

Studium reakčních podmínek geopolymerace

Research of geopolymerization
reaction conditions

Roman Slavík

Diplomová práce
2005



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ustav inženýrství ochrany živ. prostředí

akademický rok: 2004/2005

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jmeno a příjmení: Roman SLAVÍK

Studijní program: M2808 Chemie a technologie materiálů

Studijní obor: Technologie životního prostředí

Téma práce: Studium reakčních podmínek geopolymerace

Zásady pro vypracování:

1. Provedte literární rešerši o geopolymeraci a geopolymerech.
2. Provedte experimentální studii podmínek aktivace základní suroviny pro přípravu geopolymeru. Na základě výsledků navrhnete optimální podmínky aktivace.
3. Provedte experimentální výzkum vlivu reakčních podmínek na průběh geopolymerace a vlastnosti připravených geopolymerů.
4. Vyzkoušejte různé metody identifikace geopolymerů.
5. Dosažené výsledky kriticky zhodnoťte.

Rozsah práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

Všechny dostupné prameny.

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Vratislav Bednařík, Ph.D.

Ústav inženýrství ochrany živ. prostředí

Datum zadání diplomové práce:

7. února 2005

Termín odevzdání diplomové práce:

27. května 2005

Ve Zlíně dne 1. února 2005

L.S.

prof. Ing. Josef Šimoník, CSc.
děkan

doc. Ing. Jaromír Hoffmann, CSc.
ředitel ústavu

Prohlašuji, že jsem na celé diplomové práci pracoval/a samostatně a použitou literaturu jsem citoval/a.

Ve Zlíně, 26. 04. 2005

Handwritten signature in black ink, appearing to read "J. Roman".

jméno diplomanta

Abstrakt

Práce podává přehled poznatků o geopolymeraci. Experimentálně byla studována řada reakčních podmínek geopolymerace. Pozornost byla především věnována aktivaci základní jílové suroviny a stechiometrickým reakčním poměrům Si/Al, Me/Al a W/C. Zkušební tělesa z připravených geopolymerů byla hodnocena pomocí rentgenové difrakční analýzy (XRD) a infračervené spektrometrie (FTIR). Současně bylo ověřeno, pomocí roztoku polysulfidu, že připravené geopolymery obsahují sodalitové struktury.

Summary of the knowledge of the geopolymerization is presented. Reaction conditions of the geopolymerization were studied experimentally. Emphasis was put on the activation of clay raw material and the stoichiometric ratios Si/Al, Me/Al and W/C. Prepared specimens of the geopolymers were assessed by X-Ray Diffraction (XRD) and Infra-red Spectrometry (FTIR). Simultaneously it was verified by means of polysulphide solution that the prepared geopolymers contain sodalite structures.

OBSAH

ÚVOD.....	8
1 TERMINOLOGIE A STRUKTURA	9
1.1 SILIKÁTY	9
1.2 JÍLY A JÍLOVÉ MINERÁLY	11
1.3 GEOPOLYMERY	12
2 GEOPOLYMERACE.....	15
2.1 REAKCE NA STYKU TUHÉ A KAPALNÉ FÁZE	18
2.2 PŘECHOD SOL-GEL	19
2.3 REAKCE V PEVNÉ FÁZI.....	20
2.4 VLIVY NA HETEROGENNÍ REAKCE	21
2.5 PRŮBĚH GEOPOLYMERACE	23
2.6 METODY CHARAKTERIZACE PRODUKTŮ GEOPOLYMERACE	24
3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	29
3.1 POUŽITÉ MATERIÁLY	29
3.2 POUŽITÉ PŘÍSTROJE	29
3.3 AKTIVACE SUROVINY S-N.....	30
3.4 OPTIMALIZACE ZPŮSOBU AKTIVACE SUROVINY S-N	31
3.4.1 Test rozpustnosti aktivované suroviny S-N v 5 mol.l ⁻¹ NaOH	31
3.4.2 Zjištění optimální doby míchání směsi 5 mol.l ⁻¹ NaOH a aktivované suroviny S-N ...	31
3.4.3 Určení optimální teploty aktivace suroviny S-N	32
3.4.4 Určení optimální doby aktivace suroviny S-N	32
3.4.5 Určení optimální rychlosti ohřevu a ochlazení při aktivaci suroviny S-N	33
3.5 PŘÍPRAVA GEOPOLYMERACNÍ SMĚSI.....	33
3.6 TESTOVÁNÍ PŘIPRAVENÝCH VZORKŮ.....	34
3.6.1 Rozpouštění připravených vzorků v 0,1 mol.l ⁻¹ HCl.....	34
3.6.2 Stanovení nasákavosti připravených vzorků	34
3.6.3 Aplikace indikátoru pro zjištění sodalitových struktur ve vzorcích	35
3.6.4 Měření IR spekter připravených vzorků.....	35
3.6.5 Sledování krystalových struktur v připravených vzorcích	36
3.7 STUDIUM VLIVU MOLÁRNÍCH POMĚRŮ NA VLASTNOSTI GEOPOLYMERU.....	36
4 VÝSLEDKY A DISKUZE.....	37
4.1 OPTIMALIZACE ZPŮSOBU AKTIVACE SUROVINY S-N	37
4.1.1 Určení optimální teploty aktivace suroviny S-N	37

4.1.2	Určení optimální doby aktivace suroviny S-N	40
4.1.3	Určení optimální rychlosti ohřevu a ochlazení při aktivaci suroviny S-N	42
4.2	STUDIUM Vlivu molárních poměrů na vlastnosti geopolymeru..	43
4.2.1	Studium vlivu molárního poměru Si/Al	43
4.2.2	Studium vlivu molárního poměru Me/Al	48
4.2.3	Studium vlivu obsahu vody ve směsi (W/C)	51
ZÁVĚR.....		55
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ		56
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....		59
SEZNAM OBRÁZKŮ.....		60
SEZNAM TABULEK		62
SEZNAM PŘÍLOH.....		63

ÚVOD

Četné dochované starověké stavby nás udivují dlouhodobou stálostí použitých materiálů, což je dáno jejich chemickým a fázovým složením. Již v 8. a 9. století před naším letopočtem bylo k dispozici pálené vápno a cihly [1]. K přípravě malt se používalo vedle písku často vulkanických skel a přírodních pucolánů, které obsahují vyšší procento sodných a draselných složek, jenž jsou v betonech nepřijatelné z důvodu alkalického rozpínání [1].

Od roku 1940 jsou známy alkalické cementy [2, 3]. Alkalické cementy jsou velmi perspektivním materiálem, rozšiřujícím významně sortiment maltovin a současně šetřícím přírodní nerostné suroviny, čímž se snižuje objem emisí CO₂ do ovzduší. Pokud jsou z nich připravovány betony bez vápenaté složky, jsou tyto materiály označovány jako geopolymery [1].

Svou strukturou se geopolymerní materiály podobají přírodním zeolitům a vyznačují se především vysokou chemickou odolností, stálostí při vysokých teplotách a velmi dobrou pevností [4]. Vlastnosti geopolymerních materiálů naznačují uplatnění v mnoha průmyslových aplikacích, např. při výrobě nových cementů, „studené“ keramiky, kompozitních materiálů, matric pro solidifikace nebezpečných odpadů, protipožárních a izolačních materiálů, atd.

V současnosti jsou vítaným materiálem pro imobilizaci těžkých kovů při likvidaci některých odpadů včetně radioaktivních [1]. Bylo studováno mnoho aplikací geopolymerních materiálů, např. v Sovětském svazu bylo po havárii v Černobylu zkoumáno použití geopolymery pro imobilizaci popela, získaného při spalování biomasy z této oblasti [5]. V Německu byla studována příprava efektivního sorbentu na bázi geopolymery pro selektivní sorpci radia [6] nebo imobilizaci radionuklidů se zvýšenou aktivitou [7]. V USA byly studovány možnosti využití těchto materiálů jako podloží skládek pro odpady s obsahem těžkých kovů [8].

Tato diplomová práce se zaměřuje na nalezení optimálních podmínek přípravy geopolymerní matrice pro stabilizaci a solidifikaci nebezpečných anorganických materiálů a odpadů s obsahem těžkých kovů.

1 TERMINOLOGIE A STRUKTURA

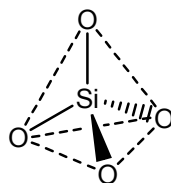
1.1 Silikáty

Strukturní chemie křemíku představuje v anorganické chemii asi jednu z nejzajímavějších oblastí, udivující četností navzájem velmi odlišných strukturních motivů a přitom vycházejících ze stejného základního tetraedru $[\text{SiO}_4]$, který je zobrazen na **obr. 1**.

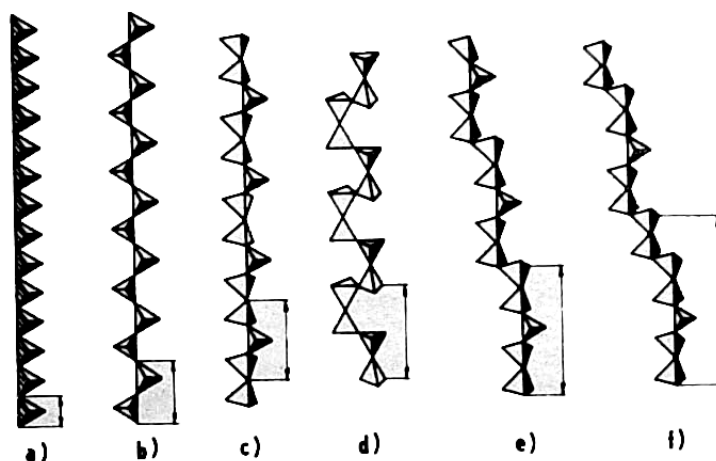
Tetraedr $[\text{SiO}_4]$ není valenčně vysycen, proto každý z kyslíků může přijmout ještě jeden elektron nebo může nastat vnitřní vyrovnaní valencí sdílením kyslíku dvěma křemíky $[\text{Si}-\text{O}-\text{Si}]$, vzniká tzv. siloxo vazba. Takto je možno vysvětlit spojování tetraedrů $[\text{SiO}_4]$ ve větší celky [9, 10].

Sdílením jednoho kyslíku vznikají dvojice tetraedrů, sdílí-li každý tetraedr dva své kyslíky, mohou být vytvářeny tří, čtyř nebo šesti členné kruhy nebo nekonečné řetězce [9]. Jestliže sdílí každý křemík tři své kyslíky se sousedními křemíky, vznikají nekonečné vrstvy a v případě sdílení všech kyslíků křemíkem, dochází ke tvorbě prostorových sítí tetraedrů. Mimo to se mohou spojovat kruhy, řetězce nebo plošné sítě ve dvojice. Řetězce, jak je patrné z **obr. 2**, se liší tzv. periodou identity, tzn. vzdáleností po které se opakuje tentýž motiv stavební jednotky [9].

Tetraedry tak mohou vytvářet rozmanitá seskupení od nejjednoduššího izolovaného tetraedru, přes rozličné cyklické, ostrůvkovité či řetězcovité struktury, jak můžeme vidět na **obr. 2. a 3.**, až ke strukturám dvoj- a trojrozměrným [4, 9, 10, 21].

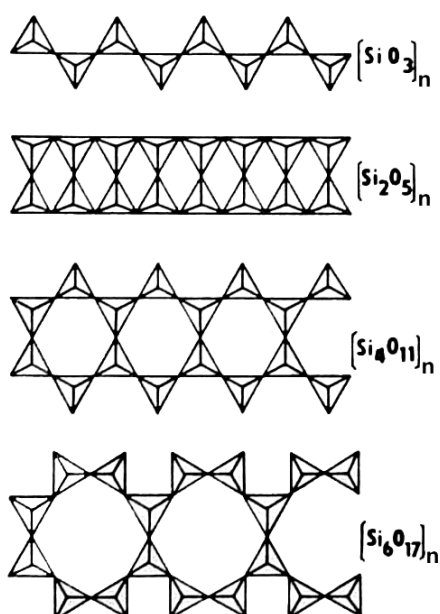


Obr. 1. Schematické znázornění tetraedru $[\text{SiO}_4]$.



Obr. 2. Příklady tetraedrických řetězců [9].

- a) jednočlankový; b) dvoučlankový; c) trojčlankový;
d) čtyřčlankový; e) pětičlankový; f) sedmičlankový.



Obr. 3. Typy dvojitých čtyřstěnových řetězců [9].

Možné typy zdvojených řetězců jsou patrný ze schematického znázornění na **obr. 3**, pro srovnání je uveden jednoduchý řetězec $[SiO_3]_n$. Každý křemík zde sdílí se sousedy tři kyslíky. Struktura se vyznačuje vrstevnatým slohem a je pro ni charakteristická skupina $[Si_2O_5]^{2-}$ [9].

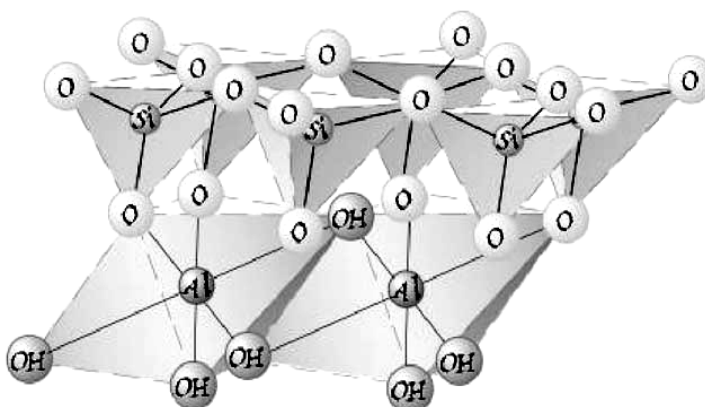
1.2 Jíly a jílové minerály

Jíly a jílové minerály jsou dva pojmy, které je potřeba rozlišovat. Jako jíl označujeme jílovou horninu, která obsahuje alespoň 50 % (w/w) částic, které jsou menší než 2 μm [11]. Jílovou horninu tvoří jílové a doprovodné minerály (např. zeolity, uhličitany, oxyhydroxidy Fe, Al, Mn, krystalický a amorfni SiO_2) [11].

Jílové minerály se skládají z jedné nebo několika vrstev a jsou označovány jako fylosilikáty. Tři sdílené kyslíky jsou valenčně vysyceny, ale každému křemíku zbývá kyslík směřující ven z vrstvy. Vrstvy tetraedrů nejsou tedy valenčně vysyceny a spojují se tak s oktaedrickými vrstvami, tvořenými hydroxidem hlinitým nebo hořečnatým, jak můžeme vidět na **obr. 4**.

Hliník představuje druhou nejdůležitější složku silikátů. Vzhledem k iontovým poloměrům Al–O jsou v tomto případě podmínky k přechodu mezi tetraedrickou a oktaedrickou koordinací. Setkáváme se proto ve strukturách hlinitokřemičitanů jak se skupinami $[\text{AlO}_4]$, tak i s $[\text{AlO}_6]$ a ve vzácných případech lze nalézt i $[\text{AlO}_5]$ [9, 11].

Základní stavební jednotkou strukturní výstavby jílových minerálů jsou křemíkové tetraedry $[\text{SiO}_4]$ a hliníkové oktaedry $[\text{AlO}_6]$. Křemíkové tetraedry jsou ve struktuře jílových minerálů spojeny tak, že vytváří pseudohexagonální síť, zobrazenou na **obr. 4**.

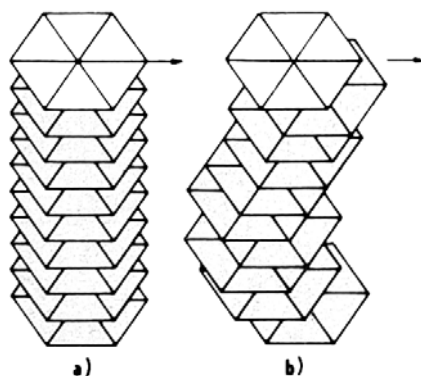


Obr. 4. Schematické znázornění vrstevnaté struktury kaolinitu [11].

Spojení oktaedrických vrstev s vrstvami tetraedrů může v podstatě nastat dvojím způsobem [9, 11]:

1. Jedna vrstva tetraedrů $[\text{SiO}_4]$ se spojuje s jednou vrstvou oktaedrů $[\text{AlO}_6]$ nebo $[\text{MgO}_6]$ – typ struktury 1:1.
2. Dvě vrstvy tetraedrů se spojují s jednou vrstvou oktaedrů, kterou uzavírají mezi sebe – typ struktury 2:1.

Taktéž je možno se setkat s jevem, kdy základní trojvrství nebo dvojvrství jsou vzájemně vázána poměrně slabými Van der Walsovými silami, takže na sobě leží nepravidelně, jak je tomu hlavně u struktur jílových minerálů [9], viz **obr. 5**.



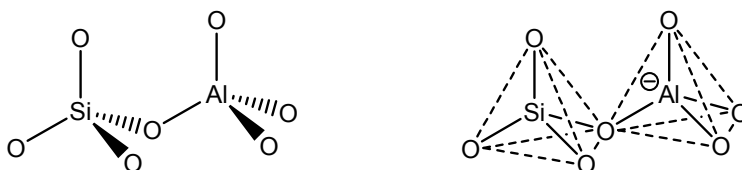
Obr. 5. Vrstevnatá struktura [9].

a) pravidelná; b) turbostratická

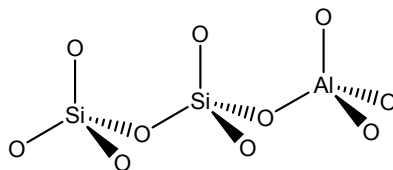
1.3 Geopolymery

Jako geopolymery jsou označovány synteticky připravené materiály na bázi přírodních hlinitokřemičitanů [4]. Tyto materiály mají amorfní až semikrystalickou prostorovou síť jejichž obecný empirický vzorec je $\text{Me}_n[(\text{SiO}_2)_z\text{AlO}_2]_n \cdot w\text{H}_2\text{O}$ a lze je rozdělit do třech tříd, podle poměru Si/Al [4]:

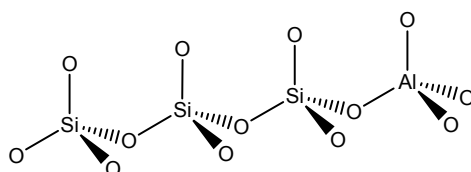
1. Polysialáty (PS): $\text{Si}/\text{Al} = 1$



Obr. 6. Prostorové uspořádání polysialátů s naznačením tetraedrické struktury.

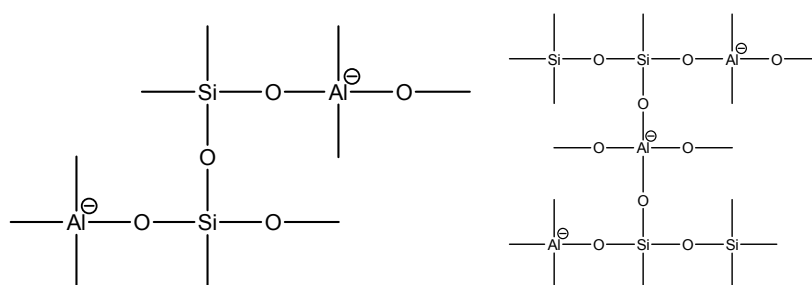
2. Polysiloxo-sialáty (PSS): $\text{Si}/\text{Al} = 2$ 

Obr. 7. Prostorové uspořádání PSS.

3. Polydisiloxo-sialáty (PSDS): $\text{Si}/\text{Al} = 3$ 

Obr. 8. Prostorové uspořádání PSDS.

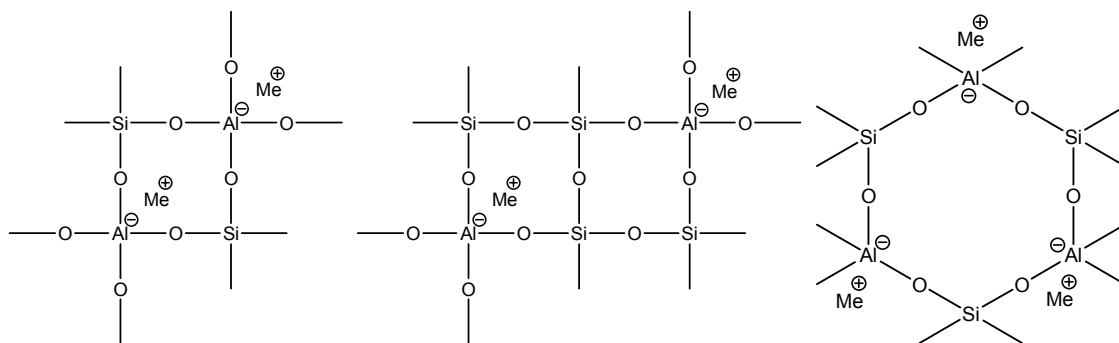
Geopolymerní síť je tvořena z tetraedrů $[\text{SiO}_4]$ a $[\text{AlO}_4]$, které jsou spojovány přes kyslík vazbou $-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-$, jak je vidět na **obr. 6.** – **obr. 8.** Pro kompenzaci záporného náboje Al-tetraedrů, který vzniká v důsledku koordinace centrálního atomu Al, jsou v této síti přítomny kationty kovů ($\text{Me}^+ = \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{Li}^+, \text{atd.}$) [3, 4].



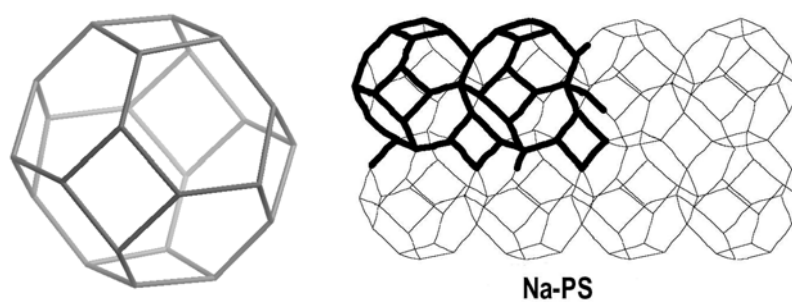
Obr. 9. Příklady vazeb v geopolymerní síti.

Různé molární poměry SiO_2 a Al_2O_3 vedou při síťování ke tvorbě dvourozměrných a trojrozměrných struktur, které vidíme na **obr. 9** a **obr. 10**.

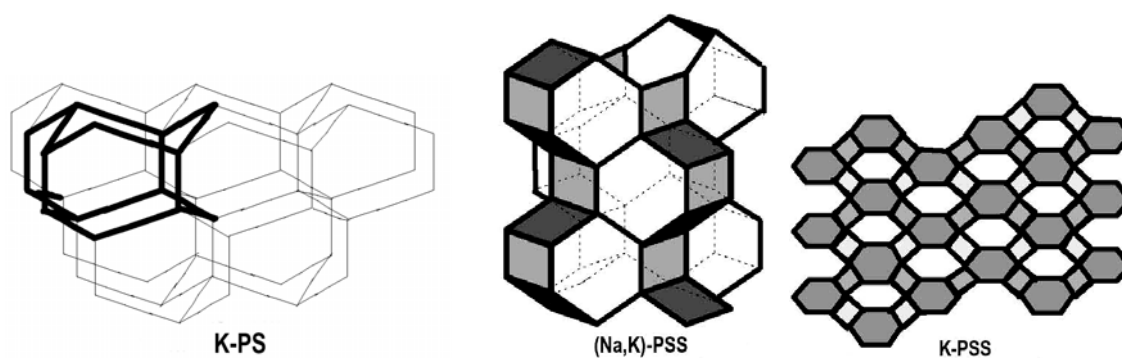
Z těchto struktur postupně vznikají trojrozměrné struktury (**obr. 11** a **obr. 12**), které se podobají zeolitům. Čas potřebný pro úplné sesíťování se pohybuje od několika hodin po několik dnů [4].



