



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0003319
(43) 공개일자 2016년01월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 7/345 (2006.01) C04B 7/34 (2006.01)
C04B 7/36 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 7/345 (2013.01)
C04B 7/34 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-7035919(분할)
(22) 출원일자(국제) 2008년07월16일
심사청구일자 없음
(62) 원출원 특허 10-2009-7027648
원출원일자(국제) 2008년07월16일
심사청구일자 2013년07월16일
(85) 번역문제출일자 2015년12월18일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2008/005784
(87) 국제공개번호 WO 2009/015769
국제공개일자 2009년02월05일
(30) 우선권주장
10 2007 035 257.5 2007년07월27일 독일(DE)

(71) 출원인
칼스루헤 인스티투트 쾰러 테흐놀로지
독일 칼스루헤 카이저슈트라쎄 12 (우: 76131)
(72) 발명자
보이홀레, 귄터
독일 76185 칼스루헤 카이저알레 109
스탬머만, 페터
독일 76149 칼스루헤 암 가르텐베르크 355
(뫼트면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 남앤드남

전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 단상의 수경성 바인더, 이의 제조 방법 및 이를 사용하여 제조된 건축 재료

(57) 요약

본 발명은 배열된 실리콘, 칼슘 및 산소 원자들을 함유하는 단상의 비결정질 수경성 바인더뿐만 아니라 상기 바인더를 함유한 혼합물에 관한 것으로 상기 수경성 바인더는 적어도 Q¹의 평균 연결성을 가지는 실리케이트 빌딩 유닛들을 포함하며, 일부분의 상기 칼슘 원자들이 산소와 6배 또는 더 높게 배워진 금속 원자 M[6]^{x+}에 의해 치환되거나 모든 상기 칼슘 원자들이 상기 산소와 6배 또는 더 높게 배워진 상기 금속 원자 M[6]^{x+}에 의해 치환되지 않으며/않거나 45 원자 백분율 이하의 상기 실리콘 원자들이 산소와 4면체로 배워진 금속 원자 M[4]^{y+}에 의해 치환되거나 모든 상기 실리콘 원자들이 상기 산소와 4면체로 배워진 상기 금속 원자 M[4]^{y+}에 의해 치환되지 않으며, [CaO + (x/2) · (M[6]^{x+}O_{x/2})] : [SiO₂ + M[4]^{y+}O_{y/2}]의 몰비는 0.2 내지 1.5의 값을 가지며 상기 바인더는 3.5 중량% 미만의 물을 가진다.

더구나, 본 발명은 Q⁰ 내지 Q²의 연결성을 가지는 실리케이트 빌딩 유닛들을 함유하는 출발 원료를 Q³ 내지 Q⁴의 상기 실리케이트 빌딩 유닛들의 연결성을 가지는 고체 실리케이트 원재료와 반응 그라인딩하며 상기 단상의 수경성 바인더를 3.5 중량% 미만의 물 함유량으로 선택적으로 건조시키는 단계에 의해 상기 바인더 또는 상기 바인더를 함유하는 혼합물을 제조하는 방법에 관한 것이다.

마지막으로, 본 발명은 상기 바인더 또는 상기 바인더를 함유하는 혼합물을 물로 세팅하고 그 뒤를 이어 경화시킴으로써 제조되는 건축 재료에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

C04B 7/36 (2013.01)

(72) 발명자

슈바이케, 우베

독일 76185 칼스루헤 암 렌부켈 27

가르베프, 크라지미르

독일 76344 에겐슈타인-레오폴트샤펜 알베르트-아
인슈타인-슈트라쎬 2

명세서

청구범위

청구항 1

배열된 실리콘, 칼슘 및 산소 원자들을 함유하는 단상의 비결정질 수경성 바인더에 있어서, 상기 바인더는 적어도 Q¹의 평균 연결성을 가지는 실리케이트 빌딩 유닛들을 포함하며, 일부분의 상기 칼슘 원자들이 산소와 6배 또는 더 높게 배워진 금속 원자 M[6]^{x+}에 의해 치환되거나 모든 상기 칼슘 원자들이 상기 산소와 6배 또는 더 높게 배워진 상기 금속 원자 M[6]^{x+}에 의해 치환되지 않으며/않거나 45 원자 백분율 이하의 상기 실리콘 원자들이 산소와 4면체로 배워진 금속 원자 M[4]^{y+}에 의해 치환되거나 모든 상기 실리콘 원자들이 상기 산소와 4면체로 배워진 상기 금속 원자 M[4]^{y+}에 의해 치환되지 않으며,

[CaO + (x/2) · (M[6]^{x+}O_{x/2})]: [SiO₂ + M[4]^{y+}O_{y/2}]의 몰비는 0.2 내지 1.5의 값을 가지며 상기 바인더는 3.5 중량 % 미만의 물을 가지는 것을 특징으로 하는 단상의 수경성 바인더.

청구항 2

제1항에 있어서,

[CaO + (x/2) · (M[6]^{x+}O_{x/2})]: [SiO₂ + M[4]^{y+}O_{y/2}]의 상기 몰비는 0.3 내지 1.5 미만의 값을 가지는 것을 특징으로 하는 단상의 수경성 바인더.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 칼슘 원자들의 일부분이 Na, K, Li, Mg, Sr, Ba, Mn, Fe[+II] 또는 Al[+III] 원자들에 의해 치환되는 것을 특징으로 하는 단상의 수경성 바인더.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중의 어느 한 항에 있어서,

45 원자 백분율 이하의 상기 실리콘 원자들이 Al, Ge, B, P, Fe, Be 또는 Ti 원자들에 의해 치환되는 것을 특징으로 하는 단상의 수경성 바인더.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중의 어느 한 항에 있어서,

물을 첨가한 후에 수화물들에 반응하며, 50 중량% 초과인 상기 수화물들은 1.5보다 작은 [CaO + (x/2) · (M[6]^{x+}O_{x/2})]: [SiO₂ + M[4]^{y+}O_{y/2}]의 몰비를 가지는 칼슘 실리케이트 수화물인 것을 특징으로 하는 단상의 수경성 바인더.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중의 어느 한 항의 단상의 수경성 바인더를 함유하는 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 7

제6항에 있어서,

적어도 10 중량%의 상기 단상의 수경성 바인더를 함유하는 것을 특징으로 하는 혼합물.

