

Primljen / Received: 14.2.2015.

Ispravljen / Corrected: 24.8.2015.

Prihvaćen / Accepted: 11.10.2015.

Dostupno online / Available online: 10.2.2016.

# Čvrstoća i mikrostruktura morta sa zamjenskim materijalima umjesto pijeska

## Autori:



Izv.prof.dr.sc. **Jeyaprabha Balasubramanian**  
Fatima Michael fakultet inženjerstva i tehn.  
Odjel za građevinarstvo  
Tamil Nadu, Indija  
jeyaprabha@gmail.com



Dr.sc. **Elangovan Gopal**, dipl.ing.građ.  
Sveučilišni fakultet inženjerstva  
Odjel za građevinarstvo  
Tamil Nadu, Indija  
gelangoki@gmail.com



Doc.dr.sc. **Prakash Periakaruppan**, dipl.ing.kem.  
Sveučilište Thiagarajar  
Odjel za kemiju  
Tamil Nadu, Indija  
kmpprakash@gmail.com

Stručni rad

**Jeyaprabha Balasubramanian, Elangovan Gopal, Prakash Periakaruppan**

## Čvrstoća i mikrostruktura morta sa zamjenskim materijalima umjesto pijeska

U radu se razmatra čvrstoća i mikrostruktura morta u kojem se kao zamjena za riječni pijesak (RS) koriste drobljeni pijesak (MS) i granitni prah (GP) u raznim udjelima. Za postizanje maksimalne tlačne čvrstoće i vlačne čvrstoće pri cijepanju, optimalni težinski udio GP u RS iznosi 15 %. Svojstva čvrstoće morta koji sadrži MS bolja su od odgovarajućih svojstava mortova RS i GP, bez obzira na vrijeme njege. Za mortove MS i GP provedena je toplinska analiza, mikrostrukturalna analiza i mineraloška analiza, a pritom su korišteni postupci TGA, SEM, XRD i FT-IR.

### Ključne riječi:

drobljeni pijesak, granitni prah, mort, mikrostruktura, svojstva čvrstoće

Professional paper

**Jeyaprabha Balasubramanian, Elangovan Gopal, Prakash Periakaruppan**

## Strength and microstructure of mortar with sand substitutes

The strength and microstructure of mortars incorporating manufactured sand (MS) and various levels of granite powder (GP) as substitutes for river sand (RS) are considered in the paper. The optimum RS substitution by GP is 15 % by mass for the maximum compressive and splitting tensile strength. Strength properties of mortars containing MS are better when compared to RS and GP mortars, irrespective of the curing period. The thermal analysis, microstructural analysis, and mineralogical analysis are conducted on MS and GP mortars using TGA, SEM, XRD and FT-IR techniques.

### Key words:

manufactured sand, granite powder, mortar, microstructure, strength properties

Fachbericht

**Jeyaprabha Balasubramanian, Elangovan Gopal, Prakash Periakaruppan**

## Festigkeit und Mikrostruktur von Mörteln mit Materialien als Sandersatz

In dieser Arbeit werden Tragfähigkeit und Mikrostruktur von Mörteln, bei dem Brechsand (MS) und Granitstaub (GP) in verschiedenen Anteilen als Ersatz für Flusssand (RS) angewandt werden, untersucht. Um eine maximale Druck- und Zugfestigkeit bei Spaltversuchen zu erzielen, ergibt sich ein optimaler Gewichtsanteil von 15% GP im RS. Festigkeitseigenschaften von Mörteln mit MS sind besser als entsprechende Eigenschaften von RS und GP Mörteln, unabhängig von der Dauer der Festigung. Für MS und GP Mörtel wurden eine Wärmeanalyse, eine Analyse der Mikrostruktur sowie eine mineralogische Analyse durchgeführt. Dabei wurden die Verfahren TGA, SEM, XRD und FTIR angewandt.

### Schlüsselwörter:

Brechsand, Granitstaub, Mörtel, Mikrostruktur, Festigkeitseigenschaften

## 1. Uvod

Riječni pijesak je materijal koji se svuda u svijetu uvelike koristi kao građevni materijal, a upotreba mu je naročito značajna u proizvodnji cementnog morta i betona. Međutim, riječni pijesak nije obnovljivi prirodni resurs. U nekim se područjima riječni pijesak koristi prekomjerno, što dovodi do znatnih ekoloških problema. S druge strane, riječni pijesak je kao materijal prilično skup zbog enormne cijene prijevoza od pozajmišta do gradilišta, a uz to je pretjerano vađenje riječnog pijeska izravni uzrok poplava u mnogim dijelovima svijeta. Vladina tijela, nevladine agencije i istraživački zavodi diljem svijeta pokušavaju razviti alternativne materijale koji bi se mogli koristiti umjesto riječnog pijeska. Stoga se danas provode opsežna istraživanja o zamjenskim materijalima koja bi se mogla primijeniti u industriji, a naročito u području građevinarstva. Prema podacima iz literature [1-5], zamjenski materijali su uglavnom drobljeni pijesak, industrijski nusproizvodi (neke vrste zgre i pepeo s dna peći), reciklirani agregati itd. U zadnje vrijeme vlada veliko zanimanje za analizu mogućnosti korištenja jednog od tih materijala, drobljenog pijeska, kao zamjene za riječni pijesak [1, 2].

Tijekom prerade mramora i granita, tj. u postupku rezanja, poliranja, obrade i brušenja granita, u Indiji se svake godine generira otprilike šest milijuna tona otpada [6]. Velika količina otpada nastaje tijekom piljenja i poliranja blokova granita i mramora, a taj se otpad uglavnom sastoji od  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , i  $\text{CaO}$  [7, 8]. Danas je već sasvim uobičajeno koristiti otpadnu prašinu dobivenu piljenjem granita u proizvodnji opeka i crjepova, pa se tako taj materijal uspješno primjenjuje u mnogim državama [9-12]. Otpadni prah mramora i granita koristi se kao krupnozrnati i sitnozrnati agregat u proizvodnji raznih vrsta betonskih mješavina [13-17]. U literaturi je dobro dokumentiran utjecaj mramorne prašine na svojstva običnog i samozbijajućeg betona [18-21]. Felixkala [22] analizira utjecaj upotrebe granita kao djelomične zamjene za cement na mehanička svojstva betona.

