

Univerza
v Ljubljani

Fakulteta
*za gradbeništvo
in geodezijo*



MAGISTRSKO DELO

MAGISTRSKI ŠTUDIJSKI PROGRAM DRUGE STOPNJE GRADBENIŠTVO

Ljubljana, 2023

Univerza
v Ljubljani

*Fakulteta za
gradbeništvo in
geodezijo*



Kandidat/-ka:

Magistrsko delo št.:

Master thesis No.:

Mentor/-ica:

Predsednik komisije:

Somentor/-ica:

Član komisije:

Ljubljana, _____

POPRAVKI – ERRATA

Stran z napako	Vrstica z napako	Namesto	Naj bo
----------------	------------------	---------	--------

»Ta stran je namenoma prazna.«

BIBLIOGRAFSKO-DOKUMENTACIJSKA STRAN IN IZVLEČEK

UDK:	539.41:691.54(043.3)
Avtor:	Blaž Dolgan
Mentor:	doc. dr. Petra Štukovnik
Somentor:	doc. dr. David Antolinec
Naslov:	Cementni kompoziti z dodatkom fazno spremenljivih materialov (PCM)
Tip dokumenta:	Magistrsko delo
Obseg in oprema:	44 str., 7 pregl., 32 sl., 15 graf.
Ključne besede:	PCM, tlačna trdnost, natezna trdnost, zmrzovanje/tajanje, SEM, optični mikroskop

Izvleček

V magistrski nalogi so obravnavani cementni kompoziti z dodatkom fazno spremenljivih materialov (PCM). To so materiali, ki pri določenem temperaturnem razponu spremenijo agregatno stanje in pri tej fazni spremembi absorbirajo ali oddajajo energijo. V uvodnem delu magistrske naloge so v teoriji predstavljene vrste PCM, njihove lastnosti in načini vgradnje v sam kompozit. V raziskovalnem delu naloge smo pripravili tri mešanice z dodanimi PCM ter referenčno mešanico. Skladno s standardi smo na štirih pripravljenih cementnih kompozitih izvajali preiskave na sveži in strjeni mešanici, in sicer cepilna natezna trdnost in tlačna trdnost. Dodatno smo izvedli še nestandardne preiskave in sicer. določanje časa vezanja in odpornost materiala na zmrzovanje in tajanje. Pridobljene rezultate smo analizirali in v nadaljevanju primerjali z referenčno mešanico. Cementni kompozit smo analizirali tudi pod mikroskopom. Na podlagi dobljenih rezultatov smo prišli do ugotovitev, da je cementni kompozit z dodatkom PCM manj odporen na mehanske vplive, ima pa za razliko od referenčne mešanice boljše toplotne karakteristike. Dodajanje PCM deluje tudi kot zaviralec vezanja. Glede na rezultate preiskav menimo, da je kompozit z dodanimi PCM v gradbeništvu primernejši za uporabo v notranjosti stavb, na primer pri ometih.

BIBLIOGRAPHIC-DOCUMENTALISTIC INFORMATION AND ABSTRACT

UDC: 539.41:691.54(043.3)
Author: Blaž Dolgan
Supervisor: Assist. Prof. Petra Štukovnik, Ph.D.
Co-supervisor: Assist. Prof. David Antolinc, Ph.D.
Title: Cement composites with the addition of phase-changing materials (PCM)
Document type: Master Thesis
Notes: 44 p., 7 tab., 32 fig., 15 graph.
Keywords: PCM, compressive strength, split tensile strength, freeze/thaw, SEM, optical microscope

Abstract

The master's thesis discusses cement composites with the addition of phase change materials (PCM). These are materials that change their phase within a specific temperature range and absorb or release energy during this phase change. In the introductory part of the thesis, various types of PCM, their properties, and methods of incorporation into the composite are theoretically presented. In the research part of the thesis, three mixtures with added PCM and a reference mixture were prepared. In accordance with standards, tests were carried out on the four prepared cement composites in both fresh and hardened states, such as split tensile strength and compressive strength tests. Additionally, non-standard tests were performed, such as determining the setting time and the material's resistance to freezing and thawing. The obtained results were analysed and subsequently compared with the reference mixture. The cement composite was also examined under a microscope. In conclusion, the research found that the cement composite with the addition of PCM is less resistant to mechanical influences but has better thermal characteristics compared to the reference mixture. Adding PCM also acts as a binding inhibitor. Based on the test results, it is suggested that composites with added PCM are more suitable for plaster rather than structural elements.

ZAHVALA

Za mentorstvo in strokovno pomoč pri nastajanju magistrskega dela se iskreno zahvaljujem mentorici doc. dr. Petri Štukovnik in somentorju doc. dr. Davidu Antolincu.

Za strokovno pomoč pri izvajanju laboratorijskih preiskav se iskreno zahvaljujem tudi Franciju Čeponu, dipl. inž. grad.

Zahvaljujem se tudi vsem sodelujočim na projektu ŠPRT, za vso pomoč pri pripravi vzorcev in možnostjo uporabe rezultatov v magistrski nalogi. Upam, da delo ni bilo prezahtevno!

V teh nepozabnih študijskih letih smo spletli posebno prijateljsko vez, ki nas povezuje že od samega začetka. Najlepša hvala vsem članom Visoko kvalificirane operativno inženirske zasedbe Ómire: Janiju Cerarju, Aljažu Franku, Jerneju Koretiču, Tilenu Kuzmanu in Simonu Saviću.

Najlepša hvala družini, ki me je pri študiju z veliko mero potrpljenja podpirala.

Iskreno bi se rad zahvalil puncu Zali, ki me je tekom študija, predvsem pa tekom zaključevanja magistrske naloge vsak dan vzpodbujala z besedami: še malo! Hvala ti!

»Ta stran je namenoma prazna.«

KAZALO VSEBINE

POPRAVKI – ERRATA.....	I
BIBLIOGRAFSKO-DOKUMENTACIJSKA STRAN IN IZVLEČEK	III
BIBLIOGRAPHIC-DOCUMENTALISTIC INFORMATION AND ABSTRACT	IV
ZAHVALA.....	V
1 UVOD	1
2 FAZNO SPREMENLJIVI MATERIALI	3
2.1 VPLIV PCM NA TOPLOTNE KARAKTERISTIKE IN BIVALNO OKLJE	8
3 METODE IN PREISKAVE NA CEMENTNEM KOMPOZITU	11
4 PRIPRAVA PREIZKUŠANCEV IN EKSPERIMENTALNE PREISKAVE	12
4.1 Opis materialov	12
4.1.1 Agregat.....	12
4.1.2 Cement.....	13
4.1.3 Superplastifikator.....	14
4.1.4 PCM.....	14
4.2 Priprava mešanic in lastnosti svežih mešanic	15
4.3 Preiskave na sveži mešanici	17
4.4 Spremljanje strjevanja mešanic s pomočjo ultrazvočne metode	20
4.5 Preiskave na strjeni mešanici.....	23
5 MIKROSTRUKTURNE ANALIZE.....	40
6 ZAKLJUČEK	43
VIRI.....	45

KAZALO SLIK

Slika 1: Mikroenkapsulirani PCM [8]	4
Slika 2: a.) makroenkapsuliran PCM v sferi [13], b.) makroenkapsuliran PCM v panelu, vgrajen v zidak [14]	4
Slika 3: Primer makroenkapsuliranega PCM [15]	5
Slika 4: Primer zidaka iz lahkega agregata ekspandirane gline [20]	5
Slika 5: Direktna metoda vgrajevanja PCM v mešanico	6
Slika 6: Priprava na vakuumsko impregnacijo PCM v lahek agregat [25]	7
Slika 7: Potrebne debeline materialov za skladiščenje enake količine energije pri enakih pogojih [31] ..	8
Slika 8: Shematski prikaz delovanja PCM [33]	9
Slika 9: Postavitev preizkusa za določanje toplotne prevodnosti materiala [35]	10
Slika 10: Uporabljen mikroenkapsuliran PCM podjetja MikroCaps	14
Slika 11: Mešanica v mešalcu	16
Slika 12: a.) vgrajena mešanica in oznake preizkušancev, b.) objektno stekelce z vzorcem PCM	17
Slika 13: Stresalna miza s konusom in lesenim nabijačem.	18
Slika 14: Kalup z vgrajenim cementnim kompozitom in odčitkom na tehtnici	19
Slika 15: Poroziometer	20
Slika 16: Merjenje dinamičnega modula elastičnosti z merilno napravo Proceq Pundit PL-200	22
Slika 17: Dimenzije in prikaz tlačnega preizkusa	23
Slika 18: Vzorec pri preizkusu tlačne trdnosti: a.) vzorec, vstavljen v prešo; b.) značilna oblika peščene ure po tlačnem preizkusu	24
Slika 19: Pozicija in dimenzija vzorca pri upogibnem preizkusu	26
Slika 20: Vzorec v preizkuševalni napravi (a) in vzorec po poružitvi (b)	26
Slika 21: Priprava vzorcev na preizkus odpornosti na zmrzovanje/tajanje. Slika a.) označba posod z vzorci. Slika b.) vzorci v mediju	28
Slika 22: Primerjava vzorca 10%PCM pri a.) 10-ih in b.) 20-ih ciklih	30
Slika 23: Vzorec REF po 20-ih ciklih	30
Slika 24: Merilnik toplotnega toka Ahlborn FQAD18T Heat Flow Plate	31
Slika 25: Grelna plošča [50]	32
Slika 26: Postavitev eksperimenta za merjenje toplotne prevodnosti	32
Slika 27: Vzorec, obdan z XPS	33
Slika 28: Zajem podatkov meritev Ahlborn ALMEMO 2490	34
Slika 29: Preizkušanci v peči	34
Slika 30: Postavitev meritve temperature: a.) priprava merilnih mest; b.) vstavljeni vzorci, pripravljeni za meritve	37
Slika 31: Optična mikroskopija vzorca cementnega kompozita z dodanimi PCM	40

Slika 32: SEM slike vzorca z dodatkom PCM. Slika a – f: vzorci PCM pri različnih temperaturah, slika g.) posnetek z tehniko povratno sipanih elektronov, slika h.) posnetek z uporabo Cameo+ funkcije .. 42

KAZALO PREGLEDNIC

Preglednica 1: Karakteristike cementa ULTRASAL 42,5 N [47]	14
Preglednica 2: Karakteristike superplastifikatorja Cementol Hiperplast 481	14
Preglednica 3: Fizikalne in kemijske lastnosti uporabljenega fazno spremenljivega materiala	15
Preglednica 4: Povprečne vrednosti razlezov posameznih mešanic	18
Preglednica 5: Prostorninska masa posamezne mešanice	19
Preglednica 6: Vsebnost zraka v mešanicah	20
Preglednica 7: Toplotna prevodnost vzorcev	36

KAZALO GRAFIKONOV

Graf 1: Presejek agregata v odvisnosti od deleža frakcije agregata	13
Graf 2: Delež frakcije agregata v odvisnosti od frakcije	13
Graf 3: Hitrost ultrazvočnih valov v odvisnosti od časa pri začetku vezanja vzorcev	22
Graf 4 : Rezultati preizkusa tlačne trdnosti	25
Graf 5: Razlika v tlačni trdnosti v primerjavi z REF [%]	25
Graf 6: Rezultati preizkusa upogibne natezne trdnosti	27
Graf 7: Razlika v upogibni natezni trdnosti v primerjavi z REF [%]	27
Graf 8: Okrušek materiala po posameznih ciklih	29
Graf 9: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa - REF	35
Graf 10: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa – 5 % PCM	35
Graf 11: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa – 10 % PCM	36
Graf 12: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa – 5 % PCM+V	36
Graf 13: Ohlajanje vzorcev v odvisnosti od časa	38
Graf 14: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od temperature - REF	39
Graf 15: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od temperature – 5 % PCM+V	39

»Ta stran je namenoma prazna.«

1 UVOD

Kvaliteta bivanja je ključni element sodobnega življenja, ki neposredno vpliva na človekovo dobro počutje in zadovoljstvo. Ob tem je potrebno poskrbeti tudi za dobre bivalne pogoje v stavbah. Opažamo, da so zunanje temperature vsako leto višje, posledično pa se s tem višajo tudi stroški energije, potrebni za ohlajanje stavb. V gradbeni stroki stremimo k ekonomični, nizko energetske in varčni gradnji, zato uvajamo nove, napredne materiale v samo stavbno okolje. Potreba po izboljšanju energetske učinkovitosti za doseganje ugodnih bivalnih pogojev v stavbah narekuje trend uporabe t.i. pametnih materialov v gradbeništvu, kamor sodijo tudi fazno spremenljivi materiali (ang. Phase change material – PCM). PCM so materiali, ki v določenem temperaturnem okviru sprejemajo ali sproščajo toploto. Pametna uporaba te zanimive lastnosti pa lahko v stavbah privede do zagotavljanja že omenjene kvalitete bivanja in ugodnih bivalnih pogojev.

Namen magistrske naloge je bil preučiti PCM in ugotoviti, v katerem področju gradbeništva bi jih lahko najbolje izkoristili. Prvi izsledki iz literature so nas pripeljali do ugotovitve, da pripravimo cementni kompozit in mu v volumskih deležih dodajamo PCM. Kljub znatnemu številu del v tuji literaturi na temo uporabe PCM v gradbeništvu še vedno ostaja nekaj odprtih vprašanj. Kako PCM reagira z materialom? Kako se ta kompozit obnaša v ekstremnih pogojih? Kje so možnosti uporabe takšnega cementnega kompozita? Razvoj cementnih kompozitov z dodatkom PCM mora biti v začrtanih okvirjih, ki veljajo v gradbeništvu (varnost uporabe, obstojnost materiala, ekonomičnost izvedbe). V sklopu projekta in magistrske naloge smo obravnavali možnost priprave cementnega kompozita kot modernega gradbenega materiala.

V prvem delu naloge je bilo potrebno izvesti teoretični pregled literature, da smo spoznali PCM, njegovo delovanje in uporabo. Izkazalo se je, da se k cementnim kompozitom največkrat dodaja organske PCM, saj so cenovno najugodnejši, za to smo le te uporabili v sklopu raziskovalnega dela magistrske naloge. Osredotočili smo se le na materiale, dostopne na slovenskem trgu.

Lastnosti cementnih kompozitov so odvisne od več faktorjev, med njimi izstopajo predvsem načrtovanje mešanice, kakovost uporabljenih materialov, procesa izdelave, zunanjim pogojem in načina vgradnje.

V drugem delu naloge smo izvedli še dodatne preiskave, s katerimi smo cementnemu kompozitu z dodanimi PCM določili njegove karakteristike. Preučili smo mehanske lastnosti cementnega kompozita z dodanim PCM. Preiskave smo izvajali na sveži in strjeni mešanici, (specifična gostota, razlez, vsebnost zraka, tlačna trdnost, upogibna trdnost) ter tudi vpliv okolice na ta material (izpostavljenost procesu zmrzovanja in tajanja). Izkazalo se je, da cementni kompozit z dodanim PCM ni primeren kot material za konstrukcijske elemente. V večini smo vse preiskave izvedli skladno z veljavnimi standardi. Izvedli smo še dve preiskavi, ki nista del standardnih preiskav, za ugotavljanje vpliva PCM na toplotne karakteristike cementnega kompozita (določanje toplotne prevodnosti, čas ohlajanja segretega vzorca). Preiskave so pokazale vzpodbudne rezultate, vendar bi bilo na tem področju izvesti dodatne raziskave.

Zanimala nas je tudi sestava PCM in cementnega kompozita z dodanim PCM na mikroskopski ravni. Vzorce smo analizirali z optičnim mikroskopom in PCM smo izpostavili različnim temperaturam in ugotovili, pri kateri temperaturi bi bila uporaba PCM še smiselna.

2 FAZNO SPREMENLJIVI MATERIALI

PCM (Phase Changing Material ali fazno spremenljiv material) je snov z relativno visoko specifično talilno toploto. Ta lastnost omogoča, da se PCM pri določeni temperaturi ali znotraj določenega temperaturnega območja spreminja med tekočo in trdno fazo ter ob tem skladišči ali sprošča energijo. Med procesom fazne spremembe material absorbira ali oddaja latentno toploto [1], kar pomeni, da lahko shranjuje energijo v obliki toplote, ki jo nato sprošča ob ponovni spremembi faze.

Vključitev PCM v cementne kompozite lahko ima pozitivne učinke na lastnosti materiala. Ti materiali lahko izboljšajo toplotno stabilnost in izolacijske lastnosti. Po drugi strani pa lahko dodajanje PCM tudi negativno vpliva na material [2], zato je pomembno skrbno načrtovanje uporabe PCM, da se dosežejo želeni učinki in se preprečijo morebitni negativni vplivi na končni izdelek.

Poznamo več vrst fazno spremenljivih materialov, ki jih delimo glede na kemijsko sestavo. To so [2]:

- 1.) organski PCM
- 2.) anorganski PCM
- 3.) evtetiki

Organskim PCM prištevamo parafinske voske in maščobne kisline [3]. Za te materiale je značilna visoka kapaciteta latentne toplote, majhna volumska sprememba med faznim prehodom ter toplotna in kemična stabilnost. Organske PCM spremlja tudi nizka cena, saj so večinoma naravnega izvora. Fazni prehod se zgodi pri temperaturah, ki so za človeka prijetne, zato so primerne za uporabo v gradbeništvu. Prav tako ne reagirajo z armaturo v kompozitih, saj so ne-korozivni. Slabost organskih PCM je predvsem nizka toplotna prevodnost in velika sprememba volumna med faznim prehodom. [3].

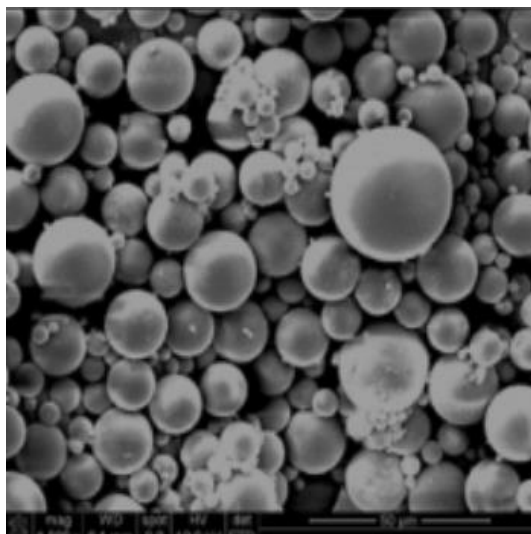
Najpogostejši anorganski PCM so hidrati anorganskih soli. So kemijsko inertni ter imajo visoko latentno toploto, večina jih je korozivnih. Nagnjeni so k "supercooling¹-u" [3]. V primerjavi z organskimi PCM so dražji, njihova temperatura faznega prehoda pa je bistveno višja.

Evtektični PCM so zmes več organskih ali anorganskih spojin v takšnem razmerju, da je točka taljenja čim nižja [4]. Njihova prednost je, da omogočajo prilagajanje lastnosti. Slabosti evtektičnih PCM sta nagnjenost k podhladitvi in notranja nestabilnost evtektika [4].