Obr. 10. Příklady dvourozměrných struktur vznikajících při polymeraci.



Obr. 11. Schématické znázornění základní stavební struktury Na-PS a její síťování [4].

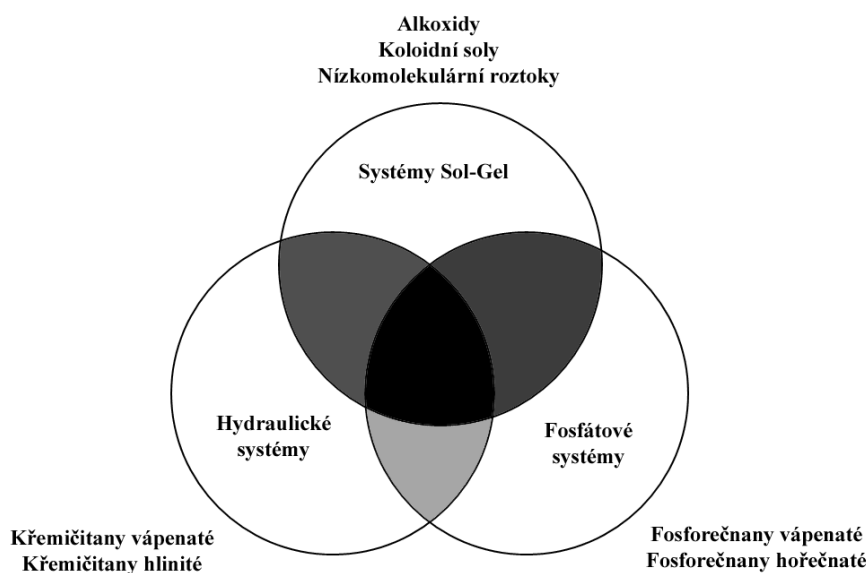


Obr. 12. Schématické znázornění dalších stavebních struktur geopolymérů [4].

2 GEOPOLYMERACE

Pojem chemicky vázaná keramika (CBCs – Chemically Bonded Ceramics) se vztahuje především na způsob vzniku vazeb při chemické reakci mezi kapalnou a pevnou fází za nízkých teplot, oproti tavným nebo slinovacím procesům [12].

CBCs lze na základě rozdílných reakčních mechanismů, které jsou uvedeny na **obr. 13.**, rozdělit na tři hlavní skupiny. Hranice mezi jednotlivými typy nejsou ostré, proto lze připravit i hybridní systémy [12].



Obr. 13. Rozdělení CBCs do tří skupin [12].

První skupinu představují hydraulické systémy. Tento typ systémů je založen na mechanismu, kdy spolu reaguje anorganická sytká hmota a voda za vzniku pevného tělesa. Typickými představiteli jsou např. sádra ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) a hydraulické cementy, které při reakci s vodou tvoří tzv. CSH gely (CSH – Calcium Silicate Hydrate).

Druhou skupinu tvoří cementy na bázi fosfátů. Nejdůležitější aplikace v této oblasti jsou hlinito-fosforečnanová keramika a dentální keramika, které jsou připravovány např. reakcí mezi hlinitokřemičitanem a pufrovanou kyselinou fosforečnou [12].

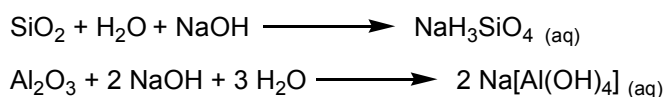
Třetí skupinu tvoří sol–gel systémy. Proces sol–gel představuje hojně rozšířený způsob výroby keramických prášků, monolitických těles, vrstev keramických materiálů a skel. Základními surovinami jsou přitom roztoky alkoxydů, koloidních solů nebo roztoky monomerních až nízkomolekulárních látek. Systémy s monomolekulárními nebo nízkomolekulárními látkami v počátečním stádiu gelovají pomocí tvorby chemických vazeb polykondenzací. Zástupci těchto nízkomolekulárních látek jsou založeni především na vodním skle [12].

Vodní sklo je alkalický roztok křemičitanu sodného nebo draselného ve vodě. Kyselí reagující látky, jako např. CO_2 , uvolňují z tohoto roztoku kyselinu křemičitou, která reaguje polykondenzačně s přítomnými nízkomolekulárními složkami za tvorby gelu [10].

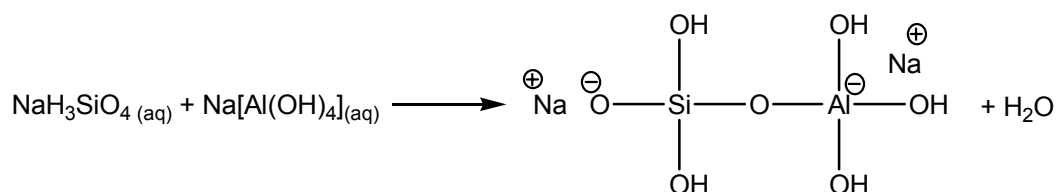
Přípravu pojiv na bázi různých hlinitokřemičitanů studoval např. Malone et al. [13]. Davidovits [4] studoval především přípravu pojiv z vrstevnatých hlinitokřemičitanů. Zaměřil se především na reakci tepelně aktivovaného kaolinitu s roztokem alkalického hydroxidu, kterou nazval geopolymerace.

Geopolymerací je tedy nazývána polykondenzační reakce, při které spolu reagují přírodní hlinitokřemičitanové komponenty v silně alkalickém roztoku. Protože reakce probíhá mezi pevnou a kapalnou fází, lze ji zařadit mezi heterogenní reakce. Chemismus geopolymerace lze rozdělit na tři kroky [14]:

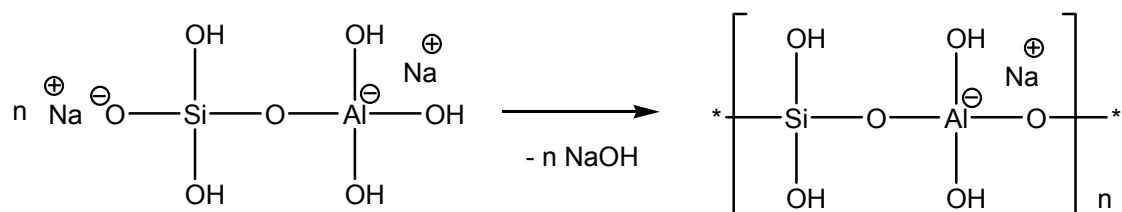
- 1) solvatace povrchu a rozpouštění aktivních složek za současného formování prekursorů vlivem hydroxylových iontů [15]:



- 2) parciální orientace mobilních prekursorů a tvorba monomerů (orthosialátů):



3) polykondenzace s následným síťováním celého systému:



Jak již bylo uvedeno, pro přípravu geopolymérů je základní surovinou kaolinit, který je obsažen především v kaolínu a dále v jílových zeminách. Surový kaolín se upravuje plavením, aby se odstranily nečistoty, jako je křemen, živce apod. [16]. Pro některé účely se používá i kaolín surový (např. při výrobě šamotu) nebo i tzv. šlika, která odpadá při plavení a obsahuje hrubší podíly kaolínu a jemný písek.

V US patentech 4.472.199 a 4.888.311 popisuje Davidovits přípravu geopolymérů o složení uvedeném v **tab. 1**. Obvyklá metoda přípravy směsi se skládá z rozpouštění hlinitokřemičitanů, KOH a $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$ (draselného vodního skla) ve vodě [17]. Je doporučeno, aby byl KOH nejprve smíchán s vodním sklem a aby se tato směs pak přidávala k hlinitokřemičitanu za stálého míchání.

Tabulka 1. Složení reakční směsi v molárních poměrech.

$\text{Me}_2\text{O} / \text{SiO}_2$	0,10 – 0,95
$\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$	2,50 – 6,00
$\text{H}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$	10,00 – 25,00
$\text{Me}_2\text{O} / \text{Al}_2\text{O}_3$	0,25 – 5,70

Tabulka 2. Vlivy molárních poměrů na vlastnosti výsledného produktu [18].

Molární poměr	Primární vliv
$\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$	Složení sítě
$\text{H}_2\text{O} / \text{SiO}_2$	Rychlost, krystalizační mechanismus
$\text{OH}^- / \text{SiO}_2$	Molekulová váha silikátů, koncentrace OH^-
$\text{Me}^+ / \text{SiO}_2$	Struktura, distribuce kationtů
$\text{R}_4\text{N}^+ / \text{SiO}_2$	Obsah Al v síti

Vlivy jednotlivých molárních poměrů na konečné vlastnosti připraveného produktu jsou uvedeny v **tab. 2**. Pokud je poměr $\text{Me}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ menší než 1,1 a poměr $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ je menší než 3,7 má polymer mnoho trhlin a nedá se použít na objekty připravované ve formách [17, 26].

2.1 Reakce na styku tuhé a kapalné fáze

První fáze chemismu geopolymerace je charakteristická rozpouštěním hlinitokřemičitanové komponenty v alkalickém roztoku. Jak uvádí Brandštetr [19], je u tohoto druhu reakcí je rychlost výsledné přeměny závislá jak na povaze chemického děje, tak i na rychlosti, s jakou jsou přiváděny reagující výchozí látky do oblasti, kde dochází k vlastní reakci a s jakou rychlostí jsou z tohoto místa odváděny reakční produkty.

Jestliže je rychlost těchto procesů nižší než rychlost vlastního děje, rozhodují tyto o rychlosti celého děje. Rozpouští-li se tuhá látka v kapalině, vyhovuje rychlost rozpouštění rovnici [9, 19]:

$$\frac{dc}{dt} = k' \cdot (c_s - c) \quad (1),$$

kde c_s je rozpustnost dané tuhé látky a c je její koncentrace v roztoku v čase t .

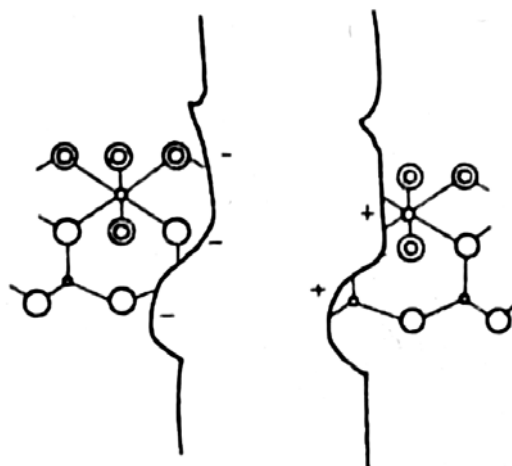
Pokud budeme uvažovat i velikost povrchu tuhé fáze (S), je rychlost rozpouštění úměrná vztahu:

$$\frac{dc}{dt} = k \cdot S \cdot (c_s - c) \quad (2),$$

kde k je rychlostní konstanta.

Výše uvedený vztah lze vysvětlit tak, že tuhá látka je v rozpouštědle obklopena adhezující tenkou vrstvičkou nasyceného roztoku. Na rychlost rozpouštění má proto rozhodující vliv pouze koncentrační spád mezi uvedenou vrstvičkou a roztokem, ve kterém je koncentrace (pokud mícháme) ve všech místech stejná [9, 19].

Povrch silikátu absorbuje z roztoku převážně polární látky, přičemž absorbované molekuly vytvářejí na povrchu film, v němž jsou orientovány tak, že směřují hydrofilními skupinami do roztoku. Takovými látkami, které hydrofilizují povrch, lze zlepšit smáčivost povrchu [9].



Obr. 14. Vznik povrchového náboje krystalku kaolinitu [9].

Dokonalé krystaly silikátu by měly být bez náboje. Skutečné krystaly však mají olámané hrany a rohy. Přelomením krystalku se přeruší vazby Si–O–Si, resp. Al–O–Al, jak je patrné z **obr. 14**. Ve vodním prostředí je vždy část molekul vody disociována a dojde k adsorpci H^+ a OH^- iontů na zlomených vazbách, takže se vytvářejí $\equiv Si-OH$, respektive $\equiv Al-OH$ skupiny, které pak pokrývají lomové plochy silikátu. Tyto skupiny jsou schopné ionizace, jejíž stupeň je odvislý od pH prostředí [9, 10, 19].

2.2 Přejchod sol-gel

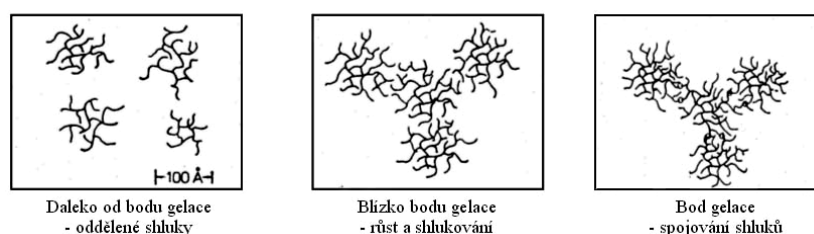
Přejchod roztok–sol–gel, případně jen sol–gel je nejdůležitější částí celého procesu geopolymerace. V této fázi dochází k postupnému tuhnutí reakční směsi a lze jím ovlivnit konečné vlastnosti připravovaného materiálu [20]. Vlastnosti jimiž lze ovlivnit systém sol–gel jsou především teplota, doba reakce, pH, poměr voda / alkoxid [10, 20].

Při reakci v zásaditém prostředí vznikají kratší řetězce, které se postupně spojují do shluků (tzv. clusterů), jak je naznačeno na **obr. 15**. Ke gelaci dochází spojováním clusterů. Při kondenzaci vzniká siloxanová vazba $-Si-O-Si-$ a jako vedlejší produkt

je voda. Charakter řetězce závisí zejména na molárním poměru voda/alkoxid, pH a teplotě [20].

Při použití substechiometrického množství vody dochází ke vzniku gelu s vláknitou strukturou. Pokud je poměr nadstechiometrický, vznikají gely s prostorovou strukturou. Z tohoto gelu se připravují speciální skla, sklokeramické materiály, práškové xerogely, případně i oxidy pro keramiku [20].

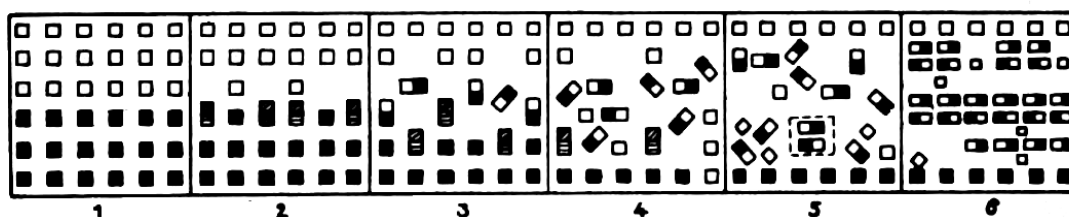
Posun pH do kyselé nebo do zásadité oblasti, katalyzuje jak kondenzační, tak hydrolytické reakce. Reakce katalyzované slabými kyselinami mají delší reakční čas než reakce katalyzované silnými kyselinami. U slabých zásad se katalytický účinek projevuje až při vyšší koncentraci. Při kyselé katalyzované reakci a obzvláště, je-li v roztoku pouze malé množství vody, vznikají lineární nebo lehce rozvětvené řetězce, které se navzájem spojují, až vznikne gel [20]. Hydrolýza katalyzovaná v zásaditém prostředí probíhá při stejných koncentracích katalyzátorů pomaleji než v kyselém prostředí.



Obr. 15. Tvorba gelu v zásaditě katalyzovaném systému [20].

2.3 Reakce v pevné fázi

Poslední fáze, která nastává při geopolymeraci je tvrdnutí. Tvrdnutí je charakterizováno jako postupné nabývání pevnosti tuhého materiálu [21]. Pro tuhé skupenství je příznačná pevnost vazeb, které existují mezi jednotlivými stavebními částicemi, ionty nebo atomy a z toho plynoucí nízká pohyblivost [19, 21]. Je samozřejmé, že jejich pohyblivost je vzhledem k iontům nebo molekulám roztoků nepatrná. Jejich pohyblivost vzrůstá se zvyšující se teplotou. Zvyšuje se vibrace molekul, až je dosaženo takové hodnoty, že vzhledem ke snaze dosáhnout minima volné energie je výhodnější zaujmutí nových poloh [21].



Obr. 16. Schematické znázornění vzájemného působení mezi látkami v pevné fázi [21].

Na **obr. 16.** je schematické znázornění jednotlivých fází reakcí v pevném stavu. V prvním časovém období jsou atomy obou látek (A, B) málo pohyblivé, krystalová mřížka je dobře uspořádaná, jednotlivé atomy a ionty jsou v nich rozloženy podle příslušné elementární cely (1). Se zvyšující se teplotou začíná jejich vzájemné působení, jehož prvním obdobím je povrchová vrstva atomů, která vede k tvorbě sloučenin adsorpčního typu (2) [21].

V další fázi (3, 4) reakčního mechanismu vznikají celkem ojediněle částičky nově vzniklé sloučeniny AB, které jsou velmi nepravidelně rozloženy. Takto dochází ke vzniku velkého vnitřního povrchu, velké aktivitě a silné katalytické účinnosti primárních přechodových reakčních vrstev. Hovoříme o tzv. aktivním mezistavu [21].

V dalším průběhu reakce, při postupném zahřívání, se vytvářejí stavy s navzájem lépe uspořádanými částicemi (5, 6), které představují již skutečné krystaly sloučeniny AB. Další průběh reakce je umožněn difúzí reagujících látek mezi dříve vzniklými vrstvami sloučeniny AB [21].

2.4 Vlivy na heterogenní reakce

Vedle zmíněných faktorů je možno uvést ještě další podmínky, které mají na charakter heterogenních reakcí jistý, někdy i rozhodující vliv [4, 9, 10, 16, 21].

1. Velikost komponent výchozích látek. V tomto směru, lze říci, že čím jsou výchozí složky v jemnější formě, tím probíhají reakce vyšší rychlostí. Snažíme se proto, aby výchozí látky (surovina) byly co nejjemnější, neboť tak se zvýší počet

dotykových ploch náhodně orientovaných krystalů nebo jejich shluků, takže difúze bude probíhat podstatně vyšší rychlostí.

2. Se zvyšující se teplotou se zvyšuje rychlost procesů, probíhajících při heterogenních reakcích.
3. Trvání reakční teploty. Jak vyplývá z vlastního charakteru těchto reakcí, je jejich průběh velmi pomalý, reakční doba se pohybuje i v desítkách hodin.
4. Dostatečný přívod hmoty difúzí. V podstatě rozlišujeme difúzi dvojího druhu:
 - a) difúze probíhající uvnitř každého krystalu, tzv. mřížková difúze,
 - b) difúze probíhající na povrchu pevných hmot.

Vliv velikosti částic a reakční teploty není tak jednoduchý, poněvadž k těmto vlivům přistupují další faktory:

- a) poměrné množství výchozích složek.
- b) vliv reakčního prostředí. Např. použitím plynů (O_2 , vodní pára) dochází při vyšších teplotách k aktivaci krystalů křemene ionty OH^- .
- c) vliv krystalové mřížky. Čím je otevřenost krystalové mřížky větší, tím jsou ionty řidčeji rozloženy, tzn. čím je iontů (atomů) v objemové jednotce méně, tím bude vyšší reakční rychlost.
- d) vliv krystalových přeměn. Některé minerály prodělávají přeměnu jedné modifikace v druhou a dochází k tzv. nakypřování mřížky. V takových případech je možno očekávat obzvlášť vysokou reaktivitu, neboť mřížka není uspořádaná. V tomto okamžiku je krystalová mřížka nejvíce reaktivní, neboť obsahuje nejvíce vad. Je jasné, že slaběji žíhané látky budou reaktivnější, než silněji žíhané, neboť u těch se již krystalové mřížky již vyrovnaly a tím klesla aktivita příslušné složky.
- e) vliv cizích látek (iontů) v mřížce.
- f) vliv měrného povrchu. Obecně lze říci, že čím je měrný povrch větší, tím vzniká více reakčních produktů za určitou časovou jednotku. Při heterogenních reakcích se doporučuje:
 - 1) jemná polydisperzní hmota, aby bylo dosaženo velkého počtu stykových ploch výchozích složek.
 - 2) dobré promíchání komponent.
- g) vliv tlaku na reakční vrstvu. Se zvyšujícím se tlakem vzrůstá počet styčných ploch.

2.5 Průběh geopolymrace

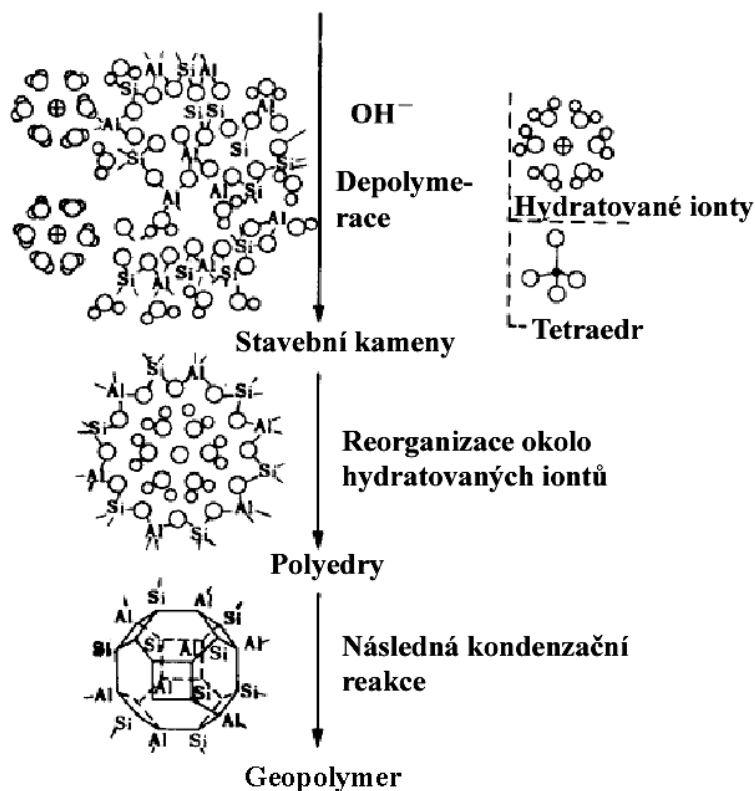
V prvním kroku dochází nejdříve k solvataci povrchu částic základní reakční složky, metakaolinitu, jak vidíme na **obr. 17. [18]**. Následuje hydratace a rozpouštění SiO_2 a Al_2O_3 , které jsou základními složkami silikátu. Na částicích metakaolinitu se začne vytvářet vrstvička gelu $\text{H}_4\text{SiO}_{4(\text{aq})}$. Jelikož je v roztoku přebytek OH^- iontů dochází k rozpouštění této gelové vrstvy a do roztoku přechází rozpustnější forma H_3SiO_4^- . Protože se reakční směs většinou míchá, je difúzní vrstva v důsledku proudění okolo částic metakaolinitu menší a přechod OH^- iontů i produktů přes ni je rychlejší. Metakaolinit má neuspořádanou strukturu, a tak nemusí být vrstva gelu na částicích souvislá. Na různých místech se nejprve utvoří nuklea gelu H_4SiO_4 , která se mohou postupně rozrůstat, popř. i spojovat [9, 18, 21].