Čestice drobljenog pijeska uglavnom su uglatije i površina im je grublja nego kod čestica riječnog pijeska. Oblik i tekstura drobljenog pijeska mogu dovesti do povećanja čvrstoće betona zbog boljeg uklješćavanja čestica. Mikrostruktura materijala jedna je od glavnih veza između procesa i njegovih konačnih svojstava. Ovom su pravilu podložni i materijali kao što su drobljeni pijesak i granitni prah koji mogu poslužiti kao zamjena za riječni pijesak. Iako su već provedena brojna istraživanja o mogućim zamjenama za cement, do sada nije istraživana mikrostruktura niti svojstva čvrstoće tih materijala kao mogućih zamjena za riječni pijesak. To je za istraživače trajni izazov, ponajviše zbog njihovog vrlo složenog i heterogenog mineraloškog sastava. Kvaliteta tih alternativnih materijala ovisi o postotku kristalizacije i o ostalim svojstvima teksture, a sve se to treba vrlo detaljno ispitati.

Svjesni potrebe za opsežnim istraživanjem materijala koji bi mogli zamijeniti riječni pijesak, s posebnim naglasnom na

svojstva čvrstoće i mikrostrukturu, autori ovog rada istražuju primjenu drobljenog pijeska i granitnog praha umjesto riječnog pijeska u proizvodnji morta. Za cement i mortove s drobljenim pijeskom i granitnim prahom provedena je toplinska analiza, mikrostrukturna analiza i mineraloška analiza, a pritom su primijenjeni postupci TGA, SEM, XRD i FT-IR.

## 2. Materijali

### 2.1. Cement

U ovom se radu koristi obični portlandski cement (OPC). Osnovna svojstva tog cementa prikazana su u tablici 1.

Tablica 1. Svojstva OPC-a

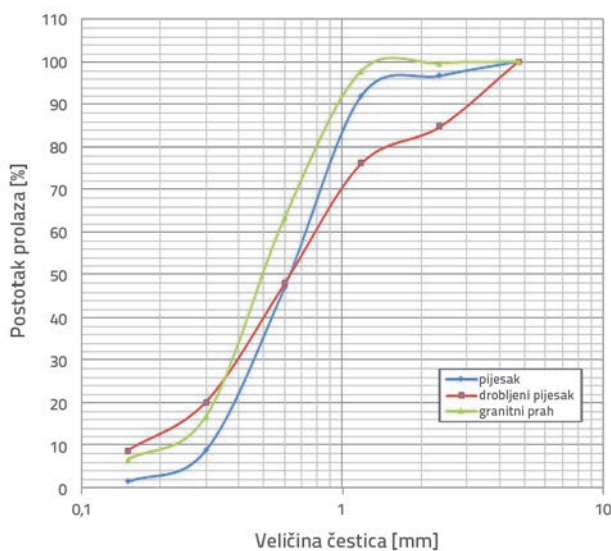
Br.	Opis	Rezultati ispitivanja	Zahtjevi iz IS: 12269-2013
<b>A) Kemijski zahtjevi</b>			
1.	$\text{CaO}-0,70\text{SO}_3 / (2,8\text{SiO}_2+1,2\text{Al}_2\text{O}_3+0,65\text{Fe}_2\text{O}_3)$	0,88	0,8 - 1,02
2.	$\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{Fe}_2\text{O}_3$	1,21	0,66 min.
3.	Netopivi ostatak [%]	1,15	4,00 maks.
4.	Magnezij [%]	1,01	6,00 maks.
5.	Sumporni anhidrid [%]	2,46	3,50 maks.
6.	Gubitak žarenjem [%]	2,96	4,00 maks.
7.	Kloridi [%]	0,005	0,10 maks.
<b>B) Fizikalni zahtjevi</b>			
1.	Finoća pijeska [ $\text{M}^2/\text{kg}$ ]	310,4	225 min.
2.	Normirana konzistencija [%]	28,5	
3.	Vrijeme vezivanja [u min]		
	Početak vezivanja	180	30 min.
	Kraj vezivanja	280	600 maks.
4.	Čistoća		
	Ekspanzija Le-Chat, [MM]	1,00	10,00 maks.
	Autoklav [%]	0,02	0,80 maks.
5.	Tlačna čvrstoća [MPa]		
	3 dana $\pm$ 1 sat	37,3	27 min.
	7 dana $\pm$ 2 sata	42,7	37 min.
	28 dana $\pm$ 4 sata	57,0	53 min.

### 2.2. Riječni pijesak

Za istraživanje u ovom radu upotrijebljen je riječni pijesak relativne gustoće 2,54 koji prolazi kroz sito od 4,75 mm. Granulometrijska analiza obavljena je na sitnozrnatom agregatu prema IS 383 / 1970 [23], kao što se to vidi na slici 1. Vodoupojnost riječnog pijeska iznosi 0,032 %. Udio prašine u riječnom pijesku iznosi 2 %.

### 2.3. Drobljeni pijesak

U ovom je istraživanju upotrijebljen drobljeni pijesak relativne gustoće 2,57 koji prolazi kroz sito od 4,75 mm. Odlikuje se velikim rasponom veličina zrna, kao što je prikazano na slici 1. Vodoupojnost drobljenog pijeska iznosi 0,032 %, a taj pijesak sadrži 2 % prašine. Stijena korištena u ovom ispitivanju za proizvodnju sitno drobljenog agregata može se petrološki klasificirati kao granulit, a prema mineraloškom sastavu ona se sastoji od alkalnih feldspata (15 %), plagioklaza (12 %), kvarca (42 %), hiperstena (15 %) i hornblende (12 %), te od manje količine biotita (4 %). Struktura stijene je izotropna bez folijacije, a stupanj promjene je vrlo nizak. U stijeni su međutim prisutne interne pukotine veličine pojedinačnih čestica minerala.



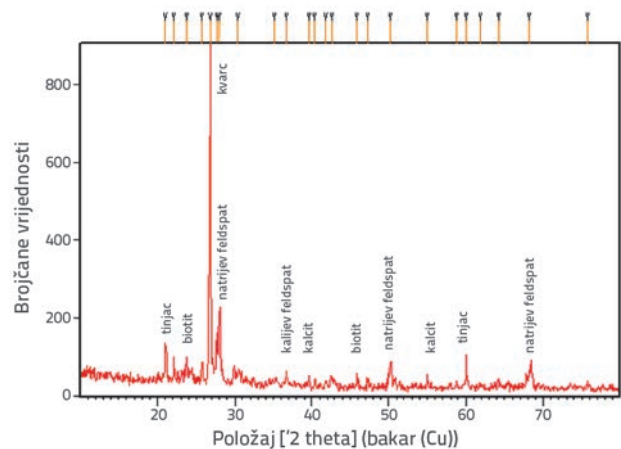
Slika 1. Granulometrijska krivulja

### 2.4. Otpadni granitni prah

U svim je ispitivanjima upotrebljavan granitni prah iz istog postrojenja za izradu granitnih proizvoda. Granitni prah se prikupljao i isporučivao u mokrom stanju. Prije upotrebe je sušen u sušnici da bi se mogla kontrolirati količina vode za miješanje.

