



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

## ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

# VLIV MNOŽSTVÍ SÍRANŮ NA TVORBU ETTRINGITU V CEMENTOBETONOVÝCH KRYTECH

THE INFLUENCE OF THE AMOUNT OF SULFATES ON THE FORMATION OF ETTRINGITE IN CEMENT-  
CONCRETE COVERS

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

## AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Leona Mrhálková

## VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.

BRNO 2024

## Zadání bakalářské práce

Číslo práce: FCH-BAK2011/2023 Akademický rok: 2023/24  
Ústav: Ústav chemie materiálů  
Studentka: **Leona Mrhálková**  
Studijní program: Chemie a technologie materiálů  
Studijní obor: bez specializace  
Vedoucí práce: **doc. Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.**

### Název bakalářské práce:

Vliv množství síranů na tvorbu ettringitu v cementobetonových krytech

### Zadání bakalářské práce:

#### 1. Literární rešerše:

Vypracování literární rešerše na téma ettringit, jeho formy a vznik v systémech na bázi portlandského cementu. Rešerše bude obsahovat popis výroby portlandského cementu, požadavky na jeho vlastnosti a složení dle ČSN EN 197-1. Dále bude rešerše obsahovat popis hydratace a hydratačních procesů které probíhají při hydrataci p-cementu. Závěrem bude uvedeno, za jakých podmínek je možný vznik ettringitu v betonech pojených p-cementem.

#### 2. Bakalářská práce bude mít tyto hlavní úkoly:

- navrhnout a prodiskutovat testovací betonové směsi s ohledem na množství síranů a fázové složení použitého cementu
- připravit 4–6 testovacích betonů, každý v dostatečném množství 12–15 ks „trámečků“ (40 x 40 x 160 mm) s obsahem kameniva o velikosti 0–8 mm
- následné testování trámečků – vybrané testy dle norem pro beton nebo platných TP
- získání a zpracování experimentálních dat

#### 3. Pokyny ke zpracování dat

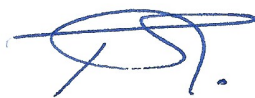
Student/ka bude veškeré experimenty vyhodnocovat dle platných norem, popř. TP. Tam kde to nebude možné, budou výsledky zpracovány vhodnou statistickou nebo jinou vhodnou metodou tak, aby bylo jasné, co mý výsledek představovat.

## Termín odevzdání bakalářské práce: 31.5.2024:

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



Leona Mrháková  
Studentka



doc. Ing. Tomáš Opravil, Ph.D.  
Vedoucí práce



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

V Brně, dne 1. 2. 2024



prof. Ing. Michal Věselý, CSc.  
Děkan

## ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá vlivem množství síranů na vznik ettringitu v cementobetonových krytech. Pro experimenty byly vytvořeny vzorky cementových past, malt a betonů v podobě trámečků. Jako pojivo byly použity cementy třídy CEM I 42,5 R – SC. Do některých záměsí byl přidán chemosádrovec z výroby titanové běloby jako další zdroj síranů. Pro posouzení vlivu vzniku ettringitu na vlastnosti vzorků byly použity testy pevností připravených materiálů, po kterých následovaly testy CHRL. Výsledky těchto experimentů byly následně potvrzeny analýzami XRD a EDX spolu se snímky ze skenovacího elektronového mikroskopu.

## ABSTRACT

This bachelor's thesis is focused on the influence of the amount of sulfates on the formation of ettringite in cement-concrete covers. For the experiments, samples of cement pastes, mortars, and concretes in the form of small beams were created. Cements of class CEM I 42.5 R – SC were used as the binder. In some mixtures, gypsum from the production of titanium dioxide was added as an additional source of sulfates. To assess the impact of ettringite formation on the properties of the samples, strength tests of the prepared materials were conducted, followed by CHRL tests. The results of these experiments were subsequently confirmed by XRD and EDX analyses along with images from a scanning electron microscope.

## KLÍČOVÁ SLOVA

Ettringit, portlandský cement, síran vápenatý, sádrovec, Kleinův komplex, CHRL, XRD, SEM-EDX.

## KEYWORDS

Ettringite, portland cement, calcium sulfate, gypsum, Klein complex, CHRL, XRD, SEM-EDX.

MRHÁLKOVÁ, Leona. *Vliv množství síranů na tvorbu ettringitu v cementobetonových krytech+* [online]. Brno, 2024 [cit. 2024-05-22]. Dostupné z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/157170>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie materiálů. Vedoucí práce Tomáš Opravil.

#### PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci zpracovala samostatně a že jsem uvedla všechny použité informační zdroje.



Leona Mrháková

#### PODĚKOVÁNÍ

Děkuji svému vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Tomáši Opravilovi, Ph.D. za věnovaný čas a odborné vedení. Dále děkuji panu Ing. Jiřímu Másílkovi, Ph.D. za poskytnutí XRD analýz připravených směsí.

# Obsah

Úvod .....	8
Teoretická část .....	9
1. Cement .....	9
1.1 Portlandský cement .....	9
1.1 Požadavky na složení portlandského cementu podle ČSN 197-1 .....	10
1.2 Dělení portlandského cementu .....	12
1.3 Poměr hlavních složek cementu .....	12
1.3.1 Hydraulický modul .....	12
1.3.2 Silikátový modul .....	12
1.3.3 Hlinitanový modul .....	12
1.4 Výroba portlandského cementu .....	13
1.6 Hydratace portlandského cementu .....	14
1.6.1 Vliv množství vody na hydrataci cementu .....	14
1.6.2 Fáze hydratace .....	15
1.6.3 Hydratace $C_3S$ (alitu) .....	16
1.6.3 Hydratace $C_2S$ (belitu) .....	16
1.6.4 Hydratace $C_3A$ .....	16
1.7 Zkoušky cementu dle normy ČSN EN 196 Metody zkoušení cementu .....	17
1.7.1 ČSN EN 196-1 Metody zkoušení cementu. Část 1: Stanovení pevnosti .....	17
1.7.2 ČSN EN 196-1 Metody zkoušení cementu. Část 2: Chemický rozbor cementu .....	18
2. Beton .....	19
2.1 Vlastnosti betonu .....	19
2.2 Pevnost betonu v tlaku a v tahu za ohybu .....	20
2.3 Mrazuvzdornost betonu .....	20
2.3.1 Odolnost betonu proti působení vody a CHRL .....	22
3. Ettringit .....	23
3.1 Ettringit v portlandském cementu .....	24
3.2 Vliv zpožděné tvorby ettringitu (DEF) na materiál .....	24
4. Ye'elimite .....	24
5. Cíl práce .....	26
Experimentální část .....	27
6. Metodika .....	27
6.1 Rentgenová difrakční analýza (XRD) .....	27

6.2	Skenovací elektronový mikroskop (SEM) a EDX analýza.....	28
6.3	Příprava záměsí.....	29
6.4	Použité suroviny .....	29
7.	Výsledky a diskuse .....	30
7.1	Testy vlivu přísad síranů na cementových pastách.....	30
7.2	Testy vlivu síranů na malty.....	35
7.3	Testy vlivu síranů na betonové vzorky .....	40
8.	Závěr .....	45
	Seznam použitých zdrojů.....	46
	Seznam použitých zkratk .....	50
	Přílohy.....	51
	Snímky ze SEM betonových vzorků a EDX analýza .....	51
	Snímky ze SEM vzorků malt a EDX analýza .....	57
	Snímky ze SEM vzorků cementových past a EDX analýza .....	66
	Grafický záznam XRD práškové difrakce cementových past.....	70

## Úvod

Beton je nezbytným stavebním materiálem používaným po celém světě. Hlavním důvodem jeho celosvětového rozšíření je vysoká pevnost, odolnost a možnost širokého využití. Přestože jej můžeme vnímat jako jednoduchou substanci, ve skutečnosti se jedná o kompozitní stavební materiál a jeho vzniku předchází složitý proces přeměny vstupních materiálů na výsledný heterogenní systém. Jeho základními složkami jsou cement, sloužící jako hydraulické pojivo, voda, kamenivo a případně další přísady.

Cement, jako jedna ze základních složek betonu, hraje významnou roli ve vývoji vlastností výsledného materiálu a jeho dlouhodobé stabilitě. Díky chemickým reakcím cementu s vodou se vytvářejí hydratační produkty, které dávají betonu pevnost a odolnost vůči tlaku a mechanickému namáhání. Vlastnosti betonu závisí na složení cementu, jeho poměrech a procesech, které probíhají během tuhnutí a tvrdnutí. Jedním z nejpoužívanějších typů cementu je portlandský cement.

Cílem této bakalářské práce je posoudit vliv množství síranů na vznik ettringitu v cementobetonových krytech, jejichž pojivem je portlandský cement. Ettringit je hydratační produkt patřící do skupiny sulfoaluminátů, který vzniká při hydrataci portlandského cementu obsahujícího sulfáty. Vliv ettringitu na cementobetonové konstrukce může být v případě nadměrného objemového nárůstu negativní, což může vést k trhlinám a poškození konstrukce. Přítomnost ettringitu může také ovlivnit mechanické vlastnosti betonu, jako je pevnost a trvanlivost. Správné řízení množství sulfátů v cementové směsi může minimalizovat negativní vliv ettringitu na betonové konstrukce. Ettringit může být také výhodný při ochraně konstrukce před pronikáním chloridů a následným koroze ocelové výztuže. Vliv ettringitu na cementobetonové konstrukce je důležité pečlivě monitorovat a řídit, aby se minimalizovaly možné škody a zvýšila se trvanlivost konstrukce. Tato práce se zaměří na analýzu vztahu mezi koncentrací síranů v portlandském cementu a tvorbou ettringitu.



## Teoretická část

### 1. Cement

Cementy jsou anorganická pojiva hojně používaná ve stavebnictví. Za anorganická pojiva lze označit práškové látky, které po smíchání s vodou tuhnou a tvrdnou. Tvrdnutí cementu je důsledkem hydratace vápenatých křemičitanů a hlinitanů. Jednou z podmínek kvality cementu je maximální homogenizace vstupních surovin. Hlavními dále zpracovávanými surovinami jsou vápenec ( $\text{CaCO}_3$ ), někdy i s obsahem dolomitu ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ). Dále se do nich přidávají dle potřeby jíly, hlíny, břidlice a slíny, struska, rudy železa, bauxit a další korekční přísady v závislosti na typu cementu. [1]

Proces přechodu materiálu z tekuté formy na formu pevnou můžeme rozdělit na fázi tuhnutí a fázi tvrdnutí, kdy v první fázi materiál ztrácí svou zpracovatelnost, a ve fázi druhé získává potřebnou pevnost. Na základě stálosti anorganických pojiv ve vodném prostředí je můžeme rozdělit na hydraulická a vzdušná pojiva. Vzdušná pojiva tvrdnou na vzduchu, ale ani po vytvrzení nejsou proti vodnému prostředí zcela odolná. Hydraulická pojiva naopak dosahují technicky dostatečné pevnosti i při tvrdnutí ve vodě. [2]

Cementy můžeme rozdělit do 3 skupin:

- 1) Silikátové cementy (nejvýznamnějším představitelem je portlandský cement),
- 2) Hlinitanové cementy,
- 3) Ostatní cementy. [24]

#### 1.1 Portlandský cement

Jedním z nejrozšířenějších druhů cementů je portlandský cement. Vstupními materiály pro jeho výrobu jsou vápenec, který je hlavním zdrojem CaO, dolomit jako zdroj CaO a MgO, dále jsou to jíly, křemenný písek, břidlice, rudy železa. Obsah MgO nesmí překročit 6 hmotnostních procent. [3]

Mezi hydraulické složky výchozích surovin portlandského cementu patří CaO (60 – 69 hm %),  $\text{SiO}_2$  (18 – 24 hm. %),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (4 – 8 hm. %),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (1 – 8 hm. %) a MgO (< 6 hm. %). Mezi škodlivé složky portlandského cementu řadíme oxidy alkalických kovů a  $\text{SO}_3$ . Poměr vstupních materiálů je udáván mimo jiné cementářskými moduly. [1]

Vlastnosti cementu se liší na základě jejich konkrétního složení. Ty mohou ovlivňovat hydrataci nebo například výslednou pevnost materiálu. Hlavní vliv na vlastnosti mají 4 hlavní vznikající fáze. [25]

**Tabulka 1**

*Hlavní minerály portlandského slínku [1; 25]*

Mineralogický název	Vzorec	Zkrácený vzorec <sup>a</sup>	Obsah [hm. %]	Teplota vzniku [°C]
<b>alit</b>	3CaO . SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S	44 - 77	1250
<b>belit</b>	2CaO . SiO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> S	9 - 33	700
<b>aluminoferit vápenatý</b>	4CaO . Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF	4 - 10	700
<b>aluminát vápenatý</b>	3CaO . Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A	6 - 13	900

<sup>a</sup> CaO = C; SiO<sub>2</sub> = S; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = A; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = F; H<sub>2</sub>O = H

### 1.1 Požadavky na složení portlandského cementu podle ČSN 197-1

Norma ČSN 197-1 definuje požadavky na složení a hmotnostní zastoupení jednotlivých vstupních surovin. Dělí je na dvě skupiny, a to složky hlavní a složky doplňující.

**a) Hlavní složky:**

Podle normy ČSN 197-1 považujeme za hlavní složky ty, které představují alespoň 5 % z celkové hmotnosti všech vstupních surovin.

- Portlandský slínek

Vyrábí se vypálením surovinové směsi až do slinutí vstupních materiálů, které je třeba předem co nejvíce homogenizovat. Vstupní suroviny jsou tvořeny převážně CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Minimálně dvě třetiny portlandského slínku musí být tvořeny z křemičitanů vápenatých. Ostatní slínekové fáze musejí obsahovat obsahující Al, Fe aj. Poměr mezi oxidem vápenatým a oxidem křemičitým nesmí překročit hodnotu 2.

- Granulovaná vysokopecní struska

Tato složka portlandského cementu vzniká při výrobě železa ve vysoké peci rychlým ochlazením struskové taveniny. Alespoň dvě třetiny hmotnosti strusky musejí být sklovité a obsahovat alespoň dvě třetiny hmotnosti CaO, MgO a SiO<sub>2</sub>. Další sloučeninou obsaženou ve strusce je Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hmotností podíl oxidu vápenatého spolu s oxidem hořečnatým ku oxidu křemičitému musí být větší než 1.

- Pucolány

Pucolány jsou přírodní látky, které při kontaktu s vodou tvoří křemičitany a hlinitany vápenaté, a musejí být tvořeny alespoň z jedné čtvrtiny hmotnosti oxidem křemičitým.

- Popílky

V cementech podle normy ČSN 197-1 ed. 2 nesmí být použit jiný popílek než získaný dle normy ČSN EN 450-1, a to mechanickým nebo elektrostatickým odlučováním prachových částic. Používají se popílky křemičité a vápenaté.

- Křemičitý popílek

Křemičitý popílek je tvořen oxidem křemičitým a hlinitým, přičemž oxid křemičitý musí tvořit alespoň jednu čtvrtinu hmotnostního obsahu. Zbytek křemičitého popílku je tvořen především oxidem železitým.

- Vápenatý popílek

Vápenatý popílek je tvořen především oxidem vápenatým, oxidem křemičitým a oxidem hlinitým, přičemž obsah oxidu vápenatého musí být alespoň 10 % z celkové hmotnosti. Zbytek vápenatého popílku je tvořen oxidem železitým a dalšími sloučeninami.

- Kalcinovaná břidlice

Kalcinovaná břidlice se vyrábí v peci zahříváním na teplotu okolo 800 °C. Je tvořena převážně slíkovými fázemi, a to dikalciumsilikátem a monokalciumpulminátem. Dále obsahuje menší podíl CaO a CaSO<sub>4</sub>.

- Vápenec

Vápenec používaný pro výrobu cementu musí podle normy ČSN 197-1 ed. 2 obsahovat uhličitán vápenatý, a to alespoň ze tří čtvrtin hmotnosti vypočtené z obsahu oxidu vápenatého. Podíl jílových složek nesmí překročit 1,2 g / 100 g. Obsah organického uhlíku nesmí překročit hranici 0,2 nebo 0,5 % procent z celkové hmotnosti v závislosti na typu vápence.

- Křemičitý úlet

Křemičitý úlet vzniká při redukci křemene v obloukové peci. Tato složka nesmí obsahovat méně než 85 % hmotnosti amorfního oxidu křemičitého a měrný povrch musí odpovídat nejméně 15 m<sup>2</sup>/g.