Obdobně je tomu u Al_2O_3 , který je také složkou metakaolinitu. Rovněž i oxid hlinitý, bude nejprve hydratován za vzniku $\text{Al}(\text{OH})_3$, který je však v roztoku málo rozpustný a díky vyššímu pH reakční směsi přechází na rozpustnější formu $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$.

V roztoku bude poté následovat vznik nukleačních center orthosialátů v nichž dojde k zahájení polykondenzace. Z orthosialátů se postupně stávají oligomerní jednotky, které rostou do všech směrů a tím vznikají koloidní částice [14] (tzv. clustery). Reakčním prostředím je na počátku voda, která při síťování polymeru odchází a tak vznikají v geopolymru póry.

Vznikající clustery se postupně rozrůstají a srůstají. Tato fáze bude charakteristická počátkem nabývání mechanické pevnosti, lze ji tedy považovat za počátek tuhnutí. Kašovitá hmota postupně ztuhne. Další srůstání nebude nastávat již v roztoku, ale v pevném materiálu a bude charakteristické postupným růstem mechanické pevnosti v čase, což je charakteristické pro proces tvrdnutí.

Pokud použijeme pro zvýšení pH reakční směsi např. vodní sklo ($\text{Me}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$), získáme roztok přesycený ionty H_3SiO_4^- , z toho vyplývá, že bude snadněji zahájen vznik orthosialátů a s tím související vznik nukleí pro polykondenzaci.



Obr. 17. Schematické znázornění průběhu geopolymerace [18].

Tyto reakce probíhají za normálních tlaků při teplotách menších než $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ v alkalických roztocích ($\text{pH} \approx 12$) a jsou exotermní, přičemž exotermní zabarvení reakcí postupně klesá [4].

2.6 Metody charakterizace produktů geopolymerace

Identifikace reakčních produktů alkalicky aktivovaných cementů a geopolymerů není jednoduchá. Nejčastější metody identifikace jsou z oblasti rentgenografie (XRD), nukleární magnetické rezonance (MAS-NMR), infračervené spektrometrie (FTIR) a termické analýzy (např. DTA, DSC, apod.) [2, 4, 27].

V literatuře však není popsána identifikace na základě chemických vlastností geopolymeru, proto je potřeba buď aplikovat některé analytické metody používané v oboru silikátů a nebo navrhnout jiné postupy pro chemickou identifikaci.

Výsledky chemického rozboru necharakterizují fyzikální vlastnosti, které jsou ovlivňovány velikostí částic základní suroviny a množstvím přítomných minerálů [22]. Na základě prostého chemického rozboru nelze tedy usuzovat jaké budou technologické vlastnosti materiálu a možnosti použití.

U silikátových výrobků často rozhoduje chemická odolnost materiálu proti korozivnímu účinku prostředí o možnosti jejich použití [22, 27]. Toto jednoduché kritérium lze aplikovat i na produkty geopolymerace. Metody pro stanovení chemické odolnosti geopolymery lze rozdělit do dvou skupin, podle použitého korozivního média:

- kyselé: HCl, H₂SO₄, CH₃COOH
- neutrální: destilovaná voda

Metoda v agresivnějším kyselém prostředí může sloužit jako kvalitativní i kvantitativní měřítko geopolymerace. Princip metody bude spočívat ve stanovení nerozpustného podílu před a po geopolymeraci. Míra snížení nerozpustného podílu může být kvantitativním měřítkem geopolymerace.

Další kvalitativní metodou může být použití tzv. indikátoru, který by po přidavku do reakční směsi nebo aplikací na již ztuhlou hmotu svým zbarvením naznačil, zda došlo ke vzniku geopolymery. Jako indikátor byl navržen polysulfid sodný (Na₂S₆), protože ionty S₆²⁻ jsou nositeli modré barvy v přírodním zeolitu ultramarínu, který má strukturu přírodního zeolitu sodalitu [23]. Předpokládáme, že pokud vznikají Davidovitsem [4] popsané struktury (viz **obr. 11.**), které jsou shodné se strukturou sodalitu bude docházet ke zbarvení vzorku geopolymery.

Nedílnou součástí jak silikátových, tak i geopolymerních materiálů jsou póry. Póry ovlivňují pevnost, odolnost proti náhlým změnám teploty, proti korozi a další vlastnosti [22]. Základní informace o pórech v materiálu poskytuje měření hustoty (ρ) a objemové hmotnosti (ρ_v).

$$\rho_v = \frac{m_s}{V_t} \quad \left[\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} \right] \quad (3),$$

kde m_s je hmotnost suchého vzorku [kg] a V_t je objem vzorku [m^3] ($V_t = V_P + V_N + V_O$, kde V_P je objem pevné fáze, V_N je objem uzavřených pórů, V_O je objem otevřených pórů). Objemová hmotnost (ρ_v) je tedy definována jako hmotnost vysušeného vzorku dělená jeho celkovým objemem, včetně uzavřených a otevřených pórů a dutin. Objem lze stanovit několika způsoby [22]:

- a) vážením nasyceného vzorku v kapalině a na vzduchu
- b) pyknometrickou metodou za použití rtuti
- c) vážením ve rtuti

Přesné postupy stanovení uvádí norma ČSN 72 5010. Každý vzorek, který obsahuje póry je charakteristický nasákavostí. Nasákavost (δ) je poměr objemu vody pohlčené zkušebním vzorkem ku hmotnosti vysušeného zkušebního vzorku.

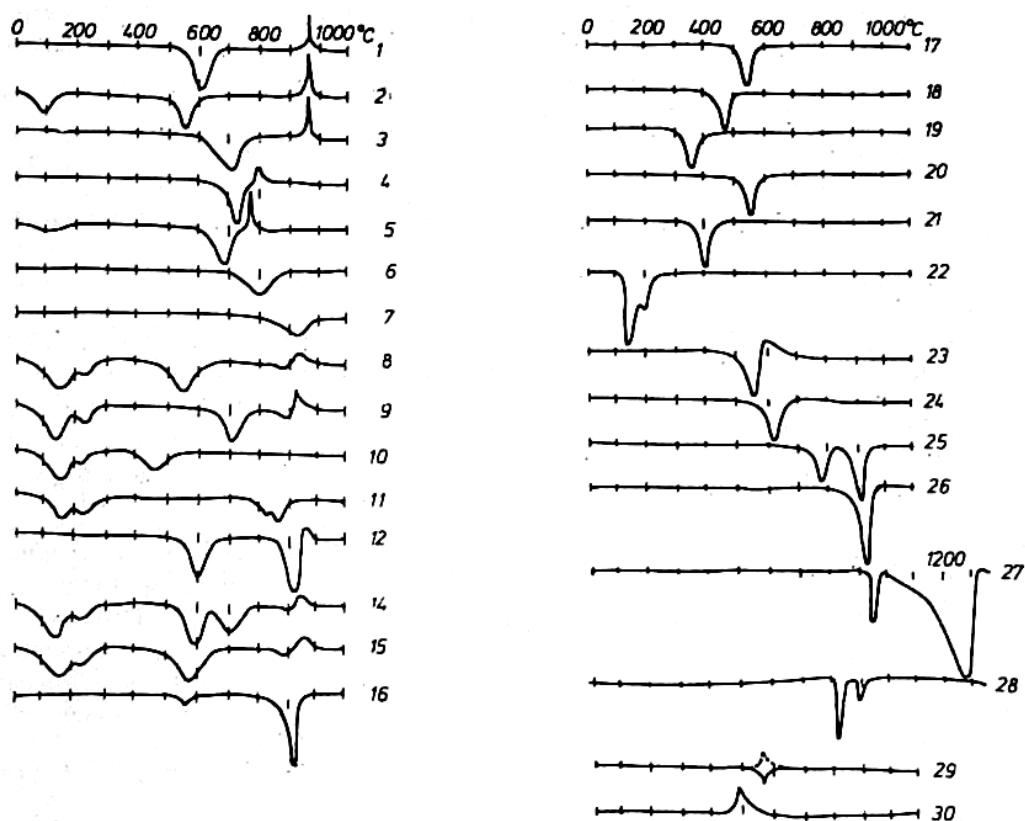
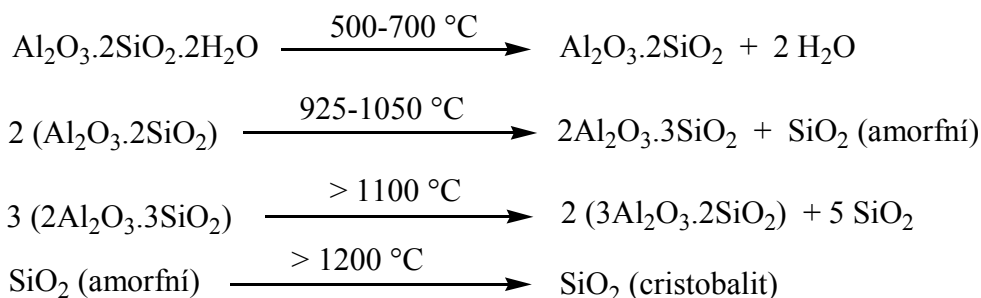
$$\delta = \frac{(m_n - m_s)}{m_s} \cdot \frac{100}{\rho_n} \quad [\%](\text{v/w}) \quad (4),$$

kde m_n je hmotnost vzorku nasyceného kapalinou, váženého na vzduchu [kg], m_s je hmotnost suchého vzorku [kg] a ρ_n je hustota kapaliny použité k sycení vzorku [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]. Nasákavost představuje množství otevřených pórů.

Termografické metody je možno v oboru silikátů s výhodou používat ke studiu reakcí v pevném stavu, které jsou tepelně zabarvené nebo spojené se změnou hmotnosti, objemu, objevením kapalné fáze apod. Jsou to metody, které sledují změny stavu zkoumaného materiálu, k nimž dochází při řízené změně teploty okolí [22].

Chování jílových zemin za zvýšených teplot je určeno jednak druhem jílového minerálu a také doprovodnými složkami. Jak vidíme na **obr. 18.** je DTA křivka kaolinitu charakteristická dvěma extrémy. První je endotermní efekt způsobený ztrátou strukturní vody v rozmezí teplot 500–700 °C. Kaolinit přitom přechází na tzv. metakaolinit, který má neuspořádanou krystalovou strukturu. Současně s dehydratací nastává mírné zhutnění, právě tak jako při exotermním efektu, který je patrný na křivce DTA při 950 °C [16, 22, 27]. Rentgenograficky bylo zjištěno, že se zde tvoří kubická fáze se spinelovou strukturou, jenž byla původně pokládána za jednu z modifikací Al_2O_3 [16]. Jde tedy o produkt

vznikající následkem odštěpení části SiO_2 , který zatím zůstává amorfni. Teprve od 1100 do 1200 °C lze pomocí rentgenové analýzy dokázat přítomnost konečných rovnovážných fází mullitu a cristobalitu. Tepelnou aktivaci kaolinitu lze tedy charakterizovat těmito rovnicemi:



1 — kaolinit, 2 — halloysit, 3 — dickit, 4 — antigorit, 5 — chrysotil, 6 — pyrofillit, 7 — mastek, 8 — illit, 9 — montmorillonit, 10 — nontronit, 11 — saponit, 12 — směs kaolinitu a CaCO_3 , 14 — směs kaolinitu a montmorillonitu, 15 — směs kaolinitu a illitu, 16 — směs křemene a CaCO_3

17 — hydrát vápenatý, 18 — brucit, 19 — gibbsit, 20 — diaspor, 21 — goethit, 22 — sádrovec, 23 — siderit, 24 — magnetit, 25 — dolomit, 26 — kalcit, 27 — uhličitan strontnatý, 28 — uhličitan barnatý, 29 — křemen (čárkovaná čára značí chladič křivku), 30 — pyrit

Obr. 18. Typické křivky DTA jílových minerálů a některých směsí [22].

Mechanické vlastnosti silikátových materiálů jsou často rozhodujícím kritériem pro jejich použití v praxi. Silikátové materiály se totiž při namáhání za normální teploty chovají jako křehké materiály [22]. To znamená, že se až do svého porušení deformují pouze pružně (plastická deformace je zcela zanedbatelná). Obecně lze vyjádřit pružnou deformaci křehkého tělesa v celém rozsahu například při namáhání v tahu Hookeovým zákonem [22]:

$$\sigma = \frac{F}{S} = E \cdot \varepsilon = E \cdot \frac{\Delta l}{l} \quad (5),$$

kde σ je působící napětí [Pa], F je vnější působící síla [N], S je namáhaný střední průřez tělesa [m^2], E je Youngův modul pružnosti v tahu [Pa], ε je relativní deformace, Δl je změna délky tělesa při namáhání v tahu [m] a l je původní délka tělesa [m]. Při překročení tzv. mezního napětí se těleso z křehkého materiálu náhle poruší – nastane křehký lom. Zkušební metody včetně způsobů vyhodnocení jsou pro jednotlivé materiály předepsány převážně příslušnými normami zkoušení.

Zkouška pevnosti v ohybu je u silikátových materiálů velmi rozšířena. Používá se při zkoušení keramických a žárovzdorných materiálů, u plochých skel a při zkoušení cementu [22]. Důvodem je poměrně snadná příprava zkušebních tělísek. Zvláštním druhem je měření pevnosti ohybu rázem. Při této rázové zkoušce pevnosti je zkušební tělísko prudce zatíženo na ohyb, takže nastane jeho rychlé přeražení (v čase řádově 10^{-3} až 10^{-4} s).

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Použité materiály

Základní surovina S-N

Chemické složení použité základní suroviny bylo zjištěno pomocí XRF a je uvedeno v **tab. 3**. V příloze **P1** je uvedena velikost částic, která byla zjištěna měřením na přístroji Cilas 920L.

Tabulka 3. Chemické složení základní suroviny S-N

Složky suroviny S-N [%] (w/w)			
SiO ₂	58,7	K ₂ O	0,16
Al ₂ O ₃	22,6	TiO ₂	0,29
Fe ₂ O ₃	0,1	LOI	6,6
CaO	0,15	Celkem	88,6

Vodní sklo

Bylo používáno vodní sklo sodné, dodané firmou Vodní sklo, a.s. Brno. Chemické složení použitého vodního skla bylo zjištěno pomocí XRF: SiO₂ = 31,22 %, Na₂O = 10,96 % a H₂O = 57,82 %.

HCl, p.a., min. obsah 37 %, Uherský Brod, Czech Republic

NaOH, p.a., Uherský Brod, Czech Republic

Na₂S·9H₂O, p.a., Lachema n.p. Brno, Czech Republic

S, čištěná DAB 6, Lachema n.p. Brno, Czech Republic

3.2 Použité přístroje

Analytické váhy

Scaltec SBC 32, Scaltec Instruments, Germany

Elektrická programovatelná muflová pec

MP 05-1.1, Martínek Laboratorní pece, Czech Republic

Elektrické vrtulové míchadlo

RZR 2020, Heidolph, Germany

pH-metr

CPH 52, Elteca, Czech Republic

Konduktometr

LF 3000, WTW, Germany

FTIR spektrometr

Matson 3000, Unicam Analytical System, Great Britain

Rentgenový fluorescenční spektrometr

Elvax Ser-01, Elvaxtech ltd., Ukraine

Rentgenový difraktometr

URD 6, VEB Freiburger Präzisionmechanik, Germany

3.3 Aktivace suroviny S-N

Pro aktivaci suroviny S-N byly použity následující materiály a přístroje: laboratorní váhy, porcelánová miska, plastová prachovnice, surovina S-N a programovatelná elektrická pec.

Surovina S-N byla nejprve vysušena v sušárně do konstantní hmotnosti při 105 °C a následně aktivována v elektrické peci předvoleným teplotním režimem. Po vychladnutí aktivované suroviny S-N byla vypočtena její ztráta žíháním (Loss on Ignition = LOI) a aktivovaná surovina byla uskladněna pro další použití v označené uzavíratelné plastové prachovnici.

3.4 Optimalizace způsobu aktivace suroviny S-N

Pro měření byly použity následující materiály a přístroje: NaOH, destilovaná voda, aktivovaná surovina S-N, kádinka (100 ml), konduktometr, PC 486/SLC, analytické váhy, magnetické míchadlo.

3.4.1 Test rozpustnosti aktivované suroviny S-N v 5 mol.l⁻¹ NaOH

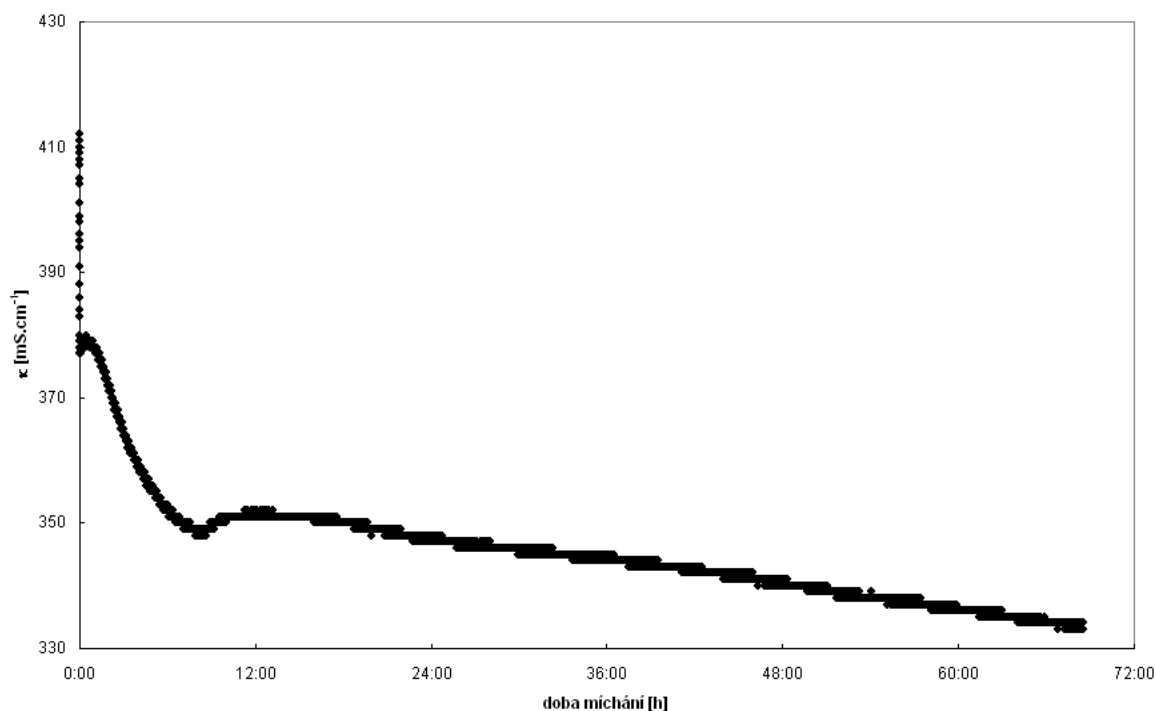
Po provedení aktivace dle postupu v odstavci 3.3, bylo odebráno 6,0000±0,0001 g aktivované suroviny S-N a toto množství se přidalo k 60 ml 5 mol.l⁻¹ roztoku NaOH. Tato směs se míchala magnetickým míchadlem po zvolenou dobu za kontinuálního měření vodivosti této směsi. Směs byla přefiltrována a nerozpuštěný podíl se promyl destilovanou vodou a vysušil při 105 °C do konstantní hmotnosti. Výpočet úbytku hmotnosti rozpouštěním (Dissolution Weight Loss = DWL) byl proveden podle vzorce:

$$DWL = 100 \cdot \frac{m_K - m_0}{m_0} \quad [\%] \quad (6),$$

kde m_0 je hmotnost vysušené aktivované suroviny S-N před smícháním s roztokem NaOH, m_K je hmotnost vysušené suroviny po ukončení testu rozpustnosti.

3.4.2 Zjištění optimální doby míchání směsi 5 mol.l⁻¹ NaOH a aktivované suroviny S-N

Prvním úkolem bylo stanovení optimální doby míchání směsi 5 mol.l⁻¹ NaOH a aktivované suroviny S-N. Bylo odváženo 6,0000±0,0001 g suroviny S-N aktivované při 750 °C po dobu 2 h a toto množství se postupně přidávalo za stálého míchání a měření konduktivity k 60 ml roztoku 5 mol.l⁻¹ NaOH. Výsledek tohoto orientačního pokusu je zobrazen na **obr. 19**. Jak vyplývá z **obr. 19**, je doba potřebná pro dosažení konstantní hodnoty vodivosti alespoň 12 h., po kterou musíme míchat směs 5 mol.l⁻¹ NaOH a aktivované suroviny S-N.



Obr. 19. Závislost konduktivity směsi 6g suroviny S-N, aktivované při 750 °C po dobu 2 h, a 5 mol.l⁻¹ NaOH na době míchání.

3.4.3 Určení optimální teploty aktivace suroviny S-N

Pro určení optimální teploty byly zvoleny teploty aktivace od 500 °C do 950 °C. V elektrické peci byl nastaven tento teplotní režim: 105 °C za 60 min, 250 °C za 60 min., 400 °C za 60 min. a zvolená teplota aktivace, např. 750 °C za 60 min. Pak následovala samotná aktivace při zvolené teplotě, např. 750 °C po dobu 6 h. Po ukončení aktivace aktivovaná surovina S-N pomalu chladnula v uzavřené peci na pokojovou teplotu.

3.4.4 Určení optimální doby aktivace suroviny S-N

Pro určení optimální doby aktivace byla použita optimální teplota aktivace, která byla získána z předchozí série pokusů.

V elektrické peci byl nastaven tento teplotní režim: 105 °C za 60 min, 250 °C za 60 min., 400 °C za 60 min. a optimální teplota získaná z předchozí série pokusů za 60 min. Doba aktivace při optimální teplotě byla nastavována na 2, 4, 6, 8, 12 h. Po ukončení aktivace surovina S-N pomalu chladla v uzavřené peci na pokojovou teplotu.

3.4.5 Určení optimální rychlosti ohřevu a ochlazení při aktivaci suroviny S-N

Tato část byla zaměřena na rychlost ohřevu při aktivaci. Z předchozích pokusů již byly známy optimální teplota a doba aktivace, proto se v této části měnil teplotní režim v peci. Jako standard byl zvolen teplotní režim: 105 °C za 60 min., 250 °C za 60 min., 400 °C za 60 min., optimální teplota za 60 min. a při této teplotě optimální doba aktivace. Pak následovalo chladnutí v uzavřené peci na pokojovou teplotu. V **tab. 4.** jsou uvedeny použité teplotní režimy.

Tabulka 4. Teplotní režimy elektrické pece pro určení optimálního teplotního režimu při aktivaci.