Da bi se potvrdila fizikalna i kemijska svojstva granitnog praha, obavljena su odgovarajuća ispitivanja. Tako je utvrđeno da relativna gustoća tog materijala iznosi oko 2,19, a specifična mu površina iznosi oko 333 m<sup>2</sup>/kg. Da bi se potvrdila fizikalna karakterizacija materijala provedena je i granulometrijska analiza. Utvrđeno je da veličina 63 % čestica granitnog praha iznosi manje od 600 μm, a veličina 17 % čestica iznosi manje od 150 μm.

Na slici 2. vidi se prikaz XRD za granitni prah. Najzastupljeniji minerali su kvarc (SiO<sub>2</sub>), natrijev feldspat (NaAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) i tinjac, a kao manje zastupljeni minerali prisutni su kalijev feldspat (KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>), biotit i kalcit (CaCO<sub>3</sub>). Unatoč visokom udjelu željeza, nisu uočene visoke vrijednosti željeza, željeznog hidroksida i željeznog oksida. Tome bi razlog mogla biti njihova vrlo loše razvijena kristalasta struktura [24–29]. Osnovni sastojak - kvarc - nalazimo u kristalnoj ravnini (0 1 1) (JCPDS: #87-2096).



Slika 2. Prikaz XRD za granitni prah

## 3. Metode

### 3.1. Odnosi u mješavini

U laboratoriju su pripremljene mješavine morta sa stopostotnim udjelom drobljenog pijeska i s raznim postocima granitnog praha (5, 10, 15, 20 i 25 %) kao zamjena za riječni pijesak. U

Tablica 2. Odnosi komponenata u mješavinama morta

Uzorak	Postotak zamjene pijeska [%]	Cement	Pijesak	Voda	Granitna prašina	Drobljeni pijesak	Vodocementni omjer	Protok [%]	Gustoća zapune
CM	0	450,0	1350,0	225,0	0,0	0,0	0,5	105,8	0,71
G5M	5	450,0	1282,5	225,0	67,5	0,0	0,5	101,4	0,68
G10M	10	450,0	1215,0	225,0	135,0	0,0	0,5	96,2	0,67
G15M	15	450,0	1147,5	225,0	202,5	0,0	0,5	95,8	0,65
G20M	20	450,0	1080,0	225,0	270,0	0,0	0,5	93,7	0,63
G25M	25	450,0	1012,5	225,0	337,5	0,0	0,5	91,0	0,62
MSM	100	450,0	0,0	225,0	0,0	1350,0	0,5	99,4	0,72

ovom eksperimentalnom ispitivanju, mortovi su pripremani s cementom, riječnim pijeskom, drobljenim pijeskom i granitnim prahom u raznim omjerima. Projektirano je sedam različitih mješavina za izradu uzoraka morta. U svakoj je mješavini količina vode bila konstantna. Odnosi u mješavinama morta prikazani su u tablici 2. Vrijednosti tlačne čvrstoće i vlačne čvrstoće cijepanjem određene su na kockama dimenzija 70,6 mm x 70,6 mm x 70,6 mm za tlačnu čvrstoću i na valjcima dimenzija 50 mm x 100 mm za vlačnu čvrstoću pri cijepanju. Svi kalupi kocaka i valjaka ugrađivani su u tri sloja, a svaki je sloj temeljito nabijen pomoću vibratora za nabijanje kocaka morta. Nakon ugradnje, uzorci su se čuvali 24 sata na sobnoj temperaturi. Nakon toga je skinut kalup i uzorci su prebačeni u posudu za njegu gdje su pohranjeni do datuma ispitivanja. Vrijednosti tlačne čvrstoće i vlačne čvrstoće cijepanjem mjerene su nakon 3, 7, 14 i 28 dana pomoću univerzalnog uređaja za ispitivanje (UTM) kapaciteta 400 kN. Za svaku je mješavinu ispitano šest uzoraka u skladu s odgovarajućom normom IS.

### 3.2. Analiza mikrostrukture

Da bi se odredila mikrostruktura uzoraka, obavljena su ispitivanja pomoću metoda SEM, XRD, FT-IR i TGA. Ta su ispitivanja obavljena na uzorcima nakon 28 dana njege.

#### 3.2.1. Pretražna elektronska mikroskopija (SEM)

Uzorci morta usitnjenog do praha, s dodatkom riječnog pijeska, drobljenog pijeska i granitnog praha, umiješani su u dvokomponentnu epoksidnu suspenziju Epotek 301 kako bi se stabilizirali za provedbu postupka (eng. *Scanning Electron Microscopy* - SEM). Najprije je pripremljena epoksidna smjesa u skladu s uputama proizvođača. Usitnjeni uzorci su zatim malo po malo umiješani u mješavinu tako da se postigne ravnomjerno oblaganje čestica epoksidnom smjesom. Mješavina je zatim pretočena u posudicu promjera 2,54 cm (1 inch) i vakuumirana da bi se odstranili mjehurići zraka. Uzorci su zatim ostavljeni na sobnoj temperaturi najmanje 24 sata pod normalnim tlakom. Nakon toga su skinuti s nosača i polirani, najprije pomoću brusnog papira tekture 120, a nakon toga postupno finijim brusnim papirom sve do tekture 1200. Poliranje je zatim nastavljeno s dijamantnom pastom 6 m, 3 m, 1 m i 0,25 m. Kasnije su uzorci obloženi legurom zlata i paladija da bi se tako dobila provodljiva površina pogodna za ispitivanje SEM. Uzorci morta s riječnim pijeskom, drobljenim pijeskom i granitnim prahom slikani su u raznim uvećanjima da bi se što bolje odredio oblik i tekstura čestica.

Veličina i morfologija uzoraka ispitani su prema modelu SEM pomoću instrumenta JEOL JSM 6390.

#### 3.2.2. Rendgenska difrakcija

Kod ovog ispitivanja mala količina praškastog uzorka stavlja se na aluminijski nosač, nakon čega slijedi fina obrada površine.