PCM je lahko enkapsuliran v mikrokapsulah ali makrokapsulah [5], [6].

Velikost mikrokapsule znaša od 1 μm do 1000 μm (slika 1). Glavna prednost mikroenkapsulacije je predvsem zmanjšanje možnosti izcejanja PCM pri njegovi fazni spremembi. Ena izmed prednosti je tudi velika specifična površina, ki omogoča hitrejši prenos toplote [7].

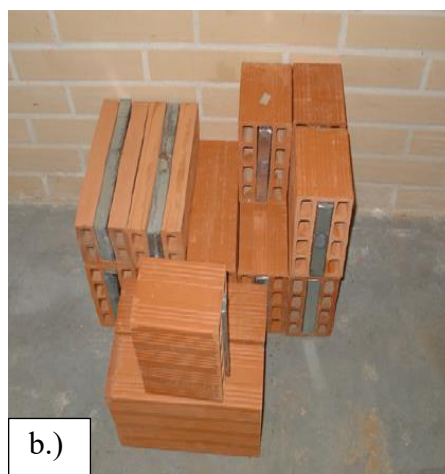
¹ "Supercooling" je pojav, pri katerem tekočina ostane tekoča, čeprav je ohlajena pod svojo normalno temperaturo zamrzovanja.



Slika 1: Mikroenkapsulirani PCM [8]

Mikroenkapsuliran PCM kaže tudi izboljšano kemijsko stabilnost in toplotno zanesljivost, saj je fazno ločevanje znotraj materiala med faznim preходом omejena na mikroskopske razdalje [9]. V večini raziskav so kot material za mikroenkapsuliranje PCM uporabili parafine in maščobne kisline [10], [11].

Pri postopku makroenkapsulacije se PCM vgradi v cevke, vrečke, sfero, porozni material ali panele, ki so uporabljeni kot samostojni elementi ali vključeni v gradbeni proizvod [12]. Velikost makroenkapsuliranih delcev je največkrat večja od 1 cm (slika 2 in slika 3) [12].



Slika 2: a.) makroenkapsuliran PCM v sferi [13], b.) makroenkapsuliran PCM v panelu, vgrajen v zidak [14]

Prednost makroenkapsuliranih PCM je ta, da so lahko v kompozitu uporabljeni direktno kot grob agregat ali kot ločen element, pri tem pa ne vplivajo na strukturno funkcijo materiala. Zaradi tega se lahko makroenkapsulirane PCM mešanici dodaja v večjih količinah [5]. Njihova proizvodnja je v primerjavi z mikroenkapsulacijo cenejša [15].



Slika 3: Primer makroenkapsuliranega PCM [15]

PCM je mogoče učinkovito makroenkapsulirati s postopkom vakuumske impregnacije v kombinaciji s poroznimi lahkim agregatom. Lahki agregat je značilen po svoji porozni strukturi, ki deluje kot idealen nosilec za PCM. Med najpogostejše uporabljenimi materiali za ta namen so ekspandirana glina [15], ekspandiran perlit [16], ekspandiran skrilavec, plovec [17], vermicit [18] in diatomej [19]. Slika 4 prikazuje praktičen primer takšnega nosilca za PCM.



Slika 4: Primer zidaka iz lahkega agregata ekspandirane gline [20]

PCM lahko mešanici dodajamo na dva načina:

- 1.) direktna metoda vgrajevanja, prikazana na sliki 5
- 2.) indirektna metoda vgrajevanja, prikazana na sliki 6

Sprva, ko je bil cilj raziskovalcev izboljšanje termičnih lastnosti cementnega kompozita, se je PCM vgrajevalo po direktni metodi. Na podlagi številnih ugotovitev vplivov PCM na materialne lastnosti kompozita, se vse bolj uporablja vgrajevanje po indirektni metodi [9], [21].



Slika 5: Direktna metoda vgrajevanja PCM v mešanico

Pri direktni metodi vgradnje se PCM mešanici doda že med procesom mešanja ali s potopitvijo cementnega kompozita v PCM. Ta se nato vpije v material skozi kapilare [5], [22]. Pri potopitvi cementnega kompozita v tekoč PCM pride do absorpcije zaradi kapilarnih sil [23]. Neposredno dodajanje PCM ima vpliv na hitrost vezanja in strjevanja cementnega kompozita. Ker se PCM dodaja v tekočem stanju, se poveča tudi vsebnost vode v mešanici, kar lahko posledično vpliva na mehanske lastnosti [24]. Poleg tega lahko dodajanje PCM med mešanjem dodatno poveča možnost izločanja PCM iz matrice.

Pri postopku indirektna metode vgradnje je ključnega pomena, da PCM natančno vgradimo v cementni kompozit. To dosežemo bodisi z enkapsulacijo PCM bodisi z vakuumsko impregnacijo v porozni lahki agregat (slika 6). Tako pripravljene komponente se v cementni kompozit dodajajo med samim procesom mešanja. Pri enkapsulaciji je pomembno, da kapsula ne reagira s cementnim kompozitom ali PCM, obenem pa mora imeti visoko toplotno prevodnost. Ovoj kapsule mora biti dovolj trden, da ne počí med mešanjem in vgrajevanjem v kompozit [5]. Ta postopek zagotavlja, da se PCM učinkovito in stabilno vgradi v cementni kompozit, kar je ključno za izboljšanje termične učinkovitosti materiala.



Slika 6: Priprava na vakuumsko impregnacijo PCM v lahek agregat [25]

Kadar dodajamo mikroenkapsulirane PCM v cementne kompozite, jih lahko dodamo na dva načina:

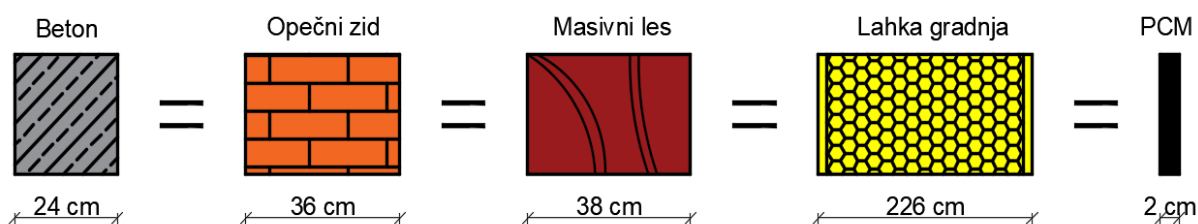
- zamenjava in
- dodajanje.

Pri uporabi metode zamenjave se določen delež PCM nadomesti s sorazmernim deležem finih delcev, kot so agregat, cement, kamena moka, itd. [5], [26]. V nasprotju s tem se pri metodi dodajanja PCM preprosto umeša med druge osnovne komponente brez zamenjave. Večina raziskav, ki so obravnavale mikroenkapsulirane PCM, so se osredotočile na metodo zamenjave, saj ta metoda običajno manj vpliva na zmanjšanje tlačne trdnosti materiala v primerjavi z metodo dodajanja [27]. To pomeni, da je metoda zamenjave bolj primerna za ohranjanje mehanske trdnosti cementnega kompozita, hkrati pa omogoča izkoristek prednosti fazno spreminjajočega materiala za izboljšanje termičnih lastnosti.

2.1 VPLIV PCM NA TOPLOTNE KARAKTERISTIKE IN BIVALNO OKLJE

V raziskavah [28], [29], [30] so ugotovili, da vključitev PCM vpliva na toplotne lastnosti cementnega kompozita. PCM ima namreč izrazito višjo toplotno kapaciteto v primerjavi z večino običajnih gradbenih materialov, kar pomeni, da je sposoben absorbirati več toplote. To dejstvo je ključno za izboljšanje termične učinkovitosti materiala.

Na sliki 7 so prikazane potrebne debeline najpogosteje uporabljenih materialov za shranjevanje enake količine energije pod enakimi pogoji. To potrjuje, da je vključitev PCM v cementni kompozit obetaven pristop za doseganje boljših toplotnih lastnosti gradbenih materialov.

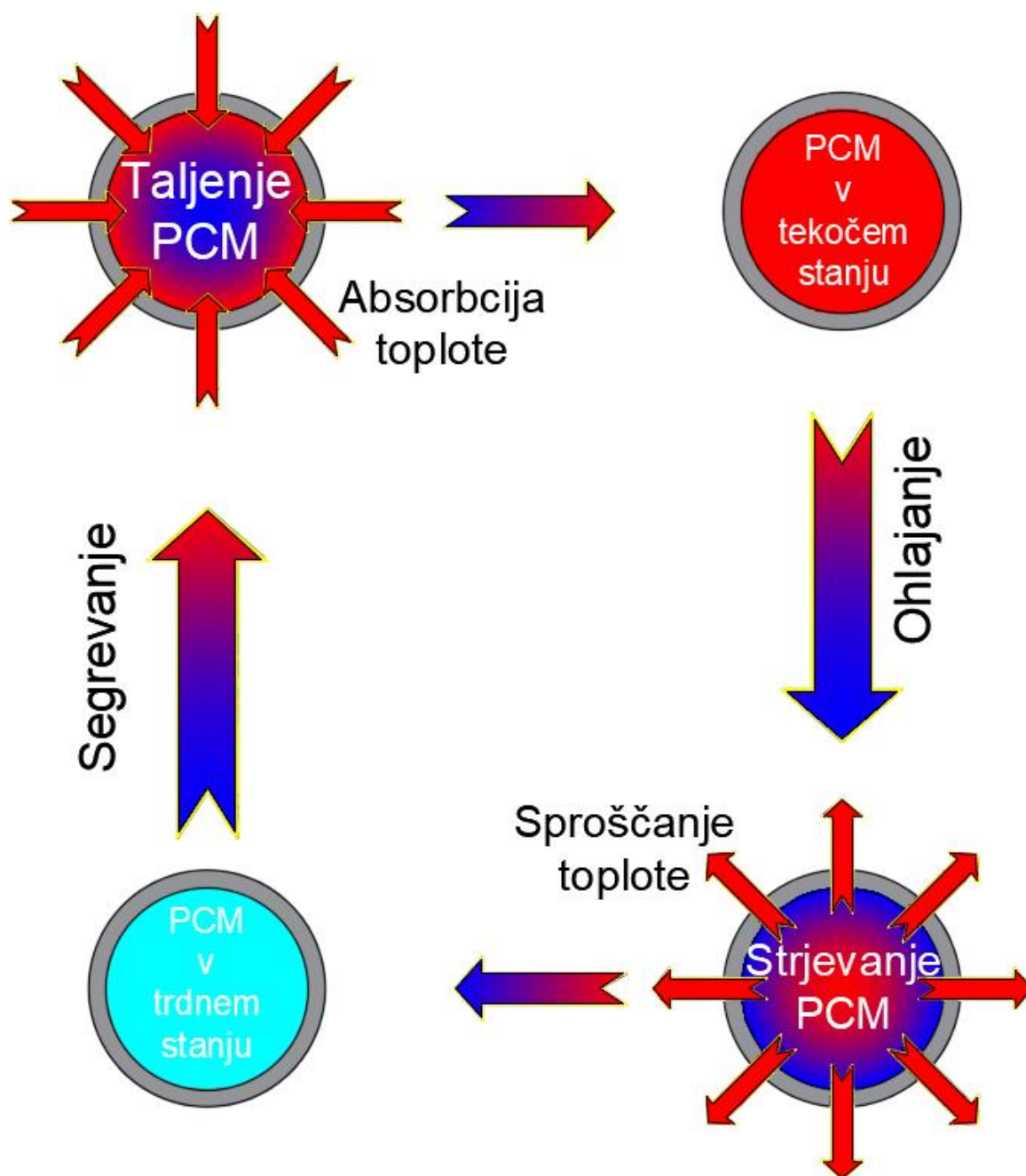


Slika 7: Potrebne debeline materialov za skladiščenje enake količine energije pri enakih pogojih [31]

V večini primerov, ko v stavbah uporabljajo PCM, se odločijo za tiste, ki med fazno spremembo svoje agregatno stanje spremenijo iz trdnega v tekoče. Hkrati se izogibamo uporabi PCM, pri katerih se agregatno stanje spremeni v plinasto, saj ta sprememba povzroči izrazito povečanje volumna ali tlaka, zlasti če je plin ujet v zaprtih prostorih [32]. Kompoziti, ki vsebujejo dodan PCM, igrajo ključno vlogo kot napredni gradbeni materiali za regulacijo notranjega okolja v stavbah, zlasti pri blaženju temperaturnih nihanj [32].

Uporaba PCM v gradbenih materialih omogoča izravnavo temperaturnih sprememb v bivalnem okolju. Ta funkcija je bistvenega pomena pri zmanjševanju energetske porabe za ogrevanje in hlajenje, kar prispeva k energetske učinkovitosti in udobju v stavbah [32].

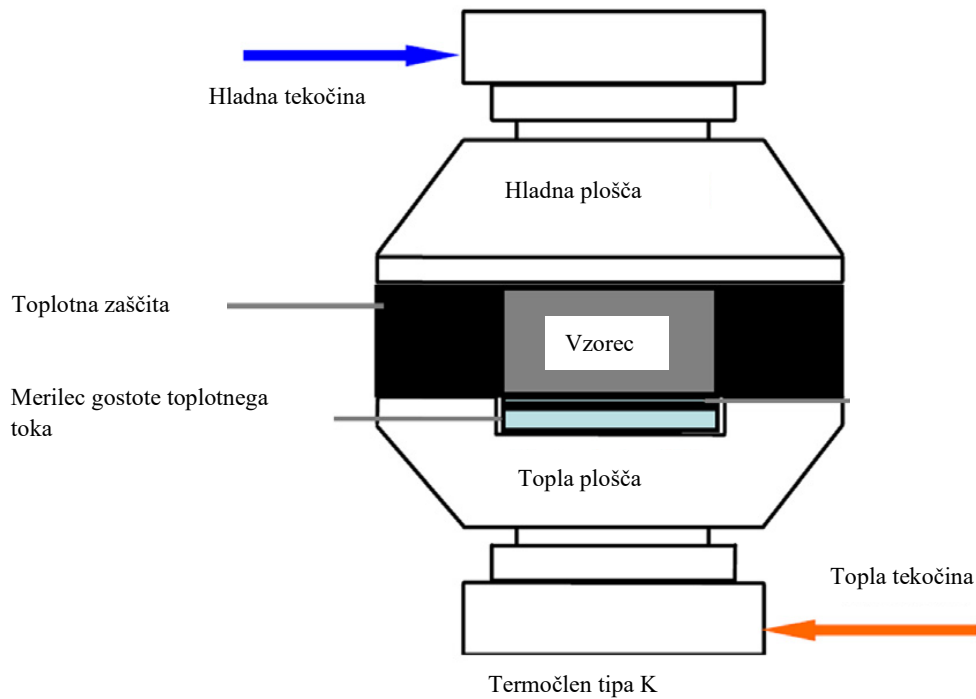
Delovanje PCM je prikazano na sliki 8. Pri segrevanju se PCM pri fazni spremembi iz trdnega agregatnega stanja tali in prehaja v tekočega. V tej fazi taljenja PCM absorbira toploto iz okolice. Pri ohlajanju pride do ponovne spremembe agregatnega stanja, PCM pa pri strjevanju v okolico oddaja toploto.



Slika 8: Shematski prikaz delovanja PCM [33]

V gradbeništvu je pomembno, da poznamo toplotno prevodnost materialov, ki jih vgrajujemo, saj ta parameter vpliva na učinkovitost izolacije in termično obnašanje konstrukcij. Pri raziskavah toplotnih karakteristik materialov Drissi in sod. [34], uporabili metodo z grelnimi ploščami. Ta eksperimentalna metoda vključuje postavitve preizkušanca med dve grelni plošči, ki vzpostavita konstanten toplotni tok skozi debelino preizkušanca. Med celotnim preizkusom se beleži kontaktna temperatura na obeh straneh preizkušanca. Da bi zagotovili, da se toplota ne izgublja skozi stranske površine preizkušanca, se ob straneh vgradi toplotna izolacija. Za toplotno izolacijo se pogosto uporabi material z zelo nizko toplotno prevodnostjo, kar omogoča natančnejše meritve.

Na sliki 9 je prikazana shema eksperimentalne naprave, ki je uporabljena pri tej metodi.



Slika 9: Postavitev preizkusa za določanje toplotne prevodnosti materiala [35]

3 METODE IN PREISKAVE NA CEMENTNEM KOMPOZITU

V magistrski nalogi smo preiskave izvajali po naslednjih standardiziranih metodah:

- določanje konsistence s stresalno mizo [36]
- določanje vsebnosti zraka v sveži malti [37]
- določanje prostorninske mase sveže mešanice [38]
- določanje upogibne trdnosti [39]
- določanje tlačne trdnosti [39]

V nadaljevanju bodo opisane še preiskave, ki smo jih izvedli na preizkušancih, niso pa del standardnih preiskav:

- določanje odpornosti kompozita na zmrzovanje in tajanje [40]
- dinamični modul elastičnosti E_D [41]
- določanje toplotne prevodnosti λ [42]
- merjenje hitrosti ohlajanja v odvisnosti od časa
- optična mikroskopija [43]
- SEM [44]
- DSC [45]

4 PRIPRAVA PREIZKUŠANCEV IN EKSPERIMENTALNE PREISKAVE

V raziskovalnem delu magistrske naloge smo pripravili cementni kompozit z dodatkom PCM, ki je dostopen na slovenskem tržišču. Lastnosti uporabljenega PCM so podane v poglavju 4.1.4. Na pripravljenem cementnem kompozitu smo spremljali spremembe v materialnih in fizikalnih karakteristikah. Za izvedbo preizkusov smo pripravili štiri mešanice, od tega eno referenčno. Pri mešanicah z dodanimi PCM smo pri dveh upoštevali delež vode v suspenziji uporabljenega PCM dodatka in le-to odšteli od zamesne vode, pri eni mešanici pa smo dodatek PCM smatrali kot vodno disperzijo mikrokapsul (posledičen vpliv na v/c razmerje).

Najprej smo izvedli preiskave na sveži mešanici. Sledila je vgradnja v kalupe in nega preizkušancev do razkalupljanja. Mehanske preiskave smo za vsako mešanico izvajali pri starostih vzorcev 3, 7 in 28 dni. Odpornost materiala na zmrzovanje/tajanje smo izvedli na vzorcih pri starosti 28 dni v 20 ciklih, vsakih 5 ciklov pa beležili rezultate.

4.1 Opis materialov

V spodnjem razdelku so opisani materiali, ki so bili uporabljeni za izdelavo preizkušancev.