Standardní režim	105 °C za 60 min.	250 °C za 60 min.	400 °C za 60 min.	750 °C za 60 min.
Lineární rychlost ($v = 5 \text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$)	330 °C za 60 min.	630 °C za 60 min.	750 °C za 24 min.	
Lineární rychlost ($v = 3 \text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$)	105 °C za 25 min.	250 °C za 50 min.	500 °C za 80 min.	750 °C za 80 min.
Exponenciální rychlost	250 °C za 75 min.	600 °C za 60 min.	750 °C za 15 min.	
Skok	350 °C za 30 min.	700 °C za 30 min.	750 °C za 10 min.	

Současně byl zkoumán i vliv rychlosti ochlazení po ukončení aktivace. Po ukončení každé aktivace se odebralo 6 g aktivované suroviny S-N a toto množství bylo ochlazováno za různých podmínek. Jako standardní podmínky bylo zvoleno chladnutí v uzavřené elektrické peci na pokojovou teplotu. První vzorek byl ochlazován na vzduchu a druhý se chladil v pevném CO₂.

3.5 Příprava geopolymerační směsi

Pro přípravu geopolymerační směsi byly použity následující materiály a přístroje: NaOH, sodné vodní sklo, destilovaná voda, aktivovaná surovina S-N, elektrické vrtulové míchadlo, analytické váhy.

Dle zvolených molárních poměrů Si/Al, Me/Al a LOI byly vypočteny navážky jednotlivých komponent pro přípravu geopolymerační směsi. Při přípravě byl nejprve

rozpuštěn NaOH v destilované vodě a po ochlazení smíchán s vodním sklem. Za stálého míchání této směsi elektrickým míchadlem byla postupně přidávána aktivovaná surovina S-N. Když byla přidána veškerá aktivovaná surovina S-N, geopolymerační směs se míchala 30 min. při 550 ot./min. na vrtulovém míchadle. Geopolymerační směs byla následně nalita do formy a ponechána v klidu po 28 dní.

3.6 Testování připravených vzorků

Pro testování připravených vzorků byly použity následující materiály a přístroje: 0,1 mol.l⁻¹ HCl, destilovaná voda, analytické váhy, konduktometr, pH-metr, FTIR spektrometr, XRD.

3.6.1 Rozpuštění připravených vzorků v 0,1 mol.l⁻¹ HCl

Připravený vzorek byl nejprve vysušen v sušárně při 105 °C do konstantní hmotnosti. Do kádinky byl odměřen takový objem 0,1 mol.l⁻¹ HCl, který odpovídal desetinásobku hmotnosti vysušeného vzorku. Změřilo se počáteční pH a konduktivita tohoto roztoku, vzorek byl poté vložen do kádinky s 0,1 mol.l⁻¹ HCl a ponechán v klidu po dobu 24 h. Po uplynutí této doby byla změřena konduktivita a pH roztoku.

3.6.2 Stanovení nasákavosti připravených vzorků

Stanovení nasákavosti vzorků bylo prováděno tak, že se nejprve vzorek vysušil při 105 °C do konstantní hmotnosti a pak zvažil. Do kádinky byl odměřen takový objem 0,1 mol.l⁻¹ HCl, který odpovídal desetinásobku hmotnosti vysušeného vzorku. Bylo změřeno počáteční pH a konduktivita destilované vody. Vysušený vzorek se vložil do kádinky s destilovanou vodou a byl ponechán v klidu po dobu 24 h. Po uplynutí této doby byl vzorek vyjmut z kádinky a zvážen na analytických vahách, dále bylo změřeno pH a konduktivita roztoku v kádince. Podle **rovnice (4)** uvedené v kapitole 2.6 byla vypočtena nasákavost tělesa.

3.6.3 Aplikace indikátoru pro zjištění sodalitových struktur ve vzorcích

Polysulfid byl připraven smícháním vypočteného množství práškové síry a sulfidu sodného ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$). Polysulfid byl používán dvěma způsoby. První použitý způsob byl jeho přidavek přímo do připravované geopolymerační směsi. Druhým způsobem bylo vložení vysušeného vzorku na dobu 24 h do roztoku polysulfidu. Výsledné zabarvení bylo hodnoceno stupnicí 0–5, kde 5 označuje maximální zabarvení a 0 žádné zabarvení vzorku.

3.6.4 Měření IR spekter připravených vzorků

Další prováděnou zkouškou bylo měření IR spekter v tabletě KBr. Připravený vzorek byl vysušen při 105 °C do konstantní hmotnosti a rozdrcen. Z rozdrceného materiálu byl odebrán práškový vzorek cca. 1-2 mg, který byl smíchán se 170 mg KBr. Tato směs byla vytlisována do tabletky u níž bylo provedeno měření IR spektra. Z literatury [24, 25, 27] jsou známy charakteristické vibrace skupin při měření IR spekter silikátů a jejich přehled je uveden v **tab. 5**.

Tabulka 5. Vibrace charakteristických skupin při měření FTIR spekter.

vlnočet [cm^{-1}]	vazba
470	O–Si–O (tetraedr)
540	Al–O–Si (spojení Al s koordinačním číslem 6 a Si v kaolinitu)
696	vibrace tetraedrů
730	symetrické vibrace Si–O–Al a Si–O–Si
777	Si–O–Si
800	Si–O–Si
880	Si–OH
915	Si–O
937	Al–OH
965	Si–O–R (R = Na, K)
1009 - 1033	Al–O, Si–O
1070	Al–O
1108	Si–O
1140	Si–O
1629	–OH
3400	H–OH

3.6.5 Sledování krystalových struktur v připravených vzorcích

Jako doplňková zkouška u vybraných vzorků bylo provedeno měření pomocí XRD.

3.7 Studium vlivu molárních poměrů na vlastnosti geopolymery

Při studiu vlivů na geopolymerci byly připravovány geopolymerační směsi postupem uvedeným v odstavci 3.5. Vzorky, které byly tímto postupem připraveny, byla studována metodami popsanými v odstavci 3.6.

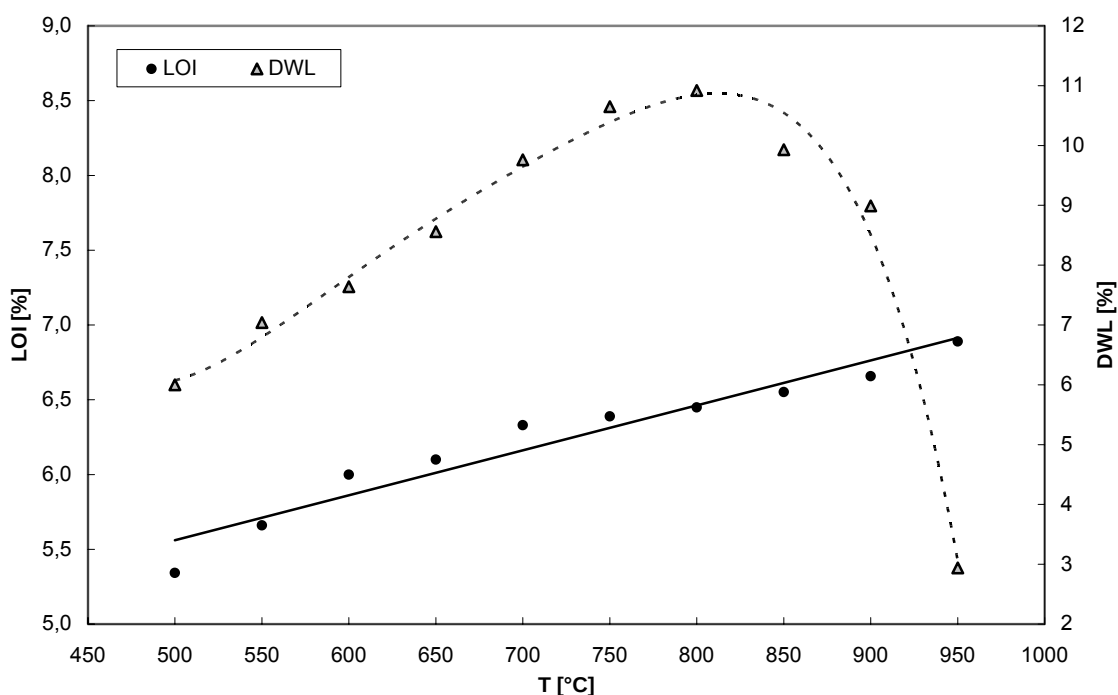
Při studiu vlivu jednotlivých molárních poměrů na vlastnosti geopolymery se vždy měnil postupně pouze jeden z molárních poměrů a ostatní zůstávaly na konstantní hodnotě. Bylo připraveno několik vzorků geopolymery s molárními poměry $\text{Si/Al} = 1,3\text{--}2,5$, $\text{Me/Al} = 0,75\text{--}2,5$ a obsahem vody ve směsi $\text{W/C} = 22\text{--}50\%$.

4 VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1 Optimalizace způsobu aktivace suroviny S-N

4.1.1 Určení optimální teploty aktivace suroviny S-N

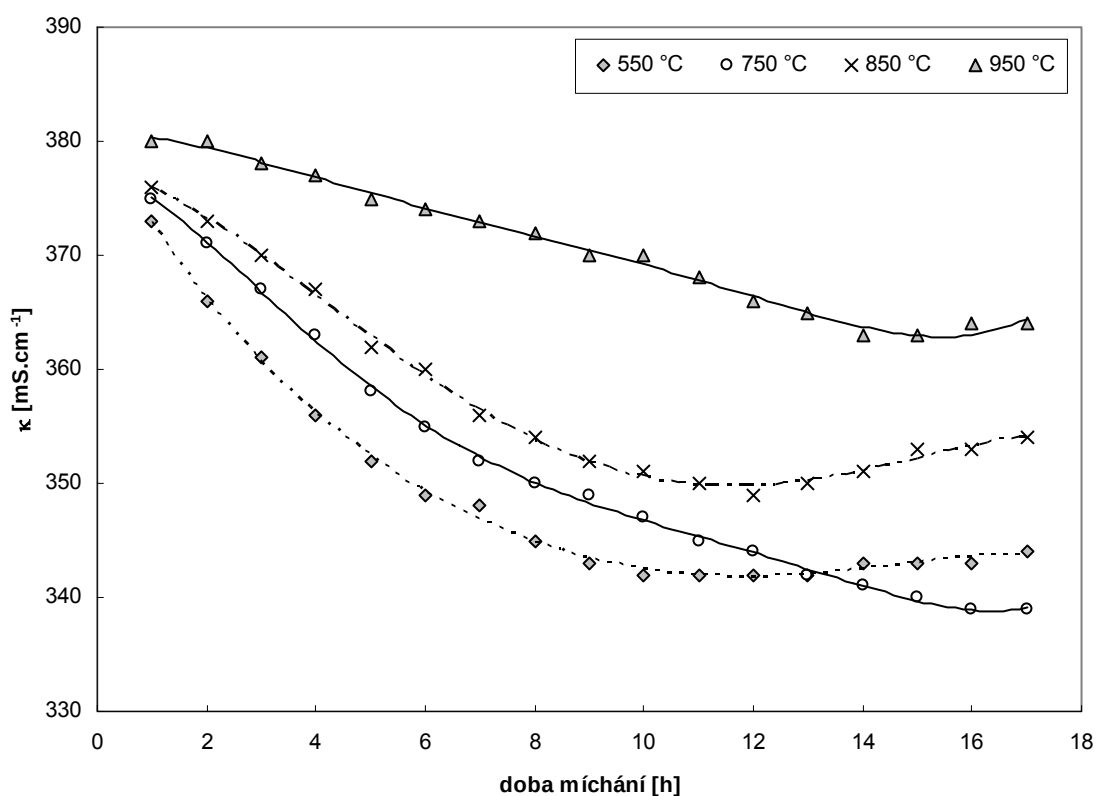
Tato část práce byla zaměřena na zjištění optimální teploty aktivace. Teplota aktivace byla postupně měněna od 550 do 950 °C, při konstantní době aktivace 6 h. za konstantní rychlosti ohřevu a ochlazování. Závislost úbytku hmotnosti při aktivaci (LOI) a úbytku hmotnosti rozpouštěním (DWL) na teplotě aktivace je zobrazena na **obr. 20**. Z křivky DWL je vidět, že optimální teplota aktivace leží mezi 700–850 °C.



Obr. 20. Závislost LOI a DWL suroviny S-N na teplotě aktivace při konstantní době aktivace 6 h.

Na **obr. 20** vidíme, že při teplotě aktivace vyšší než 850 °C dochází ke snížení DWL, avšak křivka LOI stále roste. Tuto skutečnost si lze vysvětlit tak, že křivka LOI je ovlivňována přechodem metakaolinitu ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), který je obsažen v aktivované surovině S-N, na spinelové struktury ($2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$), jak bylo uvedeno v oddílu 2.6, avšak křivka DWL ukazuje reaktivitu aktivované suroviny S-N, která s rostoucím množstvím spinelových struktur v aktivované surovině S-N klesá.

Na **obr. 21.** je zobrazen průběh měření konduktivity směsi 5 mol.l^{-1} NaOH a aktivované suroviny S-N. Z uvedených příkladů měření konduktivity je patrné, že při reakci mezi NaOH a aktivovanou surovinou S-N dochází ke snižování konduktivity směsi. Jak lze vidět na **obr. 21**, na křivce konduktivity se vyskytuje minimum konduktivity, které nejspíše odpovídá době potřebné pro rozpuštění metakaolinitu, který vznikl při dané teplotě aktivace. Rovněž strmost klesání těchto křivek, může být charakteristická pro rychlost transportu reaktantů i produktů rozpouštění metakaolinitu. Lze tedy vyslovit závěr, že se zvyšujícím se obsahem metakaolinitu, vzniklého aktivací základní suroviny S-N, bude rychlost rozpouštění v 5 mol.l^{-1} NaOH vyšší a dosažené minimum na křivce konduktivity bude charakterizovat množství vzniklého metakaolinitu.



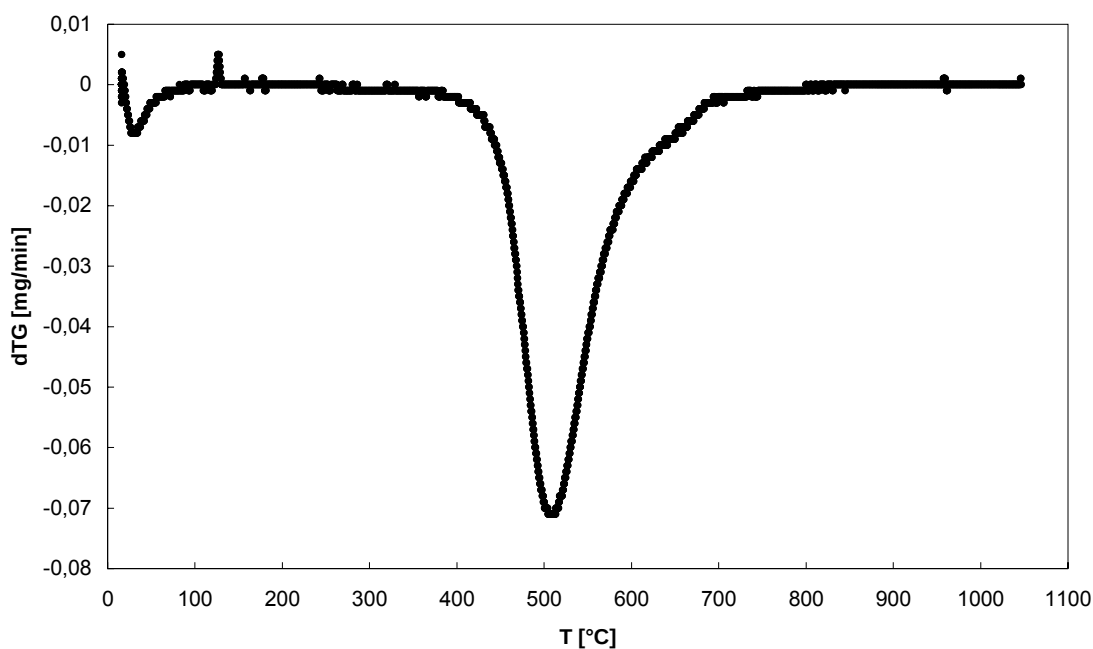
Obr. 21. Závislost konduktivity směsi 5 mol.l^{-1} NaOH a suroviny S-N aktivované při různých teplotách na době míchání.

Křivka konduktivity pro teplotu aktivace 950 °C naznačuje, že při přechodu metakaolinitu na spinelové struktury, při teplotách vyšších než 920 °C , ještě nedošlo k úplné přeměně metakaolinitu na spinel, který je daleko méně reaktivní s NaOH,

a proto je transport reaktantů i produktů rozpouštění metakaolinitu výrazně ztížený, což vysvětluje velmi pomalé klesání křivky konduktivity a tedy malou rychlost rozpouštění.

U vzorku suroviny S-N bylo provedeno termogravimetrické měření, jehož výsledek je zobrazen na **obr. 22**. Jak je patrné z **obr. 22.**, při teplotě vyšší než 750 °C je surovina S-N prakticky zbavena H₂O.

Pro zjištění, zda dochází ke změně krystalové struktury při aktivaci, bylo provedeno měření XRD na neaktivované surovině S-N a aktivované surovině S-N. Na výsledku měření, který je zobrazen v příloze **P2**, lze jednoznačně vidět, že při aktivaci dochází ke změnám v krystalové struktuře suroviny S-N.



Obr. 22. Diferenční termogram suroviny S-N,
rychlost ohřevu 5 °C.min⁻¹, navážka vzorku = 24,365 mg.

Dále bylo provedeno měření IR spektra neaktivované a aktivované suroviny S-N, také SiO₂ a Al₂O₃, aby mohly být charakterizovány vibrace jednotlivých skupin, vyskytujících se v surovině S-N. Z výsledků měření IR spekter zobrazených v příloze **P3**, byly na základě srovnání vlnočtů s **tab. 5**. určeny vibrace charakteristických skupin

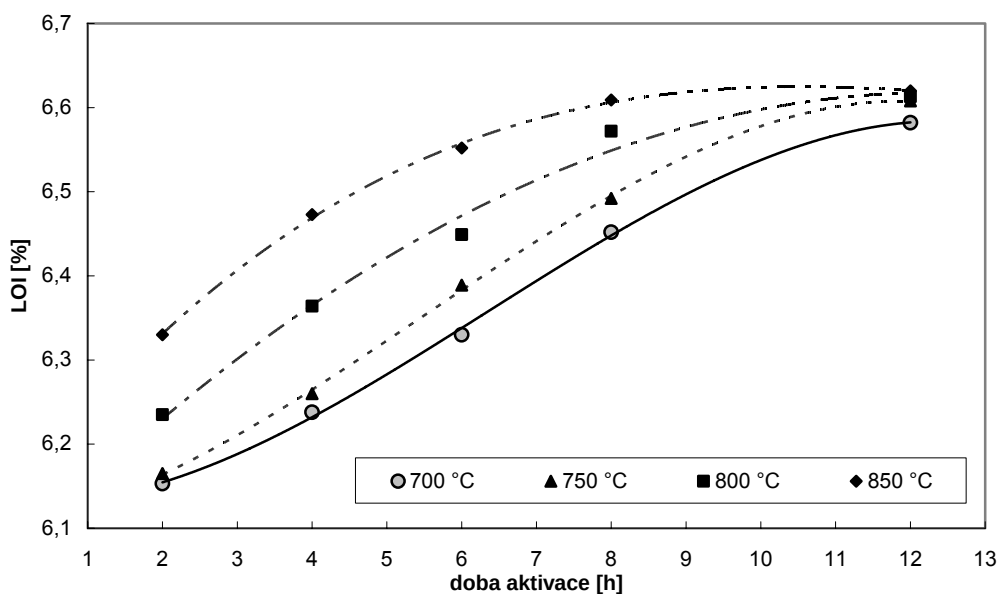
v jednotlivých materiálech. Měřením bylo potvrzeno, že vibrace při 540 cm^{-1} patří skupině Al–O–Si, kde Al má koordinační číslo 6. Tato vibrace se vyskytuje jen v neaktivované surovině S-N, ale již ne v aktivované surovině a geopolymu. Z toho lze usoudit, že aktivací přešel Al s koordinačním číslem 6 na nižší koordinační číslo 4.

Na základě uvedených výsledků LOI, DWL, rychlosti rozpouštění v 5 mol.l^{-1} NaOH a termogravimetrické analýzy byla zvolena teplota $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ jako optimální teplota pro aktivaci suroviny S-N.

4.1.2 Určení optimální doby aktivace suroviny S-N

Druhá část práce na podmínkách aktivace suroviny S-N byla zaměřena na dobu aktivace za konstantní teploty aktivace. Pro aktivaci byly zvoleny teploty: $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, $750\text{ }^{\circ}\text{C}$, $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $850\text{ }^{\circ}\text{C}$. Doba aktivace při zvolených teplotách byla postupně nastavována na 2, 4, 6, 8 a 12 h.

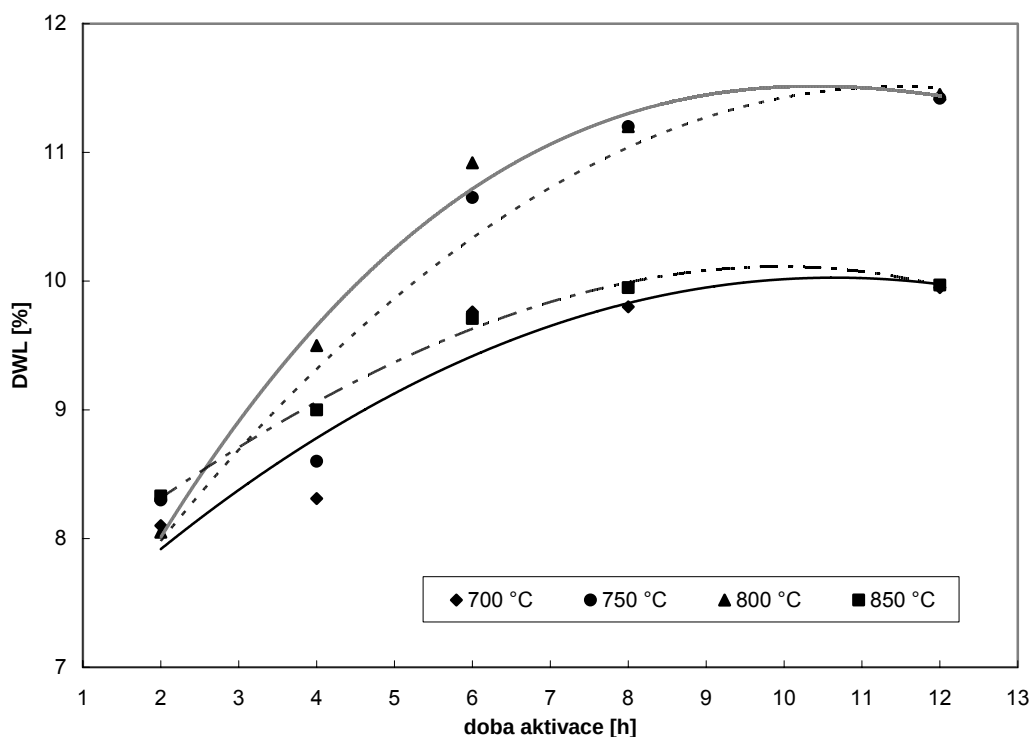
Výsledky měření jsou zobrazeny na **obr. 23.** a **obr. 24.** Ze zobrazených křivek LOI na **obr. 23.** můžeme usoudit, že se zvyšující se dobou aktivace dochází ke zvýšení hodnoty LOI. U teplot v rozmezí $750\text{--}850\text{ }^{\circ}\text{C}$ je při době aktivace 12 h dosaženo stejné hodnoty LOI.