청구항 8

제1항 내지 제5항 중의 어느 한 항의 단상의 수경성 바인더를 제조하는 방법으로,

Q^0 내지 Q^2 의 연결성을 가지는 실리케이트 빌딩 유닛들의 형태로 존재하는 칼슘, 실리콘 및 산소 원자를 함유하는 제1 출발 원료를 Q^3 내지 Q^4 의 상기 실리케이트 빌딩 유닛들의 연결성을 가지는 고체 실리케이트 원재료 형태의 제2 출발 원료와 반응 그라인딩하는 단계, 및

물의 함유량이 3.5 중량%이거나 그 보다 높은 한, 상기 단상의 수경성 바인더를 3.5 중량% 미만의 물 함유량까지 건조시키는 단계를 특징으로 하는 단상의 수경성 바인더를 제조하는 방법.

청구항 9

제1항 내지 제5항 중의 어느 한 항의 단상의 수경성 바인더를 제조하는 방법으로,

반응 그라인딩 중에 제1 출발 원료를 형성하며 Q^0 내지 Q^2 의 연결성을 가지는 실리케이트 빌딩 유닛들의 형태로 존재하는 칼슘, 실리콘 및 산소 원자들을 함유하는 원료를 Q^3 내지 Q^4 의 상기 실리케이트 빌딩 유닛들의 연결성을 가지는 고체 실리케이트 원재료 형태의 제2 출발 원료와 반응 그라인딩하는 단계, 및

물의 함유량이 3.5 중량%이거나 그 보다 높은 한, 상기 단상의 수경성 바인더를 3.5 중량% 미만의 물 함유량으로 건조시키는 단계를 특징으로 하는 단상의 수경성 바인더를 제조하는 방법.

청구항 10

제6항 또는 제7항에 따른 혼합물을 제조하는 방법으로,

제8항의 상기 제1 출발 원료에 추가하여 또는 제9항에 따른 반응 그라인딩 중에 상기 제1 출발 원료를 형성하는 재료에 추가하여, 또는 제8항 또는 제9항의 제2 출발 원료에 추가하여 추가적인 재료들을 함유하는 원재료들을 반응 그라인딩하는 단계, 및

상기 단상의 수경성 바인더의 물의 함유량이 3.5 중량%이거나 그 이상인 한, 이에 함유된 상기 단상의 수경성 바인더가 3.5 중량% 미만의 물 함유량을 가질 때까지 상기 혼합물을 건조시키는 단계를 특징으로 하는 혼합물을 제조하는 방법.

청구항 11

제8항 내지 제10항 중의 어느 한 항에 있어서,

석영 또는 석영 모래가 상기 제2 출발 원료로서 사용되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12

제8항, 제10항 또는 제11항에 있어서,

상기 제1 및 상기 제2 원재료들은 하나의 재료에 함께 존재하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13

제10항 내지 제12항 중의 어느 한 항에 있어서,

포틀랜드 시멘트 클링커가 상기 제1 출발 원료로서 사용되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 14

제1항 내지 제5항 중의 어느 한 항의 상기 단상의 수경성 바인더 또는 제6항 또는 제7항의 상기 혼합물을 물로 세팅하고 그 뒤에 경화시킴으로써 제조되는 것을 특징으로 하는 건축 재료.

청구항 15

제14항에 있어서,

알칼리-민감 첨가제들을 함유하는 것을 특징으로 하는 건축 재료.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 단상의 수경성 바인더, 이와 같은 바인더를 함유하는 혼합물, 상기 바인더 및 상기 혼합물을 제조하기 위한 방법뿐만 아니라 상기 바인더 또는 상기 혼합물로 제조된 건축 재료에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 수경성 반응(hydraulic reactivity)은 고형물이 형성되도록 하기 위한 물과 바인더의 반응을 말한다. 이 과정의 정의는, 포틀랜드 시멘트(Portland cement)와 같은, 종래의 알려진 수경성 바인더들에 기초하여 만들어진다. Klausen의 Technologie der Baustoffe[건축 재료들의 기술], C.F. Mueller Verlag, 하이델베르크, 1996, p. 53에서 Haerig와 Guenther에 따르면, 수경성 바인더들은 공기 중에서뿐만 아니라 물이 첨가된 후에 수중에서 경화된다. H.F.W. Taylor의 The chemistry of cements, 아카데미 프레스, 런던 1964, p. 2 이하의 참조에 따르면, 시멘트는, 물과 혼합되어 페이스트(시멘트 페이스트)로 되고, 독립적으로 굳어지기 시작하여 상기 물과 상기 시멘트에 존재하는 화합물들 사이의 화학적인 반응들 때문에 시멘트 스톤(cement stone)으로 경화되는 수경성 바인더이다. 이 과정에서, 굳는 것과 경화하는 것은 건조시키는 것에 의존하지 않으며 또한 공기로부터 나온 CO₂와 의 반응들에 의존하지 않는다. 그러므로, 상기 반응은 공기 중에서뿐만 아니라 수중에서 진행된다.

[0003] 더구나, (소위 포졸란 바인더들(pozzolanic binders)이라 불리는) 잠재성의 수경성 바인더들이 알려져 있다. (위에 보인) Haerig에 따르면 상기 바인더들은 물이 첨가된 후에 활성제가 있을 때에만 경화된다. 상기 세팅 반응을 시작하기 위해서, 예를 들면 소석회 또는 포틀랜드 시멘트가 첨가되지만; 그러나, 독립적인 반응은 없을 것이다. 이와 같은 잠재성의 수경성 바인더들의 전형적인 예들은 (CaO + MgO): SiO₂ > 1 (EN 197-1:2000, 섹션 5.2.2)의 질량비를 가지는 입자 상의 고로 슬래그들이다.

[0004] 실리케이트들(silicates)에 기초한 종래의 알려진 수경성 바인더들은 어떤 물 분자도 함유하지 않으며, 이들의 수경성 성분들은 이들의 합 의 식에 수소를 함유하지 않으며, 대부분에 대한 상기 수경성 성분들은 결정성 알칼리 (토) 실리케이트들로 이루어진다. H.F.W. Taylor의 The chemistry of cements, 아카데미 프레스, 런던 1964, p. 2 이하의 참조에 따르면, 상기 수경성 활성 상들(hydraulically active phases)의 상기 실리케이트 이온들이 하나의 고립된 또는 단량체의 실리케이트 4면체(Q⁰)의 형태로 존재한다. 하나의 예외는 희박 상의 벨리나이트(belinite)이며, 이는 사이클로 실리케이트이며 염소를 함유한다. 벨리나이트에서, 각각의 실리케이트 4면체는 공유 산소들을 통해 두 개의 또 다른 실리케이트 4면체(Q²)와 연결된다. 실리케이트들에 기초한 모든 종래의 알려진 수경성 바인더들은 적어도 두 개의 CaO: SiO₂의 몰비(molar ratio)를 함유한다.

