

Rannsóknasjóður Vegagerðarinnar
Vaxtarsamningur Norðausturlands

Umhverfisvænt sementslaust steinlím

Lokaskýrsla 2013 - 2014

NMI 15-06

Sunna Ólafsdóttir Wallevik
Örn Erlendsson
Dr. Kristján Friðrik Alexandersson

Maí 2015



Nýsköpunarmiðstöð
Íslands

Nýsköpunarmiðstöð Íslands

Maí 2015

Sunna Ólafsdóttir Wallevik

Örn Erlendsson

Kristján Friðrik Alexandersson

Verkefnið var styrkt af Rannsóknasjóði Vegagerðarinnar, Vaxtarsamningi Norðausturlands og Nýsköpunarmiðstöð Íslands

Efnisyfirlit

	Bls.
1 Inngangur	1
2 Mælitæki	2
2.1 Kornastærðardreifing	2
2.2 Húmuspróf	2
2.3 Frumefnagreining í rafeindasmásjá	3
2.4 Seigjumælar	3
2.4.1 ConTec Viscometer 6	4
2.4.2 ConTec Rheomixer	4
2.5 Þrýsti- og beygjutogþolsmælingar	5
3 Framkvæmdaferli	7
4 Efni	8
4.1 16M NaOH	8
4.2 Eyjafjallajökulsgosaska	8
4.3 Kísilgúr úr Mývatni	9
4.4 Eðlisþyngdir	13
4.5 Húmuspróf	13
4.6 Efnagreining	16
4.7 Kornastærðardreifing	24
4.7.1 Mæling á kornakúrfu	25
4.7.2 Skýringar	25
5 Hörðunarferli og styrktarmyndun	26
5.1 Mat á hörðunarferli út frá gosösku-, NaOH, Na_2SiO_3 og vatns-innihaldi	26
5.1.1 Örtílaun 1	26
5.1.2 Hörðunarferli - 24 klst	26
5.1.3 Hörðunarferli - 96 klst	27
5.1.4 Hörðunarferli - 144 klst	27
5.1.5 Samantekt	27
5.1.6 Örtílaun 2	28
5.2 Mat á hörðunarferli viðmiðunarböndu	29
5.3 Áhrif hlutfallsraka á hörðunarferli	29
5.4 Viðbrögð gegn samloðun sýna við mót	30
6 Mæliseriur	31
7 Niðurstöður	42
7.1 Hlutfallsraki	42
7.2 Kísilgúr viðbót í sementslaust steinlím	42
7.3 Langtímastyrkur viðmiðunarböndu – með og án hitameðhöndlunar	43
7.4 Ofntími – 24 vs. 48 klst.	44
7.5 Vinnanleiki sementslausra kísilgúrsblandna	44
7.6 Vinnanleiki og brotstyrkur sodium silicate blandna með viðbót af kísilryki	45



7.7	Kísilryk og sodium silicate	46
7.8	Áloxíði bætt út í blöndur	47
7.9	Gosösku skipt út fyrir slagg sem hlutfall af þyngd í viðmiðunarblöndu . .	48
7.10	Blöndur sem þurftu ekki ofnmeðhöndlun – Sería XIX-C	48
7.11	Sementsbundinar múrblöndur með kísilgúr viðbót	49
8	Niðurlag	53
9	Viðauki 1: Heimildakönnun	55
9.1	Kísilgúr og kísilryk	56
9.2	Hlutfall $\text{SiO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$	57
9.3	Hörðunaraðstæður og blöndunarferli	58
9.4	Styrkur NaOH-lausnar	59
9.5	Aðrar athugasemdir	59
9.6	Samantekt heimildarkönnunar	60
10	Heimildaskrá	61

Myndaskrá

	Bls.
1 Sympatec Helos kornastærðardreifingarmælitæki.	2
2 Litaskali fyrir húmuspróf samkvæmt ASTM D1544 staðlinum	3
3 LEO Supra 25 rafeindasmásjá Nýsköpunarmiðstöðvar Íslands	3
4 Útskýring á seigjustuðli og skerspennu	4
5 Blöndunar- og mæliferli í ConTec Rheomixer.	5
6 Munurinn á mældum gildum í ConTec Rheomixer og ConTec Viscometer 6.	5
7 Tinius Olsen brotpölspressan	6
8 Blaut og þurr aska.	9
9 Sýnataka á óhreinsuðum kísilgúr úr safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf.	10
10 Samanburður á óhreinsuðum kísilgúr frá svæðum 3 og 6-8	10
11 Þurr kísilgúrsýni af svæðum 1-2, 3, 4-5 og 6-8.	11
12 Þurr kísilgúrsýni af svæðum 1-2, 3, 4-5 og 6-8, nærmynd.	12
13 Mulinn kísilgúr af svæðum 1-2, 3, 4-5, 6-8 og hreinsaður og unninn kísilgúr frá Kísiliðjunni hf.	12
14 Litaskali fyrir húmuspróf samkvæmt ASTM D1544.	13
15 Lífræn leif mæld í kísilgúr	14
16 Lífræn leif mæld í aska	15
17 Þyngdarhlutföll frumefna í sýnum.	16
18 Kornakúrfa kísilgúrs	24
19 Kornakúrfa eldfjallaösku og kísilgúrs	25
20 Skipting efnis.	25
21 Hörðunarferli - 24 og 144 klst eftir blöndun.	27
22 Hörðunarferli blandna með lágmarkað b/a-hlutfall, 1 og 72 klst eftir blöndun.	28
23 Rakaskil eftir hitun í ofni.	29
24 Áhrif hlutfallsraka á styrktarmyndun.	29
25 Sýni afmótað eftir 4 klst.	30
26 Áhrif mismunandi móta kannað fyrir hörðunarferli viðmiðunarblöndunnar. Hefðbundinn álbakki (vinstri), drykkjarglas (miðja) og plastlát (hægri).	30
27 Mikil blæðing átti sér stað úr þessari blöndu.	33
28 Yfirborð sýna sem innihéldu ekkert viðbótarvatn.	34
29 Mikil þennsla blöndu með sterkum basa, 15% viðbót af kísilgúr og engu viðbótarvatni.	34
30 Upphleypt sýni	35
31 Þóru- og sprungumyndun sýna með kísilryki.	36
32 Mikil viðbót af kísilryki varð þess valdandi að sýnin urðu mjög upphleypt.	37
33 Nálun á yfirborði strendinga með viðbóti af hreinu áloxíði.	37
34 Útskipting ösku fyrir slag (GGBS) skilaði sér í þéttari strendingum.	38
35 Dæmigerð glansandi yfirborðshula sýnis úr mæliseríu XV.	39
36 Strendingar sem fóru ekki í ofn en náðu samt mjög góðum skammtímastyrk.	41
37 Samanburður á þrýstistyrk viðmiðunarblöndu verkefnisins við mismunandi hlutfallsraka.	42
38 Samanburður á þrýstistyrk viðmiðunarblöndu með óhreinsuðum kísilgúr frá mismunandi svæðum og hreinsuðum kísilgúr frá Kísiliðjunni	42
39 Meðalþrýstistyrkur blandna með óhreinsuðum kísilgúr frá öllum sýnatöku-svæðunum.	43
40 Samanburður á hörðunaraðstæðum.	43



41	Samanburður á ofntíma.	44
42	Flotfræðimæligildi úr ConTec Rheomixer (efri) og ConTec Viscometer 6 (neðri).	44
43	Flotfræðimæligildi úr ConTec Rheomixer (efri) og ConTec Viscometer 6 (neðri)	45
44	Samanburður á brotstyrk miðað við breytilegt w/b-hlutfall í blöndum með hátt kísilmagn.	45
45	Vinnanleiki sodium silicate blandna skánaði eftir því sem hlutfall kísilryks í blöndunum hækkaði.	46
46	Í sodium silicate blöndum náðist mestur styrkur þegar 5% af þyngd gosöskunnar var skipt út fyrir kísilryk.	46
47	Samanburður á styrk viðmiðunarblöndunnar með viðbót af áloxíði og gosösku skipt út fyrir áloxíð.	47
48	Brotstyrkur blöndu sem þurfti ekki ofn. Skammtímastyrkur jókst hratt og virtist það bæta styrk að geyma sýnin í rakaklefa.	49
49	Samanburður á þrýstistyrk á múrblöndum með óhreinsuðum kísilgúr frá mismunandi svæðum og hreinsuðum kísilgúr frá Kísiliðjunni hf.	49
50	Flotfræðimælingar sem fall af tíma mældar í seigjumælunum ConTec Viscometer 6 (efri gröfin) og ConTec Rheomixer (neðri gröfin), fyrir múrblöndur með sementi og unnum og hreinsuðum kísilgúr frá Kísiliðjunni hf.	50
51	[Flotfræðimælingar sem fall af tíma mældar í seigjumælunum ConTec Viscometer 6 (efri gröfin) og ConTec Rheomixer (neðri gröfin), fyrir múrblöndur með sementi og kísilgúr frá svæðum 1 og 2 í safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf.	50
52	[Flotfræðimælingar sem fall af tíma mældar í seigjumælunum ConTec Viscometer 6 (efri gröfin) og ConTec Rheomixer (neðri gröfin), fyrir múrblöndur með sementi og kísilgúr frá svæði 3 í safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf.	51

Töfluskrá

	Bls.
1 Frumefnagreining eldfjallaösku.	8
2 Þurrefnisinnihald - Óhreinsuð kísilgurssýni	9
3 Eðlisþyngdir	13
4 Þyngdarhlutföll frumefna í sýnum.	16
5 Tilraunablöndur með ösku, NaOH og Na ₂ SiO ₃	26
6 Tilraunablöndur með gosösku, NaOH og Na ₂ SiO ₃ , þar sem b/a hlutfallið var lágmarkað.	28
7 Hlutfall áls aukið með því að bæta áloxíði út í viðmiðunarblöndu.	47
8 Hlutfall áls aukið með því að skipta gosösku út fyrir áloxíð sem hlutfall af þyngd.	47
9 Hlutfall áls aukið með því að skipta gosösku út fyrir áloxíð sem hlutfall af þyngd.	48
10 Slaggi bætt út í viðmiðunarblöndu.	48
11 Gosösku skipt út fyrir slagg sem hlutfall af þyngd í blöndu þar sem þriðjungur vatns hafði verið skipt út fyrir sodium silicate og 5% af þyngd gosösku skipt út fyrir kísilryk.	48
12 Samanburðargreinar og rannsóknir.	55

1 Inngangur

Í dag er hefðbundið Portlandsement eitt mest framleidda hráefnið á jörðinni, en um 3,6 milljarða tonna eru framleidd af því á ári hverju [1]. Helsti ókostur við framleiðslu þess er að samfara framleiðslunni losnar um tonn af CO₂ út í andrúmsloftið fyrir hvert framleitt sementstonn. Nú er því svo komið að steypuiðnaðurinn er ábyrgur fyrir u.þ.b. 10% af allri CO₂ losun af manna völdum í heiminum [2, 3]. Æskilegt er því að minnka notkun sements á heimsvísu eins mikið og kostur er og draga þannig verulega úr kolefnisspori byggingariðnaðarins.

Markmið verkefnisins er að hanna og þróa íslenska útgáfu af umhverfisvænni steinsteypu er inniheldur ákveðnar álsílikat jarðefnafjölliður (e. geopolymers). Steypa er samanstendur af slíkum jarðefnafjölliðum, sem við höfum nefnt sementslaust steinlím inniheldur, eins og nafnið gefur til kynna, ekkert hefðbundið sement heldur formlaus álsílikat bindiefni.

Til að gera steinlímið því sem næst kolefnissporlaust, er leitast eftir að velja nærlæg hráefni sem aðgengileg eru í marktæku magni, úrgangsefni eða hráefni sem líklegast yrðu ekki notuð í neitt annað.

Lagt er upp með í verkefninu að hanna og þróa sér íslenskt og umhverfisvænt sementslaust steinlím sem á sama tíma er bæði; afkastamikið, samkeppnishæft við sement og nær kolefnissporlaust. Meðal þeirra efnispátta sem kannaðir hafa verið sem hráefni í umhverfisvæna sementslausa steinlímið eru; óhreinsaður kísilgúr úr safnþróum gömlu Kísiliðjunnar ehf. (sem er þar í gróflaga áætlað 10 þúsund tonnum og er alveg vannýttur), kísilútfellingar frá háhitavirkjunum og aukaafurðir/úrgangur frá íslenskum járnblendum og áliðnaði.

Í þessari lokaskýrslu eru rannsóknaniðurstöður fyrir árið 2013-2014 kynntar. Á bls 51 er mynd sem sýnir samantekt á flestum þeim styrtkarmælingum sem framkvæmdar voru á verkefnisárinu 2013 - 2014 fyrir sementslausar steinlímsblöndur. Ljóst er að þetta verkefnisár verkefnisins hefur markað tímamót í verkefninu þar sem nú hefur verið fundin aðferð til að útbúa íslenskar sementslausar steinlíms blöndur sem ekki þurfa lengur hitamedhöndlun til þess að ná góðum styrktarniðurstöðum. Verkefnið er enn í fullum gangi og verða ítarlegri niðurstöður útlistaðar eftir að verkefnisárinu 2014 - 2015 lýkur.

2 Mælitæki

Hér verður farið yfir þá mælitækni sem notuð var við rannsóknavinnu verkefnisins á verkefnisárinu 2013 - 2014 og þau mælitæki sem þar komu við sögu.

2.1 Kornastærðardreifing

Kornastærðardreifing var mæld í Sympatec Helos laser diffractometer mælitæki Nýsköpunarmiðstöðvar Íslands sem byggir á bylgjubogun lasergeisla (e. laser diffraction particle size analyser), sem notað er til að greina kornastærðardreifingu fínefna. Mælisvið laser-mælitækisins er: 0,5/1,8...350 mm.



Mynd 1: Sympatec Helos kornastærðardreifingarmælitæki.

2.2 Húmuspróf

Í verkefninu voru framkvæmd húmuspróf á öllum þeim þurrefnum sem notuð voru í tilraunirnar en aðal tilgangurinn var að meta magn af lífrænni leif í óhreinsaða kísilgúrnum frá Mývatni. Prófið var framkvæmt þannig að 130 mL af þurrefni var sett í mæliglas sem var síðan fyllt upp að 200 mL, með 3% lausn af NaOH. Þurrefnunum og NaOH lausninni var blandað vel saman og var fínefna basalausnin svo látin standa í 24 klst, þar til öll fleytanleg efniskorn ættu að hafa botnfallið. Prófanirnar voru framkvæmdar samkvæmt stöðlunum ÍSL 10 og ASTM D1544, þar sem litur prófupplausnarinnar er borinn saman við staðlaða litarupplausn. Þegar litur prófupplausnarinnar er dekkri en litur staðalupplausnarinnar, er hægt að áætla að of mikið af lífrænum óhreinindum sé í þurrefninu sem verið er að prófa. Litur prófupplausnarinnar er borinn saman við litakvarða frá Cementa í Svíþjóð sem sjá má á mynd 2, með tölugildum frá 0 upp í 4. Litaflokkar 3-4, flokkast undir óæskilegt magn af lífrænni leif.

Húmus er lífræn óhreinindi sem kunna að finnast í fylliefnum eða fínefnum sementsbundinna efna. Ef slík lífræn óhreinindi eru í fylliefnunum í skaðlegum mæli eru áhrifin þau á hefðbundna sementsbundna steinsteypu, að steypa harðnar ekki á eðlilegan hátt. Það sem húmus gerir er að binda hluta af kalkinu í sementinu og sementsefjan harðnar því ekki sem skyldi. Þessi óhreinindi eru sem sagt óæskileg því þau geta haft áhrif á hvörfun vatns og sements og þannig seinkað efnahvörfum og jafnvel valdið því að sementsbundna efnið/steypa ná ekki tilskyldum styrk sem og valdið grotnun og sprungumyndun.



Mynd 2: Litaskali fyrir húmuspróf samkvæmt ASTM D1544 staðlinum.

2.3 Frumefnagreining í rafeindasmásjá

Frumefnagreining fínafna í verkefninu voru framkvæmd í rafeindasmásjá (e. scannig electron microscope) af gerðinni LEO Supra 25, sem er í eigu Nýsköpunarmiðstöðvar Íslands. Auk þess sem hægt er að fá stækkaða mynd af því sem rannsaka á hverju sinni er hægt að efnagreina örlítinn punkt á yfirborði hlutarins og fá út litmynd þar sem hvert efni hefur sinn ákveðna lit. Rafeindasmásjáin hefur sýnt fram á 1,5 nm við 20 kV og er stækkunin þá orðin 1-2 milljón föld. Sýnin sem rannsökuð eru í rafeindasmásjánni þurfa að vera á föstu formi, þurr og rafleiðandi, en þau sýni sem ekki eru rafleiðandi eru venjulega húðuð með öðrum rafleiðandi efnum eins og með kolefni eða gulli. Fyrir sýni sem eru útbúin þannig að þau séu þétt og með vel slípað yfirborð, er hægt að framkvæma magnbundnar mælingar á, eins og frumefnamælingar með allt að 0,1% nákvæmi. Léttasta frumefnið sem mælitækið getur greint er kolefni og ber að hafa það í huga að vetni er ekki greinilegt í mælitækinu, sérstaklega þegar lífræn efni eru rannsökuð.

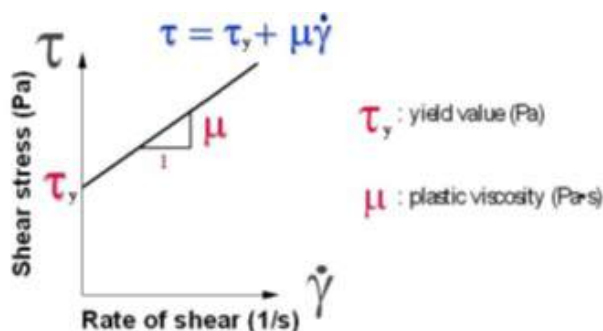


Mynd 3: Rafeindasmásjá Nýsköpunarmiðstöðvar Íslands.

2.4 Seigjumælar

Almennt mæla seigjumælar flotskerspennu (e. yield value) og plastískan seigjustuðul (e. plastic viscosity). Á mynd 4 eru þessi tvö hugtök skýrð á einfaldan hátt. Flotskerspenna er skerstyrkur steypunnar, eða efjunnar sem verið er að rannsaka, við byrjun hreyfingar

en plastíski seigjustuðullinn segir til um þá orkuaukningu eða spennu sem þarf til að auka skerhraða efnisins.



Mynd 4: Útskýring á seigjustuðli og skerspennu og samhengi þeirra.

Tvær gerðir af seigjumælum voru notaðir við seigjumælingar í þessu verkefni eða nánar tiltekið; ConTec Viscometer 6 og ConTec Rheomixer. Í eftirfarandi undirköflum verður gerð örstutt grein fyrir hvoru mælitæki fyrir sig. Hafa ber í huga að mælitækin skila mæliniðurstöðum með mismunandi mæligildi þar sem ConTec Viscometer mælir mótstöðu í því efni sem verið er að rannsaka, með nákvæmum kraftnema (e. load cell) en ConTec Rheomixer byggir á einfaldari tækni.

2.4.1 ConTec Viscometer 6

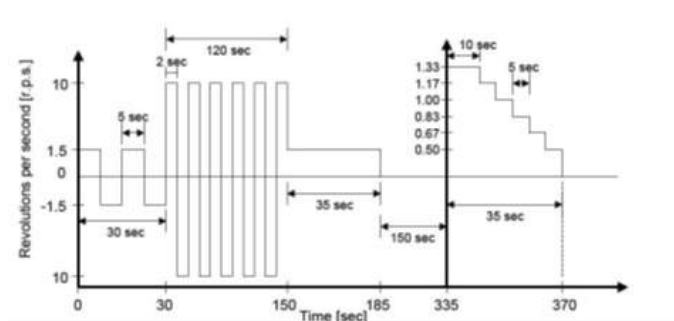
ConTec Viscometer 6 var hannaður af Dr. Ólafi H. Wallevik. Mælirinn er í dag framleiddur á Íslandi í nokkrum mismunandi útgáfum og er seldur út um allan heim. ConTec Viscometer 6 er minnstur af Viscometer seríunni og er eingöngu ætlaður til að mæla múrblöndur og sementsefju. Mæliögmál tækisins gengur út á kerfi sem nefnt hefur verið samása sívalningskerfi (e. coaxial cylinder measuring system). Slíkir seigjumælar byggja á tveimur samása sívalningum. Ytri sívalningurinn er fylltur af steypublöndu og snýst á hraða sem breytt er upp og niður í ákveðnum skrefum á meðan að kraftvægið á innri sívalningnum er mælt með kraftnema (e. load cell). Með því að skoða graf af kraftvægi sem fall af snúningshraða er hægt að reikna út flotskerspennu, τ_0 [Pa] og plastískan seigjustuðul, μ [Pa*s] út frá svo kallaðri Reiner-Riwlin jöfnu:

$$T = \frac{4\pi h \tau_0}{\left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_o^2}\right)} \ln\left(\frac{R_o}{R_i}\right) + \frac{\mu 8\pi^2 h}{\left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_o^2}\right)} N \equiv \hat{G} + \hat{H}N \quad (1)$$

2.4.2 ConTec Rheomixer

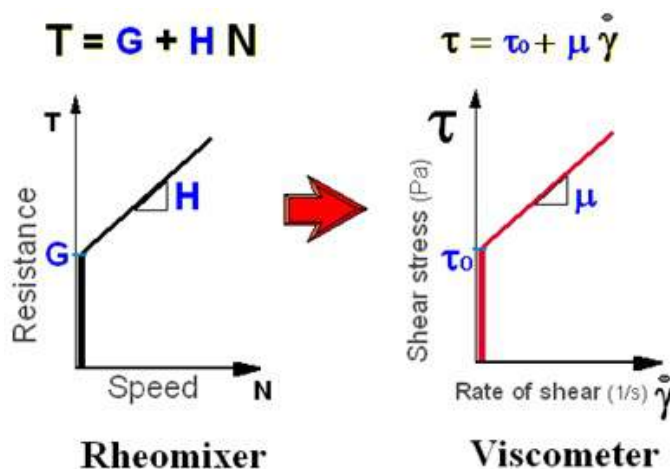
Rheomixer hrærir steypublöndu og mælir seigju hennar í einu og sama ferlinu. Einn af kostunum við slíkt er að þá er ekki þörf á að flytja steypublönduna á milli íláta eins og gera þarf þegar ConTec Viscometer er notaður. Blöndunar- og mæliferlið er eftirfarandi: Steypublöndan er blönduð og hrærð í Rheomixer í 185 sekúndur. Síðan á sér stað 150 sekúndna hvíld og þar á eftir seigjumæling. Mælivispan (e. impeller) í Rheomixer bæði hrærir (þ.e. blandar) og mælir kraftvægið. Kraftvægið er hinsvegar ekki mælt á meðan sjálf blöndunin á sér stað (þ.e. fyrstu 185 sekúndurnar). Mynd 5 sýnir snúningshraða mælivispu sem fall af tíma. Hrærsluferlið einkennist af tvískiptum snúningi, þ.e. réttisæl

og rangsælis. Sjálft blöndunarferlið nær frá $t = 0$ 185 s, hvíldarferlið frá $t = 185$ -335 s og mæliferlið frá $t =$ frá 335-370 s.



Mynd 5: Blöndunar- og mæliferli í ConTec Rheomixer.

Hafa ber í huga að ConTec Rheomixer mælir svo kallaða G-skerspennu [A] og H-seigju [A*s] í Ampere einingum, í stað Pascal eininganna sem ConTec Viscometer mælitækið mælir (þ.e. flotskersspennu [Pa] og seigjustuðl [Pa*s]) í SI einingum. Því er ekki einfalt að bera niðurstöður frá þessum tveimur mælitækjum saman. Verið er að vinna að nákvæmri leið til að umbreyta G og H gildin yfir í SI einingargildi (sjá mynd 6) á steinsteypudeild Nýsköpunarmiðstöðvar Íslands, með notkun á Reiner - Riwling jöfnunni (jafna 1 hér að ofan). Eins og er, er því aðeins empíriskt hægt að áætla gildi út frá stöðluðum mælingum með báðum tækjum.



Mynd 6: Munurinn á mældum gildum í ConTec Rheomixer og ConTec Viscometer 6.

2.5 Þrýsti- og beygjutogþolsmælingar

Fyrir mælingar á þrýsti- og beygjutogþoli blandanna voru steyptir 40x40x160 mm strendingar. Staðlaðar aðferðir gera ráð fyrir mælingum á þrem slíkum strendingum fyrir hverja blöndugerð og fást þá sex mælingar á þrýstiþoli og jafnframt þrjár mælingar á beygjutogþoli. Skýringin á því er sú að hver strendingur er brotinn í tvo hluta við mælingu á beygjutogþoli og svo eru báðir hlutarnir notaðir til að mæla þrýstiþol. Brotþolstækið sem notað var í mælingarnar er Tinius Olsen vökvapressa (módel: 602) og er í eigu ICI Rheocenter á Nýsköpunarmiðstöð Íslands. Samkvæmt stöðlum skal múr- eða sementsefjublanda geymd í mótunum í sólarhring áður en hún er afformuð en þá er 1 dags styrkur

strendinganna prófaður. Þeir strendingar sem brjóta átti eftir 2, 4, 7 eða 28 daga var komið fyrir í rakaklefa við 20°C og voru 50% rakastig og voru geymdir þar til þeir voru brotnir.

Brotþolsmælingarnar voru þannig framkvæmdar að fyrst var strendingur brotinn með miðjuálagi (álagshraði 20 kg/s) til að kanna beygjutogþol. Við þetta brotnaði strendingurinn í tvennt, en brotin tvö voru þar næst lögð í þrýstibrot (álagshraði 220 kg/s).



Mynd 7: Tinius Olsen brotþolspressan sem notuð var í verkefni.

3 Framkvæmdaferli

Á síðasta verkefnisári verkefnisins komu upp ýmis vandamál varðandi samloðun sýna við mót (sjá áfangaskýrslu 2012-2013) [4]. Eins kom í ljós að lengri hörðunartími skilaði hærri brotstyrk og var því lagt upp með það að kanna hvað væri að valda því, ásamt því að finna lausn á samloðun sýna við mót. Í kafla 5 er farið yfir nokkrar örrannsóknir sem gerðar voru til að meta heppilegustu hörðunaraðstæður sementslausu steinlímsbandanna. Í ljós kom, fyrir þau sýni sem þurftu hitameðhöndlun, að best var að láta sýnin harðna í mótum í 4 klst við 80°C, afmóta og láta sýnin svo standa ber í 80°C í 20 klst til viðbótar. Með því að afmóta sýnin svona snemma í ferlinu var hægt að skerða heildarofntíma um heilan sólarhring en samt ná brotstyrk sem var nálægt þeim styrk sem náðist á síðasta verkefnisári, með því að hafa sýnin í ofni í 48 klst.

Ástæðan fyrir því að sýnin voru höfð 24 klst í ofni í stað 48 klst var eingöngu vegna plássleysis, en einungis einn ofn var til afnota í stað tveggja á verkefnisárinu 2012. Þó voru gerðar nokkrar tilraunir með að geyma sýnin í 48 klst í ofni til að sína fram á hversu mikla styrktaraukningu væri hægt að ná fram með því að lengja ofntíma, en eins og fram kom, náðist skammtímastyrkur á síðasta verkefnisári verkefnisins sem var jafn hár og langtímastyrkur (28 daga) ef sýni voru látin standa 4 daga í ofni við 80°C.

Brotstyrkur sýna var kannaður eftir 2 og 28 daga (í einstaka tilfellum var 7 daga styrkur einnig kannaður), en styrktarmælingar fóru fram í Tinius Olsen vökvapressu. Blöndur voru hrærðar í Hobart hrærivél samkvæmt stöðluðu blöndunarferli í um það bil 2 L skömmtum. Þar næst voru sýnin látin til helminga í seigjumælana ConTec Rheomixer annars vegar og ConTec Viscometer 6 hinsvegar til að mæla flotskersspennu og seigju blandnanna. Eftir að blöndur höfðu verið hrærðar og mældar voru þær lagðar í stöðluð stálmót fyrir brotþolsprófanir og inn í ofn og styrktarmælingar framkvæmdar eins og lýst var hér að ofan. Ferlið var því í stuttu máli eftirfarandi:

1. Hráefni vigtuð.
2. Þurrefnum blandað saman í Hobart hrærivél.
3. Blautefnum hrært saman í 30-60 sek og bætt út í blöndu. Efnunum hrært saman í Hobart hrærivél (0-3,5 mín).
4. Hrært í ConTec Rheomixer og ConTec ViscoMeter 6. Mælingar teknar á 6, 10, 28 og 32 mín.
5. Sýni sett í mót og inn í ofn í 24-48 klst.
6. Strengingar styrktarprófaðir eftir 2, 7 og 28 daga



4 Efni

Hér fyrir neðan má sjá útlistuð þau efni sem notuð voru við framkvæmd þessarar rannsóknar.

- Eyjafjallajökulsgosaska (þurrkuð og mulin á staðnum).
- Óhreinsaður kísilgúr frá Mývatni (tekinn af fjórum mismunandi svæðum, þurrkaður og mulinn fyrir notkun).
- Unninn og hreinsaður kísilgúr frá gömlu Kísiliðjunni hf. (innsiglaðir pokar).
- 16 M NaOH lausn (blönduð á staðnum), NaOH perlur fengnar frá Sigma-Aldrich.
- Sodium Silicate (styrkur 33-40%) frá Sigma-Aldrich.
- Staðlaður EN-196-1 sandur frá Þýskalandi (1350 ± 5 g pokar).
- Kísilútfellingar frá Svartengissvæðinu (fengið frá HS Orku hf.).
- Íslenskt kísilryk frá Elkem Ísland ehf.
- Áloxíð keypt hreint frá Sigma-Aldrich og fengið frá Norðuráli ehf.
- Aalborg Portland Rapid sement frá Aalborg Portland Íslandi ehf.

