

MISKOLCI EGYETEM

MŰSZAKI FÖLD- ÉS KÖRNYEZETTUDOMÁNYI KAR

**SZÁLERŐSÍTETT PERNYE ALAPÚ GEOPOLIMER
HABOK ELŐÁLLÍTÁSÁNAK TECHNOLÓGIAI
ALAPVIZSGÁLATA**

OTDK PÁLYAMUNKA



Készítette:

Németh Noémi

Műszaki Földtudományi alapszak
Nyersanyagelőkészítés specializáció

Konzulensek:

Prof. Dr. Mucsi Gábor

Egyetemi tanár

Dr. Szabó Roland

Tudományos munkatárs

Miskolc, 2024

Tartalomjegyzék

1.	Bevezetés	1
2.	Szakirodalmi összefoglaló	2
2.1.	Geopolimerek.....	2
2.2.	Habszerkezetű geopolimerek.....	5
2.3.	Geopolimer habok szálerősítése	9
3.	Alapanyagok és kísérleti módszerek, berendezések	12
3.1.	Erőműi pernye ismertetése	12
3.2.	Erőműi pernye őrlése golyósmalomban	13
3.3.	PET szemcsék előállítása	14
3.4.	Közvetlen habosítási előkísérletek	16
3.5.	Habszerkezetű geopolimerek előállítása és szálerősítése	17
3.6.	Szemcseméret eloszlás és fajlagos felület.....	18
3.7.	Geopolimer habok szilárdságvizsgálata	19
3.8.	Fourier transzformációs infravörös spektroszkópia (FT-IR).....	21
3.9.	Pórusszerkezet vizsgálata optikai mikroszkóppal.....	22
4.	Eredmények	24
4.1.	Erőműi pernye mechanikai aktiválása	24
4.2.	PET aprítás eredménye.....	25
4.3.	Előkísérletek eredményei.....	26
4.4.	Habszerkezetű geopolimerek szilárdság-testsűrűség értékei	28
4.5.	Pórusszerkezet és porozitás	29
4.6.	FT-IR mérési eredmények	32
4.7.	Szálerősített geopolimer habok mechanikai tulajdonságai	33
5.	Konklúzió	37
6.	Összefoglalás	38
7.	Köszönetnyilvánítás	39
8.	Irodalomjegyzék	40

1. Bevezetés

A fenntartható fejlődés egy olyan társadalmi és gazdasági szemléletmód, amely célja, hogy kielégítse a jelen generáció szükségleteit anélkül, hogy veszélyeztetné a jövő generációinak életfeltételeit. A fenntartható fejlődés három alapvető pillére a gazdasági növekedés, a társadalmi jólét és a környezet védelme – napjaink legnagyobb kihívása pedig ezen pillérek közötti összhang megteremtése, biztosítása. A körforgásos gazdaság a fenntartható fejlődés egyik fontos eszköze, célja a mindennemű emberi tevékenységek során keletkező hulladék mennyiségének minimalizálása, illetve újrahasznosítása másodnyersanyagok formájában. Ez a megközelítés a legtöbb iparág számára lehetőséget ad arra, hogy a termelési folyamatok során kevesebb elsődleges (primer) nyersanyagot használjon, és ezáltal csökkentse a környezeti terhelését. Az építőipar, különösen a cement- és betonipar kiemelt szerepet játszik a fenntarthatósági célok megvalósításában, mivel környezeti hatása rendkívül jelentős: nagy mennyiségű elsődleges nyersanyagot használ fel (mészkő, agyag), és a világszintű szén-dioxid-kibocsátásban is tekintélyes részesedése van. A beton előállításához elengedhetetlen cement gyártásának világszintű CO₂-kibocsátása 2021-ben 2,9 milliárd tonna volt – ez a teljes globális CO₂ emisszió körülbelül 7%-át jelentette abban az évben (Hamilton, és mtsai. 2022). A cement iránti folyton növekvő kereslet kielégítése, ugyanakkor a cementipar jelentős karbonlábnyomának csökkentése az eddigi tendenciák szerint azonban jelenleg nem tűnik effektíven összeegyeztethetőnek. Az Európai Unió az ún. European Green Deal-ben („Európai Zöld Megállapodás”) fogalmazta meg klímasemlegességi irányelveit és célkitűzéseit, a European Climate Law („Európai Klímarendelet) pedig jogi szintre emelte ezeket. Ennek értelmében az EU és tagállamai kötelezettséget vállaltak az üvegházhatású gázok kibocsátásának legalább 50%-kal történő csökkentésére 2030-ig (1990-es értékekhez képest), illetve a nulla nettó kibocsátás elérésére 2050-ig (Tamta, és mtsai. 2023).

