koncentrace iontů začíná utváření produktů hydratace.

Přední pozici v důležitosti obsahuje minerál alit ($3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2(\text{C}_3\text{S})$), který dokáže příznivě ovlivnit rychlost tvrdnutí. Z důležitého chemického aspektu je velmi reaktivní, čímž roste pevnost a zároveň se uvolňuje hydratační teplo. Belit ($2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2(\text{C}_2\text{S})$) se liší tím, že již nemá takové silné vlastnosti ovlivňující rychlý růst pevnosti, ovšem jeho vliv je v porovnání s alitem déletrvající na rozvoj pevnosti, přestože není natolik intenzivní. Celit ($4\text{CaO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3\cdot\text{Al}_2\text{O}_3(\text{C}_4\text{FA})$) se svými rysy blíží v podobnosti belitu, ovšem odlišuje se vlastním chemickým uspořádáním molekul.

Oxid vápenatý (CaO - pálené vápno) vykazuje specifickou reakci s vodou, která se užívá při hydrataci za vzniku hydroxidu - hašené vápno. Zároveň je reakce doprovázena uvolněním značného množství tepla. V procentuálním vyjádření zabírá dvoucifernou

⁵ STRATILOVÁ, Lenka. *Identifikace novotvořených minerálních fází v betonu dlažebních kostek: Bakalářská práce*. Brno, 2010.

číselnou hodnotu ještě oxid křemičitý (SiO_2). V neposlední řadě jsou zastoupeny další oxidy, které se vyskytují v daleko menším zastoupení než první dva oxidy.

To se děje při tuhnutí a tvrdnutí. Formují se mnohé krystalky hydrosilikátů, které obsahují směs oxidu křemičitého, vápenatého a vody. Poměr oxidů se dále zmenšuje, to je doprovázeno vylučováním Ca(OH)_2 . K hydratovaným nesosilikátům se řadí tobermorit ($5\text{CaO}\cdot 6\text{SiO}_2\cdot 5\text{H}_2\text{O}$), afwillit ($3\text{CaO}\cdot 2\text{SiO}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$), hillebrandit ($2\text{CaO}\cdot \text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$) a xonotlit ($6\text{CaO}\cdot 6\text{SiO}_2\cdot \text{H}_2\text{O}$).⁶ V chemickém vzorci se liší pouze počtem zastoupení molekul jmenovaných oxidů vápníku a křemíku a vody. Nesosilikáty jsou tvořeny tetraedrickou strukturou, jíž je součástí vápenatý kation. Tyto minerály jsou stálé a odolné.

2.1.9 Vlastnosti standardních betonových směsí

Délka trvanlivosti zhotoveného betonu po vytvrdnutí je ovlivňována mnoha faktory. Určující je kvalita použitých složek (kameniva, cementu) a jejich správný poměr. Vzhledem k použití betonu se dbá na mechanické vlastnosti, do nichž se řadí především pevnost. Pevnost v tlaku je v širokém intervalu v závislosti na konkrétní pevnostní třídě betonu. Spodní hranice je 5 MPa, na druhém konci se pohybují betony označovány jako vysokopevnostní s hodnotami nad 50 MPa. Odolnost betonu v ohybu se vyskytuje rámcově v rozmezí 10 - 15 MPa.⁷ Všeobecně se pevnost získává po dobu zrání, účinkem četných endogenních a exogenních faktorů (endogenní - složení receptury, přísady; exogenní - teplota prostředí, technologie zpracování). Vyžadování údržby betonového povrchu jsou malé. Při účinku vyšší teploty okolního prostředí je betonová směs předurčena k rychlejšímu rozvoji pevnosti i výslednému zrání, jelikož je schopen uchovat si svoji teplotu, a tím zajišťuje teplotní stálost.

⁶ HÚŠŤAVOVÁ, Jana. *Vývoj betonů s omezenými objemovými změnami: Bakalářská práce*. Brno, 2016.

⁷ MIKULINEC, David. *Betony s vyšší odolností vůči působení vysokých teplot: Diplomová práce*. Brno, 2012.

2.1.10 Chemismus degradace betonu

Za průběh snížení kvality jsou odpovědné fyzikální a chemické vlivy. K ovlivnění materiálu dochází působením nízkých nebo vysokých teplot. Naopak chemickému působení je beton vystaven hlavně v otevřeném terénu. Na zřetelné degradaci se pak účastní ionty ze spodních vod nebo obsažených v zemině a v neposlední řadě i kyselá dešť. K tomu přispívá počet pórů ve struktuře, je-li jejich četnost velká, je povrch struktury méně chráněný proti napadení betonu agresivními plyny a kapalinami. Takovým příkladem je voda s nízkou hodnotou pH vyskytující se v oblasti značné kyselosti. Rozkladný účinek mají tudíž i kyseliny.

Kromě logického vlivu silných anorganických kyselin (např.: dusičná, chlorovodíková) reaguje anorganicky slabá kyselina uhličitá, jež je tak nestálá, že její stabilita je malá, tak se rozkládá zpět na původní látky, ze kterých vznikla, těmi jsou oxid uhličitý a voda. Při první fázi působení kyselina uhličitá pozitivně na zpevnění, jelikož se podílí na tvorbě uhličitanu vápenatého, jenž se špatně rozpouští. Ale opakovaným napadením a působením přeci jen dochází k částečnému rozpouštění, které naznačuje rovnice:



Chemická rezistence betonu při kontaktu povrchu se slabými hydroxidy je uspokojivá, avšak vůči silným hydroxidům je výše odolnosti nedostatečná.

Restrikce délky životnosti se projevuje při intenzivním působení teploty a vzdušné vlhkosti. Působením oxidu uhličitého ze vzduchu se beton od své svrchní vrstvy stává zárodkem pro nové karbonáty (uhličitany). V prvním úseku se neutralizuje hydroxid vápenatý. Obvykle je proces zakončen rekrystalizací uhličitanu vápenatého. Postupem času a při nepříznivých působících vlivů prostředí beton dále degraduje. Jeden z defektů se rozvíjí kvůli vyluhování hydroxidu vápenatého z betonu, čímž se oslabuje jeho struktura. Negativní dopad způsobují taktéž koroze (např.: síranové, atmosférické).

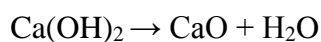
2.1.11 Teplotní odolnost betonu

Při teplotní odolnosti se sledují kritické teplotní zlomy v souvislosti s destruktivními procesy v měřeném materiálu. Při nadměrnému vystavení žáru vyvstává do popředí i role kameniva, která může do jisté míry ovlivnit snížení odolnosti betonu jako celku. Vápencové kamenivo vykazuje vyšší pevnost při zvýšené teplotě než křemičité kamenivo. U betonu při mírném zvýšení teploty do 80 °C dochází k úniku kapilární vody, která je specifická tím, že je schopna vyplnit existující póry o velikosti menší než je 1 mm.

Při působení teploty 100 °C se dostavuje prvotní rozrušování struktury pórů. Příčina je ve zvětšení propustnosti pro přítomnou vodu, která se vlivem teploty odstraňuje. Spolu s tím se začínají měnit vlastnosti betonu, poněvadž s odchodem vody se zvyšuje sice jeho pevnost, ale na druhé straně je to spojeno se ztrátou modulu pružnosti. Dochází k zahájení rozkladného procesu dehydratace vody, ale i počátečnímu rozkladu přítomných chemických sloučenin. Již před dosažením hodnoty 150 °C dochází k rozkládání ettringitu ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 3\text{CaSO}_4\cdot 32\text{H}_2\text{O}$). Teplota zbavuje sloučeninu postupně vody. Proces se dá vystihnout touto chemickou rovnicí:

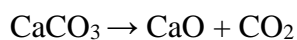


Nad teplotu 200 °C se začíná postupně uvolňovat voda, která je vázána fyzikálně. Při vystavení betonu teplotě nad 300 °C se projevuje další rozklady vápenatých hydrosilikátů (CSH) a portlanditu ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) dle reakčního schématu:



Taktéž začínají vznikat v soustavě zásadní mikrotrhliny. Kamenivo, které je nejvíce citlivé na zvýšenou teplotu a podléhá jeho vlivu, je křemičité kamenivo. V okolí teploty 550 °C dochází k rekrystalizaci křemene, jenž je v něm obsažen. Transformuje se z původní triklinické soustavy nově na hexagonální. Tato změna s sebou přináší negativní efekt vzhledem k objemové expanzi a rozrušení struktury a vazeb s cementovým tmelem.

Při dosažení teploty 400 °C je dosaženo vrcholu rozklad hydrosilikátu vápenatého, který je souběžně doprovázen rozkladem uhličitanu vápenatého.⁸



Před dosažení úplné destrukce cementového tmelu při hodnotě 900 °C nastává uvolnění plynu, který svojí expanzí narušuje strukturu ve svém nejbližším okolí. Jedná se o oxid uhličitý, jenž je produktem procesu dekarbonatace vápencového druhu kameniva. Absolutní rozklad je dovršen při teplotě 1300 °C, kdy probíhá tavení v celé fázi betonového materiálu.

Kromě degradace materiálu je nebezpečný doprovodný proces explozivní odprýskávání betonu vlivem zvýšené teploty. Identifikace tohoto procesu je při sledování odlupování částí betonu, které vedou k tvorbě hlubokých defektů ve struktuře.

2.2 Hlinitokřemičité vrstvy

2.2.1 Popis materiálu a chemismus

Hlinitokřemičítá pojiva se vyznačují ve své základní struktuře základní stejnojmennou maticí, k níž se přidává plnivo, jež je charakterizováno požadovanou velikostí zrna, které je udáváno v určeném intervalu. Hlavní roli mezi prvky ve vstupní látce mají hliník a křemík. Kromě nich lze uplatnit přídavek vodní skla. Pro hlinitokřemičitou vrstvu lze užít i obecnější název geopolymery, který se začal používat ve smyslu označení pro anorganické polymerní materiály nejprve ve 20. století.

Dle systematického rozdělení hlinitokřemičitanových pojiv se rozčleňuje základní složka, kterou tvoří poculán nebo struska. Poculán je v pevném skupenství tvořen malými částicemi popílku. Druhá alternativa je založena na spotřebování odpadního produktu z vysokých pecí nebo ocelářství. Podle těchto druhů se určuje druhové jméno použité

⁸ FLETCHER, Ian A., Stephen WELCH, José L. TORERO, Richard O. CARVEL a Asif USMANI. *The behaviour of concrete structures in fire* [online]. [cit. 2017-05-15].

strusky. S ohledem na druhy strusky jsou tyto alkalicky aktivovaná pojiva více chemicky různorodé.

Vodní sklo zde představuje zástupce $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Chemicky je označováno též jako vodní roztok křemičitanu sodného.⁹ V důsledku toho se začínají iniciovat chemické reakce. Výhodou je možnost realizace za standardních podmínek, čímž se ušetří náklady při výrobě, jelikož není zapotřebí působit zvýšeným tlakem ani teplotou. Základním principem je průběh rozpouštění křemičitých a hlinitých oxidů primárně obsažených v materiálu.

K zahájení reakčního sledu je nutností přítomnost alkalického prostředí a taktéž je nezbytností snadná rozpustnost vstupujících složek do reakce, za tímto účelem vstupní látky obsahují vysoký podíl oxidu hlinitého a oxidu křemičitého. Neméně důležité je užití jemně namleté práškové složky (v řádech μm). Při splnění těchto zahajovacích podmínek dochází k rozpuštění vstupních látek v pevné fázi (prášková složka: metakaolin, struska, apod.). Jako další fáze následuje tvorba gelu a polykondenzace se vznikem nových vazeb ve struktuře konečného produktu.

2.2.2 Vlastnosti

Obecně geopolymery tvoří užší podskupinu polymerních materiálu anorganického typu. Vznikají při geopolymeraci z hlinitokřemičitanů, přičemž dochází k utváření jednoduchých vazeb mezi křemíkem kyslíkem a hliníkem. Jejich tepelné vlastnosti jsou ovlivněny nízkým indexem teplotní vodivosti, tudíž je lze využít při požadavcích na rezistenci vůči působení žáru.

⁹ PODMANICKÁ, Stanislava. *Příprava hlinitokřemičitého kompozitu na bázi vodního skla: Bakalářská práce*. 2013.

2.2.3 Kinetika

Proces vzniku geopolymery lze systematicky rozčlenit do několika základních etap. Primárně se rozruší původní vazby kyslíku s atomy křemíku a druhá přítomná vazba v molekule typu křemík-kyslík-hliník. Zánik těchto vazeb je přímo ovlivněn působením silné zásady. Tím vytlačuje sodík (pocházející z vodního skla) z původní vazby křemík a postupně se vytváří koagulované struktura.

Výsledné vytvrzení je rozčleněno v několika sousledných krocích. Nejprve začínají reagovat kovalentní vazby Si-O-Si. Vlivem přídavku alkálie se rapidně zvyšuje hodnota pH nad neutrální hodnotu 7 a společně s působením hydroxylových skupin se přeměňuje rozdělení elektronové hustoty týkající se atomů křemíku, toto působení je impulsem pro rozpad původní vazby Si-O-Si.

Sodný kation přítomný z vodního skla (alkálie) vytěsňuje křemík popřípadě hliník, tímto nahrazením se v alkalickém prostředí objevuje stabilní aniont ve formě Si-O-Na⁺. V případě působení OH skupiny na prvkově nesymetrickou molekulu Al-O-Si se dostavuje obdobný princip, při němž však vznikají komplexy obsahující hliník. V závislosti s intenzitou zásaditého pH se objevují komplexy typu Al(OH)⁴⁻ nebo Al(OH)₆³⁻. Po úvodním narušení vazeb Si-O-Si se tvoří hydroxylové komplexy křemíku (Si(OH)₄). V závěrečné fázi se produkty dotvářejí vysrážením.¹⁰

Při vytváření struktury geopolymerního pojiva se vytváří chemicky definovaný Na₂O·Al₂O₃·2SiO₂·nH₂O gel, zkráceně jen NASH gel. V tomto tkví hlavní rozdíl mezi geopolymery a hydratací cementu. Tento gel obsahuje ve svém uspořádání tetraedry křemičité a hlinité. Sodíkové kationty se nacházejí mimo preferované atomové polohy trojrozměrné strukturní sítě. Naopak hydroxylové skupiny jsou seskupeny až na povrchu gelu, ale celkový dopad na celkové vlastnosti je zanedbatelný.¹¹

¹⁰ PODMANICKÁ, Stanislava. *Syntéza a charakterizace Epoxy - Geo hybridních kompozitních systémů: Diplomová práce*. 2015.