Í næstu undirköflum verður farið yfir meðhöndlun á hráefnum í rannsókninni og verða einnig niðurstöður úr nokkrum efnisrannsóknum verkefnisins birtar.

4.1 16M NaOH

Notast var við 16 M NaOH lausn sem blönduð var á staðnum. 640 g af 99,99% NaOH perlum voru leystar upp í vatni til að búa til 1 L af lausn. Lausnin var í öllum tilfellum látin standa í að minnsta kosti sólarhring fyrir notkun. Magn NaOH perlna í 1 L lausn, var ákvarðað út frá:

$$16M = \frac{(X \text{ g}) / (39,98 \text{ g/mól})}{1L} \Rightarrow X = 16 \frac{\text{mól}}{L} \cdot 39,98 \frac{\text{g}}{\text{mól}} \cdot 1L = 640\text{g}$$

4.2 Eyjafjallajökulsgosaska

Notast var við sömu eldfjallaösku og á síðasta verkefnisári verkefnisins og var því sömu aðferðum beitt og áður. Askan var örlítið rök þegar hún var tekin fram, svo ákveðið var að þurrka hana við 100°C í tvo sólarhringa. Askan var mulin í $\sim 4,0$ kg skömmtum í 3 klst við jafnt hitastig ($30\text{--}36^{\circ}\text{C}$).

Tafla 1 sýnir niðurstöður frumefnagreiningar sem gerð var á þurrkuðu, muldu öskusýni. Frekari samantekt á efnagreiningu er gerð í kafla 4.6.

Tafla 1: Frumefnagreining eldfjallaösku.

Frufefni:	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Fe
Þyngdar %:	47,40	5,33	1,13	8,94	24,31	1,74	3,58	0,82	6,78



Mynd 8: Blaut, ómulin eldfjallaaska til vinstri og þurrkuð mulin aska til hægri.

4.3 Kísilgúr úr Mývatni

Kísilgúr var sóttur af fjórum mismunandi svæðum úr safnspróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf. (sjá mynd 9), auk þess sem hreinsaður og unninn kísilgúr í innsigliðum pokum frá Kísiliðjunni hf. var fenginn til samanburðarrannsókna. Gróflega hefur verið áætlað að rúmlega 10 þúsund tonn af óhreinsaða kísilgúrnum liggi ónýtt í safnspróarlóninu og eru þar alveg vannýtt. Ekki náðist að hreinsa þetta mikla magn af óhreinsaða kísilgúrnum áður en Kísiliðjunni var lokað á árinu 2004. Svæðin fjögur sem um ræðir verða hér eftir nefnd svæði 1-2, svæði 3, svæði 4-5 og svæði 6-8, en hreinsaði kísilgúrinn frá Kísiliðjunni er táknaður "K" í heitum á blöndum (t.d. 0627K5% fyrir blöndu gerðar 27. júní 2013 með 5% þyngdarhlutfalli af kísilgúr). Þurrefnisinnihald var mælt í sýnum teknum frá svæðunum fjórum og sjást niðurstöður þeirra mælinga í töflu 2. Kísilgúrinn var vigtaður rakur og svo aftur eftir að hafa legið í ofni við 100°C yfir nótt (í u.þ.b. 18 klukkutíma). Til þess að vera fullviss um að sýnið væri orðið þurr var það látið standa í klukkustund til viðbótar og svo vigtað aftur. Ekki var talið nauðsynlegt að þurrka innihald pokanna sem komu frá Kísiliðjunni hf. Ákveðið var að mylja kísilgúrinn og þótti 0,8 – 1 kg skammtur af kísilgúr ásamt ~22 kg af stálkúlum með 15 mínútna mulningstíma gefa nægilega fínt efni. Mynd 13 sýnir mulinn kísilgúr.

Tafla 2: Þurrefnisinnihald - Óhreinsuð kísilgurssýni

Dags: 2013-06-19

Svæði	Bakki + miði	Blautt	Purrt 1	Purrt 2	Purrt m	Þurrefnisinnihald
1-2	9,30	143,22	43,30	43,49	43,40	25,46%
3	9,37	118,37	36,87	37,05	36,96	25,31%
4-5	9,37	186,98	53,54	53,81	53,68	24,95%
6-8	9,39	116,06	35,58	35,73	35,66	24,62%
<i>Meðaltal:</i>						25,08%

Smá munur var á óhreinsaða kísilgúrnum eftir svæðum og fólst sá munur aðallega í því að meira af lífrænni leif og óhreininndum var að finna í kísilgúrnum sem tekinn var af svæðum 3 og 4-5, þar að auki var óhreinsaði kísilgúrinn frá þessum svæðum aðeins rauðlitaðri. Við sjónrænt mat þótti óhreinsaður kísilgúr frá svæðum 6-8 einnig vera blautari, en óhreinsaður kísilgúr frá svæðum 1-2 og 6-8, var mun ljósari heldur en óhreinsaði kísilgúrinn frá svæðum 3 og 4-5. Þessi munur sést greinilega á mynd 10.



Mynd 9: Sýnataka á óhreinsuðum kísilgúr úr safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf.

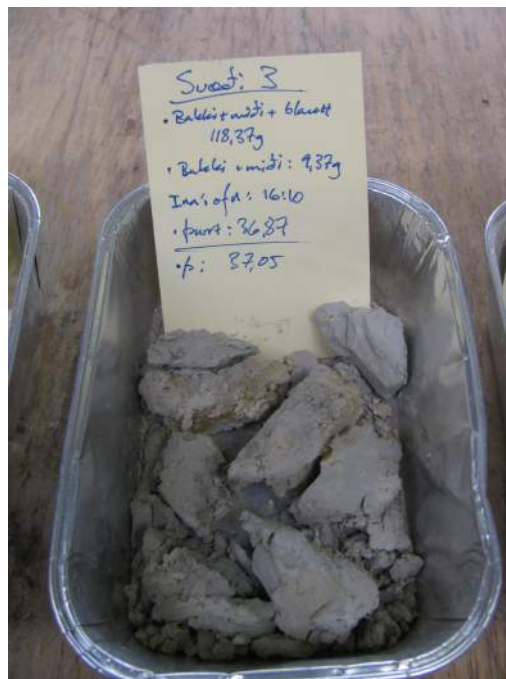


Mynd 10: Samanburður á óhreinsuðum kísilgúr frá svæðum 3 (vinstri) og 6-8 (hægri).

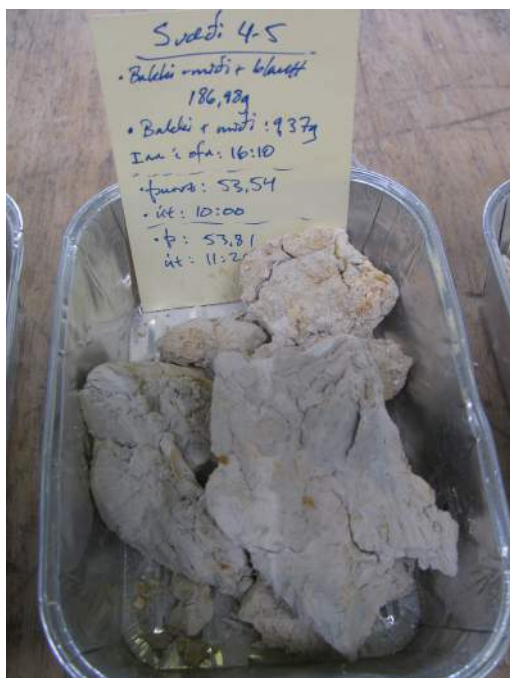
Á myndum 11 og 12 má sjá þurrkaðan óhreinsaðan kísilgúr. Á myndunum má sjá að þurrkaði kísilgurinn er nokkuð ljósari heldur en fyrir þurrkun. Niðurstöður úr þurrefnismælingum, sem birtar eru í töflu 2, gáfu til kynna einungis 25% þurrefnisinnihald.



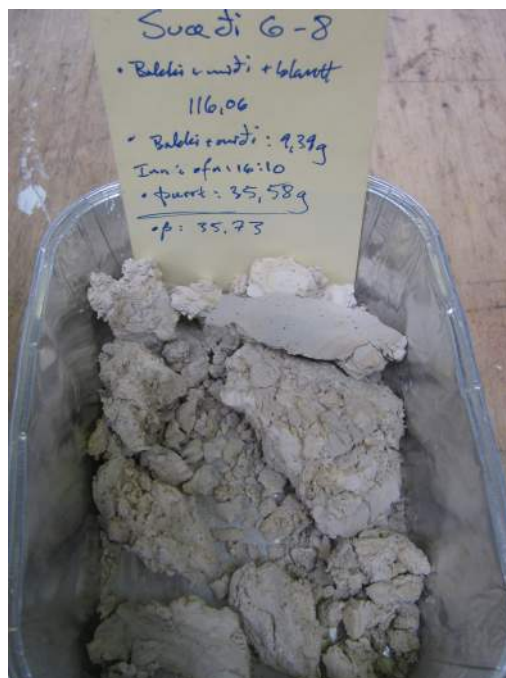
(a) Svæði 1-2.



(b) Svæði 3.



(c) Svæði 4-5.



(d) Svæði 6-8.

Mynd 11: Þurr kísilgúrsýni af svæðum 1-2, 3, 4-5 og 6-8.



(a) Svæði 1-2.



(b) Svæði 3.



(c) Svæði 4-5.



(d) Svæði 6-8.

Mynd 12: Þurr kísilgúrsýni af svæðum 1-2, 3, 4-5 og 6-8, nærmynd.



Mynd 13: Mulinn kísilgúr af svæðum 1-2, 3, 4-5, 6-8 og hreinsaður og unninn kísilgúr frá Kísildiðjunni hf.

4.4 Eðlisþyngdir

Eðlisþyngdir Eyjafjallajökulsgosösku, kísilgúrs og kísilútfellinga frá Svartengissvæðinu (BL), voru reiknaðar með jöfnunni:

$$\rho = \frac{z \cdot \rho_{\text{steinolía}}}{(x + z) - y} \quad (2)$$

þar sem;

$\rho_{\text{steinolía}} = 0,792$ (skv. viðmiðunarskýrslu).¹

$x =$ Þyngd flösku + Þyngd steinolú + Þyngd glerplötu.

$y =$ Þyngd flösku + Þyngd steinolú + Þyngd glerplötu + Þyngd efnis.

$z =$ Þyngd efnis.

Við mælingar á eðlisþyngd kísilgúrs var notast við 100 mL af steinolú og 5 g af kísilgúr.² Niðurstöður eðlisþyngdarmælinganna eru birtar í töflu 3.

Tafla 3: Niðurstöður mælinga og útreikninga með jöfnu 2 á eðlisþyngdum efna. BL stendur fyrir kísilútfellingar frá Svartengissvæðinu og S1–2 stendur fyrir svæði 1–2 og svo framvegis.

	Aska	BL	S1–2	S3	S4–5	S6–8	Kísiliðjan
Mælifl. [g]	174,2	174,9	108,5	108,5	108,9	108,5	108,3
x [g]	625,3	625,0	185,8	185,8	185,6	185,7	185,7
y [g]	693,5	675,8	188,4	187,8	187,4	188,3	188,4
z [g]	100,0	100,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
ρ [g/mL]	2,49	1,61	1,65	1,32	1,65	1,77	2,08

4.5 Húmuspróf

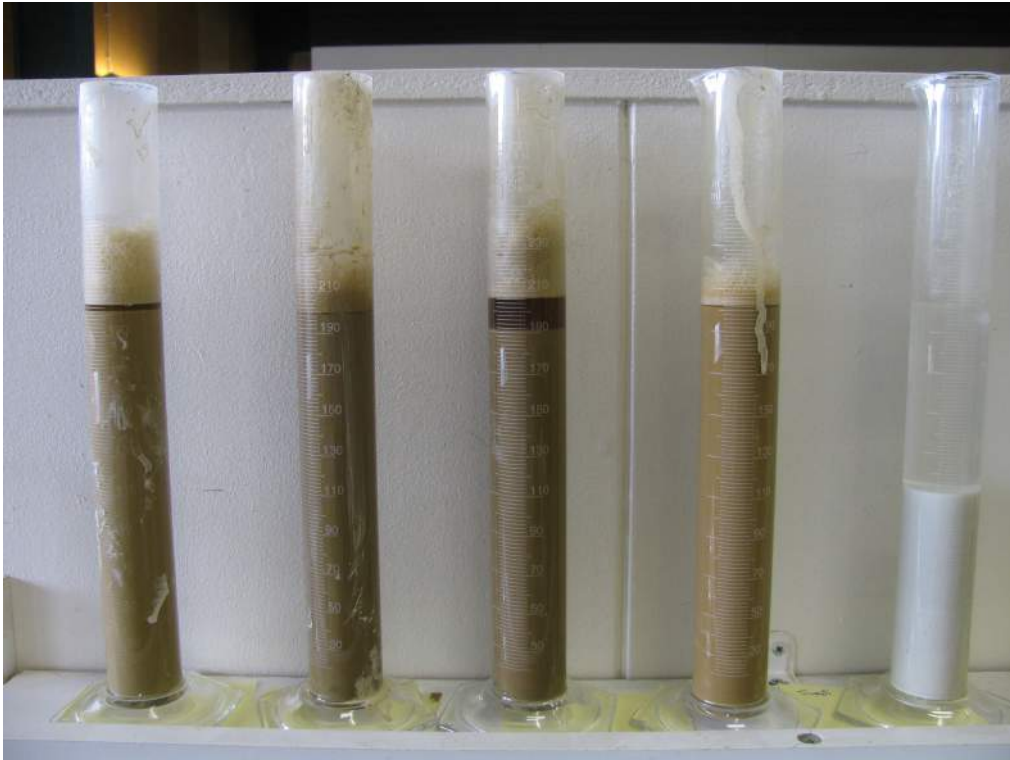
Ákveðið var að framkvæma húmuspróf á kísilgúrnum til að meta magn af lífrænni leif í efninu. Fyrirfram var vitað að hreinsaði kísilgúrin ætti ekki að innihalda lífræna leif og reyndist það rétt. Prófið var framkvæmt þannig að 130 mL af efni var sett í 250 mL mæliglas sem var síðan fyllt upp að 200 mL markinu af 3% lausn af NaOH. Kísilgúrnum og lausninni var blandað vel saman og látið standa í 24 klst. Niðurstöður úr prófinu má sjá á mynd 15 en samkvæmt ÍSL 10 og ASTM D1544 flokkast lífræn leif í kísilgúr af svæðum 1–2, 3, 4–5 og 6–8 í flokk 3–4, þ.e. óæskilegt magn af lífrænni leif. Hreinsaður og unninn kísilgúr frá gömlu Kísiliðjunni hf. flokkast í flokk 1, þ.e. engin lífræn leif, eins og við var að búast.



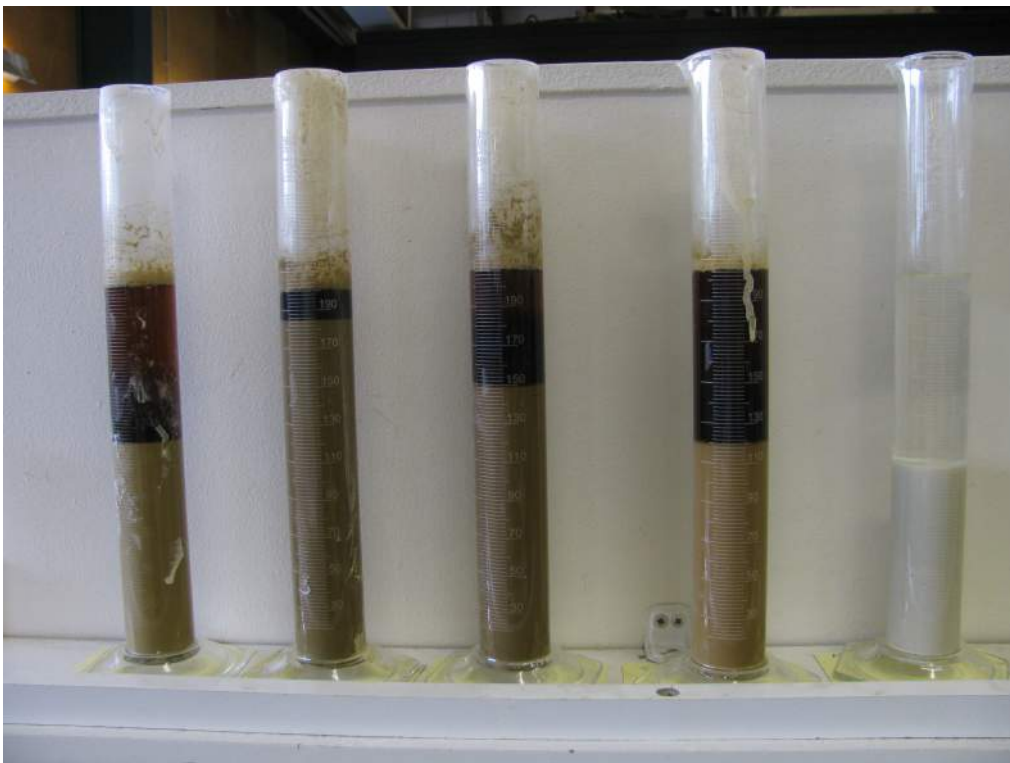
Mynd 14: Litaskali fyrir húmuspróf samkvæmt ASTM D1544.

¹Steinolía er fyrir valinu í þessum mælingum í staðin fyrir vatn, þar sem að steinolían er eðlisléttari en vatnið sem kemur í veg fyrir að það efni sem á að mæla fljóti á yfirborðinu. Önnur ástæða er að ef vatn væri notað við þessa mælingu til að mæla sem dæmi eðlisþyngd sements myndi það hvarfast við sementið sem steinolía myndi ekki gera og því óhætt að segja að steinolían sé nokkuð hlutlaus í mælingum á eðlisþyngd ofangreindra efna.

²Einnig voru gerðar mælingar með samskonar stærðum og fyrir ösku og BL (sbr. töflu 3), en þar sem að þær mælingar skiluðu nákvæmlega sömu niðurstöðum og mælingar með mun minna magni af efni, var ákveðið að framkvæma áframhaldandi mælingar með minna magni af steinolú og kísilgúr til að spara hráefni.

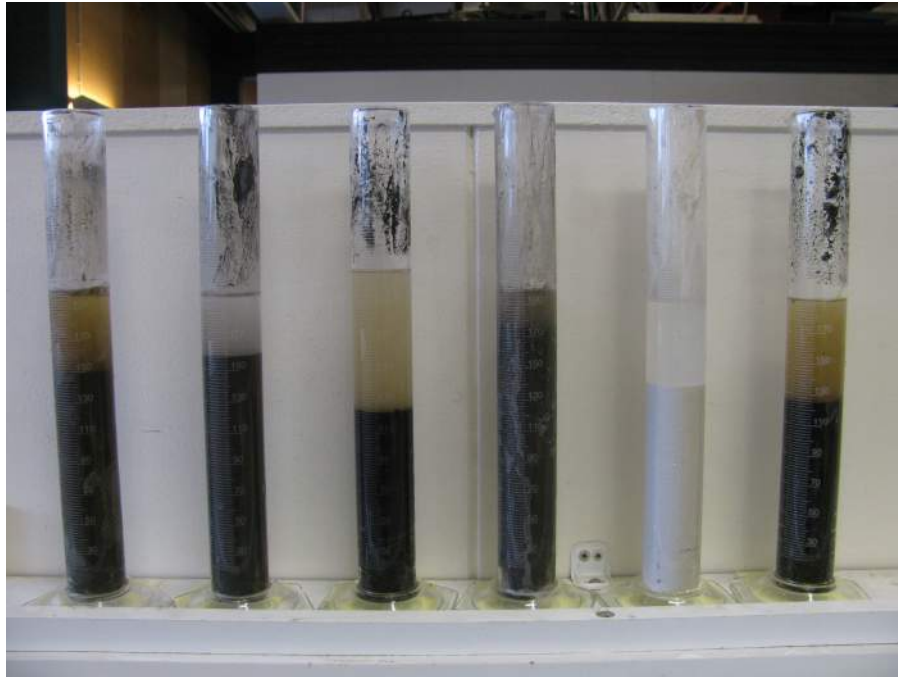


(a) Húmuspróf: T = 0 klst.

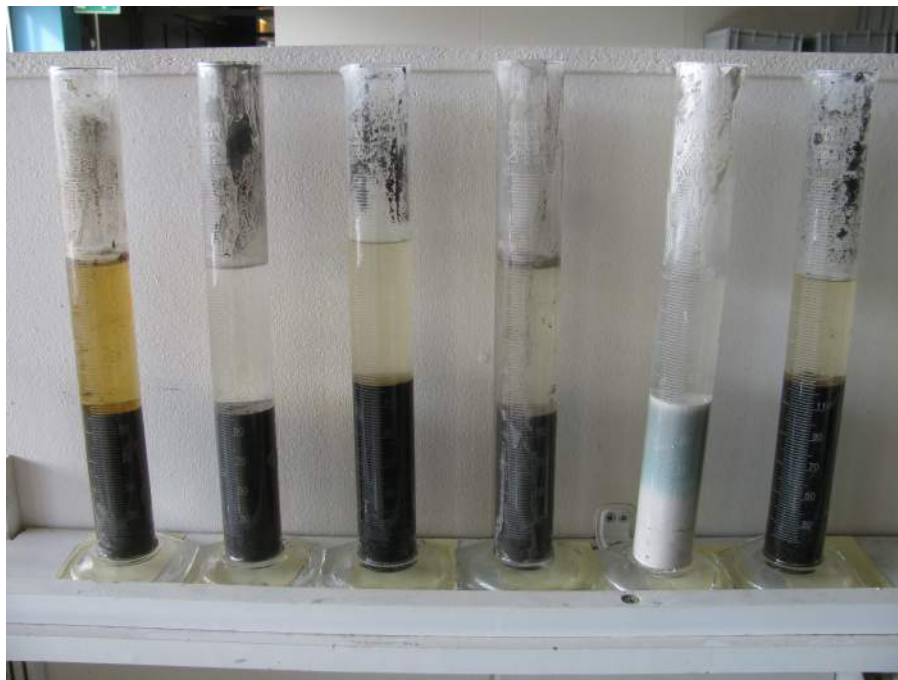


(b) Húmuspróf: T = 24 klst.

Mynd 15: Lífræn leif mæld í kísilgúr. Mæliglösin innihalda kísilgúr af öllum svæðum, þ.e. af svæðum 1–2, 3, 4–5, 6–8 (frá vinstri til hægri) og hreinsaðan kísilgúr frá gömlu Kísiliðjunni hf. Efri myndin sýnir ástand sýnanna í mæliglösunum strax eftir blöndun og neðri myndin sýnir ástand sýnanna eftir sólarhring.



(a) Húmuspróf: T = 0 klst.



(b) Húmuspróf: T = 24 klst.

Mynd 16: Lífræn leif mæld fyrir eldfjallaösku, slagg og árburð frá Svaðbælisá. Mæliglösinn innihalda (frá vinstri til hægri) ljósa og dökka eldfjallaösku (mynd ??), dökka eldfjallaösku, mulin og ómulin (tekin af öðru svæði), slagg og loks árburð frá Svaðbælisá í tengslum við annað verkefni. Efri myndin sýnir ástand sýnanna í mæliglösunum strax eftir blöndun og neðri myndin sýnir ástand sýnanna eftir sólarhring.

Einnig var framkvæmt húmuspróf á Eyjafjallajökulsgosöskunni. Heldur mikil lífræn leif reyndist vera í öskunni sem var brúnni og var það í samræmi við þann lægri styrk sem mældist í þeim strendingum sem innihéldu þá ösku (blanda 0809REF). Því er mælt með að hún verði ekki notuð frekar í verkefninu.

4.6 Efnagreining

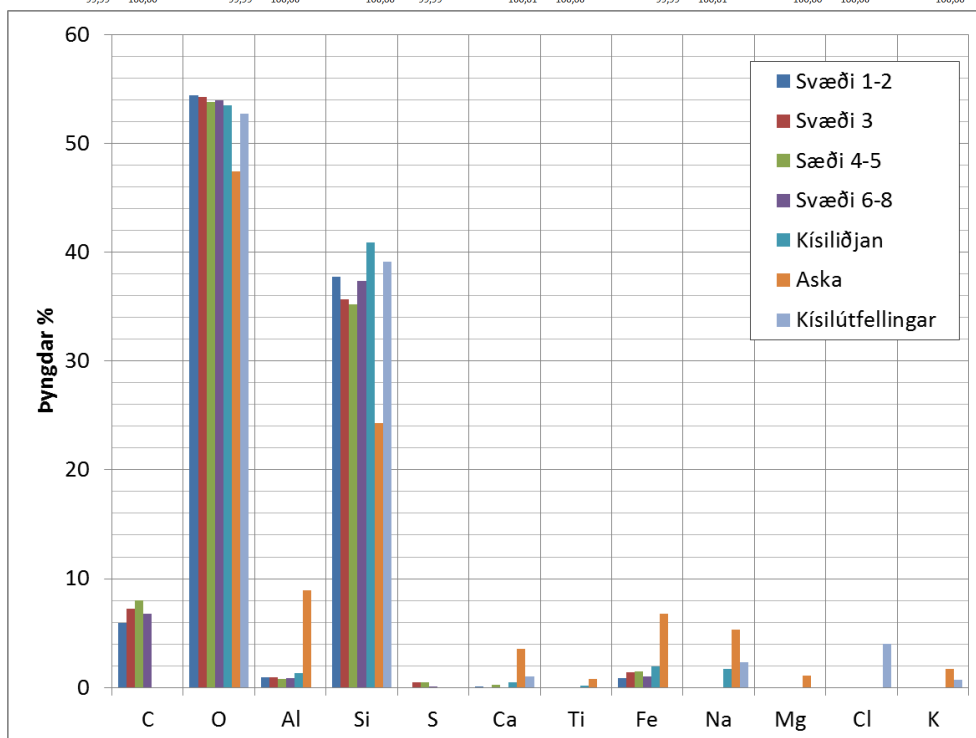
Við efnagreiningu kom í ljós að óhreinsaði kísilgúrinn sem tekinn var af fjórum mismunandi svæðum úr safnþróslóni gömlu Kísiliðjunnar hf. við Mývatn (merktur svæði 1–2, 3, 4–5 og 6–8) var mjög svipaður á milli svæða. Eins kom í ljós að lífræn leif var greinilega til staðar í óhreinsaða kísilgúrnum, en svipað magn af kolefni var að finna í sýnum frá svæðum 1–8, á meðan að enga lífræna leif var að finna í hreinsaða kísilgúrnum frá gömlu Kísiliðjunni hf. eins og við var að búast. Við efnagreiningu kom í ljós að eldfjallaaskan var ekki mjög álrík, en samkvæmt [5] gefur aukid magn af áli aukinn styrk og væri því áhugavert að kanna það nánar. Við efnagreiningu á meðhöndluðu kísilútfellingunum frá Svartengissvæðinu, kom í ljós að frumefnagreining kísilútfellinganna var ekki alveg í samræmi við þá frumefnagreiningu sem gerð var á verkefnisárinu 2012 á samskonar kísilútfellingunum frá Svartengissvæðinu. Við fyrri efnagreininguna var sýnið tekið af yfirborði kísilsins en í þetta skipti var hann tekinn af botninum á fötunni og kom þá í ljós ósamræmi í klór- og natríummagni.

Á mynd 17 og í töflu 4 má sjá samatekt á niðurstöðum frumefnagreiningarinnar. Á næstu blaðsíðum má svo sjá yfirlit af hverri frumefnagreiningu fyrir sig. Tvær mælingar voru gerðar úr hverju sýni og eru niðurstöðurnar merktar eins og sýnt er hér til hliðar.

- Sample 1: Kísilgúr af svæði 1–2
- Sample 2: Kísilgúr af svæði 3
- Sample 3: Kísilgúr af svæði 4–5
- Sample 4: Kísilgúr af svæði 6–8
- Sample 5: Unninn kísilgúr frá Kísiliðjunni hf.
- Sample 6: Eyjafjallajökulsgosaska
- Sample 7: Kísilútfellingar frá Svartengissvæði

Tafla 4: Þyngdarhlutföll frumefna í sýnum.