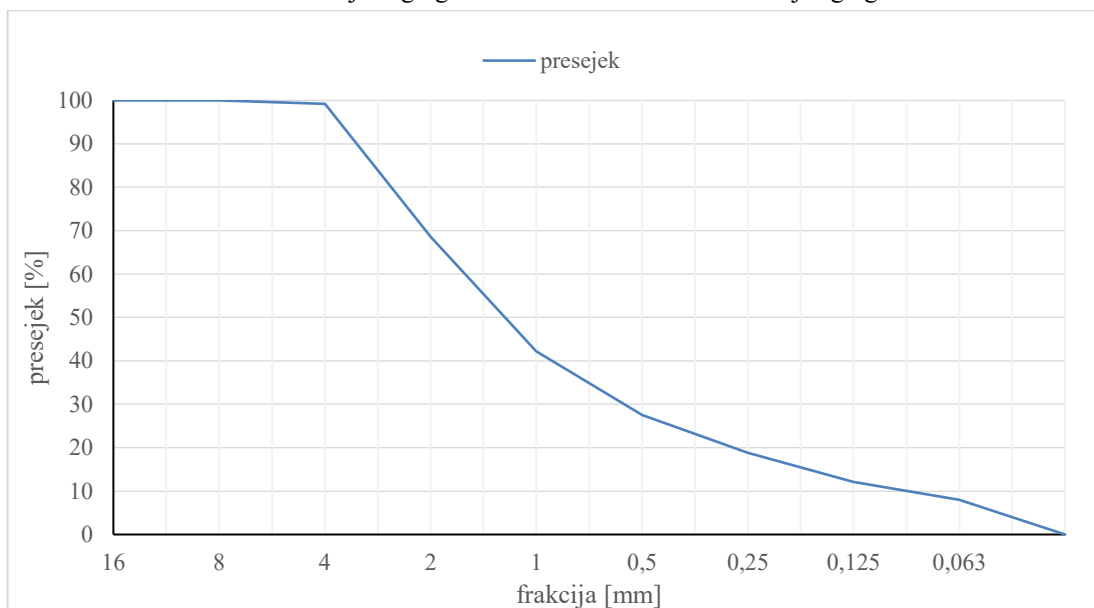
4.1.1 Agregat

Agregat v mešanici tvori nosilni skelet, kompozitu pa dajejo trdnost in togost. Poleg tega agregat mešanici daje dimenzijsko stabilnost. Preko agregatnih zrn se prenaša večji del obremenitev. Agregat predstavlja približno 75 % volumna kompozita [46].

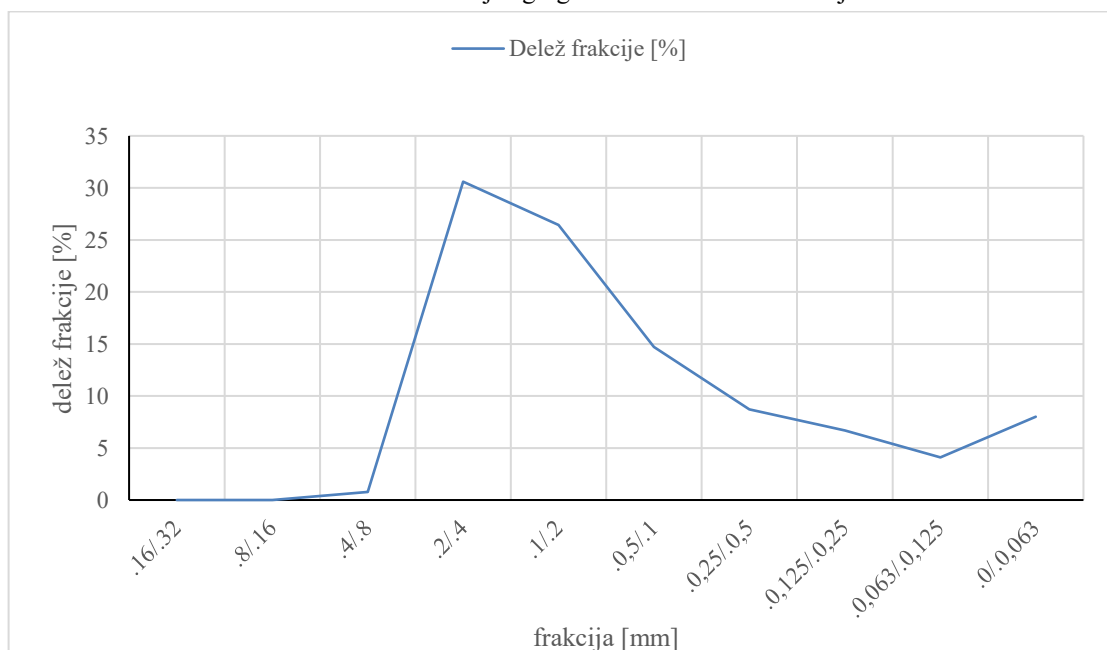
Uporabili smo poznodiagenetski triasni dolomit, saj je na področju Slovenije ta kamnina prevladujoča [47]. Praškovna difrakcijska rentgenska analiza (XRD) je pokazala, da mineral dolomit zavzema približno 97 % kamnine in mineral kalcit približno 3 %. Prostorninska masa je 2847 kg/m³, vpijanje vode je 0,48 %.

Izbrana je bila frakcija 0/4, katere presejki so prikazani na grafu 1. Izbrani dolomitni agregat v sestavi vsebuje 8 % polnilnega agregata, kot prikazuje graf 2. Polnilni agregat (frakcija 0/0,063) v cementnem kompozitu pripomorejo k boljši zapolnitvi cementne matrice.

Graf 1: Presejek agregata v odvisnosti od deleža frakcije agregata



Graf 2: Delež frakcije agregata v odvisnosti od frakcije



4.1.2 Cement

Cement je praškasti material, ki reagira ob mešanju z vodo. Zaradi kemijskih reakcij in fizikalnih procesov prehaja v otrdelo cementno pasto oziroma cementni kamen. V matrici medsebojno povezuje agregatna zrna v homogeno zmes [46].

Uporabili smo cement s komercialno oznako ULTRASAL 42,5 N. Po standardu SIST EN 197-1 ima cement oznako CEM I 42,5 N. Z oznako CEM I označujemo čisti portlandski cement. V preglednici 1 so predstavljene karakteristike uporabljenega cementa.

Preglednica 1: Karakteristike cementa ULTRASAL 42,5 N [47]

Tehnični podatki	Vrednost
Zgodnja tlačna trdnost (2 dni)	25 MPa
Standardna tlačna trdnost (28 dni)	50 MPa
Čas začetka vezanja	160 min
Specifična masa	3,11 g/cm ³
Specifična površina	3200 cm ² /g
Žarilna izguba	3,5%

4.1.3 Superplastifikator

Superplastifikatorji so dodatki, ki povečujejo plastičnost sveže mešanice in s tem zmanjšujejo potrebo po vodi. Omogočajo lažje vgrajevanje in hitrejši prirast trdnosti pri enaki količini cementa [46]. Pri mešanici smo uporabili superplastifikator s komercialno oznako CEMENTOL HIPERPLAST 481. Lastnosti superplastifikatorja so predstavljene v preglednici 2.

Preglednica 2: Karakteristike superplastifikatorja Cementol Hiperplast 481

Tehnični podatki	Vrednost
Gostota, 20 °C	(1,05±0,02) kg/dm ³
pH	5,5±1,0
Vsebnost vodotopnih kloridov (Cl ⁻)	Ne vsebuje kloridov
Vsebnost alkalij (ekvivalent Na ₂ O)	< 3,0 %

4.1.4 PCM

Cementnemu kompozitu je bil dodan dodatek PCM-ja v obliki voska, kot vodna disperzija mikrokapsul (28,2 %), ki temeljijo na močno zamreženi melaminsko-formaldehidni smoli in inkapsuliranem parafinu. Po specifikaciji je območje vrelišča uporabljenega PCM: > 100 °C ter območje plamenišča: pribl. 180 °C (suhe vsebine), gostota pri 24 °C je 0,9-1,1 g/cm³, viskoznost: 100-1000 cps, pH vrednost pri 20 °C 6-8,5 [30]. Komercialno ime PCM je MikroCapsPCM28-MF-slurry (slika 10). V preglednici 3 so predstavljene fizikalne in kemijske lastnosti PCM.



Slika 10: Uporabljen mikroenkapsuliran PCM podjetja MikroCaps

Preglednica 3: Fizikalne in kemijske lastnosti uporabljenega fazno spremenljivega materiala

Tehnični podatki	Vrednost
Klasifikacije	Mikroenkapsulirana disperzija
Vrsta membrane	Melamin-formaldehid
Vrsta PCM	Parafinski vosek
Delež PCM v disperziji	25-30 %
Delež PCM v kapsulah	75-80 %
Suhi delež v disperziji	35-38 %
Talilno območje PCM	25-29 °C
Toplotna kapaciteta disperzije	55-75 J/g
Toplotna kapaciteta mikrokapsul	160-185 J/g
pH	7,0-9,0
Viskoznost (pri 25°C)	10-500 cPs
Barva	Bela
Povprečna velikost delcev	2-10 µm

4.2 Priprava mešanic in lastnosti svežih mešanic

V laboratoriju Fakultete za gradbeništvo in geodezijo smo pripravili štiri mešanice, od tega eno referenčno ter tri mešanice, ki smo jim dodali različne deleže PCM.

Za boljšo vgradljivost in obdelovalnost je bil vsem mešanicam dodan superplastifikator v deležu 1% na maso uporabljenega cementa. Pri referenčni mešanici (oznaka REF) je bilo uporabljeno vodocementno razmerje 0,46. Mešanica je bila pripravljena skladno s priporočili standarda SIST EN 196-1 [48]. Na sliki 11 je prikazano mešanje ene izmed mešanic.

Mešanica z oznako 5 % PCM je bila pripravljena enako kot referenčna mešanica. Dodatek PCM je bil dodan mešanici v volumskem deležu 5 % . Prav tako, kot mešanica z oznako 5 % PCM je bila pripravljena tudi mešanica z oznako 10 % PCM, z razliko v deležu dodatka PCM, ki je bil mešanici dodan v volumskem deležu 10 %. Mešanica z oznako 5 % PCM+V je bila pripravljena kot mešanica z oznako REF. PCM se je mešanici dodal v volumskem deležu 5 % kot vodna disperzija, kar je vplivalo na spremembo v/c razmerja iz 0,46 na 0,53.



Slika 11: Mešanica v mešalcu

Za vsako mešanico smo pripravili po tri vzorce za preizkus tlačne in upogibne trdnosti, tri vzorce za preizkus odpornosti materiala na zmrzovanje/tajanje in po en vzorec za merjenje dinamičnega modula elastičnosti. Poleg tega so bili pripravljene še vzorci za mineraloške analize. Vzorce za preizkus mehanskih karakteristik in odpornosti materiala na zmrzovanje/tajanje smo vgradili v trodelne kalupe standardnih dimenzij 40x40x160 mm, pripravili smo tudi vzorce za merjenje toplotnih karakteristik dimenzij 100x100x20 mm (slika 12 a.)). Prvih 24 ur smo vzorce negovali pri laboratorijskih pogojih pri temperaturi 20 ± 1 °C in relativno vlago 90 %. V tem času vzorci dosežejo zadostno trdnost, da jih lahko razkalupimo. V nadaljevanju smo vzorce negovali v vodi s temperaturo 20 ± 1 °C, dokler na njih nismo izvajali preizkusov. Vzorce za mineraloške preiskave smo pripravili tako, da smo jih razporedili po objektnejem steklu (slika 12 b.)) oz. pripravili tablete dimenzije 10x5 mm (slika 12 a.)). Vzorce na objektnejem stekelcu smo uporabili pri preiskavah na elektronskem mikroskopu (SEM), medtem, ko so bil vzorci v obliki tablete uporabljeni pri analizi diferenčne dinamične kalorimetrije (DSC) in optične mikroskopije.



Slika 12: a.) vgrajena mešanica in oznake preizkušancev, b.) objektno stekelce z vzorcem PCM

4.3 Preiskave na sveži mešanici

Pri mešanicah v svežem stanju smo primerjali naslednje karakteristike:

- razlez na stresalni mizici,
- prostorninsko maso sveže mešanice in
- vsebnost zraka (poroznost).

Razlez smo določali na stresalni mizi, ki je prikazana na sliki 13. Celoten postopek smo izvedli skladno s standardom SIST EN 1015-3 [36]. Malto smo vgradili v konusni lijak, pri tem smo si pomagali z nastavkom za polnjenje. Lijak in nastavek smo predhodno obrisali z mokro krpo, da se malta na njiju ne sprime. Vgrajevali smo v dveh plasteh, vsako plast smo z lesenim nabijačem nabili z 20 udarci. Eno minuto po končanem vgrajevanju smo lijak dvignili in začeli s tresenjem mizice. Hitrost tresenja je en

padec v sekundi, preizkus smo zaključili po 15 padcih. Razlez smo izmerili v dveh pravokotnih smereh, rezultat je povprečje obeh meritev [41].



Slika 13: Stresalna miza s konusom in lesenim nabijačem.

V preglednici 4 so predstavljeni rezultati razleza na stresalni mizi. Rezultati so pokazali, da na razlez v največji meri vpliva delež vode v mešanici in ne dodatek PCM kot tak. Pri mešanicah z oznako REF, 5 % PCM in 10 % PCM, ki so bile pripravljene z v/c razmerjem 0,46 opazimo, da so vrednosti razleza med mešanicami približno enake. Mešanica z oznako 5 % PCM+V pa doseže večji razlez, ker je bila pripravljena tako, da voda v suspenziji PCM ni bila upoštevana. Posledično se je v/c razmerje spremenilo na 0,53. Mešanice z nižjim razlezom se težje obdelujejo in lahko prihaja do večjih težav pri sami vgradnji.

Preglednica 4: Povprečne vrednosti razlezov posameznih mešanic

MEŠANICA	Razlez D [cm]
REF	10,6
5 % PCM	10,3
10 % PCM	10,4
5 % PCM + V	17,2

Določali smo tudi prostorninsko maso vsake izmed mešanic, saj smo želeli preveriti vpliv PCM na le to. Kalup z znanim volumnom smo predhodno stekali in nato vanj vgradili cementni kompozit. Prostorninsko maso določimo z enačbo 1 [41]:

$$D = \frac{m_2 - m_1}{V}, \text{ kjer so:} \quad (1)$$

- m_1 - masa kalupa [kg]
- m_2 - masa kalupa z vzorcem [kg]
- V - prostornina kalupa [m^3]

Izračunano maso se po izračunu zaokroži na 10 kg/m^3 natančno. Na sliki 14 je prikazan primer določanja prostorninske mase ene izmed mešanic. Le-ta se giblje med 2300 in 2400 kg/m^3 . V preglednici 5 so prikazani rezultati meritev prostorninske mase vseh mešanic: Razvidno, da se z dodajanjem PCM prostorninska masa mešanice manjša, kar smo tudi pričakovali. Povprečno je razlika v prostorninski masi od referenčne mešanice manjša za $3,5 \%$.



Slika 14: Kalup z vgrajenim cementnim kompozitom in odčitkom na tehtnici

Preglednica 5: Prostorninska masa posamezne mešanice

MEŠANICA	Prostorninska masa [kg/m^3]
REF	2402
5 % PCM	2387
10 % PCM	2276
5 % PCM + V	2290

Določali smo tudi vsebnost zraka v mešanicah po standardu SIST EN 1015-6:1999 [38]. Pri preiskavi smo uporabljali porozimeter, ki je prikazan na sliki 15.

V posodo smo vgradili mešanico do roba. Višek materiala smo odstranili, da je bila zgornja površina vgrajenega materiala ravna. Zgornji del porozimetra ima po robu nameščena tesnila, zato smo del posode očistili, da smo zagotovili ustrezno tesnjenje. Nato smo montirali zgornji del in pričeli z vlivanjem vode. Ko je bila posoda nad mešanico polna vode, smo zaprli ventil. Nato smo z ročno zračno

črpalko v komoro vnesli toliko zraka, da je na manometru kazalec pokazal nulo. Če je v komori pritisk previsok, odpremo ventil in izravnamo pritisk [31]. Po tem smo odprli ventil in na manometru odčitali delež zraka, ki ga vsebuje mešanica.



Slika 15: Porozimeter

Vrednosti vsebnosti zraka so predstavljene v preglednici 6:

Preglednica 6: Vsebnost zraka v mešanicah

Oznaka vzorca	Vsebnost zraka [%]
REF	3,9
5 % PCM	4
10 % PCM	3,8
5 % PCM + V	4,6

Iz preglednice 6 je razvidno, da se vsebnost zraka v mešanicah bistveno ne razlikuje, kar nakazuje, da uporaba PCM ne vpliva na poroznost kot tako.

4.4 Spremljanje strjevanja mešanic s pomočjo ultrazvočne metode

S pomočjo longitudinalnih ultrazvočnih valov lahko na preizkušancih določamo dinamični modul elastičnosti. Naprava za merjenje je sestavljena iz merilnega instrumenta, ene sonde, ki oddaja in druge sonde, ki sprejema ultrazvočne valove ter kalibratorja, ki služi za preverjanje pravilnosti delovanja aparata. Vzorec postavimo med sondi ter merimo čas t , ki ga potrebuje ultrazvok za prehod dolžine s .

Pri postavljanju sond na preizkušane moramo zagotoviti popoln stik s površino. To lahko zagotovimo na več načinov, kot so čiščenje in ravnanje površine z nanašanjem tankega sloja vazelina, tekočega mila ali silikonske paste. Na stiku sonde moramo obvezno odstraniti zrak [41].

Hitrost ultrazvočnih valov se definira z enačbo 2:

$$v = \sqrt{\frac{E_D}{\gamma} * \bar{f}(\mu_D)}, \quad (2)$$

kjer je $\bar{f}(\mu_D) = \frac{1-\mu_D}{(1+\mu_D)*(1-2\mu_D)}$

- E_D = dinamični modul elastičnosti
- μ_D = dinamični Poissonov koeficient
- γ = prostorninska masa materiala
- v = hitrost gibanja ultrazvočnih valov

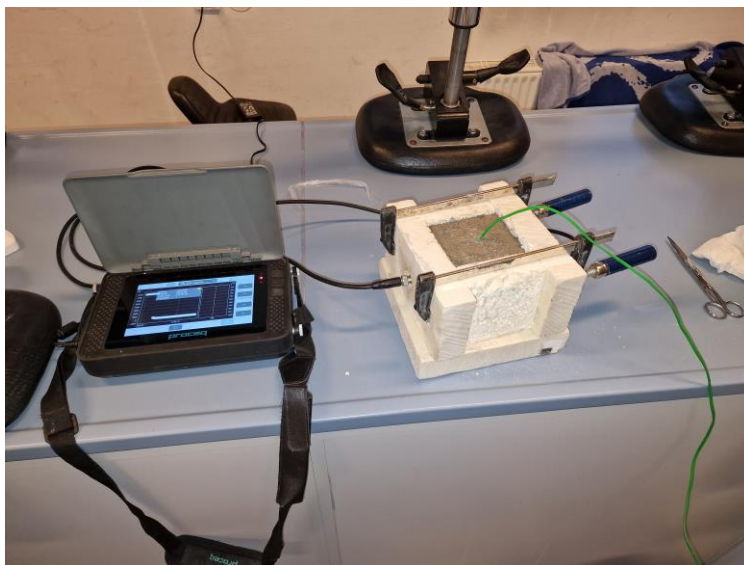
Hitrost ultrazvoka pa izračunamo po enačbi 3:

$$v = \frac{s}{t} * 10^6 \text{ (m/sec)} \quad (3)$$

V enačbi 3 pot s izrazimo v metrih, čas t pa v μsec .