A cementgyártás során kibocsátott CO₂ 50-60%-a a mészkő kalcinálása, a klinker előállítása során; 30-40% a kalcináláshoz, termikus reakciókhoz szükséges hőenergia előállítása során, 10%-a pedig a villamosenergia felhasználása, valamint a cement szállítása során keletkezik. Ebből az következik, hogy a CO₂ emisszió hatásos redukálása egyrészt a cementben található klinker egy részének például kohósalakkal, pernyével történő helyettesítésével (ez a primer nyersanyagszükségletet is csökkenti), a gyártási folyamathoz szükséges magas hőmérséklet (1200-1450 °C) csökkentésével, a hőenergia-veszteség minimalizálásával és a hulladék-hő visszanyerésével, a hőenergia környezetbarát/megújuló energiahordozókból történő előállításával, a szén-dioxid leválasztás-, hasznosítás-, és tárolás

technológia alkalmazásával, illetve alacsony karbonkibocsátású alternatív cementek/kötőanyagok széleskörű elterjedésével lehetséges, amelyek életciklusuk során több szén-dioxidot kötnek meg, mint amennyi előállításuk során keletkezik (Tamta, és mtsai. 2023). A geopolimerek olyan újszerű, környezetbarát alternatív kötőanyagok, amelyek alacsony hőmérsékleten (30-100°C) előállíthatók, ezzel elkerülve a kalcinálás során jelentős mennyiségben keletkező szén-dioxid kibocsátását. A geopolimerek gyártásához továbbá kiválóan alkalmazhatók ipari melléktermékek is (pernye, kohósalak stb.), amelyekkel potenciálisan helyettesíthetők a cementgyártás primer nyersanyagai.

Dolgozatom célja a közvetlen habosítással előállított, lignit pernye alapú habszerkezetű geopolimerek mechanikai tulajdonságainak vizsgálata, optimalizálása és szálerősítése szintetikus (PP és PET) szálakkal. Egy szisztematikus kísérletsorozat keretén belül különböző őrlési finomságú erőműi lignitpernyéből állítottam elő habszerkezetű geopolimereket, amelyek hajlítoszilárdságát, nyomoszilárdságát, testsűrűségét és porozitását változó folyadék/szilárd anyag arány mellett vizsgáltam.

2. Szakirodalmi összefoglaló

Ebben a fejezetben átfogó képet adok a geopolimerekről, a habszerkezetű geopolimerekről és a geopolimerek szálerősítéséről is. Röviden bemutatom a geopolimerek szintézisének kémiai hátterét, a geopolimerek tulajdonságait, és a gyártáshoz alkalmazható nyersanyagokat. Ezt követően ismertetem a különböző habosítási eljárásokat, amelyekkel geopolimer habokat állíthatunk elő. A szakirodalmi összefoglaló végén bemutatom még a szálerősítés célját, a különböző szálerősítő anyagokat, illetve három esettanulmányon keresztül szemléltetem, milyen hatást gyakorolnak a szintetikus szálak a geopolimer habok egyes tulajdonságaira.