Sýni:	1			2			3			4			5			6			7			
	Svæði 1-2			Svæði 3			Svæði 4-5			Svæði 6-8			Kísiliðjan			Aska			Kísilútfellingar: Svartengissvæði			
Frumefni	Mæling 1	Mæling 2	Meðal	Mæling 1	Mæling 2	Meðal	Mæling 1	Mæling 2	Meðal	Mæling 1	Mæling 2	Meðal	Mæling 1	Mæling 2	Meðal	Mæling 1	Mæling 2	Meðal	Mæling 1	Mæling 2	Meðal	
C Kolefni	6,29	5,63	5,96	6,93	7,59	7,26	8,35	7,71	8,03	7,20	6,31	6,76	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
O Sírefni	53,28	55,49	54,39	54,70	53,86	54,28	53,46	54,13	53,80	54,39	53,49	53,94	53,35	53,69	53,52	47,56	47,24	47,40	52,64	52,86	52,75	
Al Ál	0,97	0,97	0,97	0,92	0,94	0,93	0,82	0,79	0,81	0,92	0,81	0,87	1,16	1,41	1,29	8,67	9,21	8,94	0,00	0,00	0,00	
Si Kísill	38,18	37,25	37,72	35,59	35,68	35,64	35,27	35,10	35,19	36,49	38,20	37,35	40,64	41,11	40,88	24,33	24,28	24,31	39,19	39,02	39,11	
S	0,00	0,00	0,00	0,42	0,49	0,46	0,48	0,51	0,50	0,17	0,00	0,09	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
Ca Kalk	0,19	0,00	0,10	0,00	0,00	0,00	0,17	0,27	0,22	0,00	0,00	0,00	0,54	0,45	0,50	3,56	3,60	3,58	1,00	1,08	1,04	
Ti	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,35	0,00	0,18	0,85	0,78	0,82	0,00	0,00	0,00	
Fe Járn	1,08	0,66	0,87	1,43	1,44	1,44	1,45	1,48	1,47	0,84	1,19	1,02	2,16	1,71	1,94	6,88	6,67	6,78	0,00	0,00	0,00	
Na Natrín (Sodium)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,79	1,64	1,72	5,27	5,38	5,33	2,50	2,18	2,34	
Mg Magnésín	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,15	1,10	1,13	0,00	0,00	0,00	
Cl Klór	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	4,00	4,07	4,04	
K Kalín (potassium)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,73	1,74	1,74	0,67	0,79	0,73	
	99,99	100,00		99,99	100,00		100,00	99,99		100,01	100,00		99,99	100,01		100,00	100,00		100,00	100,00		



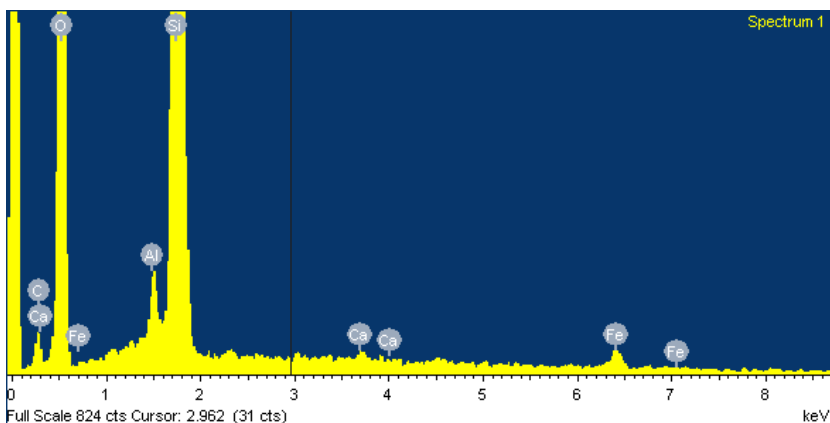
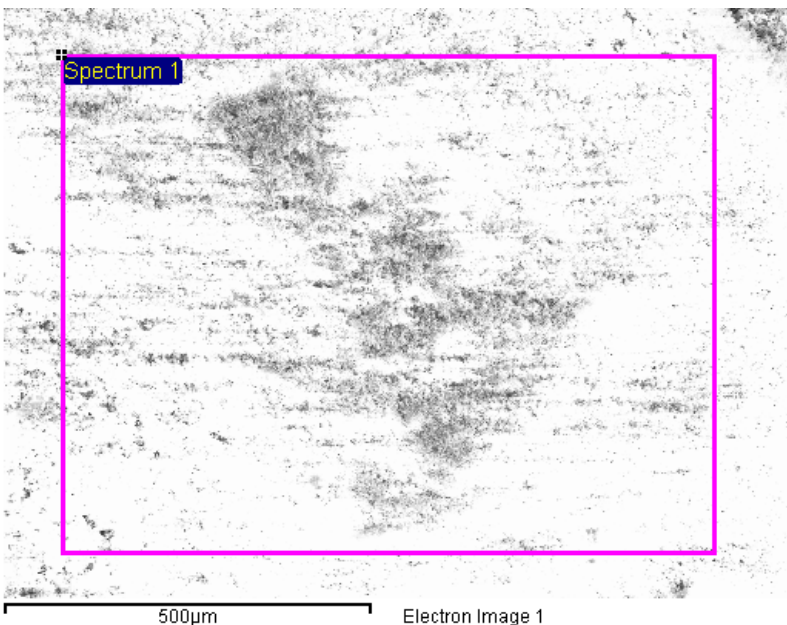
Mynd 17: Þyngdarhlutföll frumefna í sýnum.

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
Ca 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	6.29	9.93
O K	53.28	63.15
Al K	0.97	0.68
Si K	38.18	25.78
Ca K	0.19	0.09
Fe K	1.08	0.37
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 1

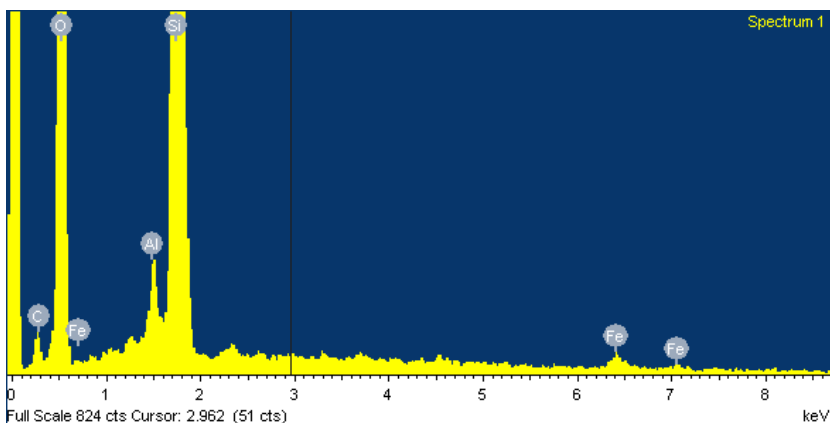
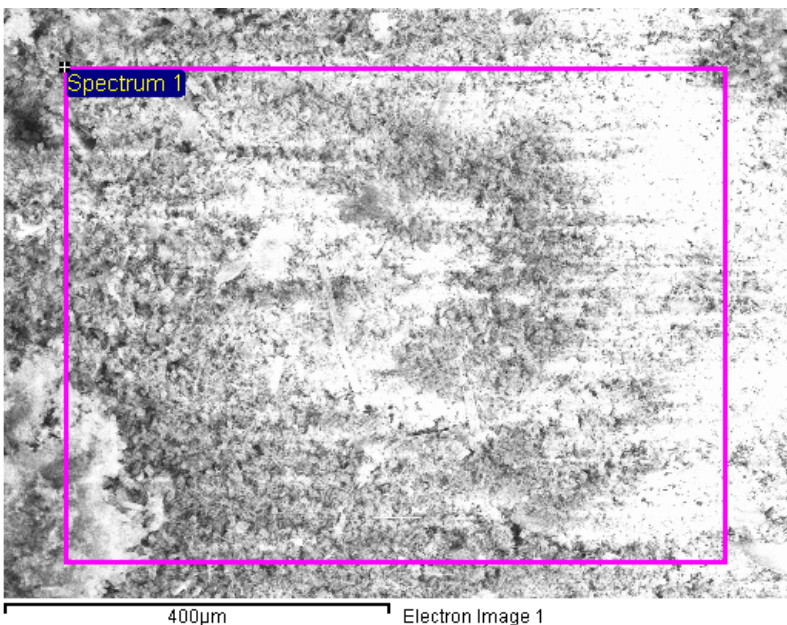
Sample: Sample 1
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	5.63	8.83
O K	55.49	65.31
Al K	0.97	0.68
Si K	37.25	24.97
Fe K	0.66	0.22
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 2

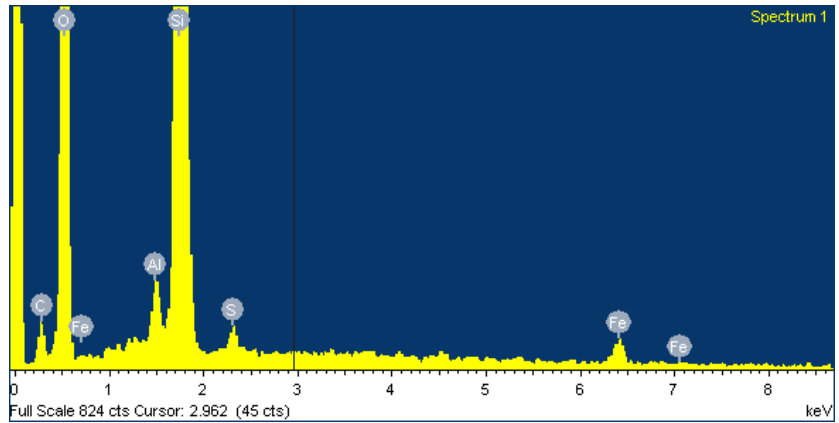
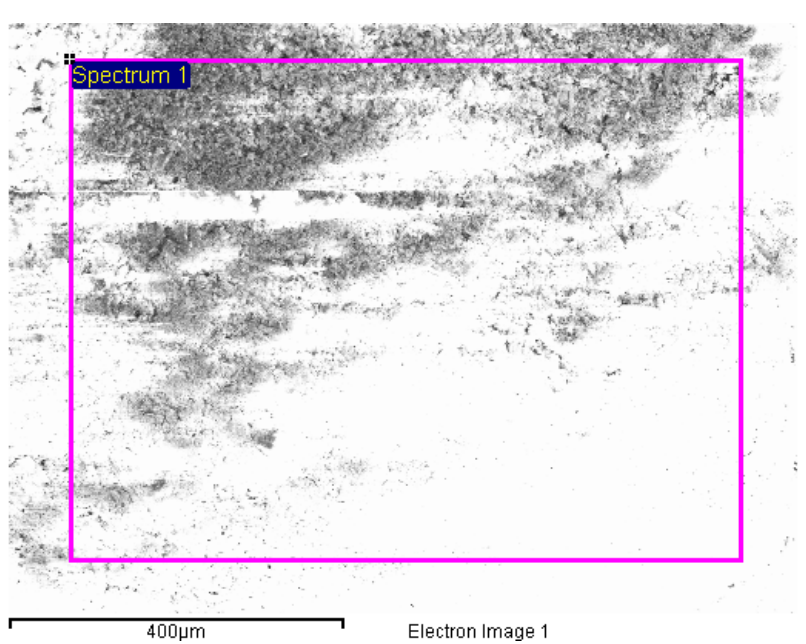
Sample: Sample 1
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
S 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	6.93	10.81
O K	54.70	64.07
Al K	0.92	0.64
Si K	35.59	23.75
S K	0.42	0.25
Fe K	1.43	0.48
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 1

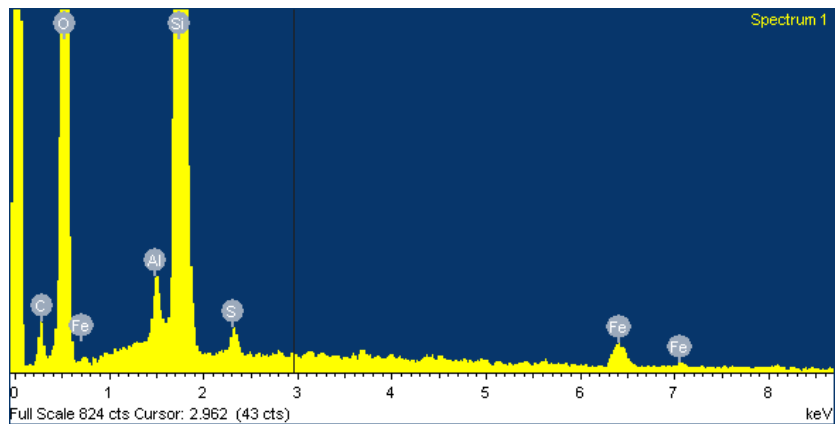
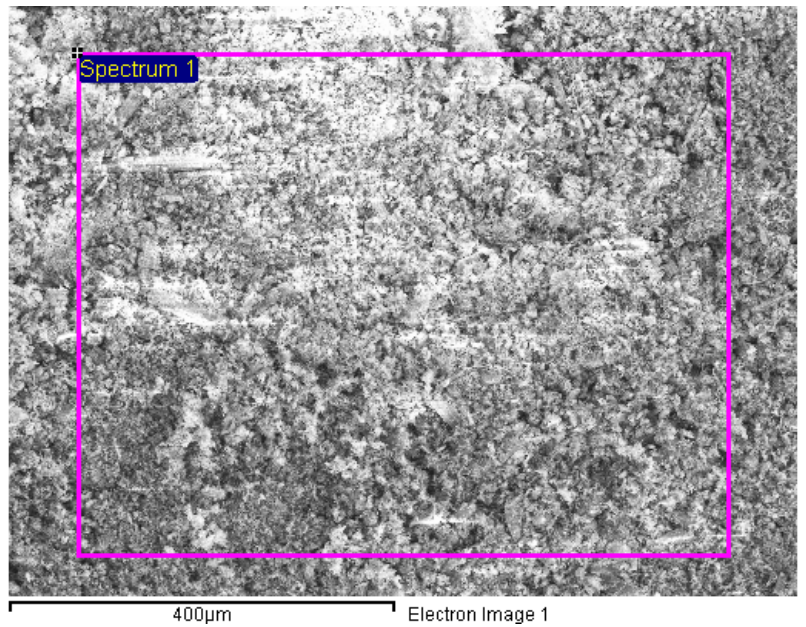
Sample: Sample 2
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
S 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	7.59	11.82
O K	53.86	62.99
Al K	0.94	0.65
Si K	35.68	23.77
S K	0.49	0.29
Fe K	1.44	0.48
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 2

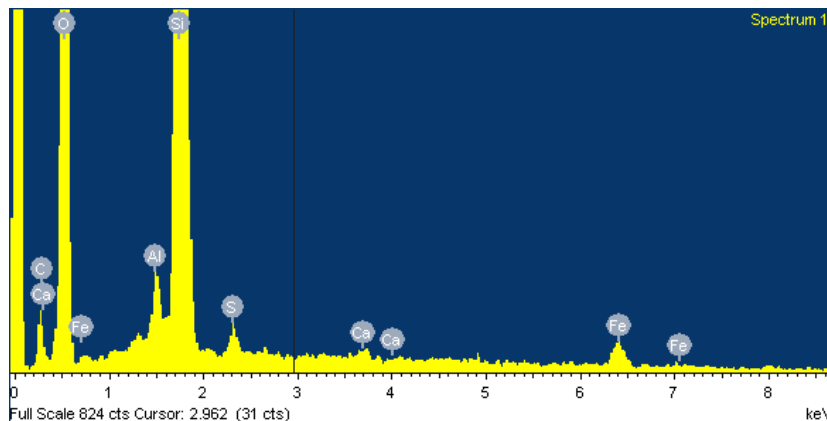
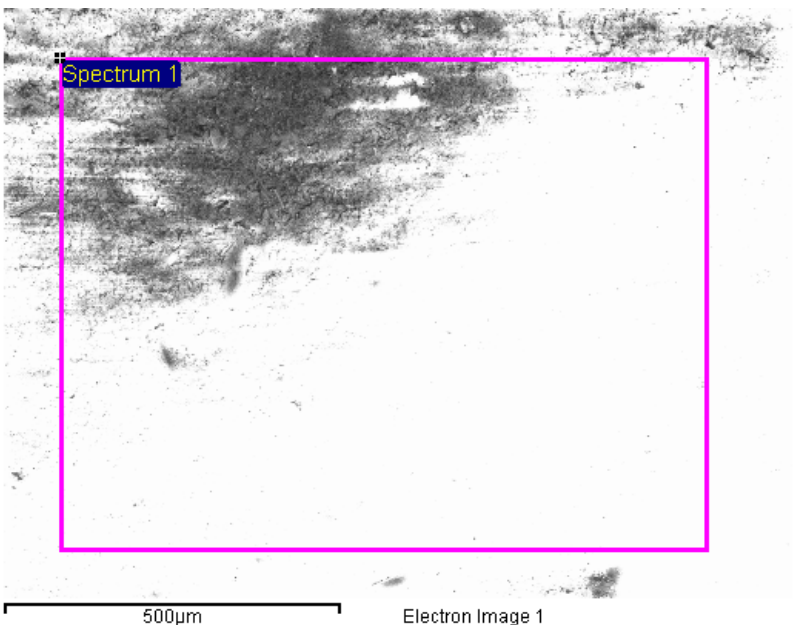
Sample: Sample 2
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
S 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Ca 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	8.35	12.95
O K	53.46	62.25
Al K	0.82	0.57
Si K	35.27	23.40
S K	0.48	0.28
Ca K	0.17	0.08
Fe K	1.45	0.48
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 1

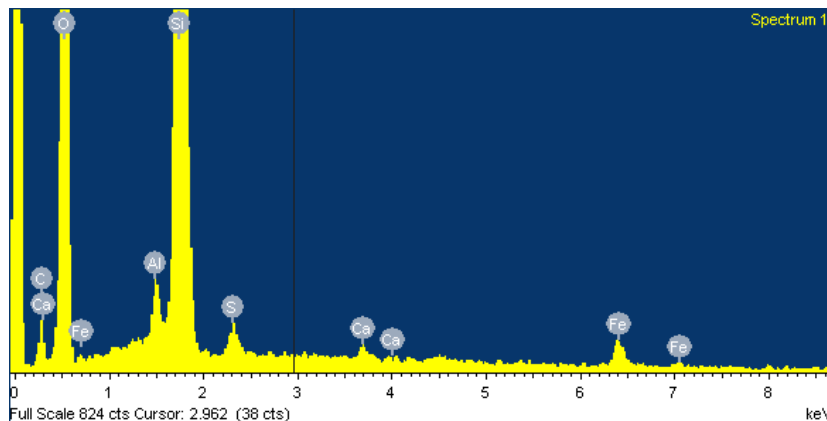
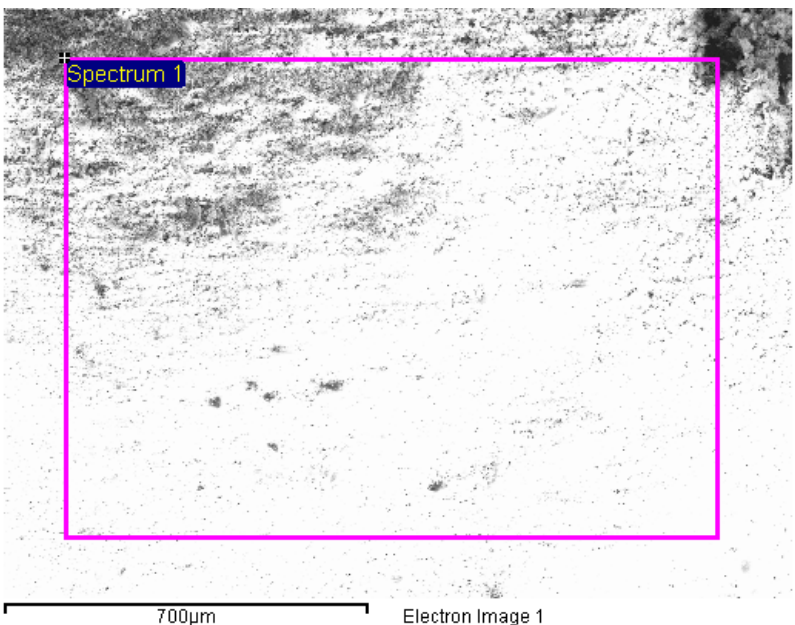
Sample: Sample 3
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
S 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Ca 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	7.71	12.00
O K	54.13	63.20
Al K	0.79	0.55
Si K	35.10	23.34
S K	0.51	0.30
Ca K	0.27	0.12
Fe K	1.48	0.50
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 2

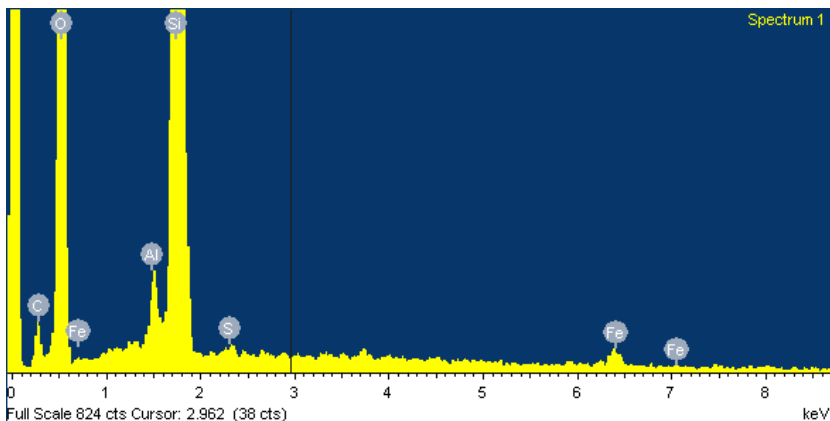
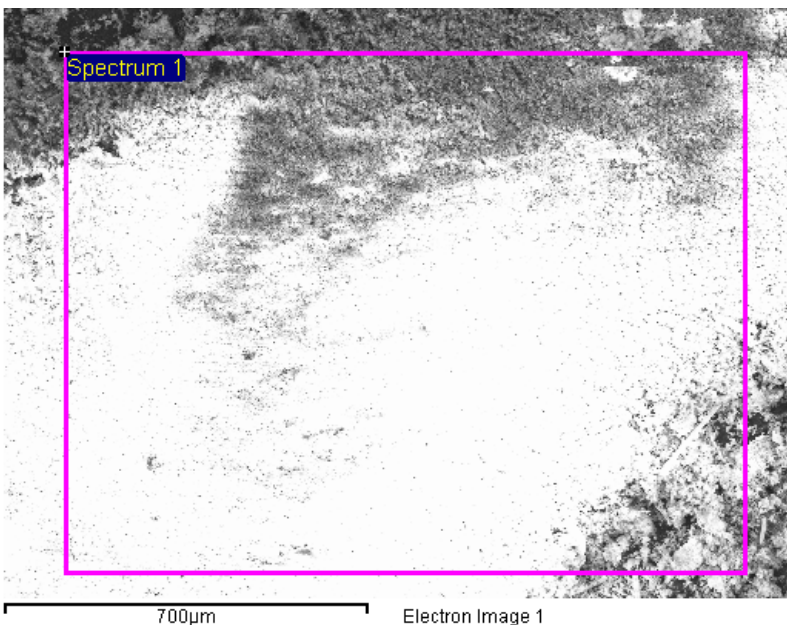
Sample: Sample 3
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
S 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	7.20	11.19
O K	54.39	63.52
Al K	0.92	0.63
Si K	36.49	24.28
S K	0.17	0.10
Fe K	0.84	0.28
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 1

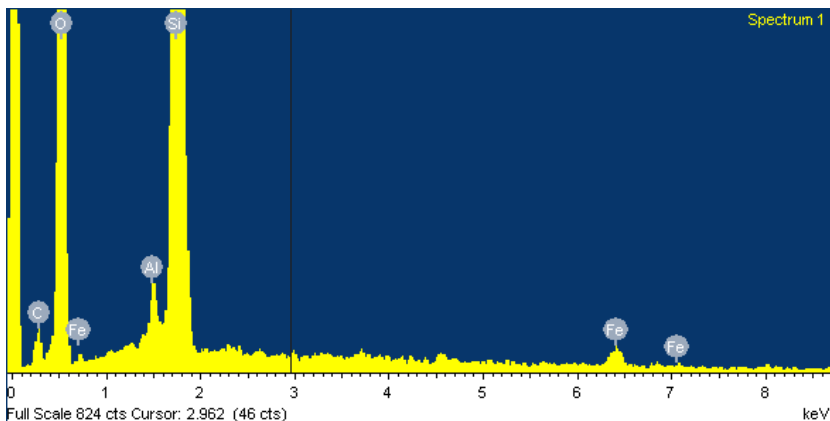
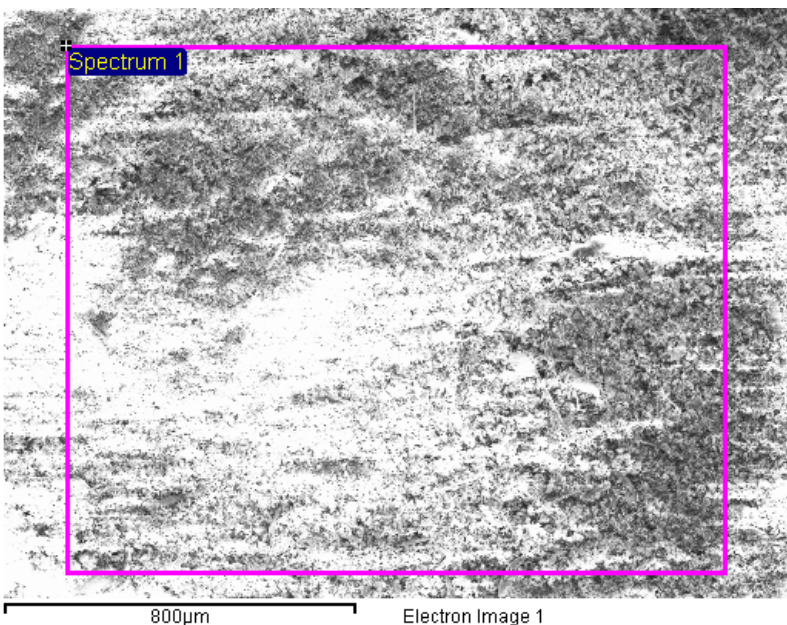
Sample: Sample 4
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
Peak possibly omitted : 4.549 keV

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 5

Standard :
C 2440 CaCO3 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	6.31	9.95
O K	53.49	63.32
Al K	0.81	0.57
Si K	38.20	25.76
Fe K	1.19	0.40
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 2

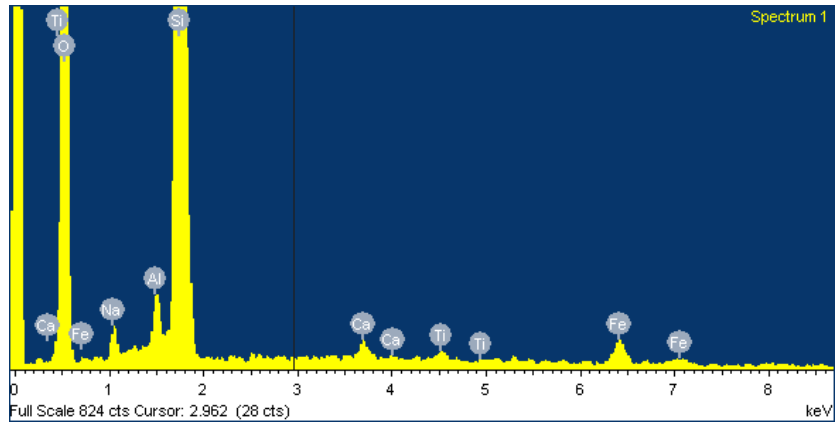
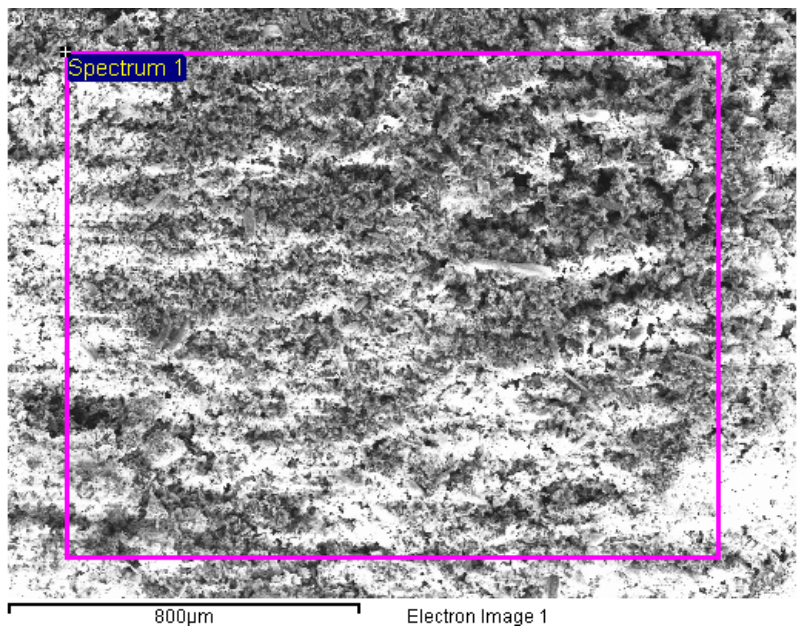
Sample: Sample 4
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 4

Standard :
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Na Kryólfít Staðall 29-Jan-2013 02:51 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
Ca 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Ti 2440 Ti 17-Jul-2012 10:59 AM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
O K	53.35	67.20
Na K	1.79	1.57
Al K	1.16	0.87
Si K	40.64	29.16
Ca K	0.54	0.27
Ti K	0.35	0.15
Fe K	2.16	0.78
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 1

