

Č. zak.: EAGLE-090/2022

Čelákovice, 27. června 2023

Zadavatel:

Zpráva o analýze

Do laboratoře vzorky doručeny dne 14. 10. 2022 (osobně)

Název objektu/vzorku: Poděbrady, kostel Nanebevzetí Panny Marie, tzv. Havířský kostelík, rejst. číslo ÚSKP 36915/2-1923

Požadováno (upřesnění viz seznam předložených vzorků níže):

- určit stratigrafii nátěrových vrstev na povrchu vzorku č. 1;
- určit složení omítky vzorku č. 2;
- určit stupeň zasolení (salinitu) vzorků č. 3 – 8 dle normy ČSN P 73 0610.

Předložené vzorky (viz obr. 1), označené „Poděbrady, kostel Nanebevzetí Panny Marie, tzv. Havířský kostelík“, č.:

- 1 – vnitřní omítka, schodiště na kůr, stratigrafie;
- 2 - omítka, schodiště na kůr, rozbor;
- 3 – schodiště na kůr, 20 cm nad podlahou, salinita;
- 4 – záp. stěna vlevo od vchodu, salinita;
- 5 – záp. stěna, výklenek, 20 cm nad podlahou, salinita;
- 6 – severní stěna, 20 cm nad podlahou, salinita;
- 7 – severní stěna k oltáři, salinita;
- 8 – bez lokalizace, salinita.

Rozbor štku/malty:

- rozdrčení vzorku v třecí misce;
- vysušení do konstantní hmotnosti při teplotě $\sim 110^{\circ}\text{C}$ /1 hod., chladnutí v exsikátoru;
- vážení výchozí hmotnosti vzorku na analytických vahách;
- rozpuštění (vápenného) pojiva ve zředěné kyselině octové¹ (cca 20%);
- opakované praní a dekantace v destilované vodě do neutrální reakce (zjištěno indikátorovými papírky);
- oddělení jemné frakce (nejmenší zrna pod 0,03 mm, jílová a případně i humusová frakce z písku) plavením od kameniva (zrn písku);
- vysušení kameniva (zrn písku) a jemné plavené frakce odděleně do konstantní hmotnosti při teplotě $\sim 110^{\circ}\text{C}$ /1 hod., chladnutí v exsikátoru;
- vážení hmotnosti kameniva/písku a jemné plavené frakce na analytických vahách;
- vypočtení zastoupení kameniva, jemné frakce a rozpuštěné části pojiva omítky v hmotnostních %;
- síťování kameniva/písku na kalibrovaných sítích s oky postupně 4, 2, 1, 0,5, 0,25, 0,125, 0,064, 0,03 mm;
- vážení frakcí, které zůstaly na jednotlivých sítích a jemného zbytku, který propadl nejjemnějším sítím (tento zbytek byl přidán k jílovité frakci, oddělené předem plavením);
- výpočet procentuálního hmotnostního zastoupení jednotlivých velikostních frakcí/zbytků na příslušném síti na celkové hmotnosti kameniva/písku;
- vyhodnocení výsledků, výpočet lognormální rozdělovací funkce zastoupení velikostí zrn, určení střední velikosti a rozptylu velikostí zrn kameniva, vynesení do grafu.

Určení salinity (zasolení) dle normy ČSN P 73 0610:

- odebrání části o hmotnosti cca 10 – 50 g z každého vzorku tak, aby postihovala všechny typy dodaných materiálů (kámen, omítka, zemina, malta, cihla, apod.). Menší vzorky než 10 g se použijí celé;
- rozdrčení vzorku, pokud je to potřeba;
- vysušení do konstantní hmotnosti při teplotě $120^{\circ}\text{C}/24$ hod., chladnutí v exsikátoru;
- výchozí vážení;
- vyloužení destilovanou vodou (cca na 1 g vzorku 1 ml vody), opakovaná sonifikace a zahřátí směsi vzorku s vodou v ultrazvukové lázni pro dokonalé vyloužení rozpustných solí;
- vážení vzorku s vodou;
- filtrace vodního výluhu stříkačkovými filtry $0,45\ \mu\text{m}$;
- ve filtrátu stanovení hodnoty pH detekčními proužky (v případě malého množství vzorků < 5 g) nebo pH metrem a orientační stanovení Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} detekčními proužky;
- stanovení obsahu dusičnanů, chloridů a síranů (rozpustných) ve výluhu metodou iontové výměnné chromatografie (IEC);
- výpočty zasolení jednotlivých vzorků dle normy Hydroizolace staveb – Sanace vlhkého zdiva – Základní ustanovení ČSN P 73 0610/2000.