¹¹ CAIJUN SHI, Shi, Ana FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ a Angel PALOMO. *New Cements for the 21st Century: The Pursuit of an Alternative to Portland Cement* [online]. 2011 [cit. 2017-03-29].

2.2.4 Hlinitokřemičitá prášková složka

Prášková složka je v převážné většině složena z amorfni části. Vzniká ze vstupních látek, kterými jsou metakaolin a jemné mletá vysokopecní struska. Tyto základní složky dávají výsledné matici výsledné chemické složení. Podstatnými prvky jsou zejména křemík a hliník, ty se podílejí svojí reaktivitou na chemických procesech při reakci se silným roztokem alkalického charakteru, jež obsahuje značné zastoupení oxidu hlinitého a křemičitého. Zdroje oxidu hlinitého a křemičitého jsou v drtivé většině případů z přírodních zdrojů (např. jílové minerály) kvůli ekonomickému aspektu, avšak existuje i možnost přípravy ze surovin syntetického původu, ale takový způsob není rentabilní. K reakční iniciaci zásadních prvků slouží sodný nebo draselný křemičitan, to záleží na konkrétním typu práškové složky.

2.2.5 Vodní sklo

Vodní sklo je vodným roztokem křemičitanu sodného nebo draselného, používá se pouze v kapalně formě a slouží jako zástupce silně alkalického roztoku. Mezi charakteristické fyzikální vlastnosti patří bezbarvost a průhlednost. Vypovídající je údaj o hustotě, jenž je v těsné vazbě s koncentrací a vstupním složením. Určující vlastností je především jeho molární poměr mezi oxidy křemičitými a draselnými (draselné oxidy je možno substituovat sodnými oxidy). Důležitý je obsah vody, oxidu sodného a křemičitého. Dalším výstižným parametrem je křemičitý modul, jenž udává molární poměr mezi křemíkem a sodíkem.

V minulých letech bylo těžiště využití v potravinářském odvětví na konzervaci vajec, ale postupem času se objevily další rozsáhlé možnosti využití ve stavebnictví, které momentálně hrají klíčovou roli při uplatnění vodního skla. Rovněž se vodní sklo používá při výrobě silikagelu, jenž váže vzdušnou vlhkost, nebo jako součást některých čisticích prostředků (detergenty).

2.2.6 Keramické plnivo

Tato přísada je tvořena jílovcem, který má vrstevnatou strukturu. Tato hornina je zdrojem minerálů. Mezi nimiž převládá kaolinit ($\text{Al}_4(\text{OH})_8\text{Si}_4\text{O}_{10}$), jenž vzniká působením fyzických přeměn za procesu zvětrávání. Chemicky se původně transformoval z magmatických hornin. Keramické plnivo je na bázi páleného lupku, jenž je vyhledáván pro svoji teplotní stálost, za to je zodpovědný vysoký podíl oxidu hlinitého. Složka lupku v geopolymerech pozitivně působí na zvýšení pevnosti po době vytvrzení a činí tak vrstvu odolnější vůči mechanickému porušení.

2.2.7 Vlákna

Pro vytvrzení a zpevnění samotného geopolymerech je možno přidat, při zhotovování do připravované směsi, vlákna. S ohledem na použití, množství a tloušťku vrstvy je vhodné zvolit vhodnou délku vláken. Existuje několik druhů vláken pro aplikaci ve stavebnictví. Mezi hojně využívaná patří skelná a čedičová. Čedičová vlákna se vyrábějí ze stejnojmenné horniny. Čedičová hornina, ze které se vyrábějí vlákna, musí nutně obsahovat 46% oxidu křemičitého.¹² To zajišťuje použití horniny s kyselým charakterem. Jsou chemicky tvořena z většiny své podstaty oxidem křemičitým.

Jejich povrch je obvykle impregnován. Nejsou běžnou součástí do hlinitokřemičité vrstvy, avšak jejich použití se nevylučuje v rámci zpevnění struktury vrstvy, zvláště je-li aplikována na jiný povrch, který již je po době zrání. Zabráni se tak většímu vnitřnímu pnutí vrstvy při vytvrzování.

¹² FIORE, V., T. SCALICI, G. DI BELLA a A. VALENZA. *A review on basalt fibre and its composites* [online]. 2015 [cit. 2017-06-23].



Obr. 1 Čedičová vlákna

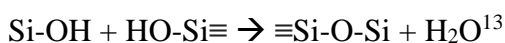
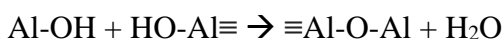
2.2.8 Teplotní odolnost vrstev

Geopolymery jsou nehořlavé a vůči působení vysoké teploty jsou značně odolné. Pokud je jejich povrch kompaktní s minimem pórů, jsou schopny odolat teplotám do 1000 °C. Úzce související vlastností je teplotní vodivost, která u nich dosahuje velmi nízké hodnoty. To způsobuje pomalejší prostupování tepla materiálem. Působením zvýšené teploty nedochází u geopolymery ani k zásadní změně velikosti tak, že by se materiál výrazně rozpínal nebo naopak smršťoval.

Keramické pojivo a čedičová vlákna jsou velmi teplotně stabilní. Nedochází téměř k žádné významné degradaci. Tudiž složkou, jež je náchylná vůči vysoké teplotě, je vodní sklo. Voda, jež je součástí tohoto skla, se postupně uvolňuje. Na celém intervalu v rozmezí od laboratorní teploty až po maximální teplotní hodnotu vystavenou vůči vzorku (1000 °C) je hlinitokřemičitá vrstva velice stabilní a zachovává si původní metrické rozměry.

Hmotnostní pokles je jen v řádu jednotek procent, tudíž materiál nevykazuje žádné značné odchylky v mechanických vlastnostech. Nepatrně lze regulovat výsledné snížení hmotnosti použitých druhem pojiva, ale rozdíly v absolutních hodnotách jsou bezvýznamné.

Voda v kapalném formě kapalném a následně v plynném skupenství proudí zevnitř vrstvy cestou nejmenší odporu a tudíž se dostává na povrch přednostně existujícími póry ve struktuře. Pokud je materiál vysoce hutný, je cesta vody delší a její odchod pozvolnější, ale následky na devastaci jsou v této rovině závažnější. Ve větším intervalu teploty zasahujícím až k teplotě 600 °C je identifikována další fáze, kterou vystihuje zvýšená reaktivita hydroxylových skupin (- OH). Po odchodu vody se zbývající materiál ještě více zhutňuje, nýbrž se vyplňují vzniklá prázdná místa, ve kterých se dříve vyskytovala voda, se zacelují, tím dochází k určitému zvýšení stability. Hydroxylové skupiny se účastní chemické reakce (v oblasti 300 - 600 °C) dle schématu:



Vhodnou orientací v prostoru probíhá reakce odštěpení hydroxylové skupiny za vzniku molekuly vody, která se vlivem teploty dostává mimo materiál a vzniká nová molekula. Do dosažení 900 °C prodělává hlinitokřemičitá vrstva procesy kompaktizace sklovitým slinováním. Tak se dostavuje zhutnění celkové struktury materiálu a následné zlepšení mechanických vlastností.

2.3 Teplotní analýzy

2.3.1 Termogravimetrická analýza

Mezi termickými analýzami má prvořadé postavení termogravimetrie (TGA). Obecně se sleduje pomocí praktických metod určitá veličina v závislosti na působení teploty. Konkrétně u TGA je monitorována hmotnost. Stěžejními kritérii jsou především její změny v závislosti na hodnotě teploty po dobu měřeného časového úseku. Při naměření úbytku hmotnosti analytu, lze usuzovat na vývoj odparu při procesu odpařování, tedy při přechodu z kapalně fáze na plynnou fázi nebo na sublimaci, při které je počátkem tuhé těleso, které se vlivem teploty přeměňuje na plyn. Při zjištění protichůdného následku

¹³ VICKERS, L. *Thermal properties of geopolymers* [online]. 2015 [cit. 2017-05-11].

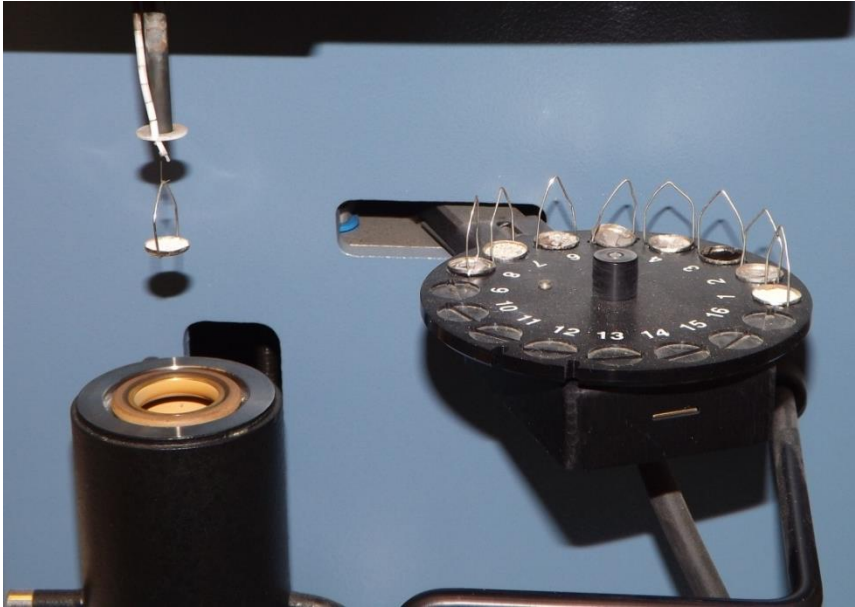
teplotního zatížení (nárůst hmotnosti) dochází k expanzi. Tento jev může mít několik příčin. Jednou z nich je oxidace, při níž se vstupní analyt zoxidoval, nebo druhá varianta se zakládá na principu navázání látky na vnější pevnou část a následném propojení chemickou vazbou, což se označuje jako chemisorpce.

Mechanismus se skrývá v soustrojí termováh. Na jedné straně ramena, kde je umístěn vzorek, probíhá změna jeho hmotnosti, přičemž druhé rameno se upravuje elektromagneticky, aby váhy byly stále v rovnováze. Jednotlivé kompenzace se zaznamenávají a z těchto dat vzniká výsledný termický graf, který posléze slouží jako podklad pro detailní analýzu výchozího materiálu.

Mezi významné parametry ovlivňující každé termogravimetrické měření patří již samotné navažování vzorku. Ideální vlastnosti vstupujícího vzorku, ke kterým analytik tíhne, jsou homogenita a vhodná velikost vzhledem k povrchu pánvičky. Další specifická kritéria se týkají přednostně nastavení teplotního režimu, používané atmosféry (např.: oxidační, redukční) v analyzátoru a tyto eventuální možnosti se dají vhodně volit přes aplikaci propojenou přímo s měřícím přístrojem.

Výstupní informací pro podrobnější revizi a přímé porovnání získaných dat je termická křivka, ze které je možno vyčíst požadované hodnoty teplot, při nichž došlo ke zjevné změně hmotnosti. Vedle nich jsou důležité i časové úseky, kdy se vyskytovala určitá teplotní stabilita a naopak intervaly, při kterých se projevila patrná diference v dílčím úbytku nebo nárůstu hmotnosti.¹⁴ Jisté úskalí tkví již při počátečním ohřevu na základní teplotu, od které se začíná provádět daná analýza, tím může dojít ke zřejmému ovlivnění zkoumaného vzorku.

¹⁴ PŘINDIŠ, Jan. *Termogravimetrická analýza kompozitních materiálů: Diplomová práce*. Zlín, 2009.



Obr. 2 TGA analyzátor Q500

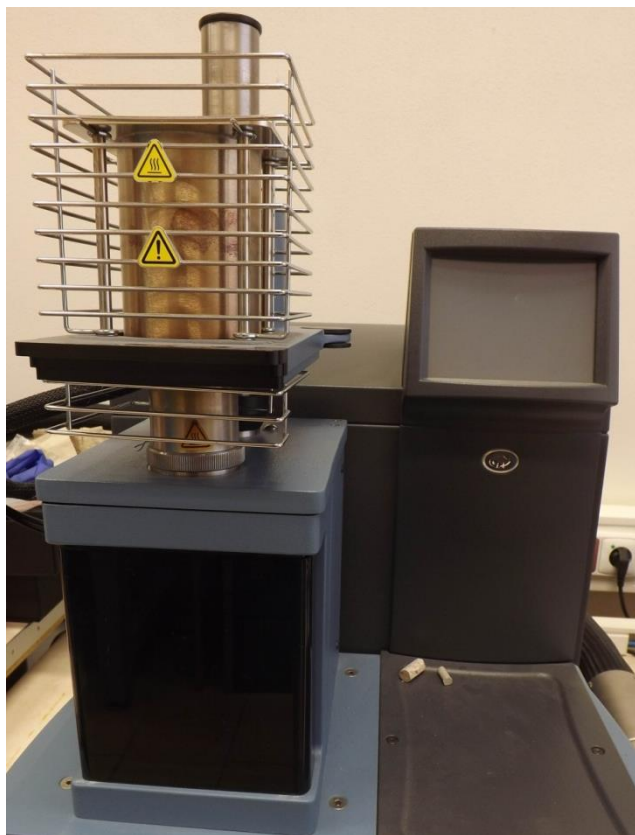
2.3.2 Termomechanická analýza

Tato analytická metoda pracuje se závislostí teploty na smrštění nebo expanzi materiálu a konkrétní přístroj zaznamenává explicitní hodnoty odpovídající jakékoliv změně velikosti odpovídající rozměru strany. Při tomto stanovení je zásadní, aby měřicí sonda působila na vzorek pouze s nezbytně nutným tlakem pro zajištění dostatečné stability vzorku při celém průběhu měření, jakýkoliv vyšší tlak by výrazně zkresloval přesnost výsledků. Před kterýmkoliv stanovením, je nadmíru žádoucí provést příhodné operace vedoucí k náležitému opracování měřeného vzorku jako je zarovnání obou podstav, čímž se zajistí stabilita při následném rozboru.