[0005] 이와 같은 수경성 바인더들은 순수하게 사용되거나 또는 콘크리트, 모르타르 또는 특별한 바인더들과 같은 고체 건축 재료들을 제조하기 위한 다양한 방식으로 시멘트와 같은 다른 재료들과 혼합된다. 더구나, 대체로 고농축 실리케이트의 두 개의 다른 타입들 및 비결정질(그러나 수경성이 아닌) 바인더들은 기술적으로 중요성을 가지며, 다시 말하면 하나는 물유리들(water glasses)이며 다른 하나는, 고로 슬래그들, 비산재들(fly ashes) 등과 같은, 잠재성의 수경성 또는 화산회(pozzolana) 재료들이다.

[0006] 1. 시멘트는 대략 1,450°C에서 탄산 칼슘과 실리케이트 캐리어(silicate carrier)를 연소시킴으로써 (시멘트) 클링커(clinker)로 불리며 대체로 수경성으로 반응하는 클링커 상의 제3칼슘 실리케이트(tricalcium silicate) (얼라이트(alite), Ca₃SiO₅), 제2칼슘 실리케이트(벨라이트, 특히 β-Ca₂SiO₄) 및 하위 레벨의 제3칼슘 알루미늄 트리카르알루미네이트(tricalcium aluminate: Ca₃Al₂O₆)와 칼슘 알루미늄 페라이트(Ca₄(Al, Fe)₄O₁₀)으로 이루어진 제품으로 제조된다. 특히 반응 지연제들로서 석고 또는 경석고와 같은, 추가 재료들을 그라인딩하여 추가함으로써, 소위 포틀랜드 시멘트(CEM I)가 획득된다. CEM I은 잠재성의 수경성 실리케이트들과 함께 종종 CEM II 내지 CEM V의 상기 시멘트 타입으로 그라인딩된다. 상기 그라인딩은 상기 수경성 반응의 속도를 가속시키는 더 높은 표면을 생성한다. DIN 1164에 따르면, 포틀랜드 시멘트는 61% 내지 69%의 산화칼슘(CaO), 18% 내지 24%의 이산화규소(SiO₂), 4% 내지 8%의 산화알루미늄(Al₂O₃) 및 1% 내지 4%의 산화철(Fe₂O₃)로 이루어진다.

[0007] 2. 추가로, 소위 물유리들이 제조된다. 이들은 고체이지만, 대략 1,400°C에서 용융되는, 알칼리 산화물들 및 SiO₂로부터 만들어지는 수용성 유리들이다. 물유리들은 농축된, 강 알칼리성의 용액들 또는 분말들로 사용된다.

- [0008] 3. 추가로, 실리케이트 출발 원료들은 가성 알칼리 용액(lye)과 반응하여 바인더로 될 수 있으며, 알칼리 수산화물들은 가성 알칼리 용액들로 사용된다. 상기 결과로 생기는 제품은 통상적으로 지오폴리머(geopolymer)로 불리지만, 이는 작은 경제적인 중요성만을 가진다.
- [0009] 타입들(2 및 3), 물유리들 및 지오폴리머들은 이미 용액들로, 말하자면, 고체가 아닌 상태로, 존재하며, 이들의 높은 수용성(알칼리 실리케이트) 때문에 수중에서 각각, 경화되지 않거나 또는 고체 재료들로서 반응하지 않으며 상기 수경성 반응을 일으키기 위해 CEM I 또는 가성 알칼리 용액과 같은 첨가제들이 필요하므로 도입부에서 언급된 정의들이라는 의미에서 단지 제한된 정도의 수경성 바인더들로 간주될 것이다. 이들의 제조는 이들의 제조를 비싸게 만드는 특별한 출발 원료들과 각각 몇몇의 힘든 절차상의 단계들 양쪽 모두를 필요로 한다. 동시에, 다양한 첨가제들과 이들의 상용성은 매우 높은 pH 값들 때문에 과도하게 제한되며, 일반적으로 매우 낮은, 반응 속도에 효과적으로 영향을 끼치는 것이 불가능하며, 특히, 이를 가속시키는 것이 불가능하다. 상기 제한된 가공성(낮은 경화, 강 알칼리성 반응)과 낮은 강도 때문에 이들의 적용 범위는 제한된다.
- [0010] 가장 잘 알려져 있으며 가장 자주 사용되는 상기 수경성 바인더는 시멘트이며, 특히 포틀랜드 시멘트이다. H.F.W. Taylor의 Cement chemistry, 아카데미 프레스, 런던 1990, p. 64 이하의 참조에 따르면, 시멘트 클링커의 + 1,761 kJ/kg의 이론상 반응 엔탈피로 약 1,450°C까지의 온도에서 선행생산물인 시멘트 클링커의 제조를 위해 요구되는 연소 과정은 특히 많은 에너지를 사용한다. 상기 요구되는 에너지의 가장 큰 몫은 석회석, 석회질 점토 또는 다른 석회질 재료들에서 생성되는 탄산 칼슘의 소성(calcination)(또는 탈탄산화(decarbonation))에 의해 차지된다. 상기 반응은 CO₂를 방출하여 시멘트 클링커의 + 2,138 kJ/kg의 반응 엔탈피를 갖는 강한 흡열성 방식으로 전체 반응에 기여한다.
- [0011] 약 1.2 kg의 석회가 1 kg의 포틀랜드 시멘트를 제조하기 위해 요구된다. 추가로, 상기 수경성의 활성 클링커 상의 얼라이트, 벨라이트, 제3칼슘 알루미늄네이트 및 칼슘 알루미늄네이트 페라이트를 만들어내기 위해 상기 출발 원료들을 부분적으로 용융시키는 것이 필요하다. 상기 이론상으로 요구되는 에너지, 열 손실들, 그라인딩 에너지, 등등의 합계로서, 약 + 4,300 kJ/kg의 실질적인 전체 에너지 소비가 최종 제품인 포틀랜드 시멘트에 대한 결과이다.
- [0012] 포틀랜드 시멘트의 제조 중에, 상당한 양의 CO₂가, 합계로 클링커의 kg당 약 850g의 CO₂까지 가해지는, 재료들을 함유하는 탄산 칼슘으로부터 방출된다.
- [0013] 물과 상기 포틀랜드 시멘트의 반응은 고형화(경화)를 가져온다. H.F.W. Taylor의 Cement chemistry, 아카데미 프레스, 런던 1990, p. 218에 따르면, C-S-H 겔들, 즉, 불완전 결정성 칼슘 실리케이트 수화물들, 뿐만 아니라 칼슘 알루미늄네이트 수화물들 및 포틀랜드라이트(portlandite: Ca(OH)₂)가 생성된다. 후자는 상기 세팅 반응의 필요한 결과이며 세트, 즉, 경화된 시멘트 스톤의 약 20 중량%의 비율로 일어난다.
- [0014] 그렇지 않다면 상기 수경성의 반응성이 심하게 감소할 것이기 때문에 일반적으로 포틀랜드 시멘트에 있는 칼슘의 전체 함유량, 특히 선행생산물인 클링커에 있는 칼슘의 전체 함유량을 실질적으로 낮추는 것은 불가능하다. (CaO):(SiO₂)의 몰비와 우연히 동일한 Ca: Si의 몰비로 표현된 칼슘의 전체 함유량은 항상 3.0 +/- 0.2에 있다. 대체적으로 제3칼슘 실리케이트(Ca₃SiO₅)의 반응으로부터 생성되는 포틀랜드 시멘트로부터 만들어진 상기 시멘트 스톤에 존재하는 C-S-H 겔의 상기 바인더 매트릭스는 1.7 내지 1.8의 Ca: Si의 몰비를 가진다. 여분의 CaO가 수화한 후에 포틀랜드라이트(Ca(OH)₂)로서 존재한다.
- [0015] 포틀랜드라이트는 단지 낮은 정도로 상기 건축 재료의 기계적인 안정에 기여한다. 오히려, 포틀랜드라이트는 상기 시멘트들의 수명 기간 중에 상기 건축 재료의 pH 값을 결정하며, 이는 약 pH 12.5가 될 것이다. 산의 공격들은 처음에 포틀랜드라이트에 의해 완충되지만; 일단 포틀랜드라이트가, 예를 들어, CO₂에 의해 CaCO₃로 변화됨으로써 소비되면, 상기 pH 값은 떨어질 것이며 C-S-H 겔에 의해 만들어진 상기 바인더 매트릭스는 공격을 받을 것이며 분해될 것이다.
- [0016] 가능한 한 치밀한 구조를 만들어냄으로써 상기 반응을 억제하며 그에 따라 물질 이동을 둔화시키는 것이 가능하다. 그러나, 포틀랜드라이트 자체의 분해는 공격을 위한 새로운 기회들을 발생시킬 것이다. 따라서 포틀랜드라이트에 의한 시멘트에서의 pH 값의 완충은 구조용 철강을 위한 제한된 부식 보호를 나타낸다. 이와 대조적으로, 포틀랜드라이트에 의해 발생된 높은 알칼리성은, 유기 섬유들과 같은, 시멘트-결합된 건축 재료들에서 염기성- 또는 알칼리-민감 첨가제들의 사용을 막는다. 9.5보다 높은 pH 값은 부식 방지를 위해 충분할 것이다.