## b) Doplnující složky

- Síran vápenatý

Sírany se přidávají do cementu z důvodu řízení rychlosti hydratace, a to nejčastěji v podobě sádrovce, přírodního dihydrátu síranu vápenatého, dnes jsou však hojně využívány energosádrovce a chemosádrovce. [38]

## 1.2 Dělení portlandského cementu

- 1) CEM I – Portlandský cement,
- 2) CEM II – Portlandský cement směsný,
- 3) CEM III – Vysokopeční cement,
- 4) CEM IV – Pucolánový cement,
- 5) CEM V – Směsný cement. [38]

## 1.3 Poměr hlavních složek cementu

Hlavní složky cementu, mezi které patří CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, musejí být zastoupeny v určitém vzájemném poměru, který lze vyjádřit pomocí modulů:

### 1.3.1 Hydraulický modul

$$M_H = \frac{\text{CaO}}{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3}$$

Hodnota hydraulického modulu portlandského cementu se pohybuje mezi 1,7 – 2,4. [1]

### 1.3.2 Silikátový modul

$$M_S = \frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3}$$

Hodnota silikátového modulu se pohybuje v rozmezí 1,7 – 2,7. [24]

### 1.3.3 Hlinitanový modul

$$M_A = \frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Fe}_2\text{O}_3}$$

Hodnota hlinitanového modulu dosahuje hodnoty 1,5 – 2,5, avšak u bílých cementů dosahuje hodnot vyšších než 8. Naopak při nízkých hodnotách ( $M_A < 0,64$ ) není ve vypáleném slínku žádný trikalciumaluminát a výsledný cement je vysoce odolný. [26]

## 1.4 Výroba portlandského cementu

Celý proces výroby portlandského cementu začíná těžbou surovin a jejich následným mletím, a to tvz. suchou nebo mokrou cestou. Dnes se při výrobě cementu používá suchý způsob mletí, při kterém se suroviny melou pomocí kulových mlýnů, a to především z ekonomických důvodů, jelikož mletí mokrou cestou vyžadovalo nejen přísun vody, ale také následné sušení surovinové moučky. Hlavní složkou pro výrobu cementu je portlandský slínek. Jeho výroba spočívá v rozemletí vstupních surovin na jemnou moučku, která se vypálí v rotační peci na slínek při teplotě okolo 1 400 °C za vzniku kalcium-silikátové a kalcium-aluminátové/ferritové fáze. Slínek musí být za účelem zachování stability silikátových fází velmi rychle ochlazen, aby tyto fáze zůstaly ve své vysokoteplotní formě. Jelikož je portlandský slínek vícefázový materiál, jeho konečné vlastnosti závisejí nejenom na způsobu slinování, ale také na chemickém složení vstupních surovin. [4; 25]

Druhou hlavní složkou pro výrobu portlandského cementu je sádrovec jako zdroj síranu vápenatého. Přidává se po ochlazení slínku ve formě dihydrátu vápenatého ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) neboli sádrovce, jeho anhydridu ( $\text{CaSO}_4$ ) nebo hemihydrátu ( $1/2 \text{CaSO}_4$ ). Sádrovce získané z elektráren jako sekundární produkt odsiřování a chemosádrovce mají vyšší čistotu než sádrovec přírodní. Obsah síranových iontů ovlivňuje rychlost hydratace tak, aby bylo cementové pojivo zpracovatelné po dostatečně dlouhou dobu, požadavky na minimální počátky tuhnutí jsou pro jednotlivé typy cementů stanoveny v normě ČSN EN 197-1. [1; 4]

## 1.6 Hydratace portlandského cementu

Hydratace portlandského cementu je jedním z nejdůležitějších faktorů ovlivňujících výsledné vlastnosti materiálu. Celý proces závisí na poměru mezi množstvím cementu a množstvím vody (w/c), složením vstupních surovin, případných příměsí a také na velikosti zrn a jejich homogenizaci.

### 1.6.1 Vliv množství vody na hydrataci cementu

Poměr mezi vodou a cementem běžně odpovídá hodnotě 0,3 – 0,6 v závislosti na technologii nebo typu výsledného materiálu. Celý proces probíhá spontánně a je spojen s uvolňováním tepla.

Celková pevnost výsledného materiálu však nezávisí pouze na kompletní hydrataci částic cementové směsi, ale také na jejich blízkosti. V cementové pastě, jejíž hodnota w/c je nižší, než 0,42, jsou plně hydratovány pouze jemně namleté částice, ostatní jsou hydratovány pouze na povrchu. Tato nehydratovaná centra částic cementu se chovají jako pevné body s vysokou pevností v tlaku a vysokým modulem pružnosti, čímž působí zpevňujícím účinkem na cementovou pastu. [3; 5]

Samotná hydratace cementu je složitý mechanismus, přičemž hydratace fází  $C_3S$  (alitu) a  $C_3A$  jsou zásadní pro hydrataci celého systému, protože v jejich průběhu vznikají sloučeniny, které mají vliv na vlastnosti výsledného materiálu. Pro iniciaci optimální hydratace  $C_3S$  (alitu) v portlandském cementu se používá přídavek síranu vápenatého. Přídavek síranu oddaluje hydrataci  $C_3A$  a tím zabraňuje rychlému tuhnutí směsi, čímž prodlužuje dobu zpracovatelnosti materiálu.

Hydratace  $C_3A$  musí být oddálena až do hlavního vrcholu hydratace alitu. Pokud by bylo množství přídavku síranu vápenatého nedostatečné, bude hydratace fáze alitu omezena, což bude mít negativní vliv na vlastnosti výsledného materiálu. V opačném případě, kdy bude množství přídavku síranu vápenatého příliš velké, může docházet kromě ke zhoršeným mechanickým vlastnostem docházet také ke zpožděné tvorbě ettringitu.

Při hydrataci alitu dochází k tvorbě C-S-H gelu (vápník-silikátový hydrát) za současného vzniku  $Ca(OH)_2$  (portlandit). Následuje hydratace  $C_3A$  fáze, která reaguje se síranem vápenatým za vzniku ettringitu ( $3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32 H_2O$ ). Zrna fáze  $C_3A$  se obalují ettringitem, čímž je po určité dobu blokována jejich rychlá hydratace. Hydratační reakce belitu a  $C_4AF$  jsou pomalé a mají na celkový hydratační proces malý vliv. Z původního hydrogelu se voda dostává do zrn a hydratace alitu pokračuje i v hlubších vrstvách. Ettringit praská

osmotickým tlakem vody, díky čemuž se belit opět hydratuje. Při tvrdnutí cementu dochází k uvolňování velkého množství tepla z důvodu hydratace. Cement musí být v průběhu tvrdnutí průběžně zvlhčován.

Pro dosažení co nejvyšších hodnot pevností v tlaku je zásadní vznik C-S-H gelu s co nejvíce celistvou mikrostrukturou, jelikož na silikátových fázích závisí výsledná pevnost. Optimálních výsledků lze dosáhnout vhodnou koncentrací vody, síranových, hlinitanových a vápenatých iontů. [1; 4; 6]

### 1.6.2 Fáze hydratace

Proces hydratace lze na základě dějů, ke kterým v jejím průběhu dochází, rozdělit do 3-4 period.

#### 1. perioda: pre-indukční fáze (první minuty po smíchání surovin)

Ihned po kontaktu cementu s vodou dochází k uvolňování iontů ze sloučenin cementu a zároveň k tvorbě hydratovaných fází. Alkalické sírany poskytují ionty  $K^+$ ,  $Na^+$  a  $SO_4^{2-}$ . Rozpouštěný síran vápenatý poskytuje ionty  $Ca^{2+}$  a další  $SO_4^{2-}$  ionty.

Dochází k rozpouštění alitu, což způsobuje vznik C-H-S fáze na povrchu částic cementu. Vznik této fáze je spojen se zvýšenou koncentrací  $Ca^{2+}$  a  $OH^-$  iontů. Část  $C_3A$  se rozkládá a reaguje s ionty  $Ca^{2+}$  a  $SO_4^{2-}$  za vzniku ettringitu (Aft fáze). Tato perioda je spojena s rychlým uvolňováním tepla.

#### 2. perioda: indukční (klidová fáze – prvních pár hodin po smíchání surovin)

Po zpomalení hydratace po prvních pár minutách dosáhne koncentrace  $Ca(OH)_2$  svého maxima a začne klesat. Koncentrace  $SO_4^{2-}$  iontů je konstantní, jelikož ta část, která je spotřebovávána na vznik AFt fáze, je nahrazena dalšími ionty z rozpouštěného síranu vápenatého.

#### 3. perioda: akcelerační perioda (od 1-3 po 12-24 h hodin od smíchání vstupních surovin)

Následuje opětovné zrychlení hydratačních procesů portlandského cementu. Opět dochází k hydrataci  $C_3S$  a vzniku C-H-S. Dochází k další krystalizaci  $Ca(OH)_2$  (portlanditu), což je spojeno se snižující se koncentrací  $Ca^{2+}$  iontů ve směsi. V této periodě dochází k hydrataci  $C_2S$ . Dále je hydratací  $C_3A$  fáze spotřebován veškerý síran za vzniku AFt fáze.

#### 4. perioda: post-akcelerační fáze

V poslední a zároveň nejdelší části hydratace cementu dochází ke zpomalení všech reakcí především z důvodu nízkého obsahu nezreagovaných reaktantů. Fáze C-H-S nadále vzniká

z důvodu pokračující hydratace  $C_3S$ . Dochází k hydrataci belitu a k přeměně ettringitu na monosulfát (AFm). [3; 27]

#### 1.6.3 Hydratace $C_3S$ (alitu)

Obsah alitu v cementu představuje 50 – 70 % z celkové hmotnosti směsi, což jej činí hlavní složkou portlandského cementu. Hydratace alitu řídí kinetiku hydratace portlandského cementu především v její počáteční fázi. Nejprve dojde k rychlé reakci alitu s vodou, což vede k uvolnění iontů  $Ca^{2+}$  a  $OH^-$ . Z těchto iontů se vytváří  $Ca(OH)_2$  neboli portlandit a C-H-S gel na povrchu částic alitu. C-H-S se formuje ve formě malých krystalů na povrchu alitu až do momentu, kdy jej celý pokryjí. Následně se nové krystaly C-H-S neformují na povrchu těch předchozích, ale dochází k jejich formování na rozhraní mezi zrny cementové pasty a původními C-H-S, což vede ke zpomalení celého procesu. V poslední fázi hydratačního procesu dochází ke zpomalení hydratace především z důvodu husté mikrostruktury vznikajícího materiálu. [7; 25; 26]

#### 1.6.3 Hydratace $C_2S$ (belitu)

Hydratace belitu je pomalá a ve své podstatě podobná hydrataci alitu. V jejím procesu také dochází k tvorbě portlanditu a C-H-S gelu, jen v menším množství v poměru cca 1:3 molu. [25]

#### 1.6.4 Hydratace $C_3A$

$C_3A$  je nejreaktivnější fází portlandského cementu, její hydratace za nepřítomnosti síranu vápenatého probíhá velkou rychlostí, což vede k tuhnutí cementové pasty a následně k nemožnosti materiál dále zpracovat. Za přítomnosti síranu vápenatého ve slínku portlandského cementu dochází ke vzniku ettringitu. [8]

V počátku hydratace  $C_3A$  dochází k rychlému vzniku ettringitu. Po několika minutách tento proces zpomaluje jak kvůli vzniklému ettringitu, který vytvoří ochrannou membránu, tak i kvůli adsorpci síranů na aktivní místa  $C_3A$ , díky čemuž se zpomalí jeho rozpouštění. Ettringit ( $3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3CaSO_4 \cdot 32H_2O$ ) se následně přeměňuje na monosulfát ( $3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot CaSO_4 \cdot 10H_2O$ ). [5; 25; 26]



## 1.7 Zkoušky cementu dle normy ČSN EN 196 Metody zkoušení cementu

### 1.7.1 ČSN EN 196-1 Metody zkoušení cementu. Část 1: Stanovení pevnosti

Stanovení pevnosti cementu se provádí podle normy ČSN 196-1 Metody zkoušení cementu – 1. část: Stanovení pevnosti. Metoda udává postupy pro stanovení pevnosti cementových malt v ohybu a v tlaku. Tato metoda je určena pro cementy definované podle normy ČSN 197-1.

#### Pevnost v tahu za ohybu

První část normy ČSN 196-1 popisuje postup při měření pevnosti v tahu za ohybu cementových směsí na trámečcích o rozměrech 40 x 40 x 160 mm. Tyto trámečky se položí na válcové podpěry vzdálené 100 mm od sebe. Zatěžovací válec působí shora rovnoměrnou rychlostí 50 N/m s odchylkou 10 N/m až do bodu, kdy dojde ke zlomení trámečku. Výsledná pevnost vzorku je určena vztahem:

$$R_f = \frac{1,5 \cdot F_t \cdot l}{b^3}$$

$R_f$  ... pevnost v tahu za ohybu [MPa; N/mm<sup>2</sup>]

$F_t$  ... zatížení na střed trámečku

$l$  ... vzdálenost mezi podpěrami [mm]

$b$  ... strana čtvercového průřezu trámečku [mm]

Po získání 3 hodnot je vypočítán aritmetický průměr s přesností na 0,1 MPa.

#### Pevnost v tlaku

Zkouška pevnosti v tlaku cementové směsi následuje po zkoušce pevnosti v tahu za ohybu. Jako vzorky ke zkoušce slouží zbylé poloviny trámečků vzniklé z výše uvedené zkoušky. Vzorky jsou uloženy mezi ocelové destičky o rozměrech 40 x 40 x 10 mm. Tímto je určena plocha, na kterou zařízení působí. Zatížení působí rychlostí 2400 N/s s odchylkou 200 N/s do bodu, kdy dojde k porušení vzorku. Výsledná hodnota je stanovena vztahem:

$$R_c = \frac{F_c}{1600}$$

$R_c$  ... pevnost v tlaku [MPa]

$F_c$  ... zatížení při porušení [N]

Po získání 6 výsledných hodnot je vypočítán aritmetický průměr s přesností 0,1 MPa. [34]

### 1.7.2 ČSN EN 196-1 Metody zkoušení cementu. Část 2: Chemický rozbor cementu

Chemický rozbor cementu se provádí podle normy ČSN 196-2 – část 2: Chemický rozbor cementu. Norma uvádí referenční metody, které jsou používány k analýze obsahu jednotlivých prvků v cementové směsi a také metodu alternativní, kdy v případě neshody se použijí výsledky metody referenční.

Jako alternativní metoda je využívána rentgenový fluorescenční spektroskopie (XRF). Metoda se při experimentech na cementových pojivech používá ke stanovení obsahu oxidů na základě přepočtu obsahů jednotlivých prvků. [35]

Metoda XRF funguje na principu měření záření emitovaného excitovanými elektrony. Využívá ozáření vzorku fotony s dostatečnou energií pro vytažení vnitřního elektronu z jeho orbitalu. Následně se na jeho místo přesune elektron z vyšší energetické hladiny, což je provázeno emisí energie charakteristické pro daný atom. Část emise je absorbovaná vzorkem, proto nelze předpokládat lineární vztah mezi fluorescenčním zářením a koncentrací daného prvku. Emise zkoumaného atomu může mít různou intenzitu v závislosti na matrici. [36; 37]

## 2. Beton

Beton je kompozitní materiál, který je z makroskopického hlediska tvořen kamenivem, pojivem a vodou, případně dalšími příměsemi dle potřebných výsledných vlastností materiálu. Nejčastěji používaným pojivem je cement. Po smíchání vstupních surovin dojde k vytvoření kašovitě hmoty, která následně prochází složitým procesem hydratace, při kterém materiál nejprve tuhne a následně tvrdne. [9; 10]

### 2.1 Vlastnosti betonu

Vlastnosti betonu se liší zejména v závislosti na použitých vstupních surovinách a jejich vzájemné homogenizaci, přísadách a jejich vzájemném poměru, způsobu výroby, teplotě při tuhnutí materiálu nebo vzdušné vlhkosti okolí, které je materiál vystaven po smíchání vstupních surovin při jeho tuhnutí a následném tvrdnutí. Mezi příznačné vlastnosti betonu patří jeho pevnost v tlaku a také jeho lomová křehkost. Hodnoty pevnosti v tahu odpovídají pouze zlomku hodnot pevnosti v tlaku. To je důvodem vyztužování betonových konstrukcí odpovídajícími železnými výztužemi. [2; 9; 10]

Na všechny důležité vlastnosti jsou kladeny požadavky definované v příslušných platných normách. Výsledné vlastnosti betonu jsou funkcí procesu hydratace cementu, který je poměrně dlouhý. Proto jsou specifikace a testy určeny pro vzorky, které ztvrdly za určitých teplot a vlhkostí po dobu 28 dní. Hodnoty pevností v tahu a ohybu obecně dosahují 10 – 15 % pevnosti v tlaku. [10]

## 2.2 Pevnost betonu v tlaku a v tahu za ohybu

Zkoušky pevnosti betonu v tlaku jsou definovány normou ČSN EN 12390-3. Nejčastěji se provádí na vzorcích ve tvaru krychle nebo válce a jsou rovnoměrně zatěžována ve zkušebním lisu, který vyhovuje požadavkům normy ČSN EN 12390-4. Samotným zkouškám předchází také kontrola geometrie vzorků. [2]

Zkoušky pevnosti betonu v tahu ohybem jsou definovány normou ČSN EN 12390-5 a probíhají na zkušebních vzorcích ve tvaru hranolu. Vzorky jsou rovnoměrně zatěžovány ve zkušebním lisu, který musí opět odpovídat požadavkům normy ČSN EN 12390-4. Zatížení může probíhat dvěma způsoby, a to buď základním způsobem dvěma břemeny, nebo alternativním způsobem jedním břemenem. [2; 17; 19]

Normy ČSN EN 12390-3 a ČSN EN 12390-5 uvádějí postupy pro testování pevností betonových vzorků,) a jejich postup je obdobný testování pevností cementových směsí podle normy ČSN EN 196 popsané kapitole v 1.7.

## 2.3 Mrazuvzdornost betonu

Cementobetonové konstrukce vystavené vlivům opakovaného mrznutí a tání mohou podléhat destruktivním procesům. Příčiny poškození ztvrdlého betonu se odvíjejí od komplexní mikrostruktury materiálu a konkrétních podmínek okolí. Důležitou roli v tomto procesu hraje nasycenost betonu vodou. Suchý beton poškození při opakovaném mrznutí a tání nepodléhá.

Voda v betonu nezmrzne okamžitě. Nejprve dochází k mrznutí vody v největších vzduchových pórech přítomných v betonu, které postupně pokračuje k pórům menší velikosti. S rostoucím objemem zmrzlé vody se zvětšuje podíl solí rozpuštěných ve vodě v kapalném stavu, což dále snižuje bod mrazu. Při dosažení teploty okolo  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  zůstává voda částečně kapalná, jelikož molekuly vody nemůžou zaujmout konfiguraci potřebnou pro tvorbu ledu. Proto nedochází k tvorbě ledu v betonu při teplotách nad  $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Tímto vzniká termodynamická nerovnováha mezi nízkoenergetickým stavem zmrzlé vody v kapilárách a vysokoenergetickým stavem kapalné vody. Rozdíl v entropii způsobuje pohyb kapalné vody do větších kapilár, kde také mrzne.

Každý cyklus mrznutí a tání způsobuje další migraci vody. Tyto trhliny se prodlužují tlakem zmrzlé vody a s každým dalším cyklem tak vznikají další trhliny, jelikož voda po přeměně na led zvětšuje svůj objem o 9 %.