Použité přístroje a pomůcky:

- digitální fotoaparát;
- lupa ruční zvětšení cca 3 $\times$;
- stereomikroskop, zvětšení cca 6 – 40 $\times$, režim šikmo dopadajícího světla;

¹ lze použít i zředěnou kyselinu chlorovodíkovou (HCL), viz např. Kotlík P.: Stavební materiály historických objektů: materiály, koroze, sanace, VŠCHT Praha 1999, 1. vyd., ISBN 80-7080-347-9, str. 75. Mý se použití HCl pokud možno vyhýbáme, aby bylo možno případně provést další prvkové analýzy vzorků po separaci pomocí ED XRF nebo i určení chemického složení bez kontaminace vzorků chlórem.

- **měřítka kalibrační přesné** (1 cm s dělením na 0,1 mm), „L“ **měřítka fotografická** (mm+cm);
- xylénový 10% roztok fixační/petrifikační **akrylátové pryskyřice Paraloid B72**, **epoxidová pryskyřice Kulzer Technovit Epox** (+ vakuový systém pro napouštění vzorků);
- **mikrofréza ruční s diamantovými řezacími kotoučky**;
- **tlakové zalévací zařízení, formy a další pomůcky** pro zalití vzorků do pryskyřice;
- **transparentní zalévací pryskyřice** (Kulzer Technovit 4006SE);
- **metalografická bruska** pro broušení pod vodou + spotřební materiál: brusné papíry Struers 500-4000, leštící kotouče, brusné a leštící diamantové suspenze;
- **invertovaný mikroskop (objektivy 5×, 10× a 20×)** s kamerou pro dokumentaci, režim šikmo dopadajícího viditelného světla;
- **osvětlovač s UV-A čipem** ($\lambda \sim 365$ nm), UV band-pass filtr UG1, fotografický UV filtr „Zeiss T* UV“, další potřebné fotografické filtry, digitální fotoaparát upravený pro snímání UV fluorescence;
- **standard pro kalibraci bílé/neutrální šedé/černé** – DANES PICTA tabulka GC3;
- **sw pro analýzu obrazu**;
- **ultrazvuková lázeň, topná plotýnka a exsikátor**;
- **analytické váhy** (0,1 mg), **předvážky** (0,01 g);
- **detekční proužky Fisher Scientific pro rozsahy pH 0-14 a 5,5-9**, - **pH metr Greisinger G1500** (elektroda GE114WD) + **detekční proužky Whatman®/Merck® pro stanovení pH a orientační stanovení Cl⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻**;
- **detekční proužky Merck® pro orientační stanovení Cl⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, SO₄²⁻**;
- **kapalinový chromatograf s iontově-výměnnou kolonou a vodivostním detektorem v sestavě: separační modul Waters Alliance 2695 HPLC Separation Module s termostatem kolony, kolona Waters IC-PAK Anion HC 4,6×150mm, vodivostní detektor Waters 431 High Performance Liquid Chromatography App, chromatografická stanice N2000 se sw, mobilní fáze modifikovaná Li/Borat/Na-glukonát/acetonitril/n-butanol/voda. Ředění výluhů 1:10 – 1:1000 (dle orientačně určené koncentrace aniontů ve výchozím výluhu)**;
- **souprava kalibrovaných sít s oky postupně 4, 2, 1, 0,5, 0,25, 0,125, 0,063 a 0,03 mm**;
- **drobné laboratorní přístroje, pomůcky, materiál a chemikálie** (ethanol denaturovaný, kyselina octová 20%, destilovaná voda, popisovače, laboratorní sklo, mikropipety 200 µl + špičky, stříkačkové mikrofiltry 0,45 µm + stříkačky, achátová třecí miska s tloučkem, pinzety, skalpely, pipety, lžičky, apod.).

Výsledky analýz:

A/ Stratigrafie nátěrových vrstev vz. č. 1 – „vnitřní omítka, schodiště na kůr“

vrst.	Popis	vrstva nečistot	fluoresc.
0	podklad: hrubozrný materiál, nažloutlá omítka/štuk	ne	ne
1	druhá nažloutlá vrstva štuku	ne	ne
2	bílý pravděpodobně vícevrstvý nátěr	ano, nesouvislá	ano
3	nažloutlá vrstva s minerálními zrny (pravděpodobně štuk)	ne	ne
4	bílá vrstva	ne	ano
5	žlutozelená dvojvrstva, se zelenými minerálními částicemi	ano	ne
6	velmi tenká hnědá vrstva (jen na malé části povrchu úlomku)	ano	ano, slabá