Z merjenjem longitudinalnih ultrazvočnih valov lahko izmerimo tudi začetek vezanja materiala. Zanimal nas je vpliv dodanih PCM na začetek vezanja cementnega kompozita. Za merjenje ultrazvočnih valov smo uporabili napravo Proceq Pundit PL-200. Pred uporabo smo napravo s pomočjo priloženega pripomočka kalibrirali in se s tem izognili morebitnim napakam pri meritvah. Sonde za merjenje smo vgradili v vnaprej pripravljen kalup tako, da so bile ves čas merjenja v stiku s cementnim kompozitom.

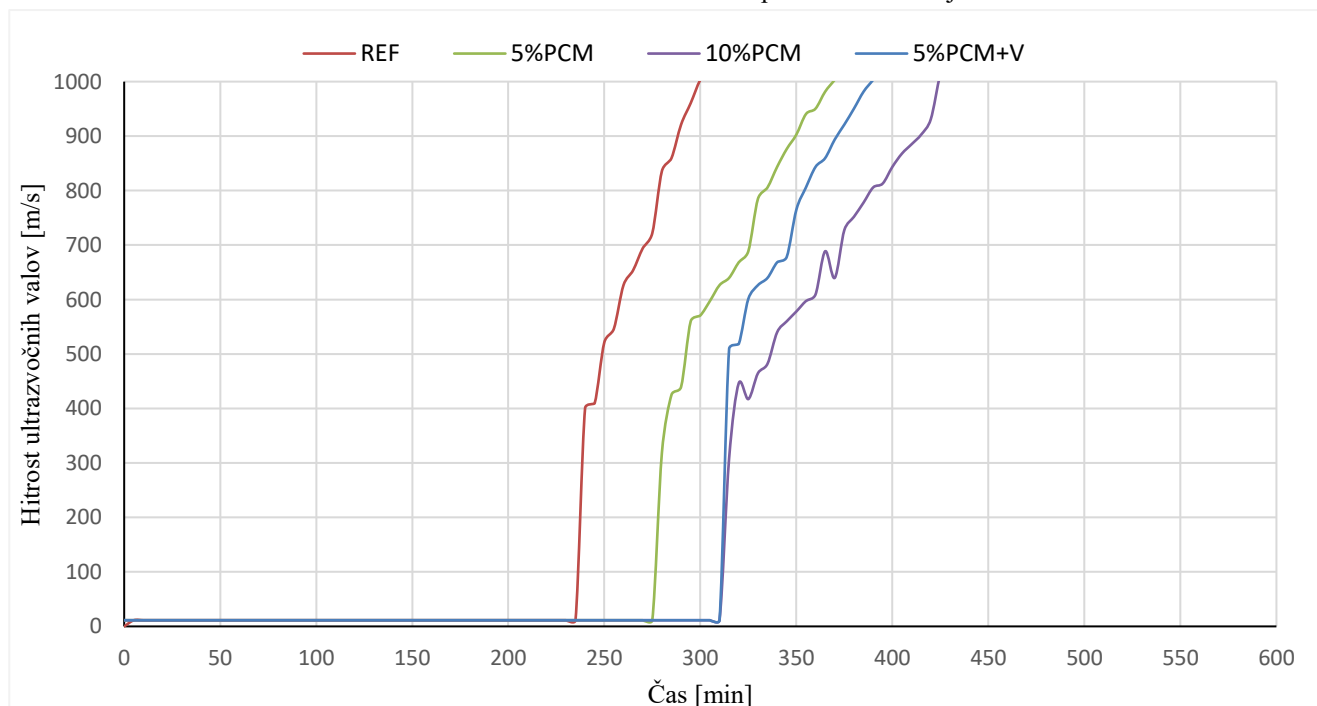
V kalup z dimenzijami 100x100x100 mm smo po plasteh vgradili mešanico. Poskrbeli smo, da je mešanica zapolnila vse prostore v kalupu. Na sliki 16 je prikazan vzorec s preizkuševalno napravo. Naprava meri čas in hitrost prehoda longitudinalnih valov čez vzorec, vrednosti dinamičnega modula elastičnosti pa izračunamo po enačbi 3.



Slika 16: Merjenje dinamičnega modula elastičnosti z merilno napravo Proceq Pundit PL-200

Po končanih meritvah smo podatke obdelali in prikazali na grafu 3. Opazimo lahko, da je vzorec REF pričel vezati pri 3,9 urah (235 min), vzorec 5 % PCM pa pri 4,7 ur (280 min). Vzorca 10 % PCM in 5 % PCM+V sta oba pričela vezati pri 5,2 urah (310 min). Zamik vezanja vzorca 5 % PCM je 0,8 ure, vzorcev 10 % PCM in 5 % PCM+V pa 1,3 ure. Iz podatkov je razvidno, da dodajanje PCM vpliva na hitrost vezanja cementnega kompozita. Prav tako na hitrost vezanja vpliva količina dodanega PCM. Na hitrost vezanja pa vpliva tudi v/c razmerje mešanic. Mešanice REF, 5 % PCM in 10 % PCM so imele v/c razmerje 0,46, mešanica 5%PCM+V pa 0,53. S tem preizkusom smo potrdili, da dodajanje PCM vpliva na začetek vezanja cementnega kompozita.

Graf 3: Hitrost ultrazvočnih valov v odvisnosti od časa pri začetku vezanja vzorcev



4.5 Preiskave na strjeni mešanici

Na strjenem cementnem kompozitu smo izvajali več preizkusov:

- tlačna trdnost,
- cepilna natezna trdnost,
- proces zmrzovanja/tajanja,

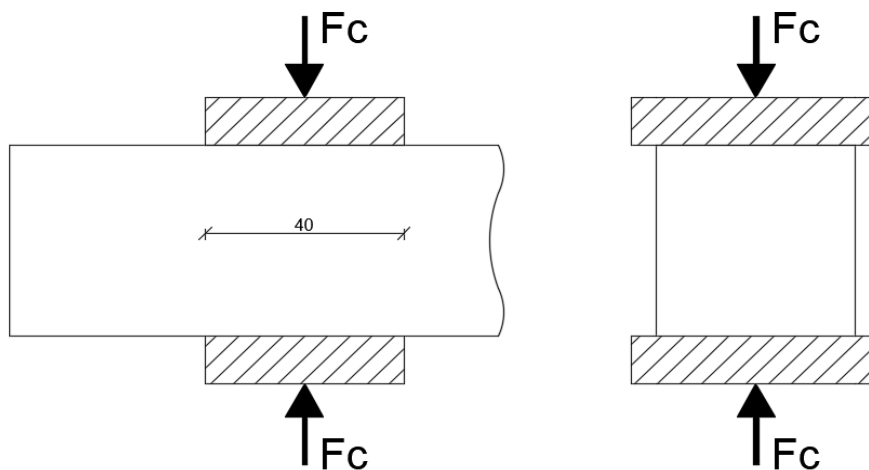
Mehanske preizkuse materiala smo izvajali skladno s standardom SIST EN 1015-11:2020 [39].

Tlačno trdnost smo določali na delih prizem, ki ostanejo od predhodnega upogibnega preizkusa. S pomočjo preše smo izmerili silo, pri kateri se preizkušane stre. Glede na dimenzije preizkušanca in silo porušitve lahko določimo tlačno trdnost z enačbo 4 [41]:

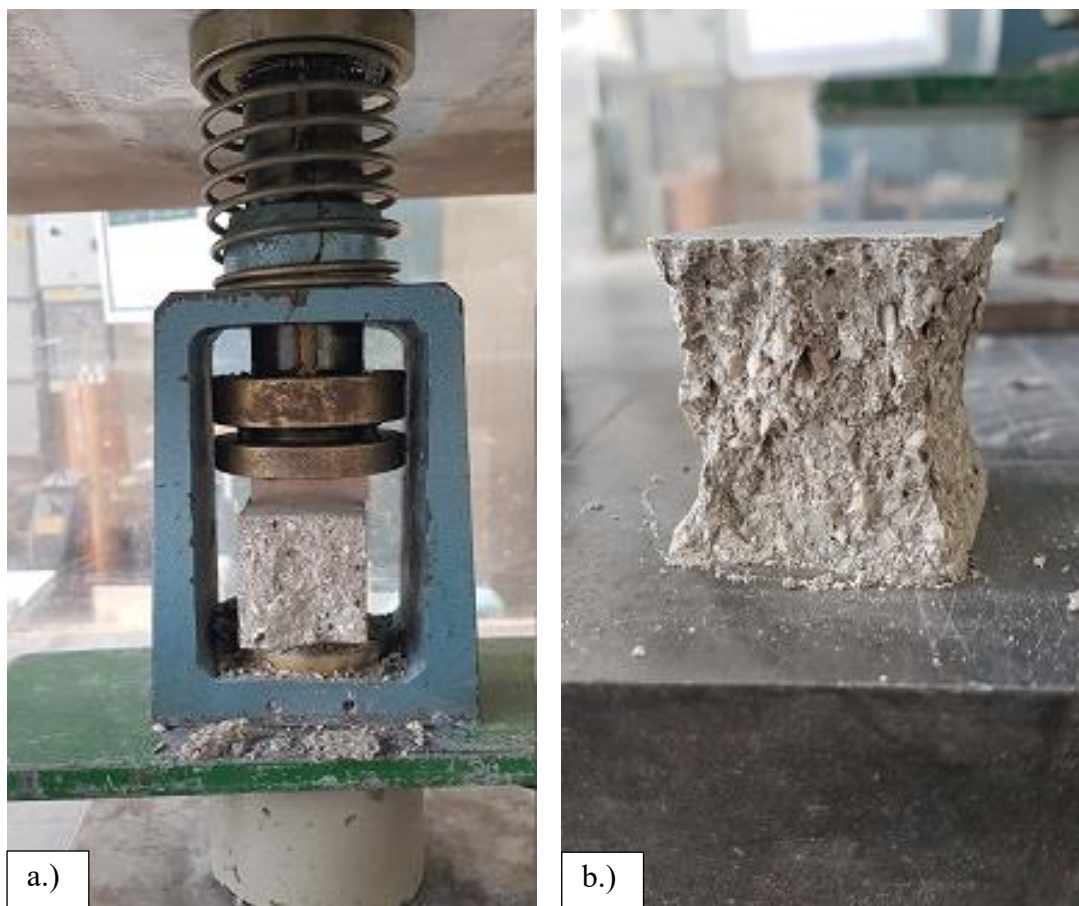
$$R_c = \frac{F_c}{A_c} \quad (4)$$

- f_c = tlačna trdnost
- F_c = tlačna sila
- A_c = površina vodoravnega prereza preizkušanca

Na sliki 17 je shematsko prikazan preizkus določanja tlačne trdnosti materiala. Na sliki 18 je prikazan eden izmed vzorcev pred (a.) preizkusom in po (b.) izvajanju tlačnega preizkusa.



Slika 17: Dimenzije in prikaz tlačnega preizkusa

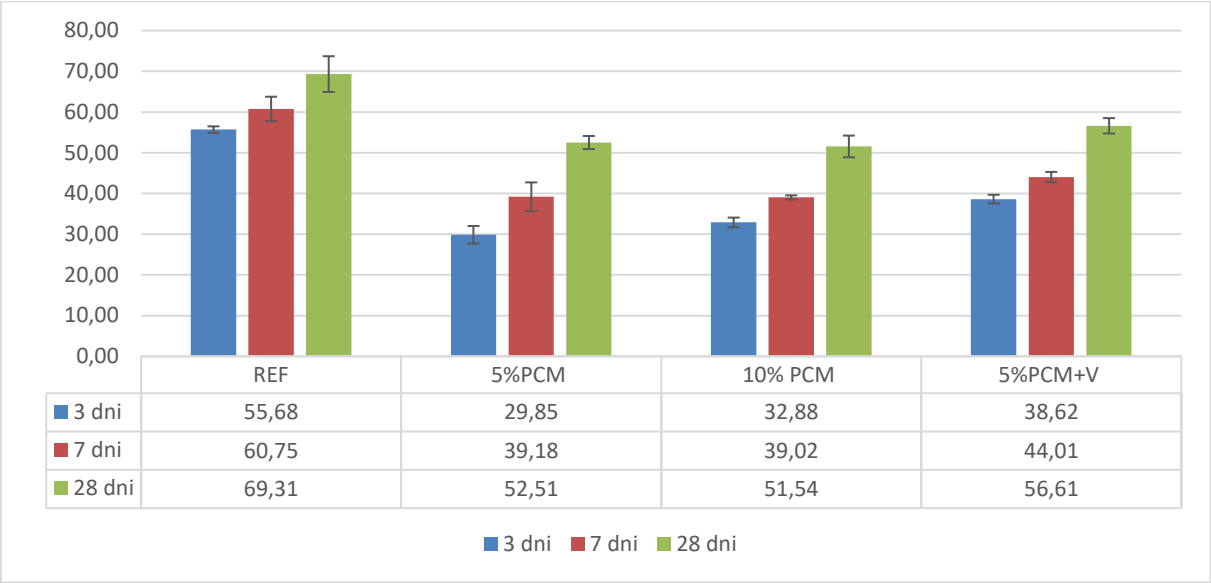


Slika 18: Vzorec pri preizkusu tlačne trdnosti: a.) vzorec, vstavljen v prešo; b.) značilna oblika peščene ure po tlačnem preizkusu

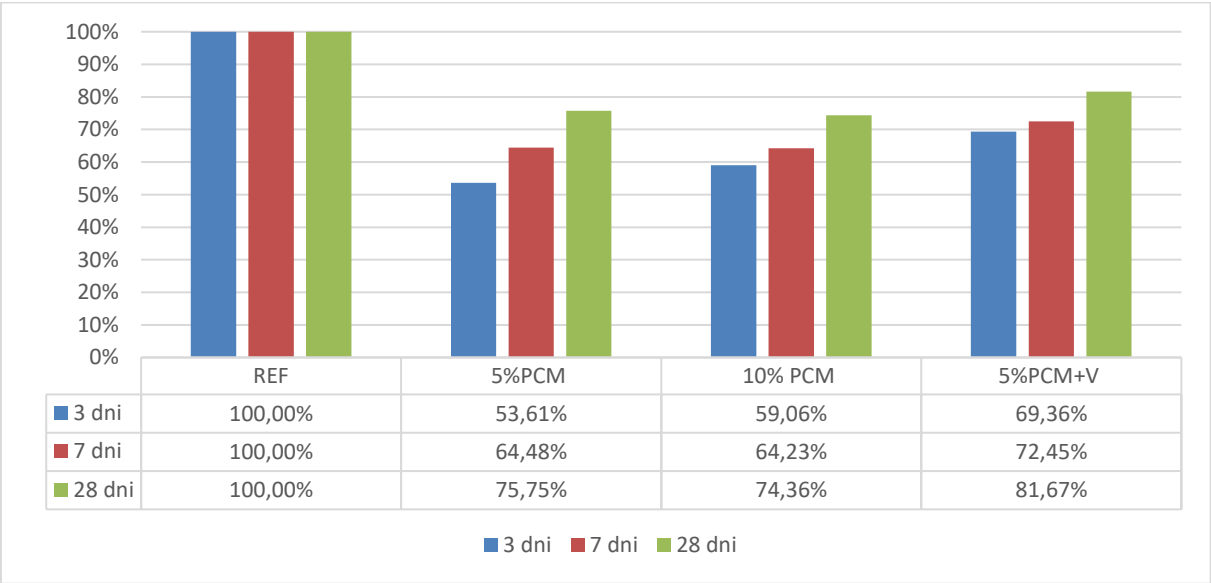
Na grafu 4 so predstavljeni rezultati preiskav tlačne trdnosti za vzorce REF, 5 % PCM, 10 % PCM in 5 % PCM+V pri starosti 3, 7 in 28. Tlačna trdnost vseh vzorcev se s starostjo viša, kar smo tudi pričakovali. Iz rezultatov je razvidno, da je najvišje trdnosti dosegla referenčna mešanica. Nižje vrednosti pri vzorcih z dodanimi PCM so posledica zamenjave volumna mešanice z volumnom PCM. Pri vzorcu REF se je tlačna trdnost v 28 dneh povečala za 13,63 MPa, pri vzorcu 5 % PCM za 22,66 MPa, pri vzorcu 10 % PCM za 18,66 MPa in pri vzorcu 5 % PCM+V za 17,99 MPa. Po 28 dneh znaša tlačna trdnost vzorca REF 69,31 MPa, vzorca 5 % PCM 52,51 MPa, vzorca 10 % PCM 51,54 MPa ter vzorca 5 % PCM+V 56,61 MPa. Iz rezultatov lahko sklepamo, da dodatek PCM deluje podobno kot zaviralec vezanja, kar privede do večjega porasta tlačne trdnosti v kasnejšem časovnem obdobju. Kljub večjemu prirastku tlačne trdnosti po 28 dneh so vrednosti pri vzorcih z dodanimi PCM bistveno manjše kot pri vzorcu REF.

Na grafu 5 so prikazane razlike v trdnostih vzorcev v primerjavi z vzorcem REF. Pri starosti 3 dni je vzorec 5 % PCM dosegal le 53,61 % trdnosti REF, podobno tudi vzorec 10 % PCM, ki je dosegel 59,06 % trdnosti REF. Opaziti je, da je razvoj trdnosti pri vzorcih 5 % PCM in 10 % PCM približno enak. Vzorec 5 % PCM+V pa je pri treh dneh dosegel že 69,36 % trdnosti referenčne mešanice. Tlačna trdnost vzorca 5 % PCM+V je pri vseh starostih večja kot pri mešanicah 5 % PCM in 10 % PCM. Pomembno je izpostaviti, da sta bili mešanici 5 % PCM in 10 % PCM bistveno težje vgradljivi kot mešanica 5 % PCM+V, kar bi se posledično lahko izrazilo na rezultatih tlačne trdnosti.