Zatim se nosač stavlja u rendgenski difraktometar gdje se uzorci skeniraju zračenjem pomoću CuK pri 40 kV / 20 mA, CPS = 1k, širine 2,5, brzine 2°/min., pod kutom od 2-3 do 70°. Analiza se provodi postupno, po 0,04 stupnja, i nastavlja se u vremenu od 3 sekunde. U postupku rendgenske difrakcije, rendgenske se zrake prostiru tako da se dobiva zrakasti prikaz elemenata koji se nalaze u analiziranom materijalu. Nakon rendgenskog ispitivanja, prikazi se analiziraju pomoću računalnog programa za rendgensku difrakciju Jade 7. Vršne vrijednosti intenziteta dobivene pri raznim kutovima ispitivanja uspoređuju se pomoću programa JCPDS s podacima iz baze podataka raznih minerala i spojeva. Određuju se spojevi čije maksimalne vršne vrijednosti odgovaraju vrijednostima 2 $\theta$ , te se određuju spojevi prisutni u uzorcima. Spektri rendgenske difrakcije uzoraka bilježe se i analiziraju rendgenskom difrakcijom pomoću difraktometra XPERT-PRO PW3050/60. Rendgenska analiza provedena je na uzorcima cementnog morta sa stopostotnom zamjenom riječnog pijeska drobljenim pijeskom i s petnaestpostotnim udjelom granitne prašine, a korišten je vodocementni omjer od 0,5.

#### 3.2.3. Analiza FT-IR

Postupak infracrvene spektroskopije s Fourierovom transformacijom (FT-IR) utemeljen je na interakciji između infracrvenog zračenja i uzorka koji može biti bilo u krutom, tekućem ili plinovitom stanju. Mjere se frekvencije pri kojima uzorak apsorbira zračenje, te intenziteti apsorpcije. Frekvencije pomažu u određivanju kemijskog sastava uzorka zato što su funkcionalne kemijske skupine odgovorne za apsorpciju zračenja pri raznim frekvencijama. Koncentracija komponenata može se odrediti na temelju intenziteta apsorpcije. FT-IR spektri su zabilježeni pomoću spektrofotometra SHIMADZU-FT-IR-8400S. Spektri uzoraka morta određeni su tako da su najprije uzorci samljeveni u prah, koji je zatim pomiješan s malom količinom praha KBr. Nakon toga je mješavina povezana u oblik diska postupkom nabijanja.

#### 3.2.4. Termogravimetrijska analiza

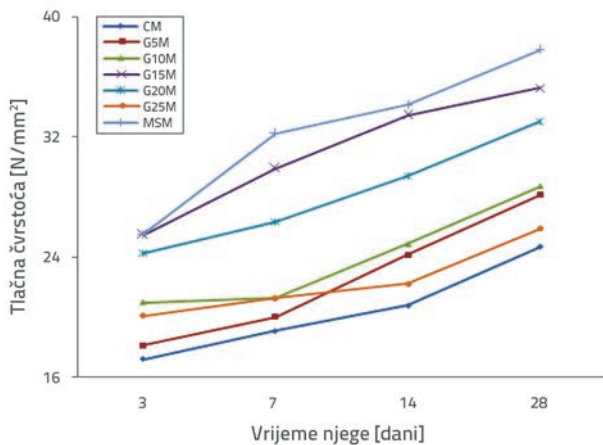
Termogravimetrijska analiza (TGA) uglavnom je provedena da bi se odredio utjecaj prisutnosti drobljenog pijeska i granitnog praha na stupanj hidratacije cementa, koji ovisi o udjelu kalcijevog hidroksida. Analiza TGA provedena je na uzorcima koji su zagrijavani do temperatura u rasponu do 1832°F (1000°C), pri čemu je brzina grijanja iznosila 10°C/min u helijevoj atmosferi.

### 4. Analiza rezultata i diskusija

Porast tlačne čvrstoće nakon 3, 7, 14 i 28 dana prikazan je na slici 3. Ta slika ustvari prikazuje utjecaj zamjene riječnog pijeska drobljenim pijeskom i granitnim prahom nakon 3, 7, 14 i 28 dana njege. Tu se očito vidi da tlačna čvrstoća bitno raste s porastom duljine njege kod svih uzoraka koji sadrže drobljeni

pijesak i granitni prah, u usporedbi s cementnim mortom. Tlačna čvrstoća uzoraka koji sadrže granitni prah raste do G15 i spušta se od G20 i G25. Za G15, povećanje tlačne čvrstoće u odnosu na cementni mort iznosi 48 % nakon tri dana, 57 % nakon sedam dana, 61 % nakon 14 dana i 43 % nakon 28 dana. Porast tlačne čvrstoće kod morta s 15 % granitnog praha objašnjava se učinkom zapunjavanja jer se koristi vrlo sitan granitni prah. S druge strane, smanjenje tlačne čvrstoće kod korištenja dvadeset i više posto zamjenskog granitnog praha može biti uzrokovano slabijom obradivošću. Ovdje do slabije obradivosti dolazi zbog veće površine i specifične gustoće granitnog praha, zbog čega dolazi do potražnje za obujmom cementne paste, što u konačnici dovodi do loše zbijenosti. To na kraju rezultira smanjenjem tlačne čvrstoće [30].

Ustanovljeno je da je tlačna čvrstoća morta koji sadrži drobljeni pijesak veća od tlačne čvrstoće cementnog morta (53 %) i morta s granitnim prahom (7,14 %). Porast tlačne čvrstoće morta s drobljenim pijeskom u odnosu na cementni mort iznosi 48 % nakon tri dana, 69 % nakon sedam dana, 64 % nakon 14 dana i 53 % nakon 28 dana. Površinska tekstura čestica drobljenog pijeska bitno utječe na čvrstoću betona, jer uglate čestice imaju veću površinu a gruba površina pojačava vezu između čestica agregata i cementne matrice, pa tako dolazi do povećanja tlačne čvrstoće [3].



