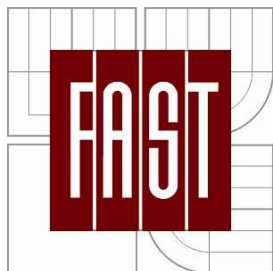


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ



FAKULTA STAVEBNÍ
ÚSTAV TECHNOLOGIE STAVEBNÍCH HMOT
A DÍLCŮ

Teze doktorské disertační práce na téma:

REOLOGIE VISKÓZNÍCH MODIFIKOVANÝCH PAST NA BÁZI PORTLANDSKÉHO CEMENTU URČENÝCH KE TVÁŘENÍ EXTRUZÍ

Studijní obor:

3911V006 Fyzikální a stavebně materiálové inženýrství

AUTOR PRÁCE

Ing. Petr Tihlařík

VEDOUCÍ PRÁCE

prof. Ing. Marcela Fridrichová, CSc.

BRNO 2015

OBSAH:

1. CÍL	3
2. METODIKA	4
2.1 Příprava past určených k extruzi a jejich reologická charakteristika	4
2.2 Příprava vláknocementových směsí určených k extruzi a jejich reologická charakteristika	4
2.3 Charakteristika vlastností zatvrdlých vláknocementových vzorků	4
3. DOSAŽENÉ VÝSLEDKY	6
3.1 Příprava past určených k extruzi a jejich reologická charakteristika	6
3.2 Systém voda – derivát celulózy	8
3.3 Systém voda – derivát celulózy – cement	9
3.4 Hodnocení past na bázi portlandského cementu bez obsahu rozptýlené vláknové výztuže vzhledem k binghamovu modelu	9
3.5 Srovnávací měření na rotačním viskozimetru	13
3.6 Příprava vláknocementových směsí určených k extruzi a jejich reologická charakteristika	15
3.6.1 Systém voda – derivát celulózy – cement – rozptýlená vláknová výztuž Kuralon A-8- 1,8Dx6mm	15
3.6.2 Systém voda – derivát celulózy – cement – mikroocelová rozptýlená vláknová výztuž Krampe DM 6mm.	17
3.7 Charakteristika vlastností zatvrdlých vláknocementových vzorků	17
4. DISKUSE VÝSLEDKŮ	21
5. ZÁVĚR	24
6. POUŽITÁ LITERATURA	26
7. CURRICULUM VITEA AUTORA	28
8. PUBLIKAČNÍ ČINNOST	29

1. CÍL

Plastické tváření keramického těsta je průmyslově široce uplatňovaným technologickým procesem, zatímco hmoty na bázi portlandského cementu jsou tímto způsobem zpracovávány jen velmi málo. Keramické těsto vykazuje pružné chování v daleko menší míře než hmoty na bázi portlandského cementu. Hmoty na bázi portlandského cementu jsou potom obecněji mnohem náročnější na plastické tváření. Tato disertační práce se zabývá studiem optimalizace hmot na bázi portlandského cementu určených ke tváření extruzí.

vědeckým přínosem bude:

- studium vlivů aditiv na chování viskózních modifikovaných past na bázi portlandského cementu určených ke kontinuálnímu tváření extruzí, především pak vliv derivátu celulózy na charakteristiku systému.
- studium vlivu rozptýlené vláknové výztuže na chování viskózních modifikovaných past na bázi portlandského cementu určených ke kontinuálnímu tváření extruzí.
- další optimaliza receptury viskózních past na bázi portlandského cementu za účelem snížení pružnosti čerstvé hmoty a zvýšení tvarové stability.

aplikačním přínosem bude:

- optimalizace vlastností vysokoviskózních hmot na bázi portlandského cementu s ohledem na snížení jejich pružnosti v čerstvém stavu a tím optimalizaci vlastností čerstvé hmoty pro zvýšení extrudovatelnosti těchto hmot.

2. METODIKA

2.1 Příprava past určených k extruzi a jejich reologická charakteristika

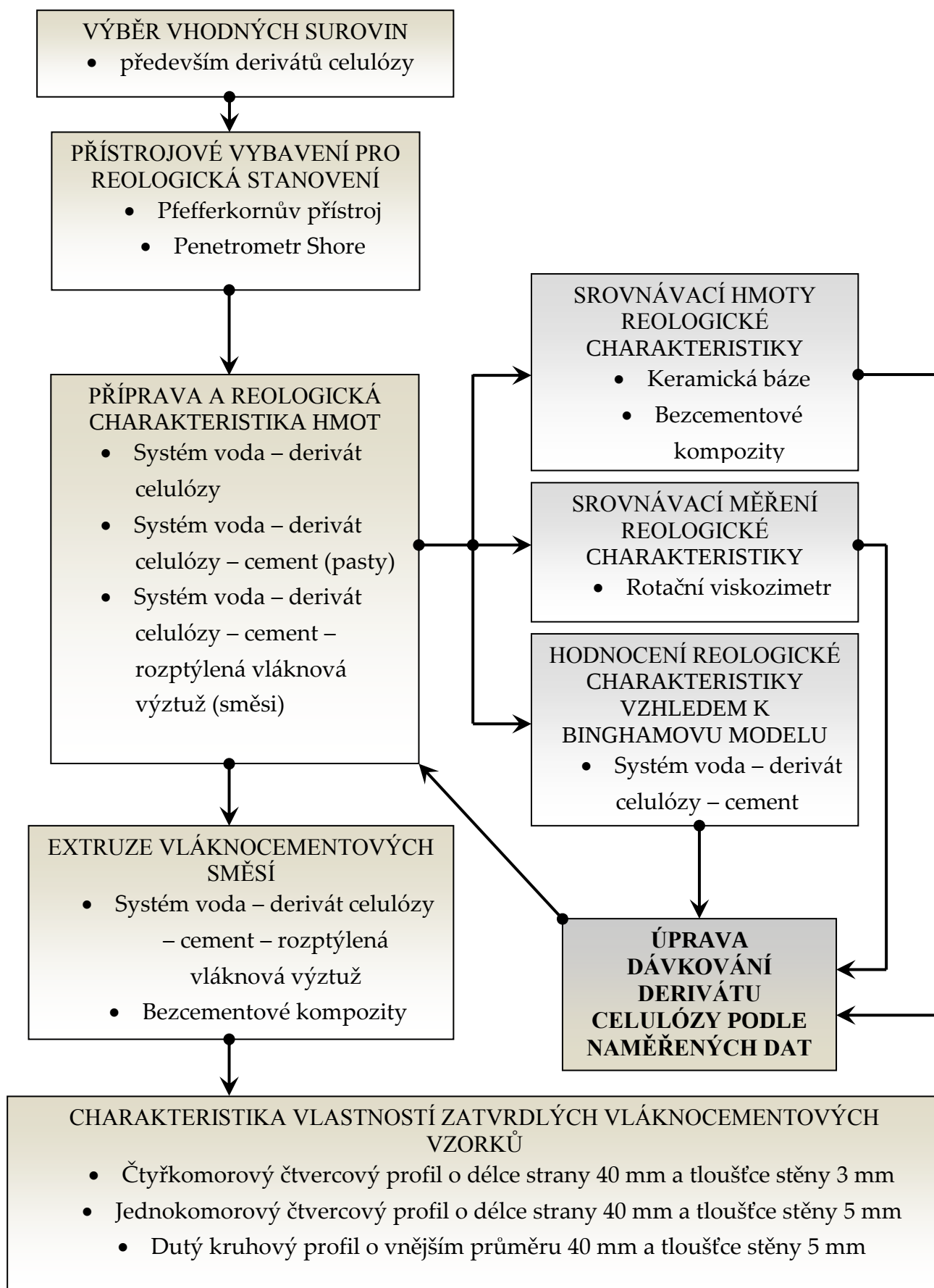
Ze vstupních surovin budou hnětením na dvouhřídelovém hnětači připraveny pasty na bázi portlandského cementu určené pro následnou přípravu extrudovatelných hmot. Vhodnými metodami bude popsána reologie past. Stejným způsobem bude provedena příprava těst na bázi keramiky a bude proveden popis jejich reologického chování. Výsledky měření pro obě materiálové báze budou porovnány a bude diskutována odlišnost reologického chování čerstvých past na bázi portlandského cementu a těst na bázi keramiky.

2.2 Příprava vláknocementových směsí určených k extruzi a jejich reologická charakteristika

Bude provedena příprava vláknocementových směsí na bázi portlandského cementu s následnou extruzí a bude sledován vliv rozptýlených vláknových výztuží na reologické chování čerstvých směsí s důrazem na kvalitu tvaru vzorků. Budou použity různé typy rozptýlených vláknových výztuží s ohledem na úpravu fyzikálně-mechanických parametrů extrudovaných vzorků a s ohledem na kvalitu tvaru vzorků.

2.3 Charakteristika vlastností zatvrdlých vláknocementových vzorků

Budou sledovány vlastnosti zatvrdlých vláknocementových vzorků s ohledem na použitý typ a množství rozptýlené vláknové výztuže.