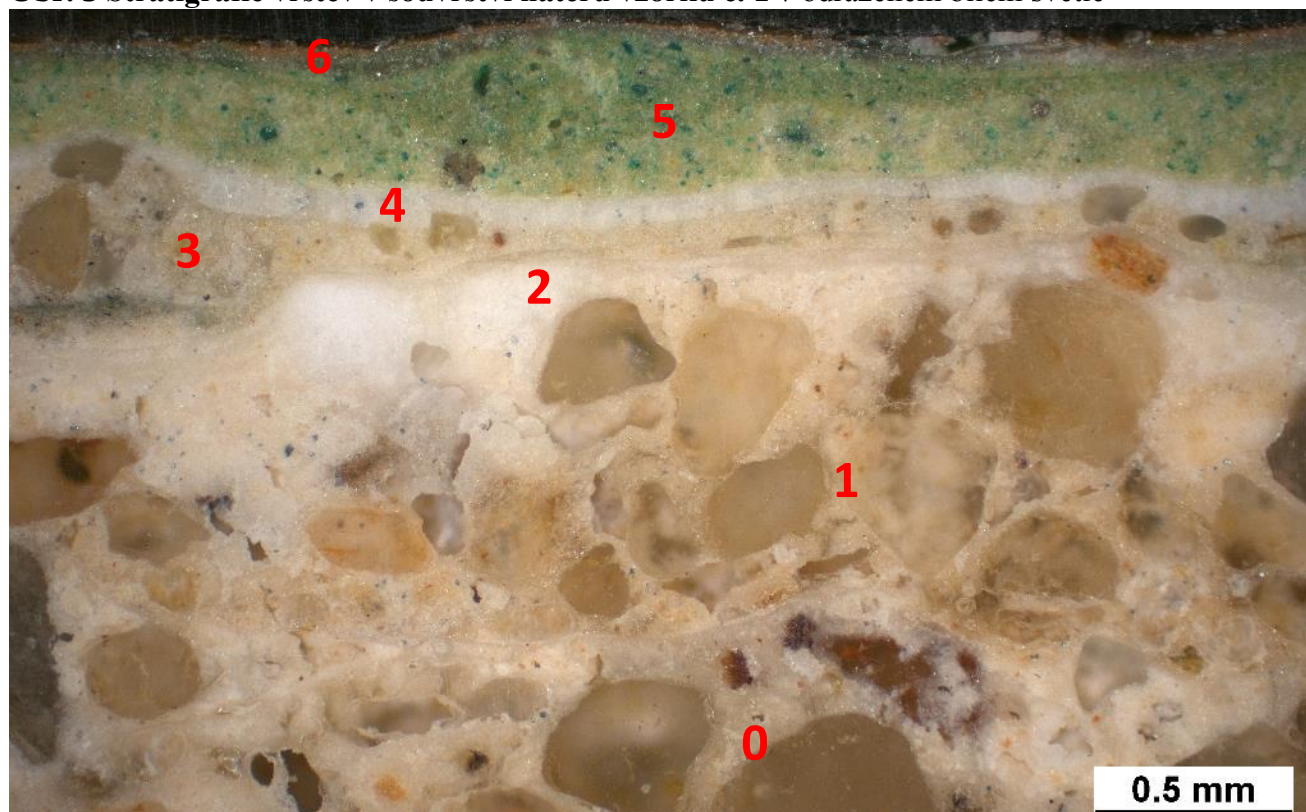
Sloupec: „vrstva nečistot“: „ano“ znamená, že na povrchu dané vrstvy je tmavé znečištění/korozní krusta, případně je připojeno upřesnění intenzity znečištění povrchu předmětné vrstvy; „ne“ naopak značí, že předmětná vrstva nemá na povrchu viditelné tmavé znečištění nebo korozní produkty. „fluoresc.“: popisuje fluorescenci vrstvy po osvětlení UV-A zářením ($\lambda \sim 365$ nm), „ano“ znamená, že vrstva vykazuje pod UV-A osvětlením fluorescenci (a může být upřesněna její intenzita a barva emitovaného světla), „ne“ znamená, že vrstva nevykazuje pod UV-A světlem fluorescenci.

Stratigrafie v bílém odraženém světle – obr. 3, 4. Fluorescence po osvětlení UV-A zářením ($\lambda \sim 365$ nm) – obr. 5.