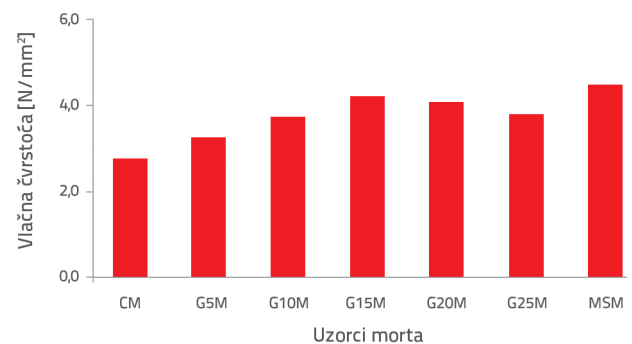
Slika 3. Razvoj tlačne čvrstoće morta

Granulometrijska krivulja prikazana na slici 1. pokazuje da je koeficijent nejednolikosti drobljenog pijeska veći od šest, te da koeficijent zakrivljenosti varira od jedan do tri. Prema normi IS: 383/1970 [23], drobljeni je pijesak dobro graduiran i nalazi se u području ispod zone - II, tj. udio sitnih čestica je povoljan, s manje šupljina i boljim povezivanjem, što dovodi do viših vrijednosti tlačne čvrstoće.

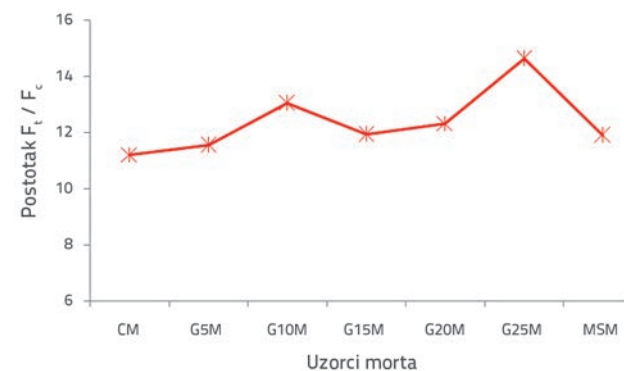
#### 4.2. Vlačna čvrstoća cijepanjem

Utjecaj primjene drobljenog pijeska i granitnog praha umjesto riječnog pijeska nakon 28 dana njege prikazan je na slici 4. Tu se jasno vidi da korištenje drobljenog pijeska i granitnog praha kao

zamjene za riječni pijesak pozitivno utječe na vlačnu čvrstoću, u odnosu na cementni mort. Maksimalna vlačna čvrstoća postiže se kada udio granitnog praha iznosi 15 %. Mort s drobljenim prahom odlikuje se višom vlačnom čvrstoćom u usporedbi s cementnim mortom i mortom s granitnim prahom. Ovaj trend se dobro podudara s rezultatima ispitivanja tlačne čvrstoće mortova kod kojih se kao zamjena za riječni pijesak koristi drobljeni pijesak i granitni prah. Odnos između tlačne čvrstoće morta ( $F_c$ ) i vlačne čvrstoće morta ( $F_t$ ) prikazan je na slici 5. za mort u kojem se kao zamjena za riječni pijesak koristi drobljeni pijesak i granitni prah. Na toj slici vidimo da vlačna čvrstoća mortova s drobljenim pijeskom i granitnim prahom iznosi otprilike 12 %, tj. 11-14 % od tlačne čvrstoće. Također je vidljivo da su vrijednosti  $F_t / F_c$  neovisne o korištenju drobljenog pijeska i granitnog praha kao zamjena za riječni pijesak [31].



Slika 4. Vlačna čvrstoća morta u kojem se kao zamjena za riječni pijesak koriste drobljeni pijesak i granitni prah

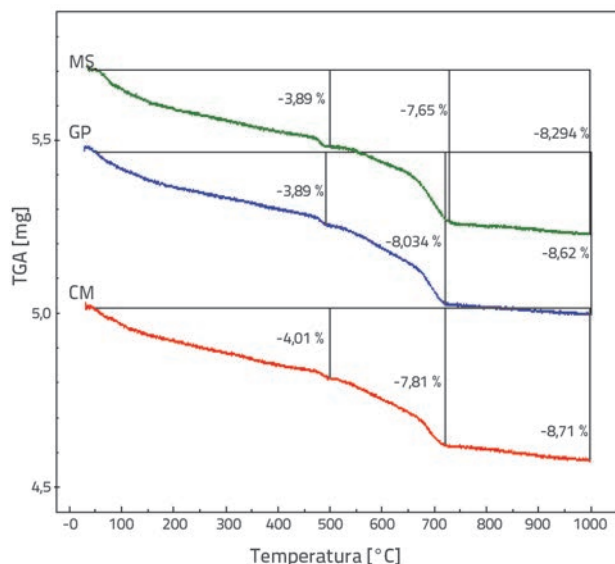


Slika 5. Odnos između vlačne i tlačne čvrstoće morta

#### 4.3. Termogravimetrijska analiza (TGA)

Termogravimetrijska analiza se koristi za mjerenje promjene mase uzorka u funkciji porasta temperature. Kod materijala baziranih na cementu, toplinske promjene dovode do promjene mase, što se može izmjeriti pomoću termogravimetrijskog analizatora [32]. Promjena mase dovodi i do dehidracije sastojaka hidratacije. Ovaj je postupak pogodan za ocjenjivanje promjena u sastavu cementnih materijala, a u svrhu predviđanja njihovog ponašanja tijekom izlaganja požaru. Tipični prikazi krivulja TGA s odgovarajućim gubitkom mase prikazani su na

slici 6. za cementne mortove, te za mortove u kojima se kao zamjena za riječni pijesak koriste drobljeni pijesak i granitni prah.

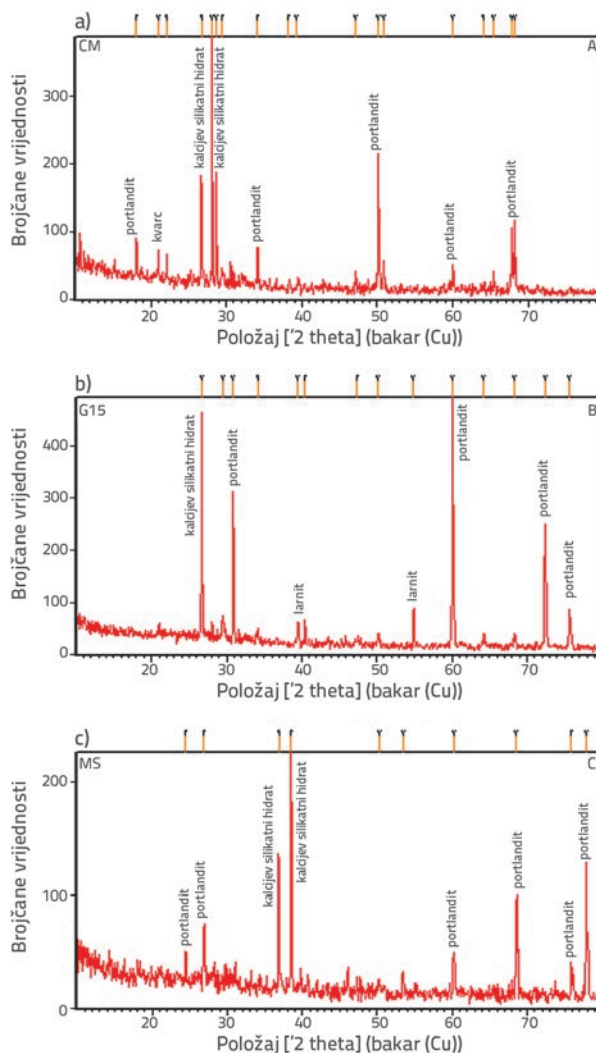


Slika 6. Krivulje TGA za cementne mortove (CM) i mortove s granitnim prahom (GP) i drobljenim pijeskom (MS)