- [0017] 포틀랜드 시멘트는 세트될 때에 높은 반응 엔탈피를 방출하며, 이는 대체적으로 포틀랜드아이트의 형성으로부터 초래되며 크고, 대량이거나 용적이 큰 빌딩 요소들에 열 축적을 일으킨다. 단위 시간 당 온도 축적은 입자 확대, 첨가제들 또는 비산재들에 의한 회석에 의해 반응 속도를 감속시킴으로써 감소될 수 있다. 그러나, 이는 또한 강도 향상을 늦춘다.
- [0018] 상기 시멘트 스톤의 강도는 단지 약 50 중량%이며 주요 성분인 C-S-H 겔에 의해 결정된다. 그러므로, 포틀랜드 시멘트로부터 만들어진 시멘트 스톤의 강도-결정 구성물들을 제조를 위한 효과적인 에너지 소비는 대략 8,600 kJ/kg이다. 본질적으로 칼슘 알루미늄에이트 수화물들 및 포틀랜드아이트인, 상기 시멘트 스톤의 나머지 반은 상기 재료 또는 건축 재료의 강도에 거의 기여하지 못하며, 강도에 관해서 이는 바람직하지 않은 부산물이다. 포틀랜드아이트의 양은 마이크로-실리카(micro-silica) 또는 잠재성의 수경성 물질들을 혼합함으로써 기술적인 시스템들에서 뒤이어 감소될 수 있다. 여분의 포틀랜드아이트는 그 후에 마이크로-실리카를 소비함으로써 추가적인 칼슘 실리케이트 수화물들과 천천히 반응할 것이다. 그러나, 상기 과정은 어려우며 비용이 많이 든다.
- [0019] 더구나, C-S-H 겔들은 다양한 양들의 칼슘을 포함할 수 있다. 상기 칼슘의 함유량이 증가할 때, 상기 연관된 실리케이트 빌딩 유닛들(silicate building units)의 연결성은 감소할 것이며 상기 건축 재료의 강도뿐만 아니라 이들의 화학적 안정에 대한 기여가 감소할 것이다. 세트된 포틀랜드 시멘트 스톤에서 C-S-H 겔들이 1.7 내지 1.8의 Ca: Si의 몰비로 존재한다. 이와 대조적으로, 칼슘 실리케이트 수화물들이 0.5 내지 3.0의 Ca: Si의 몰비의 범위에 존재한다. 이는 자연적으로 생기거나 합성하여 생산된 고체 재료들에 의해 증명된다.
- [0020] 언급된 바와 같은 이유들 때문에 일반적으로 경화된 수경성 바인더에서 그리고 특히 포틀랜드 시멘트로부터 만들어진 시멘트 스톤에서 낮은 칼슘 함유량을 가지는 C-S-H 겔들을 얻으려는 것은 의미가 있을 것이다. 그러나, 회전로(rotary kiln)에서 포틀랜드 시멘트 클링커의 생산 중에 상기 칼슘 함유량의 약간의 감소는 더 적게 반응하는 칼슘 실리케이트들과 특히 벨라이트의 함유량의 증가를 초래한다. 상기 칼슘 함유량의 추가적인 감소는 규회석(β -CaSiO₃), 유사 규회석(α -CaSiO₃) 또는 랭킨나이트(rankinite: Ca₃Si₂O₇)와 같은 수경성으로 비활성인 제품들을 초래한다. 이런 방식으로, 말하자면, "클링커 루트(clinker route)"에서, 낮은 칼슘의 수경성 바인더들을 획득하는 것이 불가능하다.
- [0021] 미분 석영 및 석영 유리로부터 생산된 메카노-라디칼들(mechano-radicals), Powder Tech. 85 (1995) p. 269 에서, 하세가와 등은 분광법들로 상기 석영의 표면에서 결점이 있는 부분들을 검출함으로써 석영의 그라인딩 중에 일어난 변화들을 설명한다. 상기 과정에서, 수경성 바인더들은 생성되지 않는다.
- [0022] 석영을 사용한 메카노-화학적 활성화를 통한 카올리나이트(kaolinite) 표면들의 변형: 확산 반사 적외선 푸리에 변형 및 계량화학 연구, Appl. Spectroscopy 60 (2006), p. 1414에서, Carmody 등은 석영과 함께 이들을 그라인딩함으로써 카올리나이트 표면들의 변화들을 증명한다. 상기 경우는 수경성으로 반응하는 새로운 상을 생성하지 못한다.
- [0023] 에너지적으로 변형된 시멘트 대 이에 상응하는 혼합된 시멘트의 성능에 대한 메커니즘, Cem. Concr. Res. 35 (2005), p. 315에서, Justnes 등은 석영과 함께 시멘트의 그라인딩 및 그 내부에서 발생한 혼합 파트너들 양쪽 모두의 입자 크기의 감소를 설명한다. 다시, 새로운 상이 생성되지 않는다. 석영은 명백하게 무반응 충전물로 불린다.
- [0024] 미국특허 U.S. 3,066,031 A는 시멘트의 특성을 지닌 바인더 및 SiO₂ 및/또는 Al₂O₃와 같은 산화물들과 CaO를 함께 그라인딩하는 것에 기초한 이의 제조를 위한 방법을 개시한다. 필수 구성물인 CaO는 태워서 만든 석회의 형태로 사용된다. 상기 그라인딩은 적어도 50%의 상기 CaO의 몫을 물과 반응에서 순수 CaO보다 적게 열을 방출하는 형태로 변형시킨다. 상기 활성화제(CaO)와는 별도로, 상기 바인더는 미분의 잠재성의 수경성 알루미늄 실리케이트들을 함유한다. 미국특허 U.S. 4,217,143 A는 상기 방법의 특별한 실시예를 설명한다.
- [0025] 미국특허 U.S. 4,605,443 A는 높은 함유량의 Al₂O₃와 0.95보다 높은 Al: Si의 몰비를 가지는, 용융 상으로부터 생성되는 미분의 반응성 유리로 이루어지는 비결정질 수경성 바인더를 개시한다. 상기 수경성 거동은 높은 알루미늄 함유량에 기인된다.
- [0026] 독일특허 DE 10 2005 018 423 A1은 구조적인 성분들의 제조를 위한 방법을 설명하며, 따라서 사용된 바인더는 완전하게 수화된 화합물이 되며, 이의 고형화는 수경적으로 만들어지는 것이 아니라 프레스에 의해 만들어진다. 상기 과정에서, 실라놀(silanol) 유닛들은 물을 제거함으로써 농축된다.
- [0027] 독일 특허 DE 22 22 545 B2는 조노트라이트(xonotlite) 타입의 물을 함유하는 칼슘 실리케이트를 제조하기 위한