Obr. 23. Závislost LOI na době aktivace suroviny S-N.

Protože na žádné křivce LOI a DWL se nevyskytuje extrém, je potřeba zvolit optimální hodnotu na základě úbytku hmotnosti při rozpouštění se zohledněním energetické náročnosti aktivace.

Z křivek DWL na **obr. 24.** vidíme, že úbytek hmotnosti při rozpouštění je u teplot 750 °C a 800 °C vyšší než u ostatních. Předchozími měřeními bylo zjištěno, že optimální teplota aktivace je 750 °C. Na DWL křivce pro tuto teplotu lze vidět, že při době aktivace vyšší než 8 h nedochází k výraznému úbytku hmotnosti při rozpouštění. Při době aktivace 6 h bylo dosaženo 10,65 %, při 8 h bylo dosaženo 11,20 % a při 12 h bylo dosaženo 11,42 % úbytku hmotnosti při rozpouštění. Budeme-li předpokládat, že při 12 h době aktivace se přeměnilo 100 % množství kaolinitu obsaženého v surovině S-N na metakaolinit, pak při 6 h době aktivace se přeměnilo 93 %, což je dostatečné množství s ohledem na spotřebu energie při aktivaci.

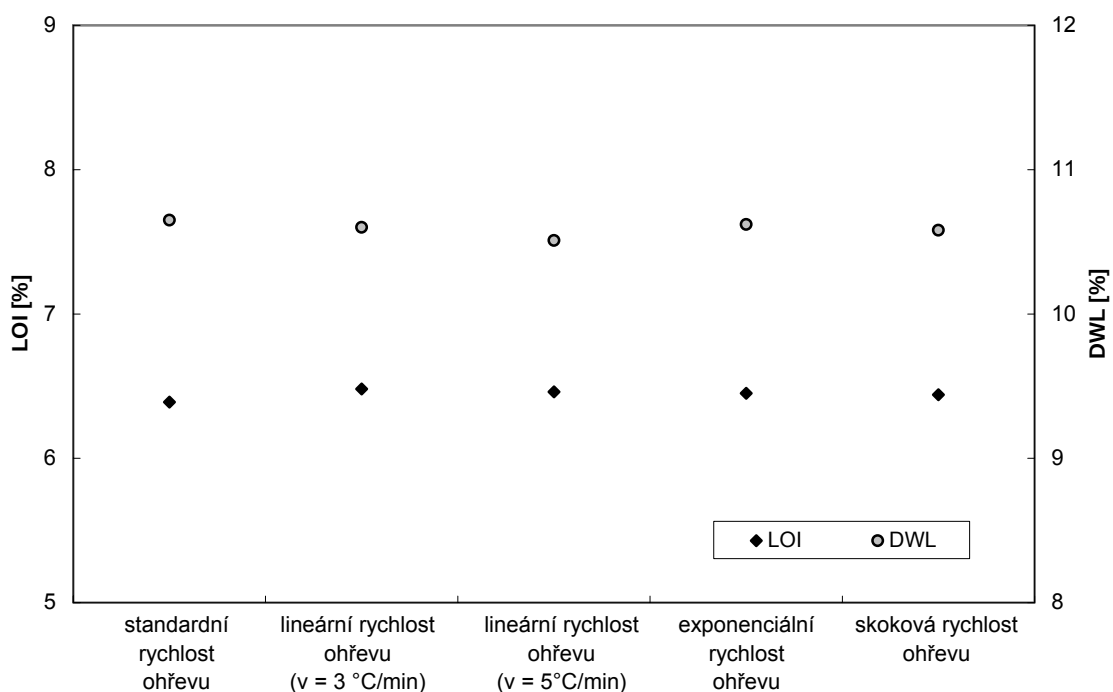


Obr. 24. Závislost DWL na době aktivace suroviny S-N.

4.1.3 Určení optimální rychlosti ohřevu a ochlazení při aktivaci suroviny S-N

Tato část práce na aktivaci suroviny S-N byla zaměřena na zjištění vlivu rychlosti ohřevu a ochlazení na rozpustnost aktivované suroviny v $5 \text{ mol.l}^{-1} \text{ NaOH}$.

V první části této práce probíhalo ochlazování aktivované suroviny S-N standardním způsobem v uzavřené elektrické peci na pokojovou teplotu. Z měření LOI a DWL, které jsou zobrazeny na **obr. 25.**, lze vyslovit závěr, že rychlost ohřevu nemá podstatný vliv na aktivaci při zvolených optimálních podmínkách.

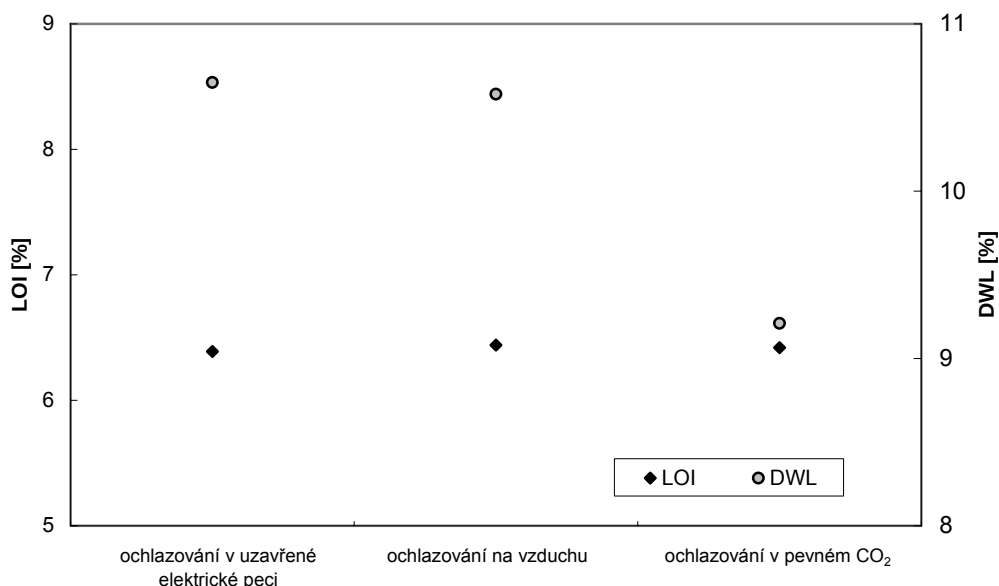


Obr. 25. Závislost LOI a DWL na rychlosti ohřevu (vzorky byly chlazeny v uzavřené elektrické peci na pokojovou teplotu).

Pro další část této práce byla na základě výsledků měření DWL a LOI zvolena skoková rychlost ohřevu, jejíž teplotní režim byl 350 °C za 30 min., 700 °C za 30 min., 750 °C za 10 min. a 750 °C po dobu 6 h. Měnil se pouze způsob ochlazování. Prvním způsobem bylo ochlazování na vzduchu a druhým způsobem bylo ochlazování v pevném CO_2 .

Výsledky měření DWL a LOI jsou zobrazeny na **obr. 26.** Jak je patrné z výsledků měření DWL, pouze při ochlazování v pevném CO_2 bylo pozorováno snížení hodnoty

DWL. Ostatní výsledky potvrzují hypotézu, že rychlost ohřevu a ochlazení není určující pro množství vzniklého metakaolinitu při aktivaci suroviny S-N.



Obr. 26. Závislost LOI a DWL na způsobu ochlazení aktivované suroviny S-N.

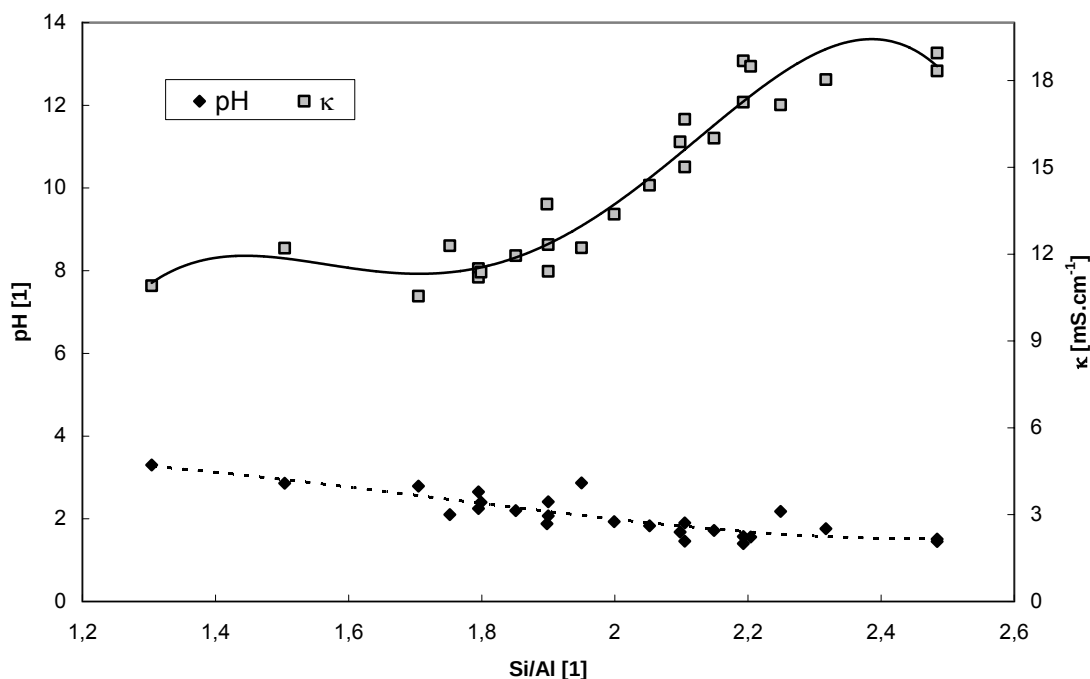
4.2 Studium vlivu molárních poměrů na vlastnosti geopolymery

Pro studium vlivu molárních poměrů na vlastnosti geopolymery byly připraveny vzorky podle postupu uvedeného v odstavci 3.5. Zkoušky vlastností připravených vzorků byly provedeny podle postupů v odstavci 3.6. Při přípravě jednotlivých vzorků byla rovněž sledována rychlost tuhnutí materiálu v plastové formě a konečný vzhled jednotlivých vzorků.

4.2.1 Studium vlivu molárního poměru Si/Al

U vzorků s molárním poměrem Si/Al = 1,3–1,7 bylo pozorováno ztuhnutí během dvou dnů. Během tvrdnutí vzorků se na jejich povrchu objevila bílá vrstva. Rohy těchto vzorků šly poměrně snadno odlomit (v porovnání s ostatními vzorky), což naznačuje menší pevnost. Po uplynutí 28 dnů byla u těchto vzorků stanovena nasákavost (množství otevřených pórů) a sledována vodivost a pH při vyluhovacím testu v 0,1 mol.l⁻¹ HCl a v destilované vodě. Na **obr. 27** lze vidět, že vzorky s molárním poměrem Si/Al = 1,3–1,7 dosahovaly při vyluhovacím testu v 0,1 mol.l⁻¹ HCl vyšších hodnot pH a nižších hodnot

vodivosti a také poměrně vysokých hodnot nasákavosti, viz **obr. 29**. Při vyluhovacím testu ve vodě, který je zobrazen na **obr. 28**, dosahovaly tyto vzorky vyšších hodnot vodivosti a mírně rostoucích hodnot pH než ostatní vzorky.

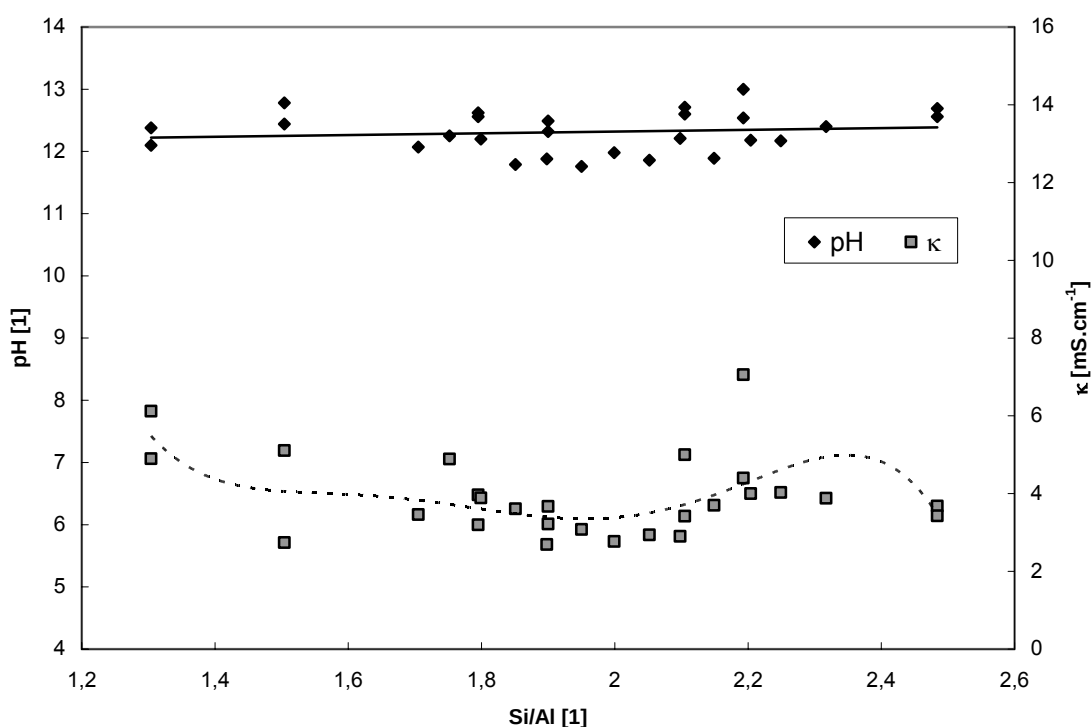


Obr. 27. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Si/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$.

Tento stav lze vysvětlit na základě jednoduché úvahy. Protože při přípravě vzorků bylo v reakční směsi malé množství vodního skla, velké množství NaOH a vody, vzniklo zpevněné těleso, které bylo díky vyššímu obsahu vody a malému obsahu vodního skla velmi porézní. Proto při vyluhovacím testu v HCl mohla kyselina reagovat na daleko větším povrchu. Z toho plyne vyšší hodnota pH a také nižší hodnota konduktivity u těles s molárním poměrem Si/Al = 1,3–1,7, než u ostatních vzorků. U vyluhovacího testu v destilované vodě, který je zobrazen na **obr. 28**, lze vidět, že s vyšším množstvím otevřených pórů roste konduktivita výluhu. Na základě vysoké hodnoty nasákavosti lze předpokládat, že tato tělesa budou mít špatné mechanické vlastnosti.

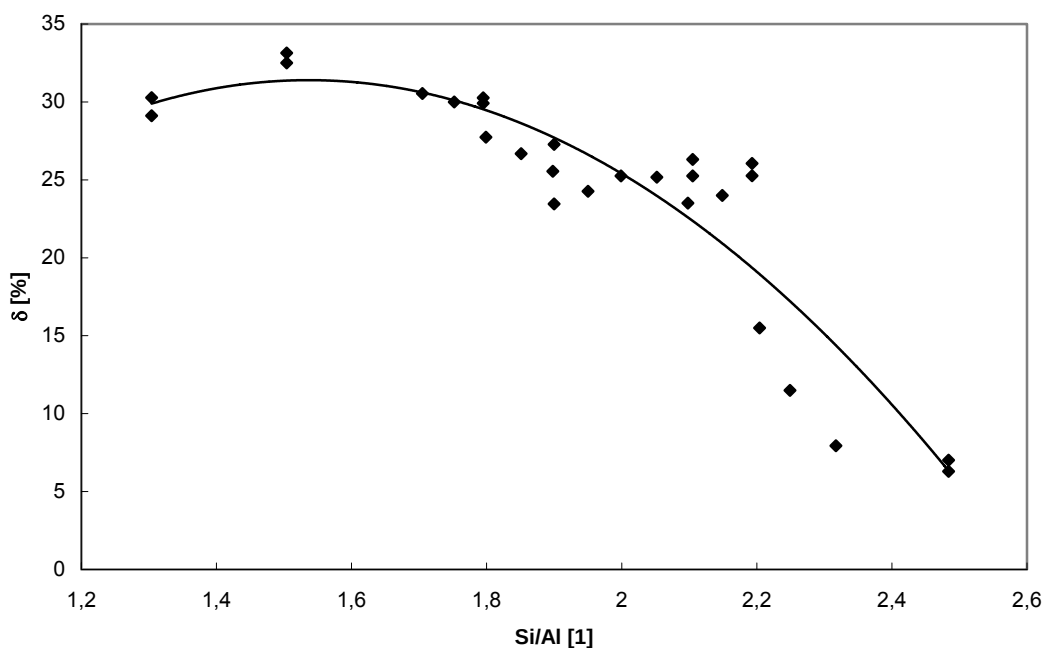
Vzorky s molárním poměrem Si/Al = 1,8–2,0 ztuhly do druhého dne. Povrch vzorků se nepokrýval bílou vrstvou a rohy těchto vzorků šly obtížněji odlomit, než u ostatních vzorků, proto lze předpokládat u těchto vzorků vyšší pevnost. Nasákavost

těchto vzorků má se stoupajícím molárním poměrem Si/Al klesající tendenci, kterou vidíme na **obr. 29**. Hodnoty pH při vyluhovacím testu v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$, viz **obr. 27** klesají. Naopak při měření konduktivity při vyluhovacím testu v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$ lze v rozmezí molárního poměru Si/Al = 1,8–2,1 vidět rostoucí hodnoty konduktivity. U vyluhovacího testu v destilované vodě, který je zobrazen na **obr. 28**, lze vidět minimum konduktivity v rozmezí hodnot molárního poměru Si/Al = 1,8–2,1.



Obr. 28. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Si/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v destilované vodě.

Tuto skutečnost lze vysvětlit pravděpodobně takto. Obdobně jako v předchozí úvaze vyjděme nejprve z hodnoty nasákavosti, která charakterizuje množství otevřených pórů. Tato hodnota v daném rozmezí molárního poměru Si/Al = 1,8–2,1 postupně klesá. Lze tedy předpokládat, že vodní sklo bude významně určovat množství pórů v materiálu, a tím ovlivňovat i jeho mechanické vlastnosti. Pokud se podíváme na hodnoty pH na **obr. 27**, vidíme, že v rozmezí molárního poměru Si/Al = 1,8–2,1 rychle klesají, naopak hodnoty konduktivity rostou. Je tedy zřejmé, že s klesající nasákavostí vzorků bude klesat i velikost povrchu, který může reagovat s HCl při vyluhovacím testu. Z toho lze usoudit, že hodnota pH bude klesat a hodnota konduktivity postupně růst.



Obr. 29. Závislost hodnot nasákavosti připravených vzorků na molárním poměru Si/Al.

U vyluhovacího testu v destilované vodě, který je zobrazen na **obr. 28**, bude situace komplikovanější. Rovněž i zde se na hodnotě konduktivity vodného výluhu podílí množství otevřených pórů a současně množství alkalických složek (NaOH, vodní sklo) v reakční směsi. Je zřejmé, že s klesajícím množstvím otevřených pórů bude klesat množství vyluhovaných alkalických látek. Dále je zřejmé, že NaOH bude lépe vyluhovatelný než vodní sklo, které se podílí především na tvorbě gelu v reakční směsi. Pokud spojíme tyto předpoklady, lze pak vysvětlit výskyt minima konduktivity při vyluhovacím testu v destilované vodě. Jak vidíme u nižších hodnot molárního poměru Si/Al, je zde vysoká hodnota konduktivity, která je způsobena hlavně vysokým obsahem NaOH a nízkým obsahem vodního skla v reakční směsi. Se zvyšujícím se obsahem vodního skla v reakční směsi dochází ke snižování obsahu NaOH a z toho plyne snižování konduktivity až do určitého minima. Toto minimum bude charakteristické především tím, že ve vzniklém geopolymerním materiálu bude rovnoměrně vyrovnáván záporný náboj v tetraedru $[\text{AlO}_4]$ pomocí Na^+ iontů, a proto bude nízká hodnota konduktivity. Avšak se zvyšujícím se obsahem vodního skla ve směsi jsou Na^+ ionty pevněji vázány ve vodním skle a tím bude pomaleji vyrovnáván záporný náboj v tetraedru $[\text{AlO}_4]$. Při vyluhovacím testu v destilované vodě pak bude docházet spíše k hydrolyze vodního skla

a tím i ke zvyšování konduktivity vodného výluhu. Takto lze pravděpodobně vysvětlit nárůst konduktivity vodného výluhu se zvyšujícím se molárním poměrem Si/Al.

Vzorky s molárním poměrem Si/Al $> 2,1$ tuhly delší dobu než 5 dnů. Barva těchto vzorků se lišila tmavším odstínem a na povrchu vzorků se objevovaly praskliny. Vzorky byly během doby tvrdnutí objemově nestálé, jejich postupným vysoušením docházelo k samovolné deformaci vzorku. Rohy vzorků šly poměrně snadno odlomit, což bylo ukazatelem na malou pevnost vzorků. Vzorky s molárním poměrem Si/Al = 2,5 měly tendenci ke tzv. studenému toku, tj. na první pohled se zdály ztuhlé, ale pokud byly vyjmuty z formy, tak po určité době samovolně měnily svůj tvar. Hodnoty pH u výluhu v 0,1 mol.l⁻¹ HCl na **obr. 27** mají klesající tendenci, ale hodnoty konduktivity výrazně rostou. Taktéž hodnoty pH a konduktivity u vodného výluhu mají rostoucí tendenci, viz **obr. 28**, a hodnoty nasákavosti na **obr. 29** klesají. Tento stav lze vysvětlit obdobně jako u předchozích molárních poměrů Si/Al. Vyjdeme-li z předpokladu, že s vyšším molárním poměrem Si/Al je v reakční směsi více vodního skla, proto bude průběh reakce delší a tím pádem bude i pomalejší vznik geopolymery. Důsledkem pomalejšího průběhu reakce je také studený tok a malá pevnost vzorků. Vyšší hodnoty konduktivity jak u výluhu v 0,1 mol.l⁻¹ HCl, tak i ve vodném výluhu, naznačují, že geopolymrace neproběhla úplně a do výluhu přešlo větší množství nezreagovaných složek. Pokud se podíváme na hodnoty nasákavosti, lze předpokládat, že s rostoucí hodnotou molárního poměru Si/Al, bude při tuhnutí ve formě docházet k sedimentování pevné fáze a tím bude menší množství otevřených pórů v materiálu. Paradoxně se bude také snižovat pevnost připraveného materiálu.