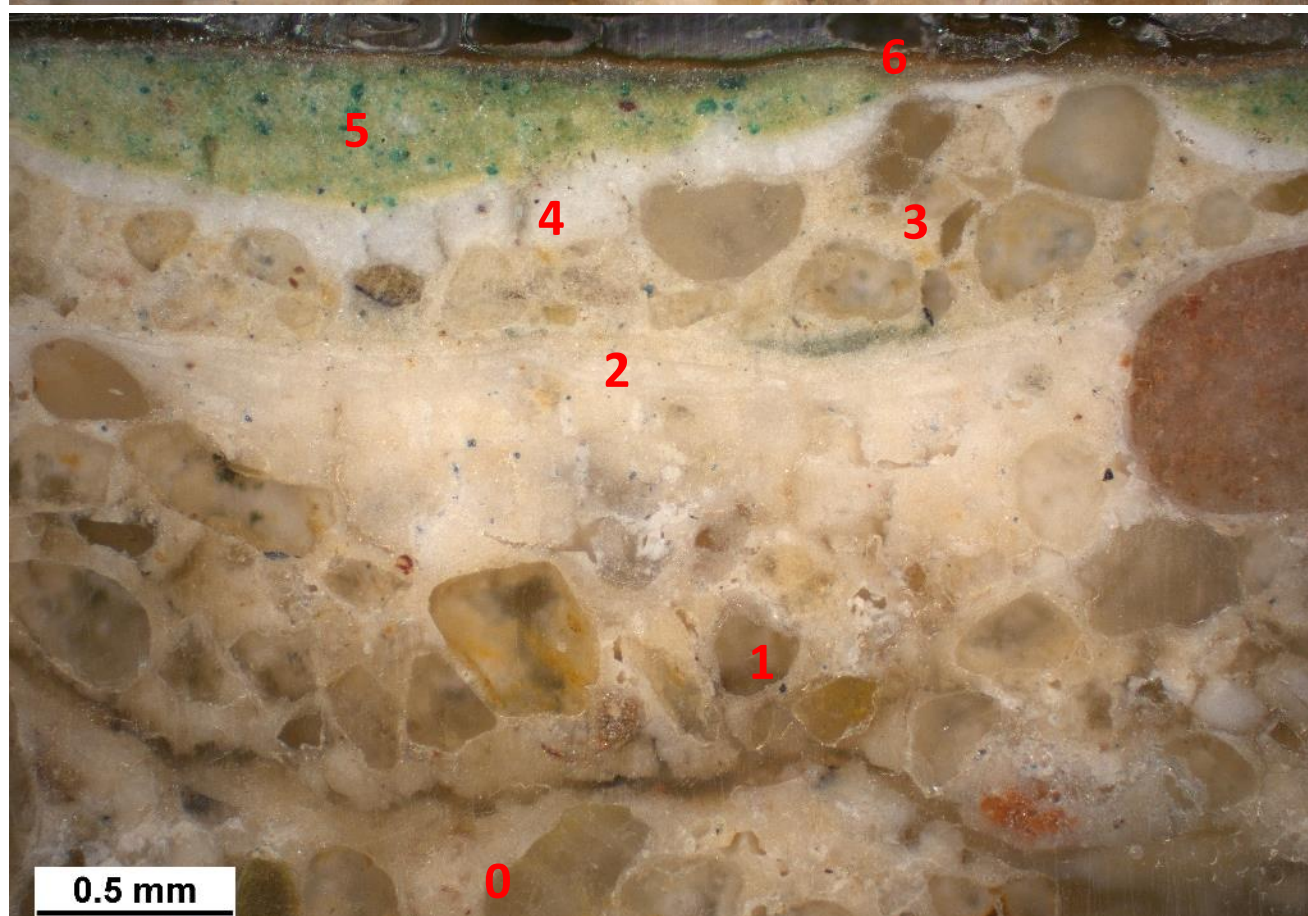
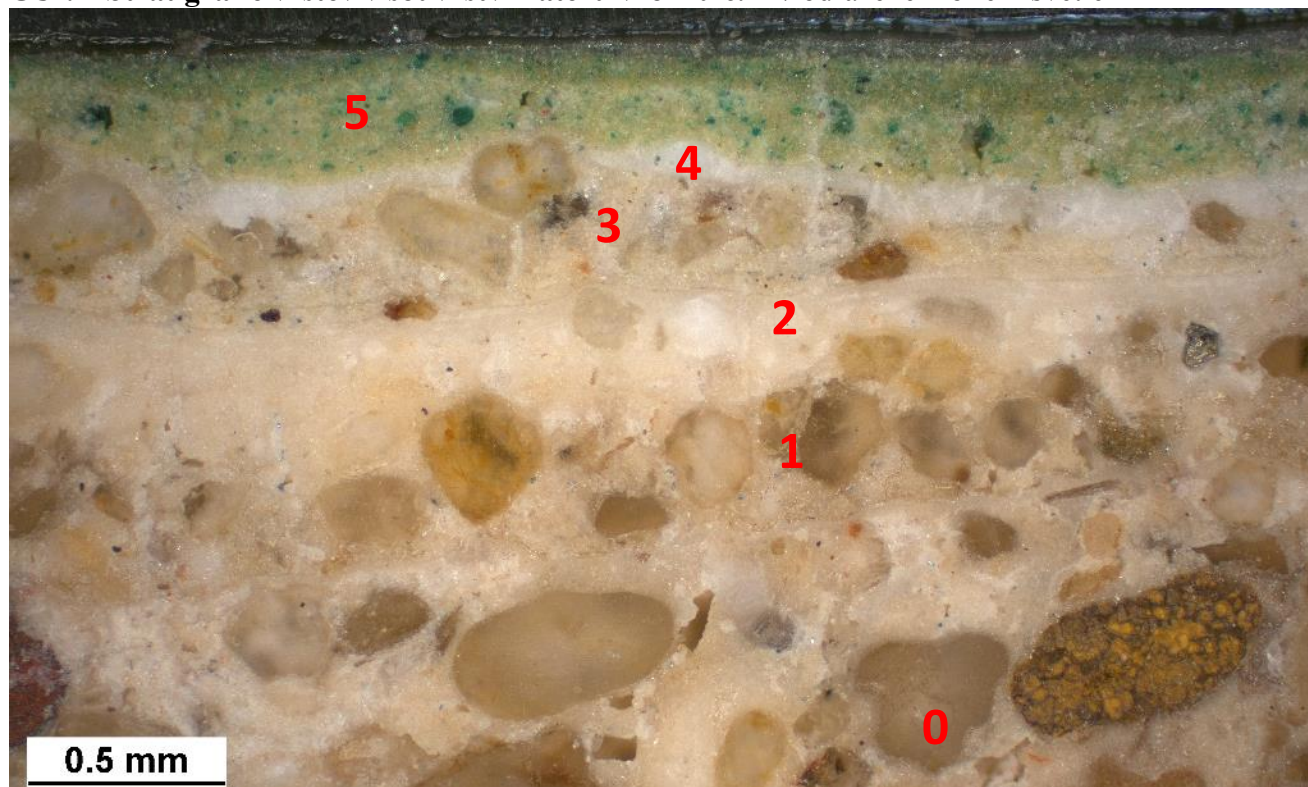
Obr. 2 Místo odběru nátěrových vrstev pro nábrus ze vzorku č. 1