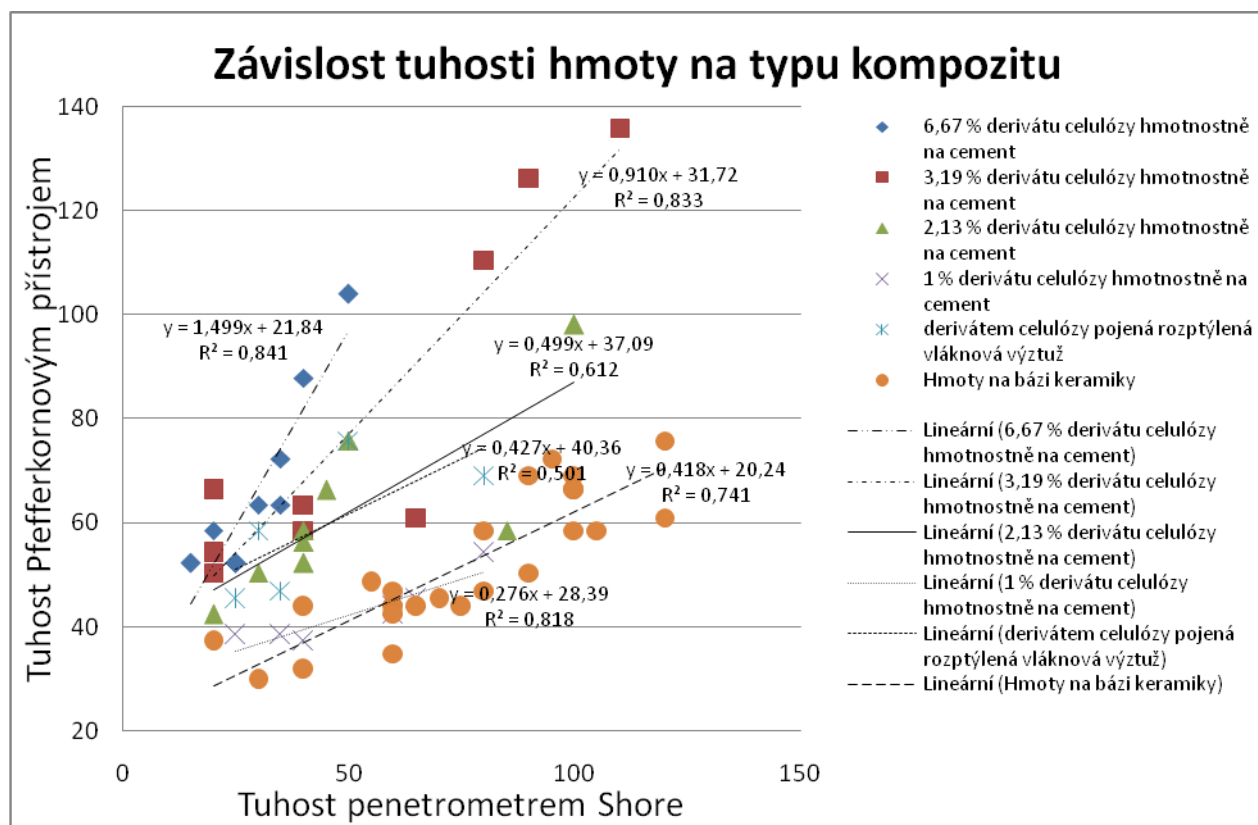


Obr. 15: Metodické schéma

3. DOSAŽENÉ VÝSLEDKY

3.1 Příprava past určených k extruzi a jejich reologická charakteristika

Pasty obsahovaly hydroxypropyl methyl celulózu SunCell F65000 v množství 1 % a 6,67 % a hydroxypropyl methyl celulózu TerCel BCF 6M v množství 2,13 % a 3,19 %. Deklarovaná hodnota viskozity obou přísad se výrazně liší. Dalším faktorem je fakt, že deklarovaná hodnota viskozity se stanovuje ve vodném roztoku (tedy při pH blízkém hodnotě 7), zatímco prakticky je příprava past realizována v silně zásaditém prostředí, jež může mít na chování derivátu celulózy vliv. Prakticky je pak obtížné pozorovat rozdíly v použitém typu hydromodifikátoru.



Obr. 2: Graf závislosti tuhosti na složení

Bylo provedeno srovnání reologického chování několika různých hmot, viz graf na obr. 2. Oproti obdobnému grafu prezentovanému v teziích došlo ke zpřesnění.

Z grafického znázornění je patrné, že:

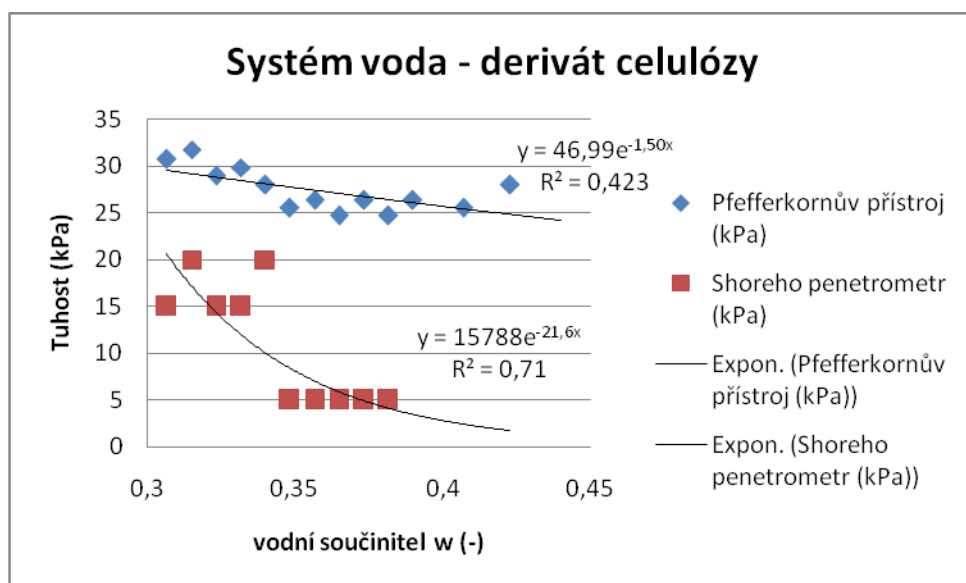
- pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC 1 % disponuje přibližně stejnou hodnotou tuhosti jako hmota na bázi keramiky. Vizually byla ale u pasty na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC 1 % pozorována výrazně nižší plasticita než u hmot na bázi keramiky. U pasty na bázi portlandského cementu nebylo vizuálně dosaženo výrazně plastického stavu (pasta by se dala přibližně přirovnat k čerstvě naorané ornici – tužší konzistence se sklonem k trhání pasty při namáhání). Tento rozdíl se bohužel nepodařilo kvantifikovat. Situace u pasty na bázi portlandského cementu se výrazně změnila s vyšší dávkou HPMC.
 - rozptýlená vláknová výztuž pojená gelem HPMC (bez cementové kompozity) disponuje přibližně stejnou hodnotou tuhosti jako pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC cca 2 %.
 - pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC cca 2 % vykazuje znatelně vyšší hodnoty tuhostí než pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC cca 1 %.
- Obdobně pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC cca 3 % dosahuje znatelně vyšší hodnoty tuhostí než pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC cca 2 %. Následně pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC cca 6 % vykazuje znatelně vyšší hodnoty tuhostí než pasta na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC cca 3 %.

U vyšších dávek HPMC do pasty na bázi portlandského cementu bylo vizuálně dosaženo plastického stavu srovnatelného s hmotou na bázi keramiky.

Sklony k lepivosti pasty na bázi portlandského cementu s obsahem HPMC 2 % a více se u past s tuhostí nad cca 30 kPa neprojevovaly. Dostatečné dohuštění pasty na bázi portlandského cementu způsobovalo „zgumovatění“ pasty přičemž trhání bylo výrazně omezeno. Vizually se v hnětači snadno tvořily „listy“ plastické pasty (báze portlandského cementu) o tloušťce několika málo milimetrů.

3.2 Systém voda – derivát celulózy

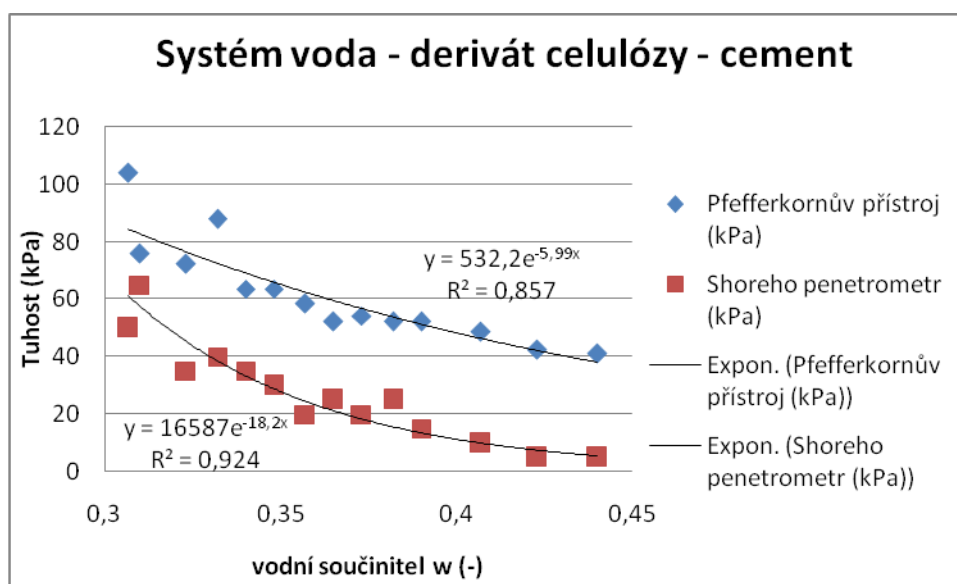
Byly připraveny hmoty smícháním derivátu celulózy a vody, následně bylo provedeno měření reologické charakteristiky Pfefferkornovým přístrojem a penetrometrem Shore. Byl zaznamenán nárůst smykového napětí v závislosti na množství vody stanoveného metodami Pfefferkornova přístroje a penetrometrem Shore. U systému voda – derivát celulózy se projevila vzájemná nehomogenita mezi měřeními Pfefferkornovým přístrojem a penetrometrem Shore daleko razantněji, než u systému voda – derivát celulózy – cement, viz obr. 3. Svědčí o tom hodnoty koeficientů získaných rovnic, které jsou u systému voda – derivát celulózy – cement mnohem vyrovnanější. Dá se předpokládat, že tuto vzájemnou nehomogenitu způsobuje mnohem nižší podíl tuhých částic v systému a vnitřní tření, jež je v systému voda – derivát celulózy mnohem nižší. Křivka z měření Pfefferkornovým přístrojem je vždy plošší.



Obr. 3: Závislost mezi tuhostí a vodním součinitelem v systému voda – derivát celulózy

3.3 Systém voda – derivát celulózy – cement

Byly připraveny hmoty hnětením derivátu celulózy, portlandského cementu a vody. Následně bylo provedeno měření reologické charakteristiky Pfefferkornovým přístrojem a penetrometrem Shore. Byl zaznamenán nárůst smykového napětí v závislosti na množství vody stanoveného metodami Pfefferkornova přístroje a penetrometrem Shore, viz obr. 4.



Obr. 4: Závislost mezi tuhostí a vodním součinitelem v systému voda – derivát celulózy – portlandský cement

3.4 Hodnocení past na bázi portlandského cementu bez obsahu rozptýlené vláknové výztuže vzhledem k binghamovu modelu

Pro hodnocení předpokládáme, že rychlostní gradient měření Shoreho penetrometrem je blízký nule:

$$\lim v_{Sh} = 0$$

Pozn.1: Hypotetická směrnice jako spojnice vzniklých bodů nepředstavuje reogramy hmot.