Celý proces je umocněn, pokud je beton vystaven vlivu rozmrazovacích solí, které se ve vyšších zeměpisných šířkách používají k rozpuštění zmrzlé vody na jejich povrchu. Odolnost betonu vůči vlivu mrazu je daleko větší, než jeho odolnost vůči kombinaci vlivů mrazu a rozmrazovacích solí současně. Soli rozpouštějí led a sníh, čímž vzniká jejich roztok. Ten může být absorbován betonem. Absorpce solí povrchem betonu způsobuje osmotický tlak, voda se pohybuje směrem k povrchu betonu, čímž vzniká hydraulický tlak, který způsobuje poškození povrchu betonu. Pokud dojde k odloupení povrchové vrstvy betonu, každé další poškození způsobené tímto způsobem zapříčiňuje čím dál větší poškození. [3; 10; 20]

### 2.3.1 Odolnost betonu proti působení vody a CHRL

Odolnost betonu proti působení vody a CHRL (chemickým rozmrazovacím látkám) je definována normou ČSN EN 73 1322. Zkušebními vzorky jsou hranoly, které se po nasycení vodou podrobují cyklům. Cykly sestávají ze 4 hodiny trvající periody s teplotou mezi -15 °C až -20 °C a následné 2 hodiny trvající periodě, při které se vzorky nacházejí ve vodní lázni s teplotou 15 °C až 22 °C.

Tyto cykly jsou rozděleny do jednotlivých etap sestávajících z 25 cyklů. Minimální počet cyklů je obvykle 50 a maximální počet je 150 cyklů. Beton vyhovuje takovému počtu zmrazovacích cyklů, při kterém součinitel mrazuvzdornosti neklesne pod 75 %, nebo při kterém úbytek hmotnosti zkušební vzorku nepřesáhl 5 % původní hmotnosti. Součinitelem mrazuvzdornosti nazýváme poměr hodnot pevnosti betonu v tahu za ohybu na zkušebních tělesech ku těm, které testy nepodstoupily.

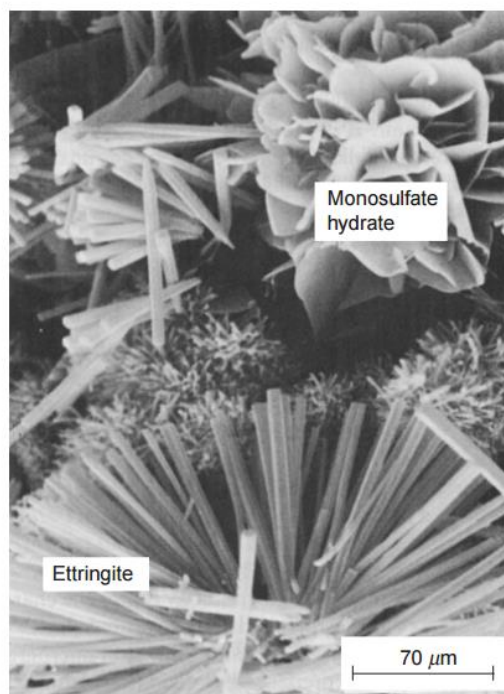
Chemickou látkou, používanou při těchto zkouškách, je 3% roztok NaCl nebo jeho posyp. Po dokončení potřebného počtu cyklů jsou odloupnuté části vzorků zachyceny, vysušeny a zváženy. Výsledkem zkoušky je hmotnost odpadu ze zkušební vzorku vztažená na 1 m<sup>2</sup> zkušební plochy (g/m<sup>2</sup>). Tato hodnota je porovnána s požadovanou hodnotou pro daný metodický postup. [2; 21]

### 3. Ettringit

Ettringit  $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$  je sloučenina bílé až světle žluté barvy vznikající při tvrdnutí portlandského cementu jako výsledek hydratace, výjimečně se vyskytuje i v přírodě. Jedná se o hydratovaný sulfát, který své jméno dostal podle města Ettringen v Německu, kde byl poprvé objeven.

Jedná se o kalcium sulfoaluminát a jeho základní struktura je hexagonální. Běžně tvoří šestihhranné hranoly zakončené pyramidou nebo pinakoidem. Jeho krystalografická struktura se skládá z  $[\text{Al}(\text{OH})_6]^{3-}$  na hranách krystalové buňky, které jsou propojeny skupinami iontů  $\text{Ca}^{2+}$  tvořících sloupovou strukturu, uvnitř níž se nacházejí sírany a voda. Při dehydrataci se ettringit přeměňuje na meta-ettringit, což je doprovázeno změnou ve struktuře krystalu.

Krystaly ettringitu zaujímají jehličkový až vláknitý tvar s délkou okolo 25  $\mu\text{m}$  a průměrem okolo 3  $\mu\text{m}$ . Tvrdost ettringitu se podle Mohsovy stupnice pohybuje mezi hodnotami 2 – 2,5. Krystalizuje velmi rychle a jeho vznik je spojen s velkou objemovou expanzí dosahující až 270 % původního objemu výchozích látek. Ettringit je dobře rozpustný ve zředěných kyselinách a částečně rozpustný ve vodě. [11; 12; 28]

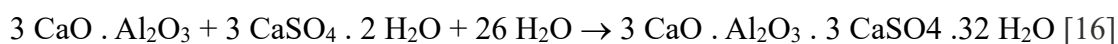


**Obrázek 1**  
*Ettringit a monosulfát v cementu [10]*

### 3.1 Ettringit v portlandském cementu

Stejně jako je úloha ettringitu v počátku hydratace cementu zásadní, může být také pro výsledný materiál škodlivá. Ettringit ovlivňuje rychlost hydratace v počáteční fázi tvrdnutí cementu tím, že zpomaluje hydrataci  $C_3A$  fáze. Po vyčerpání volných síranových iontů se ettringit přemění na monosulfát. Pokud dojde ke kontaktu zatvrdlého cementového systému se síranovými vodami, dojde k opětovné tvorbě ettringitu vznikajícího ze síranových iontů a  $C_3A$  fáze. Ettringit takto vyplňuje póry, čímž zvětšuje výsledné pevnosti. Zároveň také dochází k pnutí a časem i k prasklinám. Lze tedy říci, že přítomnost Ettringitu v betonech je nežádoucí. [11; 13]

Ettringit vzniká hydratací  $C_3A$  fáze podle rovnice:



### 3.2 Vliv zpožděné tvorby ettringitu (DEF) na materiál

Za předpokladu, že v cementové pastě není nadměrné množství síranových iontů, dochází k destruktivním procesům v jen případě, že cement v průběhu tvrdnutí dosáhne na určitou dobu teploty alespoň  $70^\circ\text{C}$ . Systém se také musí nacházet ve vlhkém prostředí. Za běžných podmínek je ettringit v cementové pastě stabilní až do teploty  $70^\circ\text{C}$ , při zvýšené koncentraci síranů však dokáže být stabilní až do teplot okolo  $90^\circ\text{C}$ .

Zvýšená teplota nad  $70^\circ\text{C}$  zabraňuje běžné tvorbě ettringitu v rané fázi tvrdnutí cementové pasty, namísto toho dochází k tvorbě monosulfátu. Ettringit se následně opět formuje při poklesu teploty materiálu až po zatvrdnutí cementu. Rozpínání cementové pasty způsobuje trhliny jak v pastě samotné, tak v rozhraní mezi fázemi. Ettringit rekrystalizuje v těchto trhlinách, ale sám žádné významné vnitřní pnutí nezpůsobuje. [14; 15; 16]

## 4. Ye'elimate

Ye'elimate ( $\text{Ca}_4\text{Al}_6\text{O}_{12}\text{SO}_4$ ) je v přírodě se vzácně vyskytující minerál, jehož původ můžeme najít v okolí hory Har Ye'elim v Izraeli, podle níž získal své jméno. Má kubickou strukturu, je bezbarvý až bílý, transparentní s bílými pruhy. Je také nazýváno Kleinovým komplexem, protože byl poprvé uměle vyroben Alexanderem Kleinem v 50. letech minulého století.

Ye'elimate je průmyslově významný, jelikož se jedná o hlavní hydraulický minerál sulfoaluminátových cementů (CSA cementů). Za sulfoaluminátové cementy jsou běžně označovány ty cementy, které obsahují alespoň 50 % hm. ye'elimitu. Tyto cementy jsou



významné pro své rychlé tuhnutí a vysoké hodnoty pevností už v raných fázích tvrdnutí, a také díky malému objemovému smrštění. Hydratace ye'elmitu hraje hlavní roli v procesu tuhnutí a tvrdnutí cementu. V počátcích hydratace reaguje ye'elmit s vodou za tvorby monosulfátu a hydroxidu hlinitého, a spolu se síranem vápenatým reaguje s vodou za tvorby ettringitu.

Výroba CSA cementů vyžaduje méně vápence, který musí být dekarbonizován, než je tomu v případě portlandského cementu. Jejich maximální slinovací teplota je navíc o přibližně 200 °C nižší. Tyto faktory snižují emise CO<sub>2</sub>. V tomto případě mají největší význam belit-ye'elmit-ferrit cementy (BYF), které obsahují větší část belitu a ferritu a menší část ye'elmitu (cca 25% hm.) než „klasické“ CSA cementy. [29; 30; 31; 32; 33]

## 5. Cíl práce

Cílem práce je připravit a otestovat betonové směsi se simulovanými obsahy síranů tak, aby bylo možné na základě instrumentovaných analýz prokázat, zda má vysoký obsah síranů v cementech vliv na tvorbu ettringitu v betonech. Tento vliv bude testován na betonech po 28 dnech zrání v normových podmínkách při testech CHRL. Cílem experimentů je zjistit, zda má vyztvoření betonu a množství síranů vliv na výsledky testů CHRL především v souvislosti s destrukcí betonu. V rámci experimentu bylo připraveno 9 testovacích směsí pro jednotlivé vzorky betonů, malt a cementových past.

## Experimentální část

V této části práce jsou uvedeny použité analytické metody a laboratorní postupy, které byly použity k vytvoření jednotlivých vzorků a získání potřebných výsledků.

### 6. Metodika

Ettringit je sloučenina patřící do skupiny sulfoaluminátů, který vzniká v cementové matici za určitých podmínek. Jedná se o jednu z hlavních možných příčin porušení betonové konstrukce, případně až její úplné degradace. Přítomnost síranů má na vznik ettringitu významný dopad a tím i na vlastnosti a stabilitu výsledných materiálů. Vznik tohoto hydratačního produktu závisí na více faktorech, a to především na přítomnosti potřebných reaktantů, na teplotě a vlhkosti. Tato práce je zaměřena na analýzu vztahu mezi koncentrací síranů v portlandském cementu a tvorbou ettringitu.

Vznik ettringitu byl sledován v průběhu zrání připravených cementových past, malt a betonů. A po 28 dnech při testech CHRL, které podávají informace o odolnosti materiálu proti chemickým rozmrazovacím látkám (simulace solení silnic). Součástí experimentů byly také pevnostní zkoušky, a to zkouška pevnosti v tahu za ohybu a zkouška pevnosti v tlaku dle příslušných norem. Dále byla provedena analýza chemických a fyzikálních vlastností pomocí skenovacího elektronového mikroskopu, z čehož byly mimo jiné získány obrazy povrchu vzorků (morfologie). V rámci analýzy pomocí skenovacího elektronového mikroskopu byla také provedena analýza metodou EDX k získání informací o prvkovém složení vzorků. Metodou XRD práškové difrakce bylo zjišťováno fázové složení vzorků.

Jako vzorky byly použity připravené trámečky dle příslušného složení popsaného v následující kapitole. Měření pevností a zahájení testů CHRL proběhlo vždy po 28 dnech zrání za normových podmínek.

#### 6.1 Rentgenová difrakční analýza (XRD)

Rentgenová difrakční analýza (XRD) je nedestruktivní kvalitativní i kvantitativní metoda založená na difrakci rentgenového paprsku dopadajícího na krystaly materiálu. Je využívána k analýze různých materiálů napříč mnoha vědeckých oblastí.

Dopadem monochromatického rentgenového paprsku na povrch materiálu dochází k interakci rentgenového záření s elektrony atomů vzorku, což způsobuje jejich pružný rozptyl. Směry rozptýleného paprsku závisí na meziatomové vzdálenosti a vlnové délce záření. Intenzita rozptýleného záření závisí na orientaci krystalu vztažené ke směru paprsku a na pozici každého

atomu. Pro difrakci je třeba, aby vlnová délka paprsku byla menší než 0,2 nm. Paprsky jsou rozptýlovány pod úhlem popsaným Braggovým zákonem:

$$n\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$$

n ... difrakční řád,

$\lambda$  ... vlnová délka rentgenového záření,

d ... mezirovinová vzdálenost,

$\theta$  ... úhel dopadu rentgenového paprsku.

Orientace a intenzita odražených paprsků jsou zaznamenány a tento odraz je pro každou látku jedinečný. Rentgenová difrakční analýza je využívána k analýze různých materiálů napříč mnoha vědeckých oblastí. [22]

## 6.2 Skenovací elektronový mikroskop (SEM) a EDX analýza

Skenovací elektronový mikroskop je zařízení, které vytváří obrazy povrchu konkrétních bodů vzorku, pomocí kterých získáváme informace o chemických i fyzikálních vlastnostech zkoumaných vzorků. Základní princip, na kterém toto zařízení pracuje, spočívá v zaměření úzkého proudu elektronů na vzorek. Dochází k reakci elektronů s vzorkem a vzniku zpětně odražených elektronů (BSEs) odražené vzorkem a sekundárních elektronů (SEs), které se uvolní ze vzorku. Tato elektronová záření jsou zachycena detektory, pomocí kterých je sestaven odpovídající obraz daného zkoumaného místa vzorku. Analýza pomocí SEM pomáhá vytvořit obrazy s vysokým rozlišením a poskytuje cenné informace pro porozumění struktuře a vlastnostem zkoumaných materiálů. [23]

EDX (nebo EDS) je zkratka pro rentgenovou disperzní spektroskopii a jedná se o techniku používanou v kombinaci se skenovacím elektronovým mikroskopem (SEM) k identifikaci chemických prvků a jejich distribuce v mikroskopických vzorcích. Princip této metody spočívá ve sběru rentgenového záření emitováno při interakci primárních elektronů s atomovými jádry vzorku. Když primární elektrony interagují s atomovými jádry, dochází ke ztrátě jejich energie a k emisi rentgenového záření specifického pro každý prvek vyskytující se ve vzorku. Tato rentgenová záření specifická pro každý prvek s výjimkou H a He jsou zachycena detektorem. EDX analýza je užitečná pro identifikaci chemických složení vzorků, kvantifikaci koncentrací jednotlivých prvků, a také pro mapování distribuce prvků na povrchu nebo vnitřku vzorku. [23]

### 6.3 Příprava záměsí

Jednotlivé směsi betonů, malt a cementových past byly míchány ze surovin uvedených v tabulce č. 2. Jednotlivá množství konkrétních surovin jsou uvedeny v tabulkách č. 3 pro vzorky cementových past, č. 7 pro vzorky malt a č. 11 pro betonové vzorky.

Při přípravě jednotlivých vzorků byly nejprve naváženy jednotlivé suroviny popsané v této tabulce v množství odpovídajícím jednotlivým požadavkům na směsi. Následně bylo odměřeno potřebné množství vody (a v případě betonových směsí také plastifikátoru a provzdušňovací přísady), které bylo nalito do „míchačky“. K vodě byl nejprve za stálého míchání přidán cement v požadovaném množství. Následně byly přidány ostatní požadované suroviny (v případě cementových past už další suroviny přidány nebyly).

Jednotlivé směsi byly nality do forem na trámečky, a byly ponechány do následujícího dne v uzavřeném vlhkém prostředí. Následující den byly vzorky z forem vyjmuty a poté ponechány 28dennímu zrání ve vlhkém prostředí.

### 6.4 Použité suroviny

Suroviny uvedené v tabulce č. 2 obsahují popis jednotlivých surovin použitých pro namíchání jednotlivých vzorkových směsí betonových vzorků, vzorků malt a cementových past.

#### **Tabulka 2**

*Suroviny použité na přípravu záměsí cementových past, malt a betonových vzorků*

<b>Suroviny</b>	<b>Popis</b>	<b>Zdroj</b>
Cement 21.10.22	CEM I 42,5 R – SC	Cementárna 1
Cement 1.8.22	CEM I 42,5 R – SC	Cementárna 1
Cement-srovnání	CEM I 42,5 R – SC	Cementárna 2
Průmyslový sádrovec	Pregips	Precheza
Kamenivo 0-4 mm	kamenivo	Lom Lutyně
Kameniva 4-8 mm	kamenivo	Lom Vícenice
Plastifikátor	Muraplast FK 19	Muraplast
Provzdušňovací přísada	Centrament Air 202 Konc.	MC-Bauchemie
Písek ČSN 1, 2, 3	Písek jemný, střední, hrubý	Provodínské písky

## 7. Výsledky a diskuse

Tato kapitola obsahuje výsledky všech testů a experimentů, které byly v rámci praktické části této bakalářské práce provedeny. Data jsou uvedena v jednotlivých podkapitolách.

### 7.1 Testy vlivu přísad sírany na cementových pastách

Tato kapitola popisuje vliv přísady sírany na vlastnosti cementových past připravených z portlandského cementu. Jako zdroj sírany byl použit chemosádrovec z výroby titanové běloby, jako pojivo portlandské cementy třídy CEM I 42,5 R – SC. Cílem experimentů bylo ověřit, jak se budou chovat připravené cementové pasty po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení a při následném testu CHRL. V průběhu experimentů byly vzorky testovány v režimu na 100 zmrazovacích cyklů, vážení mělo proběhnout vždy po 25 cyklech. Složení testovaných cementových past je uvedeno v tabulce 5. Pro testy byly připraveny trámečky o rozměrech 20 x 20 x 100 mm v počtu 9 trámeček pro každou záměs. Jednotlivé záměsi jsou označeny 1P-5P.