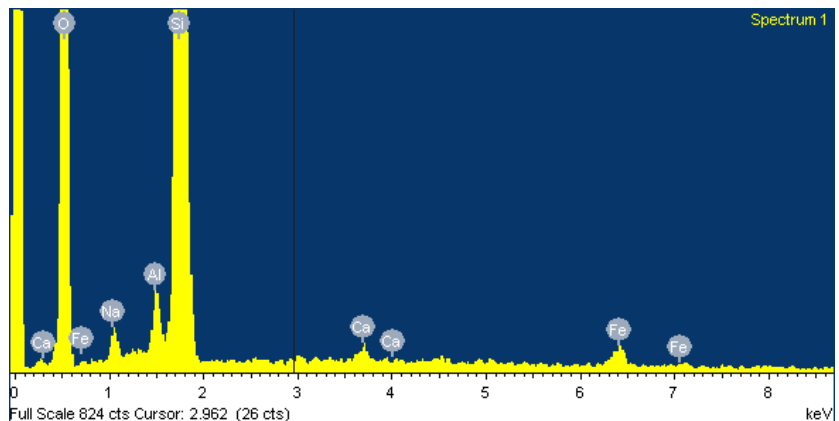
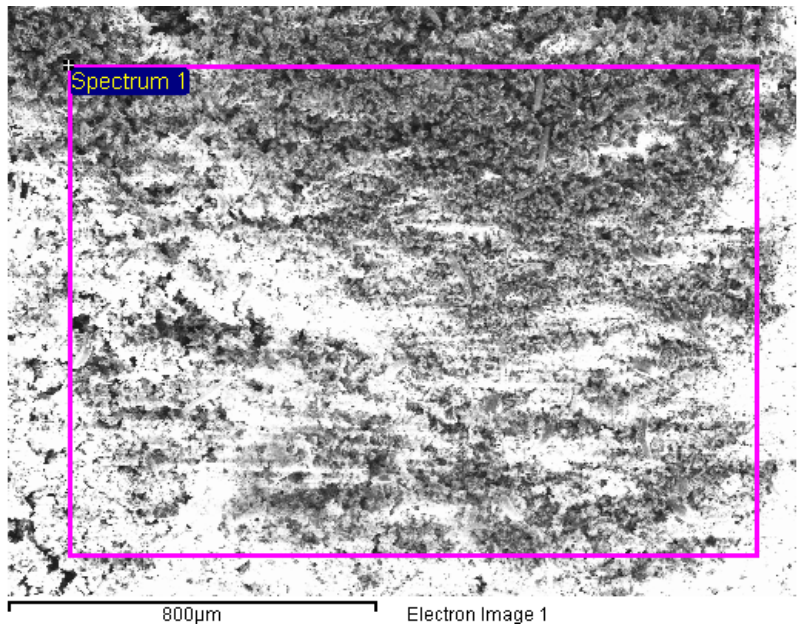
Sample: Sample 5
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 4

Standard :
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Na Kryólfít Staðall 29-Jan-2013 02:51 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altiite 21-Dec-2012 05:09 PM
Ca 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
O K	53.69	67.32
Na K	1.64	1.43
Al K	1.41	1.05
Si K	41.11	29.36
Ca K	0.45	0.22
Fe K	1.71	0.61
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 2

Sample: Sample 5
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

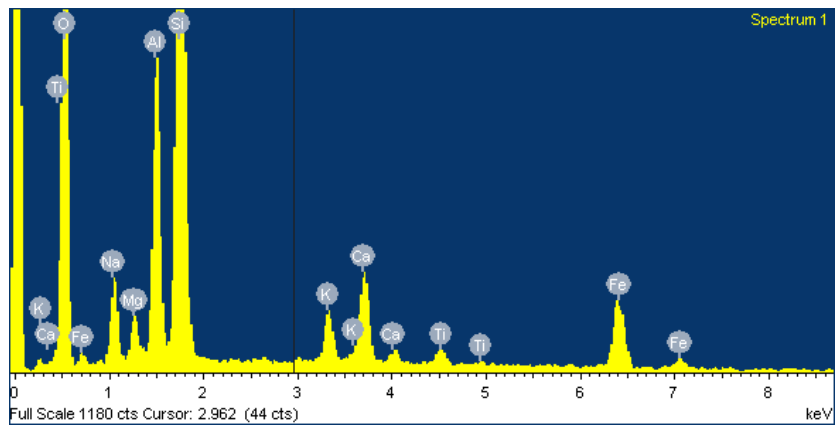
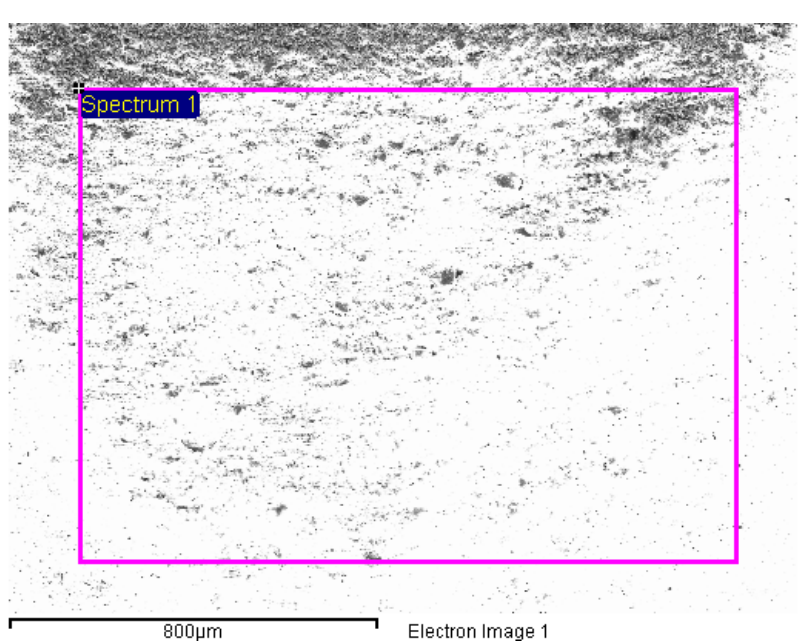
Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 4

Standard :
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Na Kryólfít Staðall 29-Jan-2013 02:51 PM
Mg 2440 Mg 19-Dec-2012 04:50 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altite 21-Dec-2012 05:09 PM
K 3587 KCl 16-Jan-2012 11:07 AM
Ca 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Ti 2440 Ti 17-Jul-2012 10:59 AM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
O K	47.56	63.10
Na K	5.27	4.86
Mg K	1.15	1.00
Al K	8.67	6.82
Si K	24.33	18.39
K K	1.73	0.94
Ca K	3.56	1.89
Ti K	0.85	0.38
Fe K	6.88	2.61
Totals	100.00	

Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 1

Sample: Sample 6
Type: Default
ID:



Spectrum processing :
No peaks omitted

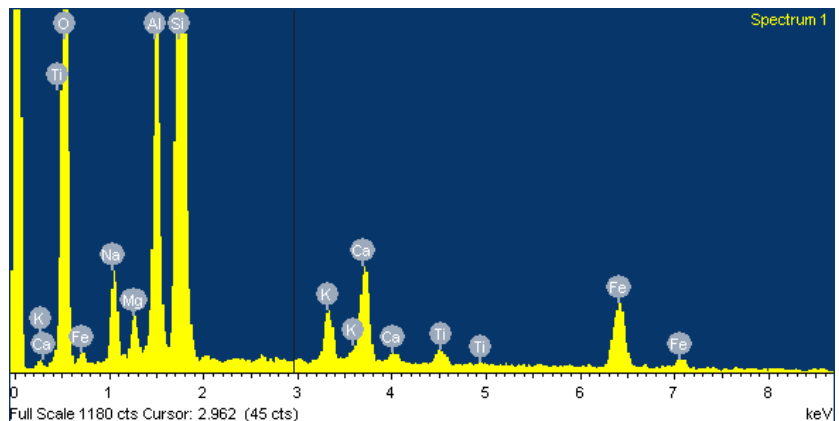
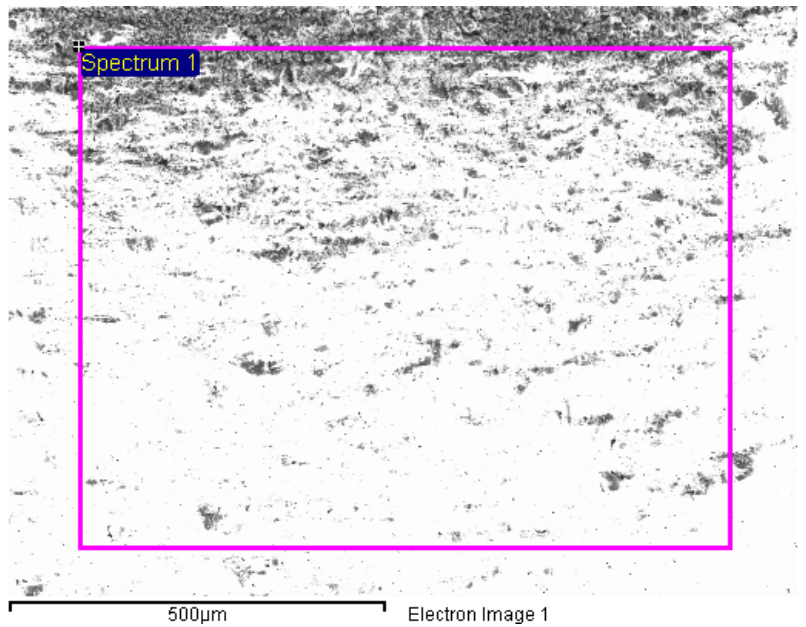
Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 4

Standard :
O Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Na Kryólfít Staðall 29-Jan-2013 02:51 PM
Mg 2440 Mg 19-Dec-2012 04:50 PM
Al Al2O3 Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Si 2440 Altite 21-Dec-2012 05:09 PM
K 3587 KCl 16-Jan-2012 11:07 AM
Ca 2440 CaSO4 21-Dec-2012 05:07 PM
Ti 2440 Ti 17-Jul-2012 10:59 AM
Fe 2440 Fe 19-Dec-2012 04:51 PM

Element	Weight%	Atomic%
O K	47.24	62.72
Na K	5.38	4.98
Mg K	1.10	0.96
Al K	9.21	7.25
Si K	24.28	18.36
K K	1.74	0.94
Ca K	3.60	1.91
Ti K	0.78	0.35
Fe K	6.67	2.54
Totals	100.00	

Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 2

Sample: Sample 6
Type: Default
ID:

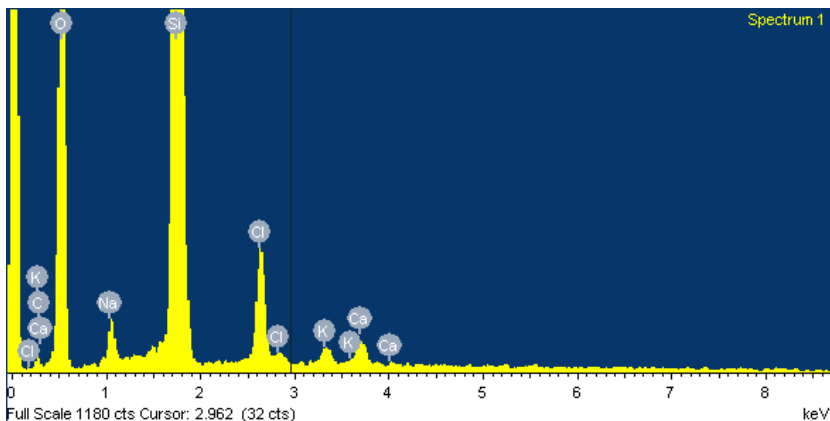
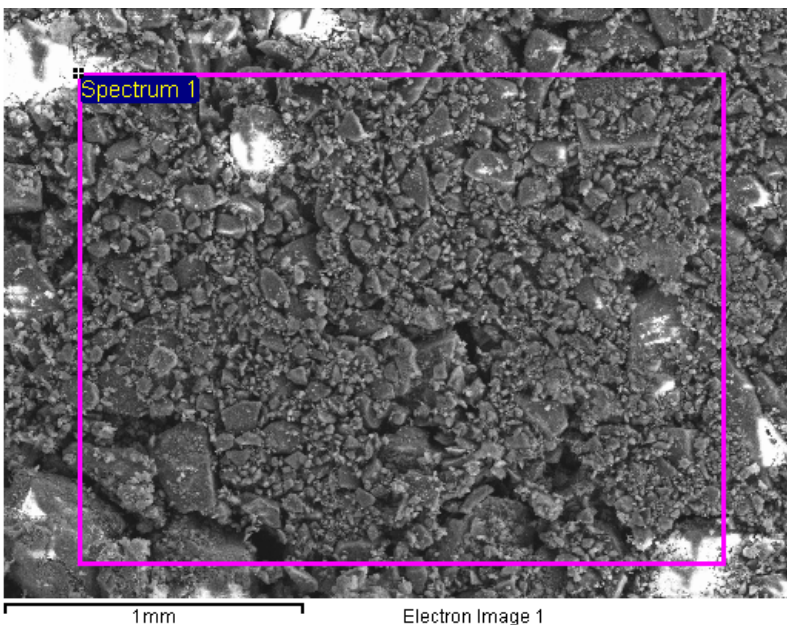


Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 4

Standard :
C 2440 CaCO₃ 30-Oct-2012 10:07 AM
O Al₂O₃ Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Na Kryólít Staðall 29-Jan-2013 02:51 PM
Si 2440 Alúte 21-Dec-2012 05:09 PM
Cl 3587 KCl 16-Jan-2012 11:07 AM
K 3587 KCl 16-Jan-2012 11:07 AM
Ca 2440 CaSO₄ 21-Dec-2012 05:07 PM

Element	Weight%	Atomic%
C K	0.00	0.00
O K	52.64	66.48
Na K	2.50	2.19
Si K	39.19	28.19
Cl K	4.00	2.28
K K	0.67	0.35
Ca K	1.00	0.50
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 1

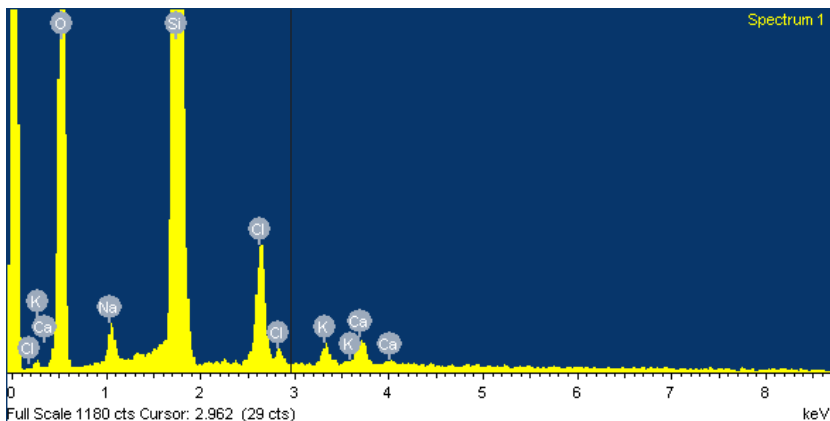
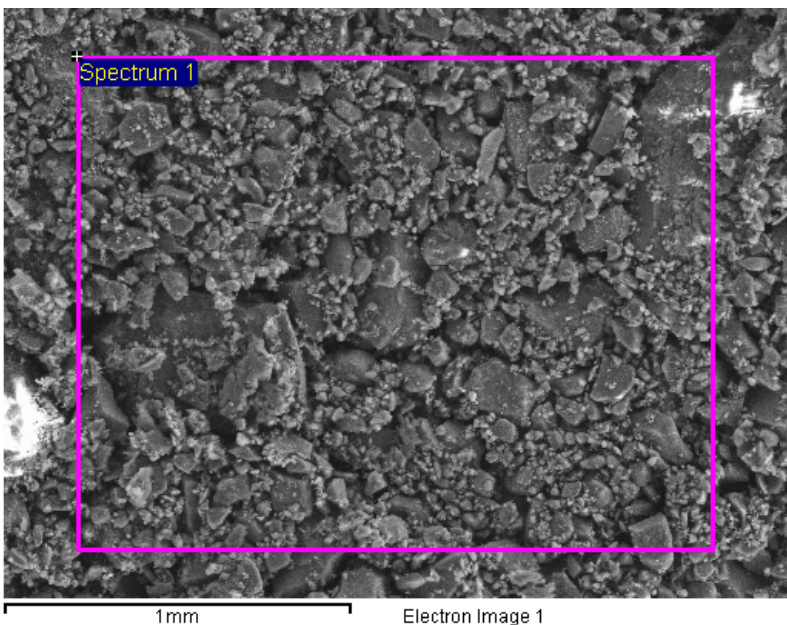
Sample: Sample 7
Type: Default
ID:

Spectrum processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 4

Standard :
O Al₂O₃ Staðall (GUG) 29-Jan-2013 02:53 PM
Na Kryólít Staðall 29-Jan-2013 02:51 PM
Si 2440 Alúte 21-Dec-2012 05:09 PM
Cl 3587 KCl 16-Jan-2012 11:07 AM
K 3587 KCl 16-Jan-2012 11:07 AM
Ca 2440 CaSO₄ 21-Dec-2012 05:07 PM

Element	Weight%	Atomic%
O K	52.86	66.74
Na K	2.18	1.92
Si K	39.02	28.07
Cl K	4.07	2.32
K K	0.79	0.41
Ca K	1.08	0.54
Totals	100.00	



Project: 8HS13086 Sementslaust steinlím
Owner: birgirj
Site: Site of Interest 2

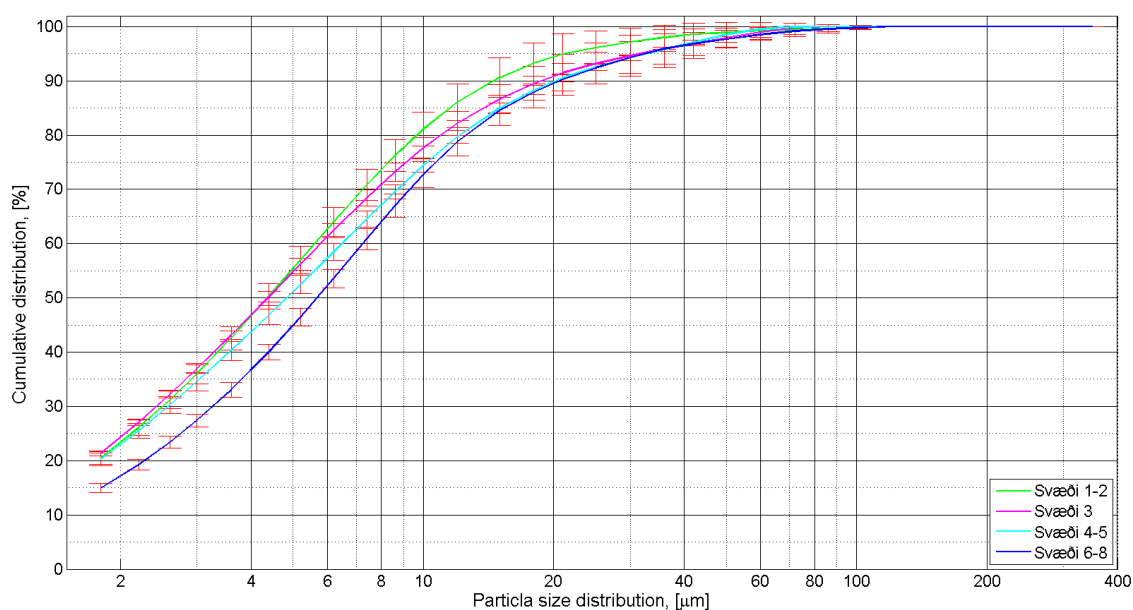
Sample: Sample 7
Type: Default
ID:

4.7 Kornastærðardreifing

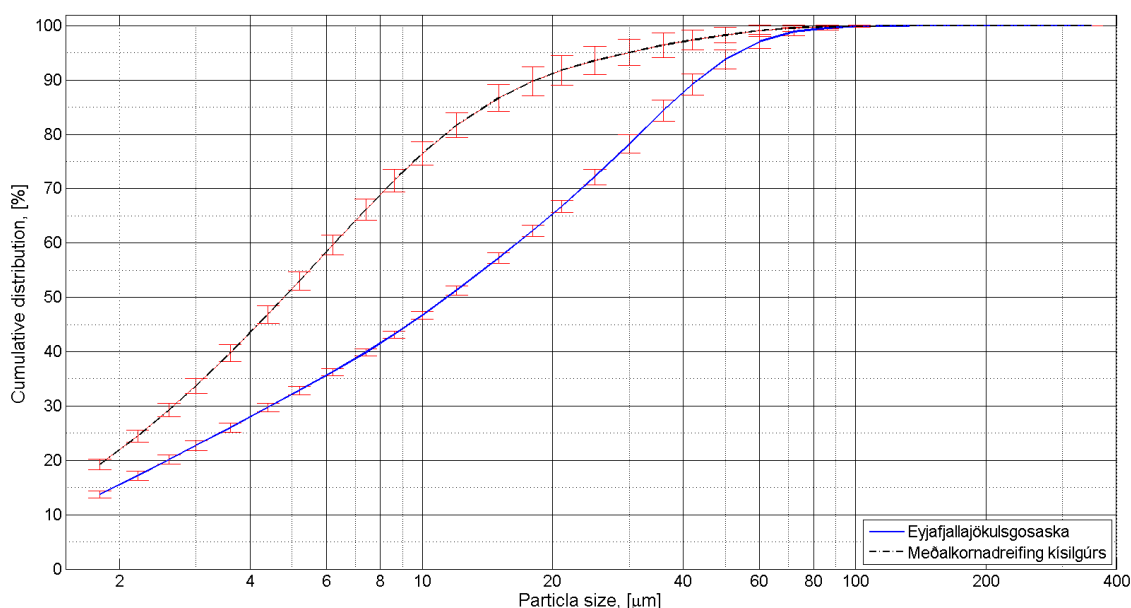
Meðalkornastærð kísilgúrs og Eyjafjallajökulsgosösku var eftirfarandi:

- Kísilgúr: $12\mu\text{m}$
- Eyjafjallajökulsgosaska $21\mu\text{m}$

Mynd 18 sýnir samanburð á kornastærðadreifingu óhreinsaða kísilgúrsins sem tekinn var af fjórum mismunandi svæðum úr gamalli safnþró gömlu Kísiliðjunar hf. Eins og sést er dreifingin mjög sambærileg. Mynd 19 sýnir samanburð á meðalkornastærðadreifingu kísilgúrsins á móti kornastærðadreifingu öskunnar. Hafa ber í huga að báðar kornakúrfurnar innihalda dreifingu mulinna efna.



Mynd 18: Samanburður á kornastærðadreifingu óhreinsaða kísilgúrsins frá mismunandi svæðum.



Mynd 19: Meðalkornastærðardreifing óhreinsaða kísilgúrsins borin saman við kornastærðadreifingu Eyjafjallajökulsgosösku.

4.7.1 Mæling á kornakúrfu

Byrjað var á því að mæla um það bil 5 g af efni og því komið fyrir á sýnagleri. Þar næst var efninu skipt niður í fjórar hrúgur og helmingnum skilað. Eftirliggjandi efni var aftur skipt í fjórar hrúgur sem hver og ein var notuð til þess að framkvæma mælingu á kornastærðardreifingu. Þetta ferli er mikilvægt til þess að öruggt sé að hver mæling innihaldi sambærilega dreifingu á kornastærð.



Mynd 20: Skipting efnis.

4.7.2 Skýringar

Í þessari skýrslu stendur w/b hlutfall fyrir vatns/bindiefnahlutfall (e. water/binder ratio), w/a hlutfall stendur fyrir vatns/öskuhlutfall (water/ash ratio) og w/c hlutfall stendur fyrir vatns/semmentshlutfall (e. water/cement ratio) eða vatns/semmentsölu, w/c tölu. Í öllum tilfellum er um þekkt hugtök að ræða fyrir semments-, steypu- og bindiefnarannsóknir sem lýsa þyngdarhlutföllum á milli vatns og viðkomandi efna í hverju tilfelli fyrir sig.

5 Hörðunarferli og styrktarmyndun

Í eftirfarandi köflum er farið yfir nokkrar örrannsóknir sem gerðar voru til að fá mat á styrktarmyndun og hörðunarferli sementslausu steinlíms blandanna. Þetta var meðal annars gert til þess að reyna að finna lausn á samloðun sýna við mót.

5.1 Mat á hörðunarferli út frá gosösku-, NaOH, Na₂SiO₃ og vatnsinnihaldi

5.1.1 Örtíraun 1

Nokkrar tíraunir voru gerðar með ösku, NaOH og sodium silicate til að meta mismunandi hörðunaraðstæður. Þrjár blöndur voru gerðar og þær látnar standa við þrjár mismunandi aðstæður, þ.e. í rakaklefa við 100% RH og 22°C, í rýrnunarherberginu við 50% RH og 22°C og á rannsóknarstofu við breytilegar aðstæður. Þetta var gert til að leggja mat á hörðunarferli við staðalaðstæður. Blöndurnar voru lagðar í opin og lokað plastglös og sjónrænt mat lagt á hörðunarferlið í nokkra daga.

Tafla 5: Tíraunablöndur með ösku, NaOH og Na₂SiO₃.

	Blanda 1.1	Blanda 2.1	Blanda 3.1
Aska [g]	400	400	400
16 M NaOH [g]	200	100	100
Vatn [g]	0	0	100
Na ₂ SiO ₃ [g]	0	100	0

Ákveðið var að halda blautefna/ösku-hlutfallinu stöðugu milli blandna, þ.e. $b/a = 0, 5$, til þess að leggja mat á áhrif blautefnanna. Blöndurnar voru mjög seigar á meðan að hræringu stóð, en eftir að þær voru búnar að jafna sig í örskamma stund virkuðu þær mun blautari og voru því blöndurnar blandaðar aftur með mun lægra b/a hlutfalli, þ.e. með auka öskuinnihaldi ($b/a = 0,3$). Ástand blandanna svipaði til tjöru.

Eins og við var búist var blanda 1 (með ösku og 16 M NaOH) seigust og blanda 3 blautust. Næst væri því áhugavert að hafa b/a -hlutfallið breytilegt á milli blandna og láta það ákvarðast af því hvenær blöndurnar teljast vera orðnar nógu vinnanlegar. Þannig fæst mögulega betra mat á hörðunarferlinu.

5.1.2 Hörðunarferli - 24 klst

Ekki þótti mikil breyting hafa átt sér stað á blöndunum eftir sólarhring, að undanskildum þeim blöndum sem stóðu við herbergisaðstæður. Þar sást að blanda 1 var farin að setjast og var greinilegt hörðunarlag farið að myndast á yfirborðinu í því glasi sem hafði staðið opið. Í því glasi sem staðið hafði lokað, hafði engin sjáanleg breyting átt sér stað. Þetta bendir til þess að hörðunarferlið snúist að miklu leyti um að losa vatn úr kerfinu, eins og ályktað var í áfangaskýrslunni 2012 - 2013 [4].

Í blöndu 2 var rétt svo sýnileg skán farin að myndast á yfirborðinu í því glasi sem hafði staðið opið. Áhugaverð þróun hafði átt sér stað í því glasi sem var lokað. Þar hafði um 1 - 2 mm vökvalag myndast á yfirborðinu, en engin sýnileg hörðun átt sér stað.

Svipað hafði átt sér stað í blöndu 3, nema hvað að í opna glasinu var ~ 1mm vökvalag á yfirborðinu og mjög smágerðar loftbolur sem flutu ofan á yfirborðinu. 2 - 3 mm vökvalag hafði einnig safnast á yfirborði lokaða glasis auk smágerðra loftbóla.

Þetta bendir til þess að 16 M NaOH lausnin, hafi betri áhrif á hörðunarferlið og að mikil vökvalosun hafi átt sér stað í hörðunarferlinu.

5.1.3 Hörðunarferli - 96 klst

Næst var ástand blandanna kannað eftir 4 daga frá blöndun (þ.e. sýnin fengu að standa yfir helgi) og hafði þá nokkur breyting átt sér stað. Í blöndu 1 hafði meiri vökvi skilað sér upp á yfirborðið í því glasi sem var lokað. Í opna glasinu var eins og að harða skánin sem myndast hafði eftir 24 klst, hefði virkað sem vörn fyrir sýnið. Töluverð uppsöfnun vökva leyndist undir þessari yfirborðsskán og var þetta mun greinilegra í því glasi sem staðið hafði opið í rýrnunarklefanum.

Engin skán var lengur sýnileg í opna glasinu sem innihélt blöndu 2. Sýnið var þó ekki blautt heldur var það nokkuð þétt í glasinu (þó ekki hart) og var klístrað viðkomu. Í því glasi sem staðið hafði lokað var mikil vökvauppsöfnun, en sá vökvi virtist þó vera mun seigari heldur en vökvinn í hinum glösum.

Vökvinn sem var áður til staðar í opna glasinu með blöndu 3 var nú allur uppgufaður, en eftir var nokkuð þétt sýni sem var mjúkt viðkomu, en afmyndaðist ef því var beytt þrýstingi. Í lokaða glasinu var mun meiri vökvi en áður á yfirborðinu.

Í öllum þeim sýnum sem höfðu staðið í rakaklefanum hafði engin breyting átt sér stað nema vökvasöfnum á yfirborði. Það er því ljóst að kerfið leitast við að losa sig við vökva við allar aðstæður. Eins virðist, samkvæmt þessari örrannsókn, að nauðsynlegt sé að láta sýnin taka sig í ofni til þess að flýta hörðnun, og þá losun vatns, til þess að fá mat á styrktarmyndun blandanna.

5.1.4 Hörðunarferli - 144 klst

Lítil breyting hafði átt sér stað eftir 6 daga. Mesta breytingin var á blöndu 3 sem hafði staðið í opnu glasi. Sú blanda var búin að þéttast töluvert en var þó eins og gúmmí viðkomu og var því enginn styrkur í sýninu. Aðrar blöndur voru eins eða mjög svipaðar og áður.