Při měření FTIR spekter, které jsou zobrazeny v příloze **P4**, byla zjištěna přítomnost charakteristických vibrací uhličitanu (2350 cm⁻¹), který pochází pravděpodobně z NaOH, který se přidává do reakční směsi. Všechny ostatní charakteristické vibrace se shodují s hodnotami, které jsou uvedeny v **tab. 5**.

V příloze **P8** je zobrazen ve vrstevnicovém grafu výskyt sodalitových struktur v geopolymery, který byl zjišťován aplikací indikátoru na vzorky geopolymerního materiálu. Jak lze vidět z vrstevnicového grafu, docházelo k nejvyššímu zbarvení při molárních poměrech Si/Al = 1,8–2,0. Naopak při nízkých a nebo vysokých poměrech

Si/Al docházelo k menšímu nebo vůbec žádnému zabarvení vzorků geopolymeru, z čehož lze usuzovat, že v těchto vzorcích nebyly sodalitové struktury přítomny.

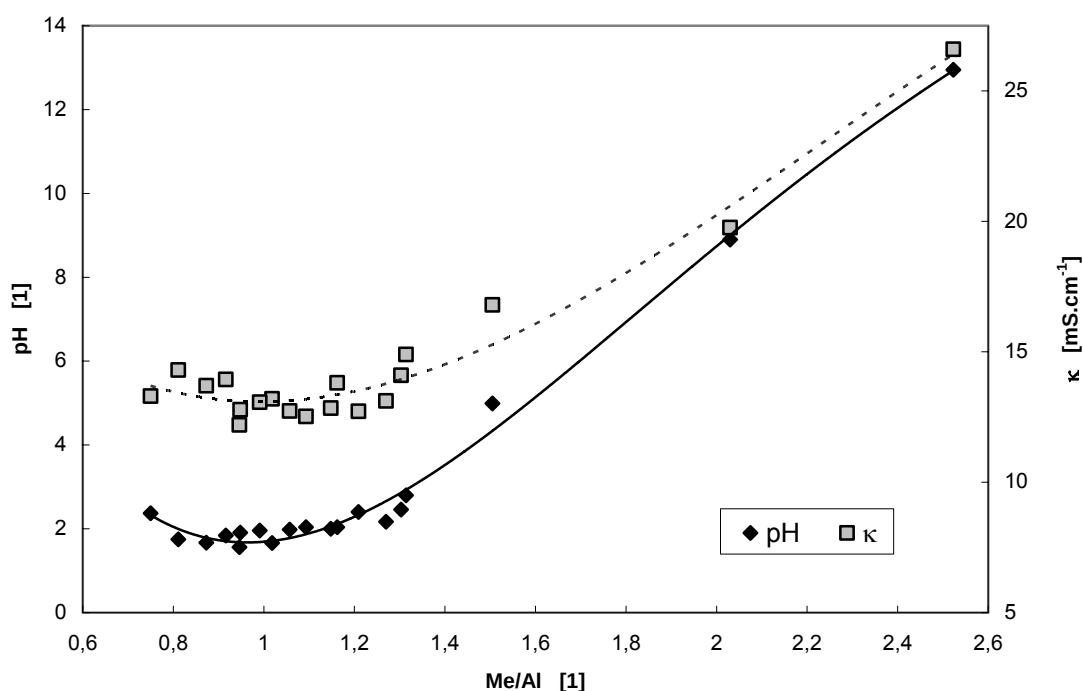
Bylo provedeno XRD měření na vybraných vzorcích a výsledky byly porovnány v příloze **P9**. Jak lze vidět na XRD záznamu aktivované suroviny, který je zobrazen v příloze **P2**, nedošlo u studovaných vzorků k výskytu žádného dalšího píku, který by naznačoval vznik nové krystalové fáze.

Lze tedy vyslovit závěr, že optimální molární poměr Si/Al leží v rozmezí hodnot 1,8–2,0.

4.2.2 Studium vlivu molárního poměru Me/Al

Vzorky s nižším molárním poměrem Me/Al než 0,9 ztuhly do tří dnů. Vzhledově se podobaly vzorkům s molárním poměrem $\text{Si/Al} > 2$ ($\text{Me/Al} = 1,1$), měly tmavší odstín než ostatní vzorky. Na povrchu vzorků se vyskytovaly praskliny a vzorky byly objemově nestálé, avšak hrany těchto vzorků se hůře odlamovaly, což bylo indikátorem pro dobrou pevnost vzorků.

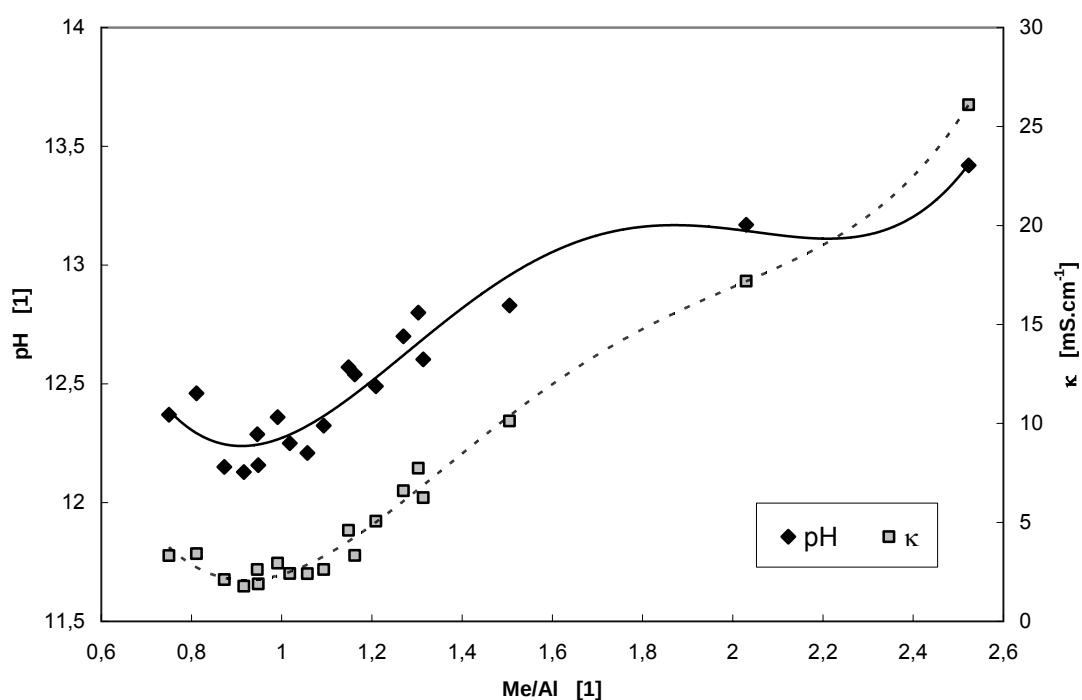
Vzorky s molárním poměrem Me/Al v rozmezí 0,95–1,30 ztuhly do druhého dne. Jejich povrch nevykazoval žádné známky poruch a byl sklovitě lesklý. Hrany těchto vzorků šly obtížně odlomit, což bylo indikátorem pro velmi dobrou pevnost těchto vzorků. Jak je patrné z **obr. 30** a **obr. 31**, byly hodnoty konduktivity a pH jak u výluhu v 0,1 mol.l⁻¹ HCl, tak i u výluhu v destilované vodě nízké u molárních poměrů $\text{Me/Al} = 0,8\text{--}1,3$. Nízké hodnoty pH lze předpokládat na základě nízkého molárního poměru Me/Al, tedy menšího množství NaOH v reakční směsi. Co je však zajímavé, jsou nízké hodnoty konduktivity. Tento výsledek lze interpretovat tak, že pro geopolymeraci postačuje určité minimální množství NaOH v reakční směsi a zbytek se neúčastní reakce. Jak vidíme na **obr. 30** a **obr. 31**, vyskytují se minimální hodnoty konduktivity v rozmezí molárních poměrů $\text{Me/Al} = 0,9\text{--}1,15$.



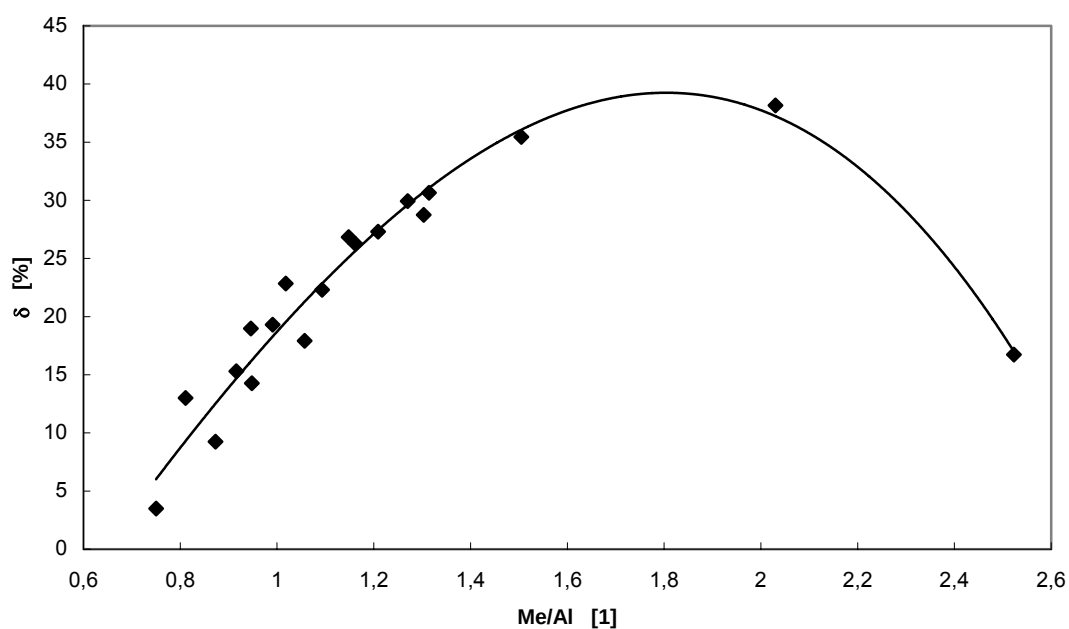
Obr. 30. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Me/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$.

Vzorky s vyšším molárním poměrem Me/Al než 1,4 ztuhly během sedmi dnů. Na jejich povrchu se vytvářela vrstva gelu, který postupným vysušením popraskal a odloupal se. U molárních poměrů Me/Al vyšších než 2 docházelo k tvorbě gelu v celém objemu vzorku a po jeho vysušení se vytvořily praskliny v celém objemu vzorku. Z tohoto důvodu můžeme usoudit, že vzorky s vyšším molárním poměrem Me/Al než 2 budou mít velmi špatnou pevnost. Taktéž důsledkem vyššího molárního poměru Me/Al než 1,5 byla objemová nestálost, tzn. že vzorek se postupným vysoušením sám deformoval.

Jak vidíme na **obr. 30** a **obr. 31**, s rostoucím molárním poměrem Me/Al roste jak hodnota pH, tak i hodnota konduktivity. Tomu odpovídá i hodnota nasákavosti, kterou můžeme vidět na **obr. 32**, která postupně roste, až po molární poměr Me/Al = 2, kdy dosahuje maxima. U této hodnoty je zřejmé, že v reakční směsi bylo velké množství vody, která se podílela na vytvoření porézní struktury materiálu a jeho deformaci při vysychání. U molárních poměrů vyšších než 2 je zřejmé, že hodnota nasákavosti klesá v důsledku sedimentace pevné fáze v reakční směsi.



Obr. 31. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Me/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v destilované vodě.



Obr. 32. Závislost hodnot nasákavosti připravených vzorků na molárním poměru Me/Al.

Měření FTIR spekter vybraných vzorků, jehož výsledky jsou zobrazeny v příloze **P5**. Obdobně jako v předchozím odstavci **4.2.1**, byla ve vzorcích zjištěna přítomnost

charakteristických vibrací uhličitanu (2350 cm^{-1}), který pochází pravděpodobně z použitého NaOH.

Pro srovnání vlivu molárních poměrů Si/Al a Me/Al na nasákavost připravených vzorků, byl z naměřených hodnot sestaven vrstevnicový graf, který je zobrazen v příloze **P7**. Z tohoto grafu můžeme vidět, že se zvyšujícími se poměry Si/Al a Me/Al může růst i množství otevřených pórů ve vzorcích.

Na vrstevnicovém grafu v příloze **P8**, kde je zobrazen výskyt sodalitových struktur v geopolymery, lze vidět, že k nejvyššímu zbarvení docházelo při molárních poměrech Me/Al = 0,9–1,15.

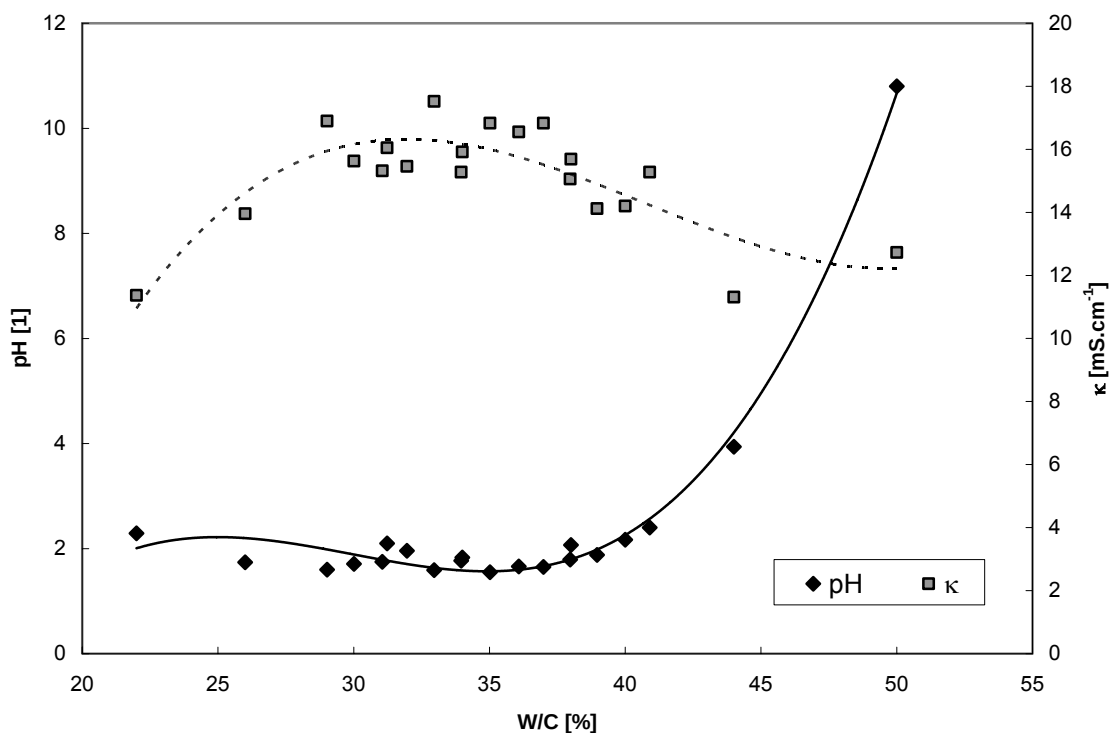
Z XRD měření u vybraných vzorků geopolymery s různými molárními poměry Me/Al, jejichž výsledky byly porovnány v příloze **P9**, lze vidět, že při srovnání XRD záznamu aktivované suroviny, který je zobrazen v příloze **P2**, a XRD záznamů vzorků s různým molárním poměrem Me/Al k výskytu žádného dalšího píku, který by naznačoval vznik nové krystalové fáze ve vzorcích, u nichž byl studován vliv molárního poměru Me/Al.

Lze tedy vyslovit závěr, že optimální molární poměr Me/Al leží v rozmezí hodnot 0,9–1,15.

4.2.3 Studium vlivu obsahu vody ve směsi (W/C)

Při studiu vlivu obsahu vody ve směsi byl kladen důraz hlavně na zpracovatelnost reakční směsi při míchání. Jak je vidět na **obr. 35**, kde je zobrazena nasákavost vzorku v závislosti na obsahu vody ve směsi, se zvyšujícím se obsahem vody v reakční směsi roste množství otevřených pórů v materiálu a tím se také snižují mechanické vlastnosti materiálu. Připravované vzorky s nízkým poměrem W/C = 22–26 % byly velmi obtížně míchatelné a začínaly tuhnout už v nádobě, ve které byla míchána reakční směs. U vysokých obsahů vody v reakční směsi W/C > 33 % se na hladině tuhnutí vzorku vytvořila vrstva gelu vodního skla, které po vysušení popraskalo a sloupalo se. Z toho plyne, že příliš vysoký obsah vody mění složení výsledného geopolymerního materiálu.

U vyluhovacího testu vzorků v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$, který je zobrazen na **obr. 33**, je patrné, že se zvyšujícím se obsahem vody v reakční směsi dochází ke zvyšování hodnoty pH a snižování hodnoty konduktivity výluhu. Tento výsledek lze opět vysvětlit na základě hodnot nasákavosti vzorku a reakčního mechanismu geopolymerace.

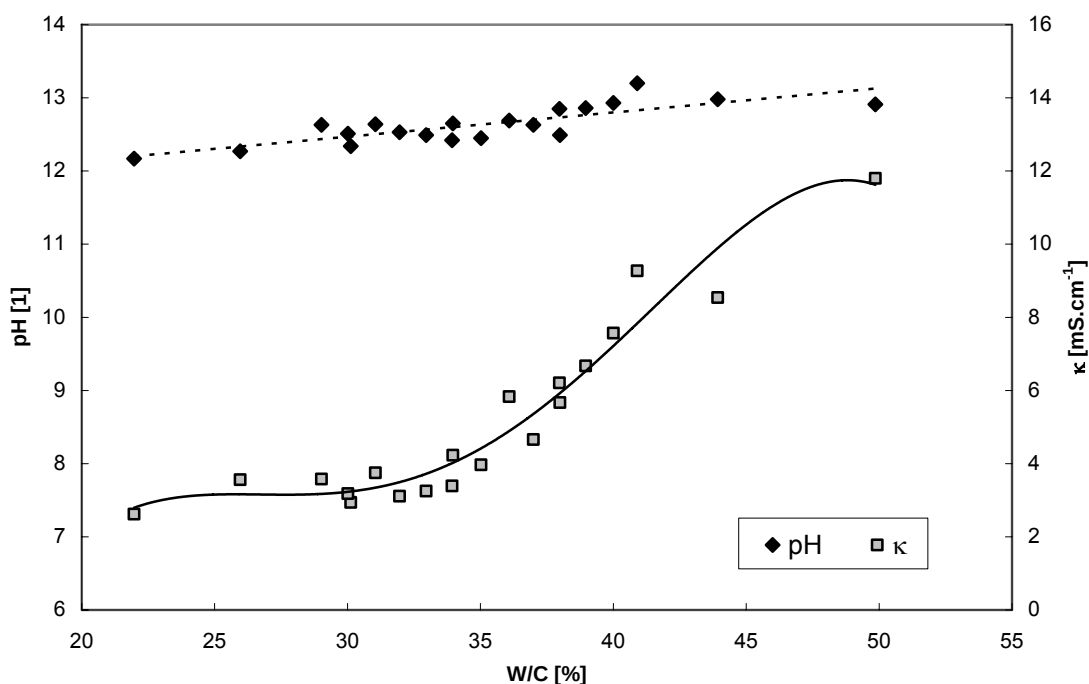


Obr. 33. Závislost pH a konduktivity na obsahu vody v reakční směsi při vyluhovacím testu v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$.

Jak již bylo uvedeno, je voda transportním médiem při geopolymeraci a po ukončení reakce odchází ze ztuhlého tělesa jeho vysycháním, tím vznikají v tělese póry. Je-li v reakční směsi nedostatek vody, probíhá geopolymerace rychleji, ale reakční směs se obtížně zpracovává. Po jejím ztuhnutí je materiál málo porézní. Naopak při vysokém obsahu vody v reakční směsi probíhá geopolymerace velmi pomalu a dochází k sedimentaci pevného podílu a tím se změní i složení výsledného produktu. Vzniklé těleso bude obsahovat mnoho nezreagovaných složek a bude velmi porézní a proto můžeme předpokládat špatné mechanické vlastnosti výsledného materiálu.

Zohledněním uvedených předpokladů si lze vysvětlit závislosti pH a konduktivity u vyluhovacích testů v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$, který je zobrazen na **obr. 33**, a v destilované vodě, který je zobrazen na **obr. 34**. U vyluhovacího testu v $0,1 \text{ mol.l}^{-1} \text{ HCl}$ lze vidět, že pH

výluhu je poměrně konstantní až po obsah vody ve směsi $W/C = 40\%$. S vyšším obsahem vody v reakční směsi dochází k tomu, že se v tělese vytvoří velké množství otevřených pórů a geopolymerace neprobíhá úplně, protože reakční složky jsou ze směsi vyplavovány odcházející vodou. Tyto vyplavované složky způsobují vyšší hodnotu pH výluhů v HCl i ve vodě.

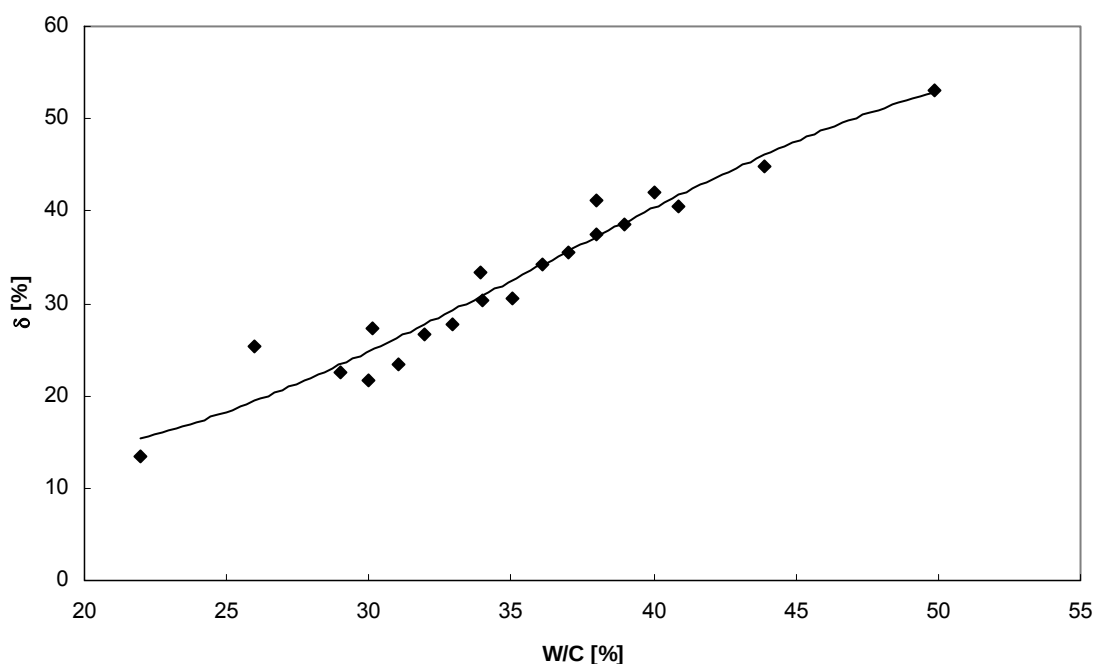


Obr. 34. Závislost pH a konduktivity na obsahu vody v reakční směsi při vyluhovacím testu v destilované vodě.