Na krivuljama TGA vidimo da se svaka krivulja sastoji od tri zone. Zona I pokriva područje od 100 do 500°C u kojem dolazi do dehidracije C-S-H i etringita. Zona II pokriva područje od 500 do 700°C u kojem dolazi do dehidracije kalcijevog hidroksida. Gubitak kalcijevog hidroksida u cementnom mortu iznosi 3,8 %, u mortu s granitnim prahom 4,14 % i u mortu s drobljenim pijeskom 3,76 %. U endotermičkom području iznad 700°C dolazi do potpunog raspadanja C-S-H. U svim uzorcima (cementni mort, mort s drobljenim pijeskom i mort s granitnim prahom), vršna vrijednost kalcijevog hidroksida postiže se pri 470-485°C, što znači da kod raznih mješavina ne dolazi do promjene u faznoj kemiji [31]. Međutim, promjena u udjelu kalcijevog hidroksida je neznatna kada se usporede cementni mort, mort s drobljenim pijeskom i mort s granitnim prahom.

#### 4.4. Analiza XRD

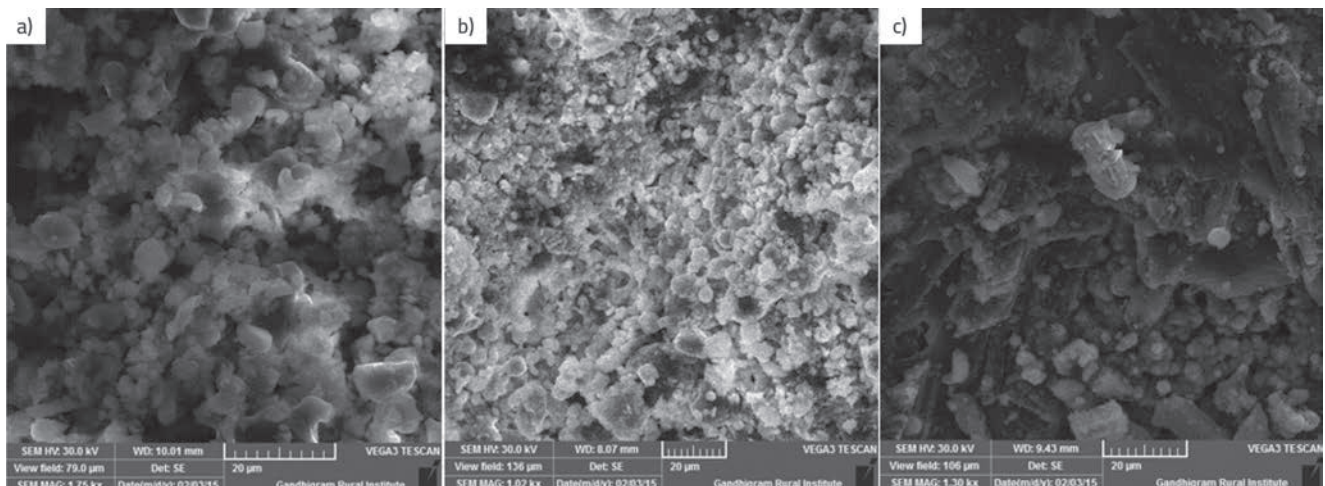
Prikaz XRD za cementni mort, mort s drobljenim pijeskom i mort s granitnim prahom dan je na slici 7. Rezultati analize XRD podudaraju se s toplinskom analizom gdje kod svih ispitanih mortova nema bitne razlike glede hidratacijskih sastojaka. Zbog same prirode uzoraka morta, s brojnim različito pozicioniranim mrežastim ravninama, dolazi do znatne "buke", a tome je razlog sitna tekstura tih usitnjenih uzoraka. Slično zapažanje su naveli i De Jong i dr. u radu [32]. Ti su spektri analizirani u funkciji pretraživanja/sparivanja primjenom računalnog programa JCPDS. Razmatrane su sve usporedne informacije o spektrima. Definirano je nekoliko ključnih komponenata prahova, kao što se to vidi na slici 7.



Slika 7. Prikazi XRD za: a) cementni mort; b) mort s drobljenim pijeskom; c) mort s granitnim prahom

#### 4.5. Analiza FT-IR

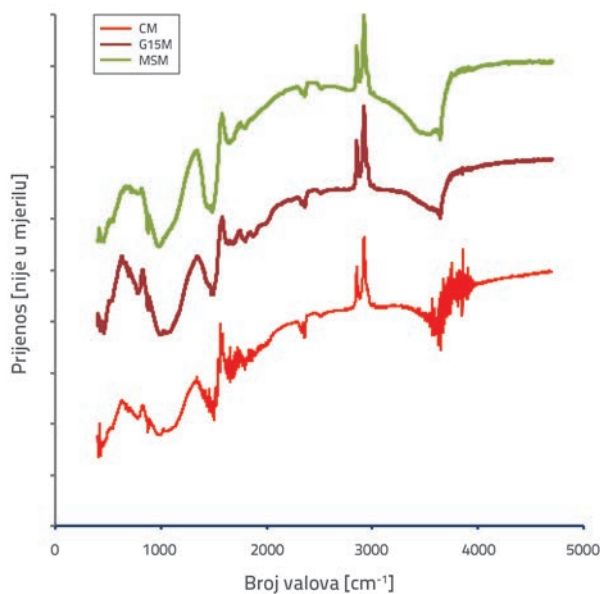
Može se uočiti da su spektri FT-IR gotovo jednaki za sve uzorke (slika 8.). Kod svih uzoraka, glavna područja apsorpcije: područja 3000  $\text{cm}^{-1}$  i 1638  $\text{cm}^{-1}$  za H-OH razvlačenje, tj. H-O-H savijanje (a poznata su pod nazivom vodena područja); područja 1330  $\text{cm}^{-1}$  - 1587  $\text{cm}^{-1}$  koja se odnose na CaO tj.  $\text{CaCO}_3$ ; područja 1123  $\text{cm}^{-1}$  i 926  $\text{cm}^{-1}$  koja se odnose na spojeve Si-O-Si i Si-O-Al (trikalcijski silikat i trikalcijski aluminat); te područja 626  $\text{cm}^{-1}$  i 528  $\text{cm}^{-1}$  koja se odnose na savijanje Si-O (dikalcijski silikat) [34]. Spomenuta područja definirana su na temelju podataka iz literature [35]. Rezultati dobiveni analizom FT-IR dobro se podudaraju s toplinskom analizom i analizom XRD, gdje kod svih ispitanih mortova nema bitne razlike u hidratacijskim sastojcima. Jasnija determinacija je visok postotak kvarca u mortovima s dodatkom granitnog praha i drobljenog pijeska.