Než dojde k termomechanické analýze, měřicí sonda přeměřuje vstupní vzorek. Nárůst teploty během testování exempláře je možno přednastavit jako lineární nebo sinusový průběh. První varianta představuje přímý průběh na nastaveném teplotním úseku, kdežto druhá alternativa teplotního přírůstku nejprve stoupá a posléze klesá kolem předem definované teploty.

Ze získaných výsledků TMA je možno, pomocí speciálního příslušenství a individuálního nastavení, identifikovat mnoho fyzikálních parametrů (např.: počátek tání

materiálu, viskozitu, modul pružnosti). Tato výlučná metoda také spolehlivě odhalí proces krystalizace.¹⁵



Obr. 3 TMA analyzátor MTMA Q400

2.3.3 Teplotní expozice

Pro přehledné zobrazování teploty tělesa slouží metoda termografie, která je schopna sofistikovaně graficky rozlišovat teplotní body nebo teplotní pole na povrchu velkých těles. Stěžejním výstupem zpracovaných dat teploty je termogram. Obvykle se pro jeho znázornění užívá transparentní metody vizuálního zobrazení barevné škály v závislosti na hodnotě teploty (odstín jedné konkrétní barvy nebo systém na sebe navazujících barev dle jejich intenzity). Termografie má početné využití ve stavebnictví pro sledování odolnosti materiálů vůči teplotě, další uplatnění je i v medicíně.

¹⁵ KLOUŽKOVÁ, A., P. ZEMENOVÁ a J. KLOUŽEK. *Termická analýza: Zřízení laboratoře pro praktickou výuku termické analýzy se zaměřením na anorganické nekovové materiály*. Praha: VŠCHT Praha, 2012.

Na zjištění teplotní změny materiálů se dá použít bezkontaktním měřením (např.: termokamera) anebo přímo při kontaktu s materiálem (např.: termočlánek).

Termokamera je složena z několika podstatných součástí. Objektiv je tvořen spojkovou čočkou, která má pro účely kvalitního zaznamenávání termických údajů upravený povrch, proti odrazu infračerveného záření.

Termokamera funguje na principu měření infračerveného záření. Řídí se podle Kirchhoffova zákona. Záření zaznamenané termokamerou se skládá ze tří klíčových složek, které jsou specifické pro každý materiál, a jsou to emisivita, reflexe a transmise. Stupeň emisivity popisuje schopnost materiálu vysílat infračervené záření. Velikost emisivity hraje roli i při interpretaci dat v softwarové aplikaci, a tudíž je zapotřebí ji zohlednit v nastavení programu při vyhodnocování. Obecně malou hodnotou emisivity se vyznačují ty materiály, jež mají lesklý povrch. Naopak beton vykazuje vysoký stupeň emisivity, který není závislý na teplotě. Nabývá hodnoty až 0,95 (maximální stupeň emisivity je 1, ten odpovídá 100% vysílání IR záření materiálu, ale tato mezní hodnota se v praxi nevyskytuje, její aplikace se pohybuje pouze v oblasti pro teoretický stav).

Stupeň reflexe je vlastnost materiálu, která představuje míru odražení IR záření. Vyšší schopnost odrážet toto záření mají materiály, jejichž povrch je hladký nebo povrchově upravený, aby dosahoval vyššího lesku. Úroveň transmise udává podrobnější informace o tloušťce materiálu, protože odpovídá stupni propustnosti IR záření do materiálu.

Při zvolení kontaktní techniky se termočlánek zavádí přímo do materiálu a musí být dále propojen kabelem s odpovídající ústřednou, která dále navazuje na počítač, ve kterém se sbíhají všechny naměřené hodnoty. K výrobě termočláneků jsou zcela výlučně preferovány kovy, popřípadě kovové slitiny a jejich zapojení je v sérii. Pro použití článku na měření při vysokých teplotách se využívají na zhotovování zejména drahé kovy (platina, rhodium a další). Princip měření spočívá ve vzniku rozdílu napětí na konci vodičů mezi dvěma kovy použitých v termočlátku.

Dvojice požitých kovů či slitin musí vykazovat primárně přítomnost termoelektrického rozdílu, který určuje přesnost článku. Čím vyšší je jejich termoelektrický rozdíl, tím více lze očekávat vyšší přesnost měření. Na jejich rozhraní

dochází ke vzniku elektrického potenciálu, jenž slouží jako zdroj proudu a ten je dále přenášen k vyhodnocovacímu zařízení. V termočláňkové ústředně se shromažďují data ze všech termočláňků.



Obr. 4 Příslušenství k teplotní expozici

Použití elektronických zařízení: a) Termokamera Flir A615; b) Termokamera Variocam HD; c) Termočláňková ústředna ADAM4018

3 Praktická část

3.1 Postup experimentu

Prováděný test teplotní odolnosti betonu s ochrannou vrstvou hlinitokřemičitého charakteru si klade za cíl experimentální ověření, zda by toto propojení bylo vhodné k širšímu využití. Práce je stylizována do několika sousledných etap. Jednotlivé kroky jsou úmyslně voleny s ohledem na logickou návaznost, aby se dalo efektivně pracovat a hospodařit s časem. V první fázi byl vymezen prostor před provedením klíčových teplotních analýz připravit odlitky betonu v několika velikostech. Další fáze se týkala zhotovení ochranné vrstvy a na závěr proběhly teplotní analýzy.

3.1.1 Příprava betonových vzorků

Pro preparaci několika betonových vzorků definovaných parametrů a obsahu Baumitu B30 (označení komerční směsi) a kohoutkové vody o naměřeném pH dosahující hodnoty 6, jež odpovídá požadovanému intervalu pro toto uplatnění. Postupovalo, dle standardní receptury.

Tabulka 1 **Receptura betonu**

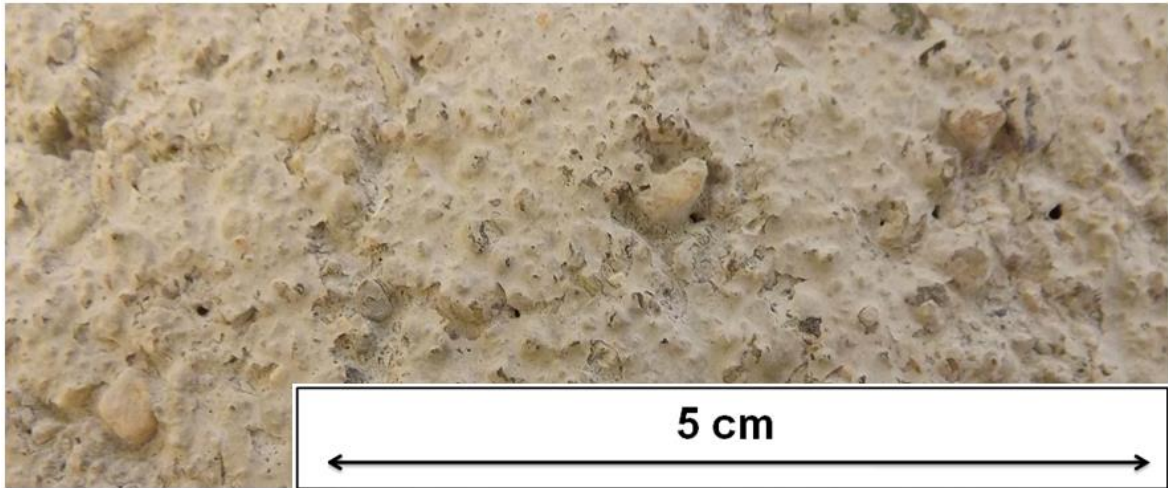
baumit B30	100 %	17000,0 g
voda	11,25%	1912,5 g

Směs Baumitu B30 byla použita jak pro větší prototypy s hladkým povrchem o rozměrech 40 x 25 x 8 cm, tak i pro menší modely s hrubou stranou o rozměrech 30 x 20 x 5 cm. Nejdříve se odvážíla příslušná betonová složka (cement s kamenivem) na digitálních vahách, následně se odměřilo přesné množství vody dle receptury a po postupném přidavku vody došlo k promíchání směsi. Doba míchání probíhala pravidelně v rozmezí 6 - 9 minut. Při mísení velkého množství betonové směsi najednou bylo nutné dbát zvláště na vznik co nejvíce homogenní směsi. Toho se dá docílit opětovným promícháním při úbytku množství v nádobě, aby se zabránilo usazení nerozmíchaných složek na okrajích dna.

Před litím betonu do připravené formy, bylo zapotřebí provést opatření k zlepšení vyjmutí uzrálého betonu, čímž bylo použití oleje ve spreji na vnitřní strany formy. V průběhu vyplňování betonem připravené formy ke zrání je potřebné dbát opakovaným mícháním zbylé směsi, co největšího zajištění homogenity. Během plnění forem se prováděl opakovaně úkon na třepacím stroji, k zabránění vzniku nadměrného množství vzduchových otvorů ve výsledném produktu a lepšímu vyplnění směsi po celém objemu formy. V případě přípravy větších vzorků byla tato metoda nevyhovující, tudíž byla zvolena ruční mechanická alternativa. Zvláštní pozornost je zapotřebí vynaložit na vznik styčné plochy, kterou můžeme ovlivnit. Úprava stěrkou k vytvoření hladkého povrchu je nezbytná. Po provzdušnění je přínosem působení mírného tlaku vhodným předmětem k vyvolání vystoupení vody na povrch, aby se vnější vrstva zatáhla do jednolité struktury.

Před uložením naplněné formy ke zrání se profylakticky provedlo vytvoření místo pro termický článek k nadcházející teplotní analýze. Vhodná trubička se zavedla kolmo doprostřed směsi a další dvě ve stejných vzdálenostech, jedna na levou stranu a druhá trubička na opačnou. Po minimální době vytvrzení 24 hodin, se vyjmula forma a betonové bloky se uložily, aby získaly maximální možnou pevnost procesem dozrání po dobu 28 dní. Formy prošly procesem odstranění drobných zbytků betonu a byly uskladněny pro další série přípravy, přičemž se větší betonové kvádry připravovaly po pěti kusech a menší v počtu tří exemplářů. Pro beton bylo zavedeno několik parametrů týkajících se jeho povrchu, které byly předmětem sledování.

Povrch	a) hrubý (obr. 5)	
	b) hladký (obr. 6)	
	c) suchý	
	d) impregnovaný	1) vodou 2) vodním sklem



Obr. 5 **Hrubý povrch betonové desky**



Obr. 6 **Betonová deska s hladkým povrchem v dřevěné formě**

Připravená pro nanášení vrstvy, na okrajích formy je vidět akrylátový tmel, rozměry 40 x 25 cm (bez rámu)

3.1.2 Příprava ochranné vrstvy

Po době uzrání betonových prototypů je ideální čas pro přípravu geopolymerní vrstvy. Předem bylo stanoveno prozkoumání několika proměnných. Zevrubné prošetření se týká tloušťky nanášené vrstvy. K otestování se připravily dvě dimenze tloušťky 0,5 cm a 1 cm. Dalším bedlivě sledovaným parametrem je povrch betonu. Vysokou prioritu zaujímá taktéž průzkumu adheze vrstvy na hladký a hrubý povrch. Následující kritérium se

opět vztahuje k povrchu betonu, jde o zvlhčení betonu vodou před aplikací geopolymerní vrstvy nebo s dostatečným předstihem impregnace povrchu vodním sklem, prvotní alternativa je nanášení na rovnou na suchý beton. Rovnou do nádoby míchacího zařízení se odváží na váhách základní prášková složka (definovaný obsah: SiO₂ 46,54 %; Al₂O₃ 27,08 %; CaO 17,07 %; MgO 3,52 %; TiO₂ 2,04 %; Fe₂O₃ 0,86 %; K₂O 0,55 %; Na₂O 0,08 %; ostatní 0,35 %).¹⁶ Následně se odměřilo v kapalném stavu vodní sklo (chemické složení: Na₂O 12,06 %; SiO₂ 23,24 %; H₂O 63,9 %; Ms - křemičitý modul 1,99),¹⁷ jež je žiravina, a proto je zapotřebí postupovat za respektování bezpečnostních opatření (použití ochranných pomůcek: brýle, rukavice).

Tabulka 2 **Receptura vrstvy**

Prášková složka	100 %	650 g
Vodní sklo	100 %	650 g
Plnivo keramické	250 %	1625 g
Plnivo čedičová vlákna	0 - 5 %	0 - 32,5 g

Vodní sklo se přilévá do práškové složky a nechá se automaticky promíchávat přístrojem po dobu intervalu 6 minut. Mezitím dojde k odběru přesného množství ostřiva o velikosti částic v rozpětí do maximální velikosti 0,5 mm. Po přidavku ostřiva se opět promíchává směs po dobu 6 minut. Smísením práškové složky s vodním sklem, které je druhem roztoku křemičitanu sodného, se zajišťuje rychlejší tuhnutí. Keramické ostřivo snižuje efekt smršťování po vysušení. Bez jeho přidavku by hrozilo vytvoření trhlin ve struktuře materiálu, jelikož by nebyl schopen odolat vnitřnímu pnutí během procesu vytvrzení. Spolu s keramickým plnivem byla v některých případech přidávána i čedičová vlákna, která byla upravena na délku 2 cm a rozptýlena ve směsi pro zvýšení kompaktnosti vrstvy.

Výchozí směs musí mít vhodné vlastnosti k nanášení za pomoci stěrky. Hlavním rysem je dostatečná tekutost. Po prvotním pokusu o použití hmotnostního poměru 10 : 9 ve prospěch základní práškové složky vůči vodnímu sklu, kdy se směs dala nanášet jen

¹⁶ RIEGER, David, Tomáš KOVÁŘÍK, Jan ŘÍHA, et al. *Construction and Building Materials: Effect of thermal treatment on reactivity and mechanical properties of alkali activated shale-slag binder* [online]. 2014 [cit. 2017-04-25].

¹⁷ Tamtéž

s velkými obtížemi, došlo k úpravě poměru za účelem vytvoření řidší směsi. Nový číselný poměr byl 1 : 1. Takto se již obstojně dalo provádět natírání vrstvy, bez problému, aby hrozilo riziko ztvrdnutí před dokončením zarovnání do požadované výšky. Bezprostředně po vytvoření směsi se nanáší na povrch betonu, který je umístěn ve formě.