Přímky směřující nahoru ukazují na Newtonské chování hmot (chování bližší jednodušším, ideálním modelům – pro cementové pasty se obvykle uplatňuje Binghamův dvousložkový model), po dosažení meze toku se zvyšujícím se rychlostním gradientem tuhost hmoty pouze stoupá.

Pro Binghamův dvousložkový model platí že, závislost rychlostního gradientu a meze toku je přímková, ale neprochází počátkem. Za příčinu plastického chování se pokládá vytvoření trojrozměrné struktury v nepohyblivé kapalině. Jednotlivé částice jsou k sobě vázány různými silami (např. van der Waalsovými silami). Po rozbití struktury dochází k toku. Závislost mezi napětím na mezi toku a rychlostním gradientem má obvykle lineární průběh, méně častý je průběh nelineární.

Pro přímky směřující dolů bude charakteristické chování Neneutonské, strukturně viskózní. Chování pasty bude nejspíše odpovídat Binghamově třísložkové hmotě, Kelvinově hmotě, Maxwellově hmotě, nebo Maxwell – Švedov – Kelvinově hmotě.

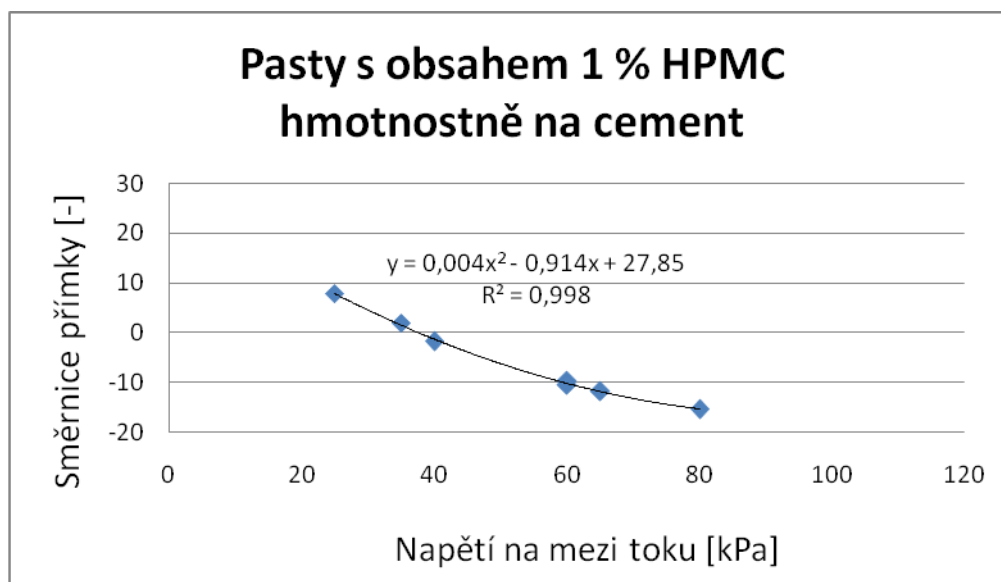
Na základě naměřených hodnot tuhostí Pfefferkornovým přístrojem a penetrometrem Shore a teoretické hodnoty rychlostního gradientu pro obě metody (pro Shoreho penetrometr předpokládejme hodnotu blízkou nule a pro Pfefferkornův přístroj asi $1,69 \text{ m.s}^{-1}$) lze pak předpokládat, že směrnice přímky je funkcí obsahu derivátu celulózy.

Obr. 5 až 8 demonstrují, jak se zvyšujícím se množstvím derivátu celulózy dochází ke změně hodnot tuhostí. Se zvyšující se dávkou derivátu celulózy stoupá hodnota naměřená při vyšším rychlostním gradientu oproti hodnotám naměřeným při nízké hodnotě rychlostního gradientu. Dá se tedy předpokládat, že se zvyšujícím se množstvím derivátu celulózy se bude pasta chovat více plasticky a bude se více blížit Newtonským kapalinám, bude vykazovat ideálnější chování.

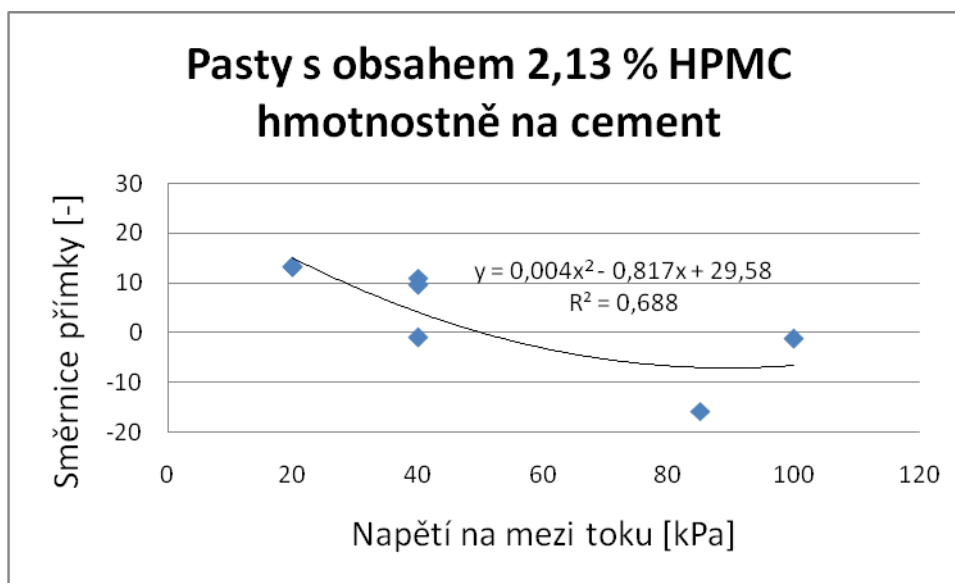
Chování hmot s obsahem derivátu celulózy kolem jednoho procenta bude spíše Neneutonské a to podle Binghamovy třísložkové hmoty, Kelvinovy hmoty, Maxwellovy hmoty, nebo Maxwell – Švedov – Kelvinovy hmoty. Pasta se chová strukturně viskózně.

Chování hmot s množstvím derivátu celulózy převyšujícím jedno procento hmotnostně na cement bude více Newtonské. Pasta se bude chovat více jako ideální hmota, nejspíše jako Binghamova dvousložková hmota.

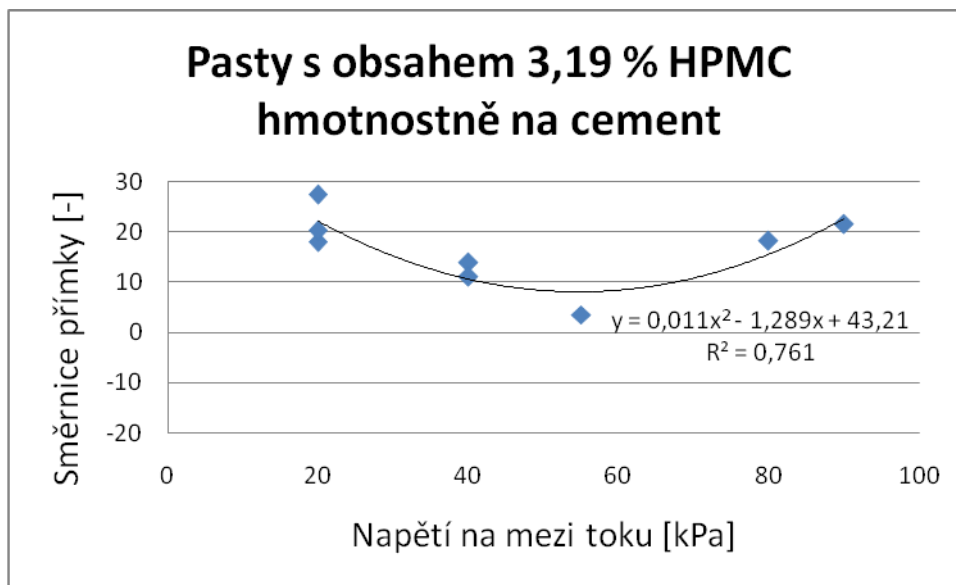
Zahušťování cementové suspenze pomocí derivátu celulózy zřejmě způsobuje zvýšení náboje odpudivé elektrostatické dvouvrstvy a van der Waalsovy přitažlivé síly pak tuto bariéru nepřekonají. Výsledkem je pak vyšší stabilita systému, jež se projevuje právě eliminací neneutronovských odchylek v reologii látky.



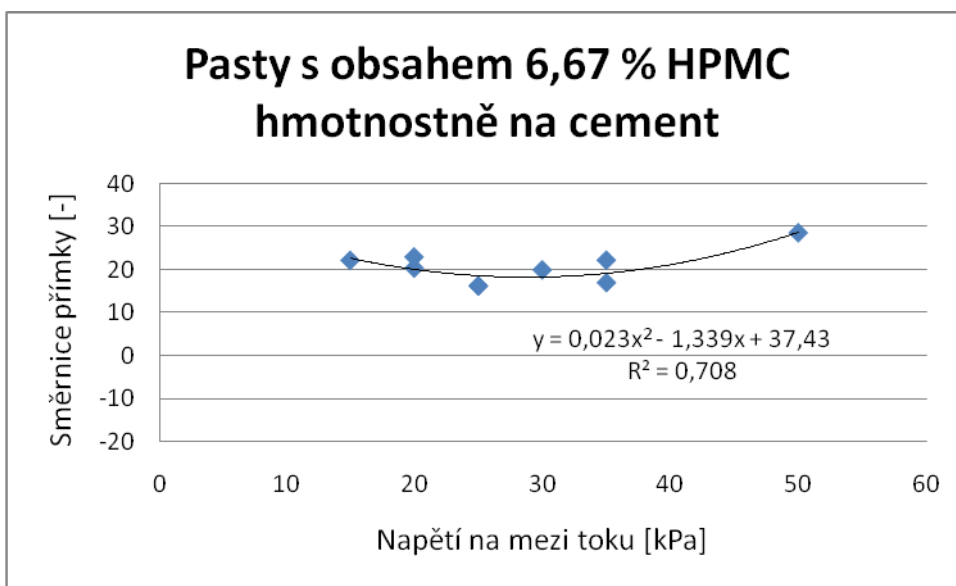
Obr. 5: Graf závislosti tuhosti penetrem Shore přibližně odpovídající tuhosti na mezi toku na reologickém chování past na bázi portlandského cementu s množstvím derivátu celulózy 1 % hmotnostně na cement



Obr. 6: Graf závislosti tuhosti penetrem Shore přibližně odpovídající tuhosti na mezi toku na reologickém chování past na bázi portlandského cementu s množstvím derivátu celulózy 2,13 % hmotnostně na cement



Obr. 7: Graf závislosti tuhosti penetrem Shore přibližně odpovídající tuhosti na mezi toku na reologickém chování past na bázi portlandského cementu s množstvím derivátu celulózy 3,19 % hmotnostně na cement



Obr. 8: Graf závislosti tuhosti penetrem Shore přibližně odpovídající tuhosti na mezi toku na reologickém chování past na bázi portlandského cementu s množstvím derivátu celulózy 6,67 % hmotnostně na cement

Na základě dosažených výsledků lze pak předpokládat, že směrnice přímky je funkcí obsahu derivátu celulózy.