2.1. Geopolimerek

A geopolimerek szervesetlen polimer-szerkezetű, alternatív, környezetbarát kötőanyagok, amelyek szilárd-aluminoszilikátok lúgos (ritkábban savas) közegben végbemenő reakciója, az ún. geopolimer szintézis során keletkeznek alacsony hőmérsékleten (30-100 °C) (Krishna, és mtsai. 2021) (Matsimbe, és mtsai. 2022) (Shehata, és mtsai. 2020). A geopolimer szintézis folyamatát, illetve a geopolimerek kémiai szerkezetét először egy francia tudós, Joseph Davidovits írta le 1972-ben (J. Davidovits 2017). A geopolimerek szintézise egy komplex

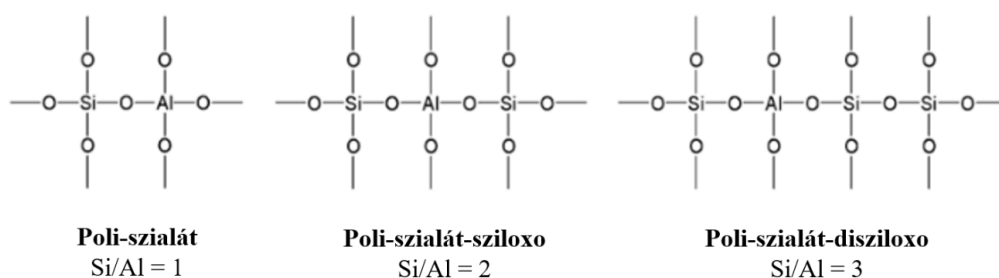
polikondenzációs folyamat, a keletkező termék pedig egy háromdimenziós tektoszilikát mátrix (poliszialát szerkezet), amelyet SiO_4 és AlO_4 tetraéderek alkotnak (J. Davidovits 2020) (Mucsi, és mtsai. 2014). A poliszialátok empirikus képletét az alábbi módon írhatjuk le (1. egyenlet):

$$M_n (-(\text{SiO}_2)_z - \text{AlO}_2)_n \cdot w\text{H}_2\text{O} \quad (1)$$

Ahol:

- **M** – kationok (leggyakrabban K^+ , Na^+ , Ca^{2+})
- **n** – polikondenzációs fok
- **z**- Si és Al arányát kifejező sztöchiometriai együttható, amely értéke 1, 2 és 3 lehet
- **w** – vízmolekulák száma

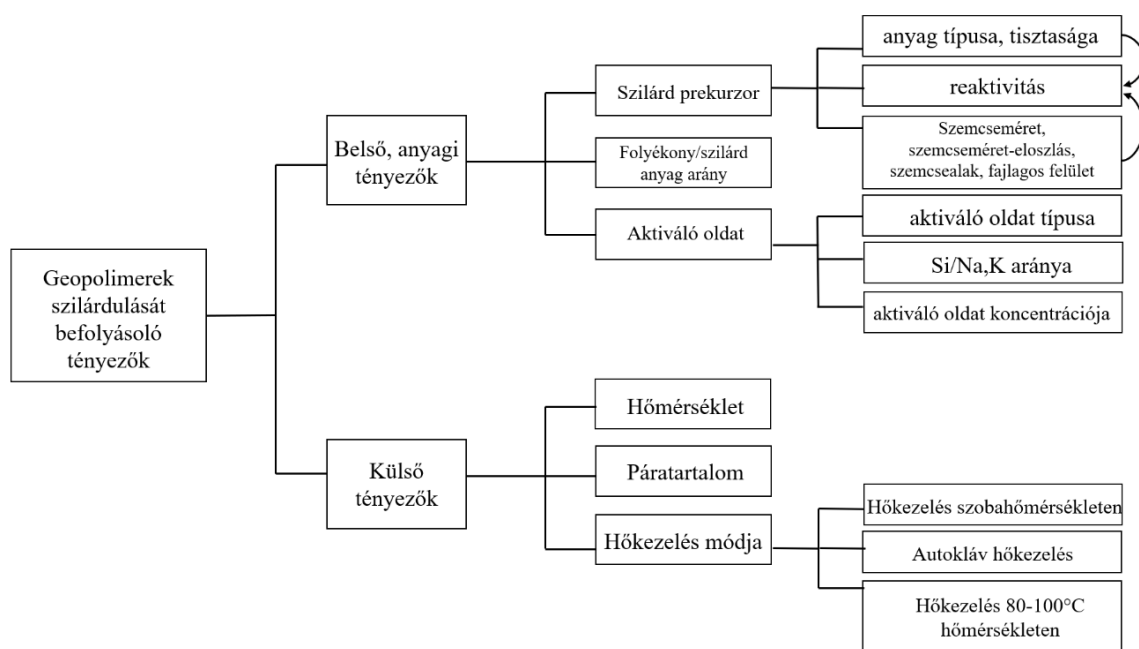
A geopolimerek poliszialát mátrixát a SiO_4 és AlO_4 tetraéderek közötti oxigén atomok kapcsolják össze. A szerkezetben lévő Si^{4+} és Al^{3+} ionok által előidézett negatív töltéstöbbletet a mátrix hézagokba bekapcsolódó kationok (K^+ , Na^+ , Ca^{2+}) egyenlítik ki (J. Davidovits 2020). A poliszialátokat a Si/Al moláris aránya alapján három típusba soroljuk (poliszialát, poliszialát-sziloxo és poli-szialát-disziloxo) (J. Davidovits 1991). A poliszialátok egyes típusainak szerkezeti képletét az 1. ábra mutatja be.