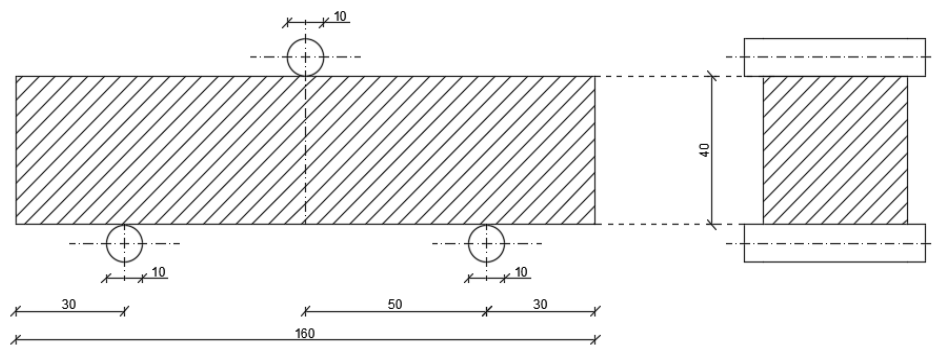
Graf 4 : Rezultati preizkusa tlačne trdnosti



Graf 5: Razlika v tlačni trdnosti v primerjavi z REF [%]

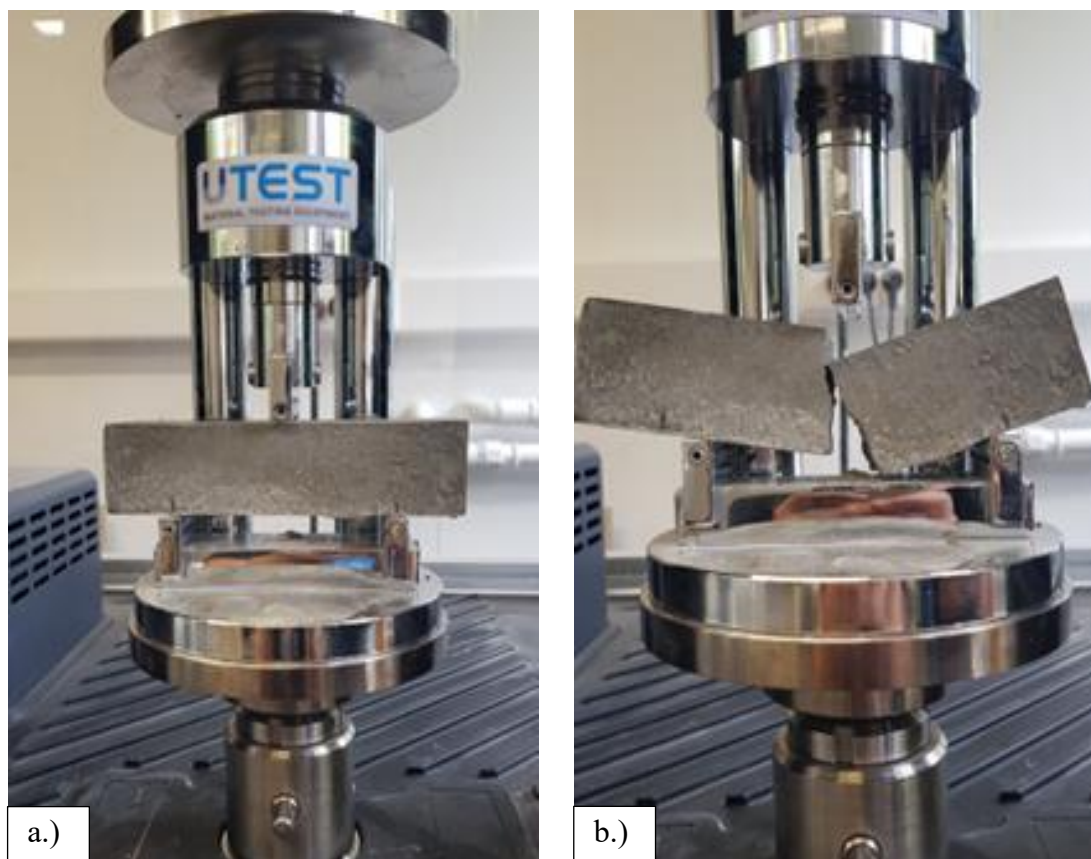


Upogibno natezno trdnost materiala določamo na prizmi dimenzij 40x40x160 mm. Na sliki 19 je shematsko prikazano, kako v preizkuševalno napravo gradimo vzorec.



Slika 19: Pozicija in dimenzija vzorca pri upogibnem preizkusu

Prizmo smo vstavili v preizkuševalno napravo skladno s standardom. Vzorec smo obremenjevali z enakomerno silo do porušitve. Na sliki 20 (a) je prikazan vzorec v napravi, na sliki (b) pa vzorec po končanem preizkusu oziroma porušitvi.



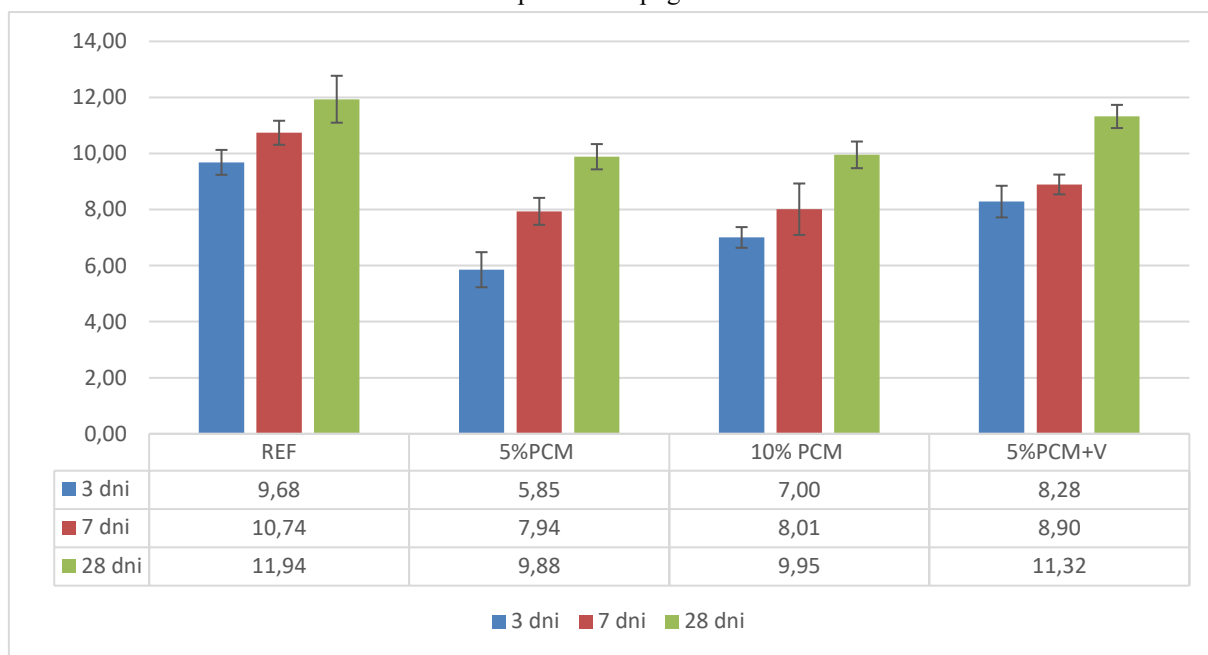
Slika 20: Vzorec v preizkuševalni napravi (a) in vzorec po porušitvi (b)

Na grafu 6 so predstavljeni rezultati preizkusa upogibne natezne trdnosti za vzorce REF, 5 % PCM, 10 % PCM in 5 % PCM+V pri starostih 3, 7 in 28 dni. Tudi pri tem preizkusu je najvišje trdnosti dosegla mešanica REF. Podobno kot pri preizkusu tlačne trdnosti se upogibna natezna trdnost s starostjo viša. Pri vzorcu REF se upogibna natezna trdnost v 28 dneh poveča za 2,26 MPa, pri vzorcu 5%PCM za 4,03 MPa, pri vzorcu 10%PCM za 2,95 MPa in pri vzorcu 5%PCM+V za 3,04 MPa. Po 28 dneh znaša

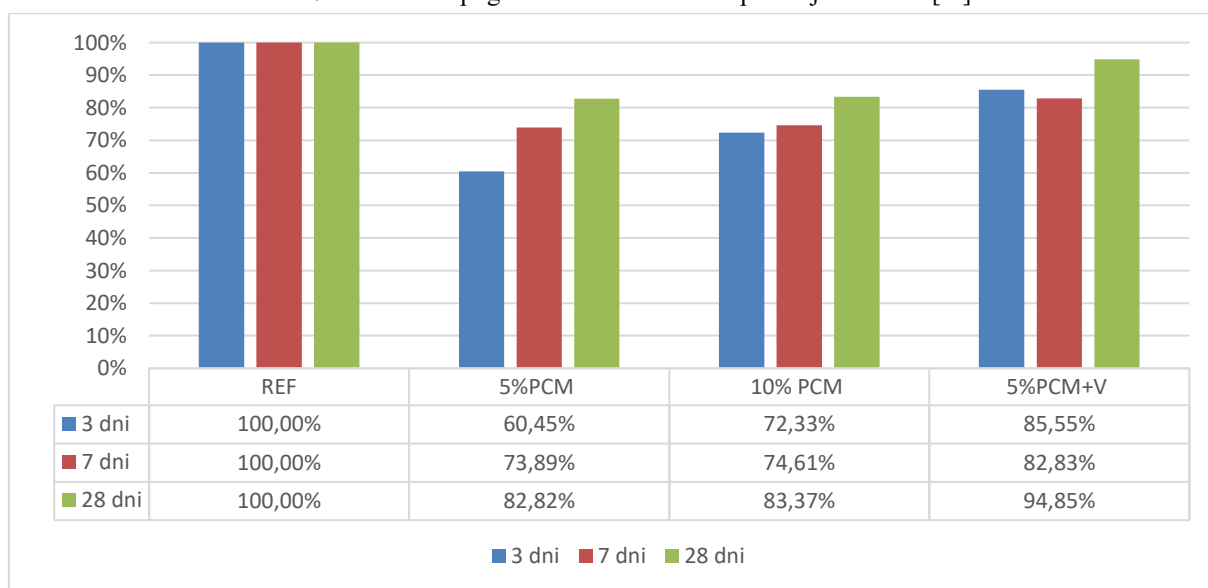
upogibna natezna trdnost vzorca REF 11,94 MPa, vzorca 5 % PCM 9,88 MPa, vzorca 10 % PCM 9,95 MPa ter vzorca 5 % PCM+V 11,32 MPa. Za nižje trdnosti pri vzorcih z dodanim PCM pride tudi z vidika zamenjave deleža volumna mešanice s PCM.

Na grafu 7 so prikazane razlike v trdnostih vzorcev v primerjavi z vzorcem REF. Pri starosti 3 dni je vzorec 5%PCM dosegel 60,45% trdnosti REF, vzorec 10%PCM 72,33 % trdnosti REF, vzorec 5%PCM+V pa kar 85,55 %. Pri starosti 28 dni se vrednosti upogibne natezne trdnosti bolj približajo vrednostim vzorca REF. Vzorec 5% PCM je dosegel 82,82 % trdnosti REF, vzorec 10%PCM 83,37 % trdnosti REF, vzorec 5%PCM+V pa 94,85 %.

Graf 6: Rezultati preizkusa upogibne natezne trdnosti



Graf 7: Razlika v upogibni natezni trdnosti v primerjavi z REF [%]



Zanimala nas je tudi odpornost cementnega kompozita na proces zmrzovanja in tajanja. Metodo smo izvedli tako, da smo preizkušance izmenično izpostavljamo zmrzovanju in tajanju v 3 % raztopini NaCl. Na začetku smo stekali vzorce in zabeležili mase (m_0) pred začetkom cikliranja vzorcev. V posode smo vlili raztopino, vanjo položili vzorce in jih postavili v zamrzovalno skrinjo na $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ko je medij popolnoma zamrznil smo vzorce postavili v bazen s temperaturo vode 20°C in jih tam pustili dokler se niso popolnoma ne odtalili. Ta postopek predstavlja 1 cikel. Po 5 ciklih smo vzorce vzeli iz posode, očistili odkrušene dele in vzorce posamezno stekali (m_1). Razlika v masah predstavlja količino odkrušenega materiala zaradi procesa zmrzovanja in tajanja [40].

Pri določanju odpornosti materiala proti zmrzovanju/tajanju smo uporabili po tri prizme dimenzij $40\times40\times160\text{ mm}$. Vzorce smo postavili v plastične zabojke (slika 21 a.) in jih od dna odmaknili, da je vgrajeni medij krožil okrog vseh površin vzorcev. Medij je bil sestavljen iz 30,93 g NaCl in 1 litra vode iz javnega vodovodnega omrežja (3% NaCl raztopine), v vsak zaboj smo dodali po 3 litre medija (slika 21 b.).



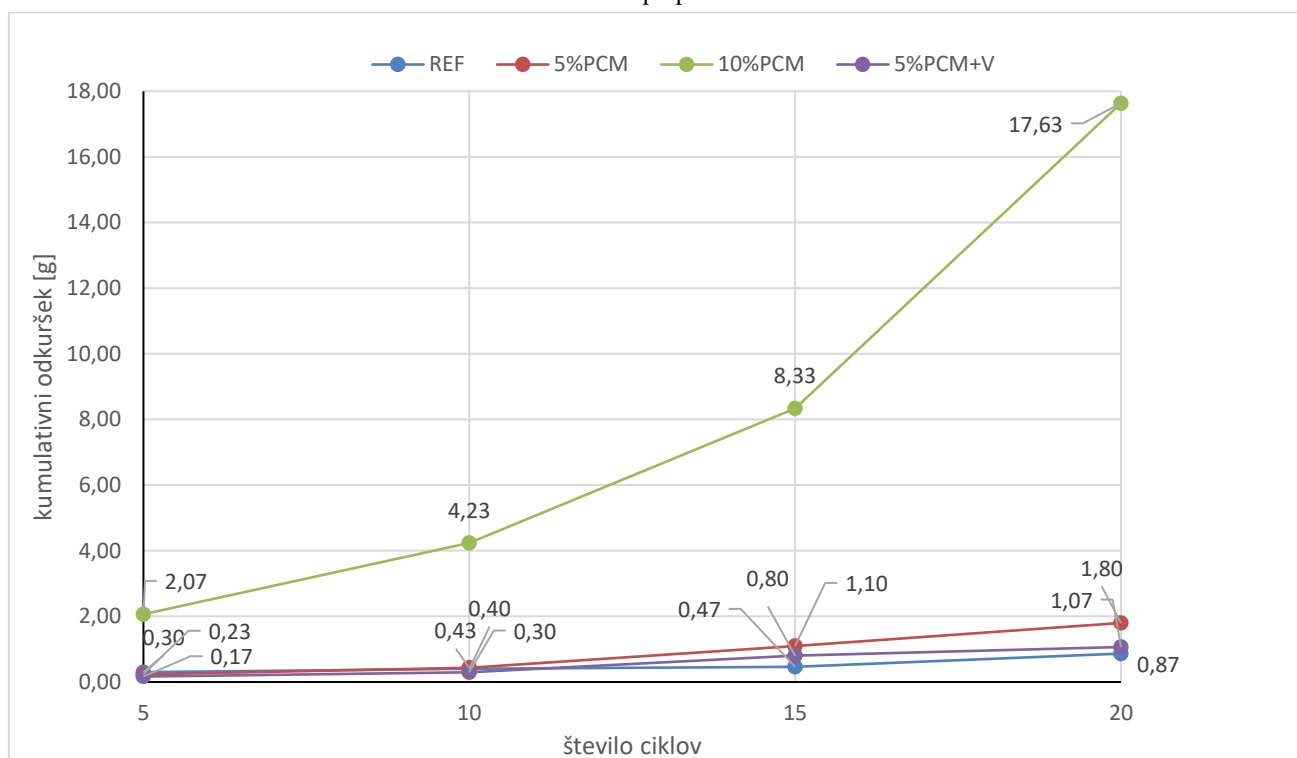
Slika 21: Priprava vzorcev na preizkus odpornosti na zmrzovanje/tajanje. Slika a.) označba posod z vzorci. Slika b.) vzorci v mediju

Sledilo je ciklično zmrzovanje in tajanje vzorcev. En cikel je sestavljen iz zmrzovanja vzorca in postopnega taljenja. Vzorce smo v zamrzovalno skrinjo postavili vsak dan ob istem času in jih naslednji dan (po 16-ih urah) ob istem času postavili v vodno kopel s temperaturo 20°C . Po petih ciklih smo vzorce vzeli iz posod, jih sprali z vodo in s ščetko odstranili oluščeni material. Beležili smo odkrušek

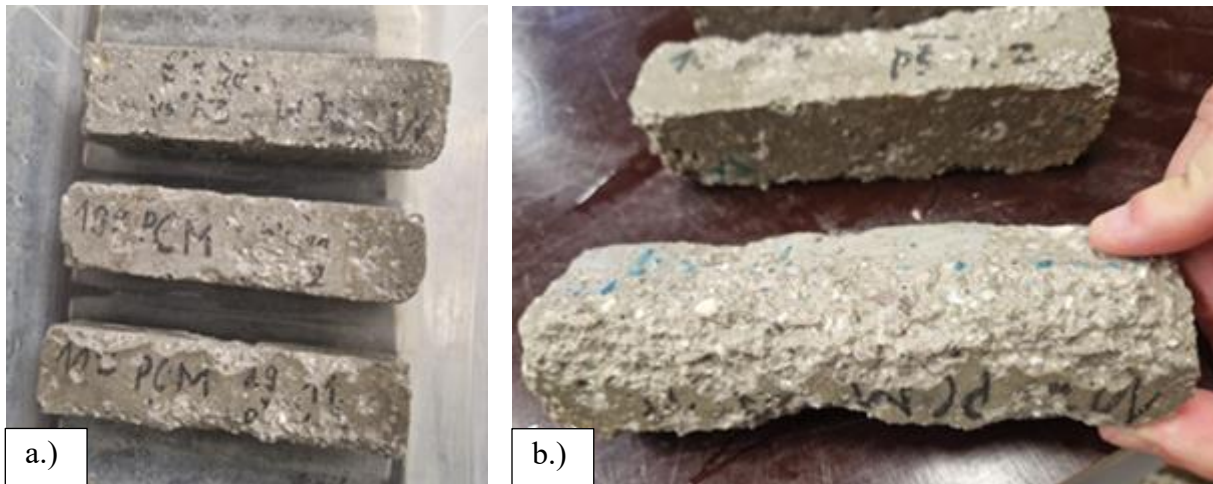
materiala zaradi po 5-ih ciklih izmeničnega delovanja zmrzovanja/tajanja. Tehtanje smo izvajali po seriji 5-ih ciklov.

Iz grafa 8 je razvidno, da je vzorec 10%PCM na zmrzovanje/tajanje najmanj odporen. Glede na vzorec REF je odkrušek po 20 ciklih več kot 20-krat večji. Pri vzorcu 5%PCM je odkrušek od vzorca REF 2-krat večji. Odpornost vzorca 5%PCM+V je na izmenično zmrzovanje/tajanje približno enak kot pri vzorcu REF. Očitno je, da se z dodajanjem PCM niža odpornost kompozita pri nizkih temperaturah. Pilehvar in sod. [49] so ugotovili, da do večjih odkruškov materiala oziroma izgube mase vzorca pride zaradi slabe povezave PCM z matrico cementnega kompozita. PCM nekoliko oslabi strukturo v cementnem kompozitu, zato je vpliv erozije pri zmrzovanju-tajanju večji. Odločili smo se, da preiskavo prekinemo pri 20 ciklih.

Graf 8: Odkrušek materiala po posameznih ciklih



Za primerjavo je na sliki 22 prikazan vzorec 10% PCM pri 10-ih ciklih (slika a.)), in pri 20-ih ciklih (slika b.)), na sliki 23 pa vzorec REF pri 20-ih ciklih. Iz slik je razvidno, kako dodatek PCM vpliva na obstojnost samega materiala.