Slika 9. Prikazi SEM za mortove: a) MS; b) GP; c) CM

#### 4.6. Analiza SEM

Tekstura površinskih čestica morta s dodatkom drobljenog pijeska (slika 9.a) uglata je s velikim grubim površinama, što poboljšava vezu između čestica agregata i cementne matrice. Tako se postiže bolje povezivanje čestica, a ujedno se smanjuje poroznost. Zbog toga se povećava čvrstoća i trajnost [31]. Mala veličina i kuglasti oblik čestica granitnog praha omogućuju dobar učinak zapunjavanja (slika 9.b), u usporedbi s kontrolnom mješavinom (slika 9.c).



Slika 8. Spektri FT-IR za cementni mort (CM), mort s granitnim prahom (GP) i mort s drobljenim pijeskom (MS)

#### 5. Zaključak

Na temelju rezultata ovih eksperimentalnih ispitivanja, izvedeni su sljedeći zaključci:

- Kod mortova u kojima se kao zamjena za riječni pijesak koristi drobljeni pijesak i granitni prah zabilježena je veća tlačna čvrstoća i vlačna čvrstoća cijepanjem nego kod cementnog morta, i to bez obzira na vrijeme njege.
- Veća tlačna čvrstoća i vlačna čvrstoća cijepanjem zabilježena je kada je kao zamjena za riječni pijesak korišteno do 15 % granitnog praha. Optimalni udio granitnog praha iznosi 15 %.
- Udio vlačne čvrstoće u tlačnoj čvrstoći mortova u kojima se koristi drobljeni pijesak i granitni prah iznosi otprilike 12 % za mort s drobljenim pijeskom, tj. 11-14 % za mort s granitnim prahom.
- Odnos vlačne i tlačne čvrstoće ( $F_t / F_c$ ) neovisan je o zamjeni pijeska drugim materijalima.
- Rezultati termogravimetrijske analize pokazuju da je struktura uzoraka stabilna do 500 °C, te da nakon te temperature dolazi do vrlo izrazitog propadanja hidratacijskih sastojaka.
- Rezultati dobiveni rendgenskom difrakcijom podudarni su s rezultatima toplinske analize, tj. utvrđeno je da kod ispitanih mortova nema bitne razlike u hidratacijskim sastojcima.
- Uglate čestice s velikim hrapavim površinama, karakteristične za drobljeni pijesak, pospešuju povezivanje čestica, a mala veličina i kuglasti oblik čestica granitnog praha dovodi do dobrih svojstava zapunjavanja, što je i dokazano ispitivanjem na bazi pretražne elektronske mikroskopije.
- Zbog prirodne hrapavosti i uglatosti čestica drobljenog pijeska, mort s drobljenim pijeskom odlikuje se boljom tlačnom i vlačnom čvrstoćom cijepanjem u odnosu na mort s granitnim prahom te cementni mort.
- Fazna kemija mortova s drobljenim pijeskom i mortova s granitnim prahom ne razlikuje se od fazne kemije cementnog morta, tj. analizom FT-IR utvrđeno je da je variranje udjela kalcijevog hidroksida otprilike jednako kod svih analiziranih mortova.
- Utvrđeno je da je zamjena riječnog pijeska drobljenim pijeskom i granitnim prahom (do 15 %) povoljna za izradu morta, te da u slučaju takve zamjene nema negativnih utjecaja na čvrstoću.