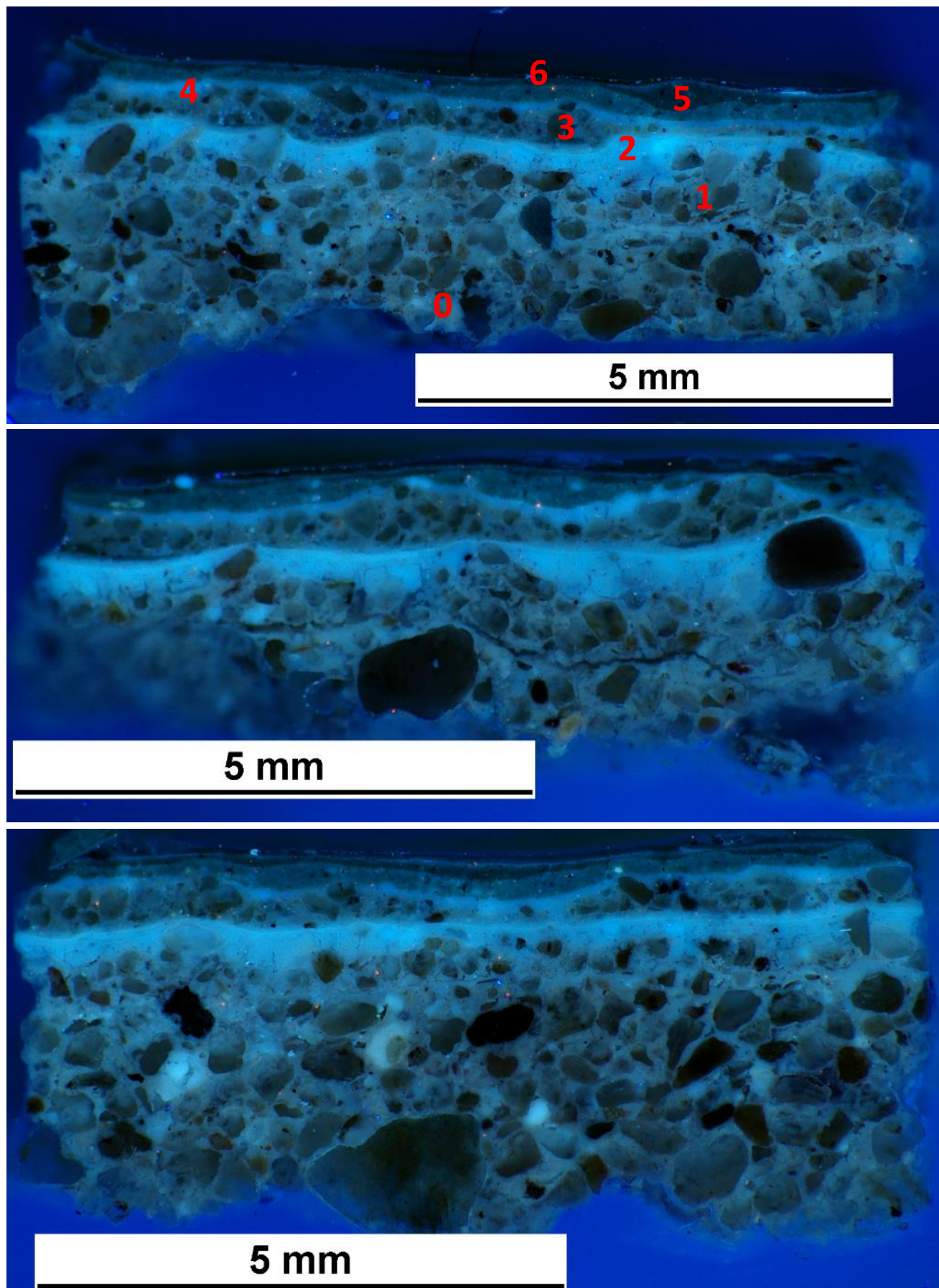
Obr. 3 Stratigrafie vrstev v souvrství nátěrů vzorku č. 1 v odraženém bílém světle