Slika 22: Primerjava vzorca 10%PCM pri a.) 10-ih in b.) 20-ih ciklih



Slika 23: Vzorec REF po 20-ih ciklih

Poleg tega smo izvedli preizkus, s katerim smo želeli raziskati vpliv PCM v cementnem kompozitu na njegove toplotne lastnosti. Naša glavna pozornost je bila usmerjena v določanje toplotne prevodnosti λ cementnega kompozita z dodanimi PCM. Ta preiskava je potekala v skladu z metodologijo, opisano v poglavju 2.1 in uporabljenimi napravami, ki so bile podrobno predstavljene v diplomski nalogi Nusdorfer, M. [50].

Uporabljena naprava za izvajanje meritev je sestavljena iz:

- merilnika gostote toplotnega toka in
- grelne plošče.

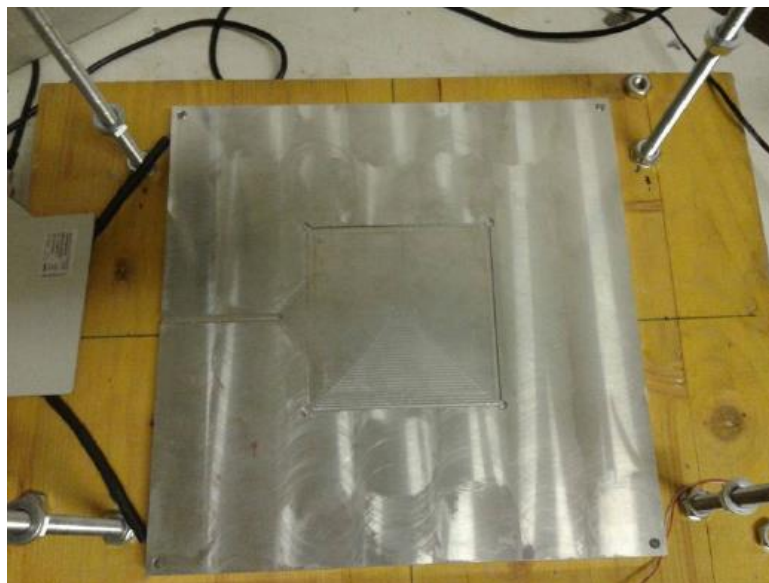
Uporabili smo merilnik gostote toplotnega toka Ahlborn FQAD18T Heat Flow Plate (slika 24). Sestavljen je iz epoksidne ploščice, termočlena in elektronskega zapisovalnika. Merilnik gostote toplotnega toka ima znane dimenzije in toplotno prevodnost. Senzor je pravokotne dimenzije s stranicama 120x120 mm [38].



Slika 24: Merilnik toplotnega toka Ahlborn FQAD18T Heat Flow Plate

Grelna plošča dimenzij 300x300 mm (slika 25) omogoča vzpostavitev konstantne temperature in čim bolj enakomeren toplotni tok skozi preizkušanece. Na plošči je izdelana poglobitev, da se merilnik toplotnega toka čim bolj prilega preizkušancu [50].

Pri vseh vzorcih je bila po vzpostavitvi stacionarnega stanja na spodnjem merilniku izmerjena konstantna temperatura 29 °C. Povprečna temperatura vzorca na zgornjem merilniku je pri vzorcu z oznako REF znašala 24,08 °C, pri vzorcu 5 % PCM 23,81 °C, pri vzorcu 10 % PCM 23,74 °C ter pri vzorcu 5 % PCM+V 24,91 °C.



Slika 25: Grelna plošča [50]

Celotna merilna priprava je prikazana na sliki 26:



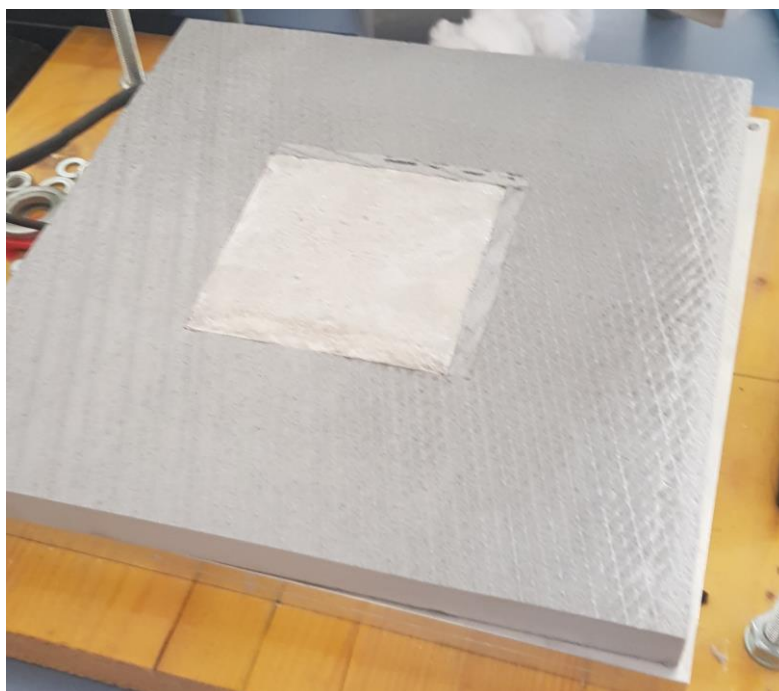
Slika 26: Postavitev eksperimenta za merjenje toplotne prevodnosti

Toplotno prevodnost lahko izračunamo po enačbi 5:

$$\lambda = \frac{q * d}{\Delta T} \quad (5)$$

Med eksperimentom smo izvajali meritve gostote toplotnega toka in temperature tako na zgornji kot na spodnji strani vzorca. Ko se je vzpostavilo stacionarno stanje v vzorcu (kar se zgodi, ko gostota toplotnega toka doseže limitno vrednost), smo lahko izračunali toplotno prevodnost λ po enačbi 5 [50].

Da bi izvedli meritve na pravilen način, je bilo bistveno zagotoviti enodimenzionalni toplotni tok v pravokotni smeri glede na grelno ploščo. To smo dosegli s tem, da smo preizkušanece pred izvajanjem preizkusa ustrezno toplotno izolirali. Za izolacijo smo izbrali material z čim nižjo toplotno prevodnostjo [50]. Da bi preprečili uhajanje toplote med samim eksperimentom, smo okrog vzorca namestili izolacijski material iz ekstrudiranega polistirena, kot je prikazano na sliki 27.



Slika 27: Vzorec, obdan z XPS

Oba merilnika gostote toplotnega toka sta povezana z napravo za zajem podatkov Ahlborn ALMEMO 2490 (slika 28). Lahko ga povežemo z računalnikom in tako pridobimo podatke o meritvah.



Slika 28: Zajem podatkov meritev Ahlborn ALMEMO 2490

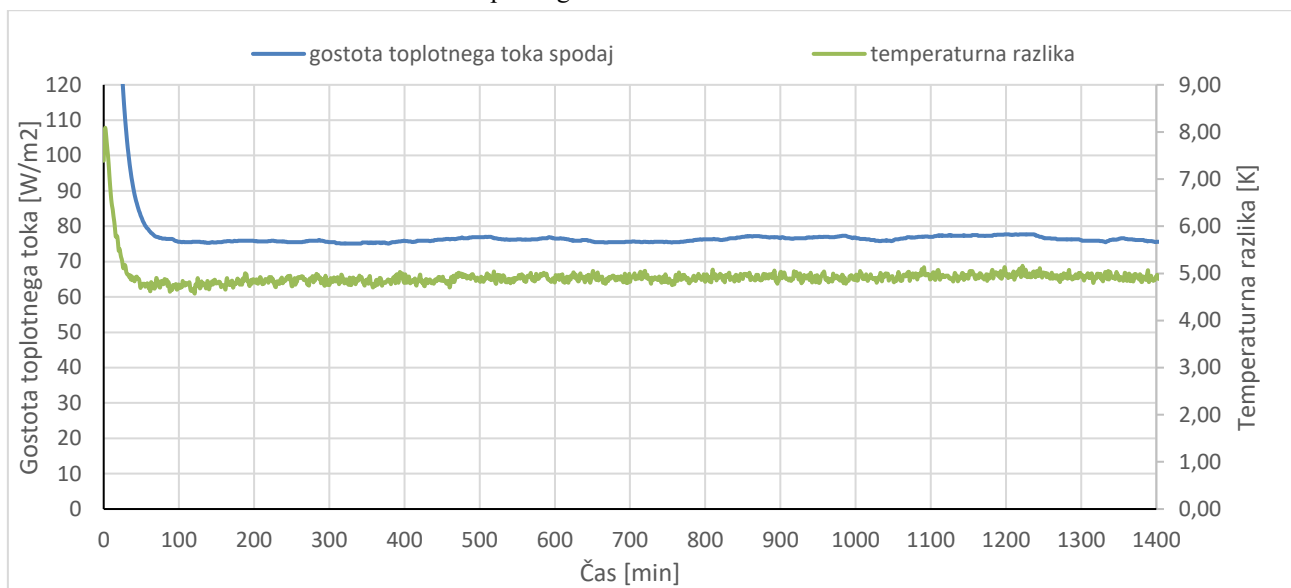
Meritve smo izvajali na vseh štirih vzorcih. Površino ploščic dimenzij 100x100x20 mm smo zbrusili z brusnim papirjem, da smo izboljšali stik z merilnikom. V peči smo pri 40°C preizkušance sušili 14 dni (slika 29), da smo za vse zagotovili enake začetne pogoje. Meritve smo izvajali 24 ur v kontroliranih pogojih, da se je v vzorcu vzpostavilo stacionarno stanje gostote toplotnega toka.



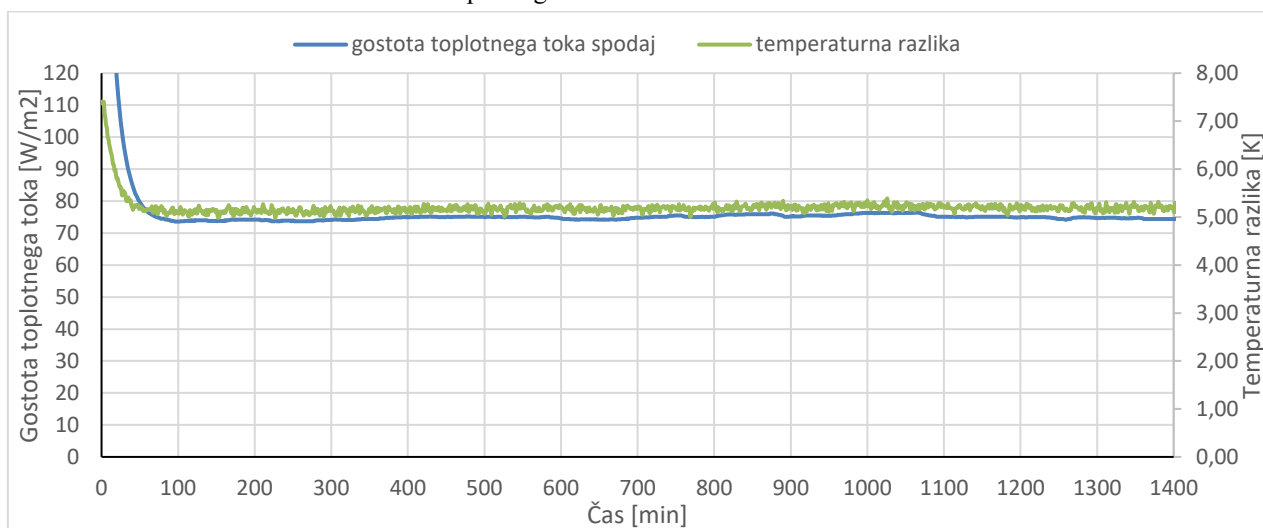
Slika 29: Preizkušanci v peči

Na grafih 9 - 12 so prikazani rezultati preizkusa.

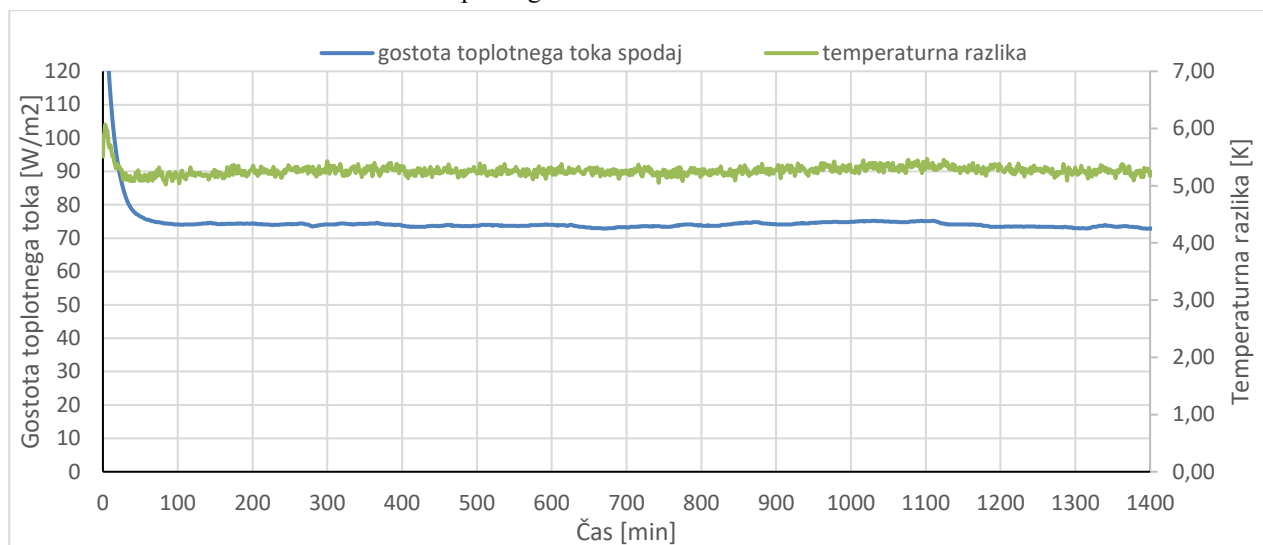
Graf 9: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa - REF



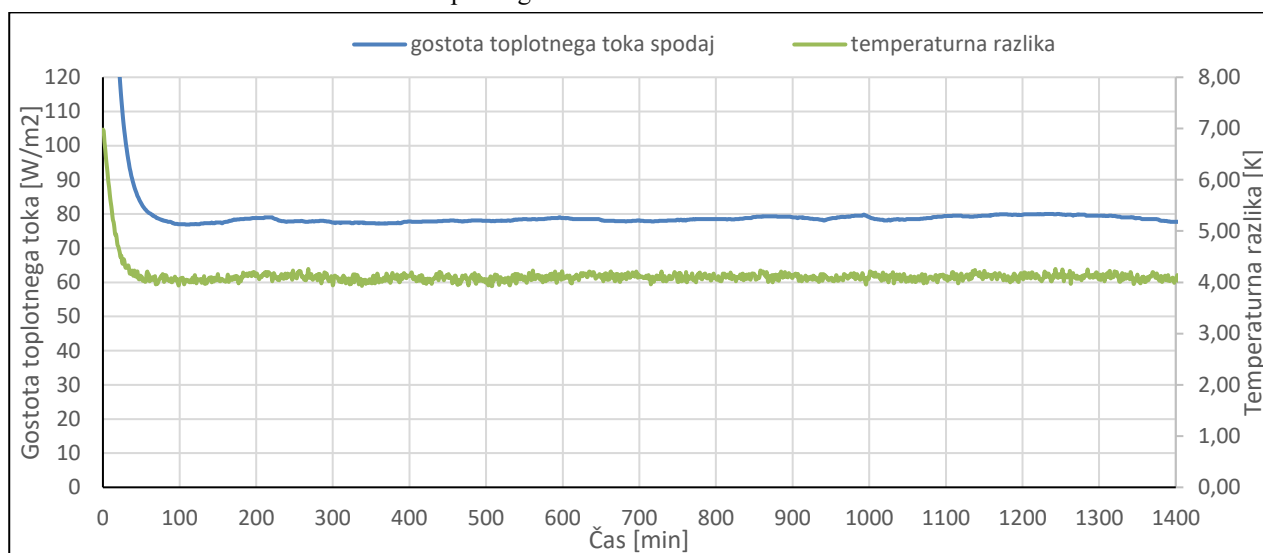
Graf 10: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa – 5 % PCM



Graf 11: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa – 10 % PCM



Graf 12: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od časa – 5 % PCM+V



Po enačbi 5 lahko iz izmerjenih podatkov izračunamo vrednosti toplotne prevodnosti λ . Iz preglednice 7 so razvidne vrednosti toplotnih prevodnosti vzorcev. Kot vidimo, se z dodajanjem količine PCM vrednost λ nižajo, razen pri vzorcu 5 % PCM+V.

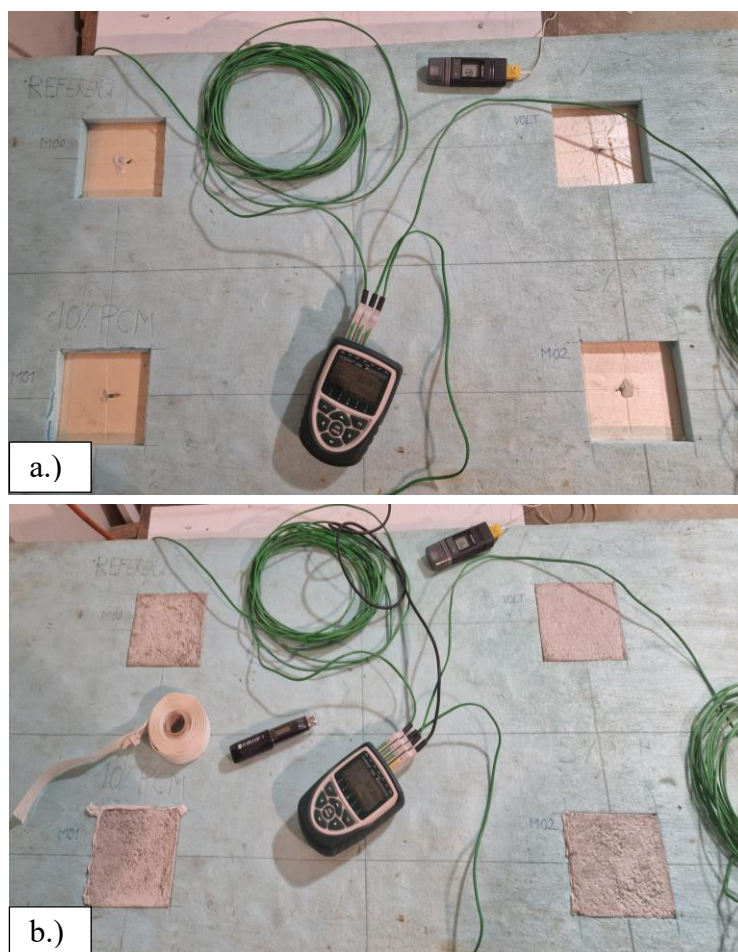
Preglednica 7: Toplotna prevodnost vzorcev

oznaka vzorca	debelina vzorca [m]	gostota toplotnega toka q [W/m²]	ΔT [K]	λ [W/mK]
REF	0,02	76,1	4,923	0,3098
5 % PCM	0,02	74,8	5,187	0,2930
10 % PCM	0,02	73,8	5,265	0,2781
5 % PCM+V	0,02	77,4	4,086	0,3676

Iz podatkov lahko sklepamo, da dodajanje PCM cementnemu kompozitu res izboljšuje toplotno prevodnost. Tega pa ne moremo zagotovo trditi, saj izračunane vrednosti niso primerljive z znanimi vrednosti toplotnih prevodnosti materialov, kot je navaden beton. Za primerjavo, toplotna prevodnost betona znaša $1,15 \frac{W}{mK}$, cementne malte pa $1,40 \frac{W}{mK}$ [39]. Izračunane vrednosti se razlikujejo za faktor 3,

česar ne moremo upoštevati kot zanesljivo meritev. Do tolikšne napake je najverjetneje prišlo zaradi neustrezne priprave preizkušancev. Predvsem bi bilo potrebno zagotoviti bolj gladke površine v stiku s senzorji gostote toplotnega toka. Za ta preizkus smo izdelali vzorec z debelino 20 mm, kar bolj ustreza ometu, kot konstrukcijskemu elementu. V tej debelini ga nismo mogli pravilno vgraditi, zato se je v samem vzorcu najverjetneje pojavilo veliko zračnih mehurčkov, kar zelo vpliva na meritve. Za izvedbo zanesljivejše meritve bi morali kot vzorec izdelati večjo prizmo in iz nje izrezati vzorec. S tem bi se izognili napakam pri vgradnji in neravni površini za merjenje.