5.1.5 Samantekt



(a) Blanda 1.1 - 24 klst.



(b) Blanda 2.1 - 24 klst.



(c) Blanda 3.1 - 24 klst.



(d) Blanda 1.1 - 144 klst.



(e) Blanda 2.1 - 144 klst.



(f) Blanda 3.1 - 144 klst.

Mynd 21: Hörðunarferli - 24 og 144 klst eftir blöndun.

Á mynd 21 má sjá samanburð á yfirborði sýna í þeim glösum sem stóðu opin í 24 og

144 klukkustundir. Á myndum 21a og 21d sést að blanda 1 harðnar hvað mest, en þó aðeins á yfirborðinu. Blanda 2 hefur talsverðan vökva á yfirborðinu eftir 24 klst en líkist gúmmíi eftir 144 klst (myndir 21b og 21e). Blanda 3 þornar hvað mest, en eins og sést á mynd 21c er mikill vökvi á yfirborðinu eftir 24 klst sem er svo horfinn að öllu leiti eftir 144 klst, samanber mynd 22f. Næst var ástand sýnanna kannað viku síðar og var þá mestur munur á glasi 3, en mikil rýrnun hafði þá átt sér stað.

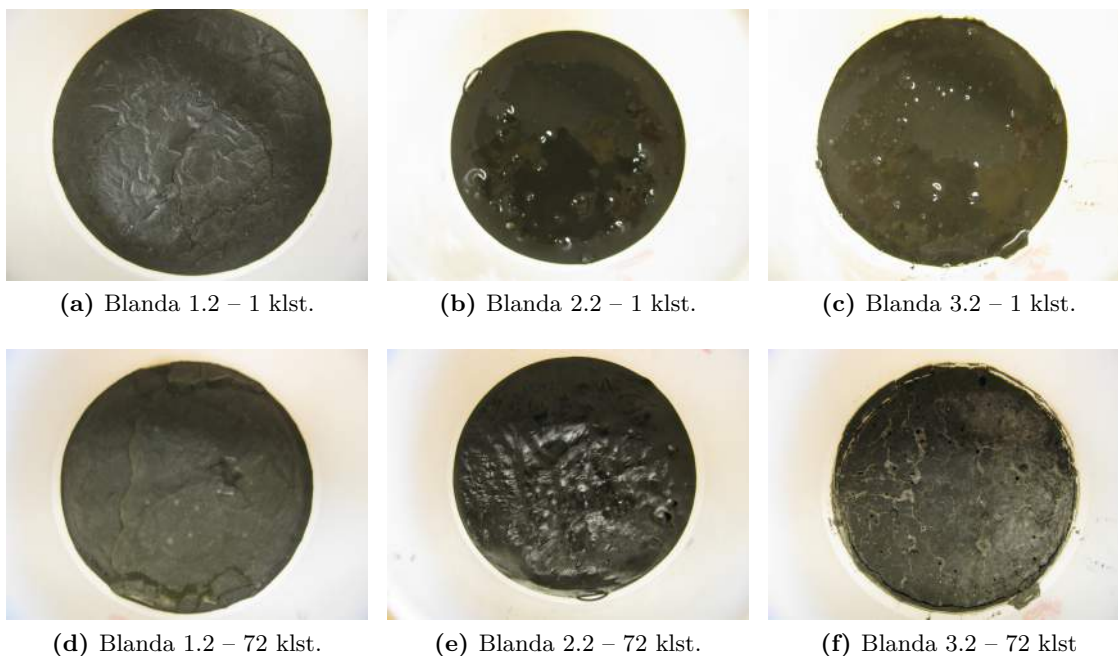
5.1.6 Örtilraun 2

Mælt var með að endurtaka örtilraun 1 með lægra b/a hlutfalli. Þetta var því gert og var b/a hlutfallið látið ráðast af því hvenær blandan var rétt svo orðin nógu blaut til að mynda blauta en mjög seiga leðju.

Tafla 6: Tilraunablöndur með gosösku, NaOH og Na_2SiO_3 , þar sem b/a hlutfallið var lágmarkað.

	Blanda 1.2	Blanda 2.2	Blanda 3.2
Aska [g]	100	100	100
16 M NaOH [g]	47,5	22,5	20
Vatn [g]	0	0	20
Na_2SiO_3 [g]	0	22,5	0
b/a hlutfall [g]	0,475	0,45	0,4

Ekki gekk að lækka b/a hlutfallið meira en það sem sýnt er í töflu 6, en fyrir lægra hlutfall var blandan alveg óhræranleg. Mynd 22 sýnir samanburð á yfirborði tiltekinna blandna eftir 1 klst og 72 klst. Ákveðið var að gera aðeins blöndur í opnum ílátum þar sem að engin breyting hafði átt sér stað í lokuðum glösum í örtilraun 1.



Mynd 22: Hörðunarferli blandna með lágmarkað b/a-hlutfall, 1 og 72 klst eftir blöndun.

Í blöndu 1 var svipuð þróun og í örtilraun 1, þ.e. hart lag var á yfirborðinu sem brotnaði ef potað var í það og undir var blautt lag. Blanda 2 var einnig svipuð og áður, en þó örlítið þurrari en í örtilraun 1. Hún líktist gúmmíi og var það þétt að hún hreyfðist

ekki mikið ef glasinu var hvolft. Mestur munur var á blöndu 3, en hún var mjög stíf og vel þurr, þó var hægt að kremja hana ef miklum þrýstingi var beitt. Af þessu má draga þá ályktun að lægra vatnshlutfall hafi jákvæð áhrif á styrktarmyndun þeirra blandna sem ekki eru látin þorna í ofni. Kanna mætti þetta nánar með því að lækka vatns/öskuhlutfall viðmiðunarblandanna og kanna styrktarmyndun í sýnum með og án ofntíma.

5.2 Mat á hörðunarferli viðmiðunarböndu

Ákveðið var að kanna einnig hörðunarþróun viðmiðunarböndunnar án ofntíma og í rýrnunarklefa við 50% HR og 22°C annars vegar og hins vegar við breytilegar herbergisaðstæður. Þéttleiki böndunnar var kannaður með því að stinga þrjón ofan í bönduna. Eftir að hafa staðið í þrjá sólarhringa við ofangreindar aðstæður var enn hægt að stinga þrjóni í gegnum sýnið. Einnig var hægt að kroppa úr yfirborði sýnisins með fingurnöglum, og var því hörfað frá því að losa sýnin úr mótunum.

Sýnið var losað úr móti eftir að hafa verið geymt við ofangreindar aðstæður í 4 daga. Sólarhring eftir að sýnið hafði verið losað hafði sýnið hardnað talsvert og ekki var lengur hægt að kroppa úr yfirborði þess líkt og áður. Þetta átti jafnt við um sýni við báðar af ofangreindum aðstæðum og engin sjáanlegur munur var á sýnunum.

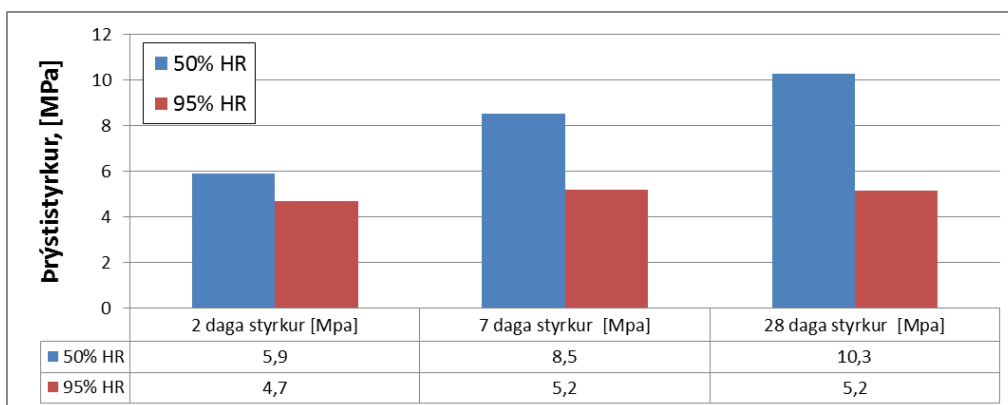
5.3 Áhrif hlutfallsraka á hörðunarferli

Í ofangreindum köflum kom bersýnilega í ljós að sýnið þarf að losa raka úr kerfinu til þess að hörðunin eigi sér stað. Til að sanna þetta endanlega voru þrjár böndur gerðar, út frá viðmiðunaruþpskriftinni, og voru sýni þeirra álagsprófuð eftir 2, 7 og 28 daga. Sýnin voru látin þorna í 24 klst við 80°C og var svo helmingur sýnanna látinn standa við 50% HR og hinn helmingurinn við 95% HR fram að álagsprófi. Niðurstöður þessara mælinga má sjá á mynd 24.

Á mynd 23 sjást greinileg rakaskil á sýninu. Þetta gerist líklega vegna þess að rakinn kemst bara upp úr sýninu (þ.e. hliðar og botn sýnisins eru huldar í mótinu) þegar það er að þorna í ofninum.



Mynd 23: Rakaskil eftir hitun í ofni.



Mynd 24: Áhrif hlutfallsraka á styrktarmyndun.

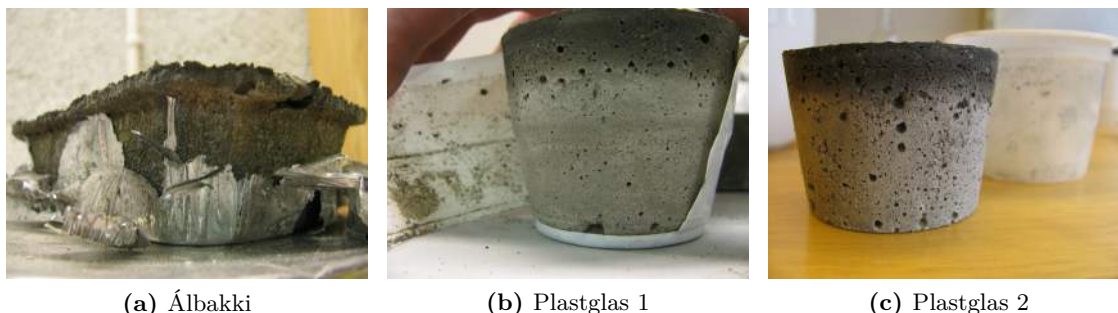
5.4 Viðbrögð gegn samloðun sýna við mót

Blanda sem innihélt 5% útskiptingu af kísilgúr fyrir ösku hegðaði sér svipað og samsvarandi blöndur með kísilútfellingum háhitavirkjanna sem gerðar voru á síðasta verkefnisári [4], þ.e. mjög mikil samloðun var við stálmótin sem notuð hafa verið hingað til í verkefninu og skaddaðist yfirborðshula sýnanna talsvert við það. Því var gripið til þess ráðs að skerða þann tíma sem sýnið er í mótinu á meðan það er í ofni.³ Eftir 4 klst í 80°C ofni, voru mótin losuð utan af sýninu. Sýnið var nógu þétt í sér til þess að þola að losna úr mótinu og samloðun við mót var engin og var yfirborðshulan almennt fín (sjá mynd 25). Sýnið var svo sett aftur inn í ofn til þess að ná 24 klst í ofni.⁴ Til þess að hafa samræmi á milli allra sýnanna og ná fram fleiri marktækum niðurstöðum var þessari aðferð beitt á öll sýni.



Mynd 25: Sýni afmótað eftir 4 klst.

Einnig var ákveðið að prófa mót úr öðrum efnum. Mótin sem voru prófuð, voru tvensskonar plastglös, álbakki, plexí gler og POM mót. Áhugavert þótti að sýnið sem lá í álbakkanum virtist vera orðið grjóthart þegar staðan var tekin á mótunum eftir 4 klst, en hin tvö sýnin sem staðið höfðu í plastglösnum voru nokkuð mjúk í sér. Þegar sýnin höfðu svo staðið í ofni (80°C) í 24 klst voru þau losuð utan af sýnunum.



(a) Álbakki

(b) Plastglas 1

(c) Plastglas 2

Mynd 26: Áhrif mismunandi móta kannað fyrir hörðunarferli viðmiðunarblöndunnar. Hefðbundinn álbakki (vinstri), drykkjarglas (miðja) og plastlát (hægri).

Á mynd 26 má sjá hvaða áhrif mót úr mismunandi efnum hafa. Álbakkinn á mynd 26a hafði verst áhrif, en þar er yfirborð sýnisins mjög afmyndað og samloðun við bakkann frekar mikil. Plastglösin höfðu hvað best áhrif, en eins og sést á mynd 26 er engin samloðun við plastglösin. Best voru þó sýnin sem lögð voru í POM mót. Ef að niðurstöður blöndu 0710VII-DE7,5 eru skoðaðar sést að sýnið sem var í POM móti náði tæplega tvöfalt hærri styrk heldur en sambærileg sýni sem lágu í hefðbundnum stálmótum sem notuð eru í allar styrktarprófanir verkefnisins.

Ef að myndir 23, 26b og 26c eru bornar saman sést að rakaskilin eru mismunandi á milli sýnanna. Á því sýni sem staðið hafði í stálmóti (mynd 23) var ljóst lag á ofanverðu sýninu. Þessi litaskipti voru akkúrat öfug á hinum tveimur sýnunum og bendir þetta til þess að rakauppgufun er frábrugðin í þessum sýnum.

³Þessi hugmynd vaknaði út frá [6], en þar voru sýnin geymd í einungis 6 klst í mótum og voru svo látin í vatnsbað í loftþéttum umbúðum við 20°C.

⁴Líklega mun þetta verða til þess að rakauppgufun verði meiri þar sem að hún getur nú átt sér stað út um allar hliðar sýnis. Styrkur ætti þar af leiðandi að aukast en eins og áður hefur komið fram er talið að losun vökva úr kerfinu sé ein af aðalforsendum fyrir styrktarmyndun kerfisins.

6 Mæliseriur

Á verkefnisárinu 2012 í verkefninu, kom í ljós að tími í ofni hafði mjög mikil áhrif á brotstyrk sementslausu steinlíms blandnanna [4]. Hér á eftir er farið yfir þær mæliseriur sem voru framkvæmdar voru á vekerkefnisárunum 2013 - 2014 í verkefninu og nokkrar athugasemdir gerðar á niðurstöðum. Frekari samantekt á niðurstöðum er að finna í séstökum niðurstöðukafla í þessari skýrslu.

Mælisería I

Hörðunaraðstæður og áhrif mótatíma í ofni kannaðar fyrir viðmiðunarblöndu.

- 20°C, 50% RH vs. 95% RH (2 og 28 daga styrkur).
- 80°C, 50% RH vs. 95% RH (2, 7 og 28 daga styrkur).
- 24 klst. vs. 48 klst. í 80°C.
- 4 klst. í mótum (Heildartími í ofni 24 klst).

Athugasemdir:

Ákveðið var að notast við 24 klst í ofni í stað 48 klst eins og gert var á verkefnisárinu 2012 og var eina ástæðan fyrir því plássleysi í ofni. Þó voru nokkrar blöndur gerðar sem fengu að vera 48 klst í ofni til að sannreyna hversu mikil áhrif lengri ofntími hafði á styrktarmyndun blandnanna.

Mælisería II

Blöndur með óhreinsum kúsilgúr af svæði 1–2 með 2,5%, 5% og 7,5% viðbót af kúsilgúr miðað við þyngd af bindiefni.

Athugasemdir:

Samloðun jókst með viðbót af kúsilgúr og skilaði lækkun á skammtímastyrk með auknu magni af kúsilgúr.

Mælisería III

Blöndur með óhreinsum kúsilgúr af svæði 3 með 2,5%, 5% og 7,5% viðbót af kúsilgúr miðað við þyngd af bindiefni.

Athugasemdir:

Töluverð styrktaraukning átti sér stað í þessari mæliseríu og mestur styrkur náðist fyrir 7,5% viðbót af kísilgúr þrátt fyrir að þau sýni hafi verið illa sködduð vegna mikillar samloðunar við mót. Mjög áhugavert væri því að prufa þessa blöndu í annarskonar mótum til að hindra samloðun.

Þegar langtímastyrkur var skoðaður kom í ljós mjög lítil aukning á styrk miðað við skammtímastyrk.

Mælisería IV

Blöndur með óhreinsuðum kísilgúr af svæði 4–5 með 2,5%, 5% og 7,5% viðbót af kísilgúr miðað við þyngd af bindiefni.

Athugasemdir:

Samloðun jókst með viðbót af óhreinsuðum kísilgúr og skilaði lækkun á skammtímastyrk með auknu magni af kísilgúr.

Mælisería V

Blöndur með óhreinsuðum kísilgúr af svæði 6–8 með 2,5%, 5% og 7,5% viðbót af kísilgúr miðað við þyngd af bindiefni.

Athugasemdir:

Samloðun jókst með viðbót af kísilgúr og skilaði lækkun á skammtímastyrk með auknu magni af kísilgúr.

Mælisería VI

Blöndur með hreinsuðum og unnum kísilgúr frá Kísiliðjunni hf. með 2,5%, 5% og 7,5% viðbót af kísilgúr miðað við þyngd af bindiefni.

Athugasemdir:

Engin styrktaraukning átti sér stað á skammtímastyrk fyrir ofangreinda viðbót af kísilgúr, en sýnin urðu þó mun þéttari í sér án þess þó að valda einhverjum samloðunarerfiðleikum við mót. Gæti því verið áhugavert að kanna hvaða áhrif viðbót af áloxíði í þessar blöndur hafi á styrk sýnanna, en samkvæmt [5] ætti það að auka styrk. Áloxíð og unninn kísilgúr gæti þar af leiðandi gefið sterkari og þéttari blöndur.

Þegar langtímastyrkur var kannaður kom í ljós örli til styrktaraukning sem fór vaxandi með auknu magni af hreinsuðum kísilgúr.

Mælisería VII

Prófanir gerðar með styrk basalausnar. Eina vatn blöndunnar var látið vera það vatn sem er í basanum og áhrif viðbótar af kísilgúr (0%, 2,5%, 5%, 7,5% og 15%) á styrktarmyndun.

Athugasemdir:

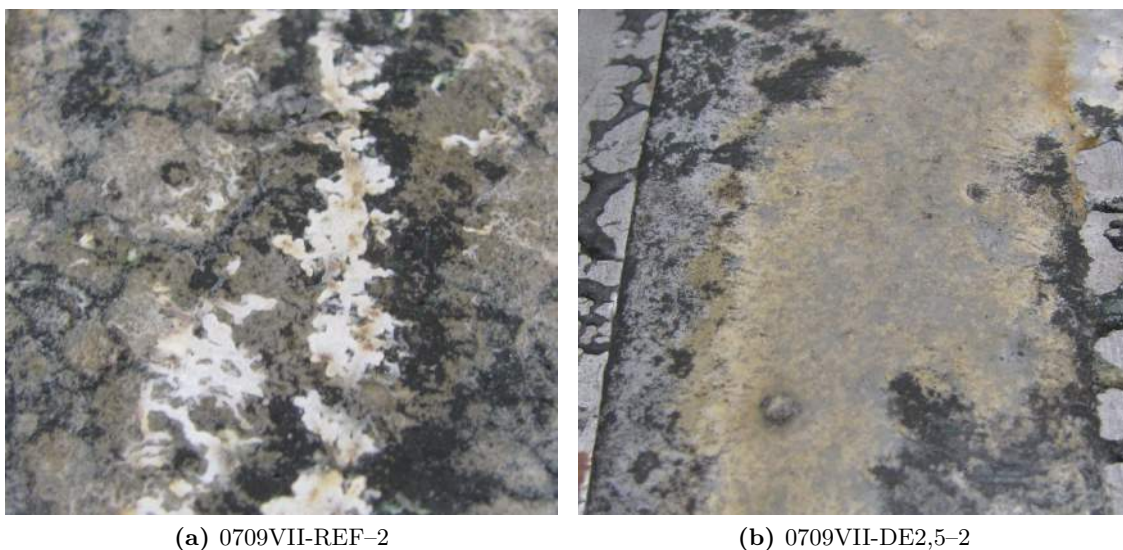
Í fyrstu var prófað að halda sama w/b hlutfalli og áður, þ.e. w/b = 0,43 en sú blanda varð allt of blaut og því engin leið að framkvæma styrktarmælingu. Viku eftir að þessi blanda var gerð var enn mikill vökvi á yfirborði sýnisins. Því var ákveðið að lækka w/b hlutfallið töluvert, eða þar til að blandan var rétt svo vinnanleg. Ákveðið var að notast við w/b = 0,3 eftir að sjónrænt mat leiddi í ljós að nægur vinnanleiki var við þetta w/b-hlutfall.



Mynd 27: Mikil blæðing átti sér stað úr þessari blöndu.

28 daga styrkur w/b = 0,43 blöndunnar gaf nánast engan styrk (<2 MPa) og eins og sést á mynd 27, átti sér stað mikil blæðing úr sýninu.

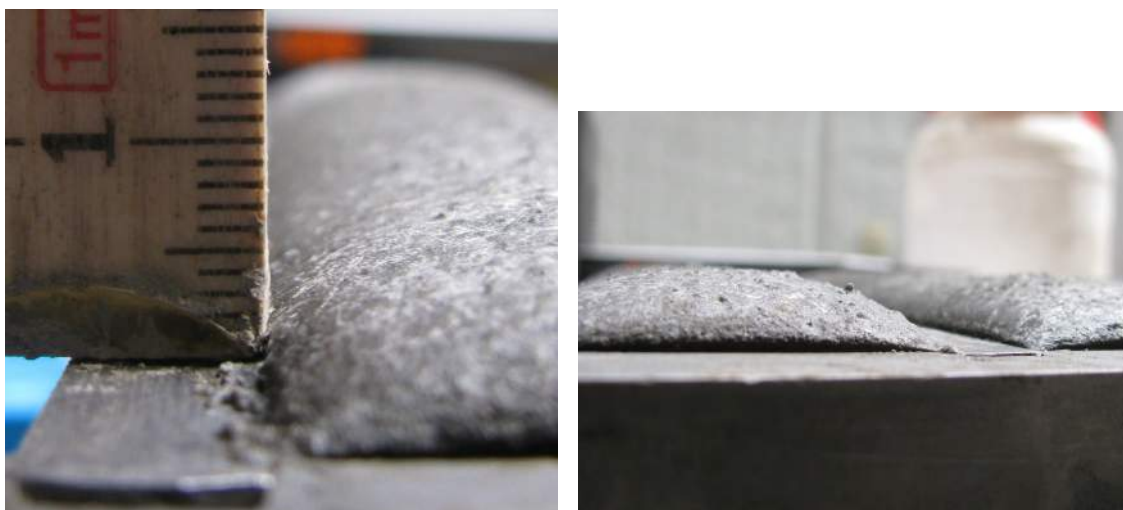
Fyrir w/b = 0,3 blöndurnar voru fyrst gerðar tvær blöndur. Önnur þeirra innihélt engan kísilgúr og sú seinni innihélt 2,5% viðbót af kísilgúr. Þar að auki var gerð ein tilraunablanda með 7,5% viðbót af kísilgúr deginum áður. Ekki var kominn nægur styrkur í þessi sýni til þess að hægt væri að losa það úr mótinu eftir 4 klst, að undanskildu 7,5% tilraunablöndunni. Því var ákveðið að láta hin sýnin standa í mótunum í a.m.k. 24 klst og hætta við 5% mæliskrefið og hækka upp í 15% til þess að reyna að ná fram styrktarmyndun. Eftir sólarhring í mótum höfðu 0% og 2,5% blöndurnar náð að harðna ágætlega, þó var brotstyrkur mjög lágur. Einum strendingi úr hvoru móti var haldið í 48 klst í ofni. Á mynd 28 má sjá hvernig yfirborð þessara tveggja sýna leit út eftir aðhlyningu (e. curing) sýnanna. Þegar 15% blandan hafði verið 24 klst í ofni var hún enn mjög mjúk og var því ákveðið að halda henni í sólarhring til viðbótar í ofni. Athyglisvert þótti hversu mikið blandan hafði blásið út, sjá mynd 29.



(a) 0709VII-REF-2

(b) 0709VII-DE2,5-2

Mynd 28: Yfirborð sýna sem innihéldu ekkert viðbótarvatn.



Mynd 29: Mikil þennsla blöndu með sterkum basa, 15% viðbót af kísilgúr og engu viðbótarvatni.

Mælisería VIII

Blöndur gerðar með viðbót af sodium silicate og kísilgúr. Hér var 33% af viðbótarvatni blöndunnar var skipt út fyrir Sodium Silicate, en samkvæmt niðurstöðum frá verkefnisárinu 2012, var það sú blanda (með sodium silicate) sem var hvað meðferðilegust [4]. Prófað var að bæta 0%, 2,5%, 5% og 7,5% af kísilgúr í blöndurnar.

Athugasemdir:

Við fyrstu tilraun voru gerðar 0% og 2,5% blöndur sem komu mjög illa úr mótunum. Því var ákveðið að hækka w/b hlutfallið úr 0,39 í 0,43 og lækka sodium silicate magnið niður í 25%. Þetta hafði mjög góð áhrif á 0% blönduna en 2,5% og 5% blöndurnar eyðilgöðust þegar þær voru teknar úr móti eftir 4 klst. Annað af mótunum tveimur með 5% kísilgúr

var því látið standa í sólarhring í mót.

Mikill skammtímastyrkur náðist fyrir blöndu 0722VIII-A2 og var því ákveðið að fara út í frekari rannsóknir á henni, sjá mæliseriur XII.

Mælisería IX

Prófanir á kísilútfellingum frá Svartengissvæðinu. Samanburður við niðurstöður síðasta verkefnaárs verkefnisins.

Athugasemdir:

Ekki gafst tími til að fullklára þessa mæliseriur.

Mælisería X

Í þessari mæliseriur var Eyjafjallajökulsgosösku skipt út fyrir íslenskt kísilryk frá Elkem Ísland, í 2,5%, 5,0% og 7,5% þyngdarhlutföllum.

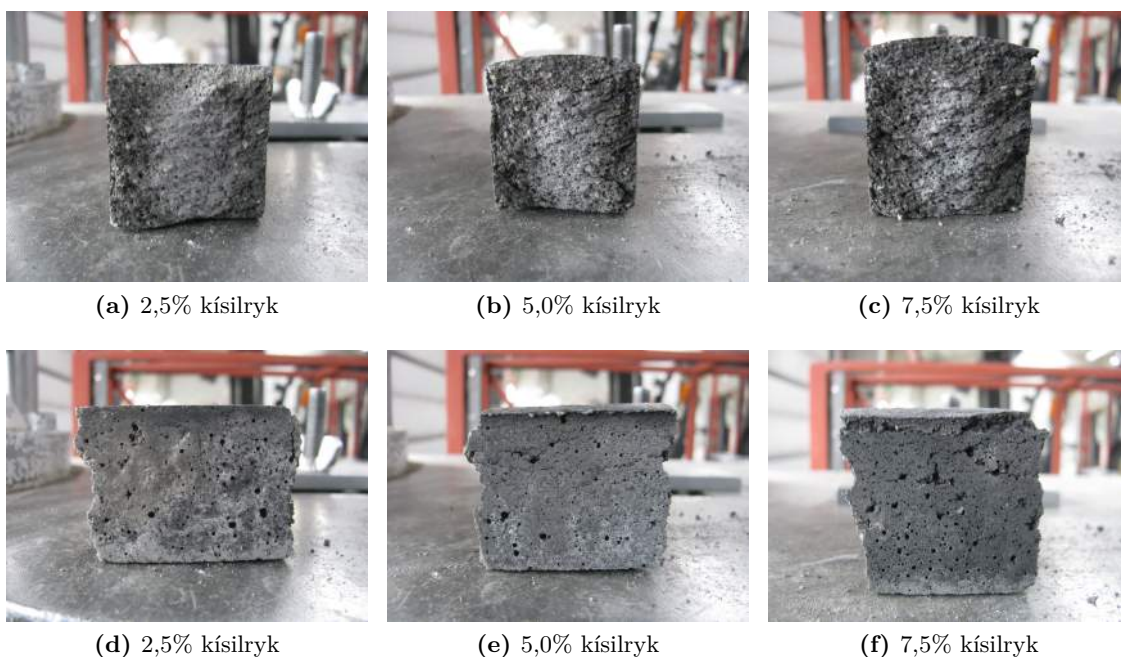
Athugasemdir:

Engin samloðun var við mót í öllum skrefum framkvæmdarinnar en í 7,5% skrefinu varð sýnið þó mjög upphleypt eins og sjá má á mynd 30.



Mynd 30: Við 7,5% viðbót af kísilryki varð sýnið mjög upphleypt án þess þó að hafa áhrif á samloðun við mót.

Mikil lækking á skammtímastyrk átti sér stað milli skrefa og er talið að mikil sprungu-myndun og mikil þórumyndun hafi valdið þessari styrktarlökkun, sjá mynd 31.



Mynd 31: Póru- og sprungumyndun sýna með kísilyrki.

Mælisería XI

Í þessari mæliseríu var viðbóti af kísilyrki haldið í 2,5% miðað við þyngdarhlutföll en w/b hlutfallið var $w/b = 0,33, 0,38$ og $0,43$.

Athugasemdir:

Skammtímastyrkur var mjög svipaður milli skrefa á meðan að vinnanleiki blandanna var mjög breytilegur. Blöndu $w/b = 0,33$ þurfti að handþjappa ofan í mótið á meðan að hinar tvær blöndurnar ($w/b = 0,38$ og $w/b = 0,43$) voru vel meðfærilegar.