3.5 Srovnávací měření na rotačním viskozimetru

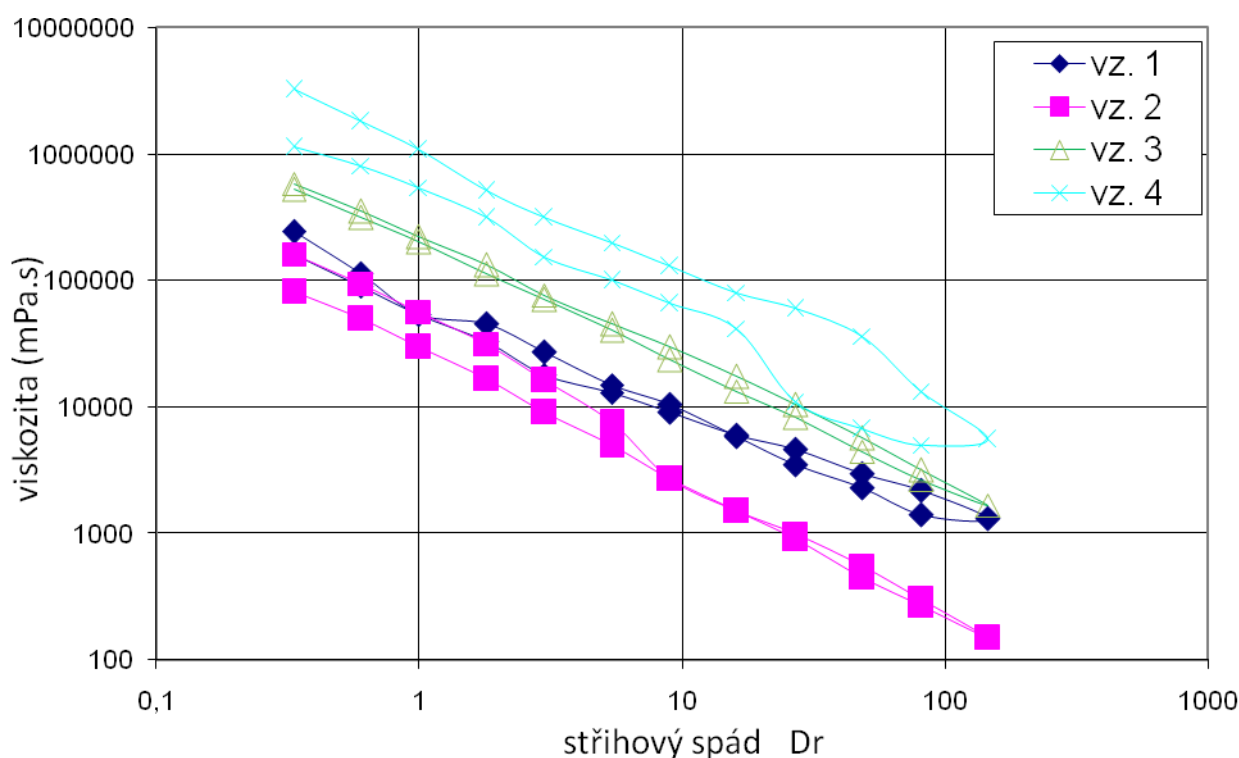
Bylo provedeno srovnávací měření na rotačním viskozimetru u čtyř hmot.

Vzorek 1 reprezentuje recepturu 205. Tato pasta na bázi portlandského cementu obsahovala 1 % derivátu celulózy SunCell F65000 a neobsahovala superplastifikátor.

Vzorek 2 představuje recepturu 206. Pasta na bázi portlandského cementu obsahovala 1 % derivátu celulózy a 2 % superplastifikátoru hmotnostně na portlandský cement.

Vzorek 3 udává recepturu číslo 206B. Pasta na bázi portlandského cementu disponovala 3 % derivátu celulózy a 2 % superplastifikátoru hmotnostně na portlandský cement.

Vzorek 4 reprezentuje recepturu 144. Jedná se o hmotu na bázi keramiky.

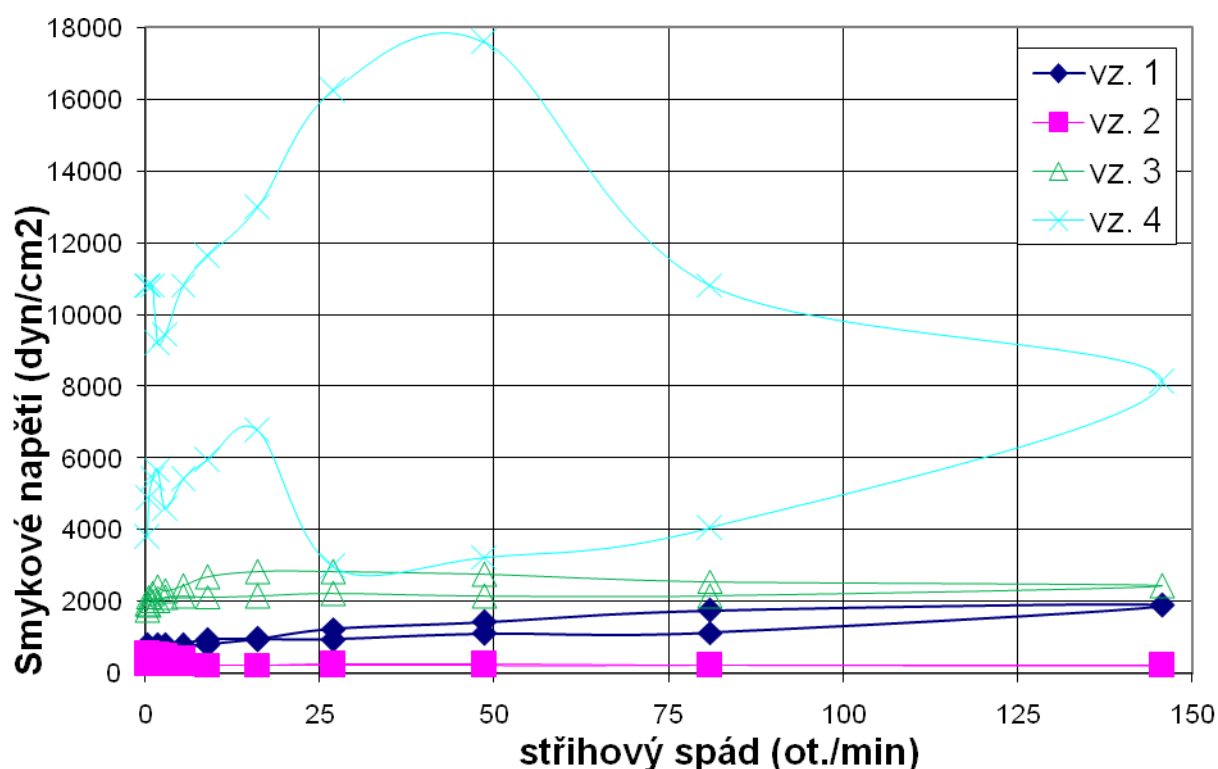


Obr. 9: Reogramy referenčních past, výstup z rotačního viskozimetru

Nejvyšší viskozitou disponovala podle výsledků z měření rotačním viskozimetrem receptura báze keramiky (obr. 9).

Následovala cementová pasta s obsahem HPMC 3 % a 2 % přídavkem superplastifikátoru hmotnostně na cement, dále cementová pasta s obsahem HPMC 1 % bez superplastifikátoru a konečně nejnižší viskozitu měla pasta s obsahem HPMC 1 % a 2 % přídavkem superplastifikátoru.

Obr. 10 dokresluje, jak se postupným přidáváním derivátu celulózy a superplastifikátoru v reogramu neustále přibližujeme křivce hmoty na bázi keramiky. Se zvyšující se dávkou derivátu celulózy se hmota na bázi portlandského cementu více blíží chování hmoty na bázi keramiky



Obr. 10: Reogramy referenčních past, výstup z rotačního viskozimetru

Tabulka 1 porovnává hodnoty tuhostí jednotlivých záměsů pro měření na rotačním viskozimetru. Hodnoty tuhostí byly získány měřením na Pfefferkornově přístroji a Shoreho penetrometru.

