

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta chemická

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Brno, 2020

Bc. Tereza Dvořáková



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

STUDIUM HYDRATACE RPC (REACTIVE POWDER CONCRETES) V HYDROTERMÁLNÍCH PODMÍNKÁCH

THE STUDY OF HYDRATION OF RPC (REACTIVE POWDER CONCRETES) IN HYDROTHERMAL CONDITION

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Tereza Dvořáková

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. František Šoukal, Ph.D.

BRNO 2020

Zadání diplomové práce

Číslo práce: FCH-DIP1497/2019 Akademický rok: 2019/20
Ústav: Ústav chemie materiálů
Studentka: **Bc. Tereza Dvořáková**
Studijní program: Chemie a chemické technologie
Studijní obor: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
Vedoucí práce: **doc. Ing. František Šoukal, Ph.D.**

Název diplomové práce:

Studium hydratace RPC (Reactive Powder Concretes) v hydrotermálních podmínkách

Zadání diplomové práce:

- literární rešerše
- výběr a charakterizace vhodných surovin
- příprava vzorků RPC a hydratace v hydrotermálních podmínkách
- odběr a charakterizace složení, struktury a fyzikálně mechanických vlastností RCP v průběhu hydratace
- vyhodnocení a diskuze získaných výsledků

Termín odevzdání diplomové práce: 7. 5. 2020

Diplomová práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí diplomové práce.

Bc. Tereza Dvořáková
student(ka)

doc. Ing. František Šoukal, Ph.D.
vedoucí práce

doc. Ing. František Šoukal, Ph.D.
vedoucí ústavu

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.

děkan

V Brně dne 31. 1. 2020

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá studiem hydratace reaktivních práškových kompozitů za hydrotermálních podmínek. V teoretické části jsou popsány vlastnosti surovin a příměsí použitých pro přípravu směsí. Dále jsou popsány požadavky a zásady pro suroviny na přípravu reaktivních práškových kompozitů. V praktické části je studována metoda návrhu směsi a vliv surovin na konzistenci pasty. U připravených směsí byl sledován vliv uložení vzorků na pevnost v ohybu a tlaku. Vzorky byly uloženy za běžných laboratorních a hydrotermálních podmínek. Fázové složení vzorků bylo sledováno pomocí rentgenové difrakční analýzy a mikrostruktura pomocí skenovací elektronové mikroskopie.

ABSTRACT

The diploma thesis deals with the study of hydration of reactive powder concrete under hydrothermal conditions. The theoretical part describes the properties of materials and additives used for the preparation of mixtures. The following describes the principles and requirements for the materials for preparing the reactive powder concrete. The practical part is studied design method mix and the impact of materials to the consistency of paste. The effect of sample placement on flexural and compressive strength of the prepared mixtures was observed. The samples were stored under standart laboratory and under hydrothermal conditions. The phase composition of the samples was monitored by X-ray diffraction analysis and the microstructure by scanning electron microscopy.

KLÍČOVÁ SLOVA

Reaktivní práškový kompozit, hydratace, ošetření, hydrotermální podmínky.

KEY WORDS

Reactive powder concretes, hydration, curing, hydrothermal condition.

DVOŘÁKOVÁ, Tereza. *Studium hydratace RPC (Reactive Powder Concretes) v hydrotermálních podmínkách*. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/124200>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie materiálů. Vedoucí práce František Šoukal.

PROHLÁŠENÍ

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

.....
Bc. Tereza Dvořáková

PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych ráda poděkovala Ing. Radoslavovi Novotnému Ph.D. za pomoc a odborné rady při vypracování této diplomové práce a vedoucímu doc. Ing. Františku Šoukalovi, Ph.D. za vedení při práci. Dále děkuji Ing. Lucii Dlabajové za poskytnutí XRD analýz připravených směsí.

OBSAH

| | |
|--|----|
| OBSAH..... | 5 |
| 1 ÚVOD..... | 7 |
| 2 TEORETICKÁ ČÁST..... | 8 |
| 2.1 Použité přísady..... | 8 |
| 2.1.1 Portlandský cement..... | 8 |
| 2.1.2 Kamenivo..... | 14 |
| 2.1.3 Křemičitý úlet..... | 15 |
| 2.1.4 Mikromletý písek..... | 16 |
| 2.1.5 Jemně mletý vápenec..... | 16 |
| 2.1.6 Superplastifikátor..... | 16 |
| 2.2 Požadavky na materiál pro RPC..... | 17 |
| 2.2.1 Zásady přípravy kvalitních RPC..... | 19 |
| 2.2.2 Mineralogické složení ztvrdlých RPC..... | 20 |
| 2.2.3 Mísení komponent..... | 21 |
| 2.2.4 Smrštění RPC a vliv způsobu jejich uložení (ošetření)..... | 21 |
| 2.2.5 Výhody RPC..... | 21 |
| 2.2.6 Autoklávování RPC..... | 22 |
| 2.3 Použité experimentální metody..... | 23 |
| 2.3.1 Stanovení pevnosti v tlaku a v tahu za ohybu..... | 23 |
| 2.3.2 Rentgenová difrakční analýza..... | 23 |
| 2.3.3 Skenovací elektronová mikroskopie..... | 24 |
| 3 EXPETIMENTÁLNÍ ČÁST..... | 25 |
| 3.1 Použité suroviny..... | 25 |
| 3.2 Návrh složení směsi..... | 25 |
| 3.3 Postup míchání..... | 25 |
| 3.4 Příprava vzorků..... | 26 |
| 3.5 Stanovení rozlivů..... | 26 |
| 3.6 Ošetření vzorků..... | 27 |
| 3.7 Stanovení pevnosti v tlaku a v tahu za ohybu..... | 27 |
| 3.8 Příprava vzorků pro XRD..... | 27 |
| 3.9 Příprava vzorků pro SEM..... | 27 |

| | | |
|-------|--|----|
| 4 | VÝSLEDKY A DISKUZE | 28 |
| 4.1 | Stanovení rozlivů pasty | 28 |
| 4.1.1 | Vliv typu cementu na rozliv pasty | 28 |
| 4.1.2 | Stanovení množství jemně mletého vápance | 30 |
| 4.1.3 | Stanovení množství mikrosiliky..... | 31 |
| 4.1.4 | Vhodné množství vody | 32 |
| 4.2 | Ošetření v autoklávu..... | 34 |
| 4.3 | Analýza XRD..... | 40 |
| 4.4 | Rastrovací elektronová mikroskopie | 41 |
| 5 | ZÁVĚR | 45 |
| 6 | SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY | 46 |
| 7 | SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK..... | 49 |
| | Přílohy..... | 50 |

1 ÚVOD

Běžné betony se obecně vyznačují relativně velmi nízkou homogenitou, což se mimo jiné projevuje nepřilíš vysokými pevnostmi, zvl. v tahu ohybem. Jednou z možností zlepšení této vlastnosti je úprava složení betonové směsi náhradou hrubého kameniva jemným pískem o průměrné velikosti zrna zhruba o dva řády menším a dalším přídavkem vhodných ultrajemných reaktivních částic, což výrazně prospěje hutné struktuře kompozitu a následně i pevnostem.

Ultravysokohodnotné betony vždy obsahují příměs křemičitých úletů a superplastifikátor kompatibilní s použitým druhem cementu, umožňující využít značně nízkého vodního součinitele. Jelikož je nutno počítat s objemovými změnami tvrdnoucího betonu, je nezbytné mokré uložení, minimalizující vznik mikrotrhlinek autogenním smršťováním a samovysycháním.

Použití materiálů jako jsou mikrosilika nebo jemné prášky do betonů za účelem zlepšení homogenity směsi a za současného použití superplastifikátorů ke snížení množství záměsové vody vedlo k vývoji materiálu na bázi cementu nazývaného reaktivní práškový kompozit (RPC). RPC vykazuje mimořádně vysokou pevnost, vysokou houževnatost a má dobré vyhlídky na použití ve stavebnictví. Tepelné vytvrzení se používá k urychlení hydratace cementu a křemičitých materiálů a získání hutné mikrostruktury. Nevýhody spojené s výjimečnými vlastnostmi jsou například vysoká cena RPC, z důvodu vysoké dávky cementu a energeticky náročných procesech při výrobě.

2 TEORETICKÁ ČÁST

Reaktivní práškové kompozity neboli reaktivní práškové betony (RPC) jsou vyvíjeny od 90. let 20. století. Předcházeli jim vývoj například vysokopevnostních betonů (HSC), samozhutitelných betonů (SCC), ultravysokopevnostních/hodnotných betonů (UHSC/UHPC) apod. Vždy se jednalo o betony, které měly oproti tradičním betonům vyšší užitné vlastnosti, ať už v čerstvém či ztvrdlém stavu [29].

RPC je beton ultravysokých pevností na bázi jemnozrnných složek, který se vyznačuje použitím jemnozrnných složek za zvýšení homogenity materiálu a nízkým poměrem voda-cement. Byl vyvinut vědci v laboratoři v Paříži na začátku 90. let. RPC se také používá v obraném průmyslu, v jaderných elektrárnách a v továrnách na zbraně [28].

Tento materiál je extrémně mechanicky odolná, pevnost v tlaku u RPC dosahuje hodnot vyšších než 200 MPa. Nízká mezerovitost kompozitu znamená vyšší trvanlivost a velmi dobré mechanické vlastnosti. Při aplikaci hydrotermálních podmínek v kombinaci s dalšími způsoby ošetření mohou dosáhnout pevností až nad 600 MPa. Pevnosti v tahu za ohybu překračují hodnotu 20 MPa [24,28].

2.1 Použité přísady

Pojivem pro výrobu vysokohodnotných betonů je portlandský cement vyšší pevnostní třídy. Částečná náhrada portlandského cementu minerálními příměsemi může být výhodná nejen z ekonomického, ale hlavně z pohledu reologie. Příměsi, které se používají mají jeden společný rys: obsahují vhodnou formu křemičitanů amorfnní povahy, kdy za přítomnosti vody mohou vytvářet s vápnem vápenato-křemičité hydráty, které jsou podobné jako ty, které vznikají během hydratace portlandského cementu. Jako plnivo se používá velmi jemný písek, který musí mít velmi dobré fyzikálně – mechanické vlastnosti. Pro dosažení požadovaných pevností je důležitou podmínkou použití plastifikační přísady a s tím spojená redukce vodního součinitele [1].

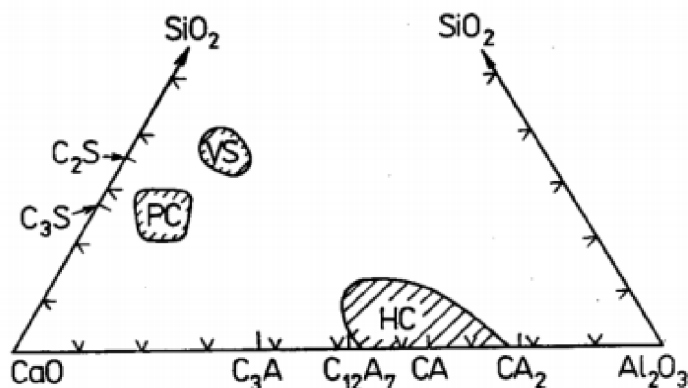
2.1.1 Portlandský cement

Cement je hydraulické práškové pojivo, jehož účinnými složkami jsou sloučeniny CaO , SiO_2 , Al_2O_3 a Fe_2O_3 , popřípadě jiné sloučeniny podobného typu. Po smíchání s vodou vytváří kaši, která tuhne a tvrdne v důsledku hydratačních reakcí a procesů. Po ztvrdnutí zachovává svoji pevnost a stálost jak na vzduchu, tak i ve vodě [3,4].

Podle normy ČSN P ENV 197-1 se portlandský cement značí jako CEM I a musí obsahovat nejméně 95 % portlandského slínku. Portlandský slínek je hydraulická látka, která musí obsahovat nejméně ze dvou třetin hmotnosti z křemičitanů vápenatých. Ve zbytku jsou obsaženy slínkové fáze tvořené sloučeninami zejména hliníku a železa. Podle chemického hlediska je možno rozdělit různé druhy cementu do tří skupin:

1. křemičitanové cementy, jejichž hlavním zástupcem je portlandský cement
2. hlinitanové cementy, s převahou hlinitanů vápenatých
3. jiné cementy (železitanový, chromitanový)

Oblasti složení cementů je možno znázornit přibližně v třínožkovém systému $CaO-SiO_2-Al_2O_3$ (obrázek 1), protože obsah Fe_2O_3 bývá poměrně nízký. Složení, jež jdou mimo uvedené oblasti, vykazují jen slabé nebo prakticky nevyužitelné pojivé vlastnosti [3].



Obrázek 1: Oblasti složení portlandského cementu (PC), bazické vysokopecní strusky (VS) a hlinitanového cementu (HC) [3].

2.1.1.1 Výroba portlandského cementu

Suroviny používané pro výrobu portlandského cementu lze z hlediska jejich významu rozdělit do 3 skupin:

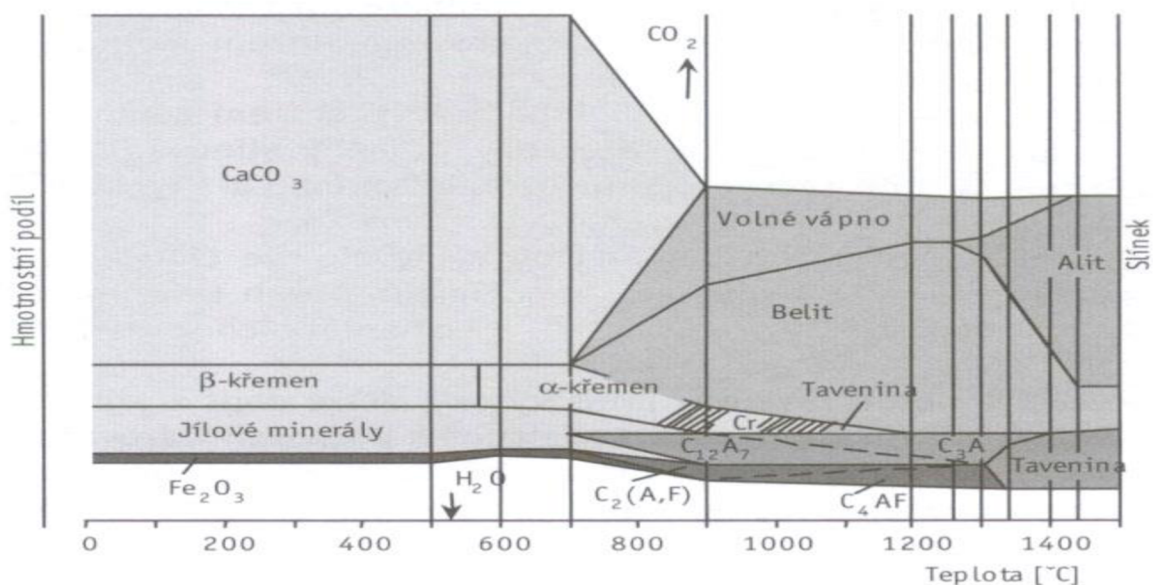
1. Základní suroviny, které tvoří převážnou část surovinové směsi. Základními surovinami jsou vápence a hlíny nebo jíly, které vnášejí do směsi SiO_2 a Al_2O_3 .
2. Korekční suroviny, které se přidávají v menším množství.
3. Zušlechťující přísady, které se přidávají v malém množství ke zlepšení vlastností surovinové směsi v průběhu zpracování [4].

Nejběžnější způsob výroby portlandského cementu je suchou cestou. Prvním krokem je těžba surovin, zejména vápence, jílu a dalších materiálů, které jsou následně nadrceny.

Drcení zpravidla probíhá ve dvou stupních. Surovinové drti se uskladňují v zásobnících nebo na předhomogenizačních skládkách. Základním předpokladem pro dosažení stálé a vysoké kvality cementářského slínku je vysoký stupeň homogenity vstupní surovinové směsi. Protože kvalita a složení vstupních surovin jsou při těžbě často značně proměnlivé a surovinová směs se míchá z několika složek, používá se několik stupňů homogenizace surovin. K nejdůležitějším fázím přípravy surovin před výpalem patří mletí, které je technologicky i energeticky nejnáročnější proces. Jemnost mletí má rozhodující význam na průběh procesu slinování a rychlost tvorby slínku při výpalu. Slínek se získá výpalem surovinové směsi při teplotách 1350 – 1450 °C v cementářských pecích. Slínek vychází z dolního konce pece rozžhavený a je ochlazován na manipulační teplotu v chladičích. K získanému slínku se přidávají různé příměsi k dosažení požadovaných kvalitních vlastností vyráběného cementu. Portlandský cement se vyrábí současným mletím cementového slínku a sádrovce. Ačkoliv je suchá cesta výroby cementu nejmodernější, někde se používá výroba mokrou cestou. Oba tyto postupy jsou si podobné s výjimkou, že u mokré cesty jsou suroviny smíchány s vodou [4,5,6,7].

Během procesu výpalu probíhá v surovinové směsi a vznikajícím slínku řada procesů, z nichž jsou nejdůležitější sušení, a pro tvorbu slínku, rozklad pevných látek, vzájemné reakce složek a rozpouštění pevných složek v tavenině. Nejdříve nastává rozklad pevných látek. Dehydroxylací jílových minerálů vznikají velmi reaktivní produkty, které reagují přibližně nad 700 °C s CaO . Takto vznikají první produkty reakcí v pevném stavu – vápenaté silikáty monokalciumpuluminát (CA) a belit (C_2S). Zároveň se vznikem CA se začíná tvořit brownmillerit (C_4AF). Okolo 800 °C nastává rozklad kalcitu na volné vápno (CaO) a CO_2 . Zhruba od 900 °C až 950 °C vznikají hlinitany vápenaté, zejména trikalciumpuluminát (C_3A). Nad teplotu 1250 °C se začíná objevovat kapalná fáze slínku a od této teploty se začíná tvořit alit (C_3S) [4].

Z hlediska složení je výsledný portlandský slínek, vycházející z rotační pece, směsí dvou krystalických silikátových fází, C_3S a C_2S , intersticiální, do jisté míry krystalické fáze, obsahující především C_3A a C_4AF (obrázek 2) a nečistot jako je peroklas (MgO), mrtvě pálené vápno (CaO) a sírany alkalických kovů [1].