#### **Tabulka 3**

*Suroviny a jejich množství použité k přípravě cementových past*

	Typ cementu	Cement [g]	Sádrovec [g]	Voda [ml]
<b>1P</b>	CEM 21.10.22	500	0	200
<b>2P</b>	CEM 21.10.22	950	50	400
<b>3P</b>	CEM 21.10.22	450	50	200
<b>4P</b>	Cement-srovnání	475	25	200
<b>5P</b>	Cement-srovnání	450	50	200

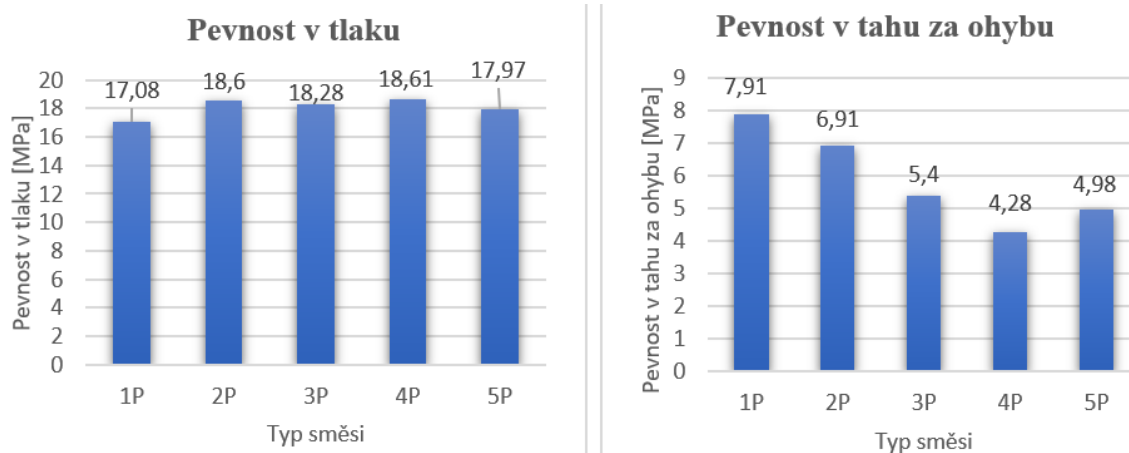
#### **Pevnostní testy provedené na vzorcích cementových past**

Pevnostní testy na cementových pastách byly provedeny po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení dle požadavků normy ČSN 196-1, která udává požadavky na testování pojiv na bázi cementu. Zjištěné pevnostní charakteristiky jsou uvedeny v tabulce 4 a graficky znázorněny na obrázku 2.

#### **Tabulka 4**

*Charakteristiky pevností v tlaku a v tahu za ohybu cementových past*

Vzorky [400 mm <sup>2</sup> ]		Pevnost v tlaku [MPa]	Pevnost v tahu za ohybu [MPa]	Objemová hmotnost [g/cm <sup>3</sup> ]
Směs	Hmotnost [g]			
<b>1P</b>	69,5	17,1	7,9	1,738
<b>2P</b>	70,2	18,6	6,9	1,755
<b>3P</b>	65,5	18,3	5,4	1,638
<b>4P</b>	64,7	18,6	4,3	1,618
<b>5P</b>	64,6	18,0	5,0	1,615



**Obrázek 2**

Grafické vyjádření dosažených pevností cementových past v tlaku (vlevo) a v tahu za ohybu (vpravo) po 28 dnech zrání při vlhkém uložení

Výsledky pevností v tlaku získaných testováním cementových past po 28 dnech zrání se pohybují okolo hodnoty 18 MPa. U výsledných hodnot pevností v tahu za ohybu byl patrný pokles u všech vzorků, které obsahovaly přídavek sádrovce v porovnání se vzorkem, který přídavek sádrovce neobsahoval. Nejnižších hodnot pevností v tahu za ohybu dosáhly vzorky 4P a 5P, které obsahují 5 % a 10 % přidaného sádrovce a byly připraveny ze srovnávacího cementu. Objemové hmotnosti vzorků dosahovaly hodnot od 1,615 po 1,755 g/cm<sup>3</sup>.

### Testy CHRL a následná XRD analýza cementových past

Připravené vzorky byly dále podrobeny testu CHRL. Od každé záměsi bylo pro testy použito třech trámečků. Všechny vzorky cementových past byly podrobeny testu odolnosti CHRL dle normy ČSN EN 73 1322 po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení. Bylo provedeno 100 cyklů zmrazení/rozmrazení v přítomnosti 3% roztoku NaCl. Jako výsledné hodnoty měly být použity hmotnosti odlomků jednotlivých vzorků po 25 cyklech. Všechny testované vzorky cementových past se však v průběhu testů CHRL téměř či úplně rozpadly. Výsledný stav vzorků cementových past je zobrazen na fotografiích (obrázek 3). Nejlepšího výsledku dosáhl vzorek P1, který jako jediný neobsahoval přídavek sádrovce, přesto však po testu CHRL z tohoto vzorku zbylo jen torzo (viz obrázek 3).

**Tabulka 5**

Tabulka hmotností odpadů vzorků cementových past při testech CHRL po jednotlivých testech

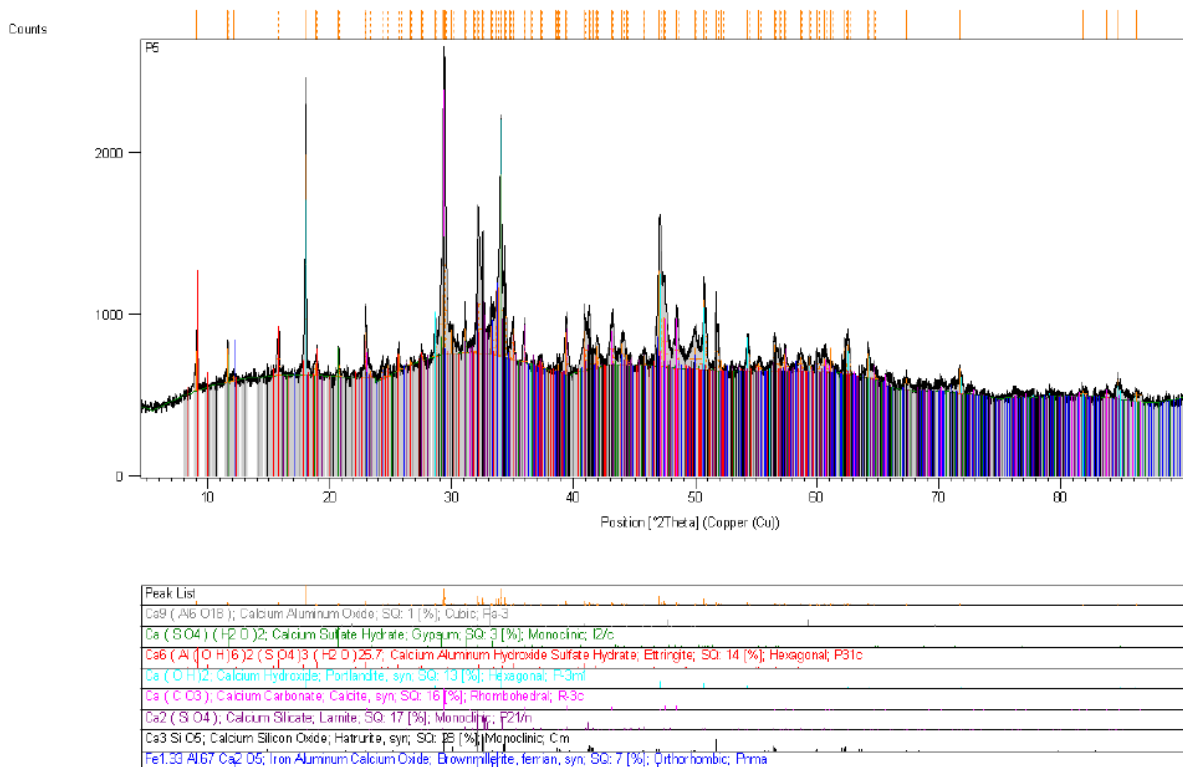
Vzorek	Hmotnost [g]	Rozměry [mm]			Odpad po cyklech [g]			
		l	b	h	25	50	75	100
P1	69,6	100,83	20,17	19,63	Všechny vzorky se během testu rozpadly			
P2	67,9	100,91	20,19	19,41				
P3	66,0	100,99	20,31	19,75				
P4	68,4	100,64	20,16	20,11				
P5	65,5	100,06	19,99	20,40				



**Obrázek 3**

Vzorky cementových past po 100 cyklech CHRL, horní řada zleva: P1, P2, P3; dolní řada zleva: P4, P5.

Po testech CHRL byl ze zbylých kusů trámečků připraven směsný vzorek, který byl následně podroben analýze XRD (prášková difrakce). U vzorků bylo sledováno fázové složení s cílem ověřit, zda je za destrukci trámečků odpovědný ettringit.



**Obrázek 4**

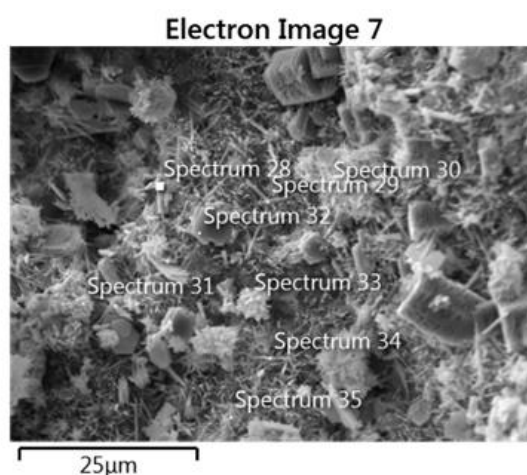
Grafický záznam XRD práškové difrakce, potvrzení přítomnosti ettringitu vzorek P5



Výsledek XRD analýzy je prezentován na obrázku 4. Obsahuje grafické znázornění fázového složení vzorku P5, který obsahoval společně se vzorkem P3 největší přídavek síranů. Oba tyto vzorky mají XRD semikvantitativní analýzy s nejvyšším obsahem ettringitu. Testy byly prováděny po testech CHRL. Výsledky XRD analýz ostatních vzorků past jsou uvedeny v přílohách.

Na snímku cementové pasty vytvořené skenovacím elektronovým mikroskopem (obrázek 5) jsou viditelné krystaly ettringitu (drobné jehličky v celé ploše snímku), což jeho vznik v testovaných vzorcích také potvrzuje. Tabulka 6 udává prvkové složení jednotlivých míst testovaných vzorků.

### Vzorek cementové pasty P1



#### **Obrázek 5**

*Snímek povrchu smíšeného vzorku cementových past vytvořený SEM*

#### **Tabulka 6**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	28	29	30	31	32	33	34	35
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	23,36	27,13	20,10	41,14	26,23	62,04	46,55	34,35
Al	2,06	2,18	2,65	0,42	1,81	0,44	1,38	1,29
S	0,99	2,77	2,26	0,41	1,81	0,60	2,75	1,56
O	54,58	48,38	55,07	50,19	47,48	29,42	30,5	47,14
C	9,64	6,20	8,9	5,14	6,17	1,46	3,58	4,38
Si	2,30	5,97	3,92	0,91	7,28	3,58	7,14	4,61
Na	4,70	4,27	4,34	1,23	4,70	1,56	3,29	3,71

Mg	0,26	0,22	0,20	-	0,83	-	0,32	0,13
K	0,20	0,48	0,30	-	0,50	-	0,74	0,21
Cl	1,19	1,31	1,54	0,32	1,77	0,91	1,95	0,92
Ti	-	-	-	-	0,13	-	-	-
Fe	0,71	1,08	0,72	0,24	1,29	-	1,80	1,70
Total:	100	100	100	100	100	100	100	100

V této kapitole jsou uvedeny výsledky jednotlivých testů a analýz provedených na vzorcích cementových past. Cílem jednotlivých experimentů bylo ověřit chování připravených cementových past po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení a při následném testu CHRL. Během testování byla sledována závislost množství přidaných síranů v podobě přídavku sádrovce na tvorbu ettringitu v cementových pastách.

Z výsledků pevnostních testů je patrné, že zvýšený obsah sádrovce přidaný do cementu připravených past souvisel u testovaných vzorků s nižšími hodnotami výsledných pevností v tahu za ohybu. Tyto hodnoty vykazovaly u všech testovaných vzorků s přidaným sádrovcem nižší výsledky, než jakých dosahovaly vzorky bez přídavku sádrovce.

Po pevnostních testech byly vzorky cementových past podrobeny testům CHRL na 100 cyklů zmrazení/rozmrazení v přítomnosti 3% roztoku NaCl. Po těchto testech se všechny vzorky cementových past téměř nebo zcela rozpadly. Analýza XRD potvrdila přítomnost ettringitu ve směsném vzorku cementových past a tím také příčinu destrukce testovaných trámečků, kterou je právě vznik ettringitu ve ztvrdlé cementové pastě. Následné snímky vytvořené skenovacím elektronovým mikroskopem spolu s EDX analýzou výsledky z XRD analýzy rovněž potvrzují.

Destrukci podlely i vzorky bez přídavku sádrovce jako zdroje síranů, jelikož použité cementy již v základu obsahují cca 5 % síranů (vztaženo k dihydrátu síranu vápenatého). Ke vzniku ettringitu ve všech testovaných vzorcích pravděpodobně došlo díky příliš časnému zahájení testů CHRL, kdy nebyly připravené vzorky cementových past dostatečně vyzrálé. Ettringit se při podmínkách simulovaných při testech CHRL velmi pravděpodobně formoval z ye'elmitu (Kleinova komplexu). Důležitým prvkem pro tuto transformaci byla přítomnost chloridů, neboť nejdříve vznikl Kleinův komplex a následně se z něj formoval ettringit, který má násobně větší objem. Tímto mechanismem došlo s největší pravděpodobností k destrukci vzorků. Lze se domnívat, že pokud by byly vzorky testovány po cca 40-50 dnech (nikoli po 28 dnech), ke tvorbě ettringitu a následné destrukci vzorků by při testech CHRL nedošlo.

## 7.2 Testy vlivu síranů na malty

Tato kapitola popisuje vliv přídavku síranů na vlastnosti malt připravených z portlandského cementu. Jako pojivo byly použity portlandské cementy třídy CEM I 42,5 R – SC shodné s cementy použitými pro výrobu cementových past. Zdrojem síranů byl použit tentýž chemosádrovec z výroby titanové běloby. Cílem experimentů bylo rovněž ověřit, jak se budou chovat připravené malty po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení při následném testu CHRL. Při experimentech byly vzorky testovány v režimu na 100 zmrazovacích cyklů, jednotlivá vážení odlomků měla probíhat po 25 cyklech. Složení testovaných malt je uvedeno v tabulce 7. Pro testy byly připraveny trámečky o rozměrech 40 x 40 x 160 mm v počtu 6 trámeček pro každou záměs. Malty jsou označeny zkratkami 1M-6M.

### Tabulka 7

*Suroviny a jejich množství použité k přípravě malt*

	Typ cementu	Cement [g]	Sádrovec [g]	Písek ČSN 1 [g]	Písek ČSN 2 [g]	Písek ČSN 3 [g]	Voda [ml]
<b>1M</b>	CEM 21.10.22	500	0	500	500	500	250
<b>2M</b>	CEM 21.10.22	475	25	500	500	500	250
<b>3M</b>	CEM 21.10.22	450	50	500	500	500	250
<b>4M</b>	CEM 01.08.22	500	0	500	500	500	250
<b>5M</b>	Cement-srovnání	475	25	500	500	500	250
<b>6M</b>	Cement-srovnání	450	50	500	500	500	250

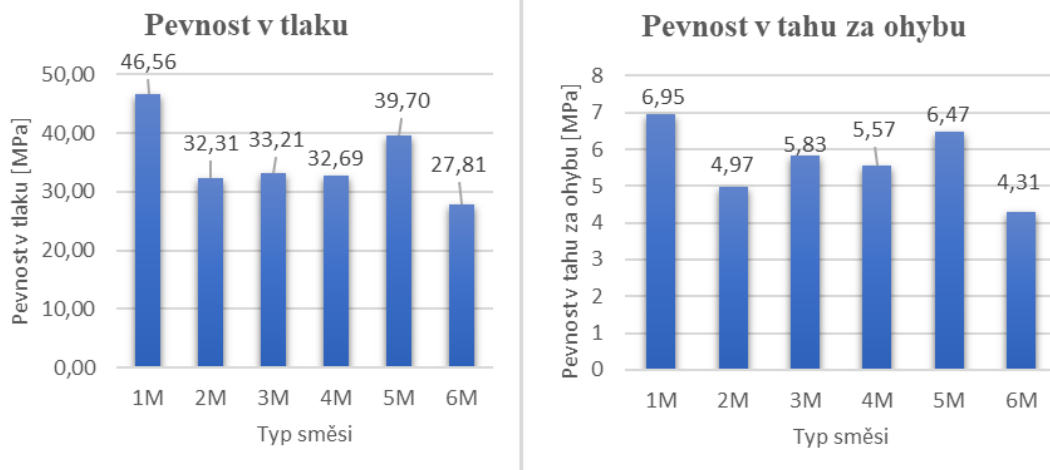
### Pevnostní testy provedené na vzorcích malt

Pevnostní testy na maltách byly provedeny po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení dle požadavků normy ČSN 196-1. Zjištěné pevnostní charakteristiky jsou uvedeny v tabulce 8 a graficky znázorněny na obrázku 6.

### Tabulka 8

*Charakteristiky pevností v tlaku a v tahu za ohybu vzorků malt*

Vzorky [1600 mm <sup>2</sup> ]		Pevnost v tlaku [MPa]	Pevnost v tahu za ohybu [MPa]	Objemová hmotnost [g/cm <sup>3</sup> ]
Směs	Hmotnost [g]			
<b>1M</b>	537,1	46,6	7,0	2,098
<b>2M</b>	524,9	32,3	5,0	2,050
<b>3M</b>	562,0	33,2	5,9	2,195
<b>4M</b>	543,4	32,7	5,6	2,123
<b>5M</b>	542,0	39,7	6,5	2,117
<b>6M</b>	544,2	27,8	4,3	2,126



### Obrázek 6

Grafické vyjádření dosažených pevností malt v tlaku (vlevo) a v tahu za ohybu (vpravo) po 28 dnech zrání při vlhkém uložení

Nejvyšších hodnot objemové hmotnosti dosahují vzorky s označením 3M a 6M, pro jejichž přípravu bylo použito největší množství přídavku sádrovce (10 % z hmotnosti cementu). Přesto se však hodnoty objemových hmotností testovaných vzorků malt od sebe navzájem výrazně neliší a pohybují se od 2,098 po 2,126 g/m<sup>3</sup>. Nejvyšších hodnot pevnosti v tlaku i v tahu za ohybu dosáhl vzorek označen jako M1, který byl připraven bez přídavku sádrovce. Nejnižších hodnot obou pevnostních testů dosáhl vzorek s označením 6M s 10% (a tedy největším) přídavkem sádrovce. Požadavky na pevnosti v tlaku udávané normou ČSN EN 197-1 splňují pouze vzorky 1M s průměrnou hodnotou pevnosti v tlaku 46,6 MPa. Žádný vzorek testovaných malt s přídavkem sádrovce požadované hodnoty 42,5 MPa nedosáhl.