1. ábra A poliszialátok típusai (Matsimbe, és mtsai. 2022)

A geopolimerek előállításához alkalmazható szilárd, magas alumínium-, és szilíciumtartalmú prekursorok többek között a kaolin, metakaolin, zeolitok, szilikapor, erőműi pernye, vörösiszap, kohósalak, rizshéj hamu, betontörmelék, bányászati meddő és téglatörmelék (Krishna, és mtsai. 2021) (Matsimbe, és mtsai. 2022) (Shehata, Sayed és Abdelkareem 2020) (Cong és Cheng 2021). A felsorolt alapanyagok túlnyomó része olyan nagy mennyiségben keletkező ipari hulladék, amelyek biztonságos tárolása komoly költségekkel és

környezeti kockázatokkal jár. A leggyakrabban alkalmazott lúgos kémhatású aktiváló oldatok a NaOH, Na_2SiO_3 , KOH, K_2SiO_3 (Nergis, és mtsai. 2018), a ritkábban használt savas kémhatású aktiváló oldatok a H_3PO_4 , AlPO_4 , illetve a természetes eredetű humin sav (Krishna, és mtsai. 2021). A geopolimerek rendkívül gyorsan kötnek, a bekeveréstől számított 4 órát követően képesek végleges szilárdságuk 70%-át elérni (Nergis, és mtsai. 2018). A geopolimerek ezen kívül kiváló termikus stabilitással rendelkeznek, térfogati- és lineáris zsugorodásuk kisebb, mint a portlandcement esetén; hő- és tűzállóak, valamint a kémia korrózióval szemben is ellenállónak bizonyultak (Nergis, és mtsai. 2018) (Jihui, és mtsai. 2021). A geopolimerek nyomó-, valamint hajlítószilárdsága képes felvenni a versenyt a hagyományos cementek szilárdságával, amennyiben optimalizáljuk az anyagi-, és külső környezeti paramétereket, amelyeket a 2. ábra szemléltet (Jihui, és mtsai. 2021). Ezen tulajdonságoknak köszönhetően a geopolimerek ígéretesek lehetnek az építőiparban (cementek, út- és járdarétegek, falazó- és szigetelő téglák, különleges hő- és tűzálló bevonatok, burkolatok), és a környezetvédelemben (nehézfémekkel szennyezett vizek szűrése, adszorbensek) (Krishna, és mtsai. 2021) (Cong és Cheng 2021).