## LITERATURA

- [1] Ji, T., Chen, C.Y., Zhuang, Y.Z., Chen, J.F.: A mix proportion design method of manufactured sand concrete based on minimum paste theory, *Construction and Building Materials*, 44 (2013), pp. 422-426, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.02.074>
- [2] Gonçalves, J.P., Tavares, L.M., Toledo Filho, R.D., Fairbairn, E.M.R., Cunha, E.R.: Comparison of natural and manufactured fine aggregates in cement mortars, *Cement and Concrete Research*, 37 (2007), pp. 924-932, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.03.009>
- [3] Li, B., Ke, G., Zhou, M.: Influence of manufactured sand characteristics on strength and abrasion resistance of pavement cement concrete, *Construction and Building Materials*, 25 (2011), pp. 3849-3853, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.04.004>
- [4] Tam, V.W.Y., Tam, C.: Crushed aggregate production from centralized combined and individual waste sources in Hong Kong, *Construction and Building Materials*, 21 (2007), pp. 879-886, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.12.016>
- [5] Tam, V.W.Y., Gao, X., Tam, C., Chan, C.: New approach in measuring water absorption of recycled aggregates, *Construction and Building Materials*, 22 (2008), pp. 364-369, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.08.009>
- [6] Kou, S.C., Poon, C.S.: Properties of self-compacting concrete prepared with recycled glass aggregate, *Cement and Concrete Composites*, 3 (2009), pp.107-113, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.12.002>
- [7] Pappu, A., Saxena, M., Asolekar, S.R.: Solid wastes generation in India and their recycling potential in building materials, *Building and Environment*, 42 (2007), pp. 2311-2320, <http://dx.doi.org/10.1016/j.buildenv.2006.04.015>
- [8] Segadaes, A.M., Carvalho, M.A., Acchar, W.: Using marble and granite rejects to enhance the processing of clay products, *Applied Clay Science*, 30 (2005), pp. 42-52, <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2005.03.004>
- [9] Acchar, W., Vieira, F.A., Hotza, D.: Effect of marble and granite sludge in clay materials. *Materials Science and Engineering A*, 419 (2006), pp. 306-309, <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.021>
- [10] Acchar, W., Vieira, F.A., Segadaes, A.M.: Using ornamental stone cutting rejects as raw materials for red clay ceramic products. Properties and microstructure development, *Materials Science and Engineering A*, 435-436 (2006), pp. 606-610, <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.07.091>
- [11] Saboya, Jr. F., Xavier, G.C., Alexandre, J.: The use of the powder marble by-product to enhance the properties of brick ceramic, *Construction and Building Materials*, 21 (2007), pp. 1950-1960, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.05.029>
- [12] Monteiro, S.N., Alexandre, J., Margem, J.I., Sanchez, R., Vieira, C.M.F.: Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic, *Construction and Building Materials*, 22 (2008), pp. 1281-1287, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.01.013>
- [13] Monteiro, S.N., Pecanha, L.A., Vieira, C.M.F.: Reformulation of roofing tiles body with addition of granite waste from sawing operations, *Journal of the European Ceramic Society*, 24 (2004), pp. 2349-2356, [http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219\(03\)00638-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00638-1)
- [14] Donza, H., Cabrera, O., Irassar E.F.: High-strength concrete with different fine aggregate, *Cement and Concrete Research*, 32 (2002), pp. 1755-1761, [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00860-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00860-8)
- [15] Balaji Rao, K., Bhaskar Desai, V., Jagan Mohan, D.: Probabilistic analysis of Mode II fracture of concrete with crushed granite stone fine aggregate replacing sand, *Construction and Building Materials*, 27 (2012), pp. 319-330. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.041>
- [16] Binici, H., Shah, T., Aksogan, O., Kaplan, H.: Durability of concrete made with granite and marble as recycle aggregates, *Journal of Materials Processing Technology*, 208 (2008), pp. 299-308, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.12.120>
- [17] Pacheco-Torgal, F., Castro-Gomes, J.P.: Influence of physical and geometrical properties of granite and limestone aggregates on the durability of a C20/25 strength class concrete, *Construction and Building Materials*, 20 (2006), pp. 1079-1088, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2005.01.063>
- [18] Corinaldes, V., Moriconi, G., Naik, T.R.: Characterization of marble powder for its use in mortar and concrete, *Construction and Building Materials*, 24 (2010), pp. 113-117, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.08.013>
- [19] Yilmaz, A. H., Guru, M., Dayi, M., Tekin, L.: Utilization of waste marble dust as an additive in cement production, *Materials & Design*, 33 (2010), pp. 4039-4042
- [20] Ergun, A.: Effects of the usage of diatomite and waste marble powder as partial replacement of cement on the mechanical properties of concrete, *Construction and Building Materials*, 25 (2010), pp. 806-812, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.07.002>
- [21] Hafez, E., Elyamany, Abd Elmoaty M., Basma, M.: Effect of filler types on physical, mechanical and microstructure of self compacting concrete and flowable concrete, *Alexandria Engineering Journal*, 53 (2014), pp. 295-307, <http://dx.doi.org/10.1016/j.aej.2014.03.010>
- [22] Felixkala, T.: Effect of granite powder on strength properties of concrete, *International Journal of Engineering and Science*, 2 (2013), pp. 36 - 50
- [23] IS: 383/1970 Specification for Course and Fine Aggregates from natural resources.
- [24] Monteiro, S.N., Pecanha, L.A., Vieira, C.M.F.: Reformulation of roofing tiles body with addition of granite waste from sawing operations, *Journal of the European Ceramic Society*, 24 (2004), pp. 2349-2356, [http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219\(03\)00638-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00638-1)
- [25] Torres, P., Fernandes, H.R., Agathopoulos, S., Tulyaganov, D.U., Ferreira, J.M.F.: Incorporation of granite cutting sludge in industrial porcelain tile formulations, *Journal of the European Ceramic Society*, 24 (2004), pp. 3177-3185, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2003.10.039>
- [26] Vieira, C.M.F., Soares, T.M., Sanchez, R., Monteiro, S.N.: Incorporation of granite waste in red ceramics, *Materials Science and Engineering A*, 373 (2004), pp. 115-121, <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2003.12.038>
- [27] Menezes, R.R., Ferreira, H.S., Neves, G.A., Lira, H.L., Ferreira, H.C.: Use of granite sawing wastes in the production of ceramic bricks and tiles, *Journal of the European Ceramic Society*, 25 (2005), pp. 1149-1158, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2004.04.020>
- [28] Acchar, W., Vieira, F.A., Hotza, D.: Effect of marble and granite sludge in clay materials, *Materials Science and Engineering A*, 419 (2006), pp. 306-309, <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.021>



- [29] Torres, P., Manjate, R.S., Quaresma, S., Fernandes, H.R., Ferreira, J.M.F.: Development of ceramic floor tile compositions based on quartzite and granite sludges, *Journal of the European Ceramic Society*, 27 (2007), pp. 4649-4655, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2007.02.217>
- [30] Vijayalakshmi, M., Sekar, A.S.S., Ganesh prabhu, G.: Strength and durability properties of concrete made with granite industry waste, *Construction and Building Materials*, 46 (2013), pp. 1-7, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.04.018>
- [31] Abd Elmoaty, M.: Mechanical properties and corrosion resistance of concrete modified with granite dust, *Construction and Building Materials*, 47 (2013), pp. 743-752, <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.05.054>
- [32] DeJong, M., Ulm, F.: The Nanogranular Behavior of C-S-H at Elevated Temperatures (up to 700°C), *Cement and Concrete Research*, 37 (2007), pp. 1-12, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.09.006>
- [33] Yousuf, M., Mollah, A., Lu, F., Cocke, D.L.: An X-ray diffraction (XRD) and Fourier transform infrared spectroscopic (FT-IR) characterization of the speciation of arsenic (V) in Portland cement type-V, *The Science of The Total Environment*, 224 (1998), pp. 57-68, [http://dx.doi.org/10.1016/S0048-9697\(98\)00318-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0048-9697(98)00318-0)
- [34] Bakharev, T.: Geopolymeric materials prepared using Class F fly ash and elevated temperature curing, *Cement and Concrete Research*, 35 (2005), pp. 1224-1232, <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.06.031>
- [35] Van, E.R.J., Brouwers, H.J.H.: Modelling the effects of waste components on cement hydration, University of Twente, (2000) <http://doc.utwente.nl/21577/1/Conference9.pdf>