### Testy CHRL vzorků malt

Připravené vzorky malt byly, stejně jako cementové pasty, po pevnostních testech podrobeny testu CHRL dle normy ČSN EN 73 1322 po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení. Od každé záměsi bylo opět použito třech trámečků. Testované malty byly podrobeny 100 cyklům zmrazení/rozmrazení v přítomnosti 3% roztoku NaCl. Jako výsledné hodnoty ke zpracování měly sloužit hmotnosti odlomků vždy po 25 cyklech, avšak mezi cykly 25-50 došlo k úplné destrukci všech testovaných vzorků. Vzorky malt tedy v testech CHRL dosáhly stejných výsledků, jako vzorky cementových past. Z tohoto důvodu v tabulce 9 nejsou žádné hodnoty hmotností odlomků uvedeny. Výsledný stav vzorků cementových past je zobrazen na fotografiích (obrázek 7).

### Tabulka 9

Tabulka hmotností odpadů vzorků malt při testech CHRL po jednotlivých testech

Vzorek	Hmotnost [g]	Rozměry [mm]			Odpad po cyklech [g]			
		l	b	h	25	50	75	100
1M	548,7	162,06	40,18	39,72	Všechny vzorky se během testu rozpadly			
2M	518,1	160,67	39,95	38,69				
3M	558,6	159,84	39,87	41,07				
4M	333,7	163,44	40,41	25,04				
5M	553,6	160,31	39,99	40,62				
6M	547,5	160,59	40,18	41,17				



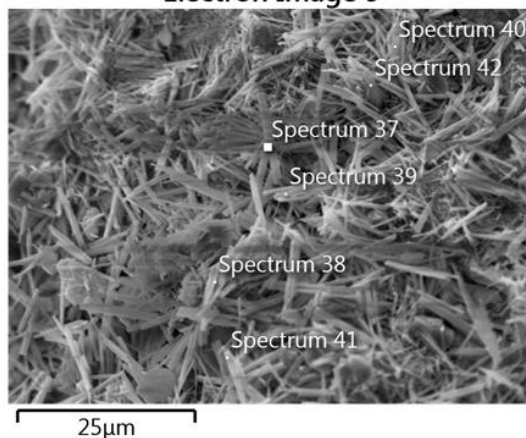
### Obrázek 7

Vzorky malt po 100 cyklech CHRL, nahoře zleva: M1, M2, M3; dole zleva: M4, M5, M6.

Obrázek 8 představuje snímek vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem. Jedná se o vzorek malty M1. Na snímku jsou viditelné krystaly ettringitu. Tabulka 10 udává prvkové složení jednotlivých míst testovaných vzorků.

### Vzorek malty M1

#### Electron Image 9



### Obrázek 8

Snímek povrchu vzorku M1 vytvořený SEM

**Tabulka 10**

Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy

Spectrum ->	37	38	39	40	41	42
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	20,07	28,4	25,66	31,33	34,2	28,67
Al	3,79	2,23	3,88	3,85	1,21	2,32
S	5,85	3,49	5,96	3,62	1,73	3,43
O	58,17	56,13	54,49	46,81	57,77	57,55
C	8,73	8,39	5,55	3,14	4,41	5,11
Si	2,24	0,74	2,51	5,43	0,49	1,92
Na	0,19	0,1	0,23	0,37	-	0,35
Mg	0,23	0,12	0,47	0,27	-	0,10
Cl	0,15	-	0,34	0,96	-	0,11
K	0,12	-	0,12	0,23	-	-
Ti	-	-	-	0,25	-	-
Fe	0,45	0,4	0,79	3,75	0,19	0,44
Total:	100	100	100	100	100	100

V této podkapitole byly uvedeny výsledky jednotlivých testů a analýz provedených na testovaných maltách. Cílem jednotlivých experimentů bylo, jako v případě cementových past, ověřit chování připravených vzorků malt po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení a při následném testu CHRL. Během testování byla rovněž sledována závislost množství přidávaných síranů v podobě přídatku sádrovce na tvorbu ettringitu v maltách.

Výsledky pevnostních testů prokazují, že zvýšený obsah sádrovce přidávaný do cementu připravených malt souvisel u testovaných vzorků s nižšími hodnotami výsledných pevností v tlaku i v tahu za ohybu. Hodnoty pevnosti v tahu za ohybu vykazovaly u všech testovaných vzorků s přidáním sádrovce horších výsledků, než jakých dosahovaly vzorky bez přídatku sádrovce. Požadavky na pevnost v tlaku dle normy ČSN EN 197-1 splňovaly pouze vzorky 1M s průměrnou hodnotou 46,6 MPa.

Po pevnostních testech byly vzorky malt, stejně jako vzorky cementových past, podrobeny testům CHRL na 100 cyklů zmražení/rozmražení v přítomnosti 3% roztoku NaCl. Po těchto testech se všechny vzorky malt zcela rozpadly.

Při testech CHRL byly opět destruovány i ty vzorky, při jejichž přípravě přídavek sádrovce použit nebyl. Příčinou jsou taktéž sírany, které jsou již v základu standardně obsaženy v cementech, a tudíž i ve vzorcích připravených bez přídavku sádrovce.

Na základě výsledků analýzy XRD cementových past, které byly připraveny ze stejných typů cementů a sádrovce, lze předpokládat, že za destrukcí vzorků malt při testech CHRL stojí také vznik ettringitu. Snímky vytvořené skenovacím elektronovým mikroskopem spolu s EDX analýzou prvkového složení konkrétních míst vzorků malt opět potvrzují vznik krystalů ettringitu.

Výsledky experimentů na maltách odpovídají výsledkům testů na cementových pastách a lze předpokládat, že ke vzniku ettringitu ve vzorcích malt došlo taktéž z důvodu příliš časného provedení testů CHRL, při jejichž podmínkách docházelo k tvorbě ettringitu z ye'elmitu. Lze také usuzovat, že by k tvorbě ettringitu při testech CHRL nedošlo, pokud by tyto testy byly místo po 28 dnech zrání provedeny po více než cca 40 dnech.

### 7.3 Testy vlivu síranů na betonové vzorky

Tato kapitola popisuje vliv přísadky síranů na vlastnosti betonů připravených z portlandských cementů třídy CEM I 42,5 R – SC a téhož druhu chemosádrovce, které byly použity k přípravě vzorků cementových past a malt. Cílem experimentů bylo opět ověřit, jak se budou chovat připravené betonové vzorky po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení při následném testu CHRL. Při experimentech byly vzorky testovány v režimu na 100 zmrazovacích cyklů, jednotlivá vážení odlomků probíhala po 25 cyklech. Složení a množství použitých surovin připravených betonových vzorků je uvedeno v tabulce 11. Pro testy byly připraveny trámečky o rozměrech 40 x 40 x 160 mm v počtu 6 trámečků pro každou záměs. Vzorky jsou označeny písmeny A-D.

**Tabulka 11**

*Suroviny a jejich množství použité k přípravě betonových vzorků*

	Typ cementu	Cement [g]	Sádrovec [g]	Kamenivo 0-4 [g]	Kamenivo 4-8 [g]	voda [ml]	SP [g]	Provzduš. [ml]
<b>A</b>	CEM zimní	840	0	1580	2000	330	6	0,05
<b>B</b>	CEM zimní	798	42	1580	2000	330	6	0,05
<b>C</b>	CEM letní	840	0	1580	2000	330	6	0,05
<b>D</b>	Cement-srovnání	840	0	1580	2000	330	6	0,05

### Pevnostní testy provedené na betonech

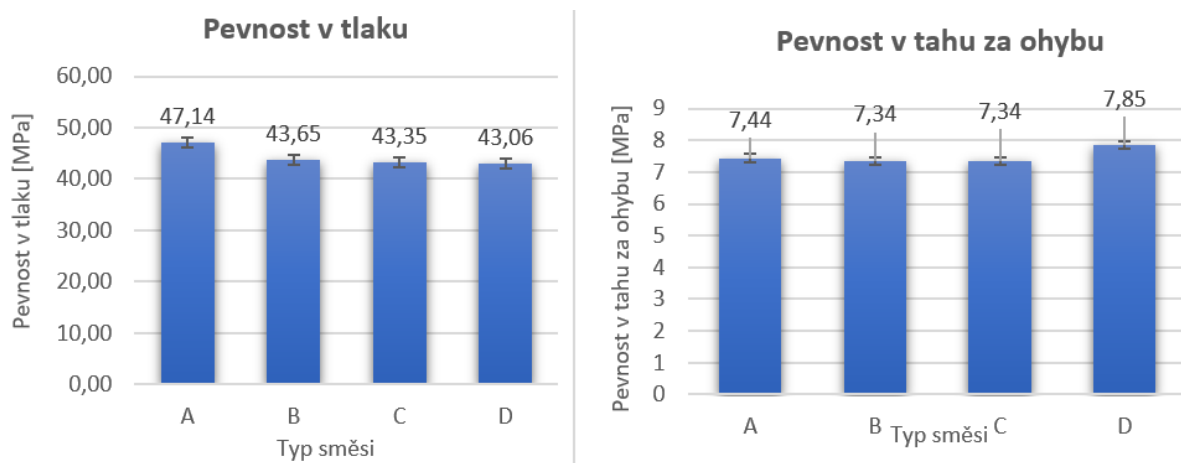
Pevnostní testy na betonových vzorcích byly provedeny po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení dle požadavků normy ČSN 196-1. Zjištěné pevnostní charakteristiky jsou uvedeny v tabulce 12 a graficky znázorněny na obrázku 9.

**Tabulka 12**

*Charakteristiky pevností v tlaku a v tahu za ohybu betonových vzorků*

Vzorky [1600 mm <sup>2</sup> ]		Pevnost v tlaku [MPa]	Pevnost v tahu za ohybu [MPa]	Objemová hmotnost [g/cm <sup>3</sup> ]
Směs	Hmotnost [g]			
<b>A</b>	551,2	47,1	7,4	2,153
<b>B</b>	565,8	43,7	7,3	2,210
<b>C</b>	532,1	43,4	7,3	2,079
<b>D</b>	523,6	43,1	7,9	2,045





**Obrázek 9**

Grafické vyjádření dosažených pevností betonových vzorků v tlaku (vlevo) a v tahu za ohybu (vpravo) po 28 dnech zrání při vlhkém uložení

Nejvyšší objemové hmotnosti dosahuje vzorek s označením B, který jako jediný ze vzorků betonů obsahuje přídavek sádrovce jako zdroje síranu vápenatého. Nejvyšších hodnot pevností v tlaku dosáhly vzorky s označením A (47,1 MPa), nejnižších hodnot pak vzorky D (43,1 MPa). Nejvyšších hodnot pevností v tahu za ohybu dosáhly vzorky D (7,9 MPa), hodnoty ostatních vzorků se pohybují mezi 7,34 a 7,44 MPa. Výsledné hodnoty testů pevností v tlaku splňují u všech testovaných betonů požadavky udávané normou ČSN EN 197-1, stejně jako je tomu v případě pevností v tahu za ohybu.

### Testy CHRL betonových vzorků

Na betonových vzorcích byly po pevnostních testech opět provedeny testy CHRL dle normy ČSN EN 73 1322 po 28 dnech zrání ve vlhkém uložení jako v předchozích případech vzorků cementových past a malt. Od každé záměsi bylo pro testy použito třech trámečků. Testované betony byly podrobeny 100 cyklům zmrazení/rozmrazení v přítomnosti 3% roztoku NaCl. Jako výsledné hodnoty byly použity hmotnosti odlomků jednotlivých vzorků zvážené vždy po 25 cyklech. Hodnoty jednotlivých vážení jsou uvedeny v tabulce 13. Výsledný stav betonových vzorků je zobrazen na fotografiích (obrázek 10).

**Tabulka 13**

Tabulka hmotností odpadů betonových vzorků při testech CHRL po jednotlivých testech

Vzorek	Hmotnost [g]	Rozměry [mm]			Odpad po cyklech [g]					
		l	b	h	25	50	75	100	celkem [g]	%
A-1	536,3	160,62	39,89	39,34	1,68	2,16	1,70	1,25	6,79	1,27
A-2	574,1	160,50	40,30	40,60	2,68	3,28	2,43	1,72	10,11	1,76
B-1	578,53	160,34	39,72	39,56	1,60	1,96	1,44	1,19	6,19	1,07
B-2	560,6	160,10	40,20	39,40	4,00	4,26	3,16	2,92	14,34	2,56
C	584	159,95	40,10	40,40	3,78	9,31	46,00	-	59,09	10,12
D	593,4	160,60	40,40	41,50	4,02	6,55	13,64	53,14	77,35	13,04



**Obrázek 10**

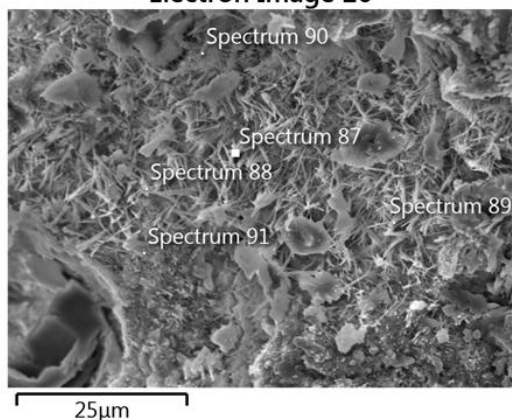
*Betonové vzorky po 100 cyklech CHRL, nahoře zleva: A, B; dole zleva: C, D.*

Všechny betonové vzorky podlely v průběhu testů CHRL destrukci. Přestože norma ČSN EN 73 1322 považuje hmotnostní úbytek do 5 % původní hmotnosti vzorku za dostačující danému počtu zmrazovacích cyklů, všechny vzorky se po testech CHRL rozlomily. Z tohoto důvodu nelze za vyhovující vzorky daným cyklům považovat ani ty, jejichž hodnoty hmotnostních úbytků 5 % z celkové hmotnosti vzorků nedosáhly. Nejhorších výsledků dosáhly vzorky C a D, které byly připraveny z jiných druhů cementů, než ze kterých jsou namíchány všechny betonové vzorky směsi A a B.

Na snímku betonového vzorku A vytvořeném skenovacím elektronovým mikroskopem (obrázek 11) jsou viditelné krystaly ettringitu, což potvrzuje jeho přítomnost v tomto vzorku. Tabulka 14 udává prvkové složení jednotlivých míst testovaných vzorků.

## Vzorek betonu A

### Electron Image 20



**Obrázek 11**

*Snímek povrchu směsného vzorku betonů vytvořený SEM*

**Tabulka 14**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	87	88	89	90	91
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	23,22	34,48	26,99	41,32	24,33
Al	1,57	2,04	1,91	2,32	0,97
S	1,7	2,9	2,31	3,41	1,03
O	53,62	43,17	52,12	37,48	49,63
C	10,56	6,76	7,95	4,48	12,43
Si	7,56	8	5,47	7,33	9,53
Na	0,27	0,19	0,2	0,11	0,25
Mg	0,39	0,26	0,88	0,92	0,44
K	0,14	0,21	-	0,17	0,16
Cl	0,14	0,14	0,22	0,56	0,28
Ti	-	-	0,38	-	-
Fe	0,83	1,84	1,57	1,89	0,96
Total:	100	100	100	100	100

V této podkapitole byly uvedeny výsledky jednotlivých testů a analýz provedených na testovaných betonech. Cílem jednotlivých experimentů bylo, jako v případě vzorků cementových past a malt, ověřit chování připravených betonových vzorků po 28 dnech zrání ve

vlhkém uložení a při následném testu CHRL. Během testování byla sledována závislost množství přidávaných síranů v podobě přídatku sádrovce na tvorbu ettringitu v betonech.

Výsledky pevnostních testů dokázaly, že zvýšený obsah sádrovce přidávaný do cementu testovaných vzorků nemá v daných množstvích na výsledné hodnoty pevností v tlaku a v tahu za ohybu vliv. Všechny betony odpovídaly svými hodnotami pevností v tlaku a v tahu za ohybu požadavkům normy ČSN EN 197-1. Tento rozdíl výsledků pevnostních testů oproti výsledkům testování malt a cementových past je s největší pravděpodobností způsoben přítomností kameniva, které je do betonových záměsí přidáváno z důvodu zlepšení pevnostních vlastností materiálu.

Po pevnostních testech byly vzorky betonů podrobeny testům CHRL na 100 cyklů zmražení/rozmražení v přítomnosti 3% roztoku NaCl. Přestože část vzorků splňovala požadavky normy ČSN EN 73 1322 na maximální možný úbytek hmotnosti v podobě odlomků, nakonec se všechny vzorky betonů po testech CHRL rozlomily.

Destrukci při testech CHRL podlely všechny betonové vzorky. Betony byly připraveny ze stejných surovin jako cementové pasty, u kterých byla pomocí XRD analýzy prokázána přítomnost ettringitu. Lze tudíž předpokládat, že za destrukcí vzorků stojí opět jeho vznik. Snímky vytvořené skenovacím elektronovým mikroskopem spolu s EDX analýzou prvkového složení konkrétních míst vzorků betonů vznik krystalů ettringitu potvrzují.

## 8. Závěr

V rámci této bakalářské práce byl zkoumán vliv množství síranů na vznik ettringitu v cementobetonových konstrukcích. Tvorba ettringitu je jedna z hlavních příčin poškození až úplné destrukce cementobetonových konstrukcí. Pro vznik tohoto minerálu je jednou z nezbytných podmínek přítomnost síranů, jejichž množství velmi pravděpodobně řídí množství vzniklého ettringitu. Síraný v podobě přírodního nebo průmyslového sádrovce jsou do cementů přidávány z důvodu zpomalení počáteční velmi rychlé hydratace C<sub>3</sub>A fáze. Tím se prodlouží doba zpracovatelnosti, což je z technologického hlediska nezbytné.

Experimentálně byly připraveny pasty, malty a betony s různými přísadami síranů, jako donor síranů byl použitý chemosádrovec z výroby titanové běloby. Po dvaceti osmi dnech zrání při vlhkém uložení, byly změřeny pevnosti připravených vzorků a takto vyzrálé vzorky byly podrobeny testům CHRL dle normy ČSN EN 73 1322. Testy CHRL ve 3% roztoku NaCl, simulují podmínky, kterým jsou vystaveny cementobetonové kryty vozovek v zimním období vystaveny. Cílem experimentů bylo ověřit, zda se při testech CHRL po krátkém zrání začne tvořit ettringit v množství, které povede k destrukci vzorků.