Obr. 4 Stratigrafie vrstev v souvrství nátěrů vzorku č. 1 v odraženém bílém světle



Obr. 5 Stratigrafie vrstev v souvrství nátěrů vzorku č. 1 po osvětlení UV-A zářením



B/ Rozbor štku ozn. vzorek č. 2 – „omítka, schodiště na kůr“

Po rozložení vzorku na frakce bylo zjištěno zastoupení (s chybou cca $\pm 2\%$):

kamenivo/písek [hm. %]	jíl+pigment +hlinka [hm. %]	v kyselině rozpustné pojivo [hm. %]	podíl jílu/hlinky v nerozpustné frakci [hm. %]
81,3	2,1	16,6	2,5

„Kamenivo“ označuje zrnitý v kyselině nerozpustný materiál („písek“) – viz obr. 7, „jíl+pigment+hlinka“ v kyselině nerozpustný jemný materiál, který při praní zůstal ve vodě ve vznosu a byl plavením oddělen (obr. 8), „v kyselině rozpustné pojivo“ pak pojivovou/vápennou složku, která se ve zředěné kyselině rozpustila. Podíl rozpustného pojiva byl dopočítán do 100% původní navážky vysušeného vzorku před rozkladem.

Granulometrie kameniva ve vzorku č. 2

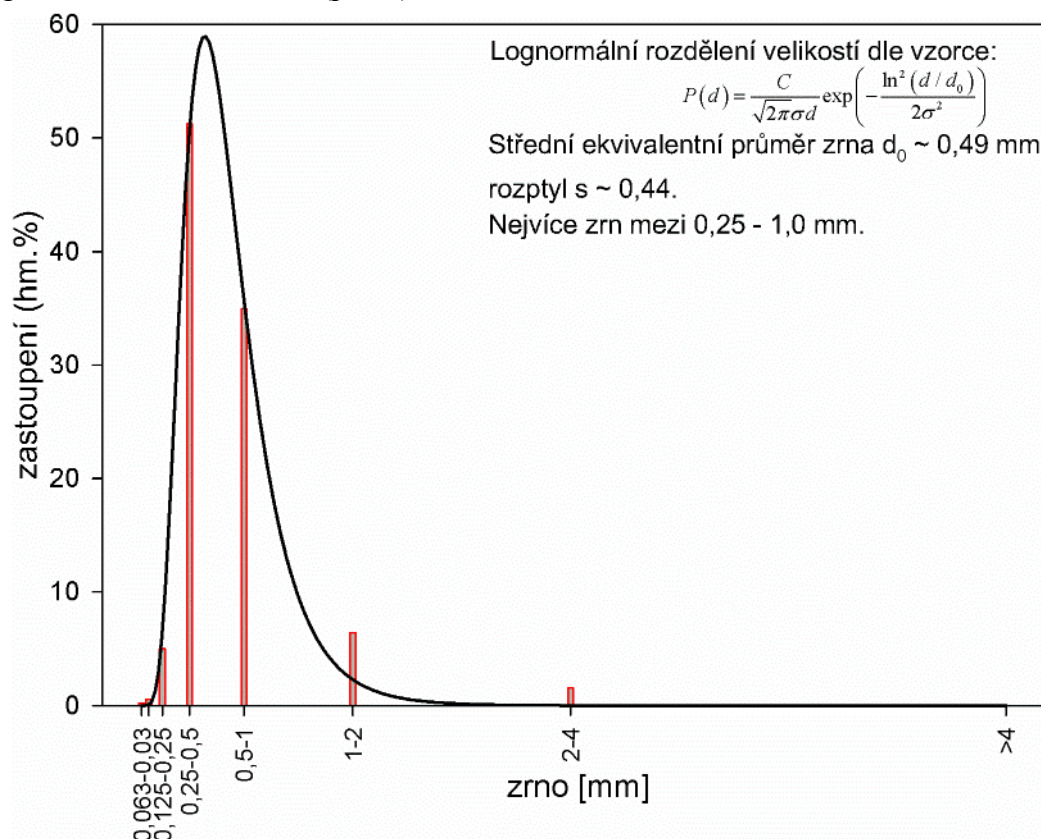
Ve vzorku bylo zjištěno směsné kamenivo (písek) s převážně zaoblenými zrny, což ukazuje na pravděpodobné použití **těženého (plaveného, říčního) písku**.

Nejčastěji jsou zastoupena zrna velikostí mezi 0,25 – 1 mm (medián průměru zrn z rozdělovací funkce je $\sim 0,5$ mm). Detailní rozdělení velikostí zrn je uvedeno na obr. 6.

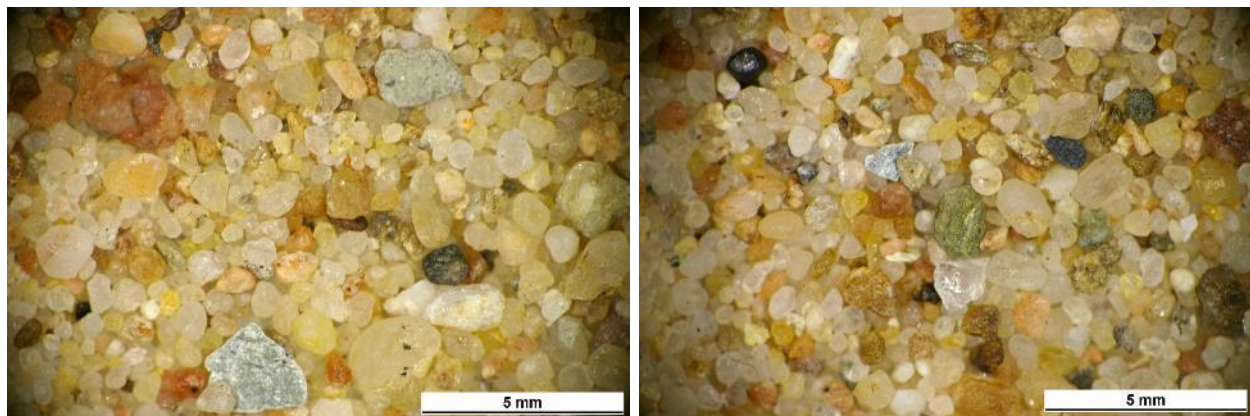
Podíl žluté jílovité (jemné) frakce v nerozpustném zbytku je nízký ($\sim 2,5$ %). Písky těžené/říční/prané zpravidla obsahují méně než 5 hm. % jílovité frakce (písky kopané pak $\sim 10\%$ a více jílovité frakce).

V písku byl zjištěn podíl stříbřité šupinkové slídy.