Mælisería XII

Í þessari mæliseríu var íslenskju kísilyrki blandað út í sodium silicate blöndu 0722VIII-A í 2,5%, 5,0% og 7,5% skrefum.

Athugasemdir:

Mjög lítil samloðun var við mót fyrir 0%, 2,5% og 5,0% blöndurnar, en 7,5% blandan lóddi heldur mikið við mótið og var þar að auki ekki orðin nógu þétt til þess að hægt væri að losa hana úr móti eftir 4 klst. Hún var því látin standa í mótinu í 24 klst.

Blöndurnar sem innihéldu 5,0% og 7,5% kísilyrk urðu mjög upphleyptar. Ekki er vitað um ástæðuna fyrir því, en mögulega er það kísilgelun sem þessu veldur.

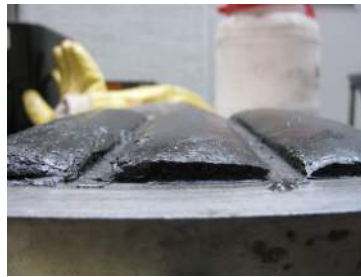
Hér mætti ef til vill kanna hvaða áhrif það hefði að loka mótinu alveg þannig að sýnið hafi ekki pláss til þess að blása út.



(a) 5,0% kísilyrk



(b) 7,5% kísilyrk



(c) 7,5% kísilyrk

Mynd 32: Mikil viðbót af kísilyrki varð þess valdandi að sýnin urðu mjög upphleypt.

Mælisería XIII

Í þessari mæliseríu var hlutfall kísils (Si) og áls (Al) lækkað með því að skipta gosösku í viðmiðnunarblöndu út fyrir Al_2O_3 í 2,5%, 5% og 7,5% þyngdarhlutföllum.

Athugasemdir:

Nálun átti sér stað á yfirborði strendinga, sjá mynd 33.



Mynd 33: Nálun á yfirborði strendinga með viðbóti af hreinu áloxíði.

Mælisería XIV

Hér var Eyjafjallajökulsgosösku skipt út fyrir slag (e. *ground granulated blast-furnace slag*, GGBS) í 10%, 20% og 30% þyngdarhlutföllum.

Athugasemdir:

Samloðun strendinga við mót varð engin við aukningu af slaggi og þéttleiki strendinganna skánaði til muna, þ.e.a.s. færri pórur og sprungur sáust á yfirborðinu, sjá mynd 34. Hins vegar lækkaði styrkur strendinganna með auknu magni af GGBS.



Mynd 34: Útskipting ösku fyrir slag (GGBS) skilaði sér í þéttari strendingum.

Mælisería XV

Í þessari mæliseríu var Eyjafjallajökulsgosösku skipt út fyrir áloxið í 5% skrefstærðum frá 0–15% í blöndu sem innihélt 5% kísilryk og þriðjungi viðbótarvatns hafði verið skipt út fyrir sodium silicate. Einnig var w/b hlutfall blandanna í þessari mæliseríu lækkað niður í 0,39 til að vera í samræmi við þær blöndur sem höfðu náð mestum styrk hingað til.

Athugasemdir:

Þessir strendingar títuðu nokkuð út og glansandi lag myndaðist á yfirborði þeirra. Þetta var líklega sodium-silicate sem náði ekki að bindast finefnunum í blöndunni sem gæti verið að leita upp á yfirborð sýnanna.

Þó nokkuð hár skammtíastyrkur náðist fyrir þessar blöndur (>24 MPa) sem gæti mátt rekja til yfirborðslagsins af sodium silicate. Við brot sást greinilega hvernig undirliggjandi efni í strendingunum gaf sig mun fyrr heldur en glansyfirborðið og í nokkrum tilfellum féll yfirborðið frá í heilu lagi þegar þrýstibrot átti sér stað, sjá mynd 35.

Mælisería XVI

Í þessari mæliseríu var Eyjafjallajökulsgosösku skipt út fyrir 5% áloxið, 5% kísilryk og slag í 10% skrefastærðum frá 0–30%. Þriðjungi viðbótarvatns var einnig skipt út fyrir sodium silicate og var w/b-hlutfall lækkað niður í 0,39.



Mynd 35: Dæmigerð glansandi yfirborðshula sýnis úr mæliseríu XV.

Athugasemdir:

Ákveðið var að kanna áhrif þess að blanda slaggi út í þær blöndur sem blésu mikið út í von um að samspil þéttleika slagg-blandnanna og mikillar gelmyndunar þeirra blandna sem títuðu hvað mest út, myndi skila sér í hærri styrk, sem varð að raun. Styrkur jókst án þess að sýnin blésu út.

Mælisería XVII

Hér var Eyjafjallajökulsgosösku skipt út fyrir 5% áloxíð, 5% kísilryk og slagg í 10% skrefstærðum frá 0–30%. Þriðjungi viðbótarvatns var einnig skipt út fyrir sodium silicate og var w/b-hlutfall blandnanna lækkað niður í w/b = 0,39.

Athugasemdir:

Í ljósi þess hversu vel tókst til með mæliseríu XVI var ákveðið að skipta einnig 5% af gosöskunni út fyrir áloxíð, en sú blanda hafði áður títuð mikið út þegar hún innihélt ekkert slagg. Styrkur blandanna í þessari mæliseríu jókst meira heldur en í mæliseríu XVI.

Mælisería XVIII

Í þessari mæliseríu var gosösku skipt út fyrir danska flugösku í 10% þyngdarhlutföllum frá 0–30%. Einnig var 5% af gosösku skipt út fyrir áloxíð og 5% skipt út fyrir kísilryk. Þriðjungi vatns var einnig skipt út fyrir sodium silicate og var w/b-ratio blandanna haldið í w/b = 0,39.

Athugasemdir:

Ákveðið var að prófa að skipta gösöskunni út fyrir danska flugösku, en vitað er að flugaskan er mun áhríkari heldur en gosaskan sem notuð var í þessu verkefni.

Ekki fékkst styrktaraukning við notkun á flugösku en ein helsta orsök þess er sennilega hversu erfiðlega gekk að ná strendingunum úr mótunum, en samloðun strendinga varð mjög mikil. Fleiri prófanir voru því ekki gerðar með flugösku.

Mælisería XIX

Eyjafjallajökulsgosösku var í þessari mæliseríu skipt út fyrir 15% áloxið, 5% kísilryk og slagg í 10% skrefstærðum frá 0–30%. Þriðjungi viðbótarvatns var einnig skipt út fyrir sodium silicate og var w/b-hlutfall blandanna lækkað niður í 0,39.

Athugasemdir:

Í ljósi þess hversu vel tókst til með mæliseríu XVII var ákveðið að auka áloxíðið í blöndunni í 15%.

Ef að flotfræðilegir eiginleikar blandanna eru skoðaðir sést hversu hratt vinnanleiki blandanna lækkaði, sér í lagi fyrir blöndu 0816XIX-C. Sú blanda var vel vinnanleg í upphafi en í síðustu flotfræðimælingunni var varla hægt að hræra blönduna og þurfti að handþjappa hana í mót.

Þessi blanda var endurtekin og var prófað að sleppa því að setja hana í ofn og kanna styrktarmyndun eftir 6, 24, 48 klukkustundir og 28 daga, við 50% RH. Einnig var 2ja og 28 daga styrkur kannaður við 95% RH geymsluaðstæður. Mjög góður styrkur náðist og þéttleiki sýna var mjög góður. Einnig var engin samloðun við mót og strendingarnir tútnuðu ekkert út. Sodium silicatið virtist hafa blandast jafnt í blöndunni og er það líklega vegna þess að það á auðveldara með að bindast finni kornastærðum.

Eftir tvo daga í 50% RH mátti sjá einhverskonar kristöllum á yfirborði strendinganna, eins og salt hefði myndast á yfirborðinu, sjá mynd 36a og 36b. Þessa kristöllum var ekki að finna á yfirborði strendinga sem staðið höfðu í 95% RH né þeim strendingum sem höfðu staðið við herbergisaðstæður eftir brot (þá væntanlega við lægri hlutfallsraka og lægra hitastig), sjá mynd 36c.

Mælisería XX - Sementsbundnar múrblöndur með kísilgúr

Í þessari seríu voru blöndur prófaðar með svipaðri aðferðafræði og fyrir seríu VI, að því breyttu að núna var bindiefnið sement. Skipt var út 2,5%, 5% og 7.5% af sementi fyrir bæði óhreinsaðan kísilgúr úr safnþró gömlu kísiliðjunnar og fyrir hreinsaðan og unninn kísilgúr úr innsigliuðum poka frá gömlu Kísiliðjunni. Óhreinsaði kísilgúrinn var annars vegar blanda af óhreinsuðum kísilgúr frá svæðum 1 og 2, og hins vegar óhreinsaður kísilgúr frá svæði 3. Hlutfall milli sands og sements var 2 og vatnssementstalan var $w/c = 0,55$.

Athugasemdir:

Þessar blöndur voru útbúnar og rannsakaðar m.t.t. flotfræðilegra eiginleika blandanna og brotþolsstyrk þeirra, til að skoða möguleikann á því að hreinsaðan og óhreinsaðan kísilgúr sem gæðaauka í hefbundina steinsteypu.



(a) Yfirborðskristöllun á strendingi sem staðið hafði í 50% RH.



(b) Yfirborðskristöllun á strendingi sem staðið hafði í 50% RH.



(c) Engin kristöllun á yfirborði strendinga sem staðið hafði við lægri RH.



(d) Samanburður á lit sementslaustu strendinganna við venjulega steypu.

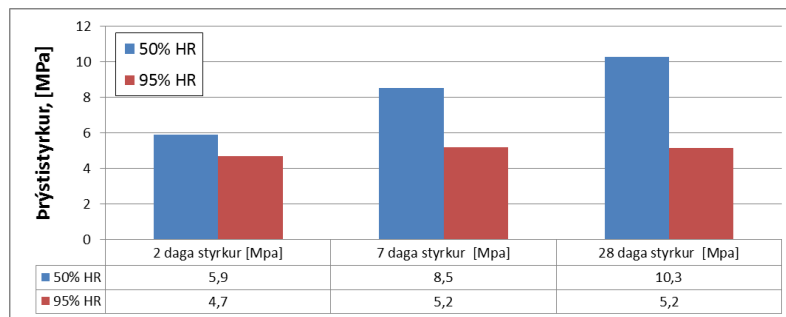
Mynd 36: Strendingar sem fóru ekki í ofn en náðu samt mjög góðum skammtímastyrk.

7 Niðurstöður

Í eftirfarandi undirköflum má finna samantekt á niðurstöðum verkefnisins á verkefnisárinu 2013 - 2014. Í öllum undirköflunum er fjallað um niðurstöður á sementslausu steinlímsblöndunum, að undanskildum kafla 7.11. Þar sem fjallað er um viðbót af hreinsuðum og óhreinsuðum kísilgúr frá Mývatni í sementsbundnar blöndu, sem yfirfara á yfir í steinsteyplöndur.

7.1 Hlufallsraki

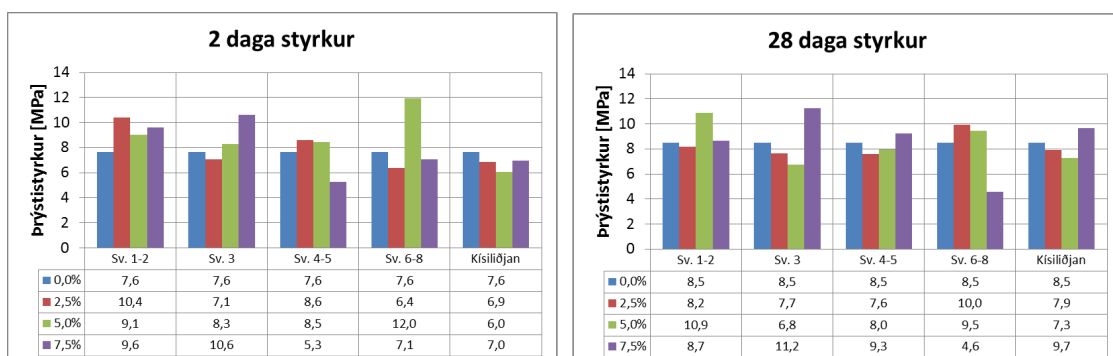
Samanburður á 2ja, 7 og 28 daga þrýstistyrk sementslausu steinlíms viðmiðunarblöndunnar má sjá á mynd 37. Sýnin höfðu annars vegar verið geymd við 50% RH og hins vegar við 95% RH. Á stöplaritinu á mynd 37 sést greinilega að 50% RH gefur viðmiðunarblöndunni hærri styrk og þá sérstaklega m.t.t. langtímastyrks.



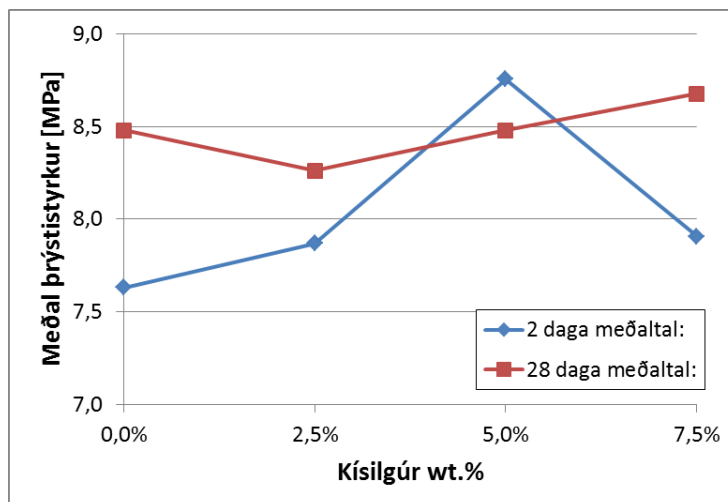
Mynd 37: Samanburður á þrýstistyrk viðmiðunarblöndu verkefnisins við mismunandi hlutfallsraka.

7.2 Kísilgúr viðbót í sementslaust steinlím

Hér fyrir neðan á mynd 38 má sjá gröf sem sýna samanburðarniðurstöður á 2ja og 28 daga þrýstistyrksmæligildum á viðmiðunarblöndunni þar sem gosösku hefur verið skipt út fyrir óhreinsaðan kísilgúr (frá mismunandi svæðum úr safnþróslóni á Mývatni) í mismunandi þyngdarhlutföllum. Samsvarandi þrýstistyrksmæligildi fyrir hreinsaðan og unnin kísilgúr úr innsigliuðum pokum frá gömlu Kísiliðjunni hf. er einnig að finna á mynd 38. Á mynd 39 má svo sjá graf sem sýnir meðalþrýstistyrk af óhreinsuðum kísilgúr frá öllum svæðum tekinn saman fyrir 2ja og 28 daga þrýstistyrk.



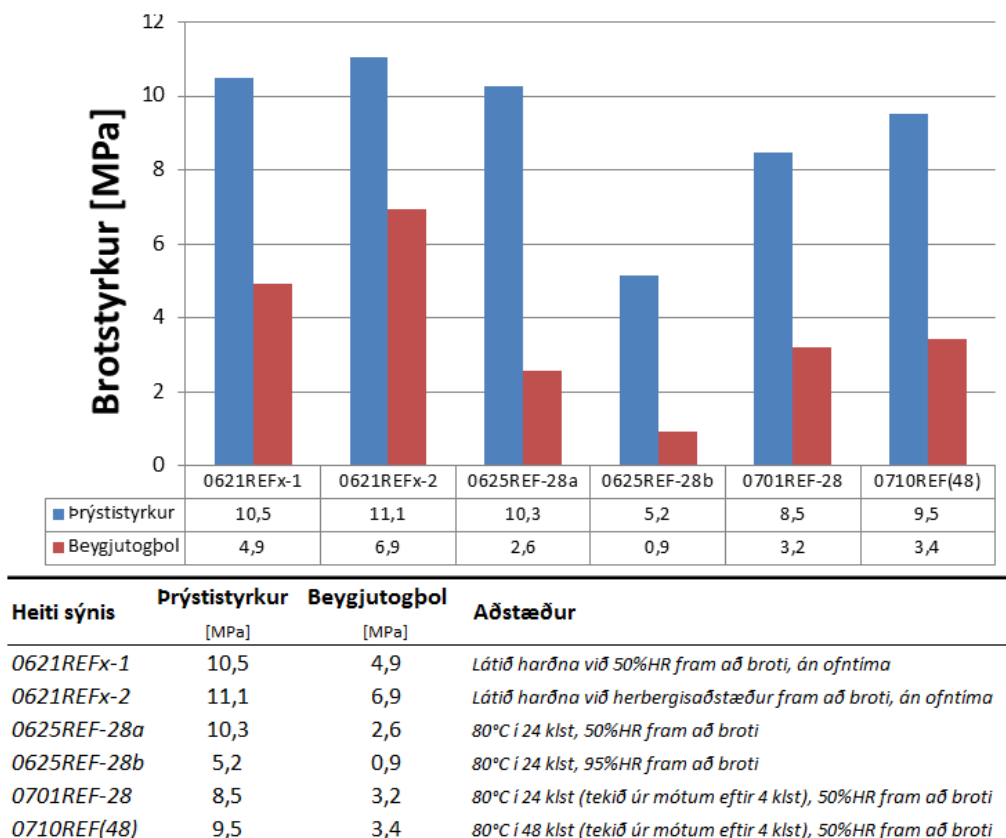
Mynd 38: Samanburður á þrýstistyrk viðmiðunarblöndu með óhreinsuðum kísilgúr frá mismunandi svæðum úr safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar og viðmiðunarblöndu með unnum hreinsuðum kísilgúr frá Kísiliðjunni.



Mynd 39: Meðalþrýstistyrkur kísilgúrsblandna.

7.3 Langtímastyrkur viðmiðunarblöndu – með og án hitameðhöndlunar

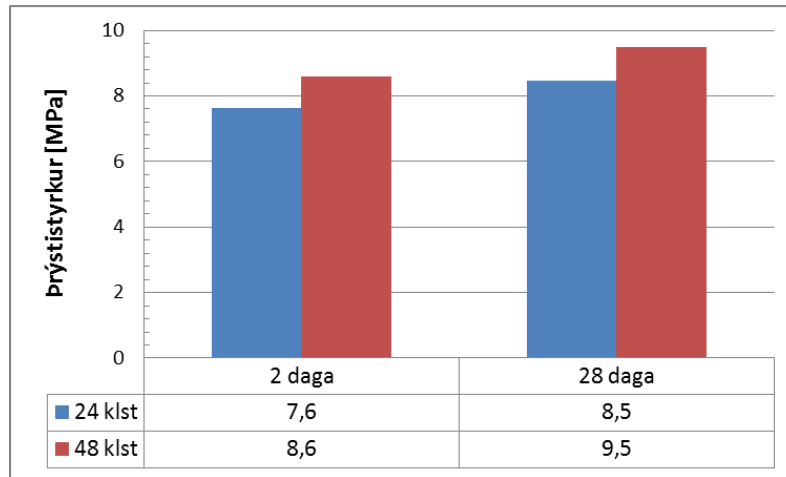
Langtímastyrkur (28 daga) viðmiðunarblöndunnar var svo skoðaður út frá samanburði á hörðunaraðstæðum.



Mynd 40: Samanburður á hörðunaraðstæðum.

7.4 Ofntími – 24 vs. 48 klst.

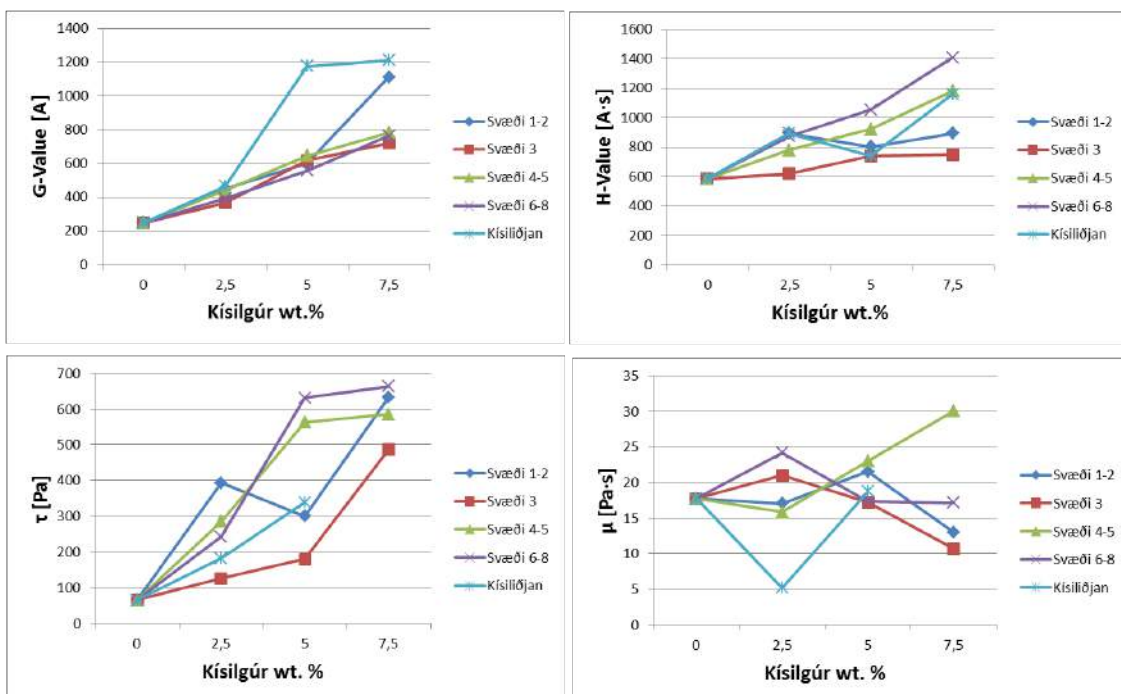
Áhrif þess að halda sementslausu viðmiðunarblöndunum lengur í ofni.



Mynd 41: Samanburður á ofntíma.

7.5 Vinnanleiki sementslausra kísilgúrsblandna

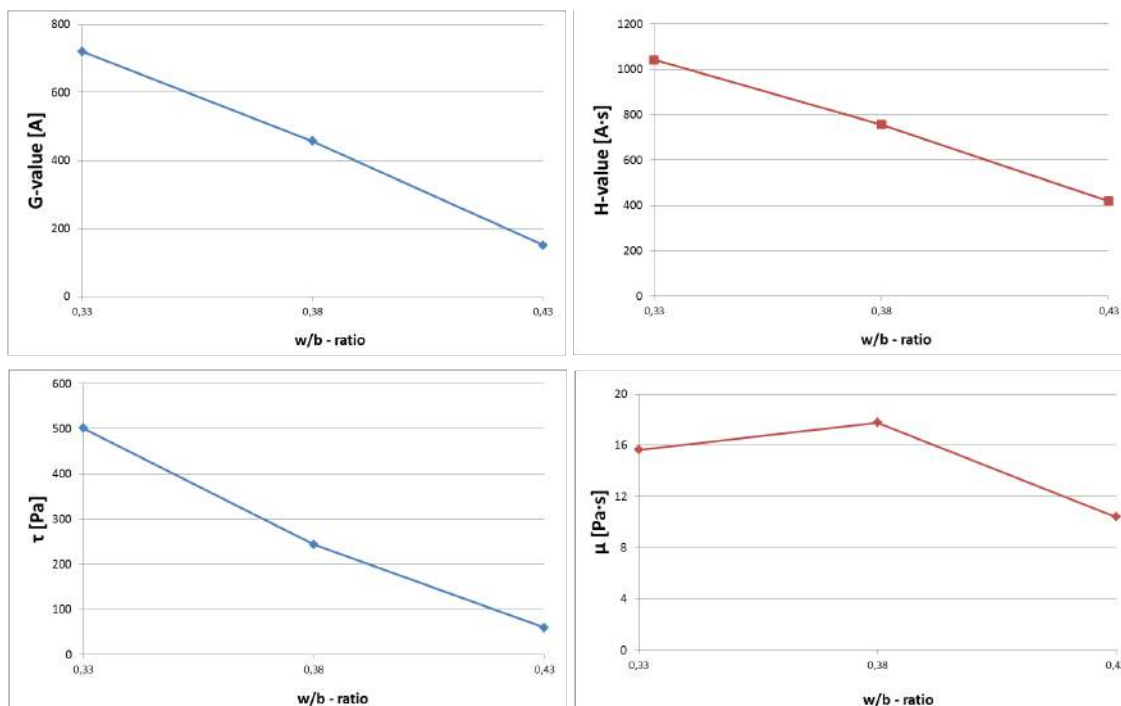
Vinnanleiki kísilgúrsblandna úr sementslausu steinlími út frá flotfræði mæligildum úr seigjumælunum ConTec Rheomixer og ConTec Viscometer 6.



Mynd 42: Flotfræðimæligildi úr ConTec Rheomixer (efri) og ConTec Viscometer 6 (neðri).

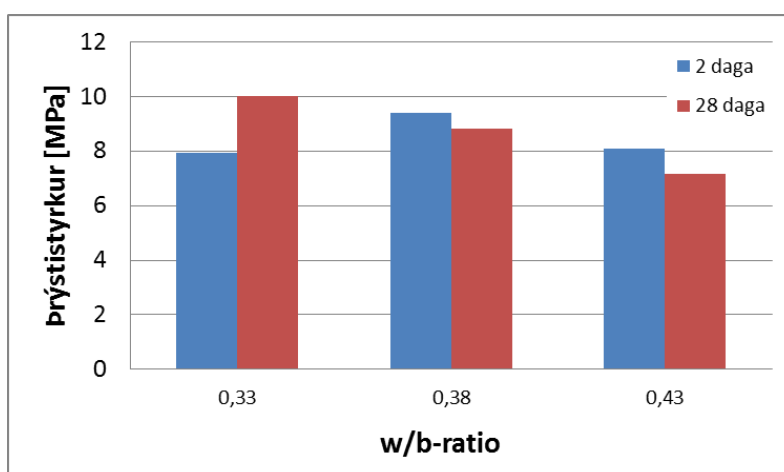
7.6 Vinnanleiki og brotstyrkur sodium silicate blandna með viðbót af kísilryki

Vinnanleiki sementslausra steinlímsblandna með sodium silicate og kísilryki og brotstyrkur miðað við breytilegt w/b-hlutfall, var rannsakaður m.t.t. flotskersspennu og seigju í mælitækjunum ConTec Rheomixer og ConTec Viscometer 6.



Mynd 43: Flotfræðimæligildi úr ConTec Rheomixer (efri) og ConTec Viscometer 6 (neðri)

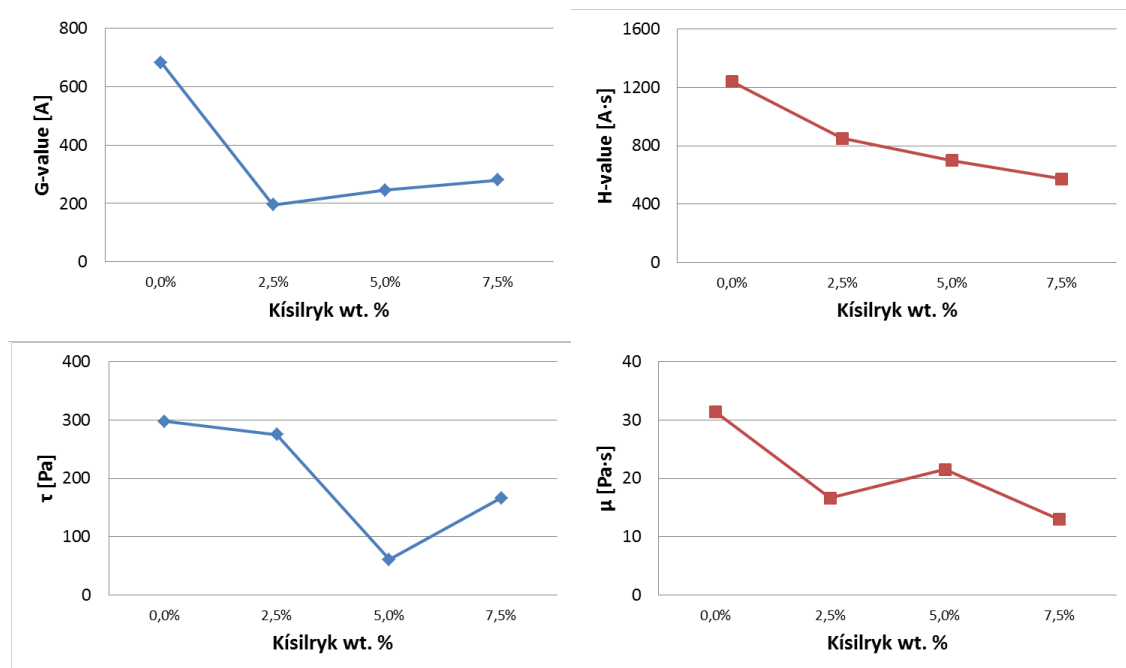
Út frá skammtímastyrknum, sjá mynd 44, var ákveðið að notast við w/b = 0,39 í þeim blöndum sem innihéldu sodium silicate. Eins og gefur að skilja lækkaði seigja blandna eftir því sem w/b-hlutfallið var aukið en markmiðið var að finna það hlutfall sem gaf bestan styrk miðað við vinnanleika og magn vatns.