Tabulka 1: Tabulka srovnání tuhostí referenčních past pro měření na rotačním viskozimetru. Záměsy seřazeny sestupně podle dosažené tuhosti pomocí rotačního viskozimetru

Sledovaná vlastnost	Označení vzorku			
	144	206B	205	206
Výška vzorku po deformaci Pfefferkornovým přístrojem [mm]	19	20,5	19,5	13,5
Tuhost penetremetrem Shore [kPa]	45	20	45	-

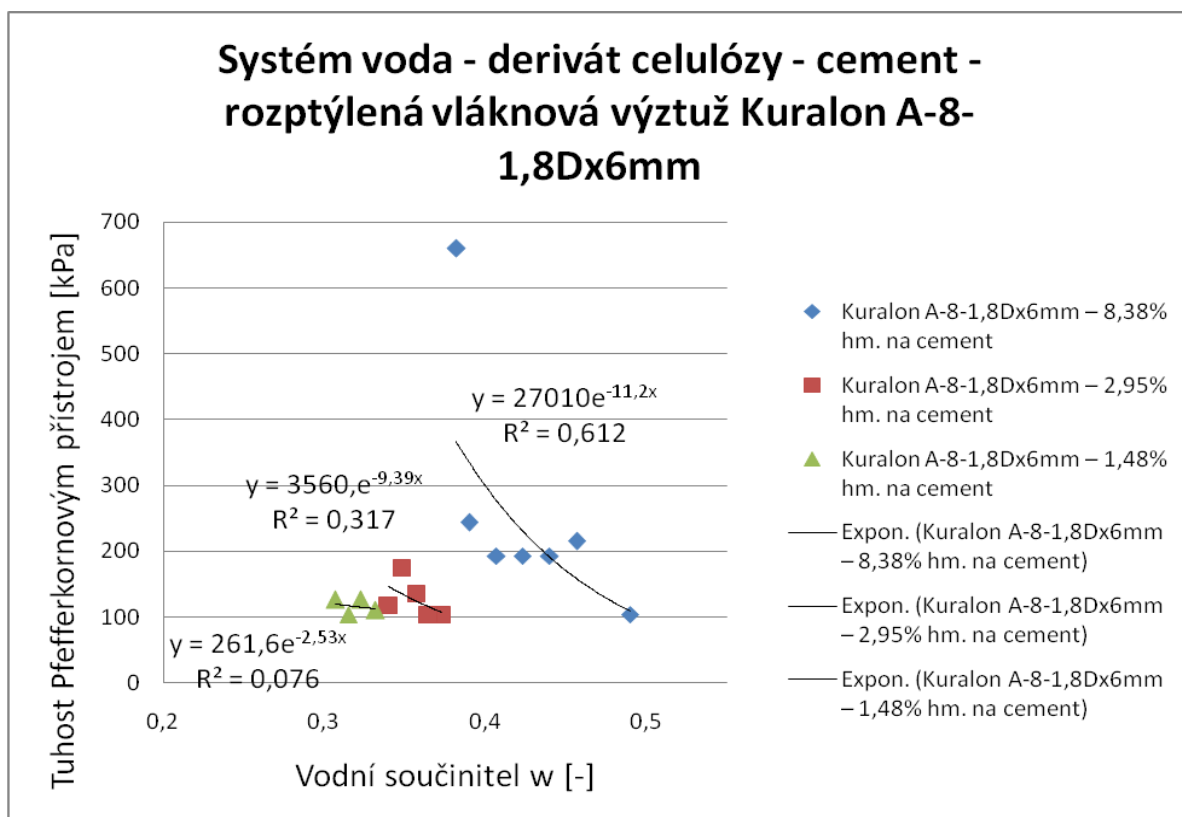
Podle výsledků měření na rotačním viskozimetru se jeví být hmota na bázi portlandského cementu s vyšší dávkou derivátu celulózy bližší hmotě na bázi keramiky, než hmota na bázi portlandského cementu s nižší dávkou derivátu celulózy. Jinak řečeno, se zvyšující se dávkou derivátu celulózy se hmota na bázi portlandského cementu více blíží chování hmoty na bázi keramiky.

3.6 Příprava vláknocementových směsí určených k extruzi a jejich reologická charakteristika

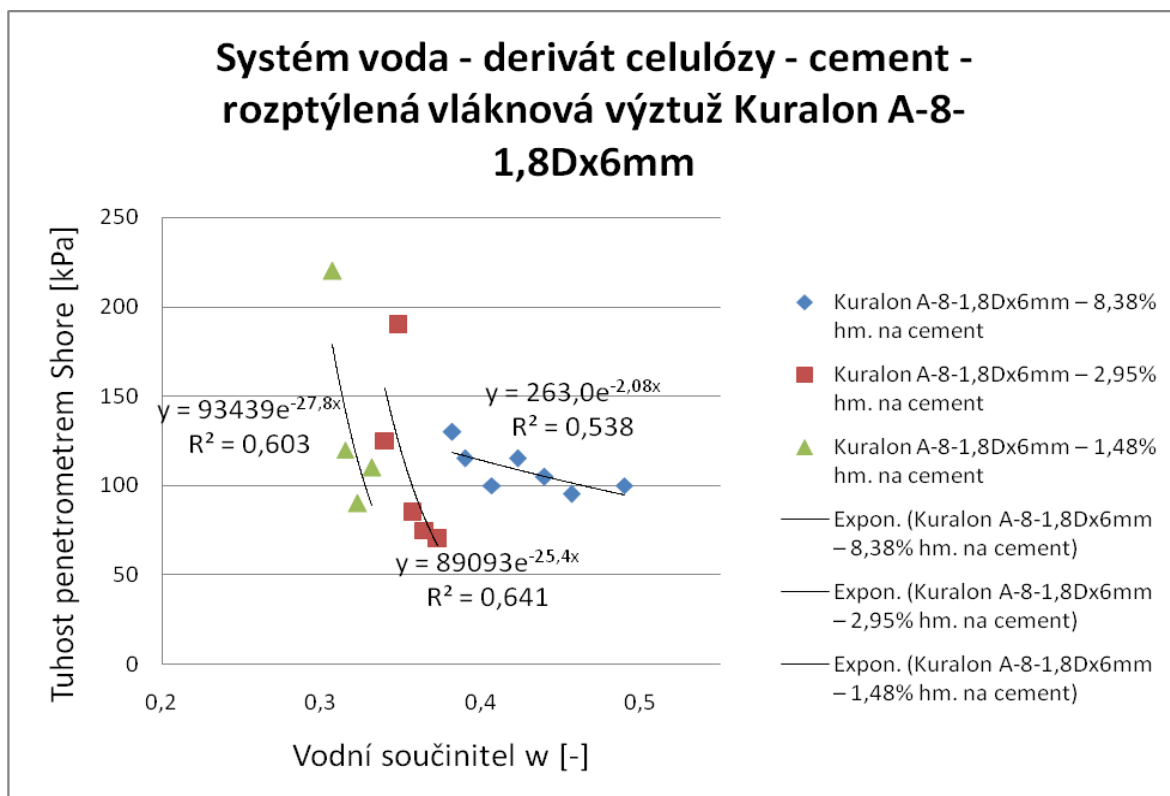
3.6.1 Systém voda – derivát celulózy – cement – rozptýlená vláknová výztuž Kuralon A-8-1,8Dx6mm

Obr 11 a 12 udávají vliv dávky rozptýlené vláknové výztuže a vodního součinitele na smykové napětí (tuhost směsi). Byl pozorován skokový nárůst smykového napětí v úzkém rozmezí hodnot vodního součinitele hmot na bázi portlandského cementu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže Kuralon A-8-1,8Dx6mm a to pro obě metody stanovení (Shoreho penetrometr a Pfefferkornův přístroj). Pro hmoty s obsahem nízkomodulové rozptýlené vláknové výztuže Kuralon A-8-1,8Dx6mm v množství 8 procent hmotnostně na cement se jako „indikátor“ skokového nárůstu smykového napětí osvědčila metoda Pfefferkornovým přístrojem. Zatímco pro hmoty s obsahem nízkomodulové rozptýlené výztuže Kuralon A-8-1,8Dx6mm 1,5 a 3 procenta hmotnostně na cement se jako „indikační“ metoda stanovení skokového nárůstu smykového napětí osvědčila metoda stanovení Shoreho penetrometrem.

Obr. 11 a 12 demonstrují, jak dávka rozptýlené vláknové výztuže Kuralon A-8-1,8Dx6mm ovlivňuje hodnoty smykového napětí měřeného Pfefferkornovým přístrojem a Shoreho penetrometrem. Se zvyšujícím se množstvím rozptýlené vláknové výztuže Kuralon A-8-1,8Dx6mm roste hodnota tuhosti vláknocementové hmoty. Pro dávku nízkomodulové rozptýlené výztuže Kuralon A-8-1,8Dx6mm do 1,5 % hmotnostně platí konstantní hodnota smykového napětí (měřeno Pfefferkornovým přístrojem) pro celou škálu hodnot vodního součinitele (smykové napětí Shoreho penetrometrem se bude teoreticky zvyšovat až k nekonečnu). Naopak, zdá se, že existuje mezní dávka rozptýlené vláknové výztuže kdy hodnota napětí měřená penetrometrem Shore bude konstantní a smykové napětí měřené Pfefferkornovým přístrojem bude stoupat až k nekonečnu.



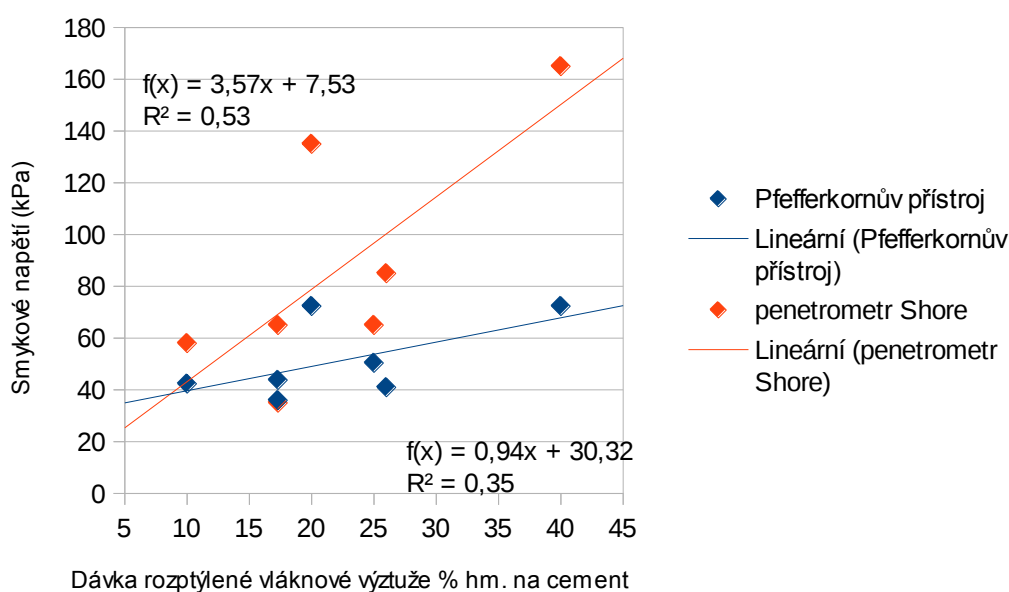
Obr. 11: Graf závislost mezi smykovým napětím stanoveným Pfefferkornovým přístrojem a vodním součinitelem v systému voda – derivát celulózy – cement – rozptýlená vláknová výztuž Kuralon A-8-1,8Dx6mm



Obr. 12: Graf závislost mezi smykovým napětím stanoveným penetrometrem Shore a vodním součinitelem v systému voda – derivát celulózy – cement – rozptýlená vláknová výztuž Kuralon A-8-1,8Dx6mm

3.6.2 Systém voda – derivát celulózy – cement – mikroocelová rozptýlená vláknová výztuž Krampe DM 6mm.

Se zvyšující se dávkou vysokomodulové ocelové rozptýlené vláknové výztuže nabývají hodnoty smykového napětí měřeno penetrem Shore výrazně vyšších hodnot než pomocí Pfefferkornova přístroje, viz obr. 13. Vysokomodulová rozptýlená vláknová výztuž klade odpor vnikajícímu hrotu a měření Shoreho penetrem poskytuje zkreslené hodnoty. Do dávky cca 10 % hmotnostně na cement se neprojevil vliv měřicí metody (viz obr. 13).