Konduktivita výluhů materiálů v $0,1 \text{ mol.l}^{-1}$ HCl, která je zobrazena na **obr. 33**, ukazuje, že se zvyšujícím se obsahem vody v reakční směsi klesá její hodnota. Tuto skutečnost můžeme vysvětlit, obdobně jako u pH tak, že se zvyšujícím se obsahem vody v reakční směsi se zvyšuje množství otevřených pórů a také množství nezreagovaných látek, které jsou zodpovědné za snižující se konduktivitu výluhu v HCl a zvyšující se konduktivitu výluhu v destilované vodě.

U vybraných vzorků byla změřena FTIR spektra a výsledky jsou zobrazeny v příloze **P6**. Stejně jako u předchozích vzorků, kde byly studovány vlivy molárních poměrů Si/Al a Me/Al, i zde byla zjištěna přítomnost charakteristických vibrací uhličitanu (2350 cm^{-1}).

U provedeného XRD měření na vybraných vzorcích, jehož výsledky jsou porovnány v příloze **P9**, bylo zjištěno, že ani zde, nedochází k výskytu žádného dalšího píku naznačujícího vznik nové krystalové fáze u vybraných vzorků s různým molárním poměrem W/C.



Obr. 35. Závislost nasákavosti na obsahu vody v reakční směsi.

Jak je patrné z uvedených výsledků, bude optimální obsah vody v geopolymerační směsi ležet v rozmezí $W/C = 30\text{--}35\%$.

ZÁVĚR

Cílem této práce bylo studium reakčních podmínek geopolymerace. V první části práce byly zjišťovány optimální podmínky pro aktivaci základní jílové suroviny S-N. Aktivaci základní jílové suroviny S-N neovlivňuje rychlost ohřevu ani rychlost ochlazení, ale pouze teplota a doba aktivace. Při XRD měření neaktivované a aktivované suroviny byla pozorováno, že při aktivaci této suroviny dochází ke změně její krystalové struktury. Měřením FTIR spektra neaktivované a aktivované suroviny S-N bylo potvrzeno, že při aktivaci dochází ke změně koordinačního čísla Al v kaolinitu, který je obsažen v surovině S-N. Pro aktivaci byla určena optimální teplota 750 °C a doba aktivace 6h, při které bylo dosaženo 93 % přeměny kaolinitu.

V druhé části práce byly studovány vlivy jednotlivých molárních poměrů na vlastnosti připravovaných geopolymerů. Na základě výsledků měření konduktivity a pH výluhů připravených zkušebních těles v 0,1 mol.l⁻¹ HCl a vodě, byly určeny rozmezí optimálních molárních poměrů: Si/Al = 1,8–2,0, Me/Al = 0,95–1,15 a W/C = 30–35 %. Úspěšně bylo také vyzkoušeno použití roztoku polysulfidu, jako indikátoru sodalitových struktur v připravených tělesech. Získané výsledky potvrdily rozmezí optimálních molárních poměrů Si/Al a Me/Al.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] BRANDŠTETR, J. Zeolity ve starověkých maltách a betonech. *Informátor* [online]. 2000, číslo 20. [cit. 2004-07-03].
URL: <<http://www.clays.cz/informator/inf20.html>>
- [2] ROY, D. M. Alkali-activated cements: Opportunities and challenges. *Cement and Concrete Research* [online]. 1999, vol. 29, s. 249–254. [cit. 2004-04-06].
URL: <<http://www.sciencedirect.com/science/journal/00088846>>
- [3] KRIVENKO, P. Alkaline cements: terminology, classification, aspects of durability. In H. Justnes (Ed.), *Proceedings of the 10th International Congress on the Chemistry of Cement*. Gotheburg, Sweden, 1997.
- [4] DAVIDOVITS, J. Chemistry of geopolymeric systems, terminology. In *Géopolymère '99*. Saint Quentin, France, 1999.
- [5] CHERVONNYI, A. D. – CHERVONNAYA, N. A. Geopolymeric Agent for Immobilization of Radioactive Ashes after Biomass Burning. *Radiochemistry* [online]. 2003, vol. 45, No. 2, pp. 182-188. [cit. 2004-11-10].
URL: <<http://www.kluweronline.com>>
- [6] KUNZE, CH. et al. Entwicklung und Praxiseinsatz eines hocheffizienten selektiven Sorbens für Radium. *Wasser – Abwasser*. 2002, vol. 143, Nr. 7-8.
- [7] HERMANN, E. – KUNZE, CH. Schadloose Beseitigung von Rückständen mit erhöhten spezifischen Aktivitäten natürlicher Radionuklide. *UmweltPraxis*. 2001, vol. 1-2, pp. 17–20.
- [8] COMRIE, D. C. – PATERSON, J. H. – RITCEY, D. J. *Applications of geopolymer technology to waste stabilization*. Mississauga: D. Comrie Consulting Ltd., Ontario, 2000.
- [9] ŠATAVA, V. *Úvod do fyzikální chemie silikátů*. 1. vydání. Praha: SNTL, 1965.
- [10] ILER, R. K. *The Chemistry of silica*. 1. edition. New York: A Wiley-Interscience Publication, 1979. ISBN 0-471-02404.

- [11] WHITE, W. M. *Geochemistry* [online]. 2003. [cit. 2004-04-04].
URL: <<http://www.geo.cornell.edu/geology/classes/Chapters>>
- [12] FÖRSTER, S. CH. *Alkaliaktivierte Aluminosilikat-Verbundkeramiken* [online].
Zürich: Eidgenössische technische Hochschule, 1994. [cit. 2004-27-08].
URL: <<http://e-collection.ethbib.ethz.ch/ecol-pool/diss/fulltext/eth10773.pdf>>
- [13] MALONE, P. G. – RANDALL, C. A. JR. – KIRKPATRICK, T. Potential Applications of Alkali-Activated Alumino Silicate Binders in Military Operations. *US Army Corps of Engineers. Waterways Experiment Station. 1985, Paper GL-85-15.*
- [14] TRETAU, A. *Temperaturabhängigkeit der Erhärtung anorganischer Polymerbinder*. Weimar: Universität Weimar, 2001.
- [15] WEI, S. – YUN-SHENG, Z. – WEI, L. – ZHI-YONG, L. In situ monitoring of the hydration process of K-PS geopolymer cement with ESEM. *Cement and Concrete Research* [online]. 2003. [cit. 2004-03-07].
URL: <<http://www.sciencedirect.com/science/journal/00088846>>
- [16] HLAVÁČ, J. *Základy technologie silikátů*. 2. vydání. Praha: SNTL/ALFA, 1988.
- [17] DAVIDOVITS, J. Synthetic mineral polymer compound of the silicoaluminates family and preparation process. *Patentová přihláška 4.472.199* [online]. 1984. [cit. 2004-03-07]. URL: <<http://164.195.100.11/netacgi/nph-Parser>>
- [18] *Handbook of Hydrothermal Technology – Technology for Crystal Growth and Material Processing* [online]. William Andrew Publishing/Noyes, 2001. [cit. 2004-13-10]. ISBN: 0-8155-1445-X.
URL: <http://www.knovel.com/knovel2/Book_Details.jsp?BookID=471>
- [19] BRANDŠTETR J. – ŠAUMAN Z. *Teorie struktury stavebních látek*. 2. vydání. Brno: VUT, 1979.
- [20] PLŠKO, A. – EXNAR, P. Použitie metódy sól-gel pre prípravu špeciálnych materiálov, najmä skiel. *Silikáty*. 1989, číslo 33, s. 69–89.

- [21] BRANDŠTETR, J. – KRÁL, J. *Chemie stavebních látek*. 2. vydání. Brno: VUT, 1981.
- [22] ŠAŠEK, L. et al. *Laboratorní metody v oboru silikátů*. 1. vydání. Praha: SNTL, 1981.
- [23] KOWALAK, S. – JANKOWSKA, A. Application of zeolites as matrices for pigments. *Microporous and Mesoporous Materials* [online]. 2003, vol. 61, pp. (213–222). [cit. 2004-09-09].
URL: <<http://www.sciencedirect.com/science/journal/13871811>>
- [24] LEE, W.K.W. – VAN DEVENTER, J.S.J. Use of Infrared Spectroscopy to study Geopolymerization of Heterogenous Amorphous Aluminosilicates. *Langmuir* [online]. 2003, vol. 19, pp. (8726–8734). [cit. 2005-10-02]. URL: <<http://pubs.acs.org/cgi-bin/article.cgi/langd5/2003/19/i21/html/la026127e.html>>.
- [25] HORÁK, M. – PAPOUŠEK, D. *Infračervená spektra a struktura molekul*. 1. vydání. Praha: Academia, 1976.
- [26] HERR, R. – SCHUBERT, K. – HILLEMEIER, B. *Untersuchung zur chemischen Beeinflussung des Schrumpfungs- / Schwindeverhaltens von geopolymere Aluminosilicatgelen* [online]. Berlin: IEMB, 2002. URL: <<http://www.iemb.de>>. [cit. 2004-03-08].
- [27] RAMACHANDRAN, V. S. – BEAUDOIN, J. J. *Handbook of analytical techniques in concrete science and technology: Principles, Techniques, and Applications* [online]. New York: Noyes Publications / William Andrew Publishing, LLC Norwich, 2001. [cit. 2005-10-03]. ISBN: 0-8155-1437-9. URL: <<http://www.knovel.com>>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

ρ_v – objemová hmotnost

δ – nasákavost (množství otevřených pórů)

κ – konduktivita

(w/w) – (weight/weight) – hmotnostní procenta

(v/w) – (volume/ weight) – objemová procenta

CBCs – Chemically Bonded Ceramics – chemicky vázaná keramika

CSH – Calcium Silicate Hydrate – hydratované křemičitany vápenaté

DTA – diferenční termická analýza

DSC – diferenční skenovací kalorimetrie

DWL – Dissolution Weight Loss – úbytek hmotnosti rozpouštěním

FTIR– Fourier transform infrared spectroscopy – Infračervená spektroskopie s Fourierovou transformací

LOI – Loss on Ignition – ztráta žíháním

NMR – Nuclear Magnetic Resonance – nukleární magnetická rezonance

PS – polysialáty

PSDS – polydisiloxosialáty

PSS – polysiloxosialáty

W/C – Water/Compound – obsah vody ve směsi

XRD – X-Ray Diffractometry – Rentgenová difraktometrie

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1. Schematické znázornění tetraedru $[\text{SiO}_4]$	9
Obr. 2. Příklady tetraedrických řetězců [9].	10
Obr. 3. Typy dvojitého čtyřstěnových řetězců [9].	10
Obr. 4. Schematické znázornění vrstevnaté struktury kaolinitu [11].	11
Obr. 5. Vrstevnatá struktura [9].	12
Obr. 6. Prostorové uspořádání polysialátů s naznačením tetraedrické struktury.....	12
Obr. 7. Prostorové uspořádání PSS.....	13
Obr. 8. Prostorové uspořádání PSDS.....	13
Obr. 9. Příklady vazeb v geopolymeru.	13
Obr. 10. Příklady dvourozměrných struktur vznikajících při polymeraci.	14
Obr. 11. Schématické znázornění základní stavební struktury Na-PS a její síťování [4]. ..	14
Obr. 12. Schématické znázornění dalších stavebních struktur geopolymerů [4].	14
Obr. 13. Rozdělení CBCs do tří skupin [12].	15
Obr. 14. Vznik povrchového náboje krystalku kaolinitu [9].	19
Obr. 15. Tvorba gelu v zásaditě katalyzovaném systému [20].	20
Obr. 16. Schematické znázornění vzájemného působení mezi látkami v pevné fázi [21]. .	21
Obr. 17. Schematické znázornění průběhu geopolymerace [18].	24
Obr. 18. Typické křivky DTA jílových minerálů a některých směsí [22].	27
Obr. 19. Závislost konduktivity směsi 6g suroviny S-N, aktivované při 750 °C po dobu 2 h, a 5 mol.l ⁻¹ NaOH na době míchání.	32
Obr. 20. Závislost LOI a DWL suroviny S-N na teplotě aktivace při konstantní době aktivace 6 h.	37
Obr. 21. Závislost konduktivity směsi 5 mol.l ⁻¹ NaOH a suroviny S-N aktivované při různých teplotách na době míchání.	38
Obr. 22. Diferenční termogram suroviny S-N, rychlost ohřevu 5 °C.min ⁻¹ , navážka vzorku = 24,365 mg	39
Obr. 23. Závislost LOI na době aktivace suroviny S-N.	40
Obr. 24. Závislost DWL na době aktivace suroviny S-N.	41
Obr. 25. Závislost LOI a DWL na rychlosti ohřevu (vzorky byly chlazeny v uzavřené elektrické peci na pokojovou teplotu).	42
Obr. 26. Závislost LOI a DWL na způsobu ochlazování aktivované suroviny S-N.	43

Obr. 27. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Si/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v 0,1 mol.l ⁻¹ HCl.	44
Obr. 28. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Si/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v destilované vodě.	45
Obr. 29. Závislost hodnot nasákavosti připravených vzorků na molárním poměru Si/Al.	46
Obr. 30. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Me/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v 0,1 mol.l ⁻¹ HCl.	49
Obr. 31. Závislost hodnoty konduktivity a pH na molárním poměru Me/Al při vyluhovacím testu připravených vzorků v destilované vodě.	50
Obr. 32. Závislost hodnot nasákavosti připravených vzorků na molárním poměru Me/Al.	50
Obr. 33. Závislost pH a konduktivity na obsahu vody v reakční směsi při vyluhovacím testu v 0,1 mol.l ⁻¹ HCl.	52
Obr. 34. Závislost pH a konduktivity na obsahu vody v reakční směsi při vyluhovacím testu v destilované vodě.	53
Obr. 35. Závislost nasákavosti na obsahu vody v reakční směsi.	54

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1. Složení reakční směsi v molárních poměrech.	17
Tabulka 2. Vlivy molárních poměrů na vlastnosti výsledného produktu [18].	17
Tabulka 3. Chemické složení základní suroviny S-N.....	29
Tabulka 4. Teplotní režimy elektrické pece pro určení optimálního teplotního režimu při aktivaci.....	33
Tabulka 5. Vibrace charakteristických skupin při měření FTIR spekter.....	35

SEZNAM PŘÍLOH

- P 1 : Výsledek stanovení velikosti částic základní suroviny S-N
- P 2 : Srovnání XRD záznamů základní suroviny S-N, aktivované suroviny S-N a geopolymery
- P 3 : Porovnání FTIR spekter neaktivované suroviny S-N, SiO_2 , Al_2O_3 , aktivované suroviny S-N a geopolymerního materiálu
- P 4 : Porovnání FTIR spekter vzorků geopolymerního materiálu při studiu vlivu molárního poměru Si/Al
- P 5 : Porovnání FTIR spekter vzorků geopolymerního materiálu při studiu vlivu molárního poměru Me/Al
- P 6 : Porovnání FTIR spekter vzorků geopolymerního materiálu při studiu vlivu molárního poměru W/C
- P 7 : Vrstevnicový graf závislosti nasákavosti (δ) na molárních poměrech Si/Al a Me/Al
- P 8 : Vrstevnicový graf výskytu sodalitových struktur v geopolymery v závislosti na molárních poměrech Si/Al a Me/Al
- P 9 : Srovnání XRD záznamů vybraných vzorků

Příloha 1: Výsledek stanovení velikosti částic základní suroviny S-N



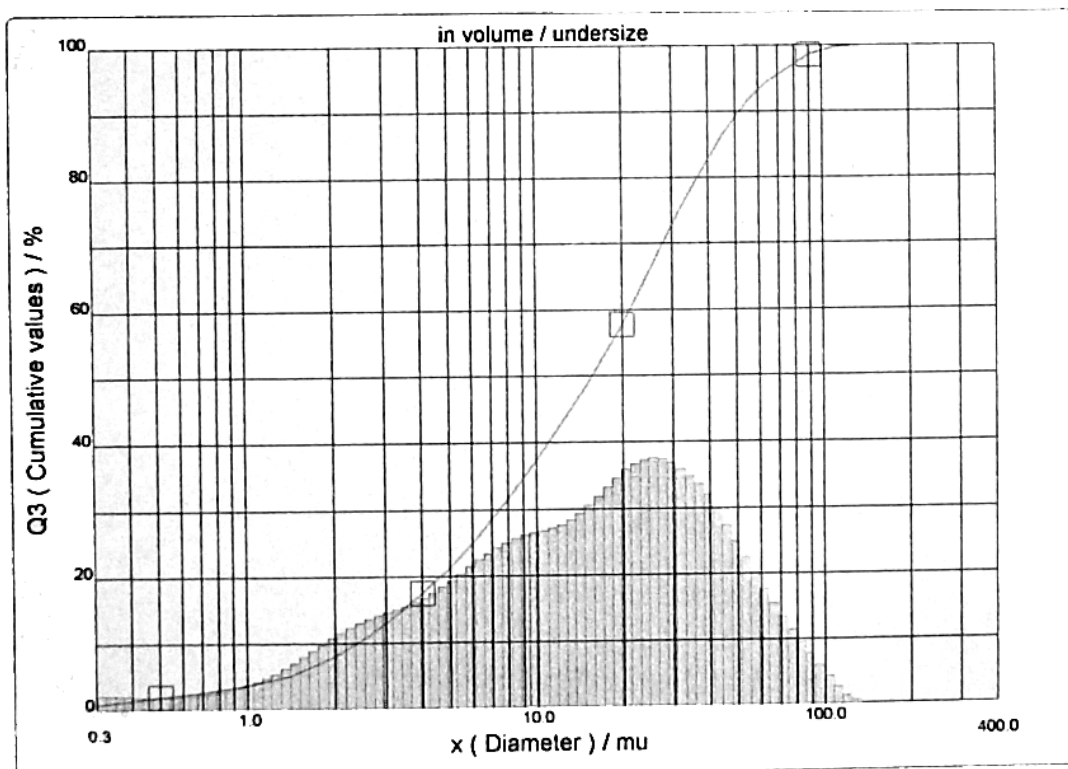
PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

CILAS 920 Liquid

Range : 0.30 μ m - 400.00 μ m / 30 Classes

Sample Ref SN-neplavny
Type produit jil
Client
Comments bez přísad
Liquid
Dispersing agent
Operator Pema
Company
Location
Date 22.11.2004 Time 10:35:01
Measurement number 1580

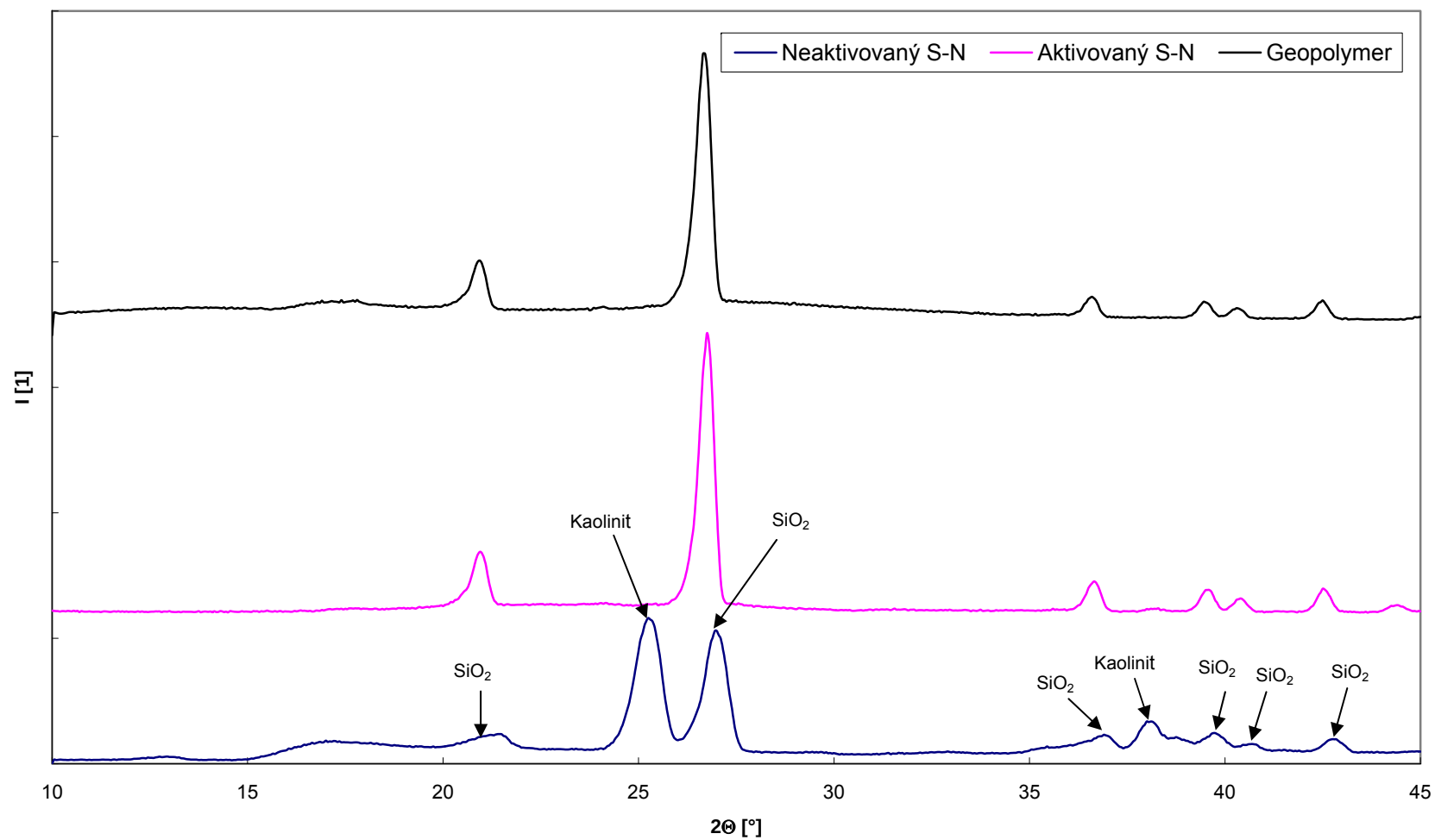
Ultrasounds 60 s
Concentration 53
Diameter at 10% 2.36 μ m
Diameter at 50% 15.72 μ m
Diameter at 90% 52.01 μ m
Fraunhofer
Density/Factor -----
Specific surface -----
Auto dilution/top up No / No
Nb Measur./Rins 20 / 4