Obrázek 2 Schéma procesů probíhajících v cementářské peci [1].

Po vypálení je třeba slínek ve slinovací zóně rotační pece velmi rychle ochladit, aby došlo ke stabilizaci silikátových fází, a tak „zmrazit“ fáze v jejich vysokoteplotní formě. Významný vliv na hydraulické vlastnosti slínku má jeho mikrostruktura po ochlazení.

Přídavek Al_2O_3 a Fe_2O_3 spočívá ve snížení teplot, nutných pro výpal portlandského slínku. Aluminátové a ferritové fáze se v průběhu slinování taví s přítomností této tekuté fáze, která značně snižuje teplotu tvorby C_3S a umožňuje iontům Ca^{2+} rychleji difundovat do rychleji vznikající fáze C_2S . Pokud je obsah taveniny příliš vysoký, může dojít k jejímu uvolňování ze silikátových fází, k usazování na vnitřní stěně pece a následně k poškození žáruvzdorné vyzdívkou. Nízký obsah taveniny vede ke ztížení difuze Ca^{2+} iontů do C_2S fáze, takže slínek pak obsahuje méně C_3S a více nezreagovaného vápna [1].

O konečných vlastnostech slínku a cementu nerozhoduje přímo složení chemické, nýbrž mineralogické. Skládá se ze 4 hlavních slinkových minerálů (alit, belit, trikalciumaluminát a brownmillerit), ze sklené fáze a z vedlejších složek. Přehled o poměrném zastoupení hlavních fází ve slínku je uvedeno v tabulce 1 [3].

Tabulka 1 Fázové složení portlandského slínku [3].

| Fáze | Složení | Obsah (hmot. %) |
|--------------------------------|--|------------------|
| Alit | C_2S (pevný roztok) | 35 – 65 |
| Belit | β - C_2S (pevný roztok) | 10 – 45 |
| Světlá spojovací hmota (celit) | C_4AF (pevný roztok) + sklo obsahující oxidy Fe | 4 – 20 |
| Tmavá spojovací hmota (celit) | C_3A (pevný roztok) + bezbarvé sklo | 3 – 15 5 – 20 |
| Volný CaO | | < 2 |
| Volný MgO (periklas) | | < 5 |

2.1.1.2 Druhy cementu

Pro klasifikaci portlandského cementu se používají v technické praxi dvě hlavní normy: ASTM C150 používaná především v USA a evropská norma EN-197. Cementy typu CEM I, II, III, IV, a V dle normy EN-197 nekorespondují se stejně pojmenovanými typy cementů dle ASTM C 150.

ČSN EN 197 – 1 definuje 5 typů cementů, které mají za základní složku portlandský cement:

- CEM I – Portlandský cement (max. 5% minoritních přísad).
- CEM II – Portlandský cement směsný (max. 35% dalších složek).
- CEM III – Vysokopeční cement (portlandský cement a vyšší procentuální zastoupení vysokopeční strusky).
- CEM IV – Pucolánový cement (portlandský cement a max. 55% pucolánových příměsí).
- CEM V – Směsný cement (portlandský cement, vysokopevnostní struska, pucolánové příměsí, popílek).

Stanovení pevnosti stanovuje tři normalizované pevnosti a to 32,5; 42,5; 52,5 [MPa]. Dané číslo vyjadřuje pevnost v tlaku po 28 dnech hydratace. Dále stanovuje, zda se jedná o cement s vysokými počátečními pevnostmi, které nesou označení R, anebo o cementy s normální rychlostí nabývání pevnosti, které jsou označovány N [34].

2.1.1.3 Mikrostruktura slínku

Portlandský slínek je komplexní vícefázový materiál a jeho vlastnosti nezáleží pouze na chemickém složení výchozí surovinové moučky, ale také na technologii slinování. Dva slínky mající stejné chemické složení mohou mít značně odlišnou mikrostrukturu a jejich hydraulické vlastnosti ovlivňuje kromě fázového složení také velikost krystalů.

V závislosti na podmínkách pálení může C_2S obsahovat různý podíl nečistot, které výrazně ovlivňují jeho vlastnosti. V závislosti na viskozitě taveniny při slinování mohou být tyto nečistoty plynule rozloženy mezi C_2S a C_3S , případně může být jejich koncentrace v určitých oblastech vyšší. Teplota ve slinovací zóně a rychlost ochlazování má pak vliv na míru amorfности fází portlandského slínku: fáze obsahující C_3A a C_4AF může být při vysoké teplotě slinování a velké rychlosti ochlazování slínku téměř zcela amorfni, neboť za těchto podmínek nemají krystaly dostatek času pro růst z taveniny. Pokud je ochlazování pomalé, dojde ke krystalizaci. Většinou je intersticiální fáze směsi krystalů C_3A a C_4AF s amorfni maticí [1,3,4].

C_3A fáze se může v závislosti na množství obsažených nečistot ve formě Na^+ a K^+ iontů vyskytovat v různých polymorfni modifikacích. Pokud je obsah sodných iontů nižší než 2,4 %, zůstává C_3A v původní kubické formě, pokud je toto množství vyšší než 5,3 %, vyskytuje se ve formě monoklinické. Mezi těmito dvěma koncentracemi je C_3A ve formě ortorombické. Vzhledem k tomu, že přeměna z formy kubické do ortorombické je postupná se zvyšující se koncentrací iontů alkalických kovů v rozmezí 2,4 až 3,8 %, je C_3A obsažený v portlandském slínku považován za směs kubické a ortorombické formy. Ať už e forma C_3A v portlandském slínku kubická, ortorombická nebo se jedná o směs obou, je obsah této fáze důležitým faktorem, ovlivňující reologii cementové pasty v průběhu hydratace, zvláště u směsí s nízkým vodním součinitelem v přítomnosti superplastifikátorů.

Je mnoho dalších faktorů ovlivňujících mikrostrukturu portlandského slínku, které způsobují vzájemnou odlišnost a unikátnost každého slínku. Fázové složení slínků vyrobených v různých pecích se může lišit, protože výchozí surovinové moučky nemají nikdy identické parametry, také je velmi obtížné dosáhnout stejných podmínek výpalu. Komplexnost fázového složení portlandského slínku, vysvětluje, proč není možné z pouhé znalosti chemického složení daného portlandského cementu předpovědět jeho vlastnosti, průběh hydratace a reologické parametry směsí. To platí ještě více v případě vysokohodnotných betonů s velmi nízkým vodním součinitelem [1].

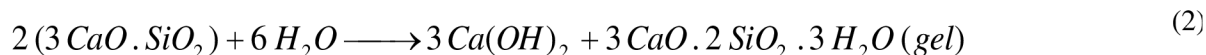
2.1.1.4 Hydratace portlandského cementu

Reakcí s vodou se původně bezvodé minerální fáze cementu přeměňují na hydratační produkty – na nové sloučeniny obsahující chemicky vázanou (krystalovou) vodu. Tyto hydratační produkty, ačkoliv jde o hydratované fáze, jsou ve vodě nerozpustné a stálé. V cementové směsi probíhá mnoho reakcí zároveň. Nejrychleji reaguje s vodou C_3A a C_4AF , pak následuje C_3S a β - C_2S .

Chemické reakce, které probíhají při hydrataci portlandského cementu, jsou velmi komplexní. Jestliže se voda v tuhnutí směsi neustále vyměňuje nebo je jí přebytek, může nastat úplná hydrolyza slínekových minerálů, kdy produktem je křemičitý gel.



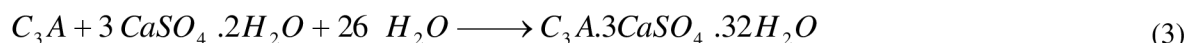
S malým množstvím vody vede reakce při normální teplotě k vzniku hydrosilikátů.



Současně nastává přesycování roztoku $Ca(OH)_2$ a vzniku krystalického hydroxidu, který je nazýván portlandit (označován také jako CH). Ten se později vylučuje v jemných krystalech, nejčastěji destičkového tvaru. Tento hydroxid dává pórovému roztoku v tuhoucím cementu alkalickou reakci.

Hydrolyzou a hydratací C_3S a β - C_2S vznikají hydrosilikáty, které se vylučují v podobě koloidních rozměrů a vytvářejí gely (označované také jako $C-S-H$ gel, resp. hydrosilikáty $C-S-H$). Gel obsahuje značné množství síranových aniontů a kationtů Al^{3+} , Fe^{3+} a alkálií. V úplně hydratovaném cementu je až 70 % $C-S-H$ gelu a kolem 20 % $Ca(OH)_2$ ve formě dobře vyvinutých krystalků a zbytek tvoří sulfoalumináty a alumináty v jemně krystalických formách [1,3,4,6,].

Alumináty mají sklon vytvářet hydroalumináty výrazně krystalického charakteru. Konečným stabilním produktem je kubický $3 CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 6 H_2O$. V přítomnosti $Ca(OH)_2$ vznikají hexagonální kalcium hydroalumináty. Po smísení cementu s vodou přechází sádrovec do roztoku a reaguje s C_3A za tvorby ettringitu označovaného AFt, který pokrytím povrchu C_3A brání rychlé hydrataci na C_4AH_{13} , a tím předčasnému rychlému ztuhnutí směsi. Ettringit je jeden ze základních minerálů vzniklý při hydrataci. Při menším množství $CaSO_4$ se tvoří monosulfát, resp. fáze AFm. Vznik ettringitu hydratací C_3A lze popsat rovnicí:



Monosulfát vzniká podle rovnice:



Ettringit pak může přecházet na monosulfát reakcí s dalšími podíly C_3A [4].

2.1.2 Kamenivo

Kamenivo je polydisperzní partikulární látka, která tvoří 50 – 90 % z celkového objemu betonu. Základní dělení kameniva je uvedeno v tabulce 3. Skladbu kameniva volíme tak, aby vznikl co nejmenší počet mezer a dutin, které by mohly po zatvrdnutí způsobit jeho destrukci. Je tedy nutné, abychom výběru kameniva věnovali vždy patřičnou pozornost, poněvadž s rostoucí tlakovou pevností betonu, se právě kamenivo stává jeho nejslabším článkem. Důležitým faktorem ovlivňující výslednou kvalitu betonové směsi je adheze cementového tmele k povrchu kameniva – vlastnosti kontaktní (tranzitní) zóny, kterou výrazně ovlivňuje přítomnost mikrokameniva. Trhliny v rozhraní cementová pasta - kamenivo začínají vždy dříve, než trhliny v cementovém kameni nebo v částicích kameniva. Vazba mezi cementovým kamenem a částicemi kameniva má charakter van der Waalsových sil. Na tuto vazbu působí řada faktorů, například charakter povrchu částic kameniva (u hrubých částic lze získat až o 30% vyšších pevností ve srovnání s použitím hladkých částic) [1,19,22].

Tabulka 2 Rozdělení kameniva [20].

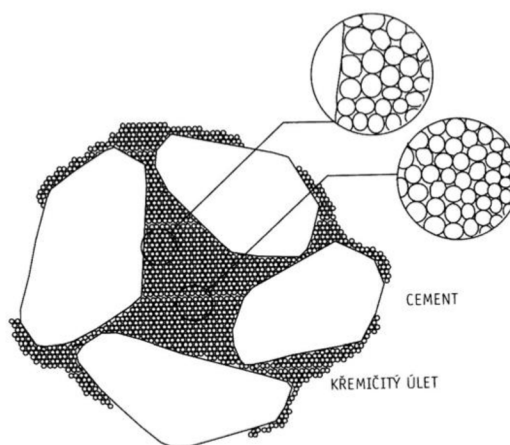
| ZNAK | ROZDĚLENÍ | PŘÍKLAD |
|--|---|---|
| objemová hmotnost | lehké (pórovité) do 2000 kg/m ³ hutné od 2000 do 3000 kg/m ³ těžké nad 3000 kg/m ³ | liapor, experlit magnetit |
| původ | těžené nebo drcené přírodní nebo umělé | |
| velikost zrn | jemné (do 0,25 mm) drobné (od 0 do 4 mm) hrubé (od 4 do 63 mm) skameniva | moučka písek, filer drť, štěrk šterkopísek |
| frakce (dolní/horní velikost sít d/D) | úzká (když $D/d \leq 2$) široká (když $D/d > 2$) | 2/4, 4/8, 8/16, 16/32 4/11, 8/32 |

Mikrokamenivo (jemné křemičité úlety, mikromletý vápenec nebo křemen, metakaolin, bauxit, korund, aj.) má významný vliv na pevnosti vysokohodnotného betonu. Některé z nich (méně reaktivní) působí převážně jako filer, jiné uplatňují své hydraulické či pucolánové vlastnosti a produkty jejich hydratace spolu vytvářejí hutnou mikrostrukturu kompozitu. Je také známo, že čím menší částice kameniva, tím více vody je potřeba na adsorpci a tím se také zvyšuje celkový vodní součinitel směsi, což v konečném důsledku vede ke snížení hodnot výsledných pevností. Proto se v praxi množství vody koriguje přidávkou superplastifikátoru. Nicméně, nižší hodnoty vodního součinitele můžeme docílit již při samotném míšení směsi a to například pomocí tzv. vysokosmykového míchání, jehož použitím jsou složky obsažené ve směsi navíc dodatečně mlety a zároveň tak i mechanicky aktivovány. Ztvrdlé kompozity se pak vyznačují mimořádně nízkou pórovitostí, díky čemuž dosahují vyšších pevností, zejména v ohybu [21].

2.1.3 Křemičitý úlet

Křemičitý úlet (někdy označován jako mikrosilika) je odpadní produkt při výrobě křemíku, ferrosilicia a dalších slitin křemíku. Křemičité úlety obsahují 80 až 98 % amorfního SiO_2 (siliky) ve tvaru kulatých zrn o průměrné velikosti 0,1 μm až 0,3 μm (jsou tedy 100krát menší než průměrné zrno cementu), při specifickém povrchu 15000 až 25000 m^2/kg a objemové hmotnosti 2200 kg/m^3 . Kvalita křemičitého úletu je dána poměrem obsahu SiO_2 a nečistot (alkálie, uhlík), měrným povrchem, pucolanitou, případně množstvím přítomné nežádoucí krystalické fáze. Obecně lze říci, že při výrobě vysokopevnostních betonů se jemnozrné minerální příměsi používají v dávce 25-30% hmotnosti cementu [9,13,14].

Mikrosiliku lze zařadit mezi tzv. minerální příměsi, které svou přítomností snižují hodnotu pórovitosti betonu a zároveň zmenšují velikost přítomných pórů. Velmi významný je fyzikální účinek částic křemičitých úletů, který je znám jako filer. Velmi jemné mikročástice mohou vyplňovat prostor mezi hrubšími zrny cementu v přítomnosti vhodného přídavku superplastifikátoru (SP) (obrázek 3), což umožňuje snížení vodního součinitele a dosažení hutnější mikrostruktury o vyšších pevnostech. Vzhledem k malým rozměrům částic úletů se výrazně sníží vnitřní, tak vnější odměšování vody v betonové směsi. Působí jako přirozená místa zárodků $\text{Ca}(\text{OH})_2$, reaguje s hydratací vzniklým portlanditem a zabraňuje reakci alkálií s kamenivem. Z důvodu velkého množství nukleačních míst pro precipitaci hydratačních produktů se urychlí reakce a dojde k tvorbě menších CH krystalů [15, 16].



Obrázek 3 Zaplnění prostorů mezi zrny cementu mikrosilikou [15].

2.1.4 Mikromletý písek

Mleté písky jsou vyráběny suchým mletím (tj. v proudu vzduchu) v nezelezném prostředí a tříděním za použití větrných třídíčů. Surovinou je upravený křemičitý písek s obsahem SiO_2 vyšším než 99 %. Zbývající část tvoří převážně sloučeniny Al_2O_3 , $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$, Fe_2O_3 , $\text{CaO} + \text{MgO}$. Čistota mletých křemenů, zrnitost, chemická netečnost a tvrdost činí tyto písky vynikající surovinou pro keramické smalty, glazury, jako plnivo umělých hmot, na výrobu speciálních maltových směsí, obkladových lepidel, ve sklářském průmyslu na výrobu skelného vlákna a ve slévárenství na formy. Písky se dodávají nejčastěji vlhké po praní a sušené. Použitím mikromletého písku dochází k vyplnění granulometrické křivky mezi mikrosilikou a cementem nebo mezi cementem a kamenivem [17, 44].

2.1.5 Jemně mletý vápenec

Mikromletý vápenec je minerální plnivo, které se získává mletím drceného vápence. Surovina musí obsahovat více jak 75 % CaCO_3 a obsah jílových podílů nesmí překročit 1,2 g/100 g. Mletý drcený vápenec se používá v cementářství, ale také jako inertní příměs do betonů. Určující je jemnost mletí a granulometrie. Vápenec zhutňuje strukturu cementové pasty zaplněním prostoru mezi zrny cementu a dalšími složkami, čímž se zvyšuje pevnost a tekutost. Jemná zrna vápence působí v betonu jako nukleační centra pro krystaly portlanditu a urychlují hydrataci silikátových a aluminátových fází. Díky tomu může ovlivnit počáteční nárůst pevností v betonu a celkový stupeň hydratace [18,23].

Jemně mletý vápenec se nechová jako inertní plnivo, protože se účastní hydratačních reakcí. Jedná se zejména o hydrataci C_3A ze slinku za vzniku kalciumkarbonátaluminát hydrátu v cementech s vyšším obsahem C_3A [23].

2.1.6 Superplastifikátor

Voda je samozřejmě podstatnou složkou betonu, která splňuje dvě základní funkce: fyzikální funkci, protože dává betonu požadované reologické vlastnosti, a chemickou funkci, protože umožňuje hydrataci cementu. Ideální beton může obsahovat pouze takové množství vody, které umožní dosažení maximální pevnosti betonu a zároveň zaručí reologické vlastnosti, potřebné pro zhutnění.

Současné portlandské cementy zabraňují docílení tohoto ideálního betonu. Zaprvé, zrna cementu, vyznačující se množstvím nenasycených povrchových nábojů, mají výraznou tendenci k flokuaci, zejména pokud se dostanou do kontaktu s tak polarizovanou kapalinou, jako je voda. V takové flokuované struktuře se zachycuje část vody uvnitř flokulí a tato voda pak není k dispozici na ztekucení směsi. Pro dosažení vhodné zpracovatelnosti betonu je nezbytné použít více vody, než je třeba k úplné hydrataci všech cementových zrn. Tato nadbytečná voda, která nikdy nezareaguje s cementem, generuje poréznost hydratované cementové pasty a způsobuje zhoršení mechanických vlastností betonu a pokles jeho trvanlivosti [1].