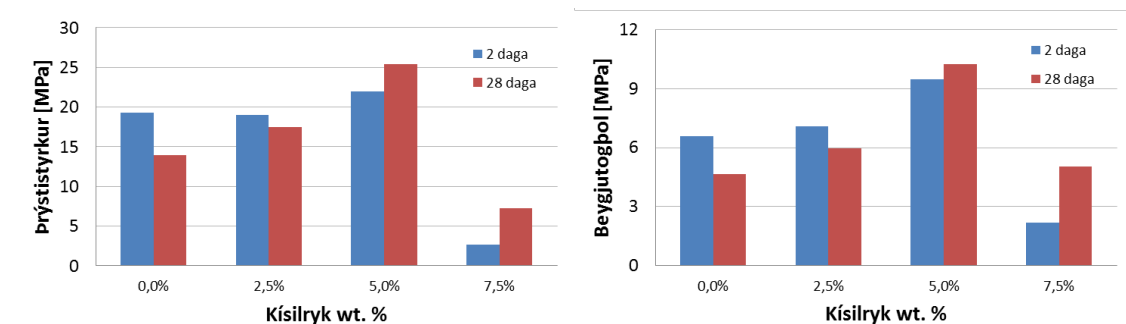
Mynd 44: Samanburður á brotstyrk miðað við breytilegt w/b-hlutfall í blöndum með hátt kísilmagn.

7.7 Kísilryk og sodium silicate

Á myndum 45 og 46 hér fyrir neðan má sjá hvernig breytilegt magn af kísilryki í blöndur þar sem þriðjungji viðbótarvatns hafði verið skipt út fyrir sodium silicate, hafði áhrif á vinnanleika og brotstyrk sementslausu steinlíms blandanna.



Mynd 45: Vinnanleiki sodium silicate blandna skánaði eftir því sem hlutfall kísilryks í blöndunum hækkaði.



Mynd 46: Í sodium silicate blöndum náðist mestur styrkur þegar 5% af þyngd gosöskunnar var skipt út fyrir kísilryk.

Út frá styrksmælingum var ákveðið að útskipting á 5% af þyngd gosösku fyrir sama magn af íslensku kísilryki frá Ekem Ísland, væri besta hlutfallið í áframhaldandi rannsókn. Eins og fram kom í kafla 6 urðu þessar blöndur mjög upphleyptar og er líklegasta skýringin mikil kísilgelun.

7.8 Áloxíði bætt út í blöndur

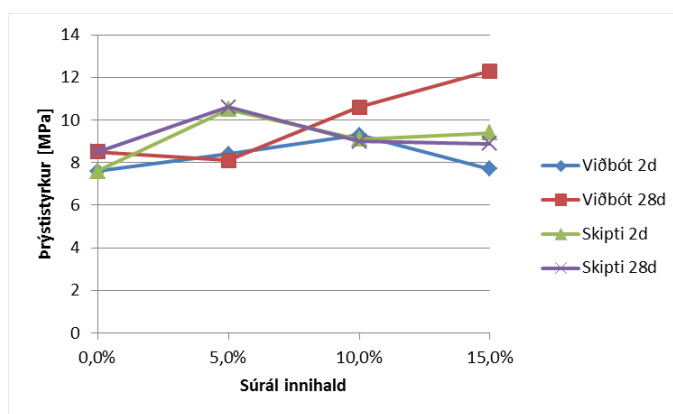
Eins og fram kemur í [7] skilar hærra hlutfall af áli í bindiefni sér í hærri brotstyrk. Samanburður var gerður á styrk viðmiðunarblöndu með viðbót af áloxíði annars vegar og hinsvegar með gosösku skipt út fyrir áloxíð sem hlutfall af þyngd gosösku. Mynd 47 sýnir styrk sementslausu steinlímsblandnanna með annars vegar viðbót af áloxíði við viðmiðunarblönduna og hins vegar með útskiptingu áloxíðs fyrir gosösku. Í báðum tilfellum er um að ræða 5%, 7,5% og 10% magn af áloxíði. Í ljós kom að útskipting gosösku fyrir áloxíð skiladi hærri styrk þegar um 5% útskiptingu er að ræða. Fyrir viðbót af áloxíði við viðmiðunarblönduna, virðist þrýstistyrkurinn hins vegar hækka smám saman með aukinni viðbót af áloxíði og kemur það betur fram í langtíma styrk blandnanna.

Tafla 7: Hlutfall áls aukið með því að bæta áloxíði út í viðmiðunarblöndu.

Áloxíði bætt út í blöndu									
Al ₂ O ₃	Sýni	Þrýstistyrkur, [MPa]		Beygjutogþol, [MPa]		RheoMixer		ViscoMeter	
		2 daga	28 daga	2 daga	28 daga	G [A]	H [A·s]	μ [Pa]	τ [Pa·s]
0,0%	0701REF	7,6	8,5	3,1	3,2	244	585	117	14,8
5,0%	0806XIII-A	8,4	8,1	3,5	4,3	71	380	43	7,5
10,0%	0806XIII-B	9,3	10,6	3,6	3,0	94	442	46	11,4
15,0%	0806XIII-C	7,7	12,3	3,2	3,8	161	562	47	14,2

Tafla 8: Hlutfall áls aukið með því að skipta gosösku út fyrir áloxíð sem hlutfall af þyngd.

Áloxíði skipt út fyrir ösku									
Al ₂ O ₃	Sýni	Þrýstistyrkur, [MPa]		Beygjutogþol, [MPa]		RheoMixer		ViscoMeter	
		2 daga	28 daga	2 daga	28 daga	G [A]	H [A·s]	μ [Pa]	τ [Pa·s]
0,0%	0701REF	7,6	8,5	3,1	3,2	244	585	117	14,8
5,0%	0807XIII-D	10,5	10,6	5,0	2,5	227	607	100	15,9
10,0%	0807XIII-E	9,1	9,0	4,0	3,6	148	510	59	13,2
15,0%	0807XIII-F	9,4	8,9	4,5	3,9	143	498	89	10,7



Mynd 47: Samanburður á styrk viðmiðunarblöndunnar með viðbót af áloxíði og gosösku skipt út fyrir áloxíð.

Viðmiðunarblandan þótti ekki gefa nægilegan styrk og var því ákveðið að kanna áhrif áls í blöndum þar sem þriðjungur viðbótarvatns hafði verið skipt út fyrir sodium silicate og 5% af þyngd gosösku hafði verið skipt út fyrir íslenskt kísilryk.

Eins og fram kom í kafla 6 tótnuðu sýnin út og þurfti því að finna lausn á þeim vanda.

Tafla 9: Hlutfall áls aukið með því að skipta gosösku út fyrir áloxíð sem hlutfall af þyngd.

		Áloxíði skipt út fyrir ösku							
Al ₂ O ₃	Sýni	Prýstistyrkur, [MPa]		Beygjutogþol, [MPa]		RheoMixer		ViscoMeter	
		2 daga	28 daga	2 daga	28 daga	G [A]	H [A·s]	μ [Pa]	τ [Pa·s]
0,0%	0701REF	7,6	8,5	3,1	3,2	244	585	117	14,8
5,0%	0812XV-A	20,2	22,6	7,3	9,6	150	476	65	38,1
10,0%	0812XV-B	24,4	26,6	9,4	9,8	139	487	126	9,4
15,0%	0812XV-C	23,9	23,0	9,0	7,6	148	531	99	10,9

7.9 Gosösku skipt út fyrir slagg sem hlutfall af þyngd í viðmiðunarblöndu

Slagg hafði þau áhrif að strendingar urðu ljósari og þórumagn minnkaði.

Tafla 10: Slaggi bætt út í viðmiðunarblöndu.

		Slaggi bætt út í blöndu							
GGBS	Sýni	Prýstistyrkur, [MPa]		Beygjutogþol, [MPa]		RheoMixer		ViscoMeter	
		2 daga	28 daga	2 daga	28 daga	G [A]	H [A·s]	μ [Pa]	τ [Pa·s]
0,0%	0701REF	7,6	8,5	3,1	3,2	244	585	117	14,8
10,0%	0808XIV-A	6,4	9,2	1,5	1,7	197	414	126	12,9
20,0%	0808XIV-B	5,3	6,5	0,9	1,2	332	541	223	13,3
30,0%	0808XIV-C	6,1	7,2	0,8	1,2	377	552	267	13,8

Tafla 11: Gosösku skipt út fyrir slagg sem hlutfall af þyngd í blöndu þar sem þriðjungi vatns hafði verið skipt út fyrir sodium silicate og 5% af þyngd gosösku skipt út fyrir kísilyrk.

		Slaggi bætt út í sodium silicate-blöndu með 5% kísilyrk							
GGBS	Sýni	Prýstistyrkur, [MPa]		Beygjutogþol, [MPa]		RheoMixer		ViscoMeter	
		2 daga	28 daga	2 daga	28 daga	G [A]	H [A·s]	μ [Pa]	τ [Pa·s]
0,0%	0701REF	7,6	8,5	3,1	3,2	244	585	117	14,8
10,0%	0813XVI-A	8,1	8,9	1,5	2,0	182	618	82	15,9
20,0%	0813XVI-B	10,4	11,5	1,3	2,2	190	608	116	16,8
30,0%	0813XVI-C	14,1	14,2	1,5	1,7	236	743		

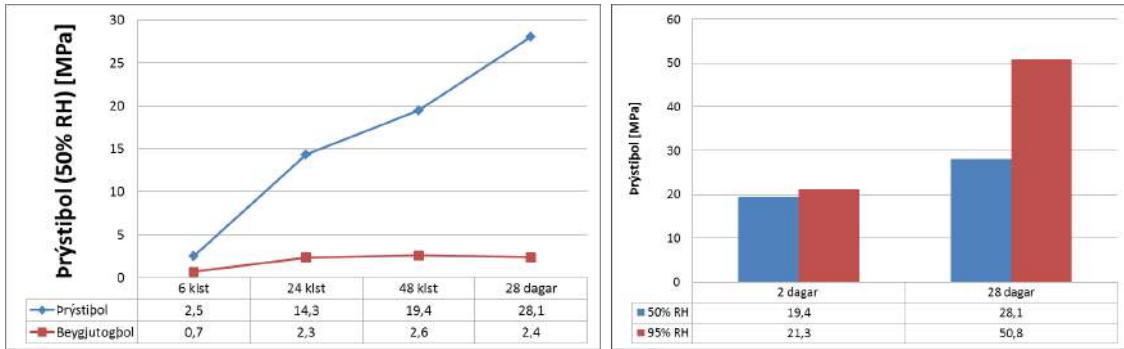
Slaggið bætti ekki styrk blandanna en gerði það þó að verkum að viðloðun strendinga og móta varð engin. Því var ákveðið að prófa blöndur sem mynduðu mikla kísilgelun, þ.e. innihéldu hátt hlutfall áloxíðs og kísildíoxíðs.

7.10 Blöndur sem þurftu ekki ofnmeðhöndlun – Sería XIX-C

Með því að skipta út helming gosöskunnar fyrir 30% slagg, 5% kísilyrk og 15% áloxíð tókst að gera blöndur sem hörðnuðu á innan við 30 mínútum. Í upphafi blöndunarferlis var blandan mjög viðráðanleg og blaut en harðnaði hratt eins og áður hefur komið fram.

Ekki náðist að gera flotfræðimælingar á þessari blöndu og ber að hafa varann á þegar flotfræðimælingar eru gerðar þar sem að blandan harðnar mjög hratt Til stendur að vinna frekar með þessa blöndu og gera hana meðhöndlunlegri á næsta verkefnisári verkefnisins, með frekari breytingu á efnasamsetningu blöndunnar eða með því að bæta seinkara út í blönduna eða auka vatns/bindiefnahlutfall hennar.

Á bls 51 er mynd sem sýnir samantekt á flestum þeim styrtkarmælingum sem framkvæmdar voru á verkefnisárinu 2013 - 2014 fyrir sementslausar steinlímsblöndur. Ljóst er að þetta verkefnisár verkefnisins hefur markað tímamót í verkefninu þar sem nú hefur verið fundin aðferð til að útbúa íslenskar sementslausar steinlíms blöndur sem ekki þurfa



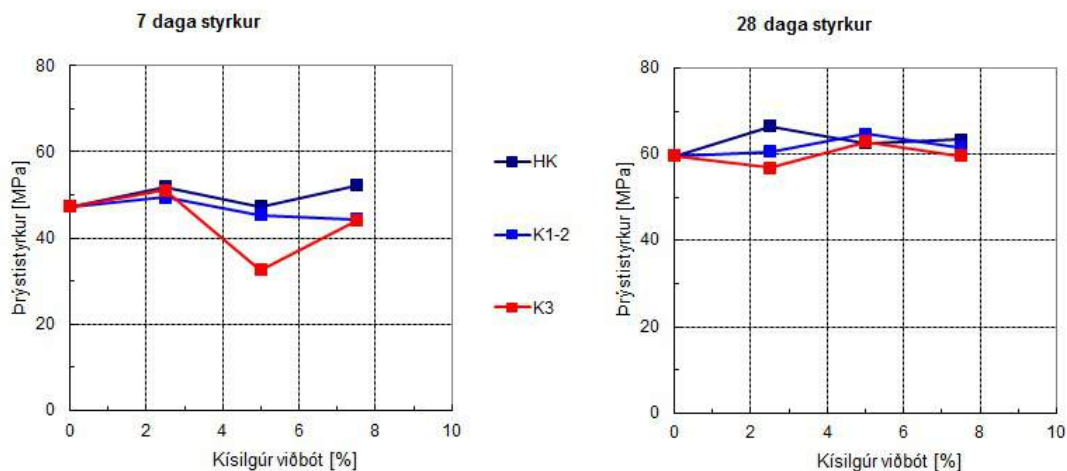
Mynd 48: Brotstyrkur blöndu sem þurfti ekki ofn. Skammtímastyrkur jókst hratt og virtist það bæta styrk að geyma sýnin í rakaklefa.

lengur hitameðhöndlun til þess að ná góðum styrktarniðurstöðum.

Næsti undirkaflí sýnir niðurstöður á sementsbundnum múrblöndum, sem yfirfærðar verða seinna yfir í steypublöndur, með íslenskum kísilgúr frá Mývatni. Um er að ræða blöndur sem innihalda bæði óhreinsuðan kísilgúr úr gamalli safnþró Kísiliðjunnar hf. og líka blöndur sem innihalda unninn og hreinsaðan kísilgúr úr innsögluðum pokum úr síðustu framleiðslu gömlu Kísiliðjunnar.

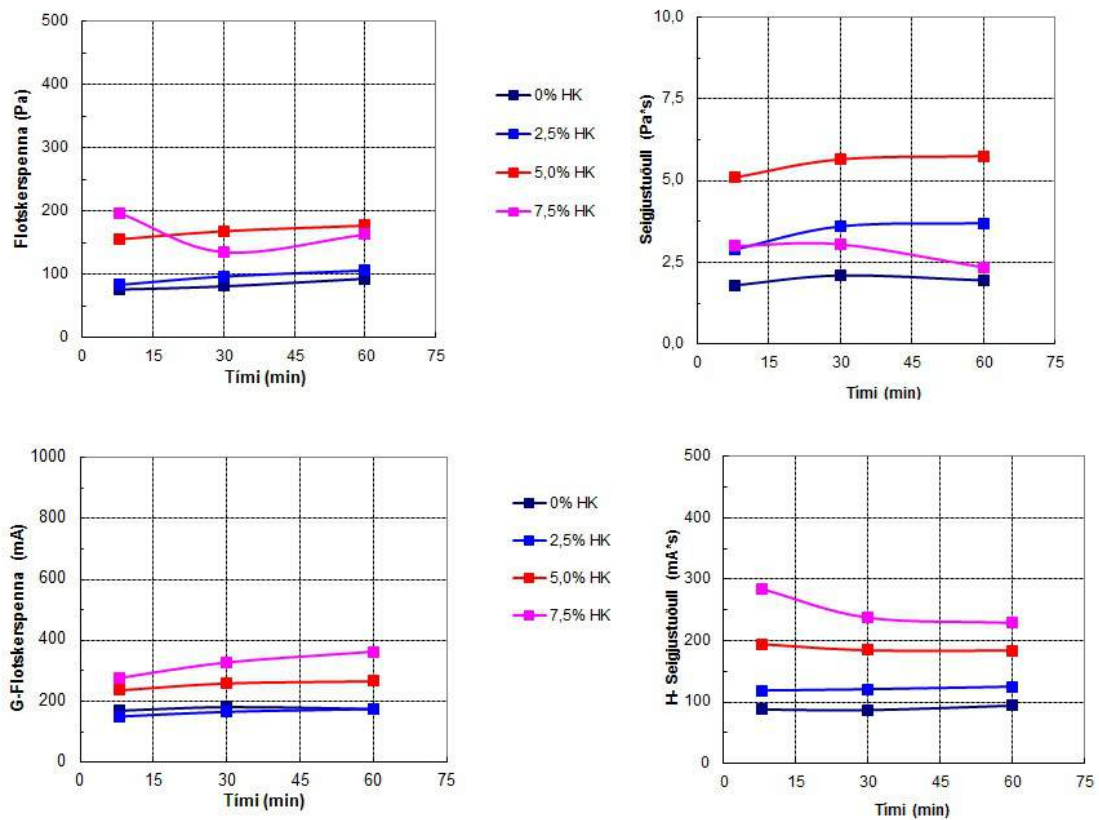
7.11 Sementsbundinar múrblöndur með kísilgúr viðbót

Á mynd 49 má sjá hvernig útskipting á sementi fyrir kísilgúr hefur áhrif á þrýstistyrk eftir 2 daga og 28 daga. Ekki er að greina mikinn mun í styrk, hvort sem að um er að ræða kísilgúrs magn eða tegund kísilgúrs.

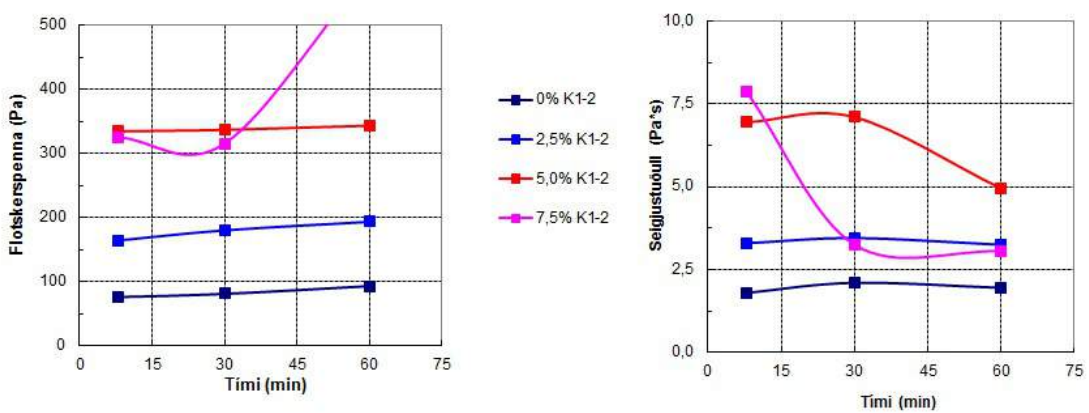


Mynd 49: Samanburður á þrýstistyrk á múrblöndum með óhreinsuðum kísilgúr frá mismunandi svæðum úr gamalli safnþró gömlu Kísiliðjunnar og með unnunum og hreinsuðum kísilgúr frá Kísiliðjunni.

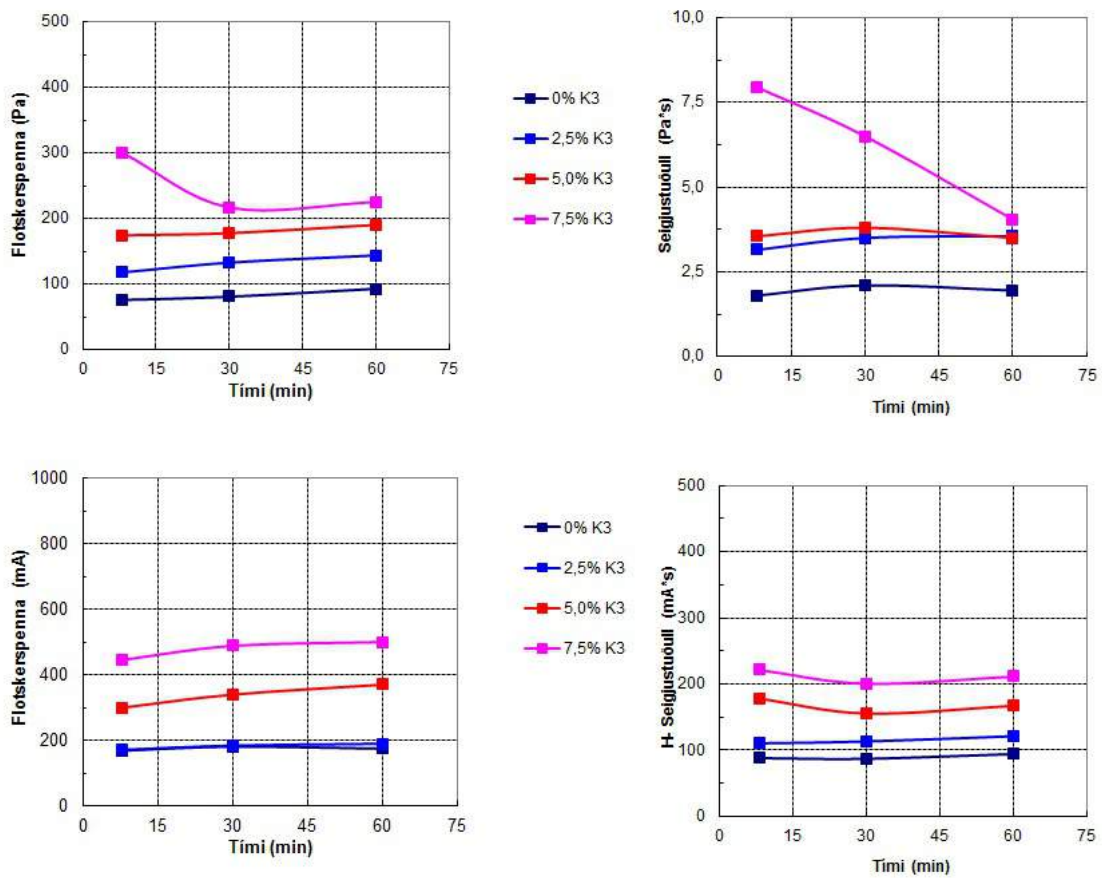
Á myndum 50, 51 og 52 má sjá hvernig flotfræði blandanna breytist sem fall af tíma. Þar sést að almennt séð hækkar flotskerspenna og seigjustuðull með auknu kísilgúrs magni. Blöndurnar með hreinsuðum kísilgúr voru aðeins vinnanlegri en þær sem innihéldu óhreinsaðan kísilgúr. Ekki var um mikið um þjálnistap að ræða í þessum blöndum og voru gildin almennt stöðug á þessum fyrsta klukkutíma eftir blöndun þeirra.



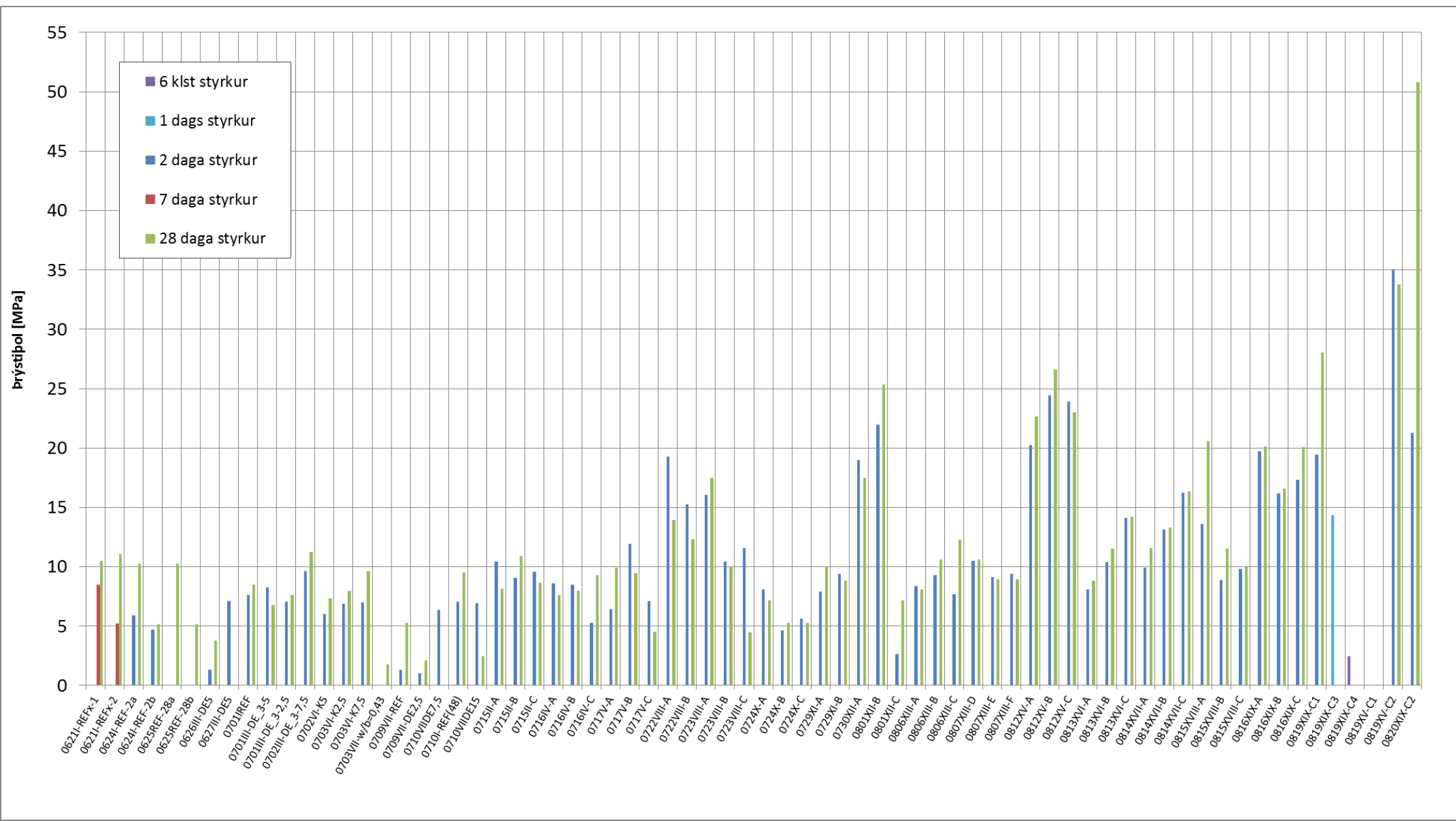
Mynd 50: Flotfræðimælingar sem fall af tíma í tveimur seigjumælum fyrir múrblöndur með sementi og hreinsuðum kísilgúr frá Kísiliðjunni hf.



Mynd 51: Flotfræðimælingar sem fall af tíma í tveimur seigjumælum fyrir múrblöndur með sementi og kísilgúr frá svæðum 1 og 2 úr safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf.



Mynd 52: Flotfræðimælingar sem fall af tíma í tveimur seigjumælum fyrir múrblöndur með sementi og kísilgúr frá svæði 3 í safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf.



8 Niðurlag

Hámarksskammtímastyrkurur sem náðist í verkefninu var 51 MPa fyrir 28 daga styrk á sementslausum steinlímsblöndum, sem telst mjög góður árangur. Einnig náðist að gera blöndu sem náði 35 MPa í skammtímastyrk, eftir einungis 2 daga eftir blöndun, án þess að fara í ofn. Á bls 51 er mynd sem sýnir samantekt á flestum þeim styrktarmælingum sem framkvæmdar voru á verkefnisárinu 2013 - 2014 fyrir sementslausar steinlímsblöndur. Ljóst er að þetta verkefnisár verkefnisins hefur markað tímamót í verkefninu þar sem nú hefur verið fundin aðferð til að útbúa íslenskar sementslausar steinlímsblöndur sem ekki þurfa lengur hitameðhöndlun til þess að ná góðum styrktarniðurstöðum.

Rannsóknarvinna á kísilgúrnum fyrir íslenska sementslausa eldfjallaöskusteinlímið sem verið hefur í þróun undanfarin ár, komu vel út og reyndist óhreinsaði kísilgúrinn hafa jákvæð áhrif á skammtímastyrk sementslausa steinlímsins. Kísilgúrinn virðist líka hafa örlítil jákvæð áhrif á langtímastyrk blandanna (þ.e. á 28 daga styrk). Það merkilega var að fyrir sementslausa steinlímið kom óhreinsaði kísilgúrinn jafnvel betur út með tilliti til styrkmyndunnar heldur en hreinsaði kísilgúrinn.