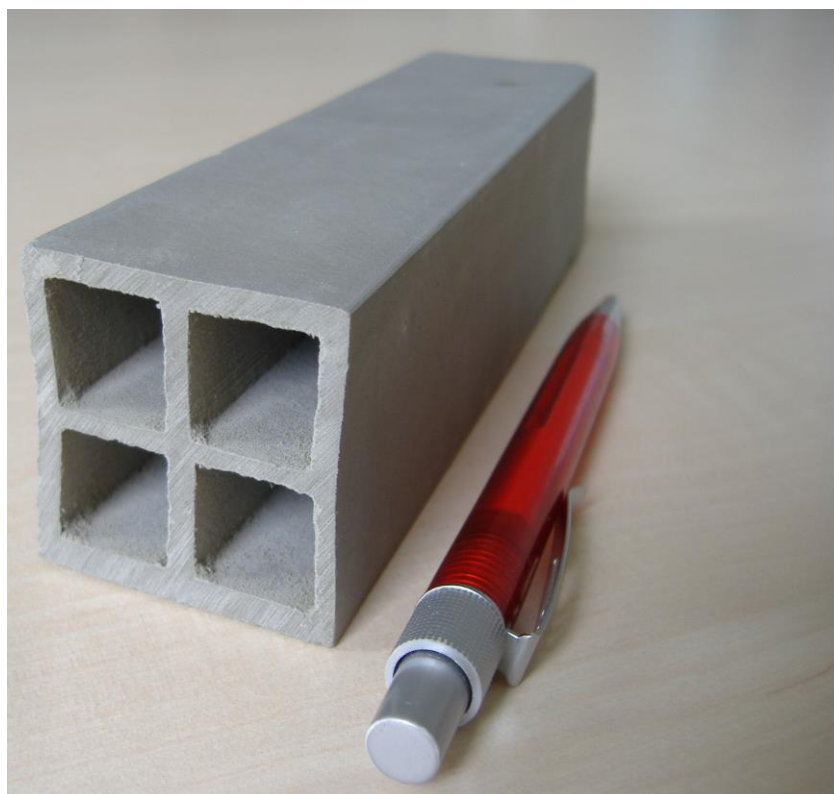
Obr. 13: Graf závislost mezi smykovým napětím a dávkou rozptýlené vláknové výztuže v systému voda – derivát celulózy – cement – rozptýlená vláknová výztuž Krampe DM

3.7 Charakteristika vlastností zatvrdlých vláknocementových vzorků

Přiložené obrázky 14 až 17 znázorňují vybrané vzorky a jejich výrobu. U vzorků na bázi keramiky byly vizuálně odchylky od požadovaného tvaru minimální, bylo provedeno pouze prvotní zkoušky rozměrů, žádný z rozměrů se neodchyloval více než o 0,15 mm a toto již dále nebylo ověřováno měřením, pouze vizuálně.



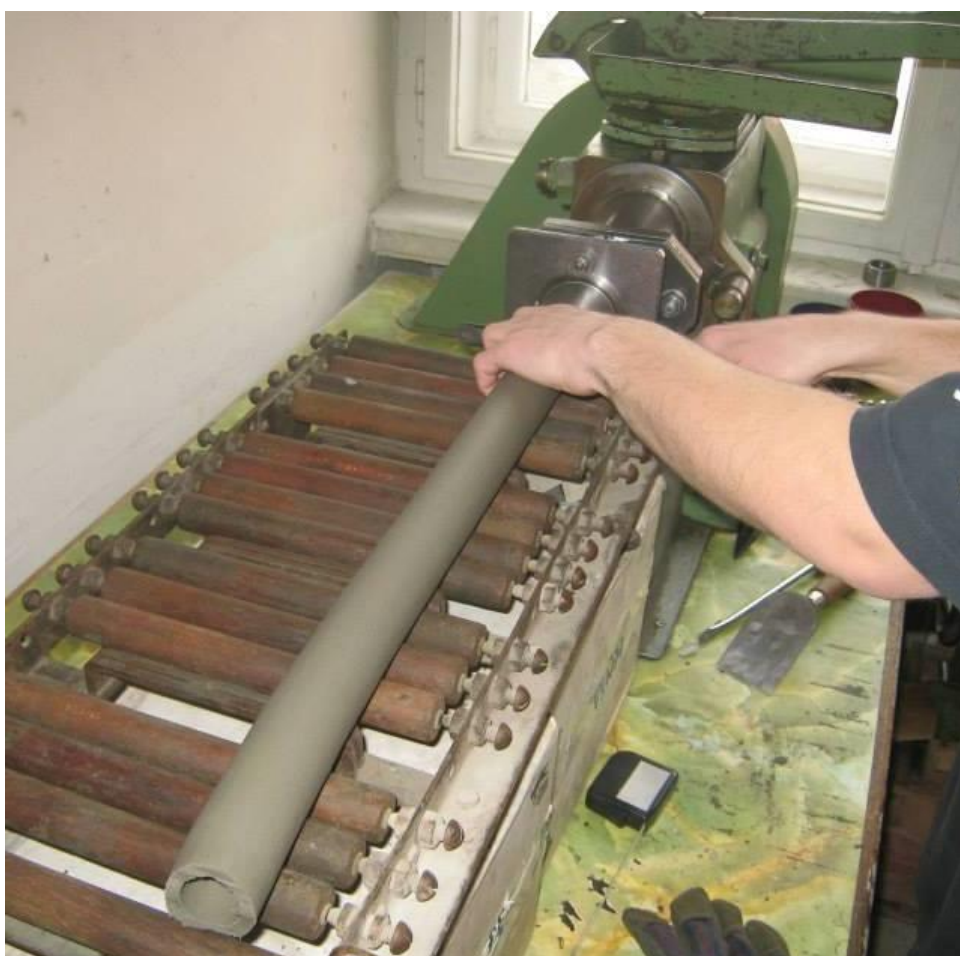
Obr. 14: Extrudované vláknocementové profily s obsahem skelné rozptýlené vláknové výztuže Cem–FIL 70/30 – 12 mm v množství 12 % hmotnostně na portlandský cement – receptura č. 140



Obr. 15: Extrudované vláknocementové profily s obsahem odpadního čedičového vlákna ISOVER v množství 86 % hmotnostně na portlandský cement – receptura č. 197



Obr. 16: Extrudované vláknocementové profily s obsahem mikroocelové rozptýlené vláknové výztuže Krampe DM v množství 40 % hmotnostně na portlandský cement – receptura č. 208



Obr. 17: Extruze vláknocementového profilu o průměru 40 mm a tloušťce stěny 5 mm – receptura č. 140

Tabulka 2 uvádí dosažené hodnoty pevnosti v tahu ohybem na vzorečkách s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže Kuralon. Byly použity 3 typy PVA vlákna o různém dávkování. Vzorky kompozitů vykazovaly pevnost v tahu ohybem v rozsahu 7 – 20 MPa v závislosti na dávce a typu rozptýlené vláknové výztuže a extrudovaném tvaru.

Tabulka 2: Pevnost vláknocementového kompozitu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže Kuralon

Označení vzorku	Pevnost v tahu ohybem po 28 dnech zrání [MPa]	Vzdál. Podpor [mm]	Ohybová síla na mezi únosnosti [N]	Bližší specifikace vlákna KURALON [%]	Dávka vlákna hm. Na cement [%]	Typ profilu
193	12,11	120	-	100L/12	21,83	plný profil
198	10,38		-	A-8-1,8D x 6 mm	11,67	
207B	14,05	140	-	RECS 15x 8 mm	2	
209B	7,18		-	RECS 15x 8 mm	0,4	
207B	13,07	100	-	RECS 15x 8 mm	2	
209B	11,28		-	RECS 15x 8 mm	0,4	
193	20,45	100	-	100L/12	21,83	1 komorový profil
198	12,7		-	A-8-1,8D x 6 mm	11,67	
207B	-	140	2213,5	RECS 15x 8 mm	2	4 komorový profil

Tabulka 3 zachycuje pevnost v tahu ohybem na vzorečkách s obsahem mikroocelové rozptýlené vláknové výztuže Krampe DM. Vláknó má délku 6 mm a průměr 0,15 mm. V závislosti na množství rozptýlené vláknové výztuže a extrudovaném tvaru byly dosaženy hodnoty pevnosti v tahu ohybem v rozsahu 4 – 18 MPa.

Tabulka 3: Pevnost vláknocementového kompozitu s obsahem mikroocelové rozptýlené vláknové výztuže Krampe DM 6 mm

Označení vzorku	Pevnost v tahu ohybem po 28 dnech zrání [MPa]	Vzdál. podpor [mm]	Dávka vlákna hm. na cement [%].	Typ profilu
208	17,98	140	40	plný profil
212	15,24			
213	12,87		20	
218	13,01	200	26	
211	7,15	100	25	
212	17,85		40	
213	12,11		20	
214	7,92		10	
208	9,68	100	40	1 komorový profil
214	3,8		10	
216	5,73		17,3	
217	3,14			
218	6,22		26	

4. DISKUSE VÝSLEDKŮ

Na základě dosažených výsledků lze konstatovat:

- Byly připraveny kompozice derivátu celulózy a vody o různém poměru mísení obou složek, následně bylo provedeno měření reologické charakteristiky Pfefferkornovým přístrojem a penetrometrem Shore. Byl zaznamenán nárůst smykového napětí v závislosti na množství vody.
- Byla připravena pasta hnětením derivátu celulózy, portlandského cementu a vody. Následně bylo provedeno měření reologické charakteristiky Pfefferkornovým přístrojem a penetrometrem Shore. Byl zaznamenán nárůst smykového napětí v závislosti na množství vody.
- Byl zaznamán nárůst tuhosti pasty měřené Pfefferkornovým přístrojem oproti poklesu tuhosti pasty měřené penetrometrem Shore a to při zvyšujícím se množství derivátu celulózy.