방법을 개시하며, 상기 조노트라이트는 결정질이다. 열과 수의 사용에 의한 제조(hydrothermal manufacture) 때문에, 이 특허에 설명된 상기 비결정질의 선행생산물은 수경성으로 경화되지 않는 수화물이다.

[0028] 유럽특허 EP 0 500 840 B1은 텍토알루모 실리케이트 시멘트(tectoalumo silicate cement)뿐만 아니라 적당한 제조 방법을 개시하며, 상기 텍토알루모 실리케이트는 Q⁴의 연결성을 가진다. 게다가, 상응하는 화합물들의 수경성 경화는 C-S-H 상들의 형성을 기초로 하지 않는다.

[0029] 해체 재료로부터 2차 원재료들을 제조하기 위한 방법을 설명하는 독일특허 DE 195 48 645 A1에 따르면, 콘크리트 해체 재료는 그라인딩에 의해 활성화된다. 그러나, 상기 그라인딩은, 시멘트 원료 혼합 구성물로 사용되는 제품이 형성되지만, 수경성 제품이 형성되지 않도록 만들어진다. 만약 콘크리트 해체 재료가 사용된다면 출발 성분은 반응 제품으로 단상의 제품의 제조를 방지해야 하는 설페이트 캐리어(sulphate carrier)를 함유한다.

발명의 내용

[0030] 이로부터 시작하여, 단상의 수경성 바인더, 이와 같은 바인더를 함유하는 혼합물, 건축 재료의 제조를 위한 방법들 및 상기 혼합물뿐만 아니라 상술한 결점들 및 제한들을 가지지 않는 상기 바인더 또는 상기 혼합물로 제조된 건축 재료를 제공하는 것이 본 발명의 목적이다.

[0031] 특히, 실리케이트에 기초한 단상의 수경성 바인더 및 이 바인더를 함유하는 혼합물은, 종래의 포틀랜드 시멘트 및 수경성 또는 잠재성의 수경성 바인더들 각각과 비교되어, 제공되며,

[0032] - 상기 바인더의 제조 중에 에너지 소비를 낮추며, 즉 상기 바인더가 낮은 온도들에서 제조되며,

[0033] - CO₂ 배출량을 낮추며,

[0034] - 수화 중에 열의 더 낮은 전체 방출 또는 더 균일한 방출을 보이며, 그리고

[0035] - 상기 바인더를 사용하여 만들어진 건축 재료들 및 재료들의 각각의 더 높은 내구력과 강도를 달성한다.

[0036] 상기 목적은 상기 단상의 수경성 바인더에 관한 청구항 1의 특징들에 의해, 상기 혼합물에 관한 청구항 6의 특징에 의해, 상기 제조 방법에 관한 청구항 8 내지 10 중의 어느 한 항의 특징들에 의해 및 상기 건축 재료에 관한 청구항 14의 특징들에 의해 달성된다. 상기 종속항들은 본 발명의 유익한 실시예들을 각각 설명한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0037] 본 발명의 수경성 바인더는 칼슘, 실리콘, 및 산소를 함유하는 수경성으로 활성화된 실리케이트 화합물이다. 다른 원소들은 또한 상기 바인더의 구성물들일 수 있으며 이들의 결합의 타입에 따라 구별된다: 알칼리 금속들, 특히 나트륨; 알칼리 토류 금속들, 특히 마그네슘, 또는 다른 2가 양이온들, 특히 Fe[+II] 및 망간; 3가 양이온들, 특히 Al[+III]은, M[6]^{x+}와 같은 6배위 또는 더 높은 배위로 산소와 결합되며, 상기 M[6]^{x+}는 부분적으로 상기 칼슘을 치환한다. 산소에 의해 4면체로 배워진 원소들은, 특히 3가 인, 알루미늄 또는 Fe³⁺는, 산소 음이온들을 형성하며 단지 45 원자 백분율보다 높지 않게 실리콘 대신에 사용하는 M[4]^{y+}와 같은 4면체의 위치들에 인산염, 알루미늄네이트 또는 철산염으로 결합된다. 상기 산과 염기 두 가지로 작용하는 알루미늄은, 마그네슘과 마찬가지로, 양쪽 모두의 변형들에 적합하다. 지수들(x+ 및 y+)은 상기 관련된 양이온의 전하를 각각 나타낸다.