3.1.3 Nanášení vrstvy

S časovou rezervou je vhodné zajistit odstranění nadbytečných prachových částic na povrchu betonu, sestavení dřevěné formy, která slouží při označení ke sledování výšky vrstvy. K vyplnění mezer mezi formou a betonovou deskou bylo použito akrylátového tmelu za účelem zabránění protékání připravené vrstvy mezi betonem a vnitřním krajem dřevěné formy. Nanášení vzniklé vrstvy se provádí bez prodlení a za použití stěrky a fólie k vyhlazení nedokonalostí na povrchu. Jelikož geopolymerní vrstva se vytvrzuje dříve než beton, je na místě při aplikaci hospodárně nakládat s časem, aby úprava povrchu vrstvy nebyla příliš dlouhá. Po dorovnání do patřičné výšky dojde k mechanickým úpravám přes umělohmotnou fólii, která je následně odejmuta. Pro lepší výsledek po nánosu vrstvy bylo zavedeno mechanické vibrování na vibračním stole, aby dokonaleji unikl vzduch ze spodní části vrstvy.



Obr. 7 Nanášení hlinitokřemičité vrstvy

nanášení a úpravy povrchu vrstvy před vibrací

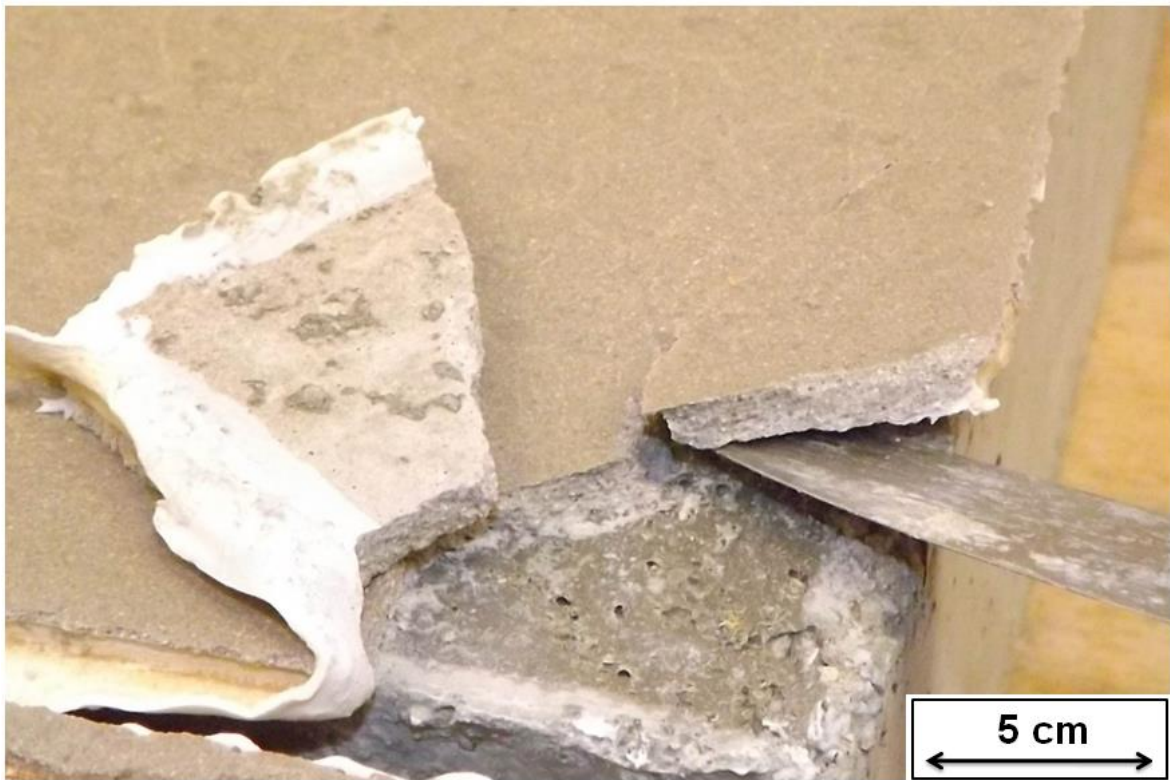
Lze však jen těžko počítat s tím, že by se tento proces dal provádět i ve větším měřítku ve stavebnictví, proto byly zhotoveny i vzorky bez vibrací. Po té je nutné nechat tento sendvičový panel uzrát a věnovat pozornost sledování stavu po uplynutí této doby. Pro zrání bylo vedeno několik možností izolace od okolní atmosféry. Nejprve byl vzorek přikryt v dřevěné formě umělohmotnou fólií s dotykem k vrstvě. Další experimentální variantou bylo překrytí vrstvou plexiskla s dotykem vrstvy na celém jeho povrchu. Následně se ujala aplikace fólie, pomocí tmelu na dřevěnou formu, bez styku s povrchem vrstvy. Po uložení ke zrání je vhodné bez odkladu očistit všechny použité pomůcky, které přišly do styku s geopolymérem.

Dozrívající cyklus probíhal za teploty 25 °C a 34,5 % Rh. Avšak tento údaj není příliš směrodatný, jelikož vrstva zraje v určité izolaci od okolí, aby nevysychala příliš rychle.

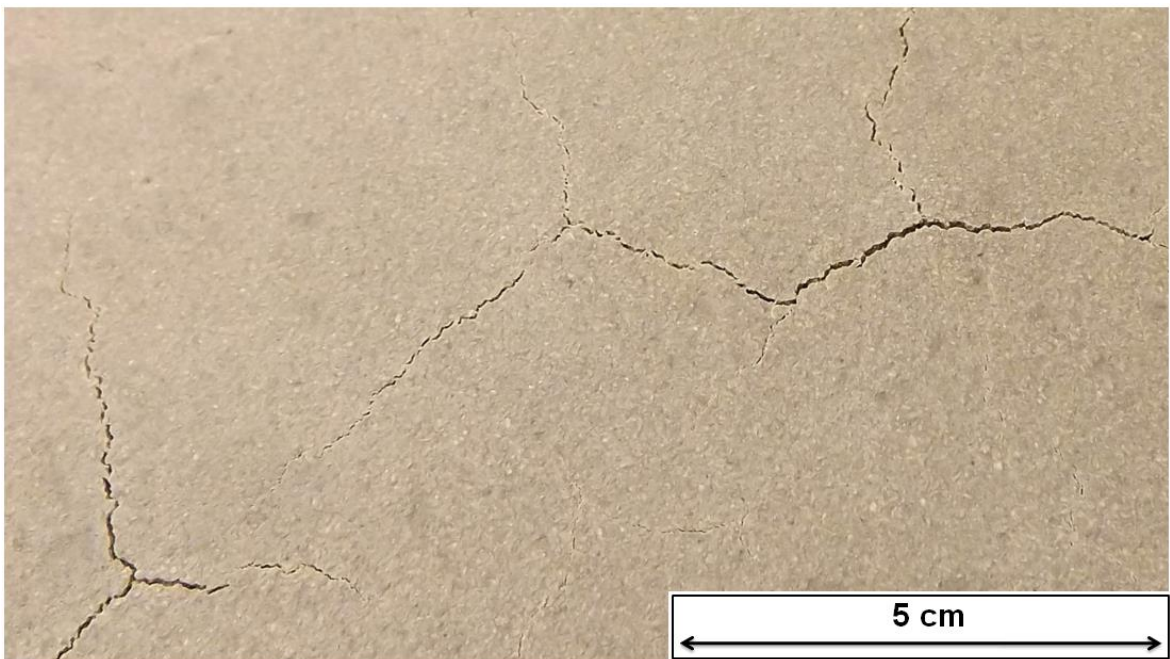
3.2 Výsledky a diskuze

3.2.1 Vrstvy

Úvodní příprava ochranné vrstvy obnášela potíže po vytvrzení, jelikož se objevovaly nejen značné makroskopické trhliny, ale vrstva nedokázala dostatečně přilnout a celá se velmi snadno nechala oddělit od betonu. Proto bylo nevyhnutelné pozměňovat recepturu a upravovat poměr mezi základní maticí a vodním sklem. Přidat maximální množství ostřiva, při kterém se ještě nechá zajistit dostatečné promíchání pro připravovanou směs a hlavně, aby vnitřní pnutí ve vrstvě nezpůsobilo opět povrchové trhliny. Nejprve byly výsledky vesměs neuspokojivé kvůli stále špatné adhezi a vytvoření prasklin v hlinitokřemičité vrstvě. Relativně nejlépe obstál vzorek nanášený na hladký nevlhčený beton přikrytý celou dobou zrání fólií bez styku s vrstvou. První fáze nánosu vrstev poukázala na nezbytnost úpravy receptury a bylo tak nutné zvolit nový odlišný postup.



Obr. 8 Odlupování vrstvy



Obr. 9 Makrotrhliny na povrchu ochranné vrstvy

Avšak ani při této aplikaci se ještě nedostavil kýžený výsledek, jelikož se na povrchu vrstvy po vytvrzení znovu objevily trhliny, ale již jen malé a vlásečnicové. Proto se změnil hmotnostní obsah ostřiva a vrstva byla navýšena na hodnotu 1,5 cm. Když ani to nepomohlo zbavit se všech trhlín, zvolila se cesta s přidavkem vláken, které vyztuží vrstvy proti popraskání. Za tímto účelem se použily v jednom případě polypropylenová vlákna a jako druhá alternativa vlákna čedičová. V obou vzorcích se přidavek nejprve rovnal jednomu hmotnostnímu procentu vztaženému k základní matici vrstvy. Připravená hmota byla zdařilejší s čedičovými vlákny, které se po přidavku ostřiva rozptýlily ve struktuře, kdežto vlákna polypropylenová neinteragovala s hmotou a nedošlo ke smáčení, z tohoto důvodu se upustilo od dalšího použití PP vláken, jelikož by bylo nezbytné upravit jejich smáčivost chemickou modifikací povrchu, což by vedlo k navýšení časové přípravy celé vrstvy.

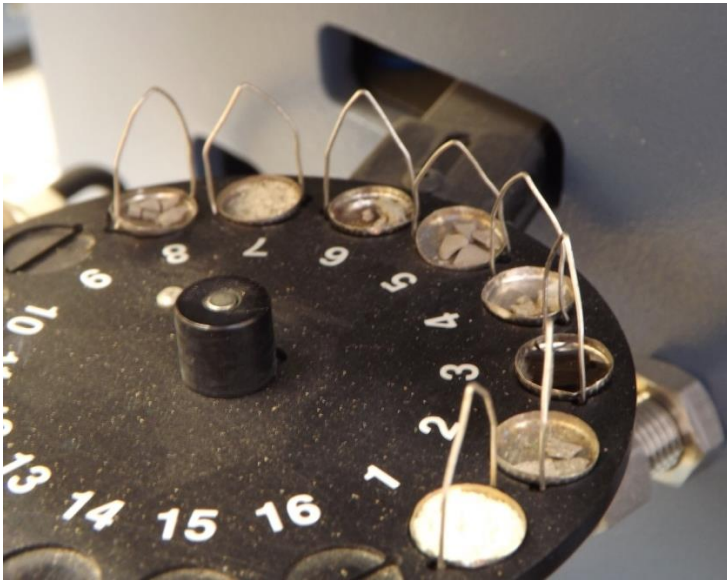
Další experiment byl směřován cestou navyšování procentuální hmotnosti čedičových vláken na 2 a 3 až 5 %. Tato hodnota se ukázala jako horní limit, jelikož při tomto přidavku bylo možné připravit vrstvu jen se značnými technologickými obtížemi. Přítomnost čedičových vláken nepochybně kladně ovlivnila povrch směrem ke zkvalitnění vytvrzení vrstvy, kdy už se neobjevily mikrotrhliny předešlých rozměrů.

3.2.2 Teplotní analýzy

Vzhledem k bližšímu obeznámení s jednotlivými komponenty byly provedeny analýzy, v nichž byly zahrnuty: TGA, TMA a teplotní expozice.

3.2.3 Termogravimetrická analýza

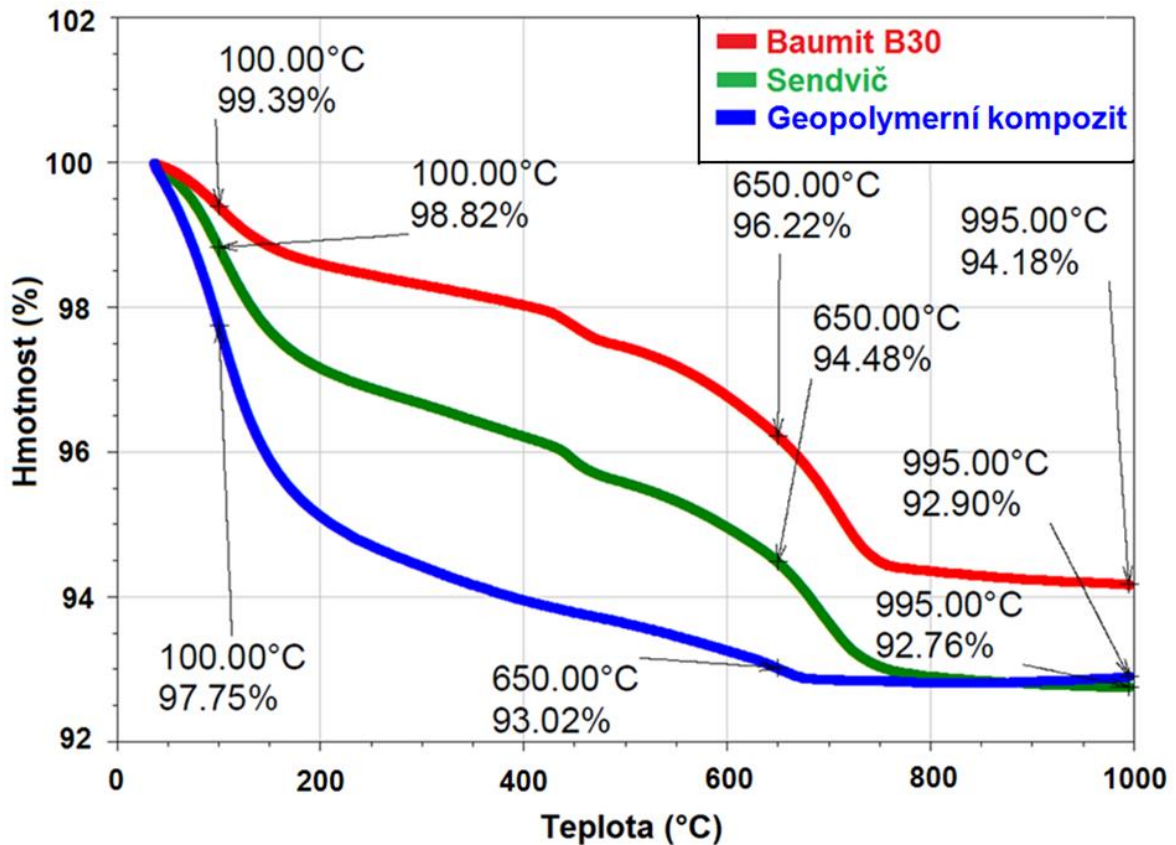
V rámci souladu s probíhajícím experimentem byla využita termogravimetrie ke změření hodnot u zvolených komponentů (ostřivo 0 - 0,5 mm, čedičová vlákna) a rovněž i u finálních složek (beton, geopolymerní kompozit, sendvič). Před analýzou je fáze získání reprezentativního vzorku pevného skupenství a následné navážení za využití digitálních analytických vah s přesností na čtyři desetinná místa. Vzorek se musí vejít na platinovou pánvičku o průměru 50 mm. S ohledem na přesnost je přínosem analýza takové nejvyšší hmotnosti, kterou dovolí velikost pánvičky a objem exempláře. Všechny vzorky byly analyzovány v obecně platném hmotnostním intervalu 5 - 50 mg.



Obr. 10 TGA analyzátor Q500 s připravenými vzorky k měření

Byla tendence navážit vzorky kolem střední hodnoty 25 mg. Přičemž se vyskytly problémy především u čedičových vláken, když nebylo prakticky možné vměstnat na pánvičku vyšší hmotnost nežli 10 mg. Ve vyhodnocovacím programu je možné pozorovat několik hodnot. V základním nastavení lze sledovat průběh změny hmotnosti (procentuální nebo absolutní) na čase nebo teplotě.

Získaná data byla pořízena analyzátozem s označením MTGA Q500. Měření proběhlo za podmínek standardního vzestupu teploty lineárním průběhem na rozsahu hodnot 30 - 1000 °C. Spodní hodnota byla zvolena cíleně, nebyla nutná kalibrace teploty v místnosti. Rychlost nárůstu teploty byla rovna hodnotě 10 °C/min. Další specifické parametry se týkají použité atmosféry. Na vzorek působila standardní atmosféra - vzduch, s průtokem 40 ml/min. a na prostor vah byla vháněna dusíková atmosféra 60 ml/min. Pro detailní vykreslení termogravimetrické křivky byly zaznamenány téměř tři tisíce hodnot. Software související s obsluhou přístroje, dovoluje sériové seřazení více vzorků a pracuje již samostatně. Jedno stanovení trvá 90 min.

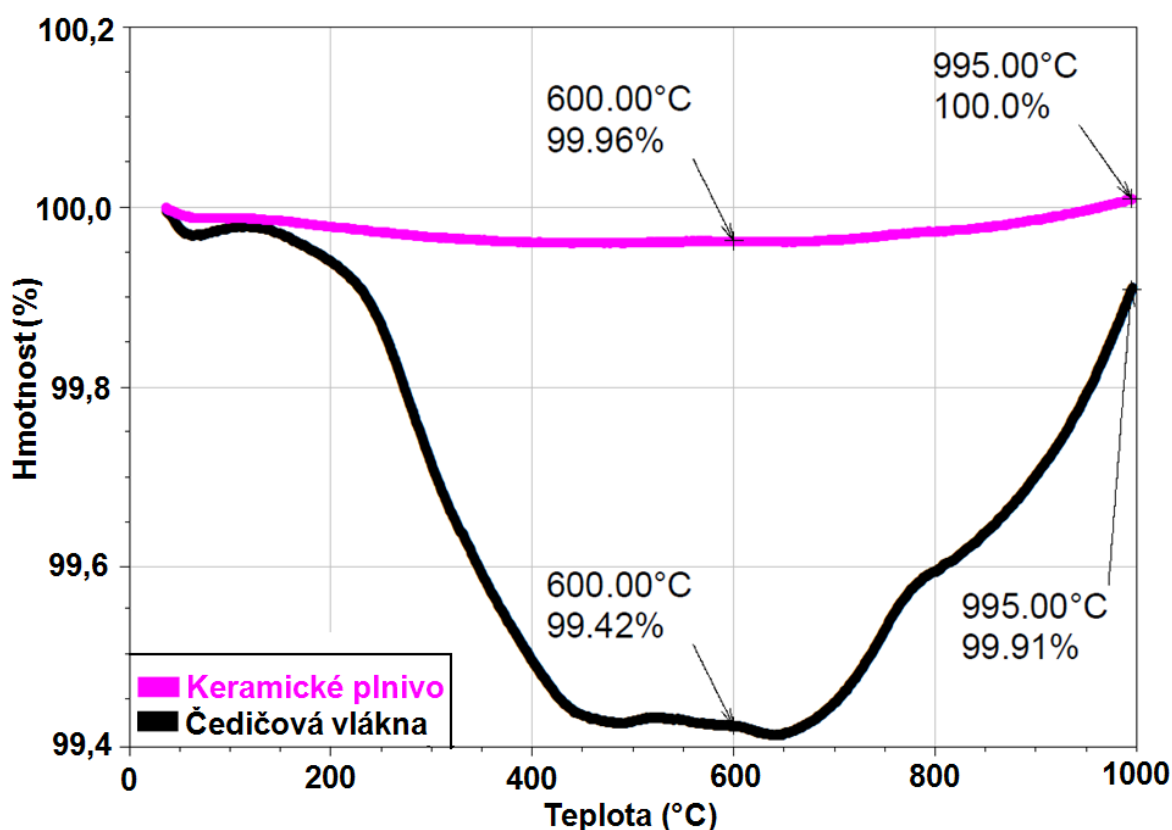


Obr. 11 Termogravimetrický záznam

Pro TGA byly vybrány klíčové vzorky. Z termogravimetrických křivek je evidentně patrné, že sendvič spojuje teplotní vlastnosti betonu a geopolymerního kompozitu, ze kterých je složen, poněvadž se jeho křivka vyskytuje mezi složkami, ze kterých byl zhotoven. Úbytek hmotnosti je zapříčiněn odchodem vody ze všech měřených vzorků. Nejvíce vody pojímá sendvič, který na počátku obsahuje vodu betonu i geo. kom. První kritickou hodnotou je teplota varu vody, kdy je vidět počínající difference v rychlosti úbytku hmotnosti, přičemž u geo. kom. je tento pokles nejcitelnější. Obdobný průběh se odehrává po teplotě 400 °C u Baunitu (beton) a sendviče v podobě ostřejšího poklesu hmotnosti, oproti plynulému poklesu v blízkém okolí, je způsoben rozkladem hydroxidu vápenatého. Modrá křivka potvrzuje, že něco obdobného nemůže nastat u geo. kom.

Progres postřehnutelný na křivce geo. kom. v grafu by se dal rozdělit na několik pásem. Během prvního úseku do 150 °C se projevuje dehydratace. V rámci kinetiky se projevuje mírná expanze materiálu. Posléze se projevuje uvolňování přítomné volné vody. Tyto dehydratační jevy se projevují do teploty 300 °C. S narůstající teplotou se začíná odpařovat i voda, jež je vázaná chemicky.

Při hodnotě 650 °C je rozdíl hmotnosti mezi jednotlivými měřeními exempláři větší než u hodnoty 100 °C, ale tento rozdíl se postupně smazává, jelikož od této teploty již ztrácí geo. kom. hmotnost jen nepatrně. Celkový procentuální úbytek se u betonu pohybuje okolo 6 %. Kdežto geo. kom. a sendvič vykazují úbytek velice podobný, a to lehce přesahující 7 % své původní hmotnosti u každého z nich.



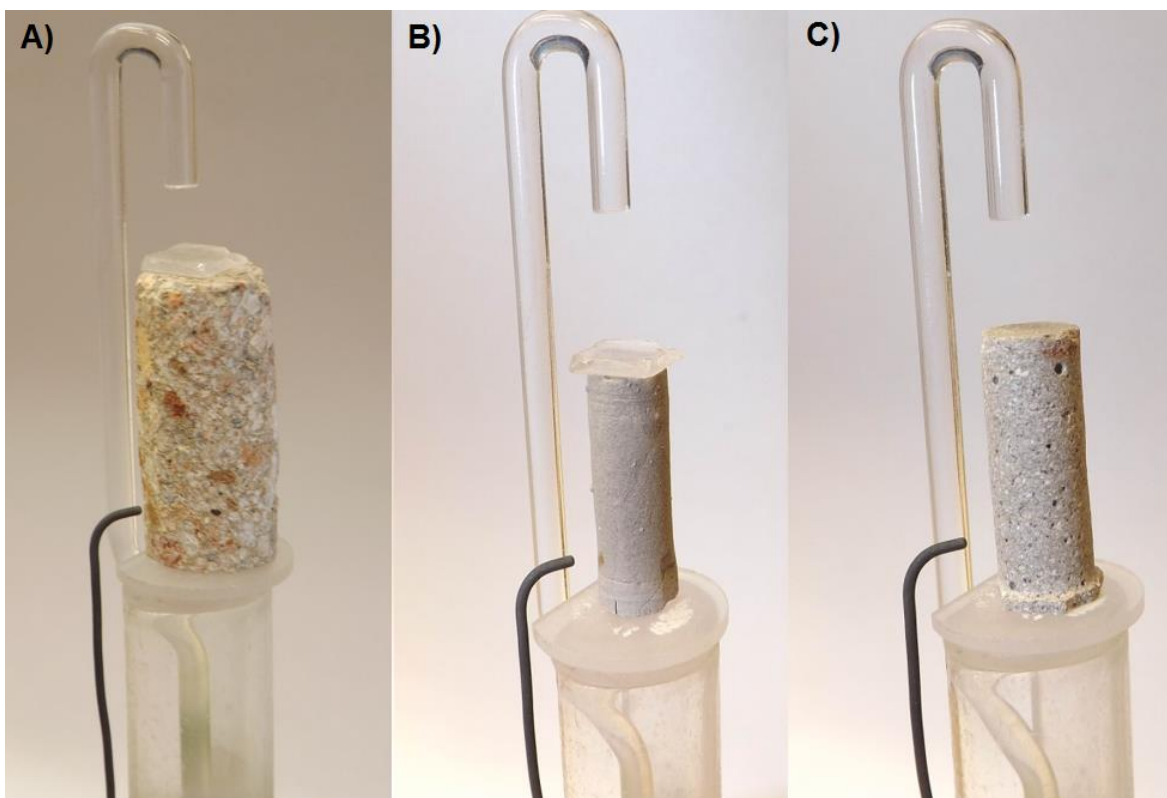
Obr. 12 Termogravimetrický záznam plniva

Zvolené keramické plnivo a čedičová vlákna jsou teplotně odolné, což dokazují experimentálně získaná data z termogravimetrie. Obě plniva jsou vhodné pro použití při vysokém teplotním zatížení. Dílčí rozdíly, ve hmotnosti u čedičových vláken jsou nepatrné jen v rovině desetin procenta, jsou způsobeny impregnací jejich povrchu, kdy nejprve dochází ke ztrátě hmotnosti a při teplotě 650 °C začíná oxidační reakce, která má za následek nárůst hmotnosti téměř na původní hodnotu. Keramické ostřivo na bázi páleného lupku se chová ještě více teplotně odolně, nýbrž zmenšení hmotnosti se pohybuje jen v intervalu setin procenta. Tyto zanedbatelné změny jsou způsobeny vzdušnou vlhkostí na povrchu malých částic. Jelikož plnivo vykazuje svoji spodní limitní hodnotu hmotnosti

v hodnotě 600 °C a následuje oxidační reakce, která vrací jeho hmotnost až na výchozí stav.

3.2.4 Termomechanická analýza

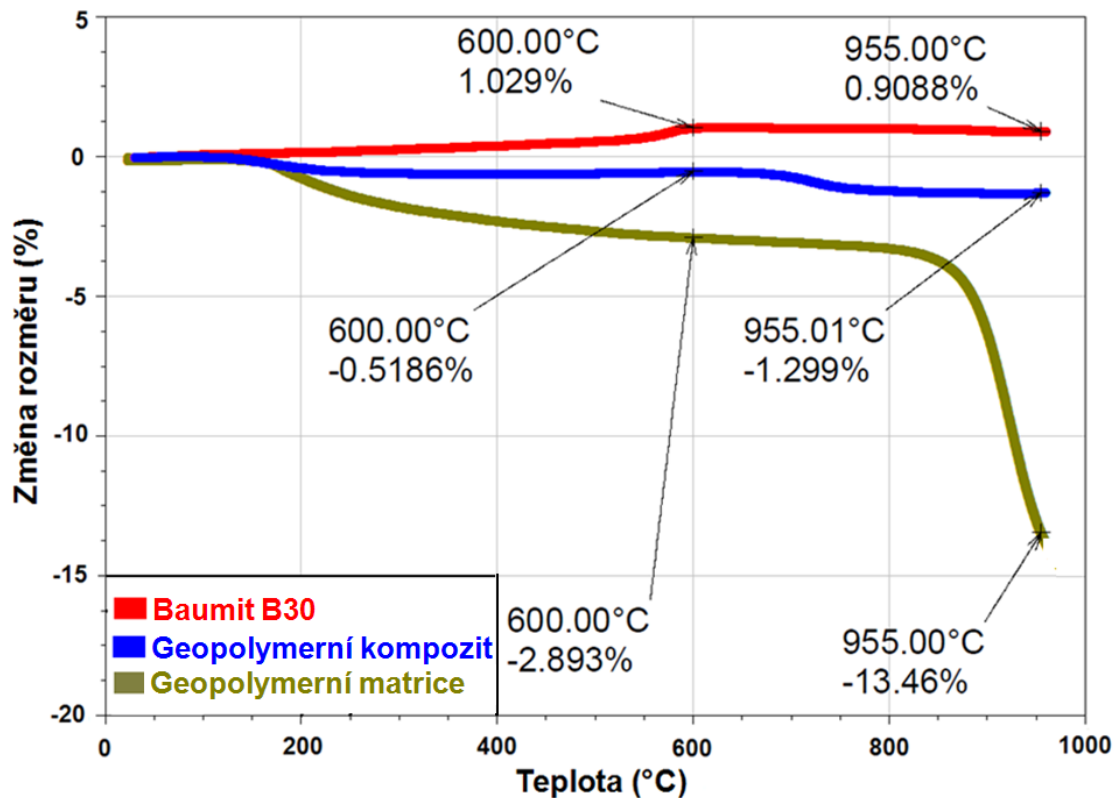
Vzorek je mechanicky držen křemenným sklem za působení konstantní síly o velikosti $F = 0,5 \text{ N}$. Po celou dobu měření je tato síla nezměněna. Použit byl přístroj se sériovým označením MTMA Q400. K analýze byla použita expanzní sonda. Na vzorek působila standardní atmosféra - vzduch, s průtokem 100 ml/min. Ke zvyšování teploty docházelo metodou modulované teplotní rampy s nárůstem 5 °C/min. Nelineární průběh při měření byl definován rozpětím $\pm 5 \text{ °C}$ po dobu 5 min. Doba rozboru jednoho vzorku trvala 90 min.



Obr. 13 Přípravené vzorky k měření TMA

a) Beton; b) Geopolymerní matrice; c) Geopolymerní kompozit;

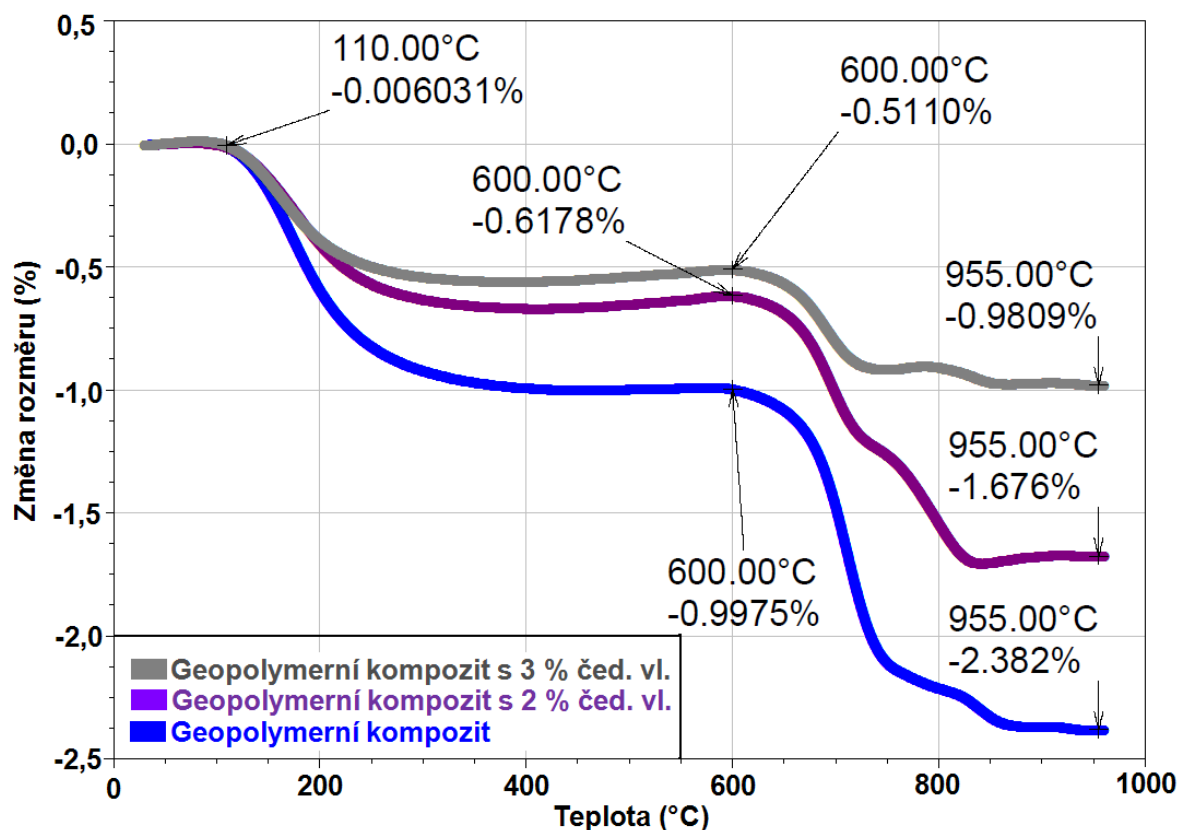
Velikost vzorků se pohybuje v rozpětí 2 - 3 cm



Obr. 14 Termomechanický záznam

K termomechanické analýze byly připraveny vzorky betonu (Baumit), geopolymerní neplněné matrice (prášková složka - metakaolin a struska; vodní sklo), geopolymerního kompozitu (navíc obsahuje keramické plnivo). Výsledné hodnoty vypovídají informace užitečné k pochopení pochodů při závěrečné teplotní expozici. Změna hmotnosti nedosahuje významného rozdílu na prvním úseku do 200 °C ani u jednoho z měřených vzorků.

Při teplotě 600 °C dosahuje beton expanzního maxima a jako jediný z ostatních vzorků u něho dochází k rozpínání. Kdežto geo. kom. (neobsahující čedičová vlákna) prodělává smrštění. U čisté matrice, která se od geopolymery liší tím, že neobsahuje keramické plnivo, je změna rozměru nejrozsáhlejší a její smrštění se zastavuje až u hodnoty přesahující 13 %. Z toho plyne, že přídavek ostřiva je jednoznačně ku prospěchu za účelem zvýšení rozměrové stálosti při teplotní expozici.



Obr. 15 Termomechanický záznam jednotlivých druhů geopolymerních kompozitů

Liší se v obsahu čedičových vláken (0 %; 2 %; 3 % hm.)

Jako doplňující proběhlo měření TMA geopolymerních kompozitů. Od teploty 110 °C se pozvolna začalo projevovat snížení rozměru všech vzorků. Společný průběh po krátký úsek zatím mají oba kompozity obsahující podíl čedičových vláken. Po prvopočátečním smrštění se dostavuje fáze takřka konstantní (beze změny). Zejména je to evidentní u základního geopolymerního kompozitu. Naopak dva obohacené vzorky dokonce vykazují mírnou expanzi do teploty 600 °C, po níž následuje další smrštění. Avšak díky přítomnosti čedičových vláken se nad hranicí této teploty potlačuje vliv zmenšení rozměru.

Nejvyšší diferenci byla zaznamenána u kompozitu bez vláken, a to přesahující 2 %. Rozestupy mezi jednotlivými exempláři se pohybovaly kolem hodnoty 0,7 %. Největší odolnost proti smrštění byla rozpoznána u vzorku s podílem 3 % hm. čed. vl.

3.2.5 Teplotní expozice

Před vystavením betonového bloku vůči teplu z propanbutanového hořáku, bylo nutné zajistit bezpečnostní prvky. Měření probíhalo na stole, kde byly vloženy dvě izolační vrstvy pod betonovou desku. Po vhodném ohnutí termočlásku pro snazší manipulaci při zapojení kabelu k počítači a změření hloubky termočlásku v betonu došlo k odborné kalibraci dvou termokamer specializovaným pracovníkem.

Jedna kamera snímala přední stranu spolu s hořákem (vzdálenost hořák - deska 17 cm) a ta druhá monitorovala prostor zadní části desky a prostupování tepla deskou. Tři grafické záznamy z termokamery (desek č. 1, 2 a 4) jsou uvedeny v příloze odpovídajícího řazení (I, II, III). Ochranný doplněk byl použit ve formě desky na odstínění přímého žáru na rozvod od termočlásků. Celkové měření probíhalo ve třech stupních, kdy postupně byly podrobeny teplotnímu žáru tři druhy desek (ostatní desky byly měřeny jen termočlásky). Prvním srovnávacím vzorkem byla samotná betonová deska, druhý měřený betonový masiv, byl již s ochrannou geopolymerní vrstvou a poslední betonový blok byl vybrán s geopolymerní vrstvou obohacenou čedičovými vlákny (2 % hm.). Specifika měření je frekvence snímání termokamer každých pět vteřin a odečítání hodnot z termočlásků rovněž o stejné četnosti záznamu. Během teplotní expozice bylo možno přímo pozorovat částečnou degradaci, která se bezprostředně projevila plynoucím teplem z hořáku.

K teplotní expozici bylo cíleně vybráno šest desek:

Tabulka 3 **Receptura desky č. 1**

Betonová deska receptura (tato deska byla měřena termokamerami a termočlásky)

Použité materiály	Procentuální hmotnost	Deska č. 1
Baumit B30	100 %	17 000g
voda	11,25%	1912,5 g

Tabulka 4 **Receptura desek č. 2 - 5**

Betonové desky s geopolymerní vrstvou

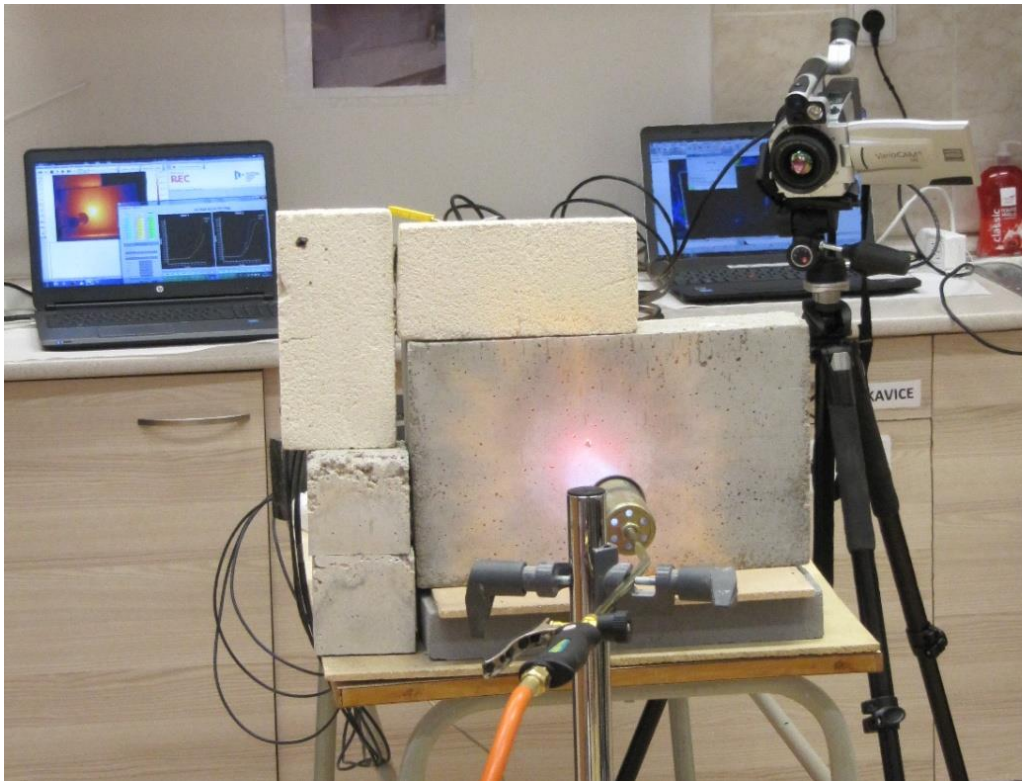
(desky č. 3, 5 a 6 byly měřeny pouze termočlánky)

Použité materiály	Procentuální hmotnost	Deska č. 2	Deska č. 3	Deska č. 4	Deska č. 5	Deska č. 6
Prášková složka	100 %	650 g	650 g	650 g	650 g	650 g
Vodní sklo	100 %	650 g	650 g	650 g	650 g	650 g
Plnivo keramické	250 %	1625 g	1625 g	1625 g	1625 g	1625 g
Plnivo čedičová vlákna	1 %	-	6,5 g	-	-	-
Plnivo čedičová vlákna	2 %	-	-	13 g	-	-
Plnivo čedičová vlákna	3 %	-	-	-	19,5 g	-
Plnivo čedičová vlákna	5 %	-	-	-	-	32,5 g

Při teplotě 150 °C byl zřejmý odchod vody na stěnách desky ve formě mokrých oblastí, které se vytvářely na povrchu a postupně mizely v důsledku odpařování. Při hodnotě teploty 200 °C je evidentní odpařování vody i zesponu desky, kde je odchod mechanicky nejtěžší, jelikož jsou zde přítomny izolační desky.

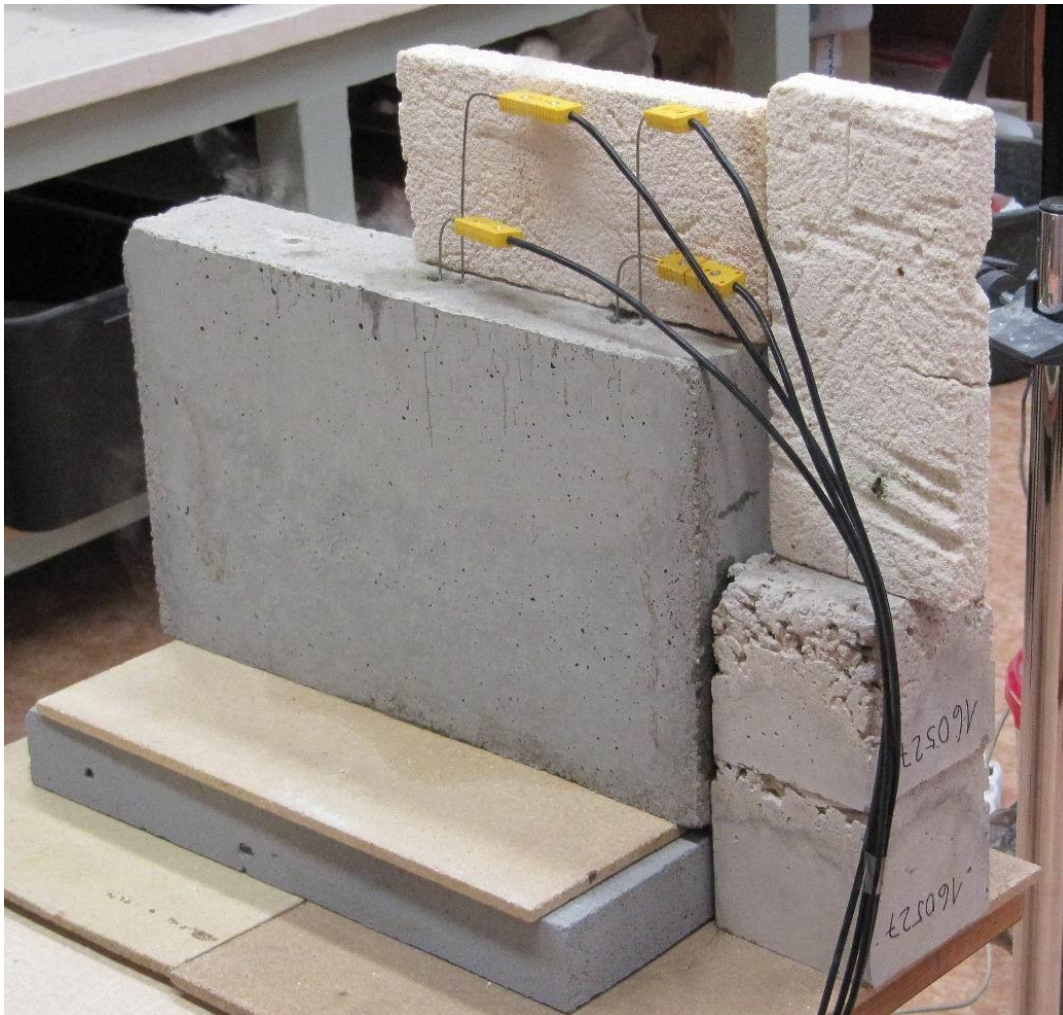
Přes celkový objem desky 8 dm³ se uplatnila nízká teplotní vodivost betonu a betonová deska se během hodinové teplotní expozice neohřála více než 375 °C (uprostřed bloku). Teplotní odolnost je ovlivněna i strukturou a kompaktností betonu. Nízkokompaktní beton s póry je vhodný pro únik vody ve formě páry strukturou ven. U vysoce kompaktního betonu, kde není prostor pro odchod páry, dochází k větším trhlinám tlakem páry.

Vzdálenost hořáku od desky byla 17 cm. Termokamery snímaly desky z boku, aby nebyly vystaveny přímo teplu vycházejícího z hořáku a současně, aby nedocházelo k odrazu IR záření.



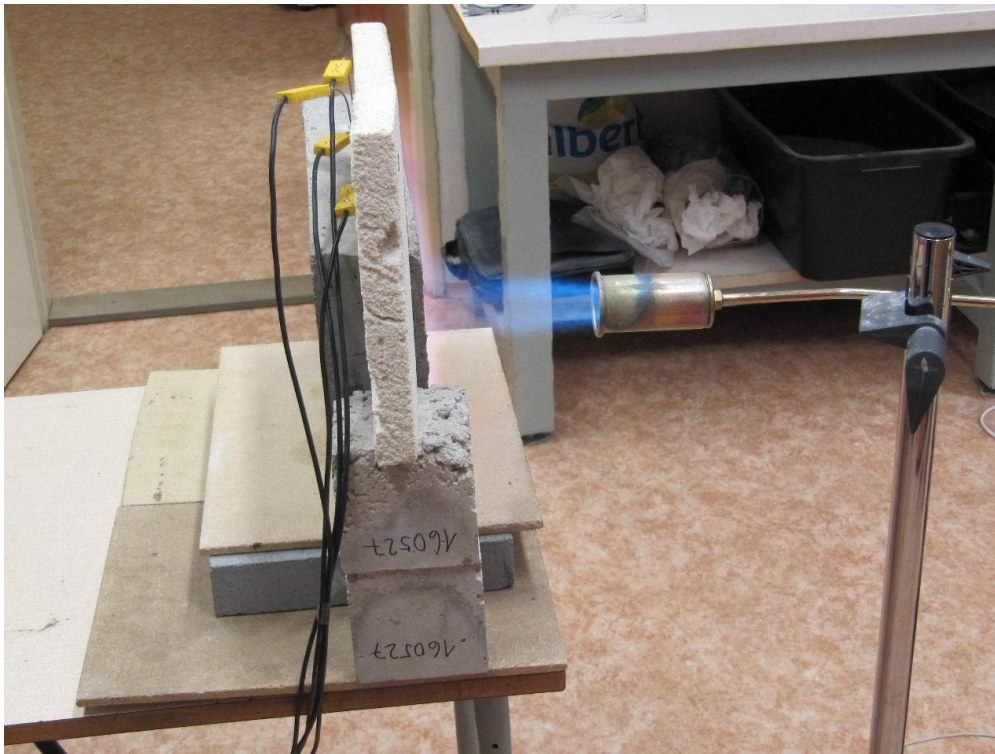
Obr. 7 Pohled zepředu na experiment

Zahájení experimentu



Obr. 8 Pohled zezadu

Hodnoty pro graf teplotní expozice byly získány z termočlánku zcela vlevo (v hloubce 10 cm uprostřed betonové desky)



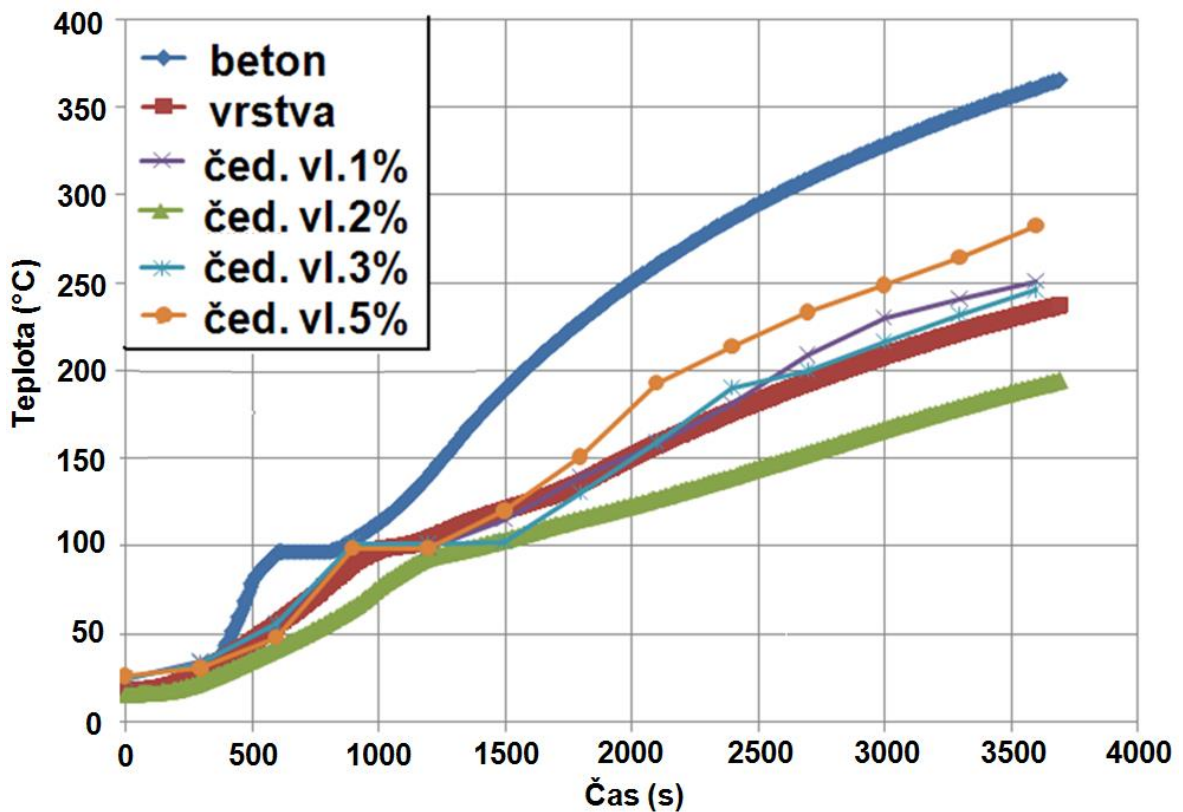
Obr. 9 Pohled z boku

Menší vertikální desky byly použity na zmírnění žáru směrem k termočládkům; horizontálně umístěné keramické desky sloužily jako tepelná izolace od dřevěného stolu



Obr. 10 Deska po teplotní expozici

Tato betonová deska obsahovala hlinitokřemičitou vrstvu s keramickým plnivem a čedičovými vlákny o 5 % hm. (rozměry 40 x 25 cm)



Obr. 11 Graf teplotní expozice

Pro komplexní srovnání byl zvolen bod uprostřed měřených panelů, jenž byl vystaven nejvyšší teplotě. Tento graf znázorňuje závislost teploty měřené uvnitř materiálu pomocí termočlánku umístěného v hloubce 10 cm uprostřed vzorku. K měření bylo vybráno celkem 6 desek. První srovnávací vzorek obsahoval jenom beton, další deska obsahovala již ochrannou vrstvu a další zvolené desky navíc obsahovaly různé množství čedičových vláken, sloužící ke snížení vnitřního pnutí vrstvy. Teplotní expozice všech desek trvalo shodně jednu hodinu. Ze základní teploty místnosti, ve které došlo k měření, 25 °C (teplota při zahájení experimentu byla ovlivněna předchozím měřením a okolním počasím, ale pouze o několik jednotek °C).

Nejstrmější nárůst teploty, který se začíná projevovat v osmé minutě, je u betonového bloku. Toto rychlé ohřívání je u ostatních desek posunuto o 8 - 12 minut. Pozvolný ohřev je z grafu sledován u desky, která obsahuje 2 % hm. Po skončení teplotního zatížení nedosahovala tato vrstva uprostřed bloku (4 cm od povrchu, na který působil hořák) ani 200 °C. Ve srovnání s betonem bez vrstvy tento rozdíl činí 125 °C. Blok

s 5 % hm. obsahem čedičových vláken nedopadl uspokojivě. Příčinou bylo příliš vysoké procento tohoto plniva. Při tomto složení nebylo již možné připravit dostatečně homogenní směs a nedošlo k vytvoření dostatečně kompaktní vrstvy, aby mohla zdárně čelit vysoké teplotě.

Na první pohled je markantní rozdíl mezi samotným betonovým blokem, který na konci měření dosahoval teploty 375 °C uvnitř materiálu. Naopak jako nejlepší vzorek, který nedosáhl ani hodnoty 200 °C je bezesporu deska č. 4 (obsahem 2 % hm. čed. vl.). Z výsledků ostatních desek lze dedukovat, že teplotní odolnost zvyšuje vyšší obsah čedičových vláken jen do určitého množství, pak se následky zhoršují. Dle výsledků desky s obsahem čedičových vláken 1 a 3 % nedoznaly žádných kladných odchylek oproti vrstvě bez vláken.

4 Závěr

Během analýzy dat z rozhodujících testů teplotní expozice se projevil nesporný význam hlinitokřemičité vrstvy při zvýšení odolnosti betonu proti žáru, zvláště po zlepšení její receptury. Dílčí termogravimetrické analýzy předcházející teplotní expozici poukázaly na vlastnosti sendviče, který byl průměrem svých dvou součástí. Při měření úbytku hmotnosti u keramického plniva a čedičových vláken se rozpoznala vysoká stálost vůči zvýšené teplotě.

Termomechanická analýza identifikovala expanzi u betonu a vliv keramického plniva na odolnost vůči smrštění, nýbrž geopolymerní kompozit neprodělal takovou změnu rozměru, jako tomu bylo právě u matrice, která plnivo neobsahovala. Z komparace jednotlivých geo. kom. při TMA vzešel jako nejméně rozměrově deformovaný vzorek obsahující 3 % hm. čed. vl.

Při zušlechťování receptury geopolymery se otestovala i účinnost dalšího plniva tj. čedičových vláken. Z celkových výsledků závěrečné teplotní expozice, při testování celkem šesti betonových desek, se jako nejlepší volba prokázala deska, obsahující ve své ochranné vrstvě 2 % hm. čed. vl., která pozitivně ovlivňuje výsledný produkt. To vše i přes vyšší deformační změnu rozměru než u exempláře s 3 % hm. čed. vl. (u TMA).

Dohromady tyto ucelené výstupy otevírají další cesty v rozšíření experimentu. Mezi hlavní atributy se řadí zkoumání v oblasti mechanických parametrů a úprava ochranné hmoty pro teplotní expozici.

5 Seznam použité literatury

1. ŠKVÁRA, František. *Technologie anorganických pojiv I*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 1995. ISBN 80-7080-224-3.
2. PYTLÍK, Petr. *Technologie betonu*. Brno: VUT Brno, 2000.
3. HENNING, Otto. *Chemie ve stavebnictví*. Praha: SNTL, 1983.
4. HELA, Rudolf. *Technologie betonu: Technologie betonu I*. Brno: VUT Brno, 2005.
5. STRATILOVÁ, Lenka. *Identifikace novotvořených minerálních fází v betonu dlažebních kostek: Bakalářská práce*. Brno, 2010.
6. HÚŠŤAVOVÁ, Jana. *Vývoj betonů s omezenými objemovými změnami: Bakalářská práce*. Brno, 2016.
7. MIKULINEC, David. *Betony s vyšší odolností vůči působení vysokých teplot: Diplomová práce*. Brno, 2012.
8. FLETCHER, Ian A., Stephen WELCH, José L. TORERO, Richard O. CARVEL a Asif USMANI. *The behaviour of concrete structures in fire* [online]. [cit. 2017-05-15].
9. PODMANICKÁ, Stanislava. *Příprava hliníkokřemičitého kompozitu na bázi vodního skla: Bakalářská práce*. 2013.
10. PODMANICKÁ, Stanislava. *Syntéza a charakterizace Epoxy - Geo hybridních kompozitních systémů: Diplomová práce*. 2015.
11. CAIJUN SHI, Shi, Ana FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ a Angel PALOMO. *New Cements for the 21st Century: The Pursuit of an Alternative to Portland Cement* [online]. 2011 [cit. 2017-03-29].
12. FIORE, V., T. SCALICI, G. DI BELLA a A. VALENZA. *A review on basalt fibre and its composites* [online]. 2015 [cit. 2017-03-23].
13. VICKERS, L. *Thermal properties of geopolymers* [online]. 2015 [cit. 2017-05-11].
14. PŘINDIŠ, Jan. *Termogravimetrická analýza kompozitních materiálů: Diplomová práce*. Zlín, 2009.
15. KLOUŽKOVÁ, A., P. ZEMENOVÁ a J. KLOUŽEK. *Termická analýza: Zřízení laboratoře pro praktickou výuku termické analýzy se zaměřením na anorganické nekovové materiály*. Praha: VŠCHT Praha, 2012.

16. RIEGER, David, Tomáš KOVÁŘÍK, Jan ŘÍHA, et al. *Construction and Building Materials: Effect of thermal treatment on reactivity and mechanical properties of alkali activated shale-slag binder* [online]. 2014 [cit. 2017-04-25].

Resumé

This thesis described fundamental topics about concrete and geopolymer (aluminosilicate layer). There are delineated articles which focus on theoretical information and experiment information too. Paragraphs were divided according to the chronological sequence for a better idea of the experimental part.

Several measurements were performed during the work, which served to provide a more detailed insight into the components of the material that was used. Between essential analyses were used thermogravimetry, thermomechanical analysis and thermal exposure in the end. Several concrete slabs were selected for temperature analysis in relation to the specified variables.

For the comparison of concrete and concrete with the protective layer, at first the concrete slab was measured as the initial reference sample. Subsequent analysis examined a concrete block with a protective layer containing only ceramic filler. The other plates examined composite layer with addition of basalt fibers as filler.

They differ in weight ration of fiber content. For comparisons, plates containing 1, 2, 3 and 5 percent of the basalt fiber content were selected. All selected samples were made by applying aluminosilicate layer to the smooth and dry surface of the concrete.

The best thermal resistance was achieved by the concrete slab number four. Within the concrete block, the temperature remained below 200 °C, unlike the other tested samples.

Seznam obrázků a tabulek

Obr. 1 Čedičová vlákna

Obr. 2 TGA analyzátor Q500

Obr. 3 TMA analyzátor MTMA Q400

Obr. 4 Příslušenství k teplotní expozici

Obr. 5 Hrubý povrch betonové desky

Obr. 6 Betonová deska s hladkým povrchem v dřevěné formě

Obr. 7 Nanášení hlinitokřemičité vrstvy

Obr. 8 Odlupování vrstvy

Obr. 9 Makrotrhliny na povrchu ochranné vrstvy

Obr. 10 TGA analyzátor Q500 s připravenými vzorky k měření

Obr. 11 Termogravimetrický záznam

Obr. 12 Termogravimetrický záznam plniva

Obr. 13 Připravené vzorky k měření TMA

Obr. 14 Termomechanický záznam

Obr. 15 Termomechanický záznam jednotlivých druhů geopolymerních kompozitů

Obr. 16 Pohled zepředu na experiment

Obr. 17 Pohled zezadu

Obr. 18 Pohled z boku

Obr. 19 Deska po teplotní expozici

Obr. 20 Graf teplotní expozice

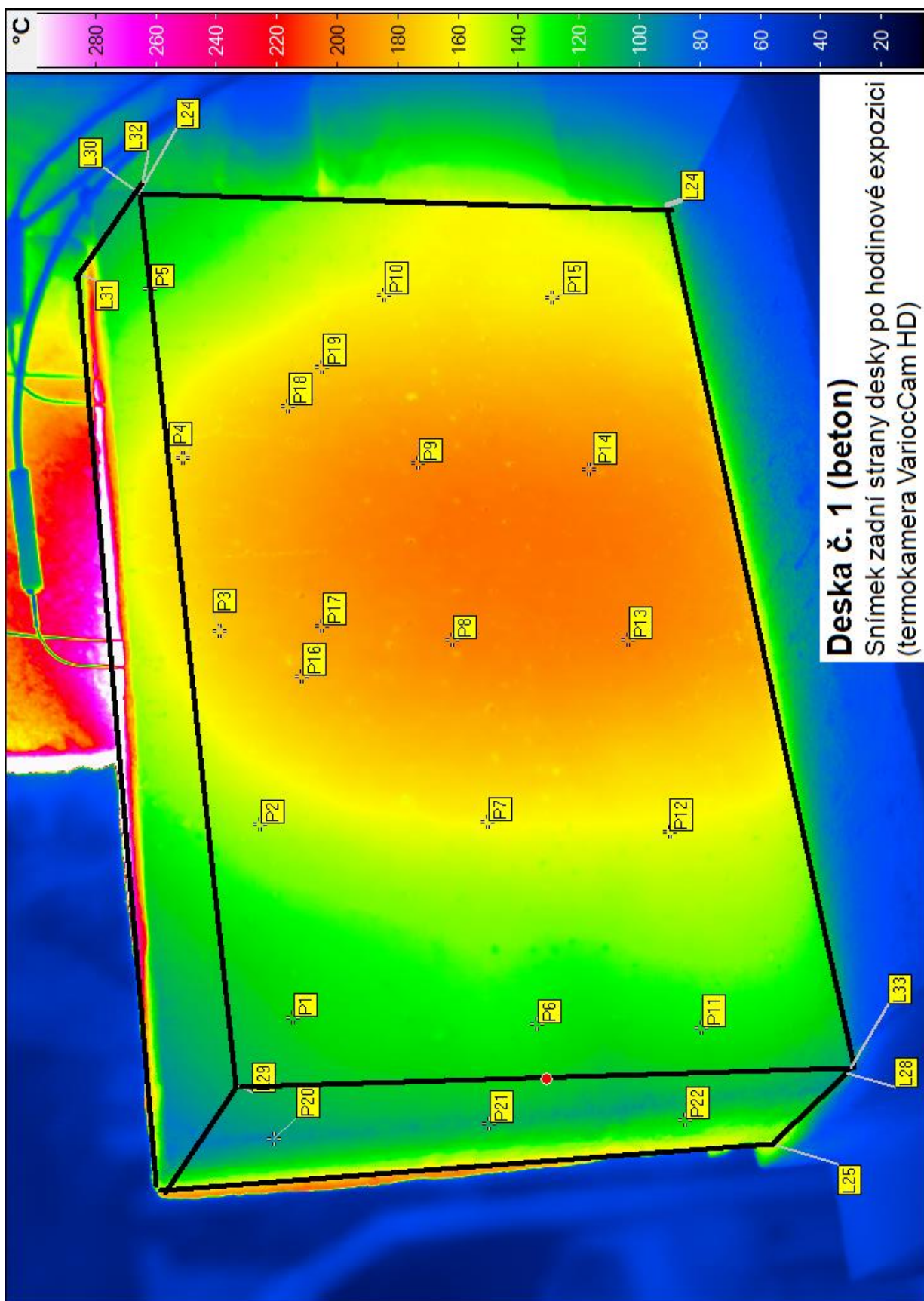
Tab. 1 Receptura betonu

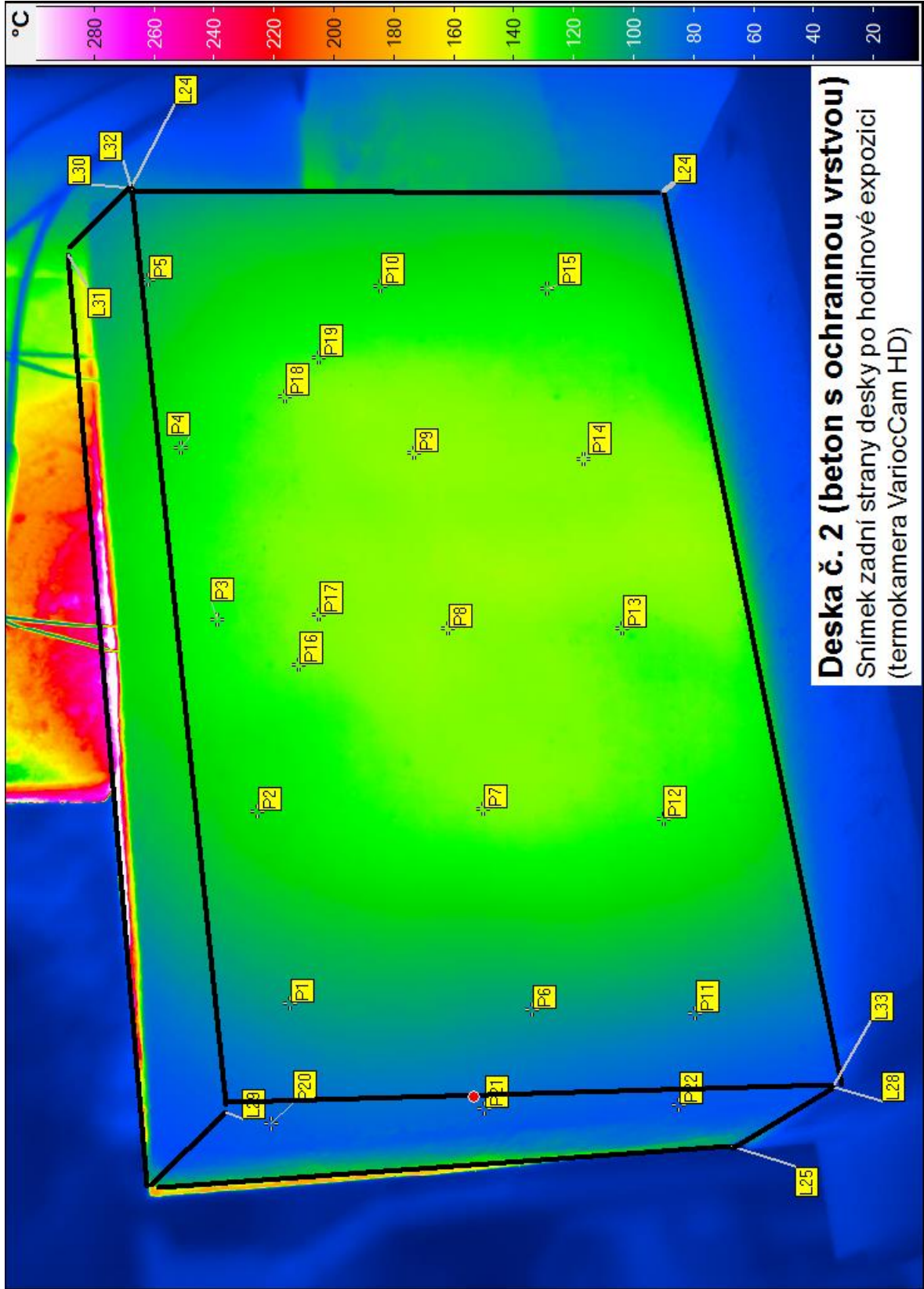
Tab. 2 Receptura vrstvy

Tab. 3 Receptura desky č. 1

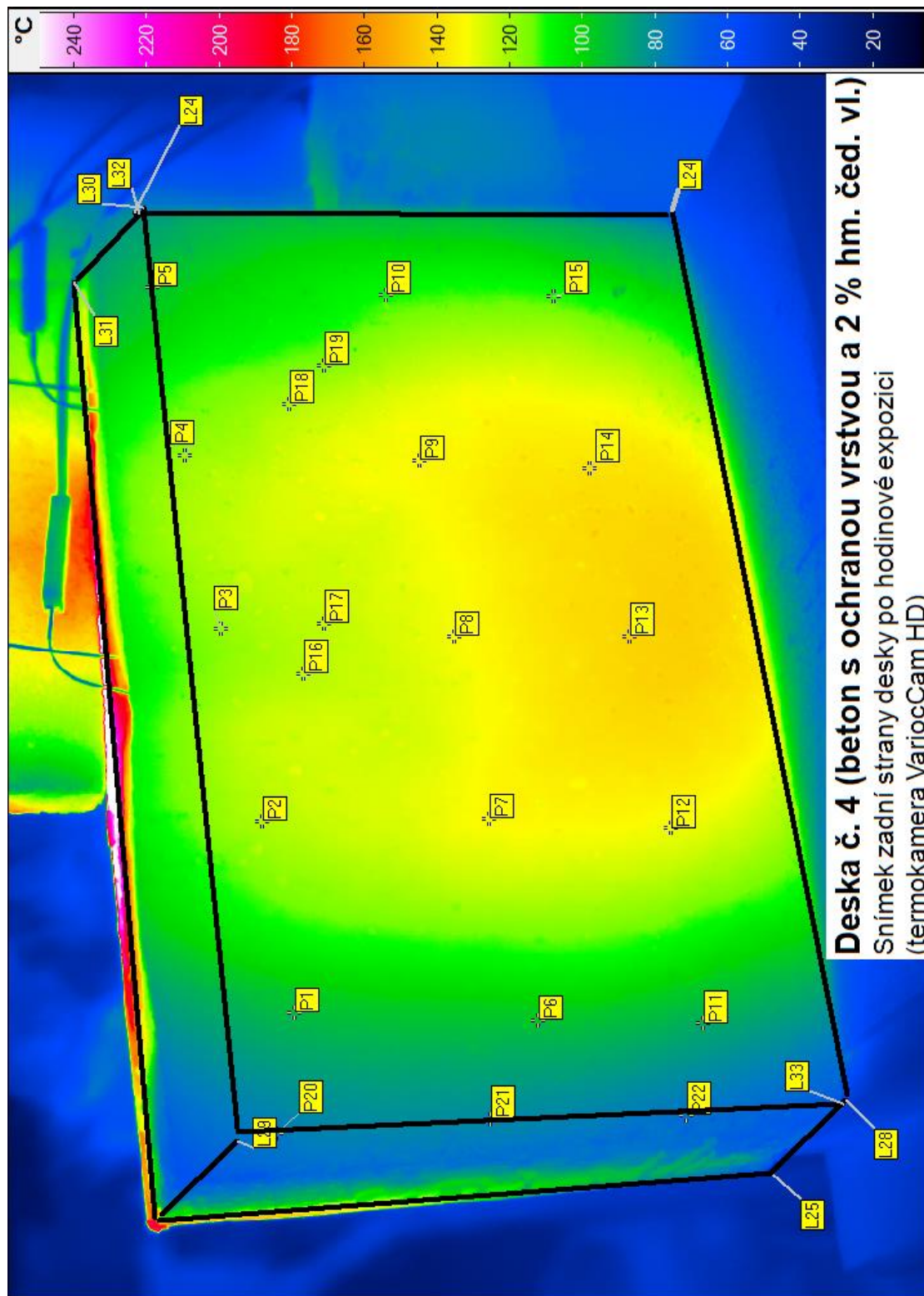
Tab. 4 Receptura desek č. 2 - 6

Přílohy





Deska č. 2 (beton s ochrannou vrstvou)
 Snímek zadní strany desky po hodinové expozici
 (termokamera Variocam HD)



Seznam příloh

Příloha I - deska č. 1 (beton)

Příloha II - deska č. 2 (beton s hlinitokřemičitou vrstvou)

Příloha III - deska č. 4 (beton s hlinitokřemičitou vrstvou obsahující 2 % hm. čed. vl.)