Varðandi þau áhrif sem viðbót af kísilgúr hafði á almenn sementsbundin efni og steinsteypu, leiddi verkefnið í ljós að kísilgúrinn hafði hvorki neikvæð né jákvæð áhrif á styrktarmyndun sementsbundnu blandanna, en hins vegar varð vinnanleiki blandanna lítt verri með hækkuðu þyngdarhlutfalli kísilgúrsins í blöndunum. Því virðist sem það megi nota kísilgúr í þeim tilgangi að draga úr bindiefnakostnaði í sumum tilfellum og væri því kísilgúrinn tilvalinn til þess. Niðurstöðurnar gefa til kynna að fyrir styrktarmyndun sementsbundinna efna, skipti staðsetning óhreinsaða kísilgúrsins í safnþróarlóni gömlu Kísiliðjunnar hf. eða hvort kísilgúrinn hafi verið unninn og hreinsaður ekki máli. Út frá þeim efnagreiningum og prófunum sem framkvæmdar voru í verkefninu kom í ljós að hlutfall lífrænnar leifar (þ.e. CH keðjur, sem eru c.a. 10% af heildarefninu) er of há til að hægt sé að nota kísilgúrinn óhreinsaðan til steypuframleiðslu eða sem viðbót í steinsteypu sem innheldur hefðbundið sement. Hlutfall lífrænnar leifar er hins vegar ekki jafn mikið vandamál fyrir sementslausa steinlímið þar sem allt önnur efnaferli eru þar í gangi. Hins vegar virðist vera um áhugaverðar niðurstöður að ræða fyrir bæði óhreinsaða og hreinsaða kísilgúrinn einnig fyrir sementsbundin efni. Einföld grófhreinsun óhreinsaða kísilgúrsins, er kannski nægileg til þess að einnig verði hægt að nota óhreinsaða kísilgúrinn, í sementsbundin efni, líkt og virðist koma vel út í umhverfissvænu sementslausu steinlími. Það þarf þó að kanna nánar. Vert ber að nefna að óhreinsaði kísilgúrinn er til í miklu magni ónýttur í safnþró Landeigendafélag Reykjahlíðar. Safnþróin líkist meir stóru stöðuvatni eða lóni og er talið að rúmlega 10. þúsund tonn eða meira, séu af óhreinsuðum kísilgúr í lóninu). Tilvalið væri því að finna nýtingu á þessu vannýtta efni.

Ýmislegt bendir til að kornastærð íblöndunarefna hafi almennt töluverð áhrif á þéttleika sementslausra steinlímsblandna sem og dreifingu efna í múrblöndunum, en viðbót af finni efnum eins og slaggi (e. ground granulated blast-furnace slag) skilaði sér í þéttari sementslausum steinlímsblöndum með minni holrýmd.

Eins og kom bersýnilega fram á síðasta verkefnaári verkefnisins, hefur það jákvæð áhrif á styrktarmyndun að lengja þann tíma sem sýni dvelja í ofni. Hins vegar má stytta þann tíma með því að afmóta sýni fyrr í ferlinu og láta þau standa ber í ofni líkt og gert var á þessu verkefnaári. Þetta á þó ekki við um allar blöndurnar, en í sumum tilfellum dró það úr styrk að afmóta sýnin og láta þau standa ber í ofni (t.d. REF-28 með og án móta). Það

Þótti hins vegar nauðsynlegt að framkvæma ferlið á þennan hátt til þess að vinna gegn samloðun sýna við mót.

Rannsóknir á viðloðun sýna við mót úr annarskonar efnum benti til þess að mót úr POM valdi engri samloðun og er því sterklega mælt með því að framleiða slík mót ef farið verður út í frekari rannsóknir á íblöndunarefnum í verkefninu, þar sem slík sýni virðast geta valdið samloðun sýna við stálmót.

Í ljós kom að jarðefna fjölliðunin (e. geopolymerization) sem á sér stað í þeim sementslausu steinlímsblöndum sem gerðar voru leitast við að losa vatn úr kerfinu, en þetta fékkst staðfest þegar samanburður var gerður á styrk samskonar blandna sem stóðu annars vegar við 50% hlutfallsraka og hins vegar við 95% hlutfallsraka. Mælingar á skammtímastyrk skiludu sér í mjög sambærilegum gildum bæði fyrir blöndur sem höfðu dvalið í 50% RH og 95% RH. Því má draga fram þá ályktun að eftir því sem að kísilgelunin í sýnunum er minni þarf meiri hita til að ná fram styrk, en umræddar blöndur innihéldu mikið magn af áloxíði og kísildíoxíði (á formi kísilryks og sodium silicate) sem olli mikilli kísilgelun.

Mestur skammtímastyrkur sem náðist í verkefninu var 35,1 MPa og var það fyrir blöndu sem innihélt 5% kísilryk af bindiefnahlutfalli, 15% áloxíð af bindiefnahlutfalli, og þriðjungi viðbótarvatns hafði verið skipt út fyrir sodium silicate (sjá blöndu 0819XV-C2). Þessi blanda þurfti þó að hitna í ofni til þess að ná fram skammtímastyrk og til að ná fram sem mestum styrk var þessi blanda látin vera í ofni í 48 klst. Samskonar blanda sem var 24 klst í ofni náði 23,9 MPa. Þegar þessi blanda var gerð með 30% slaggi m.v. bindiefnahlutfall (þ.e. 50% af gosösku skipt út fyrir áður nefnd efni) fengust bestaðar blöndur sem ekki þurftu hitameðhöndlun til að ná fram góðum skammtímastyrk (sjá blöndur 0819XIX-C og 0820XIX-C).

Framhald af þessu verkefni gæti falið í sér að kanna frekar þær blöndur sem ekki þurftu hitameðhöndlun til að ná góðum skammtímastyrk. Umræddar blöndur hördnuðu mjög hratt og má lýsa ferlinu þannig að blöndurnar fari úr því að vera fljótandi og í hart ástand á 15-30 mínútum, en 6 klukkustunda styrkur reyndist vera um 2,5 MPa. Hægt væri að bæta seinkara út í blönduna til að auka vinnanleika blöndunnar, auk þess að lækka styrk basans til þess að kanna áhrif hans, athuga áhrif finni kornastærðar hráefna sementslausu steinlíms blandanna og jafnvel kanna gosösku frá öðrum svæðum.

Einnig mætti kanna sömu atriði í 0819XV-C blönduna en verkefnahópurinn telur ástæðu fyrir miklum styrk hennar vera þykkt glansandi lag af sodium silicate sem myndaðist á yfirborði hennar og virtist taka mest allt álagið í styrktarmælingunni. Möguleg ástæða fyrir þessu *sodium silicate*-lagi er að kornastærð gosöskunnar er ekki nægilega fín og blöndun efna verður þar af leiðandi ekki nægilega góð.

Í næsta kafla má finna heimildarkönnun sem framkvæmd var af Erni Erlendssyni, þar sem lauslega er farið yfir nokkrar heimildir sem tengjast sementslausum steinlíms/-geopolymer rannsóknum á einn eða annan hátt. Hafa ber í huga að sá texti er ritaður í upphafi þessa verkefnis og voru rannsóknir þessa verkefnisárs 2013, því ekki hafnar þegar heimildarkönnunin var framkvæmd. Heimildarkönnunin verður því uppfærð á næsta verkefnisári verkefnisins.

9 Viðauki 1: Heimildakönnun

Í eftirfarandi kafla er farið yfir ýmsar niðurstöður úr samskonar rannsóknum og þær ræddar í samanburði við þær tilraunir sem gerðar voru á síðasta verkefnaári verkefnisins. Ýmsar athugasemdir eru gerðar og vangaveltur varðandi hörðunaraðstæður, hlutfall $\text{SiO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$, mólstyrk alkali-virkjandi lausna og fleira. Yfirlit yfir þær vísindaritsgreinar og skýrslur sem koma fram í þessari yfirferð eru birtar í töflu 12. Hafa ber í huga að heimildakönnun þessi var framkvæmd áður en að allar blöndur voru blandaðar og rannsakaðar á þessu verkefnisári verkefnisins.

Tafla 12: Samanburðargreinar og rannsóknir.

Höfundar	Titill	Ár
A. Aydin, et al.	<i>Influence of volcanic originated natural materials as additives on the setting time and some mechanical properties of concrete.</i> [8]	2006
A. Ergün, et al.	<i>Effects of the usage of diatomite and waste marble powder as partial replacement of cement on the mechanical properties of concrete.</i> [9]	2010
B. Yilmaz, et al.	<i>The use of raw and calcined diatomite in cement production.</i> [10]	2007
D. Fragoulis, et al.	<i>The physical and mechanical properties of composite cements manufactured with calcareous and clayey Greek diatomite mixtures.</i> [11]	2005
D. Kastis, et al.	<i>Properties and hydration of blended cements with calcareous diatomite.</i> [6]	2006
H. Tchakoute Kouamo , et al.	<i>Synthesis of volcanic ash based geopolymer mortars by fusion method: Effects of adding metakaolin to fused volcanic ash.</i> [7]	2013
H. Tchakoute Kouamo , et al.	<i>The effect of adding alumina-oxide to metakaolin and volcanic ash on geopolymer products – A comparative study.</i> [5]	2012
L. Agullo, et al.	<i>Fluidity of cement pastes with mineral admixtures and superplasticizers: A study based on the Marsh Cone Test.</i> [12]	1999
M. Fadhil, et al.	<i>Effect of superplasticizer and NaOH molarity on workability, compressive strength and microstructure of self-compacting geopolymer concrete.</i> [13]	2011
M. Khater, et al.	<i>Effect of silica fume on the characterization of the geopolymer materials.</i> [14]	2012
M. Stamatakis, et al.	<i>The influence of biogenic micro-silica-rich rocks in the properties of blended cements.</i> [15]	2002
N. Degirmenci, et al.	<i>Use of diatomite as partial replacement for portland cement in cement mortars.</i> [16]	2008
P. Chindaprasirt, et al.	<i>Effect of SiO_2 and Al_2O_3 on the setting and hardening of high calcium fly ash-based geopolymer systems.</i> [17]	2012
P. De Silva, et al.	<i>Kinetics of geopolymerization: Role of Al_2O_3 and SiO_2.</i> [18]	2007
P. Lemougna, et al.	<i>Synthesis and thermal properties of inorganic polymers (geopolymers) for structural and refractory applications from volcanic ash.</i> [19]	2011
R. Siddique, et al.	<i>Effect of volcanic ash on the properties of cement paste and mortar.</i> [20]	2011
R. Siddique, et al.	<i>Properties of concrete made with volcanic ash.</i> [21]	2012
S. Patankar, et al.	<i>Effect of water-to-geopolymer binder ratio on the production of fly ash based geopolymer concrete.</i> [22]	2013
Umhverfissráðuneytið	Áhrif Kísiliðjunnar hf. á lífríki Mývatns. [23]	1991

9.1 Kísilgúr og kísilyrk

- 0-10% útskipting af Portland Cementi (PC) fyrir kísilgúr gaf styrktaraukningu samkvæmt [9], en aftur á móti dregur sambærileg aukning af kísilgúr úr styrk samkvæmt [16]. Í báðum tilfellum voru sýnin geymd í vatnsbaði (lime-saturated) fram að styrktarprófun (þ.e. eftir að hafa harðnað í 24 klst).
- Viðbót af kísilgúr lækkar fjaðurstuðul (e. Young's Modulus) sementsbundinna efna samkvæmt [8].
- Mælt er með að nota ofurflotefni (e. superplasticizers) í blöndum sem innihalda kísilgúr í sementsbundnum efnum vegna mikillar vatnsþarfar kísilgúrsins, sjá [10]. Þar er einnig mælt með að hitameðhöndla kísilgúrin til að breyta örsmæðarbyggingu (e. *micro-structure*) efnisins.
- Í [11] eru tilraunir gerðar með kísilgúr frá mismunandi svæðum, þ.e. með mismunandi eiginleika. Í nokkrum tilfellum næst ágætis styrktaraukning (allt að 21%). Þær blöndur sem gefa mesta styrktaraukningu eru þær blöndur sem hafa lægra hlutfall af $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, þ.e. meira magn af Al_2O_3 . Athuga ber þó að kísilgúrin sem notaður var innihélt mun meira magn af járnoxíði (Fe_2O_3) heldur en sá kísilgúr sem notaður er í okkar verkefni. Ekki náðist styrktaraukning í öllum tilfellum hjá þeim og dróg stundum gífurlega úr styrk.
 - Hörðun og aðhlynnig (e. curing) á sýnunum fór fram í rakaklefa við kjörhitastig (20°C). Stærð sýna var stöðlum fyrir styrktarmælingar á múr og efjublöndum eins og í okkar rannsókn.
 - Kísilgúrin sem notast var við í ofangreindri rannsókn var í hörðu ástandi (steinar), og var hann mulinn þar til kornastærð efnisins taldist vera heppileg.
 - Sá kísilgúr sem innihélt mikið kalk-magn (CaO) gaf mun minni styrktaraukningu.
- Samkvæmt [12] er vatnsþörf mun meiri í þeim kerfum sem innihalda kísilgúr heldur en í þeim kerfum sem innihalda kísilyrk og þar að leiðandi þarf meira magn af ofurflotefni (e. superplasticizer (SP)) til að halda floteiginleikum sementsbundinna blanda sem innihalda kísilgúr. Allt að 15% viðbót af SP er notuð í ofangreindri rannsókn en talið er óæskilegt að nota viðbót umfram 10% án þess að auka vatnsmagn samhliða SP-viðbótinni [12].
- Eins og raun bar vitni á síðasta verkefnaári, er mælt með í [14] að auka þurfi vatns- og ofurflotefna-magn þegar kísilyrki er bætt út í sementslausar geopolymer blöndur. Þess ber þó að geta að í þessari til teknu rannsókn [14], er einungis mælt með auknu vatns- og SP-magni þegar viðbót kísilyrks er umfram 7%, en ekki var notast við SP við gerð þessa verkefnis og w/b hlutfallinu var haldið föstu í w/b = 0,3.
- [14] greinir frá styrktaraukningu sýna með viðbót af kísilyrki 0 - 7% en styrktarlækkun í þeim sýnum sem innihalda 10% viðbót af kísilyrki. *Ath:* Undirstöðuefnin í þessum blöndum voru metakaolin og úrgangssteypa (e. waste concrete) í hlutfallinu 50:50 og úrgangssteypunni skipt út fyrir kísilyrk á kerfisbundinn hátt.

Vangaveltur og spurningar varðandi kísilgúrs-, og kísilryksblöndur

- Getur verið að það sé nauðsynlegt að hindra vatnsuppgufun í blöndum sem innihalda kísilgúr vegna mikillar vatnsþarfar efnisins, t.d. með því að loka mótum í hitunarferlinu?
- Getur verið að kornastærð þurrkuðu (og muldu) kísilútfellinganna sem notaðar voru á síðasta verkefnisári, hafi ekki verið næganlega smá? Þetta gæti mögulega hafa orsakað lítinn þéttleika sýna sökum of mikils yfirborðsflatar kísilkorna. Áhugavert væri að kanna áhrif þess að mylja kísilútfellingarnar enn meira. Mögulega myndu þær þá blandast betur við þurrefnin. Sama væri áhugavert að rannsaka fyrir blöndur sem innihalda íslenkan kísilgúr. Kornastærð kísilgúrs sem notaður var í [8] var $63\mu\text{m}$, en þar dróg úr styrk við útskiptingu sements fyrir kísilgúr miðað við viðmiðunarblöndu. Aftur á móti jókst styrkurinn (þó ekki upp fyrir viðmiðunarblöndu) eftir því sem magn kísilsins var aukið (1 - 4%).
- Sökum þess hversu há vatnsþörf kísilgúrsins er, þyrfti að prufa að auka vatnsmagn í kísilgúrsblöndum enn meira heldur en gert var á síðasta verkefnisári og/eða bæta út í blöndurnar ofurflotefni eða lignosulfonati.
- Ágætis samantekt er gerð í samantektarkaflanum í [10], en þar kemur meðal annars fram: *"Diatomite addition to cement increases SiO₂ and reduces Na₂O and K₂O contents which may chemically enable the production of more durable concretes"* [10].
- Hreinsunarferli kísilgúrs við Kísiliðjuna hf. er lýst í nefndaráliti frá Umhverfissráðuneytinu [23]. Þar er talað dælingu kísilgúrs til jarðgufuþurrkara sem skilar honum sem 96% þurrefni. Efnið er svo sent til frekari þurrvinnslu sem einnig er lýst í þessari samantekt. Notast er við íblöndun brennisteinssýru og natríum karbónats í hreinsunar- og þurrkunarferlinu. Þar að auki er efnið glætt við háann hita og síað.

9.2 Hlutfall SiO₂/Al₂O₃

- Áhugavert væri að kanna áhrif hlutfalls Si/Al eða SiO₂/Al₂O₃ á brotstyrk líkt og gert er í [5]. Lækkun á þessu hlutfalli (þ.e. aukning á Al₂O₃) ætti að hækka brotstyrk samkvæmt [5].
- Aðrar niðurstöður fengust þó í [18], en þar er talið að aukning á Al₂O₃ (þ.e. lækkun á SiO₂/Al₂O₃ hlutfallinu) dragi úr styrk. Tchakoute et al. gera grein fyrir þessu ósamræmi í vísindagrein sinni [5] og telja ástæðuna vera að kornastærð Al₂O₃ er mun minni heldur en kornastærð gosöskunnar og er því Al₂O₃ hvarfgjarnara þegar efnin sundurleysast (e. dissolution) [5]. Lítið magn Al₂O₃ í gosösku gæti þar af leiðandi verið ástæðan fyrir lágum styrk tiltekinna sýna, sjá nánar í [5]. Einnig kemur fram í [18], að með því að auka SiO₂/Al₂O₃ hlutfallið eykst storknunartími blöndunnar.
- Aftur er fjallað um SiO₂/Al₂O₃ hlutfallið í [17], en þar kemur fram að aukið magn SiO₂ hafi neikvæð áhrif á styrktarmyndun sýna á meðan að aukið magn Al₂O₃ hafi hverfandi áhrif á styrktarmyndun. Hér er þó um að ræða kalsíum-rík kerfi og type-C flugösku. Mestur styrkur fékkst fyrir hlutfallið 2,87 en samkvæmt höfundum í [17], er ákjósanlegasta hlutfallið, miðað við storknunartíma og styrktarmyndun, á bilinu 3,20 -3,70 [17].

9.3 Hörðunaraðstæður og blöndunarferli

- Sama stærð af mótum, og notast var við í þessari skýrslu á síðasta verkefnaári, er notuð í [10], en þar eru sýnin látin harðna við herbergisaðstæður í sólarhring og geymd í vatnsbaði (e. curing bath) við 20°C fram að broti (2, 7 og 28 daga brotpróf, sýni látin þorna í sólarhring fyrir brot) [10].
- Í [19] var hörðunarfarið eftirfarandi:
 - 1) 24 klst í ofni við 40°C (sýni hulið)
 - 2) 24 klst í ofni við 40°C (ekki hulið)
 - 3) 5 daga hörðunartími við 40, 70 eða 90°C eða í vatnsbaði við herbergisaðstæður.
- Getur verið að hár ofnhiti hafi ýtt undir þá miklu samloðun við mót sem átti sér stað í rammsóknarferli síðasta verkefnisárs verkefnisins?
- Spurning er hvort að hægt væri að meðhöndla þær blöndur sem líklegar eru til að loða mikið við mótin (sbr. water-glass blöndurnar í fyrra) í líkingu við það sem gert er í [6] þ.e. losa sýnin úr mótunum eftir mun skemmri tíma (t.d. eftir 6 eða 12 klst eftir blöndun) og láta þau svo harðna við herbergisaðstæður eða í rakaklefa. Mögulega er samloðun við mót ekki orðin það mikil eftir svo stuttan tíma.
 - "The specimens were left in the molds for 6h and then put, with water, in polyethylene containers, sealed hermetically (ísl. loftþétt) and cured at 20°C"[6].
- Skoða mætti blöndunarferli þurrefna og blautefna. Hefur áhrif að blanda þurrefnunum sér og blautefnunum sér í ákveðinn tíma áður en öllu er blandað saman? Í [13] er blöndunarferlinu lýst á eftirfarandi hátt:
 - "The concrete mixing procedure consists of dry and wet mixings. The solids, i.e. the fly ash and the fine and coarse aggregates, were dry mixed in the pan mixer for about 2.5 minutes. The liquid part of the mixture, i.e. the sodium silicate solution, the sodium hydroxide solution, extra water and the superplasticizer, were premixed thoroughly (for 3 minutes) and then added to the dry mixture. It was believed that the chemical reaction between alkaline solution, SP and water took place and the reaction played an important role in giving the required workability for self compacting concrete and compressive strength of hardened concrete" [13].
 - Hér voru blöndur lagðar í stál-mót (100 x 100 x 100 mm) og hituð í 48 klst við 70°C [13].
- Notast er við ofnhitun til að ýta undir jarðefnafjölliðumyndun (e. geopolymerisation) og ná þar með fram auknum þrýstistyrk [13].
- Áhugavert væri að sjá ástand sýnis ef það væri látið harðna við herbergisaðstæður í sólarhring. Er sýnið orðið nógu hart/þétt í sér til þess að hægt sé að styrktarprófa það?
- Í [14] voru sýni látin harðna við 23°C í 24 klst, afmótuð og lögð í vatnsbað. Sólarhring fyrir styrktarprófun voru sýnin tekin úr vatnsbaðinu og þurrkuð við 80°C í 24 klst og svo styrktarprófuð.
- Hörðunaraðstæður í [18] voru 30 mm x 50 mm lokuð sívalningsmót, sett í 40°C og 95% HR [18].

- Í [5] og [7] var notast við sívalningslaga PVC-mót (þvermál: 31 mm, hæð: 62 mm og þvermál: 10 mm, hæð 20 mm). Sívalningarnir voru huldir með polyethylene filmu til að hindra vatnsuppgufun. Hörðnun fór fram við herbergisaðstæður [5][7].

9.4 Styrkur NaOH-lausnar

- Í [13] er talað um að brotstyrkur aukist en vinnanleiki lækki þegar styrkur NaOH lausna er aukinn úr 8 M í 12 M, og styrkur lækki svo aftur við aukningu úr 12 M í 14 M. Í greininni er einnig talað um að hærri mólstyrkur geti haft neikvæð áhrif á alkali-sement vegna ofgnóttar af hydroxíð jónum, OH^- (sbr. 12 M versus 18 M lausn) [13].

Vangaveltur varðandi mólstyrk NaOH lausnar

- Gæti verið að ein af ástæðum þess að mikil seigja var í tilteknum blöndum á síðasta verkefnisári hafi verið vegna of mikils NaOH-styrks (þ.e. 16 M) sem hafi þar af leiðandi lækkað innri styrk sýnanna og um leið aukið samloðun þeirra við mót?

9.5 Aðrar athugasemdir

- Kanna mætti lægri hörðunarhitastig (t.d. 40°C) og og jafnvel lengri ofntíma (t.d. 7 - 14 daga.)
- Kanna mætti styrk án ofntíma, þ.e. brotstyrk eftir t.d. 7, 14 og 28 daga við herbergis-hörðunaraðstæður (20°C og 50%HR).
- Kanna mætti áhrif þess að hylja yfirborð sýna með t.d. polyethelene hulu til þess að hindra uppgufun vatns eins og gert er í [5] og [7].
- Kanna mætti sigmálsflæði (e. slump flow) bestu blandnanna til að áætla vinnanleika þeirra.
- Samkvæmt [20] og [21] dregur það mikið úr styrk að skipta sementi út fyrir eldfjallaösku en þó er ítrekað að eldfjallaösku megi vel nota sem staðgengil fyrir sement.
- Mjög áhugavert væri að reyna að sérhanna plastmót úr t.d. POM efni eða PVC líkt og gert var í [5] og [7], og athuga hvort samloðun þeirra sýna sem loða mikið við stálmótin myndi minnka. Einnig ber að nefna að nokkrar tegundir af smurefnum til steypumótunar er að finna á www.fuchs.com.au. Áhugavert væri að athuga hvort að eitthvað sambærilegt fáist hérlendis og hvort aðrar tegundir af mótaolíu/smurefni gæti dregið úr samloðun sýna við stálmót.

9.6 Samantekt heimildarkönnunar

Frá ofangreindum vísindagreinum og skýrslum er nokkuð ljóst að nota þarf einhverskonar ofurflotefni eða lignosulfonat, með sýnum sem innihalda kísilgúr til þess að lækka vatns-magnið sem þarf í hverja blöndu, enda er vatnsþörf kísilgúrs mikil. Viðbót flotefnis var ekki prófuð á síðasta verkefnisári verkefnisins, fyrir þau sýni sem innihéldu kísilútfellingar frá Svartengissvæðinu, en var prófað fyrir aðrar blöndur með góðum árangri.

Í þeim heimildum sem farið hefur verið yfir, virðist ekki vera samræmi í því hvort að viðbót af kísilgúr (þ.e. sementi eða eldfjallaösku skipt út fyrir kísilgúr) gefi styrktaraukningu eða ekki (þ.e. upp fyrir styrk viðmiðunarblöndu). Þó virðist lækkun á hlutfalli $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ gefa styrktaraukningu og væri því áhugavert að kanna áhrif þessa hlutfalls á styrktarmyndun betur. Í flestum þeim heimildum sem farið var yfir, jókst styrkur eftir því sem kísilgúrskipting fyrir bindiefnahlutfall var aukin, en þó ekki upp fyrir viðmiðunarblönduna (þ.e. án kísilgúrs).

Kanna þarf betur hvaða hörðunaraðstæður henta okkar blöndum, en mismunandi aðferðir eru notaðar í ofangreindum heimildum; svo sem ofnhitun, herbergisaðstæður, rakaklefar, filmur (til að hindra vatnsuppgufun) og fleira. Eins þarf að finna lausn á þeim vanda sem kom upp á síðasta verkefnisári verkefnisins í sambandi við samloðun sýna við mót, t.d. með því að nota annað smurefni í mótin eða annarskonar mót.

10 Heimildaskrá

Heimildir

- [1] The carbon dioxide information analysis center (cdiac). *Oak Ridge National Laboratory* <http://cdiac.ornl.gov/>.
- [2] Jos GJ Olivier, MG Janssens, JAHW Peters, and W Julian. Long-term trend in global co2 emissions. *PBL Netherlands Environmental Assessment Agency (PBL), Bilthoven, the Netherlands, PBL Report, 500253004*, 2011.
- [3] Jannie SJ van Deventer, John L Provis, Peter Duxson, and David G Brice. Chemical research and climate change as drivers in the commercial adoption of alkali activated materials. *Waste and Biomass Valorization*, 1(1):145–155, 2010.
- [4] SO Wallevik, Ö Erlendsson, and KF Alexandersson. Umhverfissvænt sementslaust steinlím úr eldfjallaösku: Áfangaskýrsla 2012-2013 (tech rep). *Nýsköpunarmiðstöð Íslands*.
- [5] H. Tchakoute Kouamo et al. Synthesis of volcanic ash based geopolymer mortars by fusion method: Effects of adding metakaolin to fused volcanic ash. *Ceramics International*, 39:1613–1621, 2012.
- [6] D. Kastis et al. Properties and hydration of blended cements with calcareous diatomite. *Cement and Concrete Research*, 36:1821–1826, 2005.
- [7] H. Tchakoute Kouamo et al. The effect of adding alumina-oxide to metakaolin and volcanic ash on geopolymer products – A comparative study. *Construction and Building Materials*, 36:960–969, 2013.
- [8] A. Aydin et al. Influence of volcanic originated natural materials as additives on the setting time and some mechanical properties of concrete. *Construction and Building Materials*, 21:1277–1281, 2006.
- [9] A. Ergün et al. Effects of the usage of diatomite and waste marble powder as partial replacement of cement on the mechanical properties of concrete. *Construction and Building Materials*, 25:806–812, 2010.
- [10] B. Yilmaz et al. The use of raw and calcined diatomite in cement production. *Cement and Concrete Composites*, 30:202–211, 2007.
- [11] D. Fragoulis et al. The physical and mechanical properties of composite cements manufactured with calcareous and clayey Greek diatomite mixtures. *Cement and Concrete Composites*, 27:205–209, 2005.
- [12] L. Agullo et al. Fluidity of cement pastes with mineral admixtures and superplasticizers: A study based on the Marsh Cone Test. *Materials and Structure*, 32:479–485, 1999.
- [13] M. Fadhil et al. Effect of superplasticizer and NaOH molarity on workability, compressive strength and microstructure of self-compacting geopolymer concrete. *World Academy of Sciences, Engineering and Technology*, 51:907–914, 2011.
- [14] M. Khater et al. Effect of silica fume on the characterization of the geopolymer materials. *International Journal of Advanced Structural Engineering*, 5:–, 2012.

- [15] M. Stamatakis et al. The influence of biogenic micro-silica-rich rocks in the properties of blended cements. *Cement and Concrete Composites*, 25:177–184, 2002.
- [16] N. Degirmenci et al. Use of diatomite as partial replacement for portland cement in cement mortars. *Construction and Building Materials*, 23:284–288, 2008.
- [17] P. Chindaprasirt et al. Effect of SiO_2 and Al_2O_3 on the setting and hardening of high calcium fly ash-based geopolymer systems. *Journal of Materials Science*, 47: 4876–4883, 2012.
- [18] P. De Silva et al. Kinetics of geopolymerization: Role of Al_2O_3 and SiO_2 . *Cement and Concrete Research*, 37:512–518–, 2007.
- [19] P. Lemouгна et al. Synthesis and thermal properties of inorganic polymers (geopolymers) for structural and refractory applications from volcanic ash. *Ceramics International*, 37:3011–3018, 2011.
- [20] R. Siddique et al. Effect of volcanic ash on the properties of cement paste and mortar. *Resources, Conservation and Recycling*, 56:66–70, 2011.
- [21] R. Siddique et al. Properties of concrete made with volcanic ash. *Resources, Conservation and Recycling*, 66:40–44, 2012.
- [22] S. Patankar et al. Effect of water-to-geopolymer binder ratio on the production of fly ash based geopolymer concrete. *International Journal of Advanced Technology in Civil Engineering*, 2:79–83, 2013.
- [23] Sérfræðinganevnd um Mývatnsrannsóknir. Áhrif Kísiliðjunnar hf. á lífríki Mývatns. Nefndarálit, Umhverfisráðuneytið, 1991.