[0038] 본 발명의 수경성 바인더의 화학량론은 0.2 내지 1.5, 특히 바람직하게는 0.3이며 1.5 아래까지인, Ca: Si의 몰비의 범위에 의해 한정된다. 상기 성분들인 산소 및 칼슘, 각각과, 추가적 원소들은 전하 평형화(charge equalibration)를 제공한다. 일부분의 상기 칼슘 또는 실리콘 원자들이 상기 치환기들인 M[6]^{x+}O_{x/2} and M[4]^{y+}O_{y/2} 각각에 의해 대체되는 경우에, 상기 변경된 몰비 [CaO + (x/2) · (M[6]^{x+}O_{x/2}):[SiO₂ + M[4]^{y+}O_{y/2}]]는 (CaO):(SiO₂)의 몰비와 동일한, Ca:Si의 간단한 몰비 대신에 나타내어질 것이다. 상기 몰 함유량은 3.5 중량% 아래이다.

[0039] X선 회절 연구들(X선 분말 회절법)을 따르면, 상기 바인더는 X선 비결정질이 되는 것으로 판명되며, 즉 이는 매우 강하게 무질서화된다.

[0040] 실리케이트 이온들은 산소 4면체로 이루어지며, 이의 중심은 4면체로 배워진 실리콘에 의해 점유된다. 따라서

구조적으로 된 상기 실리케이트 4면체는 공유 산소 원자들을 통해 상호 연결된다. 실리콘 원자들은 더 높은 비율의 알루미늄 원자들 및 더 낮은 비율의 붕소, 게르마늄, 티타늄, 철, 베릴륨 또는 3가 인 원자들로 치환될 수 있다. 본 발명의 수정성 바인더에서 상기 실리케이트 원자들의 구조는 상기 4면체의 가변 연결성에 특징이 있다.

[0041] ²⁹Si 고체 상태 NMR 분광학으로 진행된 연구들은 상기 실리케이트의 연결의 폭 넓은 분포를 보였다: NMR 신호들은 Q¹, Q², Q³ 내지 Q⁴를 통해 Q⁰(단량체 실리케이트 4면체)에 대한 전형적인 화학적 전환들(chemical shifts)과 함께 일어났다. 상기 지수는 공유 산소들을 통해 상기 관찰된 4면체에 연결된 4면체의 이웃하는 것들의 수를 나타낸다: Q¹은 Q² 체인 링크들과 체인 배열에서 실리케이트 이량체 또는 상기 말단의 실리케이트 4면체를 설명한다; Q³ 및 Q⁴는 각각, 이웃하는 것들로서 3개 및 4개의 실리케이트 4면체를 가지는 실리케이트 4면체에 상응한다. 상기 단상의 수정성 바인더의 발견된 분포 폭은 적어도 Q¹의 평균 연결성을 가지며 다양한 타입들의 연결성 Qⁿ의 발생을 증명할 뿐만 아니라 상기 개개의 연결성 타입들의 높은 무질서를 증명한다.

[0042] 실리콘 원자들을 다른 망 형성 원소들의, 특히 알루미늄, 붕소, 게르마늄, 3가 인, 철, 베릴륨 또는 티타늄의, 원자들로 부분적으로 치환하는 것이 가능하다. Al로 Si의 45 원자 백분율의 최대 치환에 도달할 수 있는 알루미늄에 의한 치환이 특히 관련된다.

[0043] 상기 칼슘 원자들은 음으로 대전된 실리케이트 유닛들의 접착 파트너들로서 Ca²⁺ 이온들의 형태로 존재한다. 이들을 Na, K, Li, Mg, Sr, Ba, Mn, Fe[+II] 또는 Al[+III] 원자들로 부분적으로 치환하는 것이 가능하다.

[0044] 따라서, 본 발명은 수정성으로 활성화된 칼슘 실리케이트로 이루어지는 단상의 수정성 바인더에 관한 것이다. 포틀랜드 시멘트와 비교하여 상기 바인더는 상기 몰비 [CaO + (x/2) · (M[6]^{x+}O_{x/2})]: [SiO₂ + M[4]^{y+}O_{y/2}])가 낮아지도록 더 적은 칼슘 및 더 적은 칼슘-치환 원소들 각각을 함유한다. 상기 수정성 바인더는 시멘트 클링커보다 낮은 온도들에서 평균적으로 생산된 출발 원료들을 그라인딩함으로써 제조되며, 그 결과 에너지 소비 및 이산화탄소 배출이 감소된다.

[0045] 더구나, 본 발명은 일정 비율의 본 발명의 단상의 수정성 바인더를 포함하는 혼합물에 관한 것이다. 바람직하게는, 상기 비율은 적어도 10 중량%이며, 특히 바람직하게는 적어도 25 중량%이며, 가장 바람직하게는 적어도 50 중량%이다.

[0046] 포틀랜드 시멘트로부터 알려진 바와 같이, 상기 세팅 및 상기 경화는 물과 혼합함으로써 수행되며 수중에서 선택적으로 일어난다. 상기 수화는 기계적으로 고체의 건축 재료를 만들어낸다. 본 발명의 수정성 바인더의 수정성 반응은 포틀랜드이트(Ca(OH)₂)를 생산하지 않으며 이는 결코 X선 회절로 검출될 수 없다. 더구나, 상기 세팅 반응은 포틀랜드 시멘트의 수화 중에서 보다 적은 열의 방출을 계속한다. 포틀랜드 시멘트의 경우에 이미 알려진 바와 같이, 상기 세팅 속도(setting speed)는 다양한 원소들을 치환, 및 진행과정(즉 그라인딩)을 변경함으로써 뿐만 아니라, 유기 첨가제들과 같은, 표면-활성 첨가제들에 의해 폭 넓은 범위로 조절될 수 있다. 그리고 상기 최대의 수화 열은 몇 분후에 또는 오직 며칠 후에 도달될 것이다.

[0047] 세팅 중에 본 발명의 수정성 바인더는 칼슘 실리케이트 수화물 C-S-H 상과 반응한다. 상기 과정에서 상기 실리케이트 빌딩 유닛들의 연결성은 분자 레벨에서 변화하며, 고형화는 육안으로 보이는 레벨에서 일어난다. 상기 출발 원료의 조성에 따라, 상기 수화 제품은 1.5보다 작은 [CaO + (x/2) · (M[6]^{x+}O_{x/2})]: [SiO₂ + M[4]^{y+}O_{y/2}])의 변경된 몰비와 Ca: Si의 몰비를 가지는 칼슘 실리케이트 수화물이 발생되도록 선택적으로 추가적인 알칼리 금속들, 알칼리 토류 금속들 또는 다른 원소들을 포함할 수 있다. 이와 대조적으로, 세팅된 포틀랜드 시멘트는 1.7 내지 1.8의 Ca: Si의 몰비를 가지는 C-S-H 겔(시멘트 겔)로 이루어지며 추가적으로 포틀랜드이트(Ca(OH)₂)를 함유한다.

[0048] 본 발명에 따른 상기 세팅 반응에 의해 제조된 상기 건축 재료는 포틀랜드이트의 부재 때문에, 포틀랜드 시멘트로부터 만들어진 시멘트 스톤과 비교할 때에 Ca: Si의 더 낮은 몰비 때문에 그리고 상기 실리케이트 빌딩 유닛들의 더 높은 연결성 때문에, 포틀랜드 시멘트 스톤보다 화학적으로 더 안정하다. 28일 후에 측정된 압축 강도는 20 N/mm²를 초과한다. 이 값은 32.5, 42.5, 및 52.5 N/mm²의 강도에 대한 3개의 상이한 종류들을 나타내는

시멘트들을 위한 유럽 표준(EN 197)의 크기의 차수 이내에 있다.

- [0049] 만약 본 발명의 바인더가 1% 미만의 Na₂O를 함유한다면, 이는, 낮은 알칼리 내구성을 가지는 무기 또는 유기 섬유들과 같은, 알칼리-민감 첨가제들과 함께, 본 발명의 건축 재료에 반응할 수 있다.
- [0050] 본 발명의 단상의 수경성 바인더 또는 본 발명의 단상의 수경성 바인더를 함유하는 혼합물의 제조는 단량체 또는 이량체 실리케이트 빌딩 유닛들을 가지는 칼슘, 실리콘 및 산소를 함유하는 선행생산물(즉, 칼슘 실리케이트)을 석영 또는 석영 모래와 같이, 높은 연결성을 가지는 고체 실리케이트 원재료와 코-그라인딩(co-grinding)(반응 그라인딩)함으로써 만들어진다.
- [0051] 이 경우에 상기 제1 출발 원료는 단량체 또는 이량체 실리케이트 유닛들의 형태로 존재하는 칼슘, 실리콘 및 산소의 화학 원소들을 특징으로 한다.
- [0052] 상기 제2 출발 원료는 Q³ 내지 Q⁴의 상기 실리케이트 4면체의 높은 연결성을 특징으로 하는 실리케이트 고체 재료이다. 추가로, 작은 양의 물이 첨가될 수 있다.
- [0053] 본 발명의 단상의 수경성 바인더는 상기 출발 원료들이 분쇄기에서, 바람직하게는 높아진 전단 및 압력 영향들 하에서, 예를 들어, 디스크 진동 분쇄기, 볼 분쇄기 또는 롤러 분쇄기에서, 그라인딩될 때 만들어진다. 상기 두 개의 반응물들은 평균 연결성을 가지는 새로운 재료를 형성한다. 상기 제2 출발 원료는 코-그라인딩 중에 단량체로 분해될 것이다. 따라서 만들어지는 상기 단상의 바인더는 한편으로는 저장 가능한 상태로 유지되며 다른 한편으로는 상기 바인더가 물과 혼합될 때에 수경성으로 반응하여 세팅 및 고형화에 이르게 하는 실리케이트 빌딩 유닛들을 함유한다.
- [0054] 일반적으로, 상기 제1 출발 원료는 아래에 설명된 방법들 중의 하나를 사용함으로써 만들어진다.
- [0055] -. 700°C까지의 온도에서의 가열 제조에서 알칼리/알칼리 토류 실리케이트들이 알칼리 화합물들, 알칼리 토류 화합물들 및 실리케이트들을 함께 소결함으로써 먼저 생산된다. CaCO₃, Na₂CO₃ 및 SiO₂로부터 CaNa₂SiO₄의 제조는 예로서 역할을 할 것이다:
- [0056] $CaCO_3 + Na_2CO_3 + SiO_2 \rightarrow CaNa_2SiO_4 + 2 CO_2$.
- [0057] -. 140°C 내지 300°C의 가압된 압력솔들에서 열과 수의 사용에 의한 제조(hydrothermal manufacture)에서 CaO, CaCO₃ 또는 Ca(OH)₂와 같은 칼슘-함유 원재료들과 석영, 실리카, 운모, 장식들, 옛날 콘크리트들, 유리들 또는 슬래그들과 같은 실리콘-함유 원재료들은 가압된 압력솔에서 물 또는 수증기와 직접 반응한다. 가성 알칼리 용액을, 바람직하게는 NaOH 또는 KOH를, 첨가하는 것이 가능하다. 이는 11과 13 사이로 pH 값을 조절하며, 상기 반응 속도를 증가시키며 천천히 반응하는 실리콘 화합물들의 사용을 허용한다. 그 다음에, 상기 제품들은 가열로 탈수된다.
- [0058] 석영, 석영 모래 또는 다른 원재료, 제2의 원재료 또는 합성 제품은 제2 출발 원료(실리케이트 캐리어)로서 역할을 한다. 이들의 예들은 실리케이트 유리들, 장식들 또는 슬래그들이다.
- [0059] 그리고, 출발 원료들 양쪽 모두를 함께 형성하는 것 또는 이들이 이미 혼합된 형태로 존재하는 것이 가능하다:
- [0060] a) 현장 형성(In-situ formation): 상기 제1 출발 원료는 단지 그라인딩 중에 형성되며 그 다음에 잉여 또는 추가의 고분자 제2 출발 원료들과 반응할 것이다.
- [0061] b) 혼합된 출발 원료들: 상기 두 개의 출발 원료들은 이미 혼합물에 함께 존재하며 직접 반응 그라이딩된다.
- [0062] 다른 실시예에서 고로 슬래그, 비산재들, 천연 화산회들 또는 종래의 (포틀랜드) 시멘트를 사용하여 합성 바인더들을 제조하는 것이 가능하다. 본 발명에 따라 만들어진 상기 시멘트가 매우 빠르게 반응하거나(반응 제어) 상기 출발 원료들의 혼합물이 요구되는 것보다 더 많은 칼슘을 함유한다면, 후자가 특히 흥미를 끈다.
- [0063] 본 발명의 수경성 바인더로부터 만들어진 수화 제품들은 Ca: Si의 낮은 몰비를 가지는 칼슘 실리케이트 수화물들을 함유하며, 포틀랜드이트가 형성되지 않고 상기 실리케이트 빌딩 유닛들이 포틀랜드시멘트 스톤과 비교하여 더 높은 연결성을 가지기 때문에 그에 따라 포틀랜드 시멘트 스톤의 C-S-H 겔보다 화학적으로 더 안정하다. 더구나, 기후-민감(weathering-sensitive) 포틀랜드이트는 약화된 점들이 모르타르들과 콘크리트들의 접합에 형성되지 않도록 모르타르들 또는 콘크리트들의 골재에 대한 상기 바인더의 접촉점에 존재하지 않는다.

- [0064] 만약 본 발명의 바인더가 1%의 Na₂O보다 적은 양을 함유한다면 이로부터 만들어진 상기 바인더의 구조는 알칼리-민감 골재들이 사용될 수 있도록 이차적으로 일어나는 알칼리 실리카 반응들에 덜 민감하다.
- [0065] 아래에서 본 발명은 실시예와 관련하여 보다 상세하게 설명될 것이다.
- [0066] 상기 출발 원료들은 미립자이며, 세척 및 소성된, 벨라이트(β -Ca₂SiO₄)와 석영이었다.
- [0067] 대안으로서, 벨라이트는 1,250°C에서 다중 소결 및 중간 균질화하거나 800°C에서 온수로 제조된 α -Ca₂SiO₄·H₂O의 탈수로 2:1의 비율의 CaCO₃ 및 SiO₂의 혼합물로부터 독일특허 DE 10 2005 037 771 A1에 따라 제조되었다.
- [0068] 그 뒤에, 벨라이트는 180 초 동안 디스크 진동 분쇄기에서 1:1의 질량 비(각각 1.1 g)로 상기 석영과 함께 그라인딩되었다. 상기 입자 크기들의 변화는 별도로 상기 그라인딩 과정이 특히 수경성 바인더를 유발하는 상기 출발 원료들 사이의 반응을 야기했다.
- [0069] 상기 출발 원료들의 BET 표면들은 평균하여 벨라이트에 대하여 0.5 m²/g 및 석영에 대하여 2 m²/g이었으며, 그런데 상기 분쇄기 제품은 1.7 m²/g의 값을 가졌다. 동일한 중량부들 및 그라인딩 기간으로 따로따로 상기 출발 재료들을 그라인딩하는 것은 5.2 m²/g의 평균 비표면적을 주었다. 따라서, 상기 일반적인 그라인딩은 반응에서 본 발명의 바인더의 형성을 유발했으며, 상기 비 표면적이 약 3의 팩터로 감소되었다.
- [0070] IR 스펙트럼에서 844 cm⁻¹에서의 상기 벨라이트의 Si-O 신축 진동 및 1078 cm⁻¹에서의 상기 석영의 (Si-O) 신축 진동이 상기 그라인딩 때문에 크게 감소하는 것이 관찰되었다. 그 대신에, 936 cm⁻¹ 및 1100 cm⁻¹에서 질량 중심을 가지는 폭 넓은 밴드들이 발생하며; 936 cm⁻¹에서의 상기 밴드는 약간 중합된 칼슘 실리케이트의 형성을 증명한다.
- [0071] 이 발견은 ²⁹Si 고체 상태 NMR 연구들에 의해 확인되었다. 벨라이트는 단지 Q⁰ 실리케이트 종(species)을 가진다. 상기 그라인딩 후에 Q³ 및 폭 넓은 Q² 신호가 새롭게 존재했다. 상기 석영의 Q⁴ 신호뿐만 아니라 상기 벨라이트의 Q⁰ 신호는 명백히 감소되었다.
- [0072] 상기 X선 회절의 결과들은 또한 상기 반응을 증명하며 상기 수경성 바인더에서 25°내지 35° 2 θ (Cu-K α 방사)의 범위로 단지 폭 넓으며 증가된 배경을 보인다.
- [0073] 상기 수경성 바인더의 수화는 열-전도 칼로리미터에 의해 추적되었다. 습윤열(heat of wetting) 때문에, 최대의 상기 열의 방출이 혼합 수의 할당 후에 수초 동안 일어났다. 그 다음에 상기 열의 방출이 약 25분에서 최소 후에 약 10시간 후의 제2의 최대로 마지막으로 오르게 하기 위해서 거의 완전하게 진정되었다. 다음의 100시간의 과정에서 상기 열의 방출은 천천히 진정된다. 상기 반응이 포틀랜드 시멘트들의 반응보다 더 적은 열 방출로 결합되는 동안에, 몇 시간 후에 상당한 강도에 이미 이르게 된다. 0.3의 바인더에 대한 물의 비율에서 그리고 1부의 바인더에 3부의 모래를 첨가함으로써 20 N/mm²의 압축 강도가 28일 후에 초과되었다.
- [0074] 상기 C-S-H 상의 발생을 증명하는 상기 Q² NMR 신호가 세팅된 건축 재료의 스펙트럼을 지배했다. 0.305 nm 및 0.28 nm에서 분말 회절분석도(powder diffractogram)의 반사의 명확한 강도뿐만 아니라 1.7 nm 및 1.15 nm 사이에 폭 넓은 반사의 발생이 인지될 수 있었다. 이는 칼슘 실리케이트 수화물이 상기 세팅된 건축 재료에서 형성된다는 것을 증명한다. 상기 반사들의 위치는 상기 칼슘 실리케이트 수화물이 포틀랜드 시멘트로부터 만들어진 C-S-H 겔보다 더 낮은 Ca: Si의 몰비를 가진다는 것을 보인다.
- [0075] 마지막으로, 상기 C-S-H 상의 상기 (Si-O)-신축 진동이 상기 IR 스펙트럼의 970 cm⁻¹에서 발견되었으며, 즉 더 큰 연결성에 상응하는 더 높은 파동 수치들로 변경되었다. 더구나, 새로운 밴드는 668 cm⁻¹에서 인지될 수 있었다. 이는, 더 많이 중합된 C-S-H 상의 발생의 다른 증거인 Si-O-Si 밴딩 진동(bending vibration)에 상응한다.