- Se zvyšujícím se množstvím derivátu celulózy se měnil poměr mezi naměřenými hodnotami tuhostí při různých hodnotách rychlostního gradientu (pro Shoreho penetrometr předpokládáme hodnotu blízkou nule a pro Pfefferkornův přístroj asi $1,69 \text{ m.s}^{-1}$). Vliv typu hydromodifikátoru (hydroxypropyl methyl celulózy) byl zanedbán.
- Se zvyšujícím se množstvím derivátu celulózy se zvyšuje hodnota naměřená při vyšším rychlostním gradientu (Pfefferkornův přístroj) oproti hodnotám naměřeným při nízké hodnotě rychlostního gradientu (Shoreho penetrometr). Dá se tedy předpokládat, že se zvyšujícím se množstvím derivátu celulózy se bude pasta chovat více plasticky a bude se více blížit Newtonským kapalinám.
- Podle výsledků měření na rotačním viskozimetru se jeví být hmota na bázi portlandského cementu s vyšší dávkou derivátu celulózy bližší hmotě na bázi keramiky, než hmota na bázi portlandského cementu s nižší dávkou derivátu celulózy. Jinak řečeno, se zvyšující se dávkou derivátu celulózy se hmota na bázi portlandského cementu více blíží chování hmoty na bázi keramiky.
- Byl pozorován skokový nárůst smykového napětí v úzkém rozmezí hodnot vodního součinitele u hmot na bázi portlandského cementu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže a to pro obě metody stanovení (Shoreho penetrometr a Pfefferkornův přístroj). Pro hmoty s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže v množství 8 procent hmotnostně na cement se jako „indikátor“ skokového nárůstu smykového napětí osvědčila metoda Pfefferkornovým přístrojem. Zatímco pro hmoty s obsahem PVA rozptýlené výztuže 1,5 a 3 procenta hmotnostně na cement se jako „indikační“ metoda stanovení skokového nárůstu smykového napětí osvědčila metoda stanovení Shoreho penetrometrem.
- Se zvyšujícím se množstvím PVA rozptýlené vláknové výztuže rostla hodnota tuhosti vláknocementové hmoty. Pro dávku PVA rozptýlené výztuže do 1,5 % hmotnostně byla dosažena konstantní hodnota smykového napětí (měřeno Pfefferkornovým přístrojem) pro rozsah hodnot vodního součinitele 0,31 až 0,34. Hodnota smykového napětí Shoreho penetrometrem přitom prudce stoupala.
- Se zvyšující se dávkou vysokomodulové mikroocelové rozptýlené vláknové výztuže nabývaly hodnoty smykového napětí měřeno penetrometrem Shore výrazně vyšších hodnot než pomocí

Pfefferkornova přístroje. Vysokomodulová rozptýlená vláknová výztuž kladla odpor vnikajícímu hrotu a měření Shoreho penetrometrem poskytovalo zkreslené výsledky. Do dávky cca 10 % hmotnostně na cement se tento vliv měřicí metody neprojevil.

- Extrudované hmoty obsahovaly hydroxypropyl methyl celulózy SunCell F65000 v množství 1 % a 6,67 % a hydroxypropyl methyl celulózy TerCel BCF 6M v množství 2,13 % a 3,19 %. Deklarovaná hodnota viskozity obou přísad se výrazně liší a to nejspíše z důvodu rozdílného postupu stanovení. Dalším faktorem je fakt, že deklarovaná hodnota viskozity se stanovuje ve vodném roztoku (tedy při pH blízkém hodnotě 7), zatímco prakticky je příprava past realizována v silně zásaditém prostředí, jež může mít na chování derivátu celulózy vliv. Prakticky pak bylo obtížné pozorovat rozdíly v použitém typu derivátu celulózy.
- Pro kompozity na bázi portlandského cementu s obsahem mikroocelové rozptýlené výztuže (vysokomodulová výztuž) bylo optimalizováno množství derivátu celulózy 1 % hmotnostně na cement. Pro kompozity na bázi portlandského cementu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže bylo optimalizováno množství derivátu celulózy 6,67% hmotnostně na cement.

5. ZÁVĚR

V rámci doktorské disertační práce bylo teoreticky zpracováno chování past a vláknových směsí na bázi portlandského cementu a hmot na bázi keramiky. Přínosem pro praxi je ověření dávkování derivátu celulózy podle typu rozptýlené vláknové výztuže a vědeckým přínosem je modelování reologické charakteristiky s ohledem na dávku derivátu celulózy.

Principiální rozdíl portlandského cementu a keramických surovin pak spočívá ve velikosti částic a z toho vyplývající velikost elektrostaticky nabitě dvouvrstvy vedoucí k ovlivnění reologické charakteristiky systému. Deriváty celulózy se pak u skladeb s obsahem portlandského cementu efektivně uplatňují jako retenční přísady pro vodu (velikost elektrostaticky nabitě dvouvrstvy se zvětšuje).

Byl pozorován skokový nárůst smykového napětí v úzkém rozmezí hodnot vodního součinitele hmot na bázi portlandského cementu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže a to pro dvě integrální metody stanovení (Shoreho penetrometr a Pfefferkornův přístroj). Pro hmoty s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže v množství 8 procent hmotnostně na cement se jako „indikátor“ skokového nárůstu smykového napětí osvědčila metoda Pfefferkornovým přístrojem. Zatímco pro hmoty s obsahem PVA rozptýlené výztuže 1,5 a 3 procenta hmotnostně na cement se jako „indikační“ metoda stanovení skokového nárůstu smykového napětí osvědčila metoda stanovení Shoreho penetrometrem.

Se zvyšující se dávkou vysokomodulové mikroocelové rozptýlené vláknové výztuže nabývaly hodnoty smykového napětí penetrometrem Shore výrazně vyšších hodnot než pomocí Pfefferkornova přístroje. Vysokomodulová rozptýlená vláknová výztuž kladla odpor vnikajícímu hrotu a měření Shoreho penetrometrem poskytovalo zkreslené výsledky. Do dávky cca 10 % hmotnostně na cement se tento vliv měřicí metody neprojevil. Problém v měření Shoreho penetrometrem je tedy především ve zvýšeném tření mezi vnikajícím hrotem přístroje a posouvané rozptýlené výztuže. Pružnost rozptýlené vláknové výztuže bude tedy limitním faktorem měření.

Byly optimalizovány skladby vláknocementových hmot na bázi portlandského cementu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže a mikroocelové rozptýlené vláknové výztuže pro kontinuální tváření extruzí. Byly navrženy receptury s optimální dávkou derivátu celulózy jako nutného hydromodifikátoru. Bylo ověřeno dávkování této přísady vzhledem k optimalizaci reologického chování pro přípravu pokročilých kompozitů na bázi portlandského cementu a bezcementové kompozity (derivátem celulózy pojená odpadní čedičová rozptýlená vláknová výztuž).

Odchylka stanovení tuhosti systému voda – derivát celulózy – cement – rozptýlená vláknová výztuž Shoreho penetrometrem je přibližně do 6 % a Pfefferkornovým přístrojem asi do 2 %. Odchylka stanovení tuhosti systému voda – derivát celulózy – cement Shoreho penetrometrem je přibližně do 10 % a Pfefferkornovým přístrojem asi do 2 %.

Pro kompozity na bázi portlandského cementu s obsahem mikroocelové rozptýlené výztuže (vysokomodulová výztuž) bylo aplikováno množství derivátu celulózy 1 % hmotnostně na cement. Pro kompozity na bázi portlandského cementu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže bylo aplikováno množství derivátu celulózy 6,7% hmotnostně na cement.

Extruzí těchto hmot byly následně vyrobeny vzorky čtyřkomorového čtvercového profilu o délce strany 40 mm a s tloušťkou stěny 3 mm, vzorky vzorky jednokomorového čtvercového profilu o délce strany 40 mm a s tloušťkou stěny 5 mm a vzorky kruhového průřezu o vnějším průměru 40 mm s tloušťkou stěny 5 mm. U vybraných vzorků byly stanoveny odchylky od požadovaného tvaru a základní pevnostní charakteristika. Na vzorcích jednokomorového profilu s obsahem PVA rozptýlené vláknové výztuže a vzorcích plného profilu s obsahem mikroocelové rozptýlené výztuže byla stanovena pevnost v tahu za ohybu blížíící se hodnotě 20 MPa.

Tato práce vychází z výzkumného úkolu CIVAK

6. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] PYTLÍK, Petr SOKOLÁŘ, Radomír. Stavební keramika. Brno: CERM, 2002. 285 s. ISBN 80-7204-234-3.
- [2] STANG H., LI V. C. Extrusion of ECC-material. Proceedings of High Performance Fiber, Reinforced Cement Composites 3 (HPFRCC3). H. Reinhardt and A. Naaman, eds. Chapman and Hall, 1999, s. 203-212.
- [3] SHAO Y., MARIKUJTE S., SHAH S. P. Extruded Fiber-Reinforced Composites, Concrete International, **17** (1995) 48-52.
- [4] ALFANI R., GUERRINI G. L. Rheological test methods for the characterization of extrudable cement-based materials – A review. Materials and Structures **38** (2005) 239-247.
- [5] SHAO Y., QIU J. The role of polymer additives in extrusion of fiber-cement composites. 2nd Material Specialty Conference of the Canadian Society for Civil Engineering, 2002.
- [6] SOROUSHIAN P., ELZAFRANEY M., NOSSONI A., CHOWDHURY H. Evaluation of normal-weight and light-weight fillers in extruded cellulose fiber cement products. Cement & Concrete Composites **28** (2006) 69-76.
- [7] BENBOW J. J., BLACKBURN S., MILLS H The effect of liquid-phase rheology on the extrusion behaviour of paste. Journal of materials science **33** (1998) 5827-5833.
- [8] LACH Vladimír, DAŇKOVÁ Marcela. Mikrostruktura stavebních látek. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 1991.
- [9] ZHOU X. LI Z. Characterization of rheology of fresh fiber reinforced cementitious composites through ram extrusion. Materials and Structures **38** (2005) 17-24.
- [10] SABOURAUD A. H. Technical and economical aspects of substitutes vs asbestos in fibre-cement products. U.S. Environmental Protection Agency, 1991.