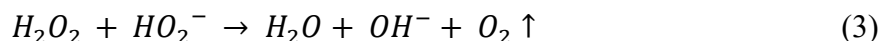
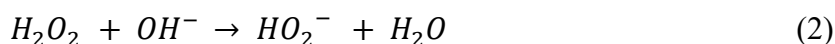
2. ábra A geopolimerek mechanikai tulajdonságait befolyásoló anyagi- és környezeti tényezők csoportosítása (Jihui, és mtsai. 2021)

2.2. Habszerkezetű geopolimerek

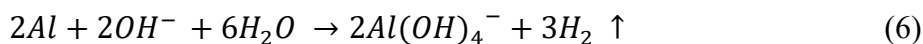
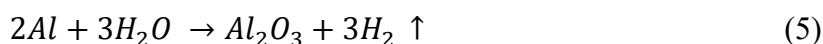
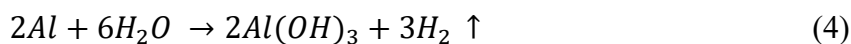
A geopolimerekből a legkülönbözőbb fizikai és kémiai habképző eljárásokkal állíthatunk elő porózus, habszerkezetű geopolimereket. A leggyakrabban alkalmazott habosítási módszerek a közvetlen, vagy direkt habosítás ("direct foaming"), a replikációs módszer ("replica method"), az ideiglenes töltőanyag módszer ("sacrificial filler method"), és az additív gyártási technológia ("additive manufacturing") (Xiaohong, és mtsai. 2021) (Xinyu, és mtsai. 2022).

A felsorolt eljárások között a legelterjedtebb a közvetlen habosítás, mely lényege, hogy a folyékony, homogén geopolimer zagyba az ún. habosító reagens kémiai reakciója útján gázt (például H_2 , O_2) juttatunk. A habosító reagentsek lehetnek különböző fémporok (például: alumínium-, cink por), fémötvözetek (például: szilícium-karbid, ferroszilícium), továbbá lehet nátrium-hipoklorit ($NaOCl$), nátrium-perborát és hidrogén-peroxid (H_2O_2) (Chengying és Colombo 2018) (Szabó, Gombkötő, és mtsai. 2017).

A leggyakrabban alkalmazott habosító reagens a hidrogén-peroxid, amely termikus bomlása során víz és oxigén keletkezik a (2. egyenlet) és (3. egyenlet) szerint (Xinyu, és mtsai. 2022):



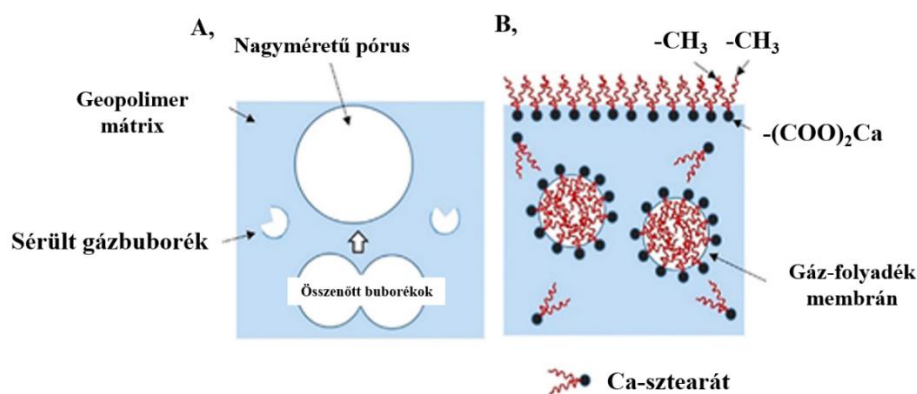
A különböző fémporok közül az alumínium por a legelterjedtebb habosító reagens; vízzel történő reakciója során hidrogén gáz keletkezik a (4. egyenlet) és (5. egyenlet) alapján. Lúgos közegben (például $NaOH$ vagy KOH oldatban) ez a folyamat felgyorsul, és a reakció a (6. egyenlet) szerint megy végbe (Xinyu, és mtsai. 2022):



Az egyes habosító reagentsek eltérő reakciói, eltérő méretű, alakú pórusokat, pórusszerkezetet és porozitást eredményeznek, amely meghatározza a geopolimer hab fizikai tulajdonságait (szilárdság, sűrűség, porozitás) (Ducman és Korat 2016). A pórusszerkezet homogenitásának, illetve a pórusok méretének, alakjának, típusának (átjárható/nyílt vagy zárt) a gyakorