

ICI Rheocenter
Rannsóknasjóður Vegagerðarinnar

Umhverfisvænt sementslaust steinlím úr eldfjallaösku

Áfangaskýrsla 2012-2013

Sunna Ólafsdóttir Wallevik
Örn Erlendsson
Kristján Friðrik Alexandersson
Próf. Ólafur H. Wallevik

Mars 2013



Nýsköpunarmiðstöð
Íslands

Nýsköpunarmiðstöð Íslands

Steinsteypa - Efnisfræði

Mars 2013

Sunna Ólafsdóttir Wallevik

Örn Erlendsson

Kristján F. Alexandersson

Próf. Ólafur H. Wallevik

Verkefnið var styrkt af Rannsóknasjóði Vegagerðarinnar, Íbúðalánasjóði, Nýsköpunarmiðstöð Íslands og ICI Rheocenter

Efnisyfirlit

1	Inngangur.....	2
2	Mælitækni.....	3
2.1	Seigjumælar.....	3
2.1.1	ConTec Viscometer 6	4
2.1.2	ConTec Rheomixer	4
2.2	Þrýsti- og beygjutogþolsmælingar	6
3	Hráefni.....	7
3.1	Eyjafjallajökulsgosaska.....	7
3.2	Bláa lóns kísilútfellingar	7
4	Framkvæmdaferli.....	7
5	Niðurstöður.....	9
5.1	Mæliblöndur.....	9
5.2	Viðmiðunarblöndur	11
5.3	Viðmiðunarblandan: 2606REF5	12
5.4	Áhrif ofntíma.....	12
5.5	Sodium Silicate blöndur	13
5.6	Tilraunir með flotefni	15
5.6.1	Lignosulfonate flotefni.....	15
5.6.2	Ofurflotefnið Sika ViscoCrete Premier	16
5.7	Samantekt á styrktarniðurstöðum.....	18
6	Samantekt	19
7	Heimildir.....	20

1 Inngangur

Markmið verkefnisins er að hanna og þróa íslenska útgáfu af umhverfissvænni steinsteypu er inniheldur ákveðnar álsilikat 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 eða hráefni sem líklegast yrðu ekki notuð í neitt annað. Stuttu eftir að upprunalega var farið af stað með verkefnið, hófst eldgos undir Eyjafjallajökli sem stóð yfir í nokkra mánuði. Það varð til þess að mjög mikil öskumyndun átti sér stað sem var fljót að dreifa sér um allt land og síðan út í heim. Gífurlegt magn var því allt í einu til af eldfjallaösku á Íslandi og fékkst því sú hugmynd að framkvæma fyrstu tilraunir á íslensku sementslausu steinlími úr íslenskri eldfjallaösku frá Eyjafjallajökli. Einnig var ákveðið að kanna eiginleika kísilgels frá Bláa Lóninu í verkefninu, eftir að fréttir bárust um að Bláa Lónið eigi í nánustu framtíð hættu á að fyllast af kísilútfellingum. Líklegt er því að ráðast þurfi í dýrar framkvæmdir til að veita þessum úrgangi út í sjó en slíkar framkvæmdir hlaupa á hundruðum milljóna króna. Ef hægt verður að nýta kísilútfellingarnar í steypuðnað er ljóst að slíkar framkvæmdir verða óþarfar. Upp kom því sú hugmynd að kanna virkni kísilútfellinga úr Bláa Lóninu í sementslosa eldfjallaöskusteinlímið. Þessi forrannsóknarvinna verkefnis var framkvæmd á árunum 2010 og 2011 (sem voru m.a. styrktar af rannsóknasjóði Vegagerðarinnar 2011) [1]. Fyrstu tilraunir voru því gerðar til að útbúa múr- og steypu blöndur úr sementslausu steinlími sem samanstóð að langstærstum hluta af íslenskri eldfjallaösku. En það var gert með því að blanda eldfjallaöskunni saman við lausn af mjög sterkum basa (16M NaOH) og blöndunni var svo leyft að harðna með hitameðhöndlun við 60-80°C. Einnig var prófað að skipta eldfjallaöskunni kerfisbundinn hátt út fyrir hluta af; kísilgeli frá Bláa Lóninu, dönsku hraðsementi og kalsíumhýdroxíði ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), með þeim tilgangi að fá betri sýn á hvernig hægt er að hafa áhrif á styrkmyndun múr og steypublandna úr íslenskri eldfjallaösku. Helsta niðurstaða þessa forverkefnis var að hægt er að nota íslenska eldfjallaösku til að búa til sementslaust steinlím með góðum árangri og samkvæmt fyrstu niðurstöðum virðist vera hægt að mynda enn þéttara og sterkara steinlím þegar kísilútfellingum úr Bláa Lóninu er bætt saman við eldfjallaösku steinlímið.

Lagt var því upp með nýtt verkefni til að reyna að fullmóta steinlímið og hanna þannig sér íslenskt og umhverfissvænt sementslaust steinlím sem á sama tíma er bæði; afkastamikið, samkeppnishæft og nær kolefnissporlaust. Meðal þeirra efnisþátta sem rannsakaðir hafa verið og eiga eftir að vera rannsakaðir í þessu nýja verkefni eru; nýjar kolefnissporslitlar aukaafurðar- og/eða úrgangshráefni, íblöndunarefni til að auka styrk steinlímsins, hörðunaraðstæður (hvað varðar raka og hitastig), rannsóknir á örsmæðarbyggingu steinlímsins og hvernig sé best hægt að nýta sér jákvæðu styrktaráhrif kísilgelsins. Dæmi um þau úrgangs- og aukaafurðarhráefni sem rannsökuð verða í verkefninu eru; kísilgúr úr gömlum safnþróm gömlu Kísiliðjunnar efh. (sem til eru þar í gróflega áætlað 10þúsund

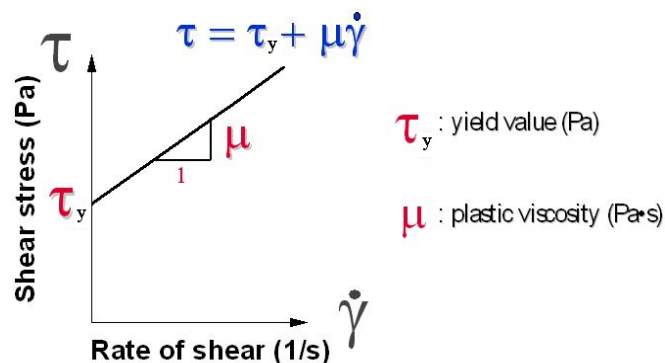
tonnum), kísilútfellingar frá háhitavirkjunum og aukaafurðir/úrgangur frá íslenskum ál- og járnblandi iðnaði (sem og öðrum iðnaði). Í þessari áfangaskýrslu eru rannsóknaniðurstöður fyrir árið 2012-2013 kynntar. Verkefnið er enn í fullum gangi og verða ítarlegri niðurstöður útlistaðar eftir að verkefnisári 2013-2014 lýkur.

2 Mælitækni

Hér verður farið yfir þá mælitækni sem notuð var við rannsóknavinnu verkefnisins á verkefnisárinu 2012-2013 og þau mælitæki sem þar komu við sögu. Að þessu sinni voru bara blandaðar sementslausar steinlímsmúrblöndur en ekki steypublöndur. Þegar hráefnahlutföll steinlímsins hafa verið könnuð gaumgæfilega varðandi styrk, flæðileika og samloðun o.fl. verða gerðar samsvarandi prófanir á sementslausu steinlíminu í steinsteypu í stað sements. Vert ber þó að nefna að í forrannsóknavinnu þessa verkefnisins tókst að útbúa steinsteypublöndu sem innihélt einungis sementslaust steinlím en ekkert hefðbundið sement [1], en þar sem steinsteypurannsóknir eru mun fyrirfameiri og kostnaðarsamari en sambærilegar rannsóknir á múrblöndum verður haldið áfram með þá rannsóknavinnu á næstu verkefnisárum verkefnisins þegar sementslausu steinlímið hefur verið þróað frekar og fullkomnað.

2.1 Seigjumælar

Almennt mæla seigjumælar flotskerspennu (e. yield value) og plastískan seigjustuðul (e. plastic viscosity). Á mynd 1 eru þessi tvö hugtök skýrð á einfaldan hátt. Flotskerspenna er skerstyrkur steypunnar við byrjun hreyfingar en plastíski seigjustuðullinn segir til um þá orkuaukningu eða spennu sem þarf til að auka skerhraða efnisins.



Mynd 1: 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.

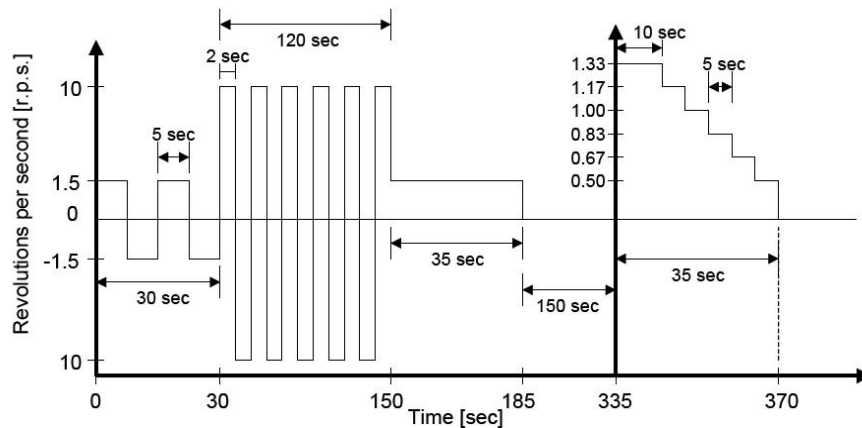
2.1.1 ConTec Viscometer 6

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. Mæilögmaál 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 [2,3]:

$$T = \frac{4\pi h \hat{\tau}_0}{\left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_o^2}\right)} \ln\left(\frac{R_o}{R_i}\right) + \frac{\mu 8\pi^2 h}{\left(\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_o^2}\right)} N \equiv \hat{G} + \hat{H}N \quad (1)$$

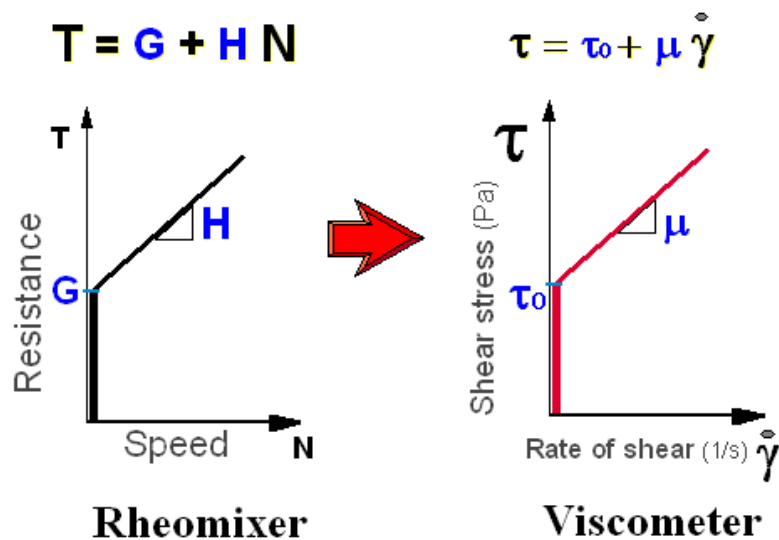
2.1.2 ConTec Rheomixer

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: Steypublandan 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 2, hér að neðan sýnir snúningshraða mælivispu sem fall af tíma. Hrærsluferlið einkennist af tvískiptum snúningi, þ.e. réttsælis og rangsælis. Sjálft blöndunarferlið nær frá $t = 0$ 185s, hvíldarferlið frá $t = 185$ -335s og mæliferlið frá $t =$ frá 335-370s.



Mynd 2: Blöndunar- og mæliferli í 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 3) á steinsteypudeild Nýsköpunarmiðstöð 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 3: Munurinn á mældum gildum í Rheomixer og Viscometer.

2.2 Þrýsti- og beygjutogþolsmælingar

Fyrir mælingar á þrýsti- og beygjutogþoli múrblandanna voru steypdir 40×40×160 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 steypublanda geymd í mótunum í sólarhring áður en hún er afformuð en þá er 1 dags styrkur strendinganna prófaður. Þeir strendingar sem brjóta átti eftir 28 daga var komið fyrir í rakaklefa við 20°C og 50% rakastig og geymdir þar til þeir voru brotnir.

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



Mynd 4: Tinius Olsen brotþolspressan sem notuð var í verkefninu.



3 Hráefni

Eftirfarandi hráefni voru notuð í verkefninu:

- Eldfjallaaska frá rótum Eyjafjallajökuls.
- Kísilútfellingar úr Bláa Lóninu (klórhreinsaður).
- 16M NaOH lausn (blönduð á staðnum).
- Þýskur CEN-NORMSAND (DIN EN 196-1 sandur).
- Sodium silicate Na_2SiO_3 með þurrefnisinnihaldi 33-40% (hefur einnig fræðiheitið waterglass, WG).
- Íslenskt vatn.

Einnig voru eftirfarandi flotefni prófuð í verkefninu:

- Sika ViscoCrete Premier Superplasticizer (þurrefnisinnihald.= 40,4%)
- Ultrazine NAC lignosulfonate
- Borresperce NA lignosulfonate

3.1 Eyjafjallajökulsgosaska

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 4,0-5,5 kg skömmtum í 3 klst. við jafnt hitastig (30-36°C).

3.2 Bláa lóns kísilútfellingar

Bláa lóns kísillinn var vel þurr svo ekki þurfti að þurrka hann frekar. Kísillinn var mulinn í hráefniskvörn, og lagt var sjónrænt mat á það hvenær kísillinn var orðinn nógu fínn. Fínleiki þótti nægjanlegur eftir 50 mínútur svo skipt var um skammt til að forðast það að efni í mulningi mundi hlaupa í kekki. Eftir fyrsta mulning kom í ljós að auka þurfti þyngd sýnisins á kvörnninni til að halda mulningsfötu stöðugri. Við mulning á efni var notast við 4,84 kg af kúlum og 1 kg af kísil.

4 Framkvæmdaferli

Eftir kvörnum og mulningu á þurrefnum, voru mýrsýni blönduð á rannsóknastofu út frá fyrirfram ákveðnum uppskriftum sem farið er nánar út í, í kafla 5.1. Eins lítra sýni voru hrærð í ConTec Rheomixer í 8 mínútur og lögð í 40 × 40 × 160 mm mót. Flotfræðilegir eiginleikar voru svo mældir í ConTec Rheomixer og í sumum tilvikum samtímis í Contec Viscometer 6 til viðmiðunnar. 200 g af mest öllum steinlímblöndunum var jafnframt komið fyrir í jafnhita

varmamælir (e. isothermal calorimeter) frá ICI Rheocenter til að mæla hitamyndun vötnunarhvarfa (e. heat of hydration) blandanna. Ekki hefur verið fullunnið úr þeim gögnum og því verður ekki fjallað um þær niðurstöður að þessu sinni, en farið verður í ítarlega yfir þær niðurstöðu á næsta verkefnisári verkefnisins. Eftir að sýnum hafði verið komið fyrir í mótum, var þeim komið fyrir í 80°C heitum ofni, sjá mynd 5. Nokkrir mismunandi hörðunartímar voru prófaðir, þ.e. 24, 48, 72 og 96 klst., og reyndist 96 klst. gefa mestan skammtímastyrk. Þó var ákveðið að notast við 48 klst. hitunartíma til að ná að gera sem flestar blöndur. Fram að broti voru sýni sett í geymsluherbergi við 20°C og 50% HR. Reynt var að gera tvær blöndur fyrir hverja uppskrift, þ.e. 6 strendinga fyrir hverja uppskrift og var helmingurinn af þeim brotinn til að athuga 2ja daga styrk og hinn helmingurinn brotinn til að athuga 28 daga styrk. Einnig voru gerðar nokkrar blöndur sem hafðar voru í ofni í 24 og 48 klst., til að prófa 48, 72 og 96 klst. styrk sem viðmiðunarpunkt fyrir þau sýni sem voru í ofni í jafn langan tíma.



Mynd 5: Ofn á rannsóknastofu ICI Rheocenter á Nýsköpunarmiðstöð Íslands.

5 Niðurstöður

5.1 Mæliblöndur

Lagt var upp með eftirfarandi 20 grunnmæliblöndur (sjá mynd 6) með því markmiði að gera frekari rannsóknir á þeim blöndum sem kæmu best út úr þessari grunn mælímatrixu. Flotfræðilegir eiginleikar þessara blanda voru mældir sem og þrýsti- og beygjutogþol þeirra. Hér stendur Ref fyrir viðmiðunarblöndu verkefnisins sem gróflega var hönnuð í forverkefni þessa verkefnis og hefur nú verið meira þróuð (sjá kafla 5.2) í þessu verkefni. Allar blöndurnar í verkefninu byggja á viðmiðunarblöndunni þar sem ákveðin massahlutfallsprósenta blöndunnar hefur verið skipt út fyrir ákveðið massahlutfall af annað hvort sodium silicati eða Bláa Lóns kísilútfellingum. Einnig höfðu blöndurnar breytilegt vatns/bindiefnislutfall. Á mynd 6 stendur táknið BL fyrir kísilútfellingar úr Bláa Lóninu á meðan að WG stendur fyrir waterglass (eða sodium silicate, Na_2SiO_3) og GWG blöndurnar þýða að hluti af vatni úr upprunalegu viðmiðunarblöndunni hefur verið skipt út fyrir ákveðið prósentuhlutfall af því vatni sem er í sjálfri sodium silicate lausninni. En ákveðið var að gera rannsóknir á því hvaða áhrif breytilegt magn af sodium silicate myndi hafa á sementslausu steinlíms blöndurnar, þar sem að heimildakönnun gaf til kynna að sodium silicate hefði verið mikill gæðaauki fyrir erlendar sementslausar steinlímsblöndur [4-7]. Þar kom einnig fram að það gæti leitt til töluverðar styrktaraukningar sementslausu steinlíms blandanna ef það var notað í réttum hlutföllum sem þarf að finna út fyrir hverja steinlímsblöndu fyrir sig.

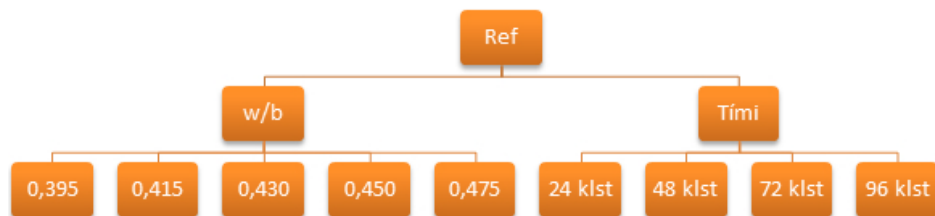
Ref	BL5%	BL10%	BL20%	BL30%
WG33%	WG33% BL5%	WG33% BL10%	WG33% BL20%	WG33% BL30%
WG67%	WG67% BL5%	WG67% BL10%	WG67% BL20%	WG67% 30%
WG	WG BL5%	WG BL10%	WG BL20%	WG BL30%

Mynd 6: Grunnplan fyrir blöndur verkefnisins.

Planið var svo að önnur mælímatrixa yrði framkvæmd fyrir allar þessar blöndur þar sem að allar blöndurnar 20 yrðu endurteknaðar í mismunandi vatns/bindiefna hlutfalli eða svo kölluðu w/b-hlutfalli (e: water/binder ratio), en fljótlega kom þó í ljós að ekki var hægt að gera þær blöndur sem innihéldu klórhreinsaðar Bláa Lóns kísilútfellingar þar sem að þær blöndur misstu mikinn styrk. Innri samloðun sýna varð jafnframt léleg á meðan að samloðun við mót varð

mjög mikil sökum mikillar seigju. Þetta varð til þess að sýnin molnuðu í sundur þegar átti að losa þau úr mótum. Einnig má taka það fram að við litla viðbót af Bláa lóns kísil varð hlutfallið G/H fljótlega hærra en 1 sem gaf af sér slæma eiginleika í vinnanleika. Sýni sem innihéldu Bláa lóns kísil hegðuðu sér ekki eins og í forrannsóknaverkefni þessa verkefni þegar útfellingar voru til gæðaaukningar á steinlíminu, þannig ákveðið var að senda klórhreinsuðu kísilútfellingarnar í efnagreiningu. Mögulegt er að klórhreinsunin hafi mistekist eða verið óþörf. Þessar rannsóknir eru enn í fullum gangi og verður nánar fjallað um þær á næsta verkefnisári verkefnisins.

Ákveðið var að prófa flotfræðilega eiginleika nokkra mismunandi viðmiðunarblandna út frá breytilegur w/b-hlutfalli (e: water/binder ratio) og mislöngum hitunartíma (sjá mynd 7). Þrýstipól og beygjutogpól þessara blanda var líka rannsakað.



Mynd 7: Mismunandi w/b-hlutfall og hitunartími prófaður fyrir viðmiðunarblöndu.

Töluverð styrktaraukning fékkst með viðbóti af sodium silicate og var því prófað að bæta flotefnum út í þær sodium silicate blöndur sem voru hvað seigastar til að auka vinnanleika (sjá kafla 5.6). Á mynd 8, hér að neðan má sjá allar þær mæliblöndur sem rannsakaðar voru í þessari þriðju mæliseríu sem voru einnig rannsakaðar með sömu mæliaðferðum og fyrri blöndur. Þar stendur SP fyrir ofurflotefnið Sika ViscoCrete Premier og LS fyrir lignosúlfonat flotefnin; Ultrazine NAC og Borresperce NA.



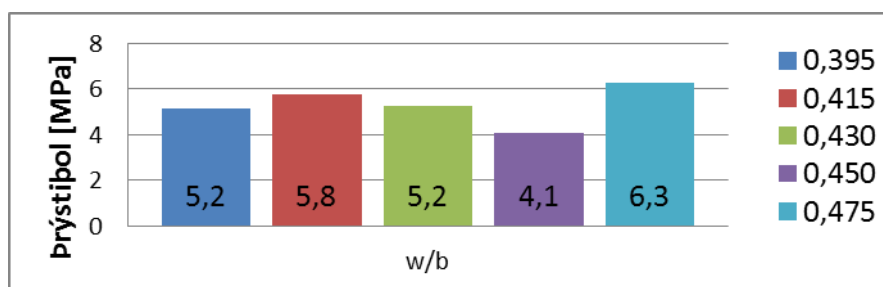
Mynd 8: Floteiginleikar sodium silicate blandna prófaðir með flotefnum.

Einnig var prófað að hækka w/b-hlutfallið í nokkrum blöndum sem innihéldu Bláa lóns kísil eða mikið magn af sodium silicate. Þetta var gert til þess að reyna að koma í veg fyrir samloðun við mót en þetta virtist ekki hafa nógu góð áhrif. Lagt er til að hækka w/b-hlutfallið enn meira í þessum blöndum.

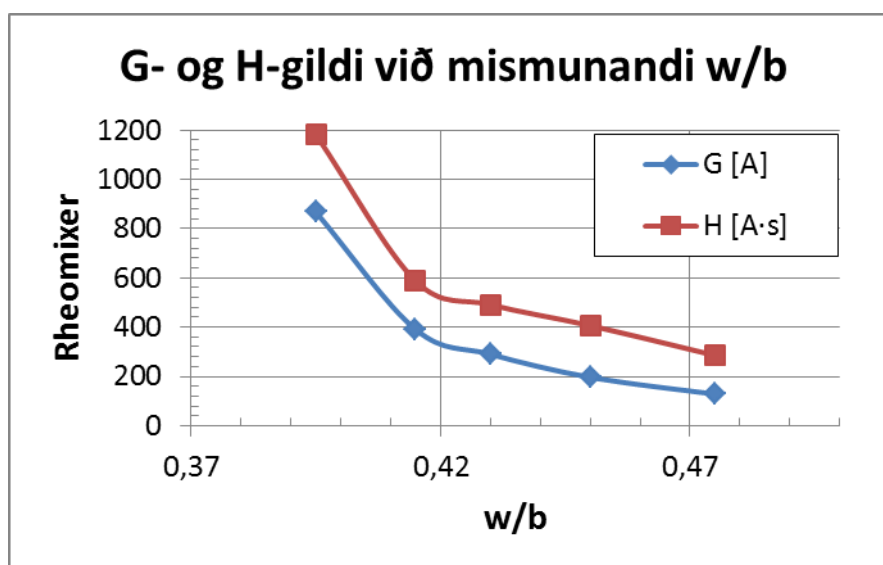
Í næstu köflum verður stuttlega farið yfir hverja mæliseríu fyrir sig og mæliniðurstöður þeirra birtar.

5.2 Viðmiðunarblöndur

Mismunandi hlutfall vatns og bindiefna var prófað til að finna ásættanlega viðmiðunarblöndu. Mynd 9 sýnir niðurstöður styrktarmælinga fyrir 5 af þeim blöndum sem prófaðar voru. Loks var ákveðið að nota viðmiðunarblöndu með $w/b = 0,43$ því hún náði mestum styrk miðað við w/b-hlutfall og vinnanleika, sjá mynd 10.



Mynd 9: Styrkur á grunnblöndum.



Mynd 10: Flotfræði samanburður á viðmiðunarblöndum með mismunandi w/b hlutfall.



Viðmiðunarblandan einkennist því af 0,43 vatns/bindiefnis hlutfalli, 2,5 sands/bindiefni hlutfalli og 0,5 basa/vatns hlutfalli.

5.3 Viðmiðunarblandan: 2606REF5

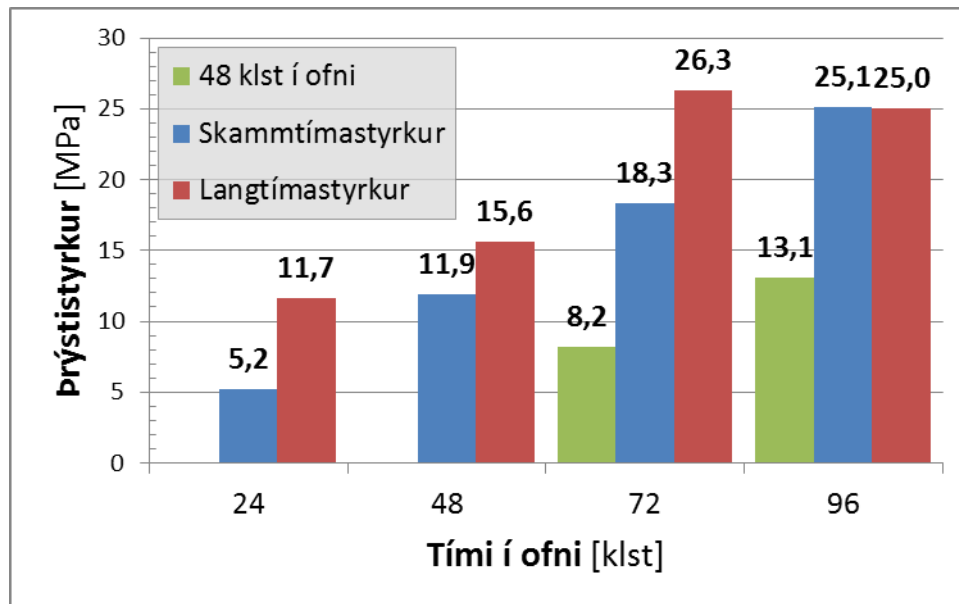
Eftirfarandi blanda var notuð sem viðmiðunarblanda fyrir áframhaldandi rannsóknir. Einnig voru prófaðar mismunandi ofntímar fyrir blönduna.

Verkefni: Umhverfissvænt sementlaust steinlím				Nýsköpunarmiðstöð Íslands							
Heiti sýnis: 2606REF5-2		Dags. sýnis: 26.jún		Tími blöndunar :		Tími inn í ofn :					
Nafn starfsm.:		Dags. styrk.: 28.jún		Hitastig í ofni :		Tími út úr ofni :					
Uppskrift 1		2 daga styrkur			Rheomixer						
		Eðlisþyngd	Rúmmál	Þyngd	P _{2,1}	P _{2,2}	P _{2,3}	P _{2,m}	Tími	G	H
		[g/mL]	[mL]	[g]	[Mpa]	[Mpa]	[Mpa]	Meðal	[min]	[A]	[A·s]
sandur/b :	2,500	Sandur	2,620	515,3	1350,0				8		
Y _{BL-Si} :	1,609	Aska	2,491	216,8	540,0						
Y _{aska} :	2,491	Kísill	1,609	0,0	0,0						
NaOH/w :	0,500	Vatn	1,000	196,8	196,8						
M _{NaOH} [mól/L] :	16	NaOH	1,444	68,1	98,4						
% repl. :	0%	Total:	9,164	996,9	2185,2						
w/b :	0,430										
	0,364										
Athugasemdir:											

Mynd 11: Uppskrift fyrir viðmiðunarbönduna.

5.4 Áhrif ofntíma

Til að samræmi væri við aðrar styrktarmælingar rannsóknainnar var ákveðið að kanna skammtímastyrk miðað við 48 klst. í ofni fyrir þær blöndur sem voru lengur í ofni. Það er að segja, ef blanda var 72 klukkustundir í ofni þurfti að brjóta hana á degi 3 og því var ákveðið að gera sömu blöndu aftur en hafa hana 48 klukkustundir í ofni en samt brjóta á degi þrjú. Þetta var líka gert fyrir 96 klukkustunda blönduna, þ.e. blandan höfð 48 klukkustundir í ofni en styrktarprófuð eftir 4 daga. Mynd 12 sýnir þessar niðurstöður ásamt 28 daga styrktarniðurstöður.



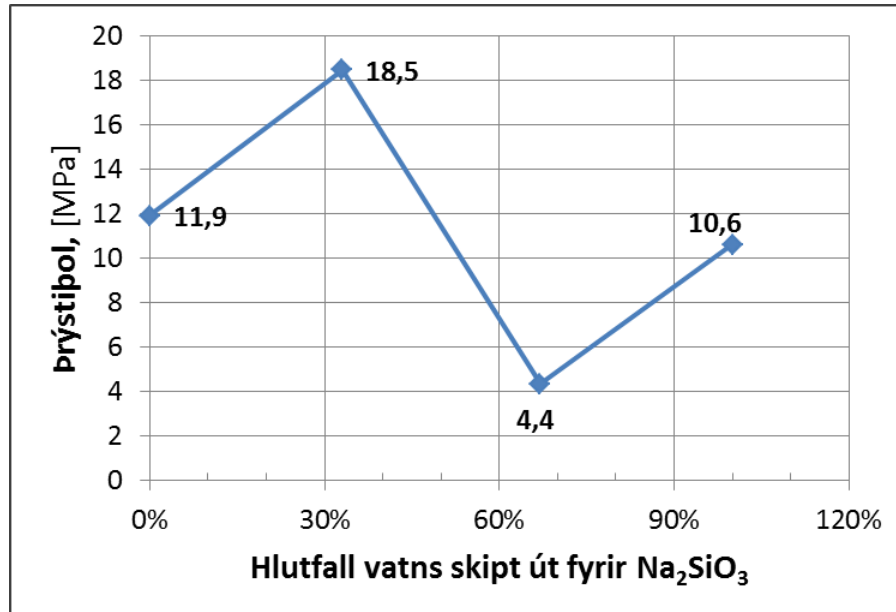
Mynd 12: Styrkur eftir mismunandi tíma í ofni.

Eitthvað ósamræmi virðist vera milli 2 og 3 daga styrks, en 3 daga styrkur eftir 48 klst. í ofni var heldur lágur miðað við aðrar blöndur. Þetta gæti verið vegna styrkleika NaOH lausnar en í þessa tilteknu blöndu var NaOH lausnin ekki tekin úr sama dalli og fyrir hinar blöndurnar.

Áhugavert væri að kanna styrk eftir lengri tíma í ofni, t.d. 5, 7, 14 og 28 daga, og jafnvel við lægra hitastig, t.d. 40°C.

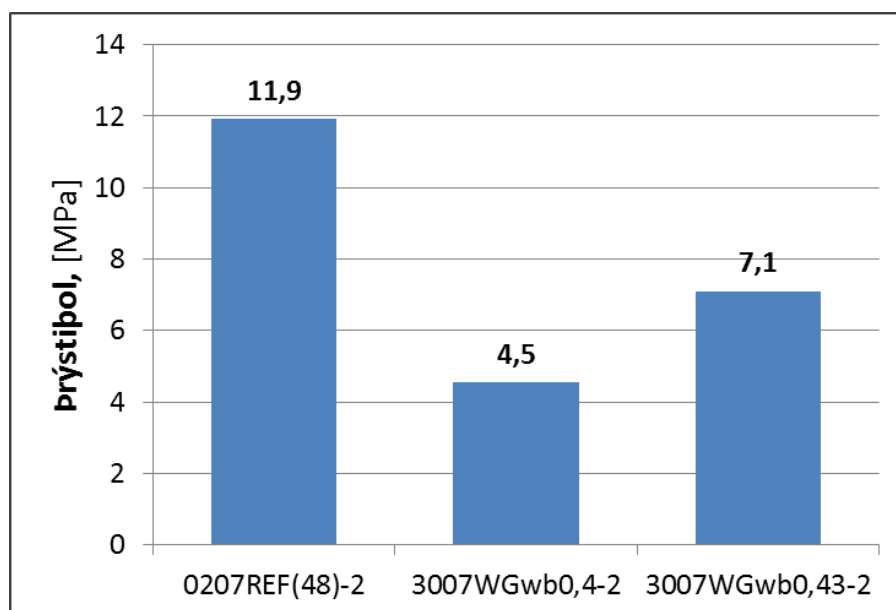
5.5 Sodium Silicate blöndur

Prófað var að var að skipta vatni út fyrir Sodium Silicate í nokkrum blöndum eins og greint var frá í kafla 5.1. Eins og áður hefur komið fram varð það til þess að blöndurnar urðu seigari og þéttari í sér, sem varð til þess að samloðun við mót varð meiri. Yfirborðshula þeirra skaddaðist því og dró það eflaust úr þrýstistyrk tiltekinna sýna. Þetta vandamál átti sér þó ekki stað fyrir en að 67% af vatninu hafði verið skipt út fyrir sodium silicate, sbr mynd 13.



Mynd 13: Vatni í viðmiðunarblöndu skipt út fyrir sodium silicate en w/b haldið föstu (2 daga styrkur).

Ofangreind tilraun lækkaði að sjálfsgöðu w/b hlutfallið svo ákveðið var að prófa einnig að halda w/b-hlutfallinu föstu í 0,43 og 0,4 með því að láta eina vatn blöndunnar vera það vatn sem var í sodium silicate blöndunni. Styrktarniðurstöður fyrir þær blöndur má sjá á mynd 14.



Mynd 14: Vatni í viðmiðunarblöndu skipt út fyrir sodium silicate en w/b haldið föstu.

5.6 Tilraunir með flotefni

Blöndur sem innihéldu sodium silicate voru almennt mun seigari en viðmiðunarblandan. Því var prófað var að bæta floteiginleika þessara blandna (töflur 1 og 2) með því að bæta annars vegar lignósúlfónati og hins vegar ofurflotefni, sem hlutfall af bindiefni, út í blöndurnar.

Tafla 1: Uppskrift fyrir Sodium Silicate viðmiðunarbönduna

	Eðlisþyngd [g/mL]	Rúmmál [mL]	Þyngd [g]
Sandur	2,62	515,3	1350
Aska	2,49	216,8	540,0
Na₂SiO₃	1,50	131,2	196,8
NaOH	1,44	68,1	98,4
Total		931,4	2185,2

5.6.1 Lignosulfonate flotefni

5.6.1.1 Ultrazine NAC

Notast var við þurrt Ultrazine NAC lignosulfonate frá Boregaard. Efninu var bætt út í blönduna eftir að blautefnum, þ.e. NaOH og Na₂SiO₃, hafði verið hrært saman við þurrefnið. Efnið var sett í blönduna sem 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 3,0%, 4,0% og 5% hlutfallsleg viðbót við bindefnið, þ.e. öskuna, en lítil sem engin breyting í floteiginleikum fékkst eftir 2% viðbót. Viðbótin fram að 2% þótti einnig sína of litla aukingu í floteiginleikum til þess að halda áfram með prófanir með Ultrazine NAC. Þess ber þó að geta að blandan var allan tíman handhrærð, en mögulega yrðu niðurstöður aðrar ef að lignósúlfónatinu yrði blandað saman við þurrefnin fyrir íbót blautefna, og blandan svo hrærð í Rheomixer.

5.6.1.2 Borresperce NA

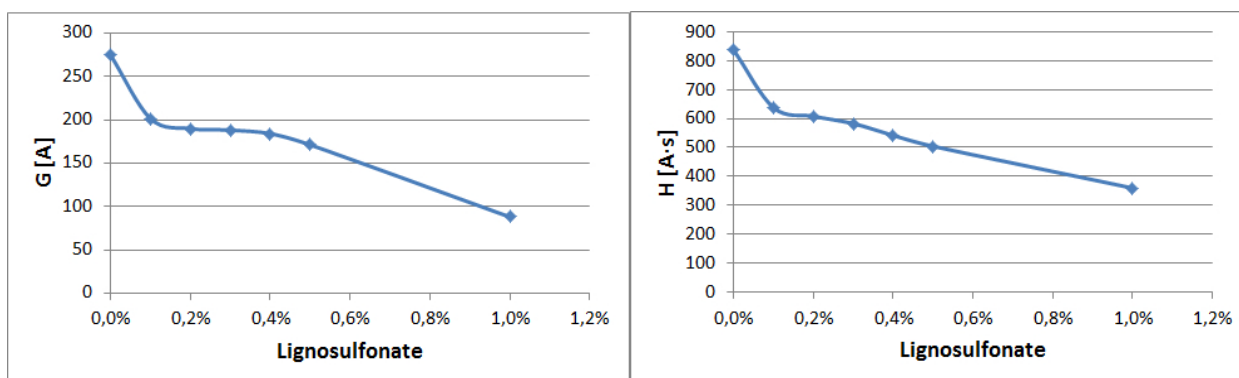
Þar sem að prófanir með Ultrazine NAC skiluðu ekki ásættanlegum niðurstöðum var ákveðið að prófa líka Borresperce NA og í þetta skipti var blanda hrærð í Rheomixer með mismikilli

viðbót af lignosulfonati. Í þetta skipti var prófunin gerð í Sodium Silicate blöndu sem var hvað meðfærilegust af Sodium Silicate blöndunum, þ.e. með 67% þynningu með vatni.

Tafla 2: Uppskrift fyrir Sodium Silicate blöndu með 67% þynningu af vatni

	Eðlisþyngd [g/mL]	Rúmmál [mL]	Þyngd [g]
Sandur	2,62	515,3	1350
Aska	2,49	216,8	540,0
Vatn	1,00	131,2	131,2
Na₂SiO₃	1,50	43,7	65,6
NaOH	1,44	68,1	98,4
Total		931,4	2185,2

Lignosulfonatinu var bætt út í blönduna í eftirfarandi skömmtum og fengust tilheyrandi G og H gildi úr Rheomixer mælitækinu sem sjá má á mynd 12. Þar má sjá hvernig G-flotskersspennan og H-seigjustuðullinn lækka jafn og þétt með auknu magni af lignosulfonat flotefninu.



Mynd 15: Áhrif Borresperce NA lignosulfonats viðbótar á flotfræði steinlímblandanna.

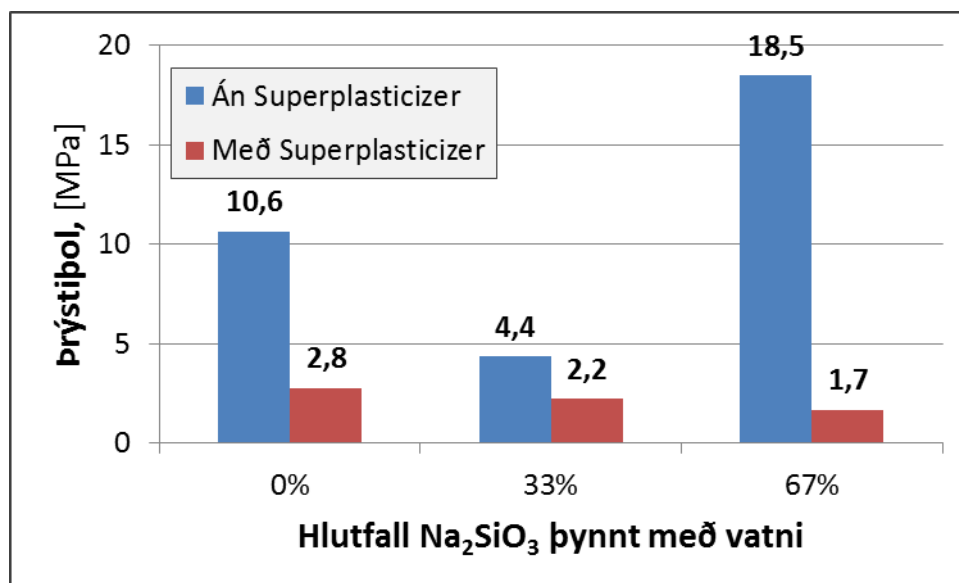
5.6.2 Ofurflotefnið Sika ViscoCrete Premier

Í steinsteypuiðnaðinum í dag eru til fjöldinn allur af nýjum flotefnum (π -polymers) sem eru mun virkari við að minnka flotskerspennu og auka þjálmi en hefðbundin flotefni á borð við lignosulfonat flotefni. Þessi nýju flotefni kallast „superplasticizers“ (SP) og verður hér eftir

vitnað í þau sem ofurflotefni, en þau byggja virkni sína á fyrirferð (e. steric hindrance) langra lífrænna fjölliða. Ofurflotefnin búa ekki einungis yfir þeim eiginleika að bæta floteiginleika sementsbundinna blanda heldur má minnka vatnsmagn blanda töluvert með notkun þeirra á meðan sömu flotfræðieiginleikar viðhalda sér. Með því minnkar rýrnun og sprungumyndun blandanna til muna svo eitthvað sé nefnt. Í dag eru slík flotefni notuð í nær allar tegundir hástyrkleika- og hágæðasteypa.

Í verkefninu var notast við Sika ViscoCrete Premier ofurflotefni sem hafði 40,4% þurrefnisinnihald. Ákveðið var að fara að fordæmi M. Fadhil, et al.¹ og prófa viðbót af ofurfloefninu (SP), sem u.þ.b. 6% af bindiefnum [8]. Prófað var að handhræra blönduna og bæta 1%, 2%, 4%, 6%, 8% og 10% af ofurflotefninu út í. Sjónrænt mat leiddi í ljós mikla breytingu í floteiginleikum blöndu við 1-6% viðbót, litla breytingu frá 6-8% og enga breytingu frá 8-10%. Mælingar í Rheomixer fyrir 10% viðbót gáfu $G = 1872$, 8 og $H = 1169$, 3. Ákveðið var í framhaldinu að notast við 6% viðbót af SP og prófa viðbótina einnig í blöndu þar sem Sodium Silicate lausnin var þynnt með vatni.

Mynd 16 sýnir niðurstöður styrktarmælinga fyrir sodium silicate blöndur sem þynntar voru með vatni og innihéldu 6% viðbót af ofurflotefninu Sika ViscoCrete Premier.



Mynd 16: Áhrif SP viðbót á mældan styrk.

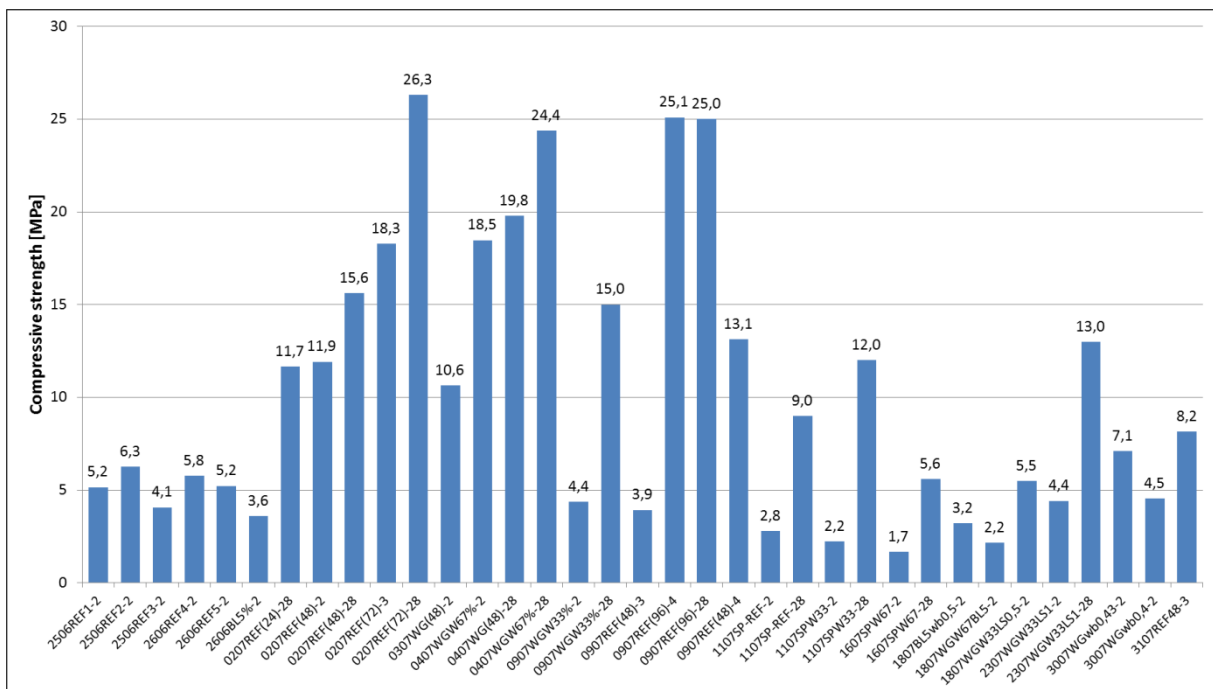
Mjög áhugavert er að sjá á mynd 16 að þær blöndur sem innihéldu ofurflotefnið Sika ViscoCrete Premier virðast allar ná aðeins brot úr þeim styrk sem samsvarandi blöndur ná án ofurflotefnisins. Þetta er þveröfugt við það sem þekktist í venjulegri sements- og steypu

¹Effect of Superplasticizer and NaOH Molarity on Workability, Compressive Strength and Microstructure Properties of Self-Compacting Geopolymer Concrete (2011)

efnafræði, þar sem að venjulega fæst aukinn styrkur með notkun slíkra ofurflotefna þar sem á sama tíma er hægt að notast við mun minna vatn með notkun þeirra. Þetta er vert að rannsaka enn frekar en okkar tilgáta er að þar sem að þykk slíkja myndaðist á yfirboði allra þeirra sýna sem innihéldu ofurflotefnið, hafi þetta í raun verið mikil fjölliðuuppsöfnun sem komið hafi í veg fyrir að vatn losnaði úr efjunni. Þetta verður athugað nánar á næsta verkefnisári verkefnisins.

5.7 Samantekt á styrktarniðurstöðum

Mynd 17 sýnir samanburð á styrktarmælingum allra þeirra blanda sem tókust og gáfu marktækar niðurstöður í verkefninu. Á myndinni sést bersýnilega að styrkurinn var mestur fyrir þær blöndur sem voru með lengri ofntíma. Einnig sést að viðmiðunarblöndurnar komu almennt betur út en aðrar blöndur en þó ber að hafa í huga að margar af hinum blöndunum höfðu skaddaða yfirborðshulu sem dró mjög líklega töluvert úr brotþoli þeirra.



Mynd 17: Samantekt af mældum styrk í verkefni þessu.

6 Samantekt

Mestur skammtímastyrkur náðist fyrir viðmiðunarblöndu (þ.e. fyrir þá steinlímsblöndu sem kom best út í hráefnahlutfallsprófun verkefnisins) sem brotin var eftir 4 daga í ofni. Það er því greinilegt að hörðunartími hefur mikil áhrif á styrk. Af þeim blöndum sem voru 48 klukkustundir í ofni virtist það bæta styrk að hafa sodium silicate í blöndunum upp að 33% útskiptingu fyrir vatn, sjá mynd 13.

Af þeim niðurstöðum sem fengust í þessum hluta rannsóknarinnar eru þær niðurstöður sem sjást í mynd 12 líklegast þær áhugaverðustu. Enginn umframstyrkur mældist við 28 daga ef að sýnið fékk að vera 96 klst. í ofni. Út frá þessu má álykta að hörðunarferli viðmiðunarblöndunar snúist að miklu leiti um að losa vatn úr efjunni. Þetta má afreka með 96 klst. í ofni eða 72 klst. í ofni og 25 auka dögum við herbergishitastig.

Erfiðleikar við að ná sýnum úr mótum urðu til þess að yfirborðshula tiltekinna sýna skaddaðist, stundum það mikið að niðurstöður urðu ómarktækar. Þetta var ekki vandamál fyrir blautari blöndurnar (eins og t.d. fyrir viðmiðunarblöndurnar) né fyrir sodium silicate blönduna með 67% þynningu af vatni, en um leið og blöndur voru komnar með háan seigjustuðul virtist samloðun við mót verða vandamál. Lagt er til að önnur mót verði notuð eða önnur tegund af mótaolíu verði borin í mótin.

Tilraunir með lignosulfonat flotefni og ofurflotefnið Sika ViscoCrete Premier, voru gerðar og kom í ljós að Borresperce NA lignosulfonat hafði jákvæðustu áhrifin á seigar blöndur á meðan Sika ViscoCrete Premier ofurflotefnið olli mikilli uppgufun úr sýnum og samloðun við mót og líklega fjölliðuuppsöfnun á yfirborði sýnanna sem kom í veg fyrir að vatn losnaði úr efjunni. Þetta verður skoðað nánar á næsta verkefnisári verkefnisins og eins verða frekari athuganir gerðar á lignosulfonat flotefnum til þess að raunhæft sé að nota sodium silicate í steinlímsuppskriftina.

Í þessari áfangaskýrslu voru rannsóknaniðurstöður fyrir árið 2012-2013 kynntar. Niðurstöður verkefnisins voru einnig kynntar með fyrirlestri af verkefnisstjóra fyrir almenning á ársfundi Nýsköpunarmiðstöðvar Íslands sem bar yfirskriftina „Þjóðargullið“ og var haldinn á Hilton Reykjavík Nordica þann 28. febrúar 2013 (sjá <http://nmi.is/vidburdir/2013/02/arsfundur-nyskoepunarmidstoedvar-islands/> og <http://nmi.is/frettir/2013/02/islensk-serfraedithekkking-er-mesta-thjodargullid/>). Verkefnið var einnig kynnt í blaðinu Sóknarfæri, sem dreift var með Morgunblaðinu fimmtudaginn 21. mars 2013, en blaðið fjallaði sérstaklega um hönnun, nýsköpun og framkvæmdir (sjá http://issuu.com/athygliehf/docs/soknarfaeri_mars2013_56sidur_lr?mode=embed&layout=http%3A%2F%2Fskin.issuu.com%2Fv%2Flight%2Flayout.xml&showFlipBtn=true). Verkefnið er enn í fullum gangi og verða ítarlegri niðurstöður útlistaðar eftir að verkefnisári 2013-2014 lýkur.

7 Heimildir

1. Wallevik, S.Ó. (2012); *Umhverfissvænt sementslaust steinlím úr eldfjallaösku – Áfangaskýrsla fyrir árið 2011* (Tech. rep.). Steinsteypudeild Nýsköpunarmiðstöð Íslands, Keldnaholti, 112 Reykjavík.
2. Wallevik, O. H. (1990); *The Rheology of Fresh Concrete and its Application on Concrete with and without Silica Fume* (Ph.D.-thesis). The BML institute, The Norwegian Institute of Technology.
3. Wallevik, J. E. (2003); *Rheology of Particle Suspensions; Fresh Concrete, Mortar and Cement Paste with Various Types of Lignosulfonates* (Ph.D.- thesis). Department of Structural Engineering, The Norwegian University of Science and Technology.
4. D. Hardjito and B. Rangan, “Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete,” Research report GC, vol. 1, 2005.
5. D. Khale and R. Chaudhary, “Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review,” *Journal of materials science*, vol. 42, no. 3, pp. 729–746, 2007.
6. D. Hardjito, S. Wallah, D. Sumajouw, and B. Rangan, “Fly ash-based geopolymer concrete,” *Australian Journal of Structural Engineering*, vol. 6, no. 1, pp. 77–84, 2005.
7. D. Hardjito, S. Wallah, D. Sumajouw, and B. Rangan, “On the development of fly ash-based geopolymer concrete,” *ACI Materials Journal-American Concrete Institute*, vol. 101, no. 6, pp. 467–472, 2004.
8. Nuruddin, M. F., Demie, S., Ahmed M. F. and Shafiq, Nasir, “Effect of Superplasticizer and NaOH Molarity on Workability, Compressive Strength and Microstructure Properties of Self-Compacting Geopolymer Concrete“. Vol. 3:2. pp. 908-915 2011.