- [11] ZHOU X. *Rheological Behaviours of the Fresh SFRCC Extrudate – Experimental, Theoretical and Numerical Investigations*. Hong Kong, 2004. Thesis. The Hong Kong University of Science and Technology.
- [12] LOMBAIS-BURGER H., COLOMBED P., HALARY J. C., VAN DAMME H. Kneading and extrusion of dense polymer-cement pastes. *Cement and Concrete Research* **1** (2006) 2086 – 2097.
- [13] KARPPINEN A. *Rheology and flocculation of polymer–modified microfibrillated cellulose suspensions*. Aalto, 2014. Dissertation. Aalto University.
- [14] MULLER I. *Influence of cellulose ethers on the kinetics of early portland cement hydration*. Karlsruhe, 2006. Dissertation. Universitat Karlsruhe.
- [15] INADA S., HITOMI Y., IMAGAWA A. The study of PVA reinforced extrusion products. Aalborg: IIBCC, 2012.
- [16] NICODEMI F. *Rheological study of interactions between MHEC and superplasticizers in aqueous solution for applications in cement industry*. Napoli. Dissertation. Università Degli Studi di Napoli.
- [17] ZHOU X., LI Z., FAN M., CHEN H. Rheology of Semi-Solid Fresh Cement Pastes and Mortars in Orifice Extrusion. *Cement and Concrete Composites* **37** (2013) 304-311.
- [18] Reologie keramických těst: Rešeršní spis, Výzkumný ústav stavebních hmot, 1971.
- [19] BARNES H. A. *A Handbook of Elementary Rheology*. Aberystwyth: University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 2000, ISBN 0-9538032-0-1.
- [20] LACH, Vladimír. *Teoretické základy výroby pálených stavebních látek – Keramika II*. Brno: Vysoké učení technické v Čs. Redakci VN MON, 1989.

7. CURRICULUM VITEA AUTORA

Osobní údaje:

Datum narození: 31.12.1980
Trvalé bydliště: Pekařská 32, 691 76 Šitbořice
Rodinný stav: svobodný

Narozen dne 31.12.1980 v Hustopečích u Brna.

Dosažené vzdělání:

- 1995-2000 SPŠ stavební Brno, obor Pozemní stavitelství
- 2000-2005 VUT Fakulta stavební, obor Stavebně materiálové inženýrství (diplomová práce na téma: „Návrh zkrácených zkoušek trvanlivosti síranových pojiv“, školitel prof. Ing. Fridrichová Marcela, CSc.)
- od 2008 VUT Fakulta stavební, obor Fyzikální a stavebně materiálové inženýrství (doktorský studijní program s kombinovanou formou studia, školitel prof. Ing. Fridrichová Marcela, CSc.)

Zaměstnání:

- 2005-2012 Výzkumný ústav stavebních hmot, a.s. – výzkumný pracovník
- 2013 Rieder Beton, spol. s r.o. – technolog, manažer jakosti

Dosažené výsledky:

Užitné vzory:

- Tepelně odolné obložení hřídele dopravníku CZ 18325
- Extruder na vláknocementovou směs CZ 20329
- Hnětač na vláknocementovou směs CZ 20330
- Vláknocementová směs určená k extruzi CZ 20307
- Ústí extrudéru, zejména pro vláknocementovou směs CZ 23334
- Stavební dílec pro průchod energetických vedení CZ 23335

Prototypy:

- Unithermex P (speciální tepelně odolný kompozit pro využití ve sklářském průmyslu)
- Unithermex W (speciální tepelně odolný kompozit pro využití ve sklářském průmyslu)

Výzkumné projekty:

- FK-K3/043 - Aplikace upraveného kaolinu (lupku) v průmyslu stavebních hmot
- FI-IM2/022 - Výzkum tepelně odolných konstrukčně-izolačních prvků na bázi cementových kompozitů vyztužených vlákny pro speciální průmyslové aplikace
- 1M06005 – Centrum integrovaného výzkumu anorganických kompozitů (výzkumná oblast „Extruze vláknocementu“)

8. PUBLIKAČNÍ ČINNOST

1. TIHLAŘÍK, P.; HOLEŠINSKÝ R.; DROTTNEROVÁ J. Vliv metakaolinu na vlastnosti betonu. Telč : X. konference Ekologie a nové stavební hmoty a výrobky, 2006, s. 193-197. ISBN 80-239-7146-8.
2. DROTTNEROVÁ J.; KRÁTKÝ J.; TIHLAŘÍK P.; PŘIDAL J. Výzkum teplotní odolnosti bezazbestových autoklávovaných materiálů na bázi portlandského cementu, vyztužených uhlíkovými vlákny. Telč : X. konference Ekologie a nové stavební hmoty a výrobky, 2006, s. 398-401. ISBN 80-239-4905-5.
3. TIHLAŘÍK P.; HOLEŠINSKÝ R.; DROTTNEROVÁ J. Vliv metakaolinu na vlastnosti betonu. Brno : konference Metakaolin, 2007, str. 112-117. ISBN 978-80-214-3339-7.
4. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J. Bezazbestový tepelně houževnatý kompozit – UNITHERMEX. *Keramický zpravodaj*. 2007, roč. 23, č. 6, s. 13 -14, 2007. ISSN 1210-2520
5. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J. Nové poznatky se vývoji tepelně odolného kompozitu – UNITHERMEX. *Zpravodaj SILIS*. 2007, č. 3, s. 28 – 36, 2007. ISSN 1801-7053.
6. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J. Bezazbestový tepelně houževnatý kompozit – UNITHERMEX. Brno-Rozdrojovice : XII. Symposium SILICHEM, 2007 s. 73-74. ISBN 978-80-214-3475-2.
7. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J. Konstrukčně izolační bezazbestový kompozit UNITHERMEX. Brno : VI. odborná konference Maltoviny, 2007, sborník pouze na CD. ISBN 978-80-214-3520-9.
8. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J. Research on industry applications constructional-insulating composite from production research institute of building materials, jsc. Telč : 12th international conference of research institute of building materials, 2008, s. 271-274. ISBN 978-80-254-2029-4.
9. DROTTNEROVÁ J.; FRANK M.; JANČOVÁ J.; TIHLAŘÍK P.; LEJSEK L. Extrusion of fiber reinforced cementitious materials – development of modern prefabrication technology in the Research Institute of Building Materials. Telč : 12th international conference of research institute of building materials, 2008, s. 271-274. ISBN 978-80-254-2029-4.
10. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J.; FRANK M.; TRČKA P. Poznatky z vývoje technologie výroby extrudovaného vláknobetonu ve Výzkumném ústavu stavebních hmot, a.s. Beroun : 6. konference Speciální betony, 2009, s. 155-160. ISBN 978-80-86604-42-8.
11. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J. UNITHERMEX applications in a crisis of glass industry. Telč : 13th international conference of research institute of building materials, 2009, s. 238-241. ISBN 978-80-254-4447-4.
12. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; JANČOVÁ J.; SVOBODOVÁ R.; TRČKA P. Extruded fiber concrete – technology, properties and applications. Telč : 13th international conference of research institute of building materials, 2009, s. 254-257. ISBN 978-80-254-4447-4.
13. TIHLAŘÍK P.; JANČOVÁ J.; SVOBODOVÁ R.; DROTTNEROVÁ J.; TRČKA P. Možnosti kontinuální výroby vláknobetonu extruzí. Štrbské Pleso : konference Betón, 2009, s. 153-159. ISBN 978-80-969865-9-0.
14. TIHLAŘÍK P.; ZAVŘELOVÁ R.; BÖHM J.; HLEDÍKOVÁ J. Possibilities of Fibercement Extrusion. Telč : 14th International Conference Ecology and New Building Materials and Products, 2010, s. 237-240. ISBN 978-80-87397-02-2.

15. TIHLAŘÍK P.; DROTTNEROVÁ J.; SVOBODOVÁ R.; BÖHM J.; HLEDÍKOVÁ J.; TRČKA P. Possibilities of Fibercement Extrusion. Aalborg : 12th International Inorganic-Bonded Fiber Composites Conference, 2010, s. 180-188. ISBN 87-91606-20-9.
16. TIHLAŘÍK P. Měření reologického chování vysokoviskózních modifikovaných past na bázi portlandského cementu určených ke tváření extruzí. Brno : IX. odborná konference o vědě, výzkumu a aplikacích v oboru maltovin, 2010, sborník pouze na CD. ISBN 978-80-214-4204-7.
17. TIHLAŘÍK P.; KNĚZEK J.; HOLEŠINSKÝ R.; BÖHM J.; TRČKA P.; HLADÍKOVÁ J. Užité hodnota extrudovaných vláknocementových výrobků – vlastnosti a aplikace. Telč : Proceedings of the XVth international conference Ecology and new building materials and products, 2011, s. 225-228. ISBN 978-80-87397-06-0.
18. TIHLAŘÍK P.; HOLEŠINSKÝ R.; BÖHM J.; TRČKA P.; ZAVŘELOVÁ R. Extrudované profily z cementového kompozitu s ocelovými mikrodrátky. Skalský Dvůr : VIIIth conference Speciální betony, 2011, s.74-80. ISBN 978-80-86604-54-1.
19. TIHLAŘÍK P.; ZAVŘELOVÁ R. Některé aspekty plastického tváření hmot na bázi metakaolinu. Brno : Conference Metakaolin, 2012, s.66-73. ISBN 978-80-214-4438-6.
20. TIHLARIK P.; HOLEŠINSKÝ R. Vliv použité rozptýlené vláknové výztuže na technologii výroby a vlastnosti extrudovaného vláknocementu. Telč : XVIth international conference Ecology and new building materials and products, 2011, s. 170-173. ISBN 978-80-87397-11-4.

ABSTRACT

The aim of this doctoral thesis is to verify a possibilities of fibercement extrusion. A mixture for extrusion is typical for its high toughness and high fiber content, as the fiber content may be several times higher than when utilized by other production methods. The technology of a twin shaft kneader makes it possible to produce homogenous mixture for extrusion with low water/cement ratio. With use of auger moulder a mixture of high toughness is formed to final shape. The extreme shear and pressure stress is applied in the process. Therefore high requirements are posed on the equipment.