Po 100 cyklech zmrazení a rozmrazení byla drtivá většina vzorků zcela rozpadlá nebo velmi silně poškozena (velké množství odpadlé hmoty). Metodou XRD práškové difrakce bylo ověřováno, zda se ve vzorcích opravdu tvořil ettringit. Pro tyto analýzy byly použity vzorky cementových past, aby byl potlačen vliv kameniva při následném vyhodnocení analýzy. Bylo prokázáno, že všechny testované vzorky obsahovali relativně velká množství ettringitu. Ke vzniku ettringitu pravděpodobně přispěla skutečnost, že testy CHRL byly prováděny po relativně krátké době zrání (28 dní). Dalším významným a zásadním faktorem, byla přítomnost velkého množství chloridových iontů, které umožnili masivní vznik ettringitu při testech CHL velmi pravděpodobně mechanismem přes Kleinův komplex. Přítomnost ettringitu ve vzorcích po testech CHRL byla potvrzena mikroskopicky, kdy ettringit byl identifikován.

Experimentálně bylo prokázáno, v připravených vzorcích, které nebyly dostatečně vyzrálé, se při testech CHRL vytvořilo takové množství ettringitu, které vedlo k úplnému rozpadu vzorku nebo k jeho velmi významnému poškození. V případě, že k testům CHRL bude použito vzorků dostatečně vyzrálých, je možné se domnívat, že k tvorbě ettringitu při testech CHRL nebude docházet. Z toho důvodu doporučuji v řešení této problematiky pokračovat a tuto hypotézu experimentálně ověřit.

## Seznam použitých zdrojů

- [1] KRATOCHVÍL, Bohumil, Václav ŠVORČÍK a Dalibor VOJTĚCH. *Úvod do studia materiálů*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2005 dotisk. ISBN 978-80-7080-568-8.
- [2] SVOBODA, Luboš. *Stavební hmoty*. Bratislava: Jaga, 2004. ISBN 80-8076-007-1.
- [3] PETER HEWLETT, Martin Liska. *Lea's Chemistry of Cement and Concrete (5th Edition)*. Fifth edition. San Diego: Elsevier, 2019. ISBN 0081007736.
- [4] AĪTCIN, 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 80-86769-39-9.
- [5] PIERRE-CLAUDE AĪTCIN, Robert J Flatt. *Science and Technology of Concrete Admixtures*. 1. San Diego: Elsevier Science, 2015. ISBN 0081006969. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/C2015-0-00150-2>. [cit. 2024-03-02].
- [6] ANDRADE NETO, José da Silva; DE LA TORRE, Angeles G. a KIRCHHEIM, Ana Paula. Effects of sulfates on the hydration of Portland cement – A review. Online. *Construction & building materials*. 2021, roč. 279, s. 122428. ISSN 0950-0618. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122428>. [cit. 2024-03-02].
- [7] ZHENG, Qi; LIANG, Chengyao; JIANG, Jinyang; MAO, Haiyan; BUSTILLO, Karen C. et al. Atomic-scale identification of defects in alite. Online. *Cement and concrete research*. 2024, roč. 176, s. 107391. ISSN 0008-8846. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2023.107391>. [cit. 2024-03-02].
- [8] JOSEPH, Shiju; SKIBSTED, Jørgen a CIZER, Özlem. A quantitative study of the C3A hydration. Online. *Cement and concrete research*. 2019, roč. 115, s. 145-159. ISSN 0008-8846. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.10.017>. [cit. 2024-03-02].
- [9] BARTOS, Peter. *Fresh concrete: properties and tests*. Amsterdam: Elsevier, 1992. ISBN 0-444-88141-7.
- [10] MEHTA, Kumar P. a Paulo J. M. MONTEIRO. *Concrete: microstructure, properties, and materials*. 3rd ed. New York: McGraw-Hill, [2006]. ISBN 0-07-146289-9.
- [11] SARKAR, Prodip Kumar; MITRA, Nilanjan a PRASAD, Dipak. Molecular level deformation mechanism of ettringite. Online. *Cement and concrete research*. 2019, roč. 124, s.

105836. ISSN 0008-8846. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105836>. [cit. 2024-02-09].

[12] THIERY, Vincent. Minerals explained 59: Ettringite. Online. *Geology today*. 2021, roč. 37, č. 2, s. 70-76. ISSN 0266-6979. Dostupné z: <https://doi.org/10.1111/gto.12346>. [cit. 2024-02-11].

[13] CHEN, B.; KUZNIK, F.; HORGNIÉS, M.; JOHANNES, K.; MORIN, V. et al. Physicochemical properties of ettringite/meta-ettringite for thermal energy storage: Review. Online. *Solar energy materials and solar cells*. 2019, roč. 193, s. 320-334. ISSN 0927-0248. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2018.12.013>. [cit. 2024-04-12].

[14] ZHANG, Duo; LI, Victor C a ELLIS, Brian R. Ettringite-Related Dimensional Stability of CO<sub>2</sub>-Cured Portland Cement Mortars. Online. *ACS sustainable chemistry & engineering*. 2019, roč. 7, č. 19, s. 16310-16319. ISSN 2168-0485. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b03345>. [cit. 2024-04-04].

[15] CHINIFORUSH, Alireza A.; GHAREHCHAEI, Maryam; AKBAR NEZHAD, Ali; CASTEL, Arnaud; MOGHADDAM, Farzad et al. Minimising risk of early-age thermal cracking and delayed ettringite formation in concrete – A hybrid numerical simulation and genetic algorithm mix optimisation approach. Online. *Construction & building materials*. 2021, roč. 299, s. 124280. ISSN 0950-0618. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.124280>. [cit. 2024-04-04].

[16] TAYLOR, H.F.W; FAMY, C a SCRIVENER, K.L. Delayed ettringite formation. Online. *Cement and Concrete Research*. 2001, roč. 31, č. 5, s. 683-693. ISSN 0008-8846. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00466-5](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00466-5). [cit. 2024-04-04].

[17] ČSN EN 12390-3: *Zkoušení ztvrdlého betonu – Část 3: Pevnost v tlaku zkušebních těles*. Praha: Český normalizační institut. 2020.

[18] ČSN EN 206+A2. *Beton– Specifikace, vlastnosti, výroba a shoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: 2019.

[19] ČSN EN 12390-5: *Zkoušení ztvrdlého betonu – Část 5: Pevnost v tahu ohybem zkušebních těles*. Praha: Český normalizační institut: 2020.

[20] NEVILLE, Adam M. a BROOKS, J. J. *Concrete technology*. 2nd ed. Harlow, England ; New York: Prentice Hall, 2010. ISBN 978-0-273-73219-8.

- [21] ČSN EN 73 1322: *Stanovení mrazuvzdornosti betonu*. Praha: Český normalizační institut. 2020.
- [22] KHAN, Hayat; YERRAMILI, Aditya S.; D'OLIVEIRA, Adrien; ALFORD, Terry L.; BOFFITO, Daria C. et al. Experimental methods in chemical engineering: X-ray diffraction spectroscopy—XRD. Online. *Canadian journal of chemical engineering*. 2020, roč. 98, č. 6, s. 1255-1266. ISSN 0008-4034. Dostupné z: <https://doi.org/10.1002/cjce.23747>. [cit. 2024-04-15].
- [23] GOLDSTEIN, Joseph I; NEWBURY, Dale E; MICHAEL, Joseph R; RITCHIE, Nicholas W. M; SCOTT, John Henry J et al. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Fourth edition. New York, NY: Springer Nature, 2018. ISBN 9781493966769. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/978-1-4939-6676-9>.
- [24] 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.
- [25] ŠAUMAN, Zdeněk. *Maltoviny I*. Brno: PC-DIR, 1993. ISBN 80-214-0509-0.
- [26] FRIDRICHOVÁ, Marcela, Karel DVOŘÁK, Dominik GAZDIČ a Iveta HÁJKOVÁ. *BJ16 - Maltoviny: modul M02*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, 2014. Studijní opory pro studijní programy s prezenční formou studia. ISBN isbn978-80-214-4973-2.
- [27] PYTLÍK, Petr. *Technologie betonu*. 2. vyd. Brno: VUTIUM, 2000. Učebnice (VUTIUM). ISBN isbn80-214-1647-5.
- [28] Ettringite. *Mindat* [online]. 2024 [cit. 2024-05-31]. Dostupné z: [www.mindat.org/min-1414.html](http://www.mindat.org/min-1414.html).
- [29] BULLERJAHN, Frank; BOEHM-COURJAULT, Emmanuelle; ZAJAC, Maciej; BEN HAHA, Mohsen a SCRIVENER, Karen. Hydration reactions and stages of clinker composed mainly of stoichiometric ye'elimite. Online. *Cement and concrete research*. 2019, roč. 116, s. 120-133. ISSN 0008-8846. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.10.023>. [cit. 2024-04-21].
- [30] LOTHENBACH, B.; GEIGER, C.A.; DACHS, E.; WINNEFELD, F. a PISCH, A. Thermodynamic properties and hydration behavior of ye'elimite. Online. *Cement and concrete research*. 2022, roč. 162, s. 106995. ISSN 0008-8846. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2022.106995>. [cit. 2024-04-21].



- [31] CUESTA, A.; ÁLVAREZ-PINAZO, G.; SANFÉLIX, S.G.; PERAL, I.; ARANDA, M.A.G. et al. Hydration mechanisms of two polymorphs of synthetic ye'elimite. Online. *Cement and concrete research*. 2014, roč. 63, s. 127-136. ISSN 0008-8846. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2014.05.010>. [cit. 2024-04-21].
- [32] HARGIS, Craig W.; KIRCHHEIM, Ana Paula; MONTEIRO, Paulo J.M. a GARTNER, Ellis M. Early age hydration of calcium sulfoaluminate (synthetic ye'elimite, C<sub>4</sub>A<sub>3</sub>S<sup>-</sup>) in the presence of gypsum and varying amounts of calcium hydroxide. Online. *Cement and concrete research*. 2013, roč. 48, s. 105-115. ISSN 0008-8846. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.03.001>. [cit. 2024-04-21].
- [33] *Mineralogy Database* [online]. 2023 [cit. 2024-04-10]. Dostupné z: <https://webmineral.com/data/Yeelimite.shtml>.
- [34] ČSN EN 196-1 *Metody zkoušení cementu – 1. část: Stanovení pevnosti*. Praha: Český normalizační institut. 2016. Třídící znak 722100.
- [35] ČSN EN 196-2 *Metody zkoušení cementu – 2. část: Chemický rozbor*. Praha: Český normalizační institut. 2013. Třídící znak 722100.
- [36] NĚMCOVÁ, Irena, Petr RYCHLOVSKÝ a Ludmila ČERMÁKOVÁ. *Spektrometrické analytické metody*. 2. vyd. Praha: Karolinum, 2004. ISBN 802460776x.
- [37] JANČA, M; ŠILER, P; OPRAVIL, T a KOTRLA, J. Determination accuracy of analysis refractory materials by X-ray fluorescence. Online. *IOP conference series. Materials Science and Engineering*. 2018, roč. 379, č. 1, s. 12034. ISSN 1757-8981. Dostupné z: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/379/1/012034>. [cit. 2024-05-08].
- [38] ČSN EN 197-1 *Cement – Část 1. Složení, specifikace a kritéria shody cementů pro obecné použití*. Praha: Český normalizační institut. 2012. Třídící znak 722101.

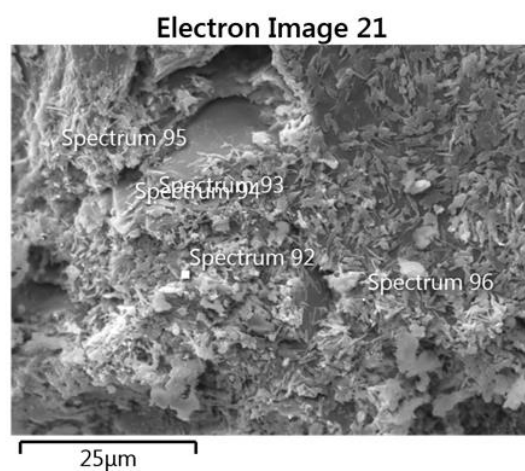
## Seznam použitých zkratk

C <sub>3</sub> S	Trikalciumsilikát (3CaO . SiO <sub>2</sub> )
C <sub>2</sub> S	Dikalciumsilikát (2CaO . SiO <sub>2</sub> )
C <sub>3</sub> A	Trikalciumaluminát (3CaO . Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
C <sub>4</sub> AF	Tetrakalciumaluminát-ferit (4CaO . Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
AFt	Trisulfát
AFm	Monosulfát
XRF	Rentgenová fluorescenční spektroskopie
XRD	Rentgenová difrakční analýza
SEM	Skenovací elektronový mikroskop
EDX/EDS	Rentgenová disperzní spektroskopie
CHRL	Chemické rozmrazovací látky
DEF	Delayed ettringit formation (zpožděná tvorba ettringitu)
BYF cementy	Belit-ye'elmit-ferrit cementy
CSA cementy	Sulfoaluminátové cementy

## Přílohy

Snímky ze SEM betonových vzorků a EDX analýza

### Betonový vzorek A 2/2



#### **Obrázek 12**

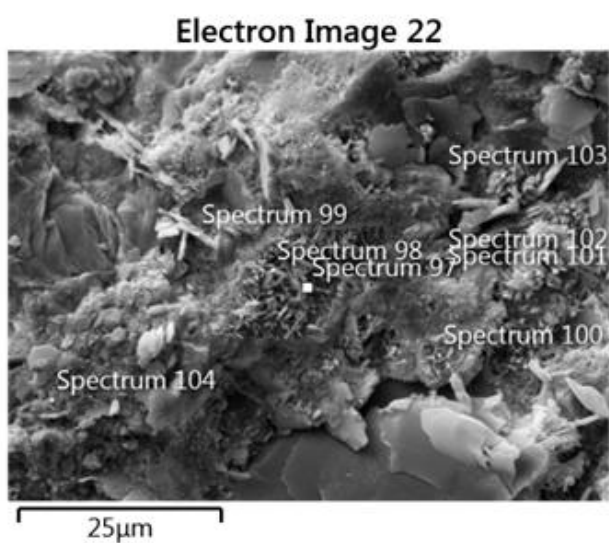
*Snímek povrchu vzorku betonu A 2/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

#### **Tabulka 15**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	92	93	94	95	96
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	3,14	5,04	2,92	14,47	6,8
Al	14,2	11,22	12,39	4,12	9,8
S	0,46	0,4	0,44	0,7	0,29
O	49,36	50,59	53,24	51,97	47,22
C	6,28	10,23	7,8	16,23	11,11
Si	16,98	14,83	15,46	8,38	15,6
Na	0,36	0,32	0,41	0,54	0,22
Mg	0,58	0,7	0,49	0,37	0,71
K	6,33	5	5,31	1,48	5,54
Cl	0,19	0,15	0,14	0,31	0,12
Ti	-	-	0,14	-	-
Fe	2,13	1,51	1,71	1,44	2,59
Total:	100	100	100	100	100

## Betonový vzorek B 1/1



**Obrázek 13**

*Snímek povrchu vzorku betonu B 1/1 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

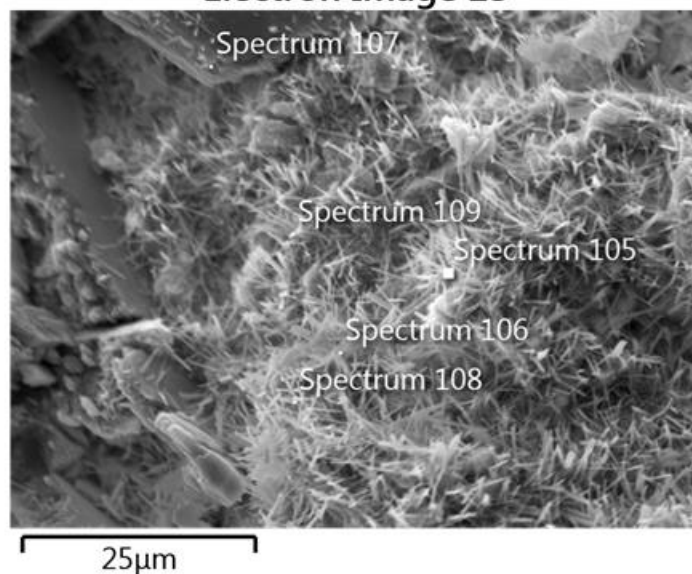
**Tabulka 16**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	97	98	99	100	101	102	103	104
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	33,13	37,07	61,12	21,62	21,25	45,86	36,31	33,47
Al	1,4	1,81	1,81	2,85	4,53	2,61	4,22	1,52
S	4,26	5,42	5,76	3,36	7,27	4,78	5,64	3,24
O	44,65	39,01	15,29	54,79	59,22	41,25	42,34	44,04
C	4,55	3,06	-	6,49	5,41	2,2	3,7	4,82
Si	7,19	7,83	11,67	6,77	1,15	1,89	2,45	10,57
Na	0,32	0,2	-	0,35	0,14	0,22	0,2	0,28
Mg	0,57	0,63	0,4	1,02	0,24	0,24	0,37	0,26
K	0,41	0,57	0,55	0,73	0,16	0,19	0,32	0,38
Cl	0,37	0,43	0,91	0,2	-	0,13	-	0,48
Ti	0,33	0,4	-	-	-	-	0,28	-
Fe	2,8	3,57	2,48	1,82	0,64	0,63	4,18	0,94
Total:	100	100	100	100	100	100	100	100

Betonový vzorek C 1/2

**Electron Image 23**



**Obrázek 14**

*Snímek povrchu vzorku betonu C 1/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

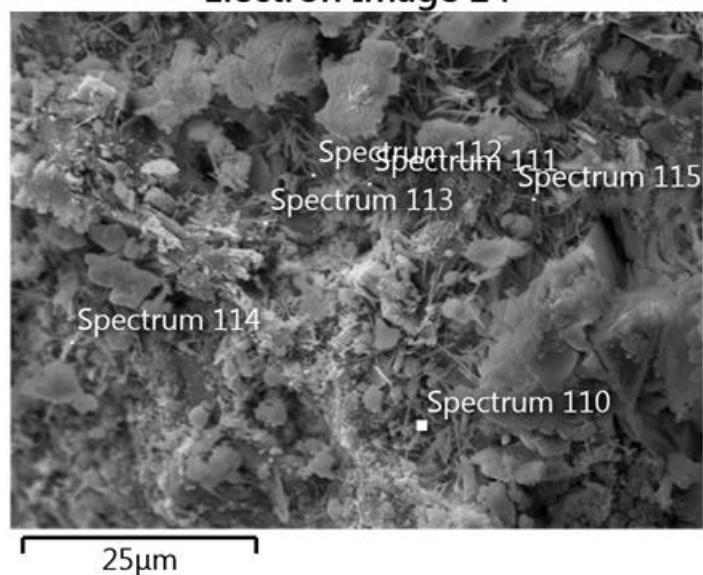
**Tabulka 17**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	105	106	107	108	109
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	19,49	28,58	36,31	21,96	19,86
Al	3,03	1,49	0,5	2,07	2,49
S	1,29	1,22	0,52	2,03	2,59
O	56,86	48,08	53,46	54,89	57,12
C	11,81	10,87	7,65	11,68	11,43
Si	3,43	7,46	0,7	5	3,8
Na	0,72	0,49	0,13	0,79	0,77
Mg	0,58	0,17	-	0,15	0,35
K	0,25	0,42	-	0,34	0,28
Cl	0,87	0,21	0,49	0,24	0,28
Fe	1,66	1,01	0,24	0,84	1,02
Total:	100	100	100	100	100

Betonové vzorky C 2/2

**Electron Image 24**



**Obrázek 15**

*Snímek povrchu vzorku betonu C 2/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

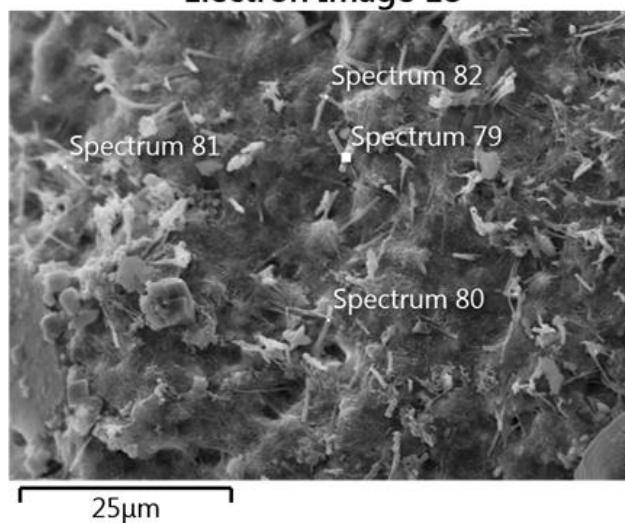
**Tabulka 18**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	110	111	112	113	114	115
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	40,36	29,21	31,16	28,3	19,71	34,66
Al	2,18	1,53	3,38	3,49	2,13	3,43
S	1,75	1,45	1,73	0,93	1,39	2,36
O	36,87	48,81	43,52	49,34	55,01	43,94
C	5,42	8,7	7,56	9,14	14,19	5,52
Si	8,21	8,89	8,55	2,78	4,22	6,03
Na	0,83	0,4	0,6	0,35	1,17	0,39
Mg	0,16	0,1	0,39	0,13	0,2	0,14
K	1,54	0,35	0,73	0,34	0,62	1,35
Cl	0,13	-	0,78	0,99	0,14	0,21
Fe	2,56	0,56	1,6	4,21	1,22	1,96
Total:	100	100	100	100	100	100

## Betonový vzorek D 1/2

### Electron Image 18



**Obrázek 16**

*Snímek povrchu vzorku betonu D 1/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

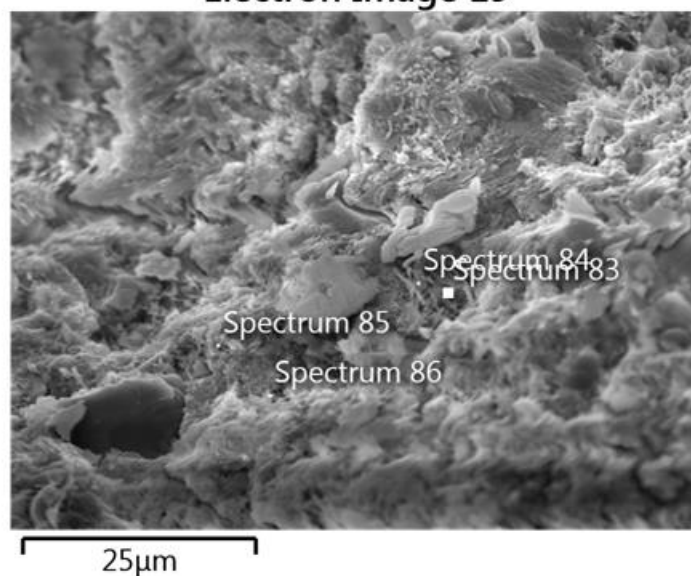
**Tabulka 19**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	79	80	81	82
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	19,07	23,69	18,38	23,06
Al	1,47	1,05	0,9	1,81
S	-	-	0,13	-
O	55,12	54,69	53,09	48,83
C	13,7	12,37	14,86	13,24
Si	7,13	5,8	5,44	5,65
Na	1,7	1,26	1,57	1,25
Mg	0,85	0,42	0,58	0,53
K	0,31	0,28	0,26	0,26
Cl	0,35	0,33	0,28	0,42
Ti	-	-	-	0,18
Cr	-	-	0,79	-
Fe	0,66	0,44	3,99	5,18
Total:	100	100	100	100

Betonový vzorek D 2/2

**Electron Image 19**



**Obrázek 17**

*Snímek povrchu vzorku betonu D 2/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

**Tabulka 20**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

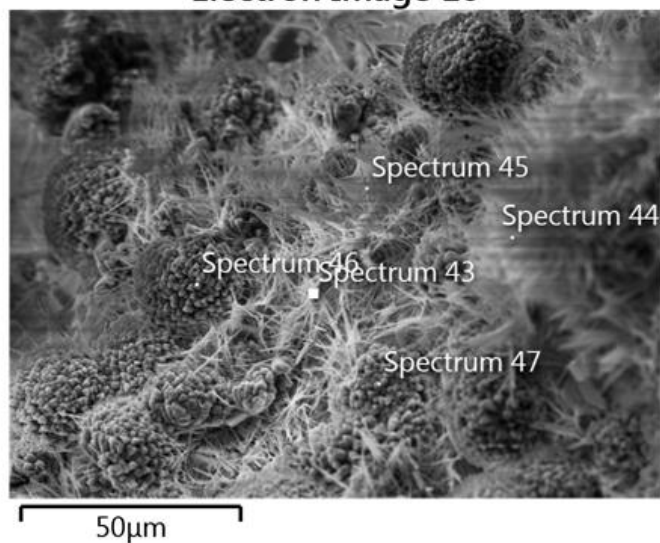
Spectrum ->	83	84	85	86
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	22,03	20,11	26,15	21,95
Al	2,83	2,17	2,12	1,53
S	2,59	2,06	2,06	2,41
O	48,91	44,13	47,82	51,18
C	14,14	21,68	9,37	11,37
Si	5,88	5,96	8,16	8,12
Na	0,59	0,9	1,02	1,08
Mg	0,94	1	0,57	0,35
K	0,52	0,72	0,67	0,68
Cl	0,74	0,32	0,33	0,28
Mn	-	-	-	0,2
Fe	0,82	0,94	1,72	0,85
Total:	100,00	100	100	100



Snímky ze SEM vzorků malt a EDX analýza

Vzorek malty 1/2

**Electron Image 10**



**Obrázek 18**

Snímek povrchu vzorku malty M 1/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem

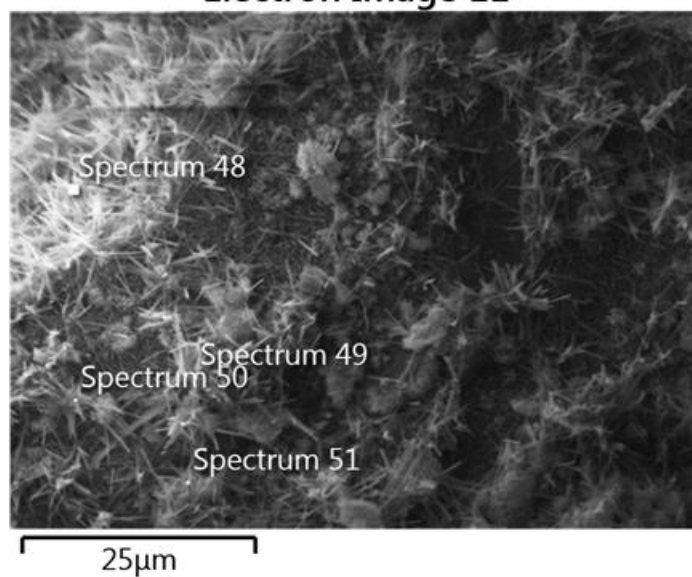
**Tabulka 21**

Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy

Spectrum ->	43	44	45	46	47
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	20,45	19,77	23,03	27,65	35,32
Al	3,02	3,45	3,29	0,25	0,09
S	2,37	4,62	2,03	0,26	0,14
O	51,96	56,11	50,66	54,4	49,08
C	9,50	11,73	9,95	16,36	14,69
Si	2,87	0,69	3,62	0,13	-
Na	3,92	1,64	2,69	0,63	0,53
Mg	0,16	-	0,12	-	-
Cl	4,56	1,60	3,59	0,32	0,15
K	0,30	0,09	0,36	-	-
Ti	-	-	-	-	-
Fe	0,88	0,30	0,66	-	-
Total:	100	100	100	100	100

Vzorek malta 2/1

**Electron Image 11**



**Obrázek 19**

*Snímek povrchu vzorku malty M 2/1 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

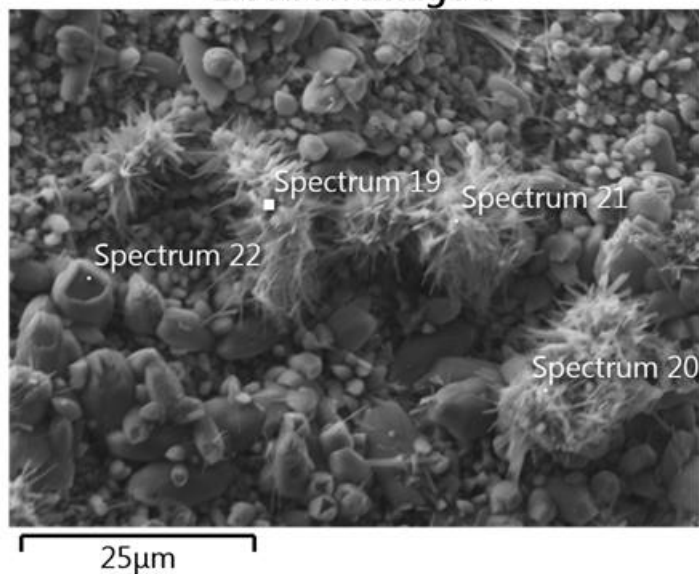
**Tabulka 22**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	48	49	50	51
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	14,12	19,16	14,48	25,07
Al	1,39	2,60	1,18	0,77
S	2,07	4,29	1,94	1,42
O	54,29	55,53	48,76	53,2
C	14,23	9,64	12,12	12,99
Si	12,78	7,06	20,37	4,30
Na	0,48	0,60	0,50	1,03
Mg	-	0,21	-	0,47
Cl	0,17	0,19	0,24	0,12
K	0,11	0,11	0,10	0,26
Ti	-	-	-	-
Fe	0,36	0,61	0,31	0,37
Total:	100	100	100	100

Vzorek malta 2/2

**Electron Image 5**



**Obrázek 20**

*Snímek povrchu vzorku malty M 2/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

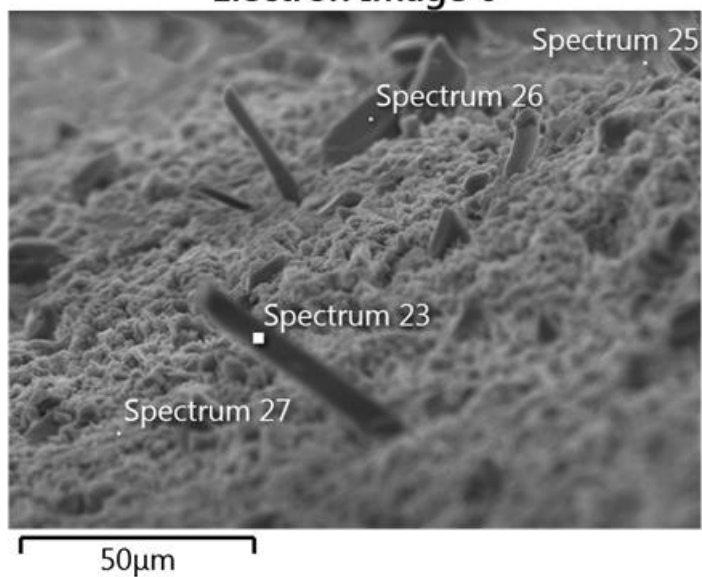
**Tabulka 23**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	19	20	21	22
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	22,7	30,69	27,46	40,91
Al	2,35	1,19	3,52	1,3
S	4,38	2,28	6,61	0,20
O	57,12	50,44	51,66	46,76
C	11,27	10,82	8,16	11,53
Si	0,63	1,40	0,58	0,24
Na	0,42	0,58	0,37	0,22
Mg	-	0,54	-	-
Cl	0,72	1,24	0,97	0,13
Fe	0,42	0,80	0,67	-
Total:	100	100	100	100

Vzorek malta 3/1

**Electron Image 6**



**Obrázek 21**

*Snímek povrchu vzorku malty M 3/1 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

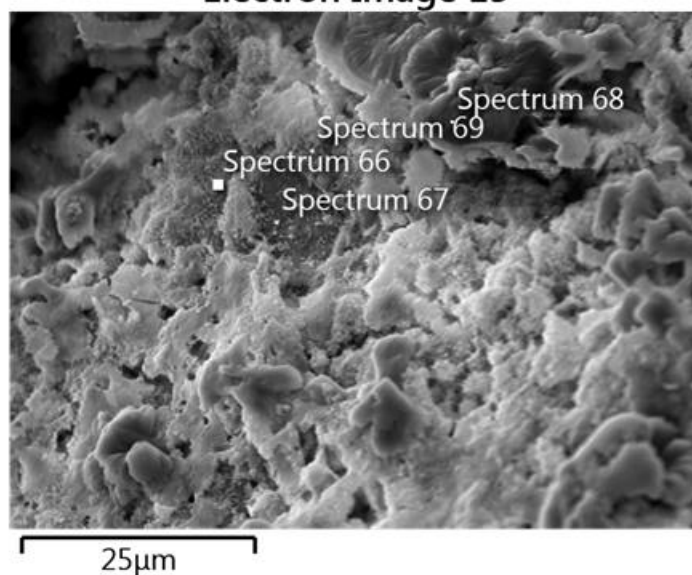
**Tabulka 24**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	23	25	26	27
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	19,61	21,12	21,82	22,04
Al	-	-	0,09	0,27
S	14,73	15,01	16,08	1,50
O	56,51	55,70	53,23	40,17
C	8,21	7,60	8,20	16,89
Si	0,42	0,38	0,44	6,14
Na	0,24	0,18	0,13	4,12
Mg	-	-	-	0,22
Cl	0,29	-	-	7,42
K	-	-	-	1,24
Total:	100	100	100	100

Vzorek malty 3.2

**Electron Image 15**



**Obrázek 22**

*Snímek povrchu vzorku malty M 3/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

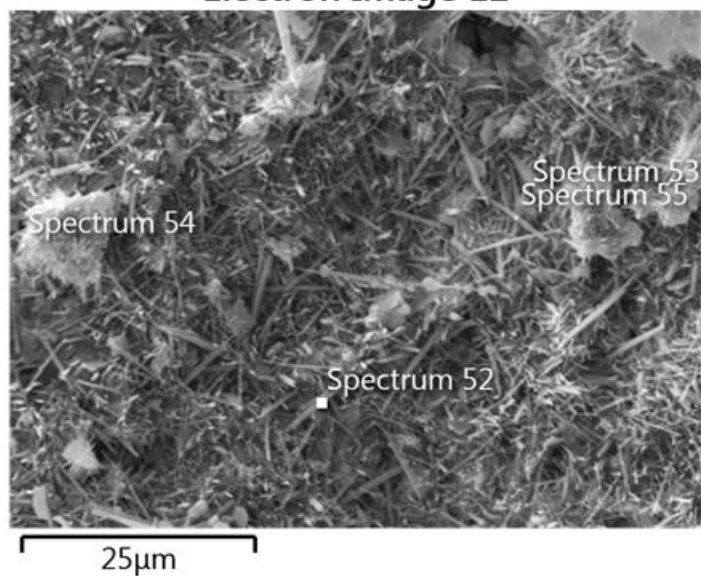
**Tabulka 25**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	66	67	68	69
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	24,51	20,74	37,96	38,65
Al	0,65	1,28	0,13	0,9
S	2,78	1,98	1,93	2,51
O	42,78	47,63	45,49	37,01
C	8,21	8,37	12,09	6,23
Si	9,08	11	0,76	8,39
Na	3,03	2,61	0,68	1,66
Mg	1,31	1,2	-	0,33
Cl	-	3,18	0,97	3,13
K	0,41	0,4	-	0,38
Fe	2,74	1,61	-	0,79
Total:	100	100	100	100

Vzorek malta 4

**Electron Image 12**



**Obrázek 23**

*Snímek povrchu vzorku malty M 4 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