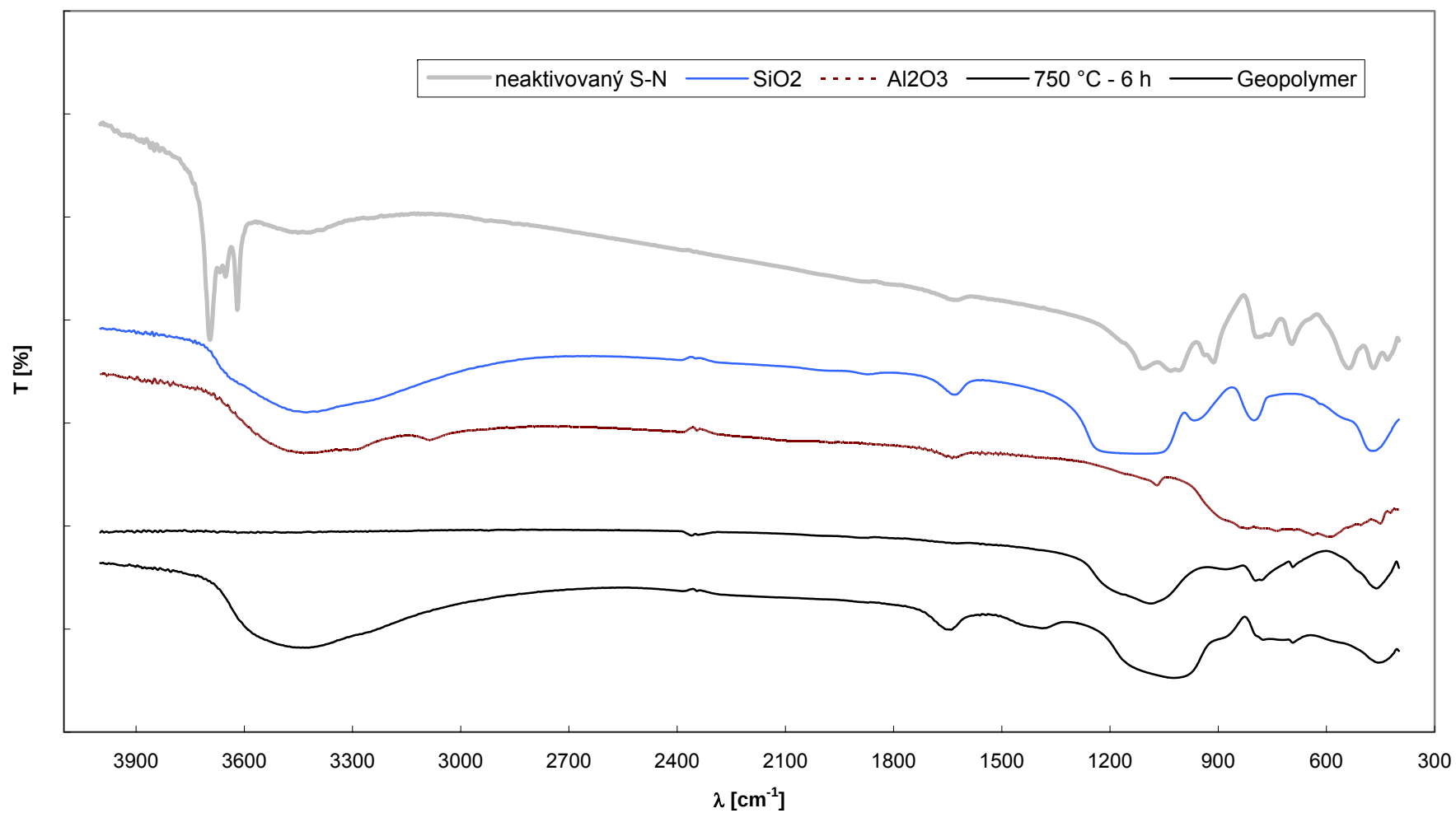
Serial nb : 166

Ref : 2+14 m14 6AA0000/3.30/1500/m1.20.5.10.1Ph.20.5.10.0h/Q.0.0.0.0/70.0.15.g60.15.9.10.1.10.N.1.10.N.0/V.1.154

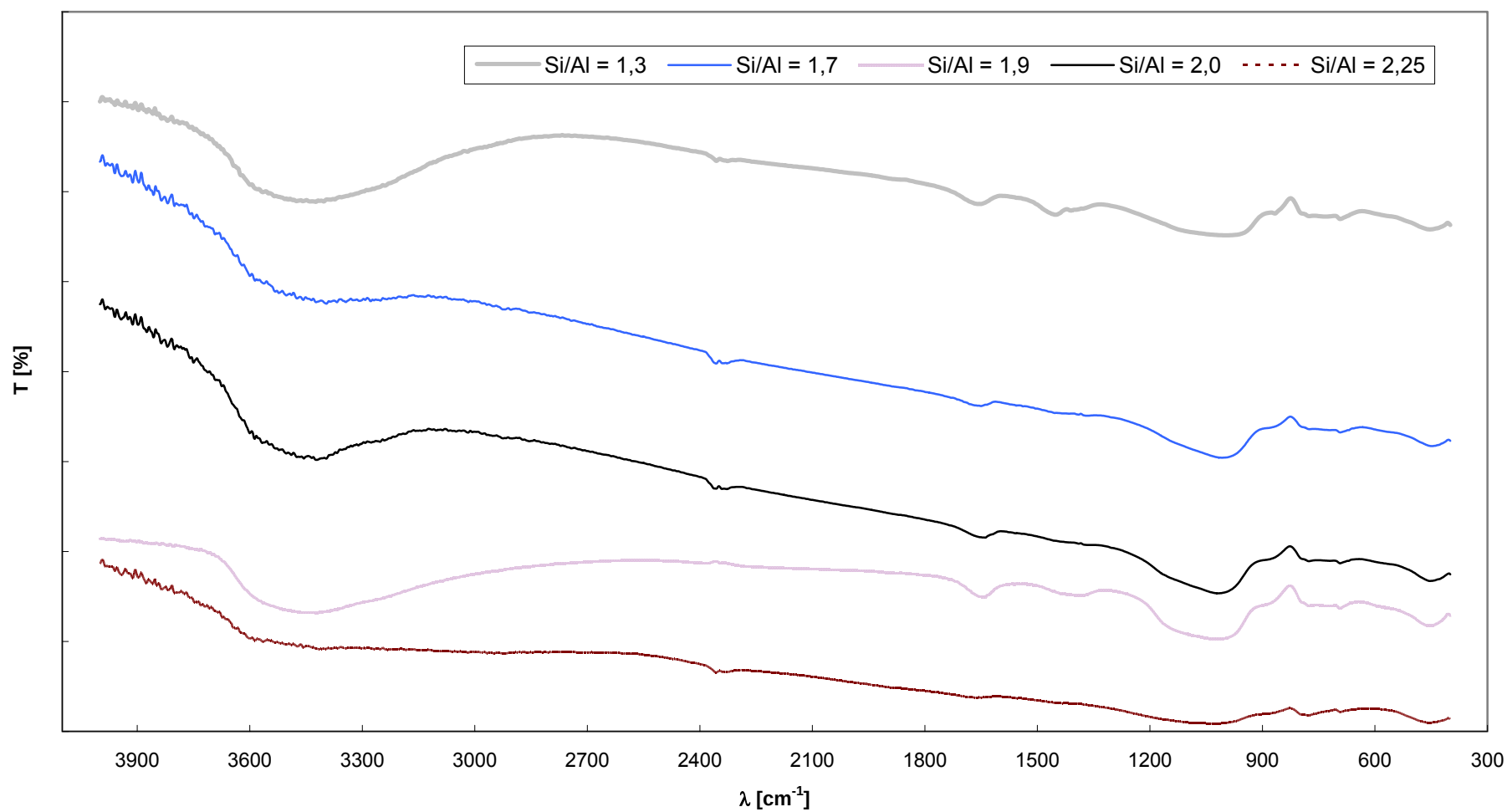
Příloha 2: Srovnání XRD záznamů základní suroviny S-N, aktivované suroviny S-N a geopolymu



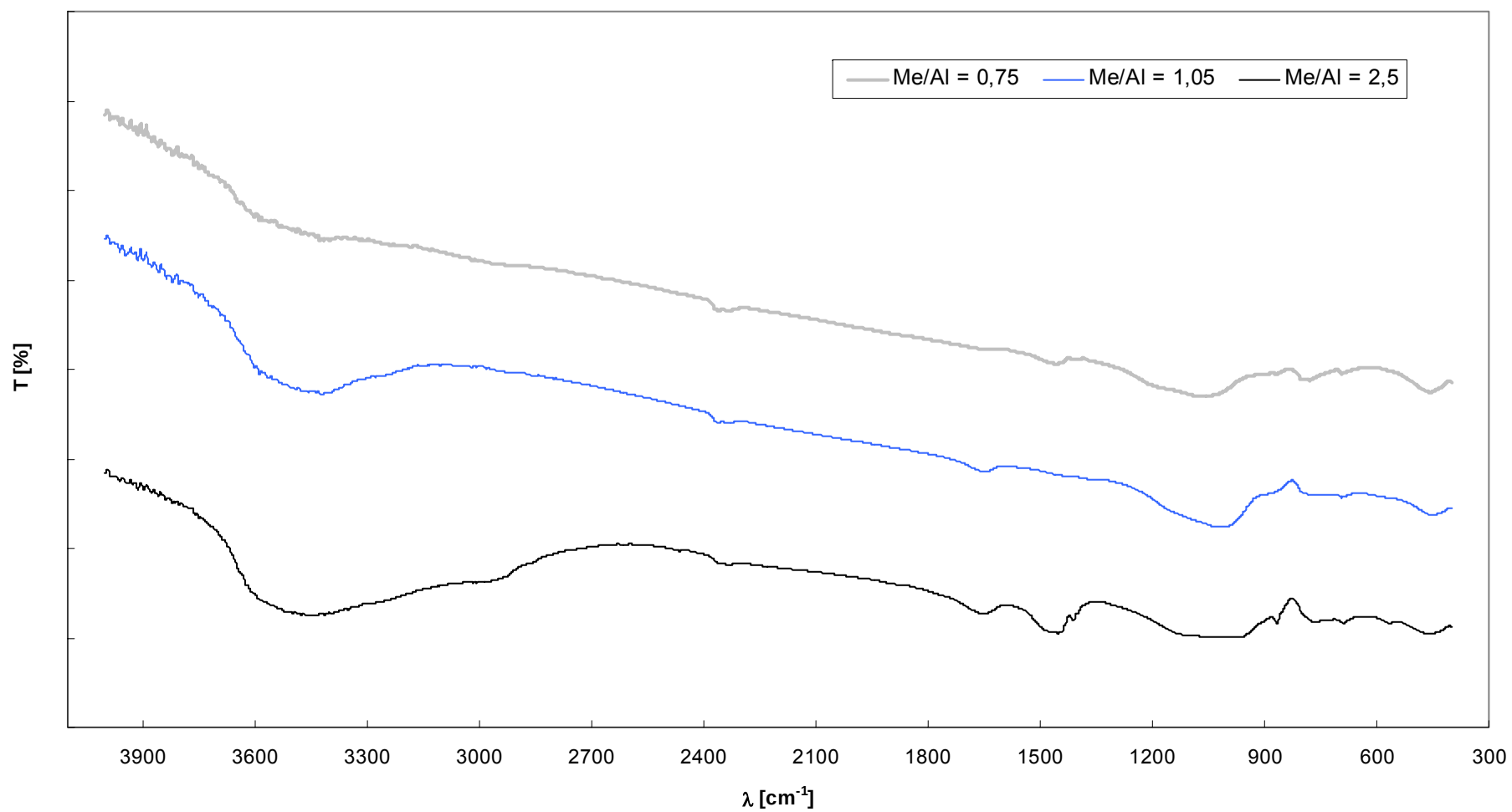
Příloha 3: Porovnání FTIR spekter neaktivované suroviny S-N, SiO₂, Al₂O₃, aktivované suroviny S-N a geopolymerního materiálu.



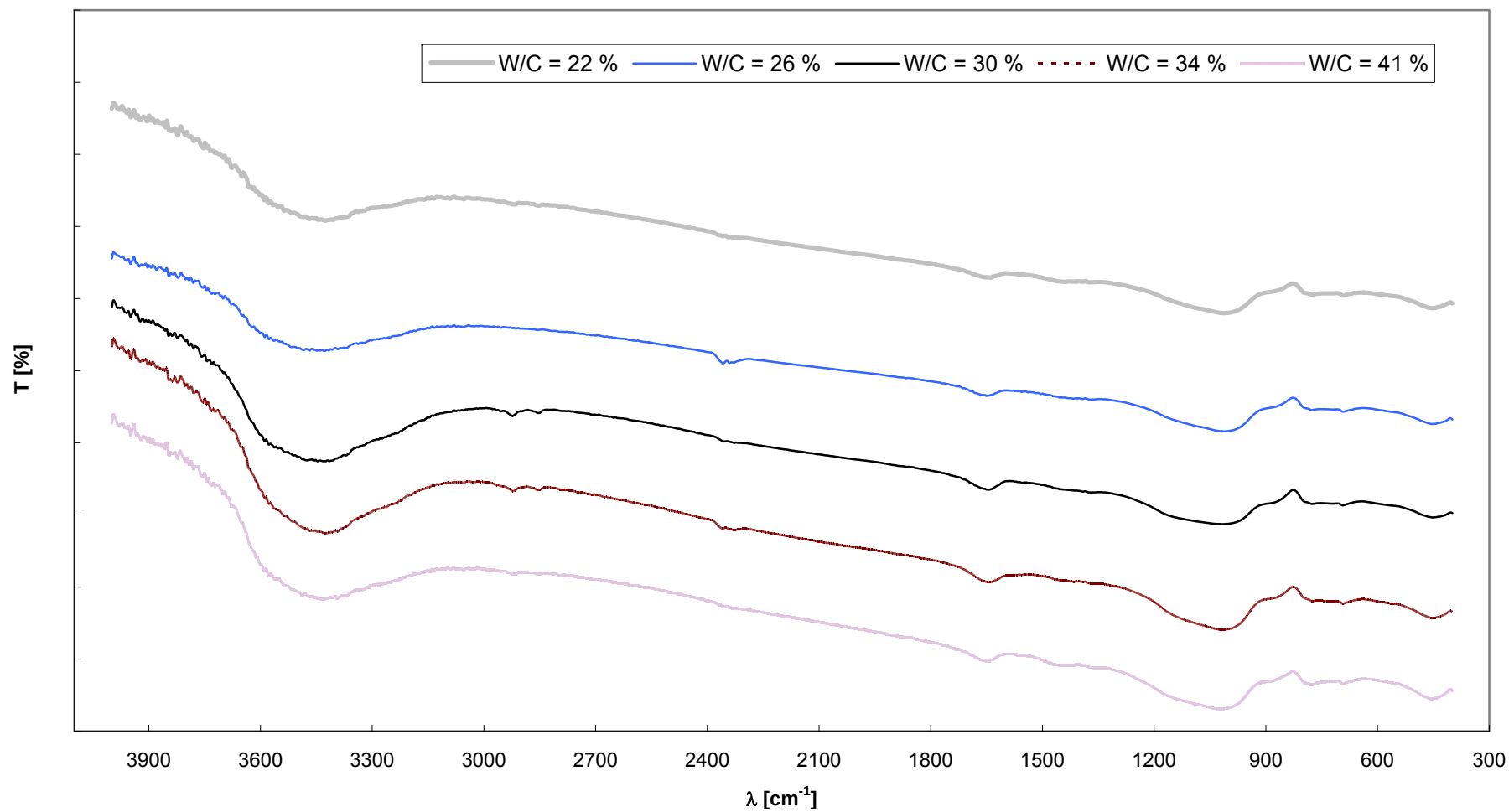
Příloha 4: Porovnání FTIR spekter vzorků geopolymerního materiálu při studiu vlivu molárního poměru Si/Al



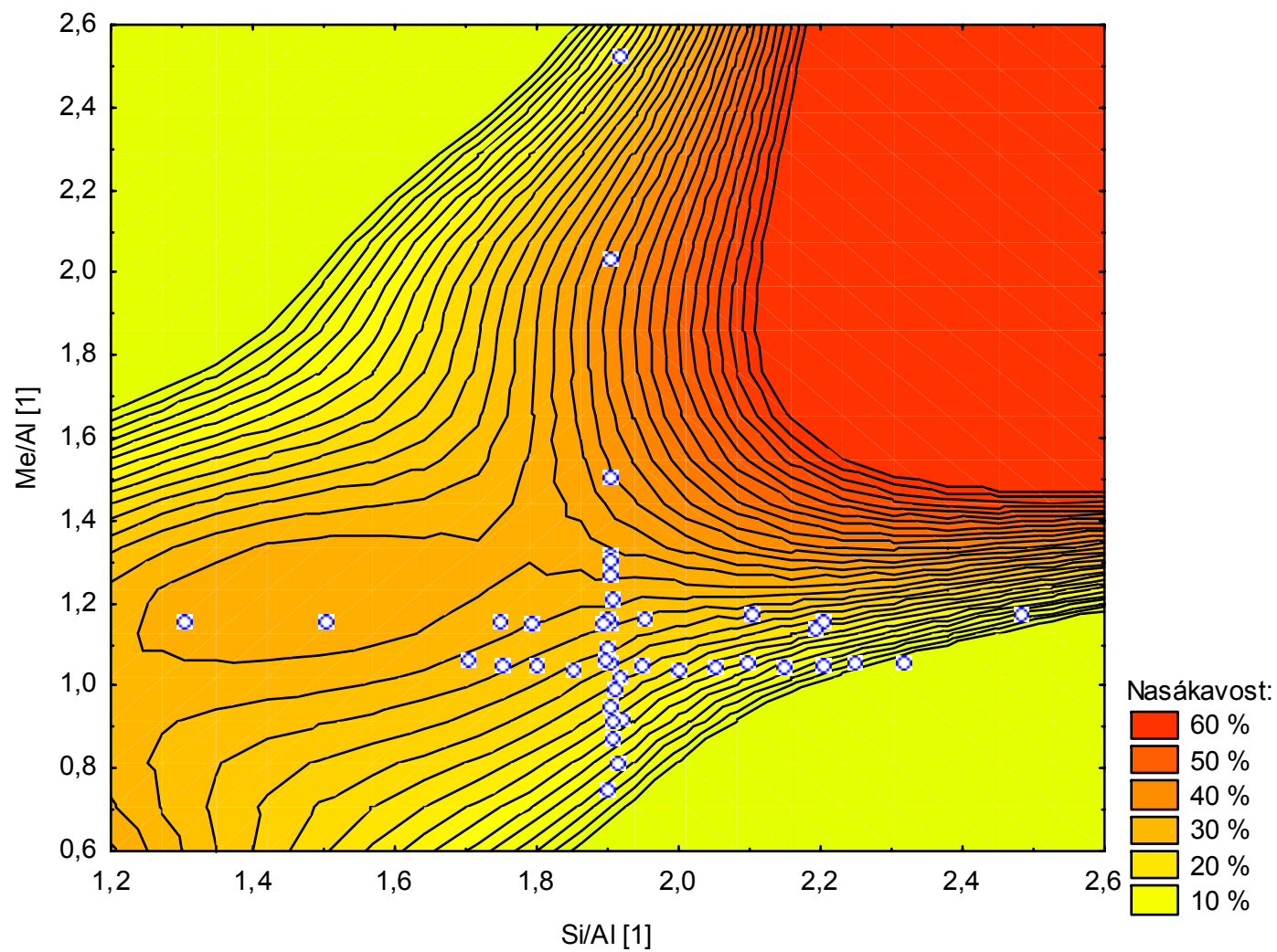
Příloha 5: Porovnání FTIR spekter vzorků geopolymerního materiálu při studiu vlivu molárního poměru Me/Al



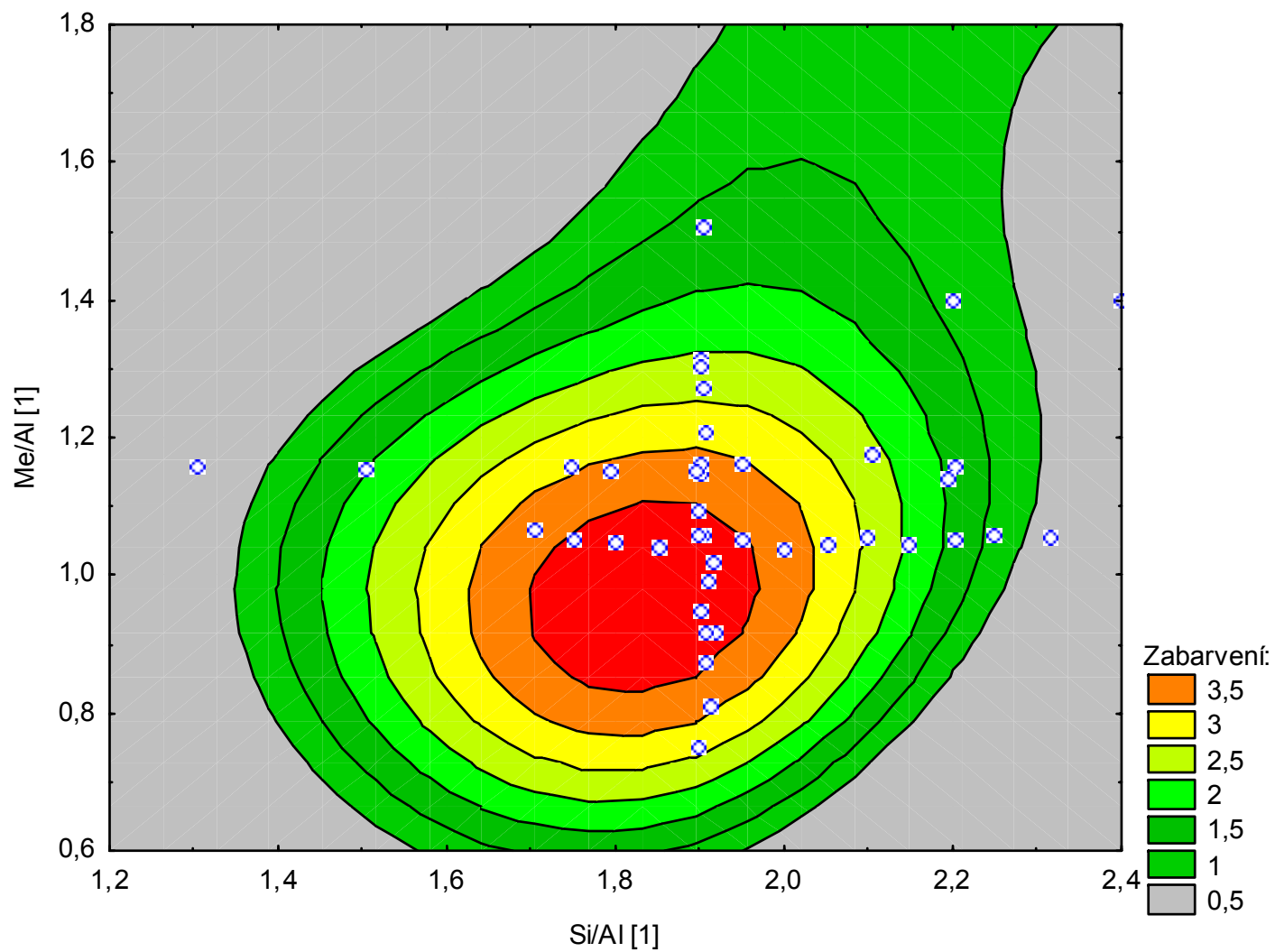
Příloha 6: Porovnání FTIR spekter vzorků geopolymerního materiálu při studiu vlivu molárního poměru W/C



Příloha 7: Vrstevnicový graf závislosti nasákavosti (δ) na molárních poměrech Si/Al a Me/Al



Příloha 8: Vrstevnicový graf výskytu sodalitových struktur v geopolymery v závislosti na molárních poměrech Si/Al a Me/Al



Příloha 9: Srovnání XRD záznamů vybraných vzorků