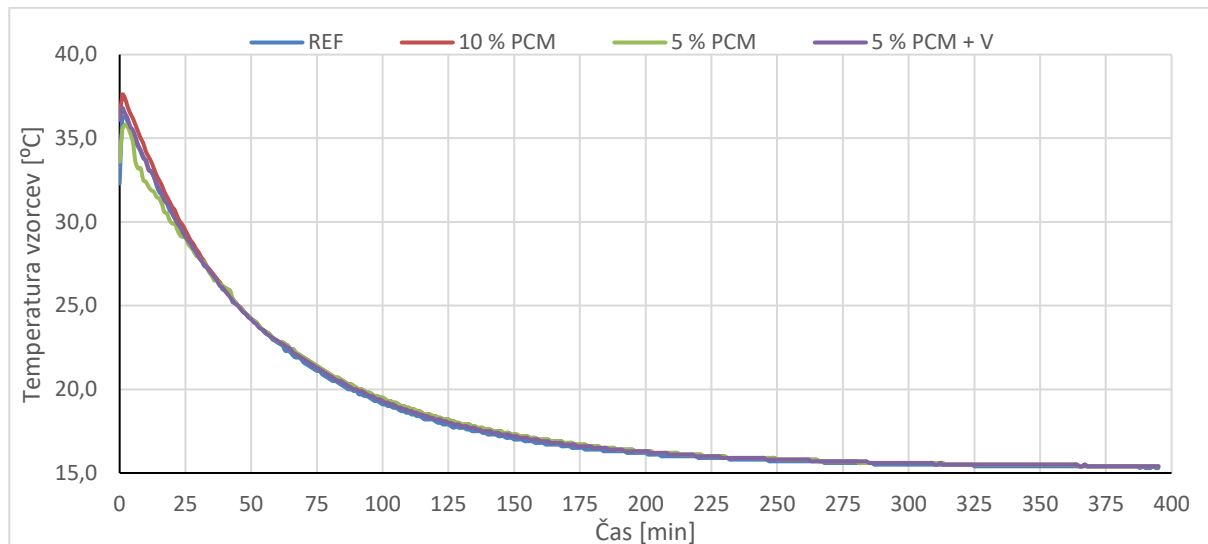
Dodatno smo želeli ugotoviti tudi obnašanje cementnega kompozita z dodanimi PCM pri ohlajanju. Najprej smo, podobno kot pri preizkusu za določanje toplotne prevodnosti, vzorce v peči 14 dni temperirali na temperaturi 40°C. Na izolacijski plošči (XPS) smo pripravili merilna mesta in vanje vstavili merilce temperature (slika 30 a.)). V naslednjem koraku smo v merilna mesta vstavili segrete vzorce (slika 30 b.)) in z izolacijsko maso zatesnili večje reže, s čim smo omilili toplotne izgube. Podatke smo zajeli z napravo Ahlborn ALMEMO 2490.



Slika 30: Postavitev meritve temperature: a.) priprava merilnih mest; b.) vstavljeni vzorci, pripravljeni za meritve

Na grafu 13 lahko vidimo, da je potek ohlajanja pri vseh vzorcih enak. Zaznanega ni nobenega očitnega odstopanja vzorcev z dodanimi PCM od referenčne mešanice.

Graf 13: Ohlajanje vzorcev v odvisnosti od časa



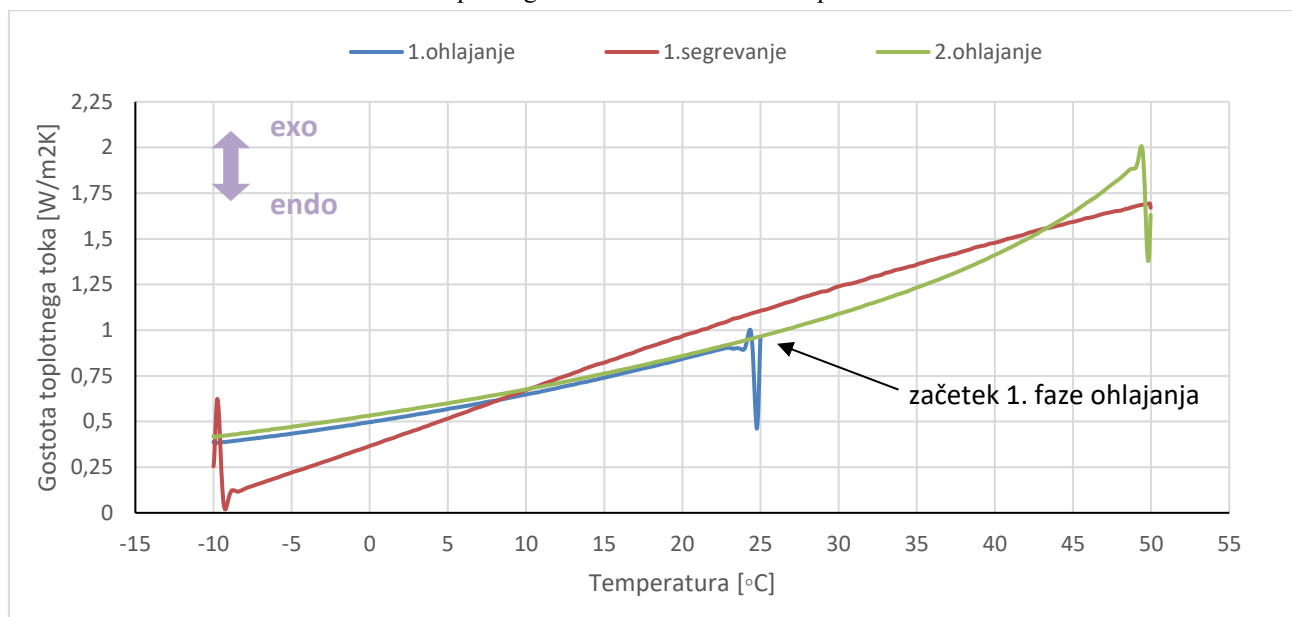
Ker ob dveh preiskavah na makroskopskem nivoju nismo dobili oprijemljivih rezultatov, smo se odločili, da preiskavo izvedemo še na mikroskopski ravni. Analizirali smo vzorce REF in 5 % PCM+V. Naj izpostavimo, da meritev na makroskopski in mikroskopski ravni ne moremo primerjati, saj analiziramo vzorce v različnih stanjih (makroskopsko – cementni kompozit v trdni vezani obliki, mikroskopsko – zdrobljen cementni kompozit). Mikroskopska analiza nam je prikazala delovanje in odziv PCM.

Vsi termo analitični testi (DSC) so bili izvedeni v aparatu Netzsch STA 449 F3 Jupiter za sočasno termično analizo, povezano s sistemom QMS 403 C s tehtnico, ki ima občutljivost $\pm 0,1$ mg. Vsak test je bil izveden na približno 50 mg zdrobljenega vzorca v temperaturnem območju od -10 °C do 50 °C (hitrost ogrevanja $b = 10$ K/min) v oksidativnih pogojih (sintetični zrak 20 % O_2 in 80 % Ar). Analiza QMS se je osredotočila na spremljanje signalov, značilnih za H_2O in CO_2 ($m/z = 18$ in $m/z = 44$), da bi natančno opisali reakcije, povezane z sproščanjem H_2O in razpadom s sproščanjem CO_2 različnih faz. Za interpretacijo signala QMS ($m/z = 44$) je bil uporabljen programski paket Netzsch Peak Separation, ki uporablja model Frasier Suzuki.

Preizkus je sestavljen iz treh faz: 1.faza ohlajanja, 1.faza segrevanja in 2.faza ohlajanja. V 1.fazi ohlajanja smo vzorec ohlajali iz sobne temperature do temperature -10 °C. V 1.fazi segrevanja smo vzorec segrevali od temperature -10 °C do temperature $+50$ °C, v 2.fazi ohlajanja pa ga ohlajali od temperature $+50$ °C do -10 °C.

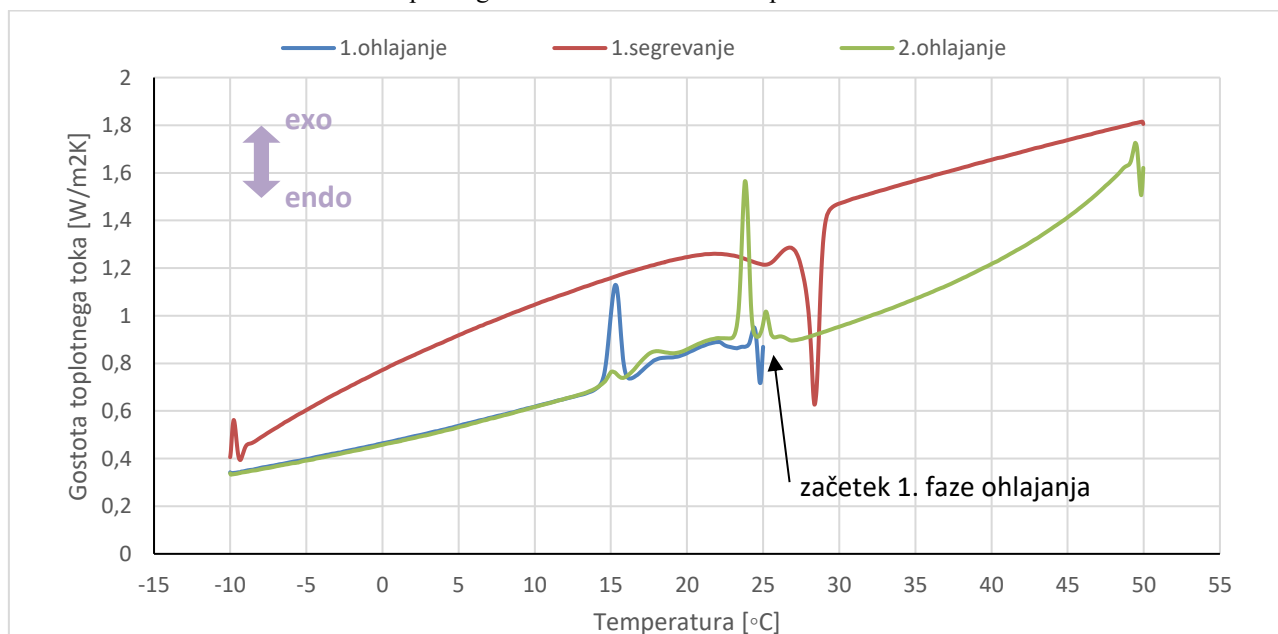
Na grafu 14 je prikazan potek preizkusa na vzorcu REF. V fazi ohlajanja vidimo enakomerno padanje temperature in gostote toplotnega toka, v fazi segrevanja pa enakomerno naraščanje obeh količin.

Graf 14: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od temperature - REF



Na grafu 15 je prikazan potek preizkusa za vzorec 5 % PCM+V. V 1.fazi ohlajanja se pri temperaturi 15 $^{\circ}\text{C}$ pojavi skok pri gostoti toplotnega toka. V 1.fazi segrevanja opazimo podobno anomalijo pri 28 $^{\circ}\text{C}$, pri 2.fazi ohlajanja pa pri temperaturi 24 $^{\circ}\text{C}$. Te spremembe pri vrednostih gostote toplotnega toka so posledica fazne spremembe pri dodatku v cementnem kompozitu. Pri 1.fazi ohlajanja opazimo prirastek k gostoti toplotnega toka. Na tej točki se je v okolico sprostila toplota iz fazno spreminjajočega materiala v cementnem kompozitu. Tu gre za eksotermno reakcijo. Pri 1.fazi segrevanja opazimo zmanjšanje gostote toplotnega toka. To se zgodi pri temperaturi 28 $^{\circ}\text{C}$ zaradi taljenja PCM v vzorcu, pri tej fazni spremembi pa material absorbira toploto iz okolice. Govorimo o endotermni reakciji.

Graf 15: Gostota toplotnega toka v odvisnosti od temperature – 5 % PCM+V

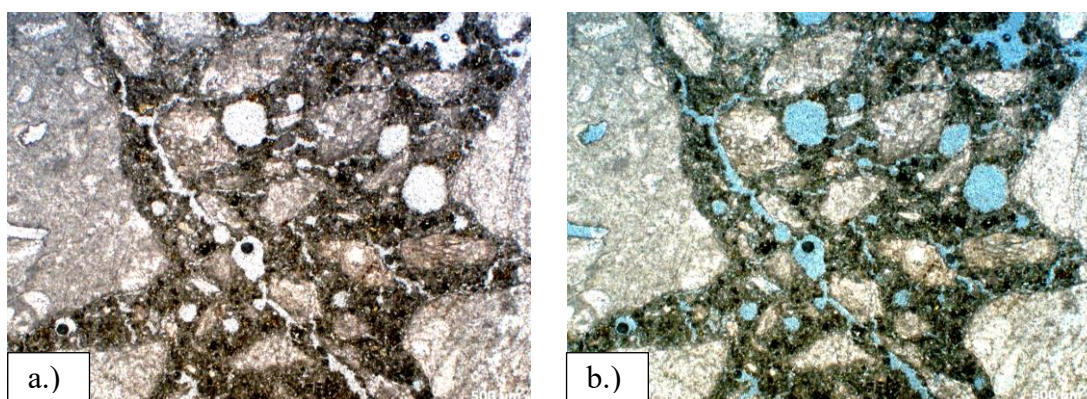


5 MIKROSTRUKTURNE ANALIZE

V sklopu raziskovalnega dela, ki je potekalo na Fakulteti za gradbeništvo in geodezijo in je bilo objavljeno v zborniku 43. zborovanja gradbenih konstruktorjev [51] smo na Fakulteti za kemijo in kemijsko tehnologijo izvedli tudi mikrostrukturne analize. Za izvedbo analiz smo uporabili poliralizacijski optični mikroskop s presevno svetlobo Zeiss Axio Imager Z1 ter elektronski mikroskop FE-SEM Zeiss Ultra Plus.

Optični mikroskop je vrsta mikroskopa, ki uporablja vidno svetlobo za povečevanje majhnih objektov, ki niso vidni s prostim očesom. Uporablja se v različnih znanstvenih, medicinskih, industrijskih in raziskovalnih aplikacijah za preučevanje različnih materialov. Pri uporabi optičnega mikroskopa se svetloba osvetli vzorec, nato pa preide skozi objektiv, ki ustvarja povečano sliko. Ta slika nato potuje skozi okular, kjer jo opazovalec vidi. Optični mikroskop omogoča povečave od nekajkrat do več tisočkrat, odvisno od kakovosti in tipa mikroskopa [43].

Vzorec cementnega kompozita z dodatkom PCM smo pregledali z optičnim mikroskopom. Pripravili smo zbruske, ki se običajno uporabljajo za raziskave betonov z optičnim mikroskopom. Ugotovili smo, da ta metoda ni primerna, saj je pri samem brušenju prišlo do poškodb mikrokapsul PCM- Kapsule so pri brušenju počile, vsebina pa se je razlila in zapolnila prazne prostore v cementnem kompozitu (slika 31a in slika 31b)



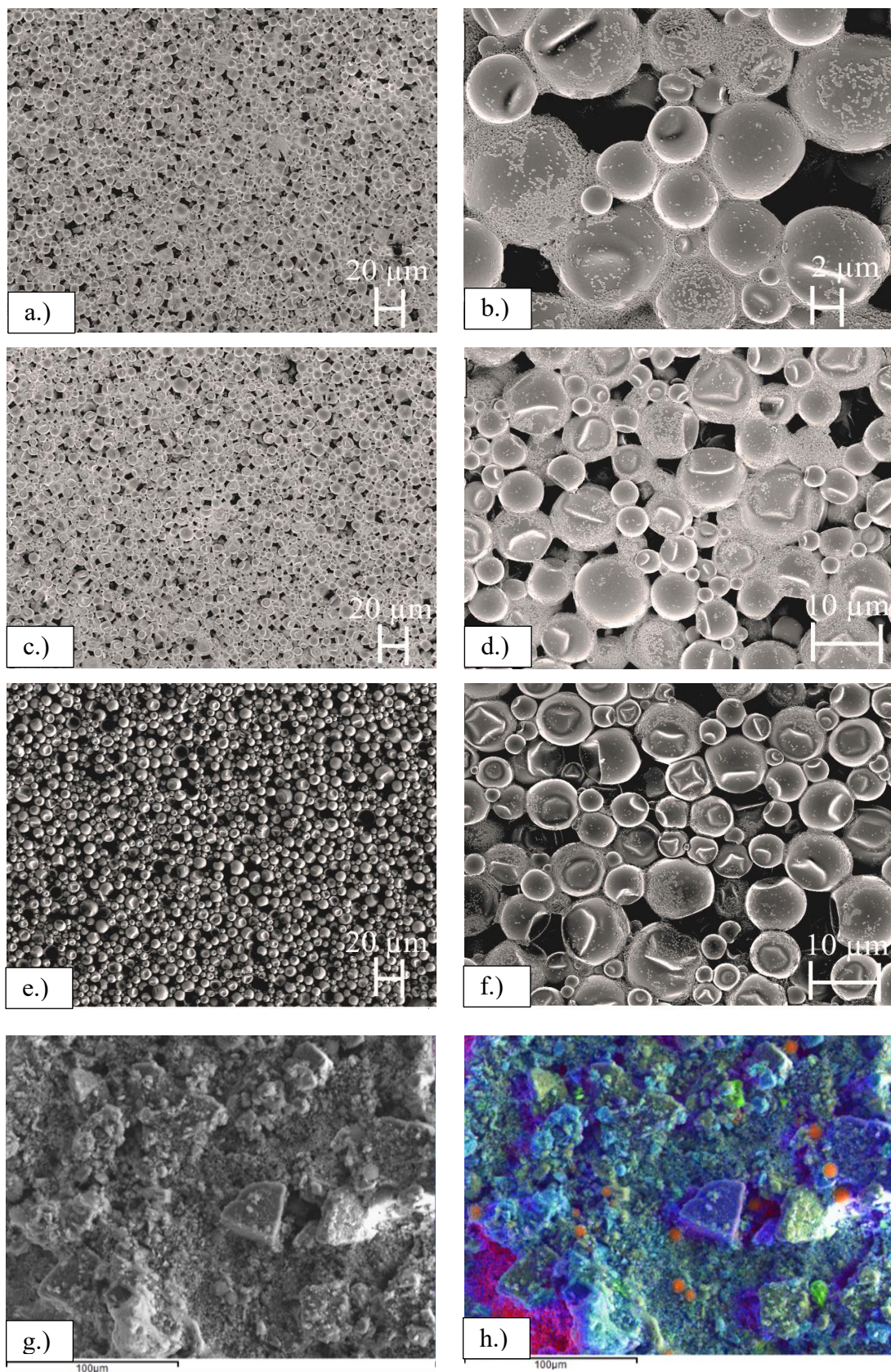
Slika 31: Optična mikroskopija vzorca cementnega kompozita z dodanimi PCM

Vrščni elektronski mikroskop (SEM) je vrsta mikroskopa, ki uporablja snop elektronov namesto svetlobe za ustvarjanje podrobne slike površine vzorca. Ta ima izjemno visoko ločljivost in omogoča preučevanje mikroskopskih struktur na površini vzorca. Deluje na osnovi interakcije med elektronskim snopom in vzorcem ter zaznavanjem izhodnih signalov za ustvarjanje slike. Ena od glavnih prednosti SEM je izjemno visoka ločljivost, ki lahko doseže pod mikronsko velikost. To omogoča preučevanje podrobnosti, ki jih ni mogoče videti s klasičnimi optičnimi mikroskopi. SEM se pogosto uporablja v znanstvenih raziskavah, industriji, geologiji in drugih področjih, kjer je potrebno preučevanje mikroskopskih struktur [44].