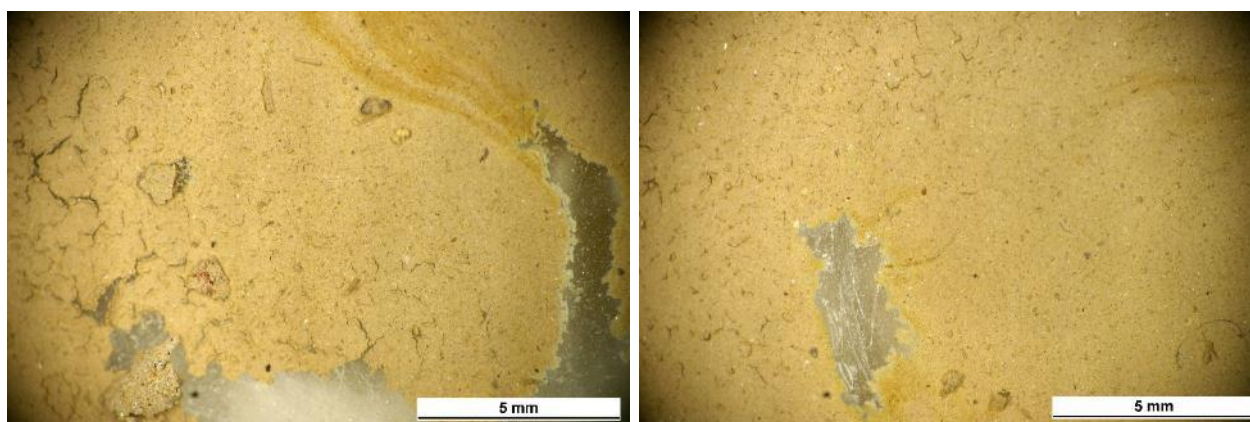
Obr. 6 – granulometrie kameniva (písku) ve vzorku č. 2



Obr. 7 – kamenivo (písek) ve vzorku č. 2.



Obr. 8 – suchá jemná (jílovitá, hlínková) frakce ve vzorku č. 2



C/ stanovení zasolení (salinity) vzorků č. 3 – 8 dle normy ČSN P 73 0610

Chyba stanovení $\pm 10\%$. Pokud je v tabulce uvedena nulová hodnota, odpovídá obsahu příslušného aniontu $< 0,001$ hm.% (< 10 ppm)

Salinita dle ČSN P 73 0610

vzorek	dusičnany	sírany (rozpuštěné)	chloridy	pH výluhu	dusitany	materiál
č.	% hm.	% hm.	% hm.		- / +, ++	
3	0,000	0,018	0,003	7,0	-	M
4	0,019	0,118	0,337	7,0	-	M
5	0,000	0,436	0,007	7,0	-	M
6	0,002	0,136	0,021	7,0	-	M
7	0,008	0,325	0,021	7,0	-	M
8	0,003	0,009	0,019	7,0	-	C

Materiálové zkratky: C-cihla, K-kámen, O-opuka, M-malta, Z-zemina

Přítomnost: + nízká (< 10 ppm), ++ vysoká (> 10 ppm), - nedetekováno

Salinita dle ČSN P 73 0610

stupeň zasolení v % hm.	nízký	zvýšený	vysoký	velmi vysoký	pH	oblast
dusičnany	< 0.10	0.10-0.25	0.25-0.50	> 0.50	kyselé	0.0-5.0
sírany	< 0.50	0.5-2.0	2.0-5.0	> 5.00	neutrální	5.0-7.0
chloridy	< 0.075	0.075-0.20	0.20-0.50	> 0.50	alkalické	7.0-14.0

Výsledky analýz se vztahují pouze ke zkoumaným vzorkům.

Odstín barevných vrstev na (mikro)fotografiích se může mírně lišit od skutečného odstínu vlivem nastavení barevného podání v řetězci kamera, monitor a/nebo tiskárna.

Nábrusy a zbylou část vzorků pro určení stratigrafie, pokud nebyly zcela spotřebovány při analýze, ponecháváme v úschově v laboratoři po dobu tří měsíců od data „Zprávy o analýze“. Po této době budou zlikvidovány. Pokud máte zájem o jejich vrácení, kontaktujte nás v této době. Při požadavku na vrácení je obratem zašleme.

Vzorky 2 – 8 byly během analýzy znehodnoceny a po analýze zlikvidovány.

Zprávu o analýze zasíláme v elektronické verzi. Pokud byste ji požadovali v písemné formě, kontaktujte nás a my vám ji obratem zašleme.

Zpracoval:


RNDr. Tomáš Kmječ, Ph.D.