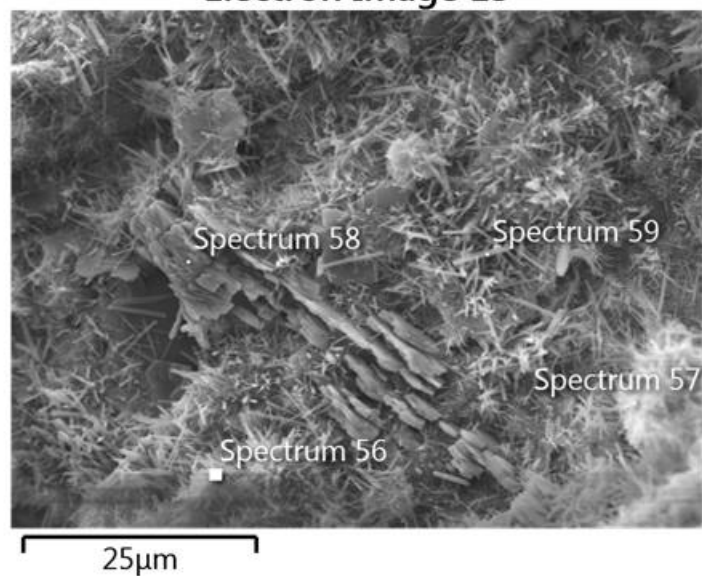
**Tabulka 26**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	52	53	54	55
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	32,59	20,92	31,11	30,64
Al	1,88	1,94	2,38	2,65
S	2,09	1,68	3,69	3,3
O	47	56,88	48,19	47,14
C	6,95	9,74	6,64	5,62
Si	6,2	5,39	4,68	7,18
Na	0,8	1,27	0,97	1,28
Mg	0,32	0,38	0,53	0,3
Cl	0,5	0,47	0,31	0,25
K	0,17	0,18	0,2	0,33
Fe	1,51	1,15	1,31	1,29
Total:	100	100	100	100

Vzorek malta 5/1

**Electron Image 13**



**Obrázek 24**

*Snímek povrchu vzorku malty M 5/1 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

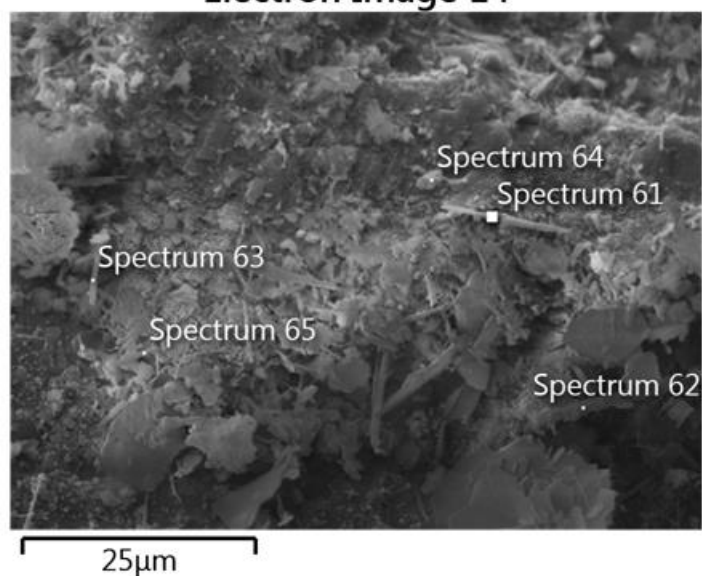
**Tabulka 27**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	56	57	58	59
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	22,5	21,48	43,67	26,96
Al	3,18	2,26	0,07	3,41
S	4,7	3,3	3,6	6,42
O	56,19	57,75	52,79	52,98
C	8,03	7,58	3,29	4,21
Si	3,18	4,96	0,17	3,93
Na	0,18	0,34	-	0,2
Mg	0,56	0,63	-	0,53
Cl	0,37	0,41	-	0,41
K	-	0,1	-	0,15
Fe	1,12	1,18	-	0,8
Total:	100	100	100	100

Vzorek malty 5/2

**Electron Image 14**



**Obrázek 25**

*Snímek povrchu vzorku malty M 5/2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

**Tabulka 28**

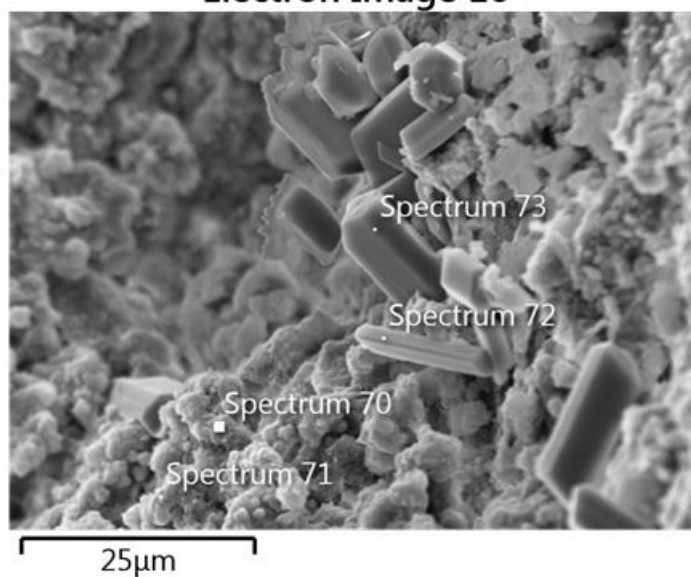
*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	61	62	63	64	65
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	15,81	15,75	15,81	15,8	15,9
Al	1,79	1,83	1,78	1,72	1,71
S	1,49	1,46	1,37	1,32	1,37
O	41,62	41,38	40,45	40,62	40,49
C	11,75	11,65	12,09	11,98	11,97
Si	18,85	19,02	19,08	19,29	19,34
Na	3,4	3,46	3,54	3,6	3,6
Mg	-	0,08	0,13	-	0,15
Cl	4,74	4,9	5,09	5,02	4,96
K	0,18	0,16	0,19	0,22	0,15
Fe	0,38	0,31	0,49	0,43	0,35
Total:	100	100	100	100	100



Vzorek malta 6

**Electron Image 16**



**Obrázek 26**

*Snímek povrchu vzorku malty M6 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

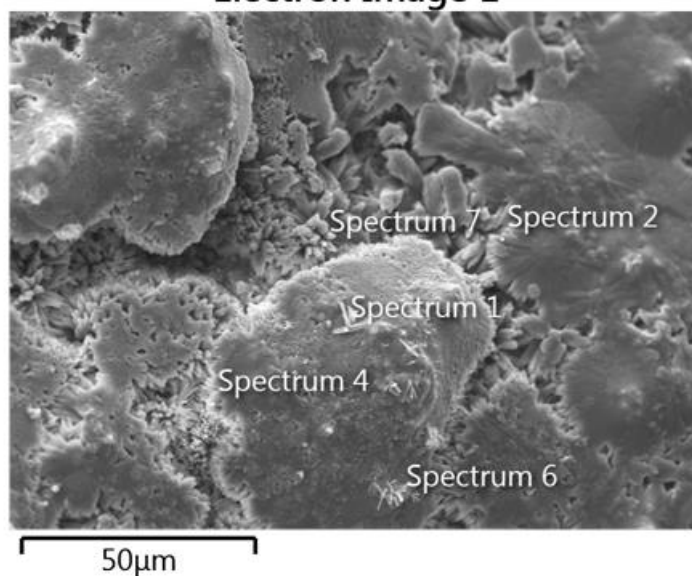
**Tabulka 29**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	70	71	72	73
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	19,22	21,45	21,27	22,37
Al	0,43	0,41	0,38	0,07
S	1,42	1,8	16,31	18,77
O	51,39	50,68	50,43	52,42
C	18,72	18,16	11,03	6,11
Si	4,29	3,86	0,47	0,17
Na	2,18	1,76	0,28	0,1
Mg	0,12	0,09	-	-
Cl	1,82	1,45	-	-
K	0,18	0,17	-	-
Fe	0,23	0,19	0,21	-
Total:	100	100	100	100

Snímky ze SEM vzorků cementových past a EDX analýza  
Vzorek cementové pasty P2

**Electron Image 1**



**Obrázek 27**

Snímek povrchu vzorku cementové pasty P2 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem

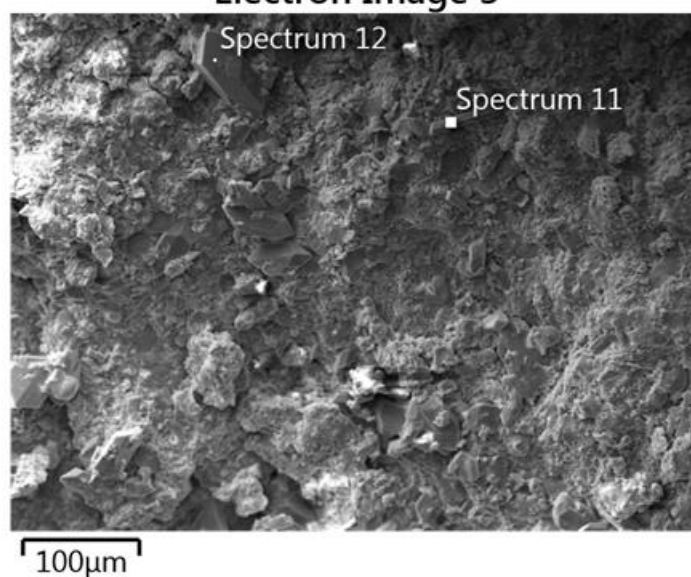
**Tabulka 30**

Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy

Spectrum ->	7	10
Element	Wt%	Wt%
Ca	67,7	29,52
Al	1,75	2,11
S	0,51	0,45
O	27,47	53,89
C	3,69	15,39
Si	0,12	0,2
Na	0,14	0,33
Cl	0,36	0,22
Total:	100	100

Vzorek cementové pasty P3

**Electron Image 3**



**Obrázek 28**

*Snímek povrchu vzorku cementové pasty P3 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

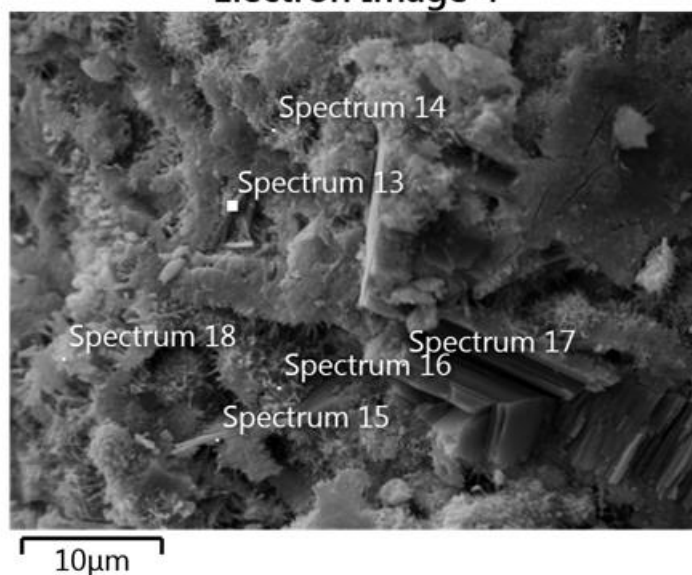
**Tabulka 31**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	11	12
Element	Wt%	Wt%
Ca	24,96	22,82
Al	1,95	2,06
C	5,44	6,89
O	49,49	51,64
S	20,11	18,64
Total:	100	100

Vzorek cementové pasty P4

**Electron Image 4**



**Obrázek 29**

*Snímek povrchu vzorku cementové pasty P4 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem*

**Tabulka 32**

*Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy*

Spectrum ->	13	14	15	16	17	18
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	21,39	27	33,73	37,74	59,64	21,19
Al	1,24	0,89	0,74	2,78	0,09	1,03
S	2,87	2,02	1,75	3,8	0,31	3,21
O	54,25	50,07	50,18	40,69	37,38	55,89
C	7,77	5,72	4,52	3,03	1,54	8,52
Si	6,69	10,03	6,26	7,64	0,9	5,65
Na	1,2	0,84	0,56	0,34	-	0,89
Mg	1,61	0,85	0,18	0,23	-	0,58
K	0,28	0,25	0,21	0,4	-	0,17
Cl	1,31	2,01	1,15	0,81	0,15	0,96
Ti	0,23	-	-	-	-	0,3
Mn	-	-	-	-	-	0,35
Fe	1,15	0,33	0,71	2,55	-	1,27
Total:	100	100	100	100	100	100

Vzorek cementové pasty P5

**Electron Image 17**



**Obrázek 30**

Snímek povrchu vzorku cementové pasty P5 vytvořený skenovacím elektronovým mikroskopem

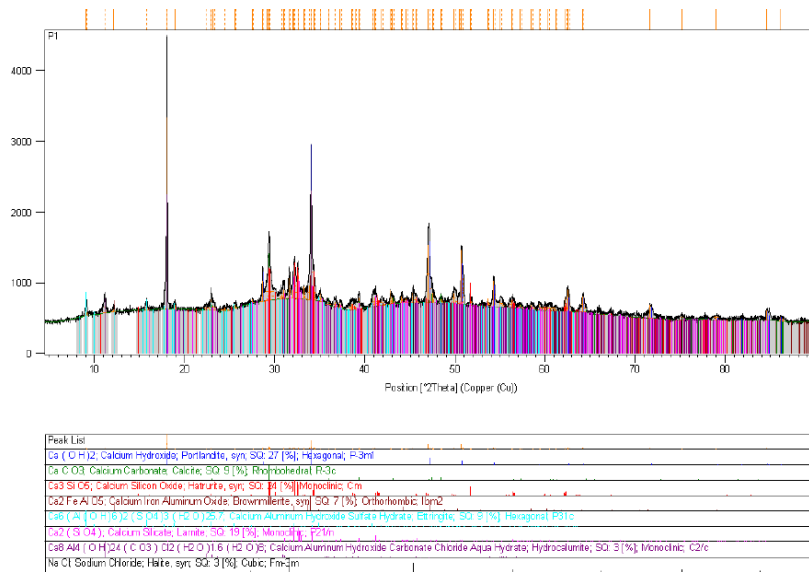
**Tabulka 33**

Výčet zastoupení prvků dané části testovaného vzorku získaný pomocí EDX analýzy

Spectrum ->	74	75	76	77	78
Element	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Ca	20,6	25,55	52,38	25,27	29,88
Al	3,04	2,18	0,51	5,05	1,22
S	4,72	3,1	0,59	2,49	1,93
O	57,09	53,08	37,48	50,86	44,94
C	8,71	7,73	6,56	6,56	11,24
Si	2,36	5,05	1,08	4,47	5,42
Na	0,5	0,68	0,15	0,29	0,67
Mg	0,31	0,27	0,14	0,56	0,94
Cl	0,63	0,94	0,23	0,51	1,6
K	0,13	0,28	-	0,14	0,26
Mn	-	-	-	-	0,19
Fe	1,89	1,15	0,89	3,8	1,7
Total:	100	100	100	100	100

## Grafický záznam XRD práškové difrakce cementových past

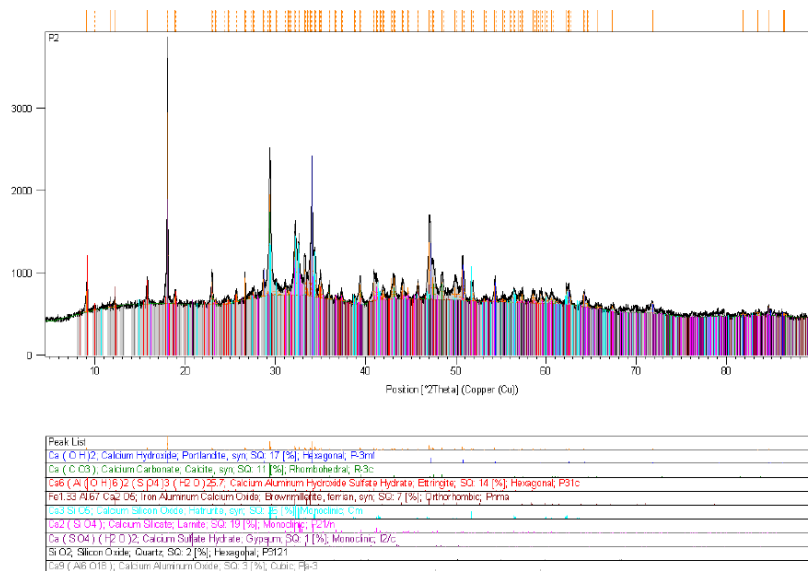
### Vzorek cementová pasta P1



**Obrázek 31**

Grafický záznam XRD práškové difrakce, potvrzení přítomnosti ettringitu vzorek P1

### Vzorek cementová pasta P2



**Obrázek 32**

Grafický záznam XRD práškové difrakce, potvrzení přítomnosti ettringitu vzorek P2

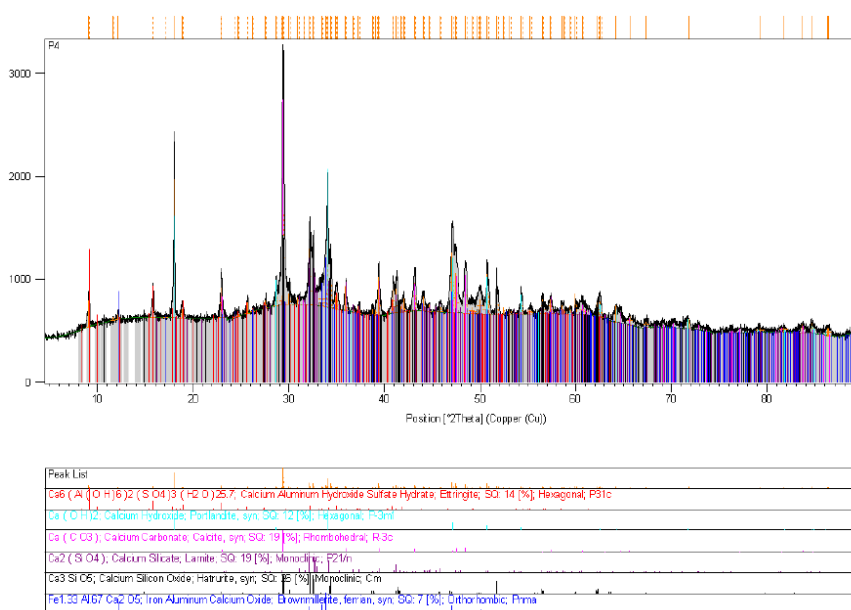
### Vzorek cementová pasta P3



**Obrázek 33**

Grafický záznam XRD práškové difrakce, potvrzení přítomnosti ettringitu vzorek P3

### Vzorek cementová pasta P4



**Obrázek 34**

Grafický záznam XRD práškové difrakce, potvrzení přítomnosti ettringitu vzorek P4