Elektronsko mikroskopijo smo opravili na prej posušenih vzorcih PCM, ki smo jih v tankem sloju nanесли na laboratorijsko steklo. Vzorce smo izpostavili treh različnih temperaturah (40 °C, 60 °C in 100 °C). Na sliki 32 a.) in 32 b.) je prikazan vzorec, izpostavljen pri temperaturi 40 °C. Razvidno je, da

so kapsule tudi ob povišani temperaturi ohranile svojo obliko. Pri temperaturi 60 °C so opazne nekatere spremembe na strukturi kapsul (slika 32 c.) in 32 d.)). Ocenjujemo, da je poškodovanih okoli polovica vseh kapsul. Na vzorcu, sušenem pri 100 °C pa opazimo, da so poškodovane skoraj vse kapsule (slika 32 e.) in 32 f.)). Iz teh rezultatov lahko sklepamo, da je uporaba mikroenkapsuliranih voskov smiselna le v primerih, kjer ne presežemo temperatur 60 °C.

Podobno smo elektronsko mikroskopijo pripravljali na vzorcu cementnega kompozita z dodatkom PCM. Distribucijo mikrokapsul lahko dokaj enostavno opišemo s pomočjo EDS analize. Z uporabo Cameo+ funkcije, ki prikaže posamezne faze različnih vzorcev vedno v isti barvi (slika 32 g.) in 32 h.)) smo določili, da so mikrokapsule enakomerno razporejene v vzorcih ter se pri pripravi vzorca niso poškodovale. Ta metoda je primernejša kot metoda z optičnim mikroskopom, saj vzorcev ni potrebno zbrusiti in s tem ne poškodujemo mikrokapsul PCM.



Slika 32: SEM slike vzorca z dodatkom PCM. Slika a – f: vzorci PCM pri različnih temperaturah, slika g.) posnetek z tehniko povratno sipanih elektronov, slika h.) posnetek z uporabo Cameo+ funkcije

6 ZAKLJUČEK

V okviru magistrske naloge smo si zastavili cilj raziskati, kako dodatek PCM vpliva na lastnosti cementnega kompozita. Tekom magistrske naloge smo izvedli vrsto preiskav, s katerimi smo preučili materialne karakteristike cementnega kompozita z dodanimi PCM.

V uvodnem poglavju smo definirali PCM in predstavili vrste PCM, njihovo shranjevanje in načine vgradnje v cementne kompozite. Ugotovili smo, da se pri vgrajevanju v cementne kompozite največkrat srečamo z organskimi mikorenkapsuliranimi PCM. Poleg tega smo predstavili teoretično ozadje vpliva PCM na fizikalne lastnosti materiala in ugotovili, da pametna uporaba materiala vpliva na kakovost bivalnega okolja, kar je ključnega pomena za blagodejno počutje [32].

Nato smo se lotili raziskovalnega dela naloge, kjer smo najprej podrobno opisali uporabljene materiale. Sledile so preiskave na svežih mešanicah. Ugotovili smo, da dodajanje PCM pri cementnemu kompozitu ne vpliva na poroznost materiala, saj med rezultati ni bilo bistvenih odstopanj. Ugotovili smo tudi, da dodajanje PCM nima bistvenega vpliva na razlez. Je pa dodatek PCM posledično vplival na samo obdelovalnost cementnega kompozita, prav tako je bila prostorninska masa svežih mešanic z dodanimi PCM nižja od referenčne mešanice.

V fazi preiskav na strjenih vzorcih smo pri upogibnih in tlačnih preizkusih hitro opazili, da cementni kompozit z dodanimi PCM ni najprimernejši za uporabo v konstrukcijskih elementih. V primerjavi z referenčno mešanico je razviden padec tlačne trdnosti po 28 dnevih pri vseh mešanicah z dodanim PCM. Povprečno je tlačna trdnost, ki je pri cementnih kompozitih ena od pomembnejših lastnosti, od referenčnega vzorca nižja za slabih 23 %. Pri preizkušanju upogibne natezne trdnosti je le-ta med referenčnim vzorcem in cementnimi kompoziti z dodanim PCM v povprečju nižja za 13%. Ugotovili smo, da je vpliv dodanih PCM na natezno trdnost cementnega kompozita manjši, kot je vpliv le-teh na tlačno trdnost cementnega kompozita.

Pri preiskavah odpornosti materiala na zmrzovanje in tajanje smo ugotovili, da so vzorci z dodanimi PCM manj odporni na ekstremne zunanje vplive. Vsakemu izmed vzorcev z dodanimi PCM se v primerjavi z referenčno odpornost na zmrzovanje in tajanje poslabša. Ugotovili smo, da je odpornost vzorca 10 % PCM v tem segmentu od referenčne mešanice zmanjša za 20-krat. Odpornost vzorcev 5 % PCM in 5 % PCM+V pa se od referenčne mešanice zmanjša za 2-krat. Zato predlagamo, da se cementnih kompozitov z dodanimi PCM ne uporablja v zelo agresivnih okoljih, ker niso dovolj obstojni.

Glede preiskav toplotnih lastnosti na makroskopski ravni smo pridobili le relativne primerjave toplotne prevodnosti med cementnimi kompoziti z različnimi koncentracijami PCM in referenčnimi preizkušanci. Rezultati kažejo, da dodatek PCM zanemarljivo prispeva k izboljšanju toplotne prevodnosti, vendar bi bilo za natančnejšo določitev vrednosti toplotne prevodnosti potrebno pripraviti vzorce s popolnoma gladko površino. Prav tako predlagamo, da se v nadaljnjih raziskavah uporabi večja količina dodanega PCM.

V mikroskopskih preiskavah toplotnih lastnosti smo opazili, da se vgrajeni PCM pri določenih temperaturah odziva. Odziv na simulirano segrevanje in ohlajanje se zgodi v temperaturnem območju,

ki je na uporabljenem PCM deklarirano iz strani proizvajalca. Ponovno poudarjamo, da ta meritev na mikroskopski ravni ni primerljiva z meritvami, ki smo jih izvedli na makroskopskem nivoju.

Pri analizi z vrstičnim elektronskim mikroskopom smo ugotovili, da je PCM pri temperaturi 60 °C še vedno ohranil velik del kapsul. To je pomembna ugotovitev, saj lahko sklepamo, da se v predvideni rabi cementni kompozit z dodanim PCM nad tem temperaturnim območjem ne bo pojavil.

Zaključimo lahko, da dodajanje PCM cementnemu kompozitu znižuje mehansko odpornost in s tem postavi pod vprašaj uporabo cementnega kompozita z dodatkom PCM kot konstrukcijski material. Po drugi strani pa se odpirajo možnosti uporabe cementnega kompozita z dodatkom PCM kot ne konstrukcijskega materiala, predvsem kot notranji ometi).

VIRI

- [1] Sarier, N., & Onder, E. (2012). *Organic phase change materials and their textile applications: an overview. Thermochimica acta*, 540, 7-60.
- [2] Adesina, A., Awoyera, P. O., Sivakrishna, A., Kumar, K. R., & Gobinath, R. (2020). Phase change materials in concrete: An overview of properties. *Materials Today: Proceedings*, 27, 391-395.
- [3] Baetens, R., Jelle, B. P., & Gustavsen, A. (2010). *Phase change materials for building applications: A state-of-the-art review. Energy and buildings*, 42(9), 1361-1368.
- [4] Singh, P., Sharma, R. K., Ansu, A. K., Goyal, R., Sari, A., & Tyagi, V. V. (2021). *A comprehensive review on development of eutectic organic phase change materials and their composites for low and medium range thermal energy storage applications. Solar Energy Materials and Solar Cells*, 223, 110955.
- [5] Berardi, U., & Gallardo, A. A. (2019). Properties of concretes enhanced with phase change materials for building applications. *Energy and Buildings*, 199, 402-414.
- [6] Al-Yasiri, Q., & Szabó, M. (2021). Incorporation of phase change materials into building envelope for thermal comfort and energy saving: A comprehensive analysis. *Journal of Building engineering*, 36, 102122.
- [7] Memon, S. A. (2014). Phase change materials integrated in building walls: A state of the art review. *Renewable and sustainable energy reviews*, 31, 870-906.
- [8] Wei, Z., Falzone, G., Wang, B., Thiele, A., Puerta-Falla, G., Pilon, L., ... & Sant, G. (2017). The durability of cementitious composites containing microencapsulated phase change materials. *Cement and Concrete Composites*, 81, 66-76.
- [9] Navarro, L., De Gracia, A., Niall, D., Castell, A., Browne, M., McCormack, S. J., ... & Cabeza, L. F. (2016). *Thermal energy storage in building integrated thermal systems: A review. Part 2. Integration as passive system. Renewable Energy*, 85, 1334-1356.
- [10] Memon, S. A. (2014). Phase change materials integrated in building walls: A state of the art review. *Renewable and sustainable energy reviews*, 31, 870-906.
- [11] Cellat, K., Tezcan, F., Beyhan, B., Kardaş, G., & Paksoy, H. (2017). A comparative study on corrosion behavior of rebar in concrete with fatty acid additive as phase change material. *Construction and Building Materials*, 143, 490-500.
- [12] Cabeza, L. F., Castell, A., Barreneche, C. D., De Gracia, A., & Fernández, A. I. (2011). Materials used as PCM in thermal energy storage in buildings: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(3), 1675-1695.
- [13] Rathore, P. K. S., & Shukla, S. K. (2019). Potential of macroencapsulated PCM for thermal energy storage in buildings: A comprehensive review. *Construction and Building Materials*, 225, 723-744.

- [14] Silva, T., Vicente, R., Soares, N., & Ferreira, V. (2012). Experimental testing and numerical modelling of masonry wall solution with PCM incorporation: A passive construction solution. *Energy and Buildings*, 49, 235-245.
- [15] Cui, H., Memon, S. A., & Liu, R. (2015). Development, mechanical properties and numerical simulation of macro encapsulated thermal energy storage concrete. *Energy and buildings*, 96, 162-174.
- [16] Aguayo, M., Das, S., Castro, C., Kabay, N., Sant, G., & Neithalath, N. (2017). Porous inclusions as hosts for phase change materials in cementitious composites: Characterization, thermal performance, and analytical models. *Construction and Building Materials*, 134, 574-584.
- [17] Ma, Q., & Bai, M. (2018). Mechanical behavior, energy-storing properties and thermal reliability of phase-changing energy-storing concrete. *Construction and Building Materials*, 176, 43-49.
- [18] Xu, B., Ma, H., Lu, Z., & Li, Z. (2015). Paraffin/expanded vermiculite composite phase change material as aggregate for developing lightweight thermal energy storage cement-based composites. *Applied Energy*, 160, 358-367.
- [19] Wang, R., Ren, M., Gao, X., & Qin, L. (2018). Preparation and properties of fatty acids based thermal energy storage aggregate concrete. *Construction and Building Materials*, 165, 1-10.
- [20] Mueller, A., Schnell, A., & Rübner, K. (2015). The manufacture of lightweight aggregates from recycled masonry rubble. *Construction and Building Materials*, 98, 376-387.
- [21] Bentz, D. P., & Turpin, R. (2007). Potential applications of phase change materials in concrete technology. *Cement and Concrete Composites*, 29(7), 527-532.
- [22] Cunha, S., Leite, P., & Aguiar, J. (2020). Characterization of innovative mortars with direct incorporation of phase change materials. *Journal of Energy Storage*, 30, 101439.
- [23] Kaasinen, H. (1992). The absorption of phase change substances into commonly used building materials. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 27(2), 173-179.
- [24] Cunha, S., Lima, M., & Aguiar, J. B. (2016). Influence of adding phase change materials on the physical and mechanical properties of cement mortars. *Construction and Building Materials*, 127, 1-10.
- [25] Sani, A. K., Olawoore, I. O., & Singh, R. M. (2021). Assessment of impregnating phase change materials into lightweight aggregates for development of thermal energy storage aggregate composites. *Construction and Building Materials*, 305, 124683.
- [26] Hunger, M., Entrop, A. G., Mandilaras, I., Brouwers, H. J. H., & Founti, M. (2009). *The behavior of self-compacting concrete containing micro-encapsulated phase change materials*. *Cement and Concrete Composites*, 31(10), 731-743.

- [27] Meshgin, P., & Xi, Y. (2012). Effect of phase-change materials on properties of concrete. *ACI Materials Journal*, 109(1), 71.
- [28] Soares, N., Costa, J. J., Gaspar, A. R., & Santos, P. (2013). Review of passive PCM latent heat thermal energy storage systems towards buildings' energy efficiency. *Energy and buildings*, 59, 82-103.
- [29] Navarro, L., De Gracia, A., Colclough, S., Browne, M., McCormack, S. J., Griffiths, P., & Cabeza, L. F. (2016). Thermal energy storage in building integrated thermal systems: A review. Part 1. active storage systems. *Renewable Energy*, 88, 526-547.
- [30] Khudhair, Amar M., and Mohammed M. Farid. "A review on energy conservation in building applications with thermal storage by latent heat using phase change materials." *Energy conversion and management* 45.2 (2004): 263-275.
- [31] Maznik, S. 2007. Fazno spremenljivi materiali za znižanje rabe energije pri klimatizaciji stavb. Diplomaska naloga. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za strojništvo (samozaložba S. Maznik): 144 str.
- [32] Pajek, L., Kunič, R., Jagličič, Z. (2018). Fazno spremenljive snovi (PCM) in njihova uporaba v stavbah. *Gradbeni vestnik* 67, str. 51-62.
- [33] <https://www.mikrocaps.com/sl/izdelki/mikrocaps-pcm-ji/> (Pridobljeno 14. 3. 2023.)
- [34] Drissi, S., Ling, T. C., Mo, K. H., & Eddhahak, A. (2019). A review of microencapsulated and composite phase change materials: Alteration of strength and thermal properties of cement-based materials. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 110, 467-484.
- [35] Snehal, K., & Das, B. B. (2021). Experimental setup for thermal performance study of phase change material admixed cement composites—a review. *Smart Technologies for Sustainable Development: Select Proceedings of SMTS 2019*, 137-149.
- [36] SIST EN 1015-3:2001. Metode preskušanja zidarske malte – 3.del: Določevanje konsistence sveže malte (s stresalno mizo).
- [37] SIST EN 1015-7:1999. Metode preskušanja zidarskih malt – 7.del. Določevanje zraka v sveži malti.
- [38] SIST EN 1015-6:1999. Metode preskušanja zidarskih malt – 6. del: Ugotavljanje prostorninske mase sveže malte.
- [39] SIST EN 1015-11:2020. Metode preskušanja zidarske malte – 11. del: Določevanje upogibne in tlačne trdnosti strjene malte.
- [40] SIST-TS CEN/TS 12390-9:2006. Preskušanje strjenega betona – 9.del: Odpornost proti zmrzovanju/tajanju – Luščenje

- [41] Žarnić, R. Bosiljkov, V., Bosiljkov, V.B. 2016. Građiva vaje 2015/2016. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo: 146 str.
- [42] Nusdorfer, M., Toplotna prevodnost gradbenih materialov. Diplomski naloga. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo (samozaložba M. Nusdorfer): 22 str.
- [43] https://en.wikipedia.org/wiki/Optical_microscope (Pridobljeno 20. 8. 2023.)
- [44] https://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope (Pridobljeno 20. 8. 2023.)
- [45] https://en.wikipedia.org/wiki/Differential_scanning_calorimetry (Pridobljeno 20. 8. 2023.)
- [46] Saje, D., 2015. Tehnologija betona. Predavanja. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo: 56 str.
- [47] <https://www.salonit.si/proizvodi/cementi/2018091813135393> (Pridobljeno 25. 3. 2023.)
- [48] SIST EN 196-1: 2016. Metode preskušanja cementa – 1.del: določanje trdnosti
- [49] Pilehvar, S., Szczotok, A. M., Rodríguez, J. F., Valentini, L., Lanzón, M., Pamies, R., & Kjøniksen, A. L. (2019). Effect of freeze-thaw cycles on the mechanical behavior of geopolymer concrete and Portland cement concrete containing micro-encapsulated phase change materials. *Construction and Building Materials*, 200, 94-103.
- [50] Nusdorfer, M., Toplotna prevodnost gradbenih materialov. Diplomski naloga. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo (samozaložba M. Nusdorfer): 22 str.
- [51] Štukovnik, P., Bokan-Bosiljkov, V., Marinšek, M. Cementni kompoziti z dodatkom fazno spremenljivih materialov (PCM). V: Lopatič, J., Markelj, V., Može, P. Zborovanje gradbenih konstruktorjev Slovenije, 43. (n.d.). *Zbornik 43. zborovanja gradbenih konstruktorjev Slovenije, 13., 14. 10. 2022, Rogaška Slatina*. IV, 366.