Superplastifikátory pracují na principu dispergace částic cementu, případně příměsí a umožňují snížit hodnotu vodního součinitele při zachování zpracovatelnosti, nebo Zvýšit zpracovatelnost bez změny vodního součinitele. Betonové směsi při zatvrdnutí vykazují

hutnou mikrostrukturu, díky níž se dosahuje vyšších konečných pevností betonu, ale i vylepšení dalších vlastností a účinků [1,9,10].

Používáním dřívějších plastifikátorů na bázi lignosulfonátů bylo možné snížit obsah vody v čerstvém betonu pouze o 5-10 %. Větší redukce vody se projevovала nežádoucími vedlejšími účinky. Postupem času byly vyvinuty přísady umožňující snížení vodního součinitele pod hodnotu 0,2, při zachování zpracovatelnosti. Tyto přísady se označují jako superplastifikátory. Superplastifikátory vstupují do hydratace cementu, jejich mechanismus spočívá v tom, že částice cementu mají negativní náboj, takže se navzájem odpuzují a podporují lepší rozptýlení cementových zrn. Ovlivňují rozpustnost síranů, které zodpovídají za reologii a kompatibilitu směsi [9,10].

Obecně existují čtyři základní typy superplastifikátorů:

1. Naftalenové superplastifikátory – sulfonované soli polykondenzátů naftalenů a formaldehydů, obvykle označované jako sulfonáty polynaftalenů.
2. Melaminové superplastifikátory – sulfonované soli polykondenzátů melaminu a formaldehydu, obvykle označované jako sulfonáty polymelaminu.
3. Lignosulfonáty – lignosulfonáty s velmi nízkým obsahem sacharidů a povrchověaktivních činidel.
4. Polykarboxyláty – polyakryláty [8,10].

Pro účinnost superplastifikátorů je důležitá jejich kompatibilita s použitým druhem cementu a ostatními přísadami. Kompatibilitu je možné zjistit sledováním reologických charakteristik odzkoušených na pastě. Nejvhodnější pro stanovení dávky superplastifikátoru je nalezení tzv. bodu syčení, tj. hranice, při jejímž překročení již rostoucí dávka superplastifikátoru nemá vliv na reologii směsi [9].

2.2 Požadavky na materiál pro RPC

Portlandský cement (PC) nepříliš jemný, aby nevykazoval spotřebu záměsové vody. Výhodné jsou cementy o vyšším silikátovém modulu, lze použít i struskové PC. Z hlediska chemického složení poskytují cementy s nízkým obsahem C_3A lepší výsledky. Nejlepší cement z hlediska reologických charakteristik a mechanických vlastností je cement s vysokým obsahem křemíku. Reologické vlastnosti směsi RPC jsou určovány přítomností fáze C_3A a alkalických iontů. Nevýhodou tohoto cementu je velmi nízká rychlost tuhnutí, která brání jeho určitému použití. Množství použitého cementu na 1 m^3 RPC se pohybuje v rozmezí 500 – 700 kg. Velmi dobrých výsledků, pokud jde o technologické parametry a mechanické vlastnosti bylo dosaženo použitím portlandského cementu CEM I s třídami pevnosti 42,5 a 52,5 [2,26,33].

Obecné požadavky na výběr vhodného cementu pro výrobu RPC jsou:

- 1) nejnižší možný obsah fáze C_3A ,
- 2) snížené množství alkalických iontů,
- 3) relativně nízký měrný povrch, aby nenavyšovat spotřebu vody,
- 4) vysoký obsah SiO_2 , který poskytuje vynikající reologické a mechanické vlastnosti [33].

Dánský cement Aalborg White je rychle tvrdnoucí portlandský cement s vysokými hodnotami počátečních (2 dny) a standardních (28 dnech) pevností. Vyrábí se z vysoce čistého vápence a velmi jemně mletého písku tzv. bílého kameniva (bílá žula, bílý mramor a rozdrčený pálený křemen). Dle většiny státních norem jej lze charakterizovat jako cement s nízkým obsahem alkálií (méně než 0,3 %) a vysokou odolností vůči působení síranů (obsah C_3A v cementovém slínku je menší než 5 %) (tabulka 2) [11].

Tabulka 3 Zastoupení minerálů a oxidů ve slínku cementu Aalborg [12].

| Minerál/oxid | C_3S | C_2S | C_3A | C_4AF | Na_2O ekv. | $CaSO_4$ | SO_3 | MgO |
|--------------|--------|--------|--------|---------|-----------------|----------|--------|-----|
| [%] | 62 | 25 | 4 | 1 | 0,1 – 0,3 | 3 – 5 | 2,1 | 0,6 |

Pro získání vysoce homogenní matrice obsahuje RPC jemně mletý křemičitý písek frakce 0,15 – 0,6 mm připravené mletím se přidává k cementu v poměru 0,5 : 1 až 2 : 1. Výhodný je písek se střední velikostí částic asi 250 μm . Křemenná moučka o průměrné velikosti zrna 3 – 5 μm se přidává v množství okolo 1 – 5 % z hmotnosti křemeného písku. Křemičité úlety s vysokým obsahem SiO_2 o měrném povrchu okolo 20 000 m^2/kg , negranulované, přidávané nejčastěji v množství v rozmezí 25 – 30 % hmotnosti cementového materiálu. Poměr mikrosiliky a cementu pro RPC je obvykle 0,25 a tento poměr je blízký dávce pro úplnou spotřebu vápna vyplývající z celkové hydratace cementu.

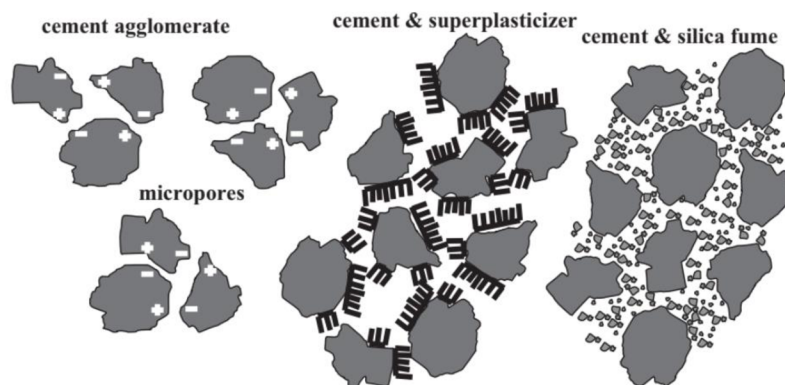
Mikrosilika používaná v RPC má tři hlavní funkce:

- 1) vyplňování mezer mezi částicemi,
- 2) zlepšení reologických charakteristik díky kulovitému tvaru částic,
- 3) tvorba sekundárních hydrátů pucolánovou reakcí s portlanditem z primární hydratace cementu [24,26].

Mikrosilika srážená o měrném povrchu 200 – 400 m^2/g , který v některých náročných směsích doplňuje svoji jemností granulometrií granulometrií křemičitých úletů a přispívá svojí reaktivitou.

Superplastifikátor, který je kompatibilní s použitým portlandským cementem, umožňuje výrobu hustých a vysoce homogenních směsí. Superplastifikátory jsou dispergační činidla na bázi polykarboxylátu, naftalensulfonátu nebo melaminsulfonátu. Nejúčinnější superplastifikátory jsou na bázi polyakrylátů, které ale vykazují retardační charakteristiku, což může způsobovat problém pro praktické aplikace. Pro RPC betony je proto optimální přidávané množství obvykle v množství 1,6 % suché komponenty na hmotnost cementu [24,26].

Cementové částice mají tendenci aglomerovat a zvyšují tak množství vzduchových dutin. Přidáním superplastifikátoru je snížena tendence aglomerace cementových zrn. Požadované konzistence cementové pasty je dosaženo při nižších poměrech vody a cementu. Částice mikrosiliky vyplňují dutiny mezi cementovými částicemi. Změny ve struktuře jsou znázorněny na obrázku 4 [28].



Obrázek 4 Možnosti struktury [28].

Ocelová vlákna o průměru 0,15 – 0,30 mm, délky 3 – 12 mm jsou zahrnuta, aby zvýšila tažnost. Ocelový prach, kterým se v RPC ultravysokých pevností nahrazuje křemenná moučka. Je nutno poznamenat, že ne všechny z uvedených přísady či přísady musí být v daném RPC obsaženy, takže složení i příprava je pak jednodušší [2].

2.2.1 Zásady přípravy kvalitních RPC

Vhodnou volbou druhu a množství jednotlivých komponent a způsobem zpracování čerstvé RPC směsi můžeme zvolit vlastnosti kompozitu podle účelu použití. Výrazný efekt na fyzikálně-chemické vlastnosti RPC betonů mají zejména tato opatření:

- Zvýšení homogenity kompozitu použitím jemného písku, jehož nejhrubší částice nepřesahují 0,3 až 0,6 mm.
- Optimalizace zrnité směsi, kdy ultrajemné reaktivní komponenty dokonale vyplní prostor mezi značně hrubšími zrny cementu, takže zvlhčená směs suchých složek má maximální možnou hustotu.
- Použití superplastifikátoru kompatibilního s použitým portlandským cementem v experimentálně stanoveném optimálním množství, což umožní pracovat s velmi nízkým vodním součinitelem pod 0,20.
- Zlepšení mechanických vlastností pasty, tak aby se její modul pružnosti přiblížil hodnotě 70 GPa, což téměř odpovídá křemenému kamenivu.
- Snížit poměr kameniva k cementu a současně podstatně omezit možnost smrštění RPC.
- Lisování ve formách a podržení tlaku i během tuhnutí směsi, aby se vypudila přebytečná voda a kompenzovalo se smrštění cementové pasty.
- Proteplování ztuhlých betonů vede ke zlepšení mikrostruktury transformací C-S-H gelu na tobermorit event. na hydratované kalciumsilikáty o nižším poměru C/H (např. xonotlit).
- Přídavek jemných ocelových vláken vhodného průměru a délky vede k výraznému zvýšení pevnosti a tažnosti kompozitu a umožní zahřívání kompozitu až do 400 °C.
- Náhradou části jemné křemenné moučky ocelovým prachem se dosáhne extrémních pevností v tlaku až nad 800 MPa.
- Dodržování postupů míchání a lití co nejbližší stávající praxi [2,24,25].

2.2.2 Mineralogické složení ztvrdlých RPC

Z použitých složek surovinové směsi vyplývá, že mineralogické složení novotvarů RPC kompozitu ztvrdlého za normální nebo mírně zvýšené teploty (do 90 °C) se nebude nijak podstatně lišit od běžných kvalitních betonů ze superplastifikovaných směsí s použitím křemičitých úletů. Pucolánová aktivita se definuje jako reakce amorfního SiO₂ (případně Al₂O₃) s vápenatými ionty ve vodném prostředí za vzniku CSH gelů (případně CAH gelů). Reakce začíná po nasycení roztoku vápenatými ionty, které pocházejí převážně z cementu. Konkrétně jde o disociaci hydroxidu vápenatého (CH), který je hydratačním produktem alitu a belitu, případně vyhašením volného CaO z cementu na Ca²⁺ a OH⁻. Vysoká koncentrace OH⁻ iontů rozštěpuje vazby křemičitanů (nebo hlinitokřemičitanů), jejichž ionty tvoří po styku s Ca²⁺ výsledné CSH gely (případně CAH gely) [27,30,31,42].

Hlavními produkty hydratace za standardních podmínek vytvrzování jsou hydroxid vápenatý (CH) a ettringit (AFt). Četní autoři doporučují používat cement, který má nižší obsah C₃A s cílem omezit na minimum tvorbu ettringitu, který se za teplot nad 80 – 90 °C rozkládá a po odpařené vodě zůstávají mikropóry. Za standardních podmínek ošetření betonu lze dosáhnout okolo 70 % pucolánové reakce, avšak v případě tepelného ošetření může míra pucolánové reakce dosáhnout až 90 %. Hlavním nositelem pevností v RPC ztvrdlých při teplotách pod 100 °C je CSH gel. Pokud chceme převést tento gel na stabilnější krystalické kalciumsilikáty, nutno zvolit vyšší teplotu. Během autoklávování při teplotách 160 – 180 °C vznikne tobermorit (C₅S₆H₅) a xonotlit (C₅S₆H), který má poměr H / C = 1 / 6. Poněvadž u prvotně vzniklého CSH gelu je tento poměr roven jedné je tvorba xonotlitu provázána jistým snížením hmotnosti v důsledku dehydratace. Tato voda vytváří hydrotermální podmínky potřebné pro tvorbu uvedených krystalických hydrátů [2,27,30,31,43].

U RPC lze hovořit o nanostruktuře, která se blíží přírodním nerostným surovinám vyšších pevností a rozhoduje o užitných vlastnostech daného kompozitu. Jednu z hlavních rolí hraje adheze pasty ke křemičitému zrnu, obsah a tvar pórů ve ztvrdlém kompozitu. Je třeba počítat s neúplnou hydratací PC, takže zvláště zrna většího průměru zůstávají uvnitř nezhydratovaná, což je ostatně běžné u všech kompozitů na bázi PC s nižším vodním součinitelem. Při postupně probíhající hydrataci se spotřebovává voda mezi zrny tuhých složek za vzniku krystalohydrátů a dochází tak ke vzniku pórů, jejichž průměr i celkový objem je podstatně menší nežli u značně nehomogennějších běžných betonů obsahujících hrubé kamenivo.

Na tvorbě mikrostruktury se značnou měrou podílí též hydratační teplo, které u betonů s vyšším obsahem PC může způsobit zvýšení teploty tuhajícího betonu u masivnějších bloků až nad 70 °C. Na tuto okolnost je nutno brát ohled při ošetřování vodou, velké rozdíly teplot mohou být příčinou vzniku poruch struktury a tím omezení použitelnosti výrobku či materiálu [2].

2.2.3 Mísení komponent

Obvykle se nejprve dobře za pomalých otáček promíchá směs suchých složek a pak se přileje záměsová voda se superplastifikátorem, který byl přidán do záměsové vody. Někdy se doporučuje přidat jen polovina vody se superplastifikátorem a po několikaminutovém promíchání dolít jeho druhou polovinu. Směs se poté míchá na vyšší otáčky asi 10 minut. Vzhledem k tomu, že není nutno se obávat rychlého tuhnutí, lze míchání prodloužit až na 10 – 15 minut. Je též doporučováno vysokosmykové míchání přispívající homogenně superplastifikovaných směsí o nízkém vodním součiniteli [2,22-26,32].

2.2.4 Smrštění RPC a vliv způsobu jejich uložení (ošetření)

U betonů zvl. s vyšším obsahem PC dochází při tuhnutí ke smrštění, které má různé příčiny. K jistému smrštění dochází již na počátku tuhnutí, kdy je čerstvá betonová směs ještě v plastickém stavu. Toto plastické smrštění je úměrné množství vody, které se odpaří z povrchu betonu. Pokud toto odpařování není kompenzováno difuzí vody zevnitř betonového tělesa, dochází ke vzniku povrchových mikrotrhlinek, což však se u RPC nemůže projevit vzhledem k nízkému vodnímu součiniteli. Nicméně je nutno zabránit odpařování vody ihned od uložení RPC směsi a tedy zajistit vodní ošetření co možná nejdříve. Nejzávažnější je tzv. autogenní smršťování vlivem postupné hydratace složek cementu způsobující vznik mikrotrhlinek v celém objemu vzorku. To je podmíněno difuzí nekonstituční vody mikrokapilárami, částečně i vytvářejícím se C-S-H gelem. Tento proces se nazývá samovysychání betonu. Vzhledem k nízkému vodnímu součiniteli je pro tuhnutí a tvrdnutí RPC zcela nezbytné začít s ošetrováním vodou či vodním uložením prvků ihned po částečném zatuhnutí materiálu a pokračovat dostatečně dlouho, dokud cementová pasta nenabude dostatečné pevnosti v tahu. Omezí se vznik kapilárních pórů a mikrotrhlinek autogenním smrštěním resp. samovysycháním na minimum, což zajišťuje hutnou matici, vysoké pevnosti a vodonepropustnost. Nutno poznamenat, že ochrana plastovou folií nepostačuje, poněvadž je nezbytné dodávat potřebné množství vody během procesu tuhnutí a tvrdnutí až do dosažení jistých pevností. Mikrotrhlinky vyvolané smrštěním zhoršují užité vlastnosti připraveného kompozitu. Nedostatečné ošetření je hlavní příčinou často výrazného poklesu pevností i u běžných betonů. Během delší doby dochází za vhodných podmínek k jistému zacelení mikrotrhlinek [2].

2.2.5 Výhody RPC

Možnost podstatného snížení hmotnosti konstrukčních prvků ve srovnání s běžnými betony na bázi PC při zachování požadovaných užitečných vlastností, nižší spotřeba materiálu, podstatně širší aplikační rozsah. Hutná mikrostruktura a nízká pórovitost má za následek podstatné zlepšení vodonepropustnosti, mrazuvzdornosti a zvýšenou odolnost vůči chemické korozi. Fyzikálně-mechanické vlastnosti, zejména pevnosti, modul pružnosti a lomová energie jsou vysoko nad průměr PC betonů. Příznivý modul pružnosti umožňuje výrobu konstrukčních prvků bez obvyklé ocelové armatury [2].

2.2.6 Autoklávování RPC

Tepelné vytvrzování se často používá k urychlení hydratace cementu a křemičitých materiálů za získáním hutné mikrostruktury. Hydratační produkty a mikrostruktura RPC se liší od produktů běžného betonu. Správně zvolené parametry hydrotermálního ošetření prováděného při teplotě nad 100 °C a tlaku vyšším než 1 bar způsobuje rychlé zvýšení mechanických vlastností a také snížení poréznosti, smrštění a zvýšení odolnosti proti chemické agresi. Nárůst teploty během vytvrzování změnil mikrostrukturu C-S-H a podpořil pucolánovou reakci mezi mikrosilikou a portlanditem. Při působení teploty kolem 180 °C dochází ke změnám v mikrostruktuře za tvorby minerálu tobermoritu. V případě přítomnosti křemenné moučky dochází při překročení teploty 250 °C k vyvolání její pucolánové aktivity. Při těchto teplotách se přeměňuje vzniklý tobermorit na xonolit [24,27].

Proces autoklávování vylučuje výskyt sekundárního ettringitu. To vyplývá ze skutečnosti, že značné množství iontů Al^{3+} a SO_4^{2-} jsou během hydrotermálního ošetření zabudovány do struktury hydratovaných křemičitanů vápenatých. Další výhody plynoucí z autoklávování cementových materiálů, včetně RPC, se týkají změn ve struktuře, které spočívají ve výskytu krystalických forem hydratovaných křemičitanů vápenatých. Typ vytvořených uspořádaných struktur C-S-H závisí na mnoha faktorech, mimo jiné na teplotě, tlaku, poměrech C / S. Tepelné zpracování při 90 °C urychluje pucolánovou reakci, ale tyto hydráty zůstávají amorfni. Vysokoteplotní zpracování vede k tvorbě krystalických hydrátů. Při hydrataci C_3S a C_2S v nepřítomnosti zdroje SiO_2 vzniká krystalický α -dikalciumsilikát hydrát (α - C_2SH) místo obvyklé amorfni fáze C-S-H, což způsobuje zhoršení mechanických vlastností cementových materiálů. V přítomnosti jemně rozemletého SiO_2 probíhá pucolánová reakce, která vede k vytvoření tobermoritu. V autoklávovaných cementových materiálech se nejčastěji vyskytují tobermorit a xonolit. Tobermorit má krystalickou strukturu a poskytuje pevnost a stabilitu. Patří do širší skupiny cementových minerálů, které zahrnují xonolit, reyerit a truscottit [22,24,30,32].

Používá se velmi široký rozsah parametrů autoklávování RPC. Cílová teplota se pohybuje od 160 do 400 °C. Doba zdržení uvedená v literatuře se však pohybuje mezi 8 a 48 hodinami. Se zvyšujícím se tlakem a dobou expozice se mění morfologie C-S-H gelu. Po 12 hodinách v autoklávu při teplotě 180 °C a tlaku 1 MPa poklesl poměr Ca/Si na 1,04 a tato struktura byla indentifikována jako tobermorit. Strukturu tobermoritu lze také detekovat, když se doba zvyšuje na 24 hodin při tlaku 1 MPa a teplotě 180 °C a poměr Ca/Si této struktury je 1,0. Delší doba autoklávování nebo zvýšená teplota a tlak pravděpodobně zvýší krystalinitu pojiva, která způsobí zvýšení pevnosti až na maximální hodnotu a poté dojde ke snížení hodnoty pevnosti. Lze říct, že během vytvrzování v autoklávu existuje určitý optimální stupeň krystalinity [22,24,27,30].

2.3 Použité experimentální metody

2.3.1 Stanovení pevnosti v tlaku a v tahu za ohybu

Pevnost v tahu za ohybu se stanovuje třítělovým zatěžováním do porušení zkušebních trámečků zatvrdlé malty. Pevnost v tahu za ohybu byla určena na betonových trámčích, které byly předem zhotoveny o rozměrech 20 mm × 20 mm × 80 mm. Zkušební trámec je pomalu zatěžován až do jeho úplného porušení.

Stanovení pevnosti v tlaku patří mezi základní mechanické zkoušky k posouzení vlastností cementových pojiv. Zkouška byla provedena na zkušebních trámčích o rozměrech 20 mm × 20 mm × 80 mm. Na trámčích byla provedena zkouška tlakem pomocí pohyblivého pístu, kdy se měří tlaková síla potřebná pro porušení struktury materiálu. Pevnost v tlaku se vypočte ze vztahu:

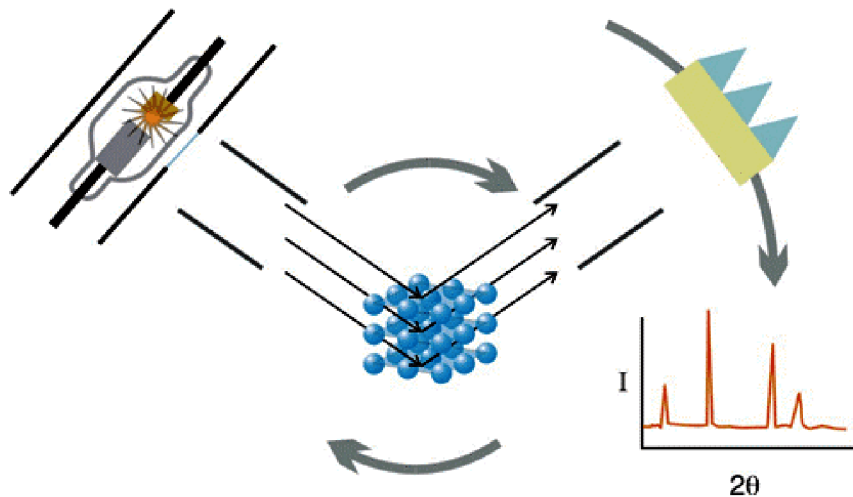
$$\sigma_T = \frac{F_{max}}{S},$$

kde σ_T je pevnost v tlaku, F_{max} je maximální působící síla při porušení materiálu a S je plocha, na kterou působí [36].

2.3.2 Rentgenová difrakční analýza

Rentgenová difrakční analýza (XRD) je základní metodou k určování struktury pevných látek, každá krystalická látka má jedinečný difraktogram, podle kterého jsme schopni ji identifikovat. Tato metoda je založená na interakci rentgenového záření s elektrony atomů spočívající v pružném (bezfotonovém) rozptylu. Díky pravidelnému periodickému uspořádání atomů v krystalické fázi dochází po rozptylu a následné interferenci rentgenového záření ke vzniku difrakčních maxim, jejichž poloha, intenzita a tvar závisí na druhu atomů a dokonalosti jejich uspořádání. Studium tohoto difrakčního obrazce pak umožňuje zpětně studovat krystalické složení vzorku a jeho mikrostrukturu [37].

Rentgenová difrakční analýza (XDR) slouží k stanovení mineralogického složení zkoumaných materiálů. Může být použita pro kvalitní posouzení (stanovení minerálů, které jsou přítomny), tak i pro kvantitativní posouzení materiálu (stanovení množství jednotlivých fází vzorku). Pro kvantitativní stanovení se spíše využívá diferenční termické analýzy (DTA) [38].



Obrázek 5 Schéma rentgenových paprsků na krystalové mřížce [37].

K určení krystalové struktury musíme krystal ozářit monochromatickým RTG svazkem a získat jeho pozorovatelný difrakční odraz. Dopadající RTG svazek se pružně rozptyluje na elektronech měřeného krystalu a vzniká sekundární neboli difraktované záření. Difrakcí rozumíme odraz (ohyb) rentgenova záření. K difrakci dojde pouze v případě splnění tzv. Braggovy difrakční podmínky:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \Theta \quad (5)$$

kde n je celé číslo, λ je vlnová délka rtg. záření, d je mezivrstevná vzdálenost, Θ je úhel, pod nímž dopadají RTG paprsky na strukturální rovinu [39].

2.3.3 Skenovací elektronová mikroskopie

Skenovací elektronová mikroskopie je přesná a nedestruktivní metoda pro detailní analýzu materiálů (nanočástic) a jejich povrchů. Touto metodou lze vytvořit snímky objektů s rozlišením až 1,3 nm. Ze snímků lze posoudit velikost, tvar a strukturu povrchu pozorovaných objektů.

Elektronový mikroskop je přístroj, který umožňuje pozorovat zkoumané objekty o velikosti až jednotek nm. V porovnání s optickým (nebo též světelným) mikroskopem, ve kterém se využívá proud fotonů procházející skrz soustavu čoček, zde jsou využity elektrony procházející elektromagnetickými čočkami, což jsou cívky vytvářející vhodně tvarované magnetické pole. Použití elektronů místo fotonů vede ke zvýšení rozlišovací schopnosti mikroskopu. Skenovací elektronový mikroskop (SEM) je založen na působení urychleného primárního svazku na vzorek, kdy dochází k ovlivnění tvaru oblasti pod povrchem vzorku. Na základě svého chaotického pohybu generují signály, jejichž úpravou lze získat informace o povrchu vzorku. V laboratoři lze stanovit mikrostrukturu betonu [40,41].

3 EXPETIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Použité suroviny

- Cement: CEM I 52,5 R Aalborg White, Dánsko
CEM I 42,5 R Českomoravský cement, a.s., závod Mokrá
CEM I 42,5 R CEMEX Czech Republic, s.r.o., závod Cementárna Prachovice
- Superplastifikátor: MasterGlenium ACE 446
- Mikrosilika Elkem
- Mikromletý písek ST 9
- Jemně mletý písek

3.2 Návrh složení směsi

Parametry uvažované při navrhování směsi RPC jsou hlavně poměr vody k pojivu, obsah cementu, poměr mikrosiliky k cementu, celkový obsah cementového materiálu, celkový obsah jemného kameniva a obsah vláken. Ve struktuře kompozitu je kladen důraz na minimální mezerovitost, proto je důležitá křivka zrnitosti i takto jemné směsi. Křivka zrnitosti by měla být plynulá, aby mohly být případné mezery mezi většími zrny zaplněny těmi jemnějšími. Z literatury bylo zjištěno, že rozsah těchto parametrů je následující. Poměr vody k celkovému pojivu 0,15 – 0,24, obsah cementu 800 – 1100 kg/m³, obsah mikrosiliky: 150 – 300 kg/m³, poměr mikrosiliky a cementu 0,15 – 0,35 (podle hmotnosti), obsah cementu a mikro-oxidu křemičitého (tj. pojiva nebo cementových materiálů): 950 – 1400 kg/m³, obsah písku a křemene 1 000 – 1400 kg/m³, obsah ocelových vláken: 190 – 250 kg/m³ a poměr ocelových vláken k celkovému pojivu 0,15 – 0,30 (podle hmotnosti) [22-26].

3.3 Postup míchání

Na základě literární rešerše je pro výrobu RPC požadován speciálně navržený postup míchání, protože vlastnosti RPC do značné míry závisí nejen na pořadí, ve kterém jsou složky do směsi přidány, ale také na rychlosti a době procesu míchání [22-26,32]. Proto byl použit následný postup míchání. Nejprve byly smíchány suché složky za pomalých otáček po dobu 3 minut. Do záměsové vody byl přidán plastifikátor a směs byla protřepána. Za stálého míchání bylo k suchým složkám přilito 75 – 80 % vody s platifikátorem a byl zvýšen stupeň otáček. Směs byla míchána další 3 minuty. Potom byl přilít zbytek vody a směs byla míchána na vysoký rychlostní stupeň dalších 5 minut. Celkový čas míchání RPC kompozitu byl 11 minut.

3.4 Příprava vzorků

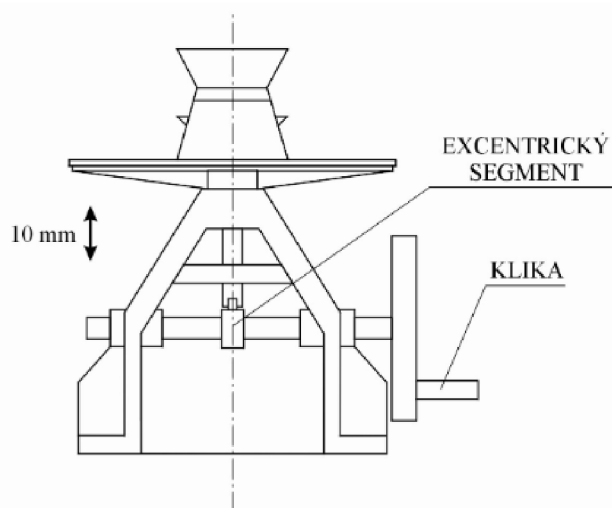
Po dokončení míchání byl na směsi RPC testován rozliv a ze směsi byly zhotoveny testovací tělesa o rozměrech 20 mm × 20 mm × 80 mm. Vzorky byly zhutněny pomocí vibračního stolku. Naplněné formy byly uloženy do vody a po 1 dni byly odformovány. Část vzorků byla vyrtvrzena za standardních podmínek při laboratorní teplotě ve vodě a zbývající vzorky byly ošetřeny v autoklávu.

Rozměry forem 20 mm × 20 mm × 80 mm byly zvoleny podle velikosti autoklávu. Průměr autoklávu je 5 cm a trámečky s větším rozměrem o velikosti 40 mm × 40 mm × 160 mm by se do autoklávu nevešly. Na výšku byly vzorky omezeny maximálním rozměrem 80 mm. Na dno autoklávu byly položeny nerezové plíšky, aby vzorky nebyly v přímém kontaktu s vodou. Rozměr trámečků s vyšší výškou nebylo možné použít.

3.5 Stanovení rozlivů

U navržených směsí byla stanovena konzistence zkušební metodou, která vychází z normy ČSN EN 1015-3. Podstatou zkoušky je stanovení konzistence čerstvé cementové malty změřením průměru koláče rozlité směsi umístěné na předepsané desce střešacího stolku (obrázek 6).

Po míchání byla směs naplněna do kovového kužele, který byl umístěn do středu desky střešacího stolku, a zarovnána s okrajem. Poté byl kovový kužel zvednut a pro stanovení rozlivu byl změřen průměr rozlitého koláče na dvou na sobě kolmých místech. Po 15 nárazech o konstantní rychlosti 1 náraz za sekundu byl stanoven setřes pasty. Průměr koláče byl změřen na dvou na sebe kolmých místech.



Obrázek 6 Střešací stolek pro stanovení konzistence čerstvé malty [35].

3.6 Ošetření vzorků

Prvních 24 hodin byly vzorky ve formách uloženy ve vodném prostředí. Po odformování byly referenční vzorky po dobu 28 dnů ve vodném prostředí při laboratorní teplotě. Při laboratorní teplotě ve vodě byly uloženy vzorky, u kterých byly stanoveny pevnosti po 1 a 7 dnech.

Další vzorky byly ošetřeny v autoklávu při teplotě 180 °C, 220 °C a 250 °C po dobu 24 hodin, 3 a 7 dnů. K době ošetření vzorků v autoklávu byly přidány navíc 3 h, které byly potřebné k vytemperování autoklávu v sušárně. Po vychladnutí byly stanoveny pevnosti v tahu za ohybu a v tlaku.

3.7 Stanovení pevnosti v tlaku a v tahu za ohybu

Stanovení pevnosti v tahu za ohybu a pevnosti v tlaku na zhotovených vzorcích vychází z normy ČSN EN 196-1. Testování na zkušebních trámcích bylo provedeno na zařízení Beton Systém po označení Desttest 3310. Vzorky byly testovány po 1, 7 a 28 dnech nebo po vytvrzení v autoklávu.

3.8 Příprava vzorků pro XRD

Pro XRD analýzu byly připraveny práškové vzorky po hydrotermálním ošetření při 1 dni při 180 °C s odlišným obsahem množství SUKu a to 0 g, 75 g a 435 g a při 1 dni při 220 °C a 250 °C s množstvím mikromletého písku 75 g. K měření XRD spekter byl použit přístroj Empyrean od firmy Panalytical.

3.9 Příprava vzorků pro SEM

Pro účely charakterizace mikrostruktury pro rozdílné složení směsi po ošetření v autoklávu při teplotě 180 °C po dobu 1 dne bylo ze tří vzorků s obsahem mikromletého písku 0 g, 75 g a 435 g odebráno část vzorku pro analýzu SEM. Pro vysoké rozlišení snímků byly vzorky iontově vyleštěny.

4 VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1 Stanovení rozlivů pasty

Dávkování vstupních surovin bylo upravováno v průběhu experimentu v závislosti na stanovení rozlivu a pevnosti směsí. Směsi RPC byly navrženy tak, aby jejich rozliv byl okolo 220 mm. Při tomto rozlivu směs teče a pouhým vylitím dojde k vyplnění formy. Vibrací došlo k odplynění směsi ve formě. Zvýšení rozlivu pasty mělo vliv pouze na lepší odplynění směsi. Vhodná dávka vody i superplastifikátoru byla stanovena pomocí experimentu, na základě zjištění vhodné konzistence.

4.1.1 Vliv typu cementu na rozliv pasty

K výběru vhodného cementu pro RPC byly vybrány tři typy cementů, které splňují požadavky na cement pro RPC, a to CEM I 42,5 R Českomoravský cement, a.s., závod Mokrý, CEM I 52,2 R Aalborg a CEM I 42,5 R CEMEX Czech Republic, s.r.o., závod Cementárna Prachovice. Rozliv byl stanoven na směsích se stejným složením surovin (tabulka 4) lišících se pouze množstvím záměsové vody. Stanovené hodnoty rozlivů a množství záměsové vody pro vybrané cementy jsou uvedeny v tabulkách 5,6 a 7. Rozlivu 225 mm bylo pro cement Mokrý dosaženo při vodním součiniteli 0,26, pro cement Aalborg 0,22 a pro cement Prachovice 0,27. U cementu Aalborg pro W/C 0,23 nebyl setřes stanoven, protože pasta během stanovení stékala ze střešacího stolku.

Tabulka 4 Složení směsi.

| surovina | m [g] |
|-------------------------------|-------|
| Cement | 240 |
| Mikrosilika | 60 |
| Mikromletý křemenný písek ST9 | 90 |
| Písek křemenný jemný | 360 |

Tabulka 5 CEM I Mokrý 42,5 R.

| voda [g] | vodní součinitel | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|----------|------------------|-------------|-------------|
| 75 | 0,25 | 155/160 | 195/200 |
| 78 | 0,26 | 230/225 | 250/245 |

Tabulka 6 CEM I Aalborg 52,5 R.

| voda [g] | vodní součinitel | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|----------|------------------|-------------|-------------|
| 69 | 0,23 | 250/250 | – |
| 66 | 0,22 | 225/230 | 255/260 |

Tabulka 7 CEM I Prachovice 42,5 R.

| voda [g] | vodní součinitel | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|----------|------------------|-------------|-------------|
| 73 | 0,24 | 150/155 | 185/180 |
| 75 | 0,25 | 160/165 | 190/185 |
| 78 | 0,26 | 185/185 | 215/220 |
| 81 | 0,27 | 225/225 | 240/245 |

Pro stanovení optimálního množství plastifikátoru byla provedena série stanovení rozlivů pasty pro tři druhy cementu s různým množstvím plastifikátoru. Množství plastifikátoru bylo měněno po 0,5 %. Vhodné množství plastifikátoru bylo pro cement Prachovice (tabulka 10), cement Mokrá (tabulka 8) 3 % a pro cement Aalborg (tabulka 9) 2,5 až 3 %. Při dalším zvyšování množství plastifikátoru nedocházelo k výraznému zvýšení rozlivu pasty.

Tabulka 8 CEM I Mokrá 42,5 R.

| plastifikátor [%] | voda [g] | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|-------------------|----------|-------------|-------------|
| 2,0 | 81,0 | 100/100 | 130/140 |
| 2,5 | 79,5 | 165/165 | 195/190 |
| 3,0 | 78,0 | 230/225 | 250/240 |
| 3,5 | 76,5 | 225/230 | 245/245 |
| 4,0 | 75,0 | 230/230 | 255/250 |
| 4,5 | 73,5 | 230/235 | 270/260 |

Tabulka 9 CEM I Aalborg 52,5 R.

| platifikátor [%] | voda [g] | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|------------------|----------|-------------|-------------|
| 2,0 | 69,0 | 205/210 | 240/245 |
| 2,5 | 67,5 | 220/225 | 250/255 |
| 3,0 | 66,0 | 225/230 | 255/260 |
| 3,5 | 64,5 | 230/230 | 260/265 |
| 4,0 | 63,0 | 225/230 | 260/265 |
| 4,5 | 61,5 | 230/235 | 255/265 |

Tabulka 10 CEM I Prachovice 42,5 R.

| platifikátor [%] | voda [g] | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|------------------|----------|-------------|-------------|
| 2,0 | 84,0 | 100/100 | 140/140 |
| 2,5 | 82,5 | 145/155 | 180/185 |
| 3,0 | 81,0 | 225/225 | 240/245 |
| 3,5 | 79,5 | 220/220 | 245/240 |
| 4,0 | 78,0 | 225/225 | 250/255 |
| 4,5 | 76,5 | 225/225 | 250/250 |

Pro RPC jsou vhodné cementy s nízkou potřebou záměsové vody, s nízkým obsahem C_3A a vysokým obsahem SiO_2 , který poskytuje dobré reologické i mechanické vlastnosti [26,33]. Nízký obsah C_3A splňuje cement Aalborg White, u kterého bylo pro dosažení optimálního rozlivu potřeba nejméně záměsové vody. Pro přípravu RPC byl v experimentální části použit cement Aalborg, který nejlépe vyhovoval požadavkům na cement pro RPC.

4.1.2 Stanovení množství jemně mletého vápence

Pro zlepšení reologie pasty bylo částečné množství mikromletého písku ST 9 nahrazeno jemně mletým vápencem. Byl sledován vliv změny poměru mikromletého písku a jemně mletého vápence na rozliv pasty. Množství mikromletého písku bylo postupně po 5 g nahrazováno jemně mletým vápencem. Optimálního rozlivu bylo dosaženo při 75 g mikromletého písku ST 9 a 15 g jemně mletého vápence (tabulka 11). Ke změně rozlivu docházelo, protože obě složky vyplňují granulometrickou křivku mezi mikrosilikou a cementem. Při dalším zvyšování množství jemně mletého vápence zůstával rozliv pasty neměnný.

Tabulka 11 Změna množství mikromletého písku u a jemně mletého vápence.

| Vápence [g] | ST 9 [g] | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|-------------|----------|-------------|-------------|
| 0 | 90 | 225/225 | 255/255 |
| 5 | 85 | 230/235 | 260/265 |
| 10 | 80 | 235/240 | 260/265 |
| 15 | 75 | 240/240 | 265/265 |
| 20 | 70 | 240/245 | 260/270 |
| 25 | 65 | 240/245 | 265/270 |

4.1.3 Stanovení množství mikrosiliky

Stanovení vhodného množství mikrosiliky bylo pomocí experimentu, kdy bylo provedeno stanovení rozlivů se změnou množství cementu a mikrosiliky (tabulka 12). Množství mikrosiliky bylo zvyšováno po 5 % původní hmotnosti cementu. Směs se ztekutí až po přidání 10 % mikrosiliky z hmotnosti cementu. Vhodné množství mikrosiliky bylo určeno na 25 %, kdy byl stanoven rozliv pasty na 230 mm. Následným zvyšováním množství přidávané mikrosiliky došlo ke snížení tekutosti pasty. Stanovené optimální množství mikrosiliky odpovídá poznatkům v literatuře [24,26].

Tabulka 12 Změna množství cementu a mikrosiliky.

| CEM [g] | Mikrosilika [g] | Mikrosilika [%] | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|---------|-----------------|-----------------|-------------|-------------|
| 300 | 0 | 0 | – | – |
| 285 | 15 | 5 | – | – |
| 270 | 30 | 10 | – | – |
| 255 | 45 | 15 | 100/100 | 120/120 |
| 240 | 60 | 20 | 225/225 | 255/255 |
| 225 | 75 | 25 | 230/235 | 260/265 |
| 210 | 90 | 30 | 220/225 | 245/245 |
| 195 | 105 | 35 | 175/170 | 205/205 |
| 180 | 120 | 40 | 140/145 | 175/164 |

4.1.4 Vhodné množství vody

Stanovení vhodného množství vody bylo provedeno pomocí experimentu. U navržené dávky suché směsi (tabulka 13) byl změněn vodní součinitel ($w = \text{voda}/\text{cement} + \text{mikrosilika}$). Suché složky byly míchány s daným množstvím vody a poté byl stanoven rozliv pasty (tabulka 14). Během experimentu se podařilo připravit směs s dávkou vody $w = 0,18$. Tato směs byla tekutá, ale nedosahovala hodnot požadované konzistence. Pro zlepšení tekutosti směsi byly připraveny směsi s vyšším vodním součinitelem. Jako ideální dávka vody byla stanovena $w = 0,21$, kdy směs vykazovala ideální vlastnosti, jako vhodnou konzistenci, která ovlivňuje proces míchání a zatékavost do forem.

Tabulka 13 Složení směsi.

| | m [g] |
|-----------------------|-------|
| Cement | 225 |
| Mikrosilika | 75 |
| Mikromletý písek ST 9 | 75 |
| Písek jemný | 360 |
| Jemně mletý vápenec | 15 |

Tabulka 14 Změna vodního součinitele.

| vzorek | vodní součinitel | voda [g] | rozliv [mm] | setřes [mm] |
|--------|------------------|----------|-------------|-------------|
| 1 | 0,22 | 66 | 225/230 | 255/255 |
| 2 | 0,21 | 63 | 220/215 | 230/240 |
| 3 | 0,20 | 60 | 195/205 | 225/210 |
| 4 | 0,19 | 57 | 165/165 | 185/190 |
| 5 | 0,18 | 54 | 145/140 | 160/160 |

Ze směsi byly vyrobeny testovací tělesa $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 80 \text{ mm}$ pro stanovení pevností v tahu za ohybu a v tlaku po 1,7 a 28 dnech za laboratorních podmínek a po autoklávování při $180 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 1 dne. Výsledné pevnosti po 1,7 a 28 dnech jsou uvedeny v tabulkách 15, 16 a 17 a po ošetření v autoklávu po dobu 1 dne při $180 \text{ }^\circ\text{C}$ jsou hodnoty uvedeny v tabulce 18. Stanovené hodnoty pevností v tlaku se pro jednotlivé směsi velmi lišily. Pro posouzení výsledků a stanovení hrubých chyb byl proveden na stanovených hodnotách pevností v tlaku tlaku Deanův-Dixonův test. Na základě testu byly hodnoty ze souboru dat vyřazeny, proto by bylo vhodné vyzkoušet pevnosti na vzorcích větších rozměrů.

Se snižujícím se množstvím záměsové vody přidané do směsi hodnoty pevností po jednom dni u vzorků ošetřených za laboratorních podmínek rostly. U vzorků po 28 dnech nebyl pozorován významný rozdíl v naměřených hodnotách pevností. Po 28 dnech bylo dosaženo maximální pevností kolem 200 MPa . Při ošetření v autoklávu dosahovaly pevnosti hodnot vyšších než 250 MPa .

Tabulka 15 Pevnosti po 1 dni za lab. podmínek.

| vzorek | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|--------|------------|------------|------------|
| 1 | — | 83,14 | 93,66 |
| | 12,74 | 80,99 | 77,00 |
| 2 | 11,33 | 73,57 | 79,21 |
| | 11,22 | 81,13 | 76,18 |
| 3 | 13,38 | 80,78 | 86,90 |
| | 12,59 | 79,49 | 85,02 |
| 4 | 10,50 | 69,55 | 70,65 |
| | 13,57 | 101,11 | 111,23 |
| 5 | 13,19 | 131,85 | 112,19 |
| | 12,69 | 110,06 | 128,91 |

Tabulka 16 Pevnosti po 7 dnech za lab. podmínkách.

| vzorek | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|--------|------------|------------|------------|
| 1 | 20,58 | 108,34 | 84,68 |
| | 18,13 | 126,85 | 97,70 |
| 2 | 20,98 | 167,35 | 169,35 |
| | 21,95 | 173,17 | 149,94 |
| 3 | 26,37 | 162,21 | 170,35 |
| | 20,43 | 133,06 | 153,89 |
| 4 | 24,27 | 156,55 | 159,43 |
| | 20,36 | 82,78 | 97,89 |
| 5 | 25,23 | 141,63 | 143,49 |
| | 30,44 | 122,95 | 103,64 |

Tabulka 17 Pevnosti po 28 dnech za lab. podmínkách.

| vzorek | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|--------|------------|------------|------------|
| 1 | 37,59 | 222,89 | 207,60 |
| | 18,92 | 155,63 | 172,10 |
| 2 | 38,92 | 217,88 | 169,27 |
| | 38,10 | 109,44 | 115,78 |
| 3 | 13,48 | 105,98 | 62,64 |
| | 37,37 | 202,03 | 168,57 |
| 4 | 38,33 | 233,22 | 184,54 |
| | 33,13 | 162,40 | 167,91 |
| 5 | 45,63 | 149,90 | 231,44 |
| | 45,36 | 184,91 | 150,41 |

Tabulka 18 Pevnosti po autoklávu po 1 dni při 180 °C.

| vzorek | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|--------|------------|------------|------------|
| 1 | 30,25 | 190,90 | 163,18 |
| | 30,33 | 185,35 | - |
| 2 | 39,55 | 261,44 | 246,84 |
| | 36,65 | 152,11 | 125,36 |
| 3 | 40,41 | 221,09 | 156,37 |
| | 37,37 | 63,57 | - |
| 4 | 33,81 | 252,87 | 264,09 |
| | 35,41 | 244,56 | 199,65 |
| 5 | 46,99 | 130,56 | 179,67 |
| | 44,51 | 198,90 | 169,35 |

4.2 Ošetření v autoklávu

Byl stanoven rozliv na směsích s různým množstvím jemného písku a mikromletého písku (tabulka 19). Množství plastifikátoru bylo zvednuto na 3 %, množství dalších surovin je uvedeno v tabulce 13. Pro jednotlivé směsi bylo upraveno množství vody tak, aby připravená pasta dobře zatékala do formy.

Po zběžné XRD analýze nebyl detekován žádný hydrotermální produkt, který má vyšší CS poměr než má cement a mikrosilika, která je amorfní povahy a tvoří hydrotermální produkty jen obtížně. Mikromletý písek je hodně jemný a krystalický, a proto je vhodným reaktantem pro tvorbu tobermoritu a xonotlitu. Proto byly připraveny sady vzorků se zvyšujícím se obsahem mikromletého písku ST9.

Tabulka 19 Stanovení rozlivu při změně poměru hmotnosti mikromletého písku ST 9 a písku.

| směs | ST 9 [g] | jemný písek [g] | rozliv [mm] | setřes [mm] | plastifikátor [%] | množství vody [ml] | poměr cement : jemný písek |
|------|----------|-----------------|-------------|-------------|-------------------|--------------------|----------------------------|
| 1 | 0 | 435 | 155/155 | 195/195 | 3 | 63 | 34:66 |
| 2 | 75 | 360 | 210/215 | 235/230 | 3 | 60 | 38:62 |
| 3 | 150 | 285 | 210/215 | 245/240 | 3 | 66 | 44:56 |
| 4 | 220 | 215 | 225/220 | 255/250 | 3 | 75 | 51:49 |
| 5 | 435 | 0 | 245/240 | 295/290 | 3 | 119 | 100:0 |

V tabulkách 20, 21 a 22 jsou uvedeny výsledky stanovených pevností po 1, 3 a 7 dnech vzorků ošetřených za laboratorních podmínek. Naměřené hodnoty pevností po jednom dni nepřesahovaly hodnotu 100 MPa. Po 28 dnech hydratace u vzorku 4 byly naměřeny pevnosti nad 200 MPa.

Tabulka 20 Pevnosti po 1 dni za lab. podmínek.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 10,78 | 60,95 | 57,45 |
| | 10,03 | 71,88 | 80,41 |
| 2 | 14,36 | 74,80 | 81,89 |
| | 13,73 | 81,55 | 77,87 |
| 3 | 16,36 | 72,74 | 75,34 |
| | 17,03 | 93,62 | 94,73 |
| 4 | 25,05 | 45,61 | 73,40 |
| | 12,42 | 58,37 | 44,50 |
| 5 | 7,54 | 28,14 | 33,99 |
| | 8,61 | 31,64 | 28,56 |

Tabulka 21 Pevnosti po 7 dnech za lab. podmínek.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 18,15 | 128,24 | 127,49 |
| | 17,84 | 97,40 | 95,81 |
| 2 | 30,08 | 165,77 | 161,20 |
| | 26,89 | 100,01 | 208,28 |
| 3 | 25,83 | 171,63 | 195,76 |
| | 22,08 | 106,41 | 149,18 |
| 4 | 27,80 | 156,02 | 187,68 |
| | 28,82 | 186,76 | 156,08 |
| 5 | 17,83 | 104,59 | 108,92 |
| | 14,99 | 92,68 | 94,61 |

Tabulka 22 Pevnosti po 28 dnech za lab. podmínek.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 23,00 | 103,40 | 138,35 |
| | 22,21 | 157,45 | 93,87 |
| 2 | 31,57 | 138,43 | 118,46 |
| | 33,17 | 139,20 | 125,22 |
| 3 | 31,56 | 195,15 | 176,93 |
| | 31,30 | 146,72 | 149,23 |
| 4 | 30,33 | 208,02 | 181,09 |
| | 27,21 | 204,88 | 119,22 |
| 5 | 13,44 | 163,44 | 149,86 |
| | 16,58 | 144,89 | 140,97 |

Stanovené pevnosti po ošetření v autoklávu při teplotě 180 °C po dobu 1 dne jsou uvedeny v tabulce 23, po dobu 3 dnů v tabulce 24 a po dobu 7 dnů v tabulce 25. Nárůstu hodnot pevností v tlaku bylo dosaženo při ošetření po dobu 1 dne u směsích 2 a 3, kdy bylo dosaženo pevnosti v tlaku nad 300 MPa. Nejvyšších pevností je dosaženo při poměru cement:jemný písek 40:60, kterému se složení směsí 2 a 3 nejvíce blíží. Ošetření za hydrotermálních podmínek mělo pozitivní vliv na pevnosti vzorků, které byly vyšší, než po ošetření za laboratorních podmínek. Po jednodenním ošetření v autoklávu při 180 °C byly pevnosti až o 100 MPa větší než naměřené pevnosti po 28 dnech. Po 3 dnech ošetření v autoklávu při 180 °C bylo u směsi 4 dosaženo hodnoty 346 MPa. Po dvou dnech bylo tedy dosaženo hodnot pevnosti v tlaku stejných spíše vyšší než po 28 dnech. S rostoucí dobou ošetření v autoklávu pevnosti v tlaku klesaly, ale naměřené hodnoty pevností byly nad 100 MPa.

Tabulka 23 Pevnosti po autoklávu při 1 dni při 180 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 26,60 | 134,33 | 161,83 |
| | 25,14 | 182,40 | 191,18 |
| 2 | 40,72 | 318,90 | 245,75 |
| | 37,00 | 306,37 | 232,31 |
| 3 | 43,21 | 141,94 | 224,67 |
| | 41,55 | 189,10 | 173,12 |
| 4 | 42,11 | 187,20 | 203,59 |
| | 39,55 | 105,47 | 156,56 |
| 5 | 39,70 | 195,25 | 137,02 |
| | 34,56 | 95,40 | 79,71 |

Tabulka 24 Pevnosti po autoklávu po 3 dnech při 180 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 23,53 | 187,50 | 224,74 |
| | 21,89 | 218,91 | 174,80 |
| 2 | 31,99 | 200,44 | 125,52 |
| | 31,66 | 177,28 | 223,25 |
| 3 | 40,11 | 172,28 | 155,55 |
| | 42,80 | 266,99 | 291,86 |
| 4 | 44,79 | 258,76 | 346,52 |
| | 46,78 | 271,64 | 152,34 |
| 5 | 41,98 | 220,44 | 212,06 |
| | 35,39 | 242,16 | 206,66 |

Tabulka 25 Pevnosti po autoklávu po 7 dnech při 180 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 23,45 | 189,96 | 187,74 |
| | 24,96 | 189,46 | - |
| 2 | 30,50 | 297,03 | 139,36 |
| | 35,70 | 235,95 | 234,59 |
| 3 | 43,53 | 125,79 | 179,11 |
| | 35,35 | 325,13 | 207,69 |
| 4 | 44,93 | 271,02 | 315,62 |
| | 44,22 | 212,31 | 184,96 |
| 5 | 39,21 | 181,53 | 146,90 |
| | 35,14 | 111,95 | 168,32 |

Pevnosti po ošetření v autoklávu pro jednotlivé směsi při teplotě 220 °C po dobu 1 dne jsou uvedeny v tabulce 26, po dobu 3 dnů v tabulce 27 a po dobu 7 dnů v tabulce 28. Po ošetření v autoklávu při vyšší teplotě než 180 °C došlo k mírnému nárůstu pevností. Z důvodu velkých odchylek naměřených pevností pro jeden vzorek, je obtížné pevnosti mezi sebou porovnat. V trámečcích o rozměru 20 mm × 20 mm × 80 mm se mohou vyskytovat časté defekty, které mají vliv na výsledné pevnosti. Kvůli omezení velikosti autoklávu nemohly být použity vzorky větší, které by poskytly vhodnější výsledky.

Tabulka 26 Pevnosti po autoklávu při 1 dni při 220 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 25,07 | 219,22 | 237,42 |
| | 26,99 | 162,48 | 180,39 |
| 2 | 34,72 | 243,77 | 311,71 |
| | 30,22 | 283,41 | 252,73 |
| 3 | 38,60 | 245,59 | 185,49 |
| | 42,97 | 256,69 | 272,05 |
| 4 | 38,23 | 161,68 | 254,01 |
| | 35,27 | 132,00 | 201,87 |
| 5 | 29,25 | - | 235,00 |
| | 38,70 | 221,41 | 224,27 |

Tabulka 27 Pevnosti po autoklávu po 3 dnech při 220 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 22,95 | 128,78 | 178,03 |
| | 22,60 | 239,66 | 258,56 |
| 2 | 30,87 | 196,10 | 130,76 |
| | 30,50 | 184,58 | 117,72 |
| 3 | 36,60 | 231,66 | 154,10 |
| | 40,18 | 159,72 | 209,54 |
| 4 | 41,30 | 226,49 | 224,56 |
| | 44,11 | - | 222,09 |
| 5 | 28,77 | 204,58 | 161,27 |
| | 24,34 | 169,55 | 183,12 |

Tabulka 28 Pevnosti po autoklávu po 7 dnech při 220 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 30,59 | 124,73 | 135,97 |
| | 20,79 | 124,95 | 95,93 |
| 2 | 30,90 | 190,08 | 65,97 |
| | 26,63 | 107,47 | 109,01 |
| 3 | 37,88 | 128,31 | 122,54 |
| | 43,02 | 129,46 | 126,60 |
| 4 | 50,35 | 145,50 | 137,69 |
| | 47,62 | 146,32 | - |
| 5 | 37,45 | 144,72 | 193,41 |
| | 39,80 | 226,43 | 206,96 |

V tabulkách 29, 30 a 31 jsou uvedeny pevnosti po ošetření v autoklávu při teplotě 250 °C po dobu 1, 3 a 7 dnů. Hodnoty pevností po ošetření v autoklávu při 250 °C byly stále vyšší než hodnoty vzorků ošetřených za laboratorních podmínek. Výsledné pevnosti jsou nižší než po ošetření za nižší teploty a v žádném ze vzorků nebylo dosaženo pevnosti nad 300 MPa. Zde byl pak opět velký rozptyl hodnot u jednotlivých vzorků z měřené sady, a proto by bylo vhodné vyzkoušet pevnosti na vzorcích větších rozměrů.

Tabulka 29 Pevnosti po autoklávu při 1 dni při 250 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 23,65 | 208,20 | 158,12 |
| | 18,66 | 92,00 | 200,32 |
| 2 | 35,32 | 154,65 | 218,13 |
| | 23,94 | 197,40 | 200,23 |
| 3 | 28,88 | 176,10 | 179,47 |
| | 38,61 | 220,91 | 247,61 |
| 4 | 42,11 | 261,45 | 195,06 |
| | 33,83 | 221,36 | 191,61 |
| 5 | 24,62 | 170,60 | 227,99 |
| | 28,20 | 215,11 | 201,69 |

Tabulka 30 Pevnosti po autoklávu po 3 dnech při 250 °C.

| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 28,15 | 94,26 | 116,62 |
| | 23,52 | 127,56 | 91,10 |
| 2 | 28,64 | 162,74 | 194,50 |
| | 29,20 | 128,35 | 120,71 |
| 3 | 29,48 | 169,56 | 119,04 |
| | 34,02 | 197,26 | 165,89 |
| 4 | 34,50 | 239,39 | 153,02 |
| | 32,34 | 126,36 | 172,13 |
| 5 | 26,56 | 163,03 | 167,98 |
| | 21,40 | 150,42 | 209,26 |

Tabulka 31 Pevnosti po autoklávu po 7 dnech při 250 °C.

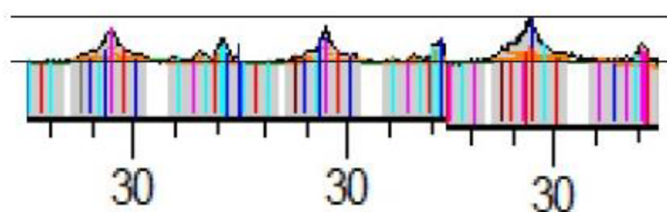
| směs | ohyb [MPa] | tlak [MPa] | tlak [MPa] |
|------|------------|------------|------------|
| 1 | 27,16 | 195,17 | 193,65 |
| | 25,46 | 189,59 | 139,77 |
| 2 | 25,90 | 183,79 | 172,39 |
| | 28,79 | 217,69 | 219,20 |
| 3 | 27,97 | 158,58 | 235,27 |
| | 22,15 | 200,96 | 177,73 |
| 4 | 29,48 | 190,06 | 221,49 |
| | 33,76 | 267,07 | 145,10 |
| 5 | 16,21 | 154,91 | 163,78 |
| | 20,42 | 201,93 | 128,83 |

4.3 Analýza XRD

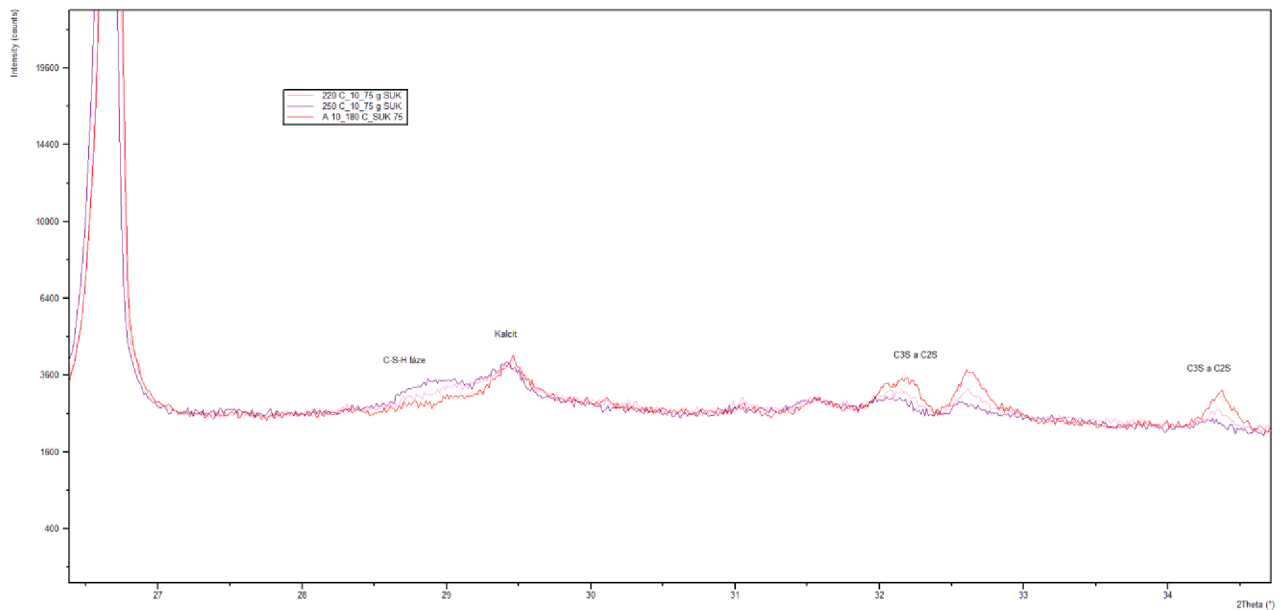
U vybraných směsí s nejvyššími pevnostmi byla provedena XRD analýza. Analýza byla provedena na vzorcích při ošetření v autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne s množstvím mikromletého písku 0 g, 75 g a 435 g. XRD difraktogramy těchto vzorků jsou vloženy v příloze (obrázky 15,16,17). Po ošetření v autoklávu nevznikla v žádném vzorku nová krystalická fáze a jejich fázové složení se výrazně nelišilo. Velmi intenzivní difrakce SiO₂ zhoršuje rozlišení a mohl způsobit snížení malých difrakcí jiných fází v RPC.

Množství mikromletého písku ovlivnilo vznik CSH gelu. Při porovnání difrakcí v oblasti úhlu 30° (obrázek 6) dochází při zvýšeném množství mikromletého písku ke zvednutí pozadí, které je způsobeno vznikem semikrystalické CSH fáze. U vzorků s 0 g a 75 g mikromletého písku jsou difrakce velmi podobné a není patrná změna ve velikosti difrakce jako u zvýšeného množství mikromletého písku. Vznikající větší množství CSH gelu je patrné i ze snímku SEM pro vzorek 435 g mikromletého písku (obrázek 10). Na vznik CSH fáze má vliv i teplota během ošetření vzorků v autoklávu. Vyšší teplota při ošetření v autoklávu podporuje tvorbu nové fáze, která vznikla u vzorků ošetřených při teplotě 220 °C a 250 °C. Srovnání velikosti difrakcí pro vzorky s obsahem 75 g mikromletého písku je při ošetření v autoklávu při teplotách 180 °C, 220 ° a 250 °C zobrazeno na obrázku 7. Vyšší teplota podporuje vznik CSH fáze na úkor slinkových mineralů, zejména C₂S a C₃S.

V RTG difraktogramech je nová fáze označena jako tobermorit. Avšak není zde přítomna difrakce v nízkém úhlu 2theta, která je charakteristická pro tobermorit, nelze říci, že by vznikl přímo tento minerál. Pro vznik fází za hydrotermálních podmínek jako je tobermorit nebo xonotlit by bylo potřeba dodat do směsi vápenaté ionty ve formě hydroxidu vápenatého. Ten vykazuje plastické chování a má vliv na konzistenci směsi. Směs po jeho přidání ztrácí tekutost. Vzniká tak pravděpodobně nová fáze CSH gelu jako semikrystalický až krystalický produkt.



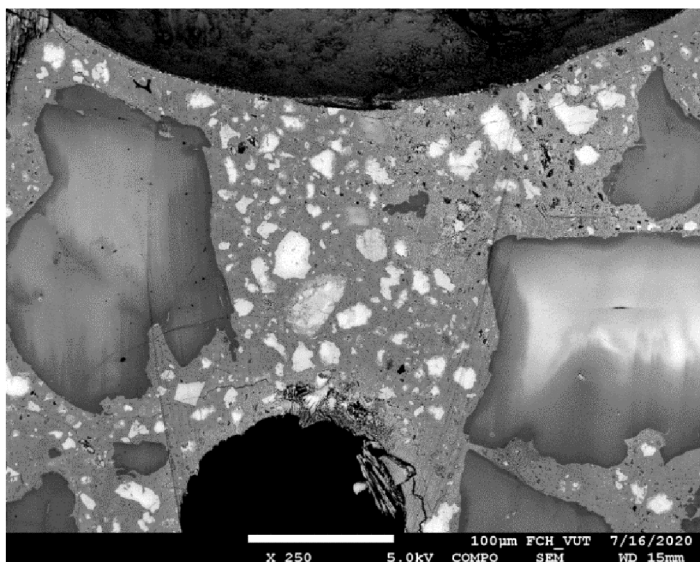
Obrázek 6 Porovnání výšky píku pro vzorky s 0 g, 75 g a 435 g mikromletého písku po autoklávu.



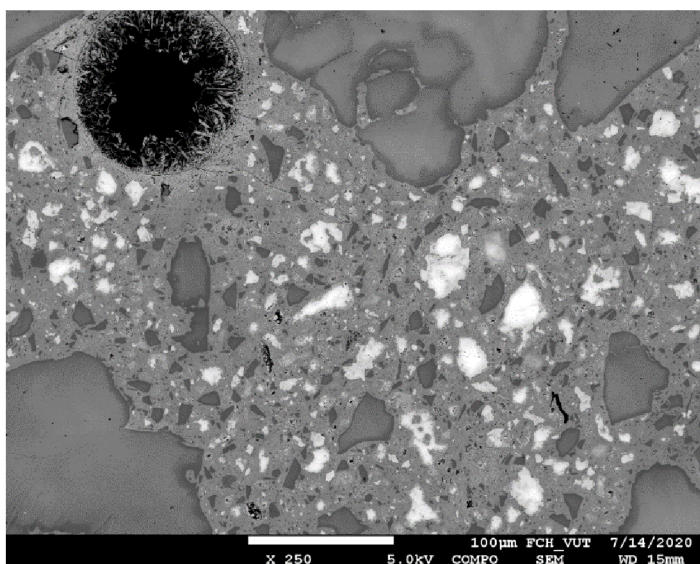
Obrázek 7 Rozdíl teplot ošetření v autoklávu na vznik CSH fáze.

4.4 Rastrovací elektronová mikroskopie

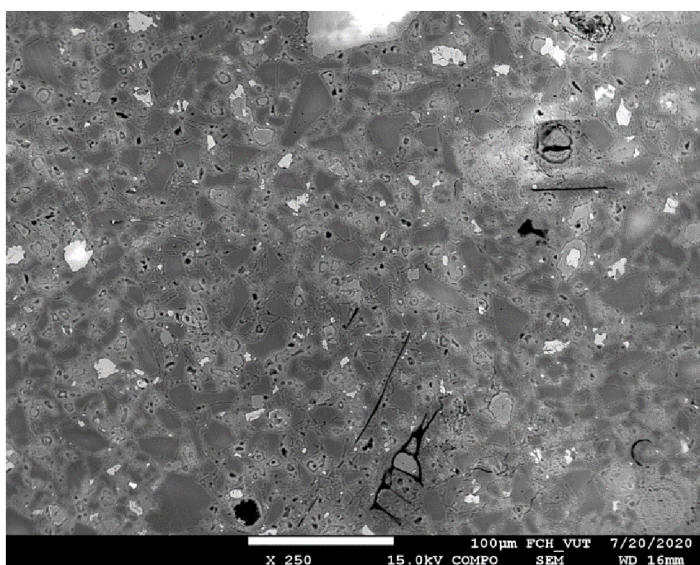
U tří vzorků po ošetření v autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne s rozdílným množstvím mikromletého písku byly provedeny mikroskopické snímky. První vzorek neobsahoval mikromletý písek a obsahoval pouze jemně mletý písek. Na snímku SEM (obrázek 8) lze pozorovat větší zrna jemně mletého písku a menší světlá zrna cementu a vápence. Druhý vzorek byl vyroben ze směsi, která byla složena ze 75 g mikromletého písku a 360 g jemně mletého písku. Na snímku SEM druhého vzorku (obrázek 9) lze pozorovat i šedá menší zrna mikromletého písku. Snímky těchto dvou vzorků se kromě obsahu mikromletého písku výrazně nelišily. Odlišná mikrostruktury byla pozorována u třetího vzorku, jehož směs obsahovala pouze mikromletý písek. U třetího vzorku na snímku SEM (obrázek 10) je menší množství původních zrn cementu, které více zreagovaly, a jeho struktura je více kompaktnější na rozdíl od prvních dvou vzorků. Ostré hrany mikromletého písku způsobily snížení toku směsi, a proto bylo zapotřebí větší množství záměsové vody pro ztekucení směsi.



Obrázek 8 Snímek SEM RPC s 0 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.

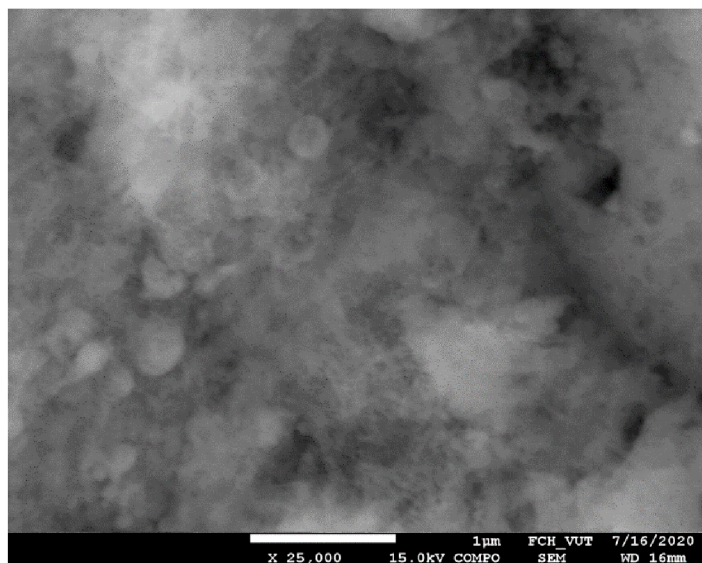


Obrázek 9 Snímek SEM RPC s 75 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.

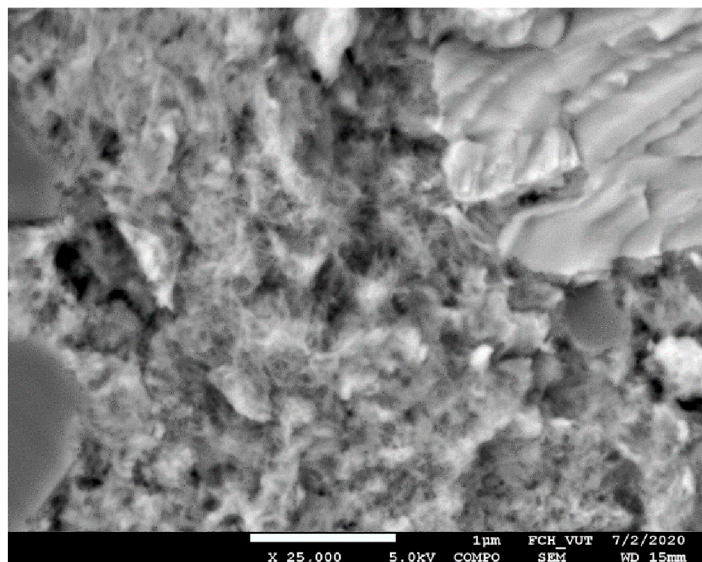


Obrázek 10 Snímek SEM RPC s 435 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.

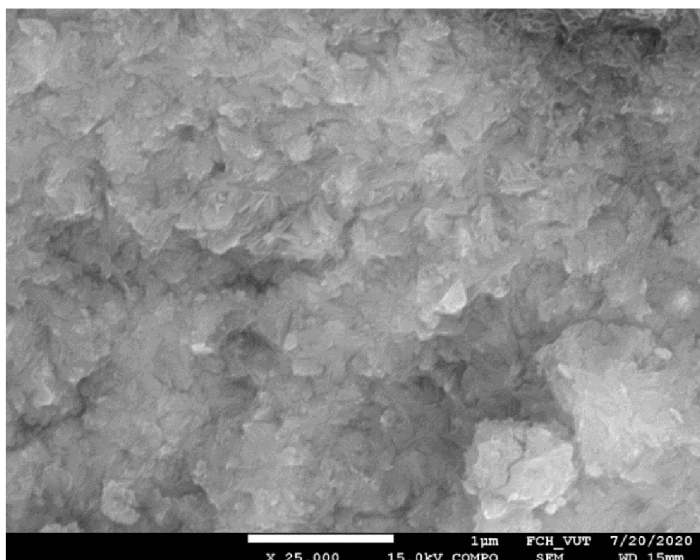
Na snímcích lomových ploch u vzorků ošetřených v autoklávu byla sledována hustota CSH gelu v závislosti na množství mikromletého písku ve směsi. U vzorku bez obsahu mikromletého písku (obrázek 11) není struktura CSH gelu patrná a lze zde pozorovat malé kuličky mikrosiliky. U druhého vzorku, který obsahoval 75 g mikromletého písku, jsou vytvořeny jehlicovité útvary CSH gelu (obrázek 12). Nej hustší strukturu CSH gelu vykazoval vzorek s množstvím 435 g mikromletého písku (obrázek 13) bez obsahu jemně mletého písku ve směsi. Se vzrůstajícím množstvím mikromletého písku dochází ke vzniku krystaličtější a jasnější struktury CSH gelu.



Obrázek 11 Snímek SEM lomové plochy RPC s 0 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.

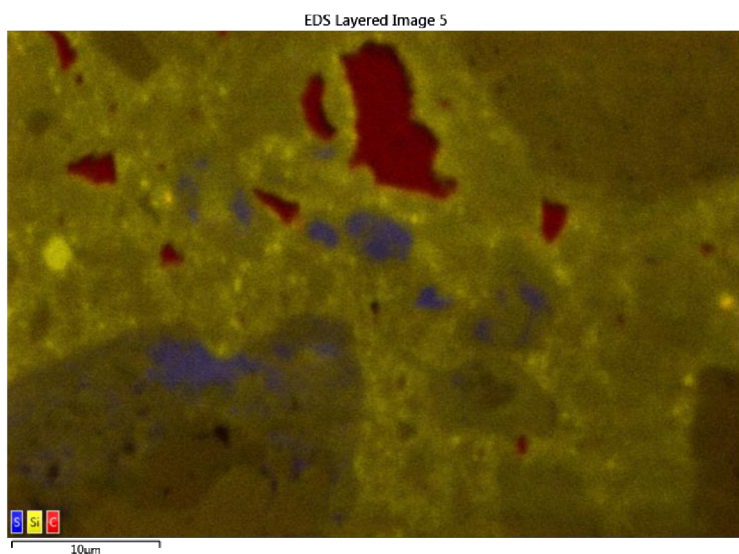


Obrázek 12 Snímek SEM lomové plochy RPC s 75 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.



Obrázek 13 Snímek SEM lomové plochy RPC s 435 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.

Na snímku EDS mapování (obrázek 14) jsou červeně zobrazena zrna vápence. Namodrale mohou být znázorněna zrna sádrovce, který zcela nezreagoval, než byly vzorky umístěny do autoklávu. Zrna písku a mikrosiliky jsou zobrazena žlutou barvou.



Obrázek 14 Prvkové mapování povrchu RPC s 0 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.

5 ZÁVĚR

Byl stanoven postup míchání směsi RPC, který je oproti běžným betonům náročnější a vyžaduje speciální technologické postupy. Pomocí stanovení rozlivu připravených past bylo navrženo optimální množství vstupních surovin. Po zjištění vhodných dávek vstupních surovin byl na směsích sledován vliv hydrotermálních podmínek. Vzorky byly ošetřeny v autoklávu při teplotách 180 °C, 220 °C a 250 °C po dobu ošetření 1, 3 a 7 dnů.

V experimentu byl sledován vliv množství záměsové vody na tekutost pasty. Byly připraveny směsi s vodním součinitelem od 0,18 do 0,22. Vhodný vodní součinitel byl stanoven na 0,21. Při této dávce vody měla směs vhodnou konzistenci a pouhým vylitím směsi došlo k celkovému vyplnění formy. Z naměřených pevností v tlaku po 28 dnech nebyl pozorován vliv vodního součinitele na hodnoty pevností v tlaku.

Vzorky ošetřené v autoklávu dosahovaly vyšších pevností než vzorky ošetřené za laboratorních podmínek. Vzorky hydratované za laboratorních podmínek dosahovaly pevností kolem 150 MPa. Po jednodenním ošetření v autoklávu byly jejich hodnoty pevností zhruba o 100 MPa vyšší než u vzorků ošetřených za laboratorních podmínek. Při teplotách 180 °C a 220 °C po dobu 1 dne v autoklávu bylo dosaženo pevnosti nad 300 MPa. Zvýšení teploty na 250 °C nemělo pozitivní vliv na zvýšení pevností a došlo k jejich poklesu. Také prodloužení doby ošetření v autoklávu došlo ke snížení hodnot pevností v tlaku. Nejvyšších pevností bylo dosaženo při ošetření v autoklávu po dobu 1 a 3 dnů při teplotách 180 °C a 220 °C. U stanovených hodnot pevností v tlaku byl velký rozptyl hodnot pro jednotlivá měření. Velikost trámečků o rozměru 20 mm × 20 mm × 80 mm byla omezena velikostí autoklávu a pro zpřesnění výsledků by bylo vhodné stanovit pevnosti na vzorcích větších rozměrů.

Pro přípravu RPC je důležitou surovinou mikromletý písek, který má vliv na vznik CSH gelu. XRD analýzou byla sledována struktura vzorků po ošetření v autoklávu. Ve vzorcích z autoklávu nedošlo ke vzniku tobermoritu nebo xonotlitu, ale byla pozorována změna ve struktuře CSH gelu. Se zvyšujícím se množstvím mikromletého písku ve vzorku docházelo ke vzniku semikrystalického až krystalického CSH gelu. Tyto změny byly sledovány i mikroskopickou analýzou. Po přidání většího množství mikromletého písku docházelo ke vzniku jehlicovitých útvarů CSH gelu a k tvorbě kompaktnější struktury a většímu zreagování zrn cementu.

6 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] AÏTCIN, Pierre-Claude. *Vysokohodnotný beton*. Praha: Pro Českou komoru autorizovaných inženýrů a techniků činných ve výstavbě (ČKAIT) a Českou betonářskou společnost vydalo Informační centrum ČKAIT, 2005. Betonové stavitelství. ISBN 80-867-6939-9.
- [2] BRANDŠTETR, Jiří. *Betony extrémně vysokých pevností na bázi jemnozrných reaktivních složek*. Chemická fakulta VUT.
- [3] HLAVÁČ, Jan. *Základy technologie silikátů: celostátní vysokoškolská příručka pro studenty oboru 27-06-8 Technologie silikátů*. 2. upr. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1988.
- [4] JIRÁSEK, J., VAVRO, M.: *Nerostné suroviny a jejich využití*. Ostrava: Ministerstvo školství, mládeže a tělovýchovy ČR & Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 2008. ISBN 978-80-248-1378-3.
- [5] FRIDRICHOVÁ, Marcela, Karel DVOŘÁK, Dominik GAZDIČ a Iveta HÁJKOVÁ. BJ16 - Maltoviny: modul M02. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, 2014, 133 s. *Studijní opory pro studijní programy s prezenční formou studia*. ISBN 978-80-214-4973-2.
- [6] MujBeton.cz [online]. [cit. 2020-01-23]. Dostupné z: <http://www.mujbeton.cz/jak-se-vyrabi-cement>.
- [7] KALLAUNER, Otakar. *Portlandský cement II. díl*. Praha II.: Státní nakladatelství technické literatury, 1954, 104 s.
- [8] FIALA, Ctislav. *Samozhutnitelný beton vyztužený vlákny: Vliv vláken na smršťování samozhutitelného betonu* [online]. Praha, 2006 [cit. 2020-01-24]. Dostupné z: <http://www.ctislav.wz.cz/publ/SCC-vlakna-smrsteni.pdf>
- [9] TIPKA, Martin. *Složení, návrh a příprava vysokopevnostního a ultravysokopevnostního betonu: Betony a cementové kompozity s řízenými vlastnostmi*. Praha, 2011.
- [10] SALAHALDEIN ALSADEY. *Effect of Superplasticizer on Fresh and Hardened Properties of Concrete*. Faculty of Engineering, Civil Engineering Department, Azzaytuna University, Beni Walid City, Libya: American Institute of Science, 2015, 70-74.
- [11] Aalborgportland [online]. [cit. 2020-02-10]. Dostupné z: <https://www.aalborgwhite.com/default.aspx?m=2&i=62>
- [12] AVAS EXPORT-IMPORT spol. s r.o.: *Stavební hmoty*, [online]. [cit. 2020-02-10] Dostupné z: <http://www.avas-concrete.com/stavebni-hmoty-cementy/dansky-superbily-cement-portland.php>
- [13] RAMACHANDRAN, V. S. *Concrete admixtures handbook: properties, science, and technology*. 2nd ed. Park Ridge, N.J., U.S.A.: Noyes Publications, c1995. ISBN 08-155-1373-9.
- [14] *Příručka technologa: Beton – suroviny, výroba, vlastnosti*, 2. aktualizované vydání: Českomoravský beton – Heidelberg Cement Group, Českomoravský cement – Heidelberg Cement Group, Českomoravské šterkovny – Heidelberg Cement Group, 2005.
- [15] RACHAL, V a kol.: *Kalorimetry of portland cement with silica fume and gypsum additions*, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetri*, 87(2007),č 2,s. 331-336
- [16] ERDEM, T., K., KIRCA, Ö.: *Use of binary and ternary blends in high strength concrete*, *Construction and Building Materials* 22 (2008), s. 1477 – 1483
- [17] PYTLÍK, P., *Technologie betonu*, 2. vyd., VUTIUM, 2000 , ISBN 80-214-1647-5

- [18] SHI, Caijun, WU, XIAO, WANG, HUANG a Zhi FANG. A review on ultra high performance concrete: Part I. Raw materials and mixture design. *Construction and Building Materials*. [Guildford, Surrey: Butterworth Scientific], 2015, (103). s. 742-749. ISSN 1879-0526
- [19] ŠKVÁRA, František. *Technologie anorganických pojiv II: užití maltovin. Korozie cementu*. 1. vyd. Praha: VŠCHT, 1995, 184 s. ISBN 80-708-0225-1
- [20] Příručka technologa: Beton – suroviny, výroba, vlastnosti, 2. aktualizované vydání: Českomoravský beton – Heidelberg Cement Group, Českomoravský cement – Heidelberg Cement Group, Českomoravské štěrkovny – Heidelberg Cement Group, 2005
- [21] BRANDŠTETR J., LUKÁŠ J., KRÁTKÝ J., HANÁKOVÁ Z.: Mikro kamenivo jako složka betonů vysokých užitných vlastností, *SILIKA* 2003, 1 – 2, 2003
- [22] ZDEB, Tomasz. An analysis of the steam curing and autoclaving process parameters for reactive powder concretes. *Construction and Building Materials*. 2017, **131**, 758-766. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2016.11.026. ISSN 09500618. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061816317809>
- [23] HELA, Rudolf. *Příměsi do betonu* [online]. Ústav technologie stavebních hmot a dílců, Fakulta stavební VUT v Brně, 2015 [cit. 2020-02-19]. Dostupné z: <http://www.betontks.cz/sites/default/files/2015-2-04.pdf>
- [24] RICHARD, Pierre a Marcel CHEYREZY. Composition of reactive powder concretes. *Cement and Concrete Research*. 1995, **25**(7), 1501-1511. DOI: 10.1016/0008-8846(95)00144-2. ISSN 00088846. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0008884695001442>
- [25] MOSTOFINEJAD, Davood, Mojtaba Rostami NIKOO a Seyed Arman HOSSEINI. Determination of optimized mix design and curing conditions of reactive powder concrete (RPC). *Construction and Building Materials*. 2016, **123**(7), 754-767. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2016.07.082. ISSN 09500618. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061816311801>
- [26] AHMAD, Shamsad, Ahmed ZUBAIR a Mohammed MASLEHUDDIN. Effect of key mixture parameters on flow and mechanical properties of reactive powder concrete. *Construction and Building Materials*. 2015, **99**, 73-81. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2015.09.010. ISSN 09500618. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061815303718>
- [27] HE, Yongjia, Ruitao MAO, Linnü LÜ a Shuguang HU. Hydration products of cement-silica fume-quartz powder mixture under different curing regimes. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.* 2017, **32**(3), 598-602. DOI: 10.1007/s11595-017-1640-8. ISSN 1000-2413. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/s11595-017-1640-8>
- [28] CANBAZ, Mehmet. The effect of high temperature on reactive powder concrete. *Construction and Building Materials*. 2014, **70**, 508-513. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2014.07.097. ISSN 09500618. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061814008599>
- [29] TORREGROSA, E.C. Dosage optimization and bolted connections for UHPFRC ties. Valencie, Spain, 2013. UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA
- [30] YAZICI, Halit, Engin DENİZ a Bülent BARADAN. The effect of autoclave pressure, temperature and duration time on mechanical properties of reactive powder concrete. *Construction and Building Materials*. 2013, **42**, 53-63. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2013.01.003. ISSN 09500618. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061813000299>

- [31] YAZICI, Halit, Hüseyin YIĞİTER, Anıl Ş. KARABULUT a Bülent BARADAN. Utilization of fly ash and ground granulated blast furnace slag as an alternative silica source in reactive powder concrete. *Fuel*. 2008, **87**(12), 2401-2407. DOI: 10.1016/j.fuel.2008.03.005. ISSN 00162361. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S001623610800104X>
- [32] BEGLARIGALE, A., YALCINKAYA, Ç., & YAZICI, H. (2014). Autoclaved reactive powder concrete: The effects of steel micro-fibers and silica fume dosage on the mechanical properties. *Usak University Journal of Material Sciences*, 3(1), 7-14. Retrieved from <https://search.proquest.com/docview/1695791805?accountid=17115>
- [33] CANBAZ, Mehmet. The effect of high temperature on reactive powder concrete. *Construction and Building Materials*. 2014, **70**, 508-513. DOI: 10.1016/j.proeng.2015.06.166. ISSN 09500618. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061814008599>
- [34] Beton - vztah mezi strukturou a vlastnostmi [online]. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta stavební, katedra materiálového inženýrství a chemie [cit. 2020-03-02]. Dostupné z: <http://tpm.fsv.cvut.cz/vyuka/mi1/MI6.pdf>
- [35] Zkoušení malt a pojiv [online]. [cit. 2020-03-02]. Dostupné z: <http://www.szk.fce.vutbr.cz/vyuka/AI001/AI001%20Cvicebnice%20-%203%20Malty%20a%20pojiva.pdf>
- [36] *Zkoušení stavebních hmot a výrobků* [online]. [cit. 2020-03-04]. Dostupné z: http://homel.vsb.cz/~khe0007/opory/opory.php?stranka=malty_cement_zk
- [37] *ChemPoint* [online]. [cit. 2020-04-03]. Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/rentgenova-difrakcni-analyza-na-praskovych-vzorcich>
- [38] DUFKA, Amos a Jan NOVÁK. Laboratorní experimentální metody. Brno: VUT, 2007, 155 s.
- [39] DOLNÍČEK, Zdeněk. Laboratorní metody výzkumu [online]. Olomouc: Katedra geologie, Přírodovědecká fakulta, Univerzita Palackého, 2005 [cit. 2020-04-03]. Dostupné z: http://www.geology.upol.cz/upload/studijni_materialy/plne_texty_skript/2005_Dolnicek_Zdenek_Metody_laboratorniho_vyzkumu.pdf
- [40] SKENOVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE [online]. In: . Univerzita Palackého v Olomouci: Regionální centrum pokročilých technologií a materiálů [cit. 2020-07-06]. Dostupné z: http://www.rcptm.com/wpcontent/uploads/2015/12/vp2_Katalog_RCPTM_sem_c_s.pdf
- [41] KOPECKÁ, Jitka. Laboratoř charakterizace nano a mikrosystémů: Elektronová mikroskopie [online]. In: . [cit. 2020-07-06]. Dostupné z: <https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/EM.pdf?redirected>
- [42] GABKO, Miroslav *Reaktivní práškové kompozity (RPC)*. Brno, 2017. 80 s., Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav technologie stavebních hmot a dílců. Vedoucí práce prof. Ing. Rudolf Hela, CSc.
- [43] JEONG, D. a H. LEE. The effect of Pozzolanic reaction under different curing temperatures in strength development of RPC. In: *International Conference on Sustainable Building Asia*. s. 1-6.
- [44] *Sklopisek střeleč* [online]. [cit. 2020-07-21]. Dostupné z: <https://glassand.eu/nase-pisky/podle-druhu/mikromlete-pisky>

7 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

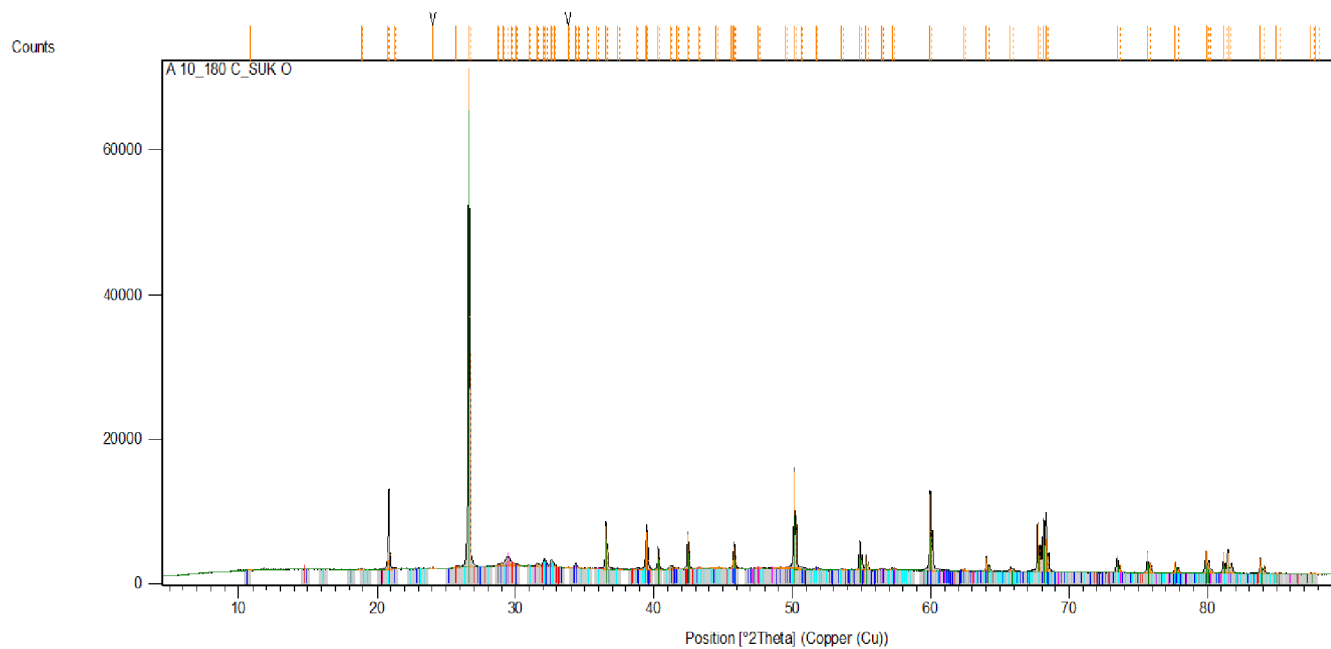
| | |
|-------------------|--------------------------------------|
| PC | portlandský cement |
| RPC | reaktivní práškový kompozit |
| HSC | vysokopevnostní beton |
| SSC | samozhutnitelný beton |
| UHSC/UHPC | ultravysokohopenostní/hodnotný beton |
| C ₃ S | alit |
| C ₂ S | belit |
| C ₃ A | trikalciualuminát |
| C ₄ AF | brownmillerit |
| CA | monokalciualuminát |
| CH | portlandit |
| AFt | ettrinit |
| SP | superplastifikátor |
| SUK | speciálně umletý křemičitý písek |

Přílohy

Date: 7.7.2020 Time: 14:52:26

File: A 10_180 C_SUK O

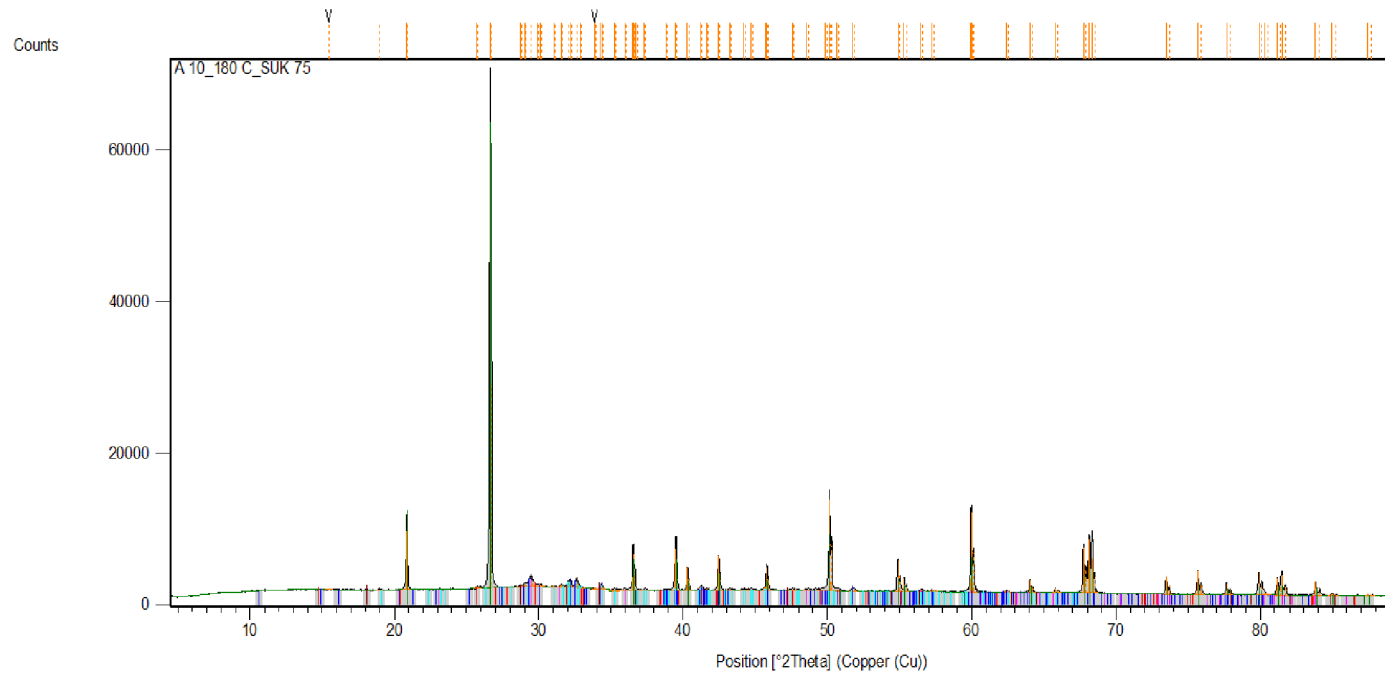
User: xcgalvankova



| Peak List |
|---|
| Si O ₂ ; Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Quartz; Hexagonal; P3221 |
| Ca ₃ Si ₂ O ₅ ; Calcium Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Hatrurite, syn; Monoclinic; Cm |
| Ca (C O ₃); Calcium Carbonate; SQ: 0 [%]; Calcite; Rhombohedral; R-3c |
| Ca ₂ (Si O ₄); Calcium Silicate; SQ: 0 [%]; Larnite; Monoclinic; P21/n |
| Ca (O H) ₂ ; Calcium Hydroxide; SQ: 0 [%]; Portlandite, syn; Hexagonal; P-3m1 |
| Ca S O ₄ 10.5 H ₂ O; Calcium Sulfate Hydrate; SQ: 0 [%]; Bassanite, syn; Hexagonal; P-3m1 |

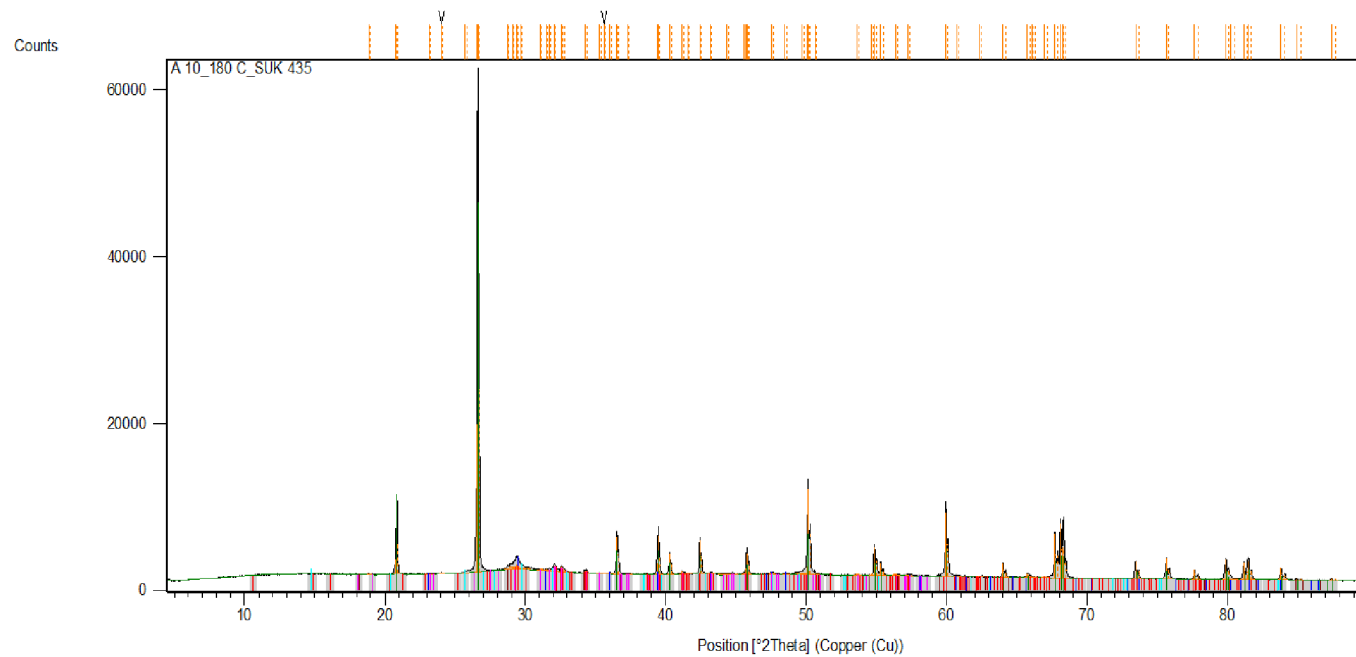
Page: 1 of 1

Obrázek 15 RTG difraktogram RPC s 0 g mikromletého pisku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.



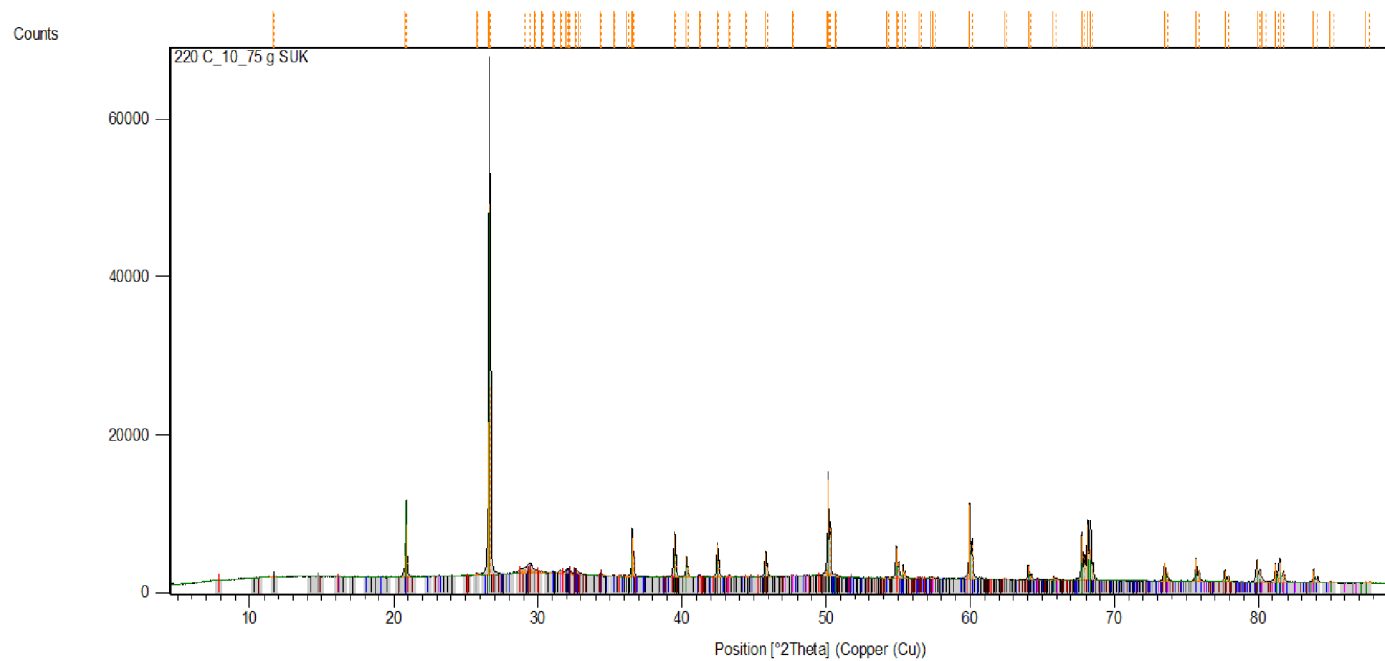
| Peak List |
|---|
| Si O2; Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Quartz; Hexagonal; P3221 |
| Ca3 Si O5; Calcium Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Hatrinite; syn; Monoclinic; Cm |
| Ca (C O3); Calcium Carbonate; SQ: 0 [%]; Calcite; Rhombohedral; R-3c |
| Ca2 Si O4; Calcium Silicate; SQ: 0 [%]; Larnite; syn; Monoclinic; P21/n |
| Ca S O4 10.5 H2 O; Calcium Sulfate Hydrate; SQ: 0 [%]; Bassanite; syn; Hexagonal; P-3m1 |
| Ca (O H)2; Calcium Hydroxide; SQ: 0 [%]; Portlandite; syn; Hexagonal; P-3m1 |

Obrázek 16 RTG difraktogram RPC s 75 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.



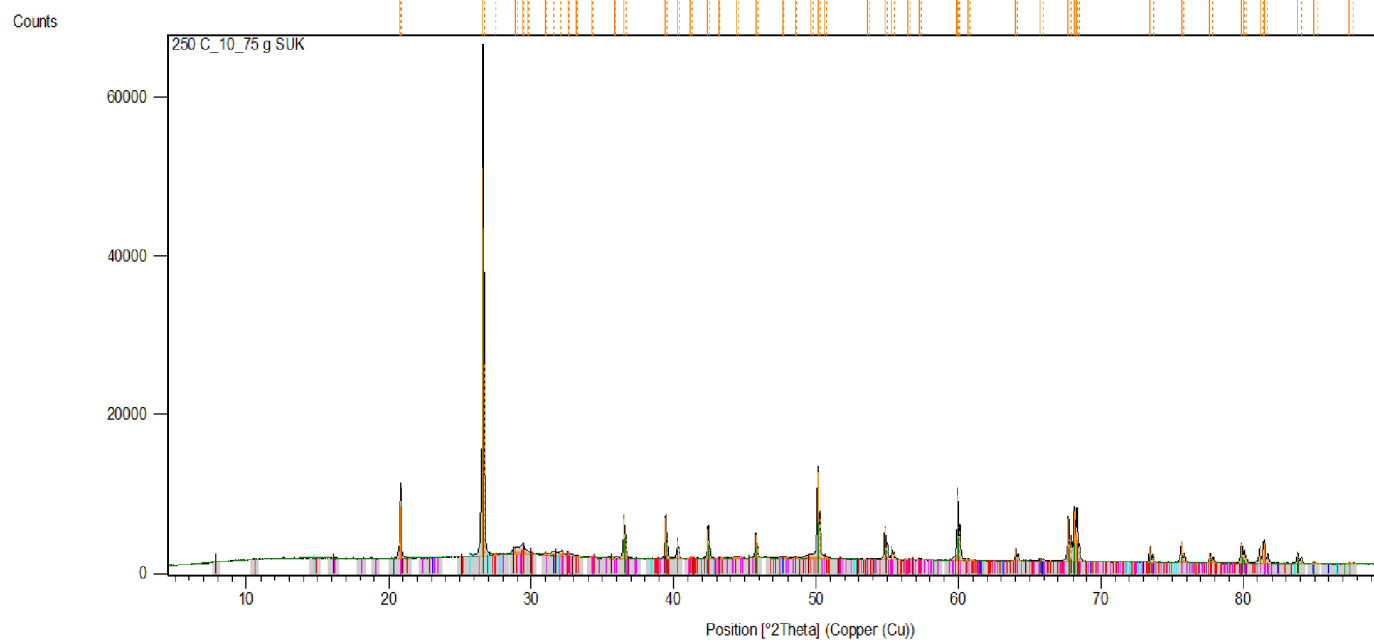
| Peak List |
|---|
| Si O2; Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Quartz low, syn; Hexagonal; P3221 |
| Ca (C O3); Calcium Carbonate; SQ: 0 [%]; Calcite, Rhombohedral; R-3c |
| Ca2 Si O4; Calcium Silicate; SQ: 0 [%]; Larnite, syn, Monoclinic; P21/n |
| Ca S O4 10.5 H2 O; Calcium Sulfate Hydrate; SQ: 0 [%]; Bassanite, syn, Hexagonal; P-3m1 |
| Ca3 Si O5; Calcium Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Hatrurite, syn; Monoclinic; Cm |
| Ca (O H)2; Calcium Hydroxide; SQ: 0 [%]; Portlandite, syn; Hexagonal; P-3m1 |

Obrázek 17 RTG difraktogram RPC s 435 g mikromletého písku po autoklávu při 180 °C po dobu 1 dne.



| Peak List |
|---|
| Si O2; Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Quartz low , syn; Hexagonal; P3221 |
| Ca2 Si O4; Calcium Silicate; SQ: 0 [%]; Lemite; Monoclinic; P21/n |
| Ca C O3; Calcium Carbonate; SQ: 0 [%]; Calcite; Rhombohedral; R-3c |
| Ca3 Si O5; Calcium Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Hatrurite; syn; Monoclinic; Cm |
| Ca S O4 10.5 H2 O; Calcium Sulfate Hydrate; SQ: 0 [%]; Bassanite, syn; Hexagonal; P-3m1 |
| Ca S O4 (H2 O)2; Calcium Sulfate Hydrate; SQ: 0 [%]; Gypsum; Monoclinic; C2/m |
| 1x Ca O 1 Si O2 1z H2 O; Calcium Silicate Hydrate; SQ: 0 [%]; Tobermorite; Unknown |

Obrázek 18 RTG difraktogram RPC s 75 g mikromletého písku po autoklávu při 220 °C po dobu 1 dne.



| Peak List |
|---|
| Si O2; Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Quartz; Hexagonal; P3221 |
| Ca C O3; Calcium Carbonate; SQ: 0 [%]; Calcite; Rhombohedral; R-3c |
| Ca2 Si O4; Calcium Silicate; SQ: 0 [%]; Larnite; Monoclinic; P21/a |
| Ca S O4 10.5 H2 O; Calcium Sulfate Hydrate; SQ: 0 [%]; Bassanite, syn; Hexagonal; P-3m1 |
| Ca3 Si O5; Calcium Silicon Oxide; SQ: 0 [%]; Hatrurite, syn; Monoclinic; Cm |
| Ca O 1 Si O2 1z H2 O; Calcium Silicate Hydrate; SQ: 0 [%]; Tobermorite; Unknown |

Obrázek 19 RTG difraktogram RPC s 75 g mikromletého písku po autoklávu při 250 °C po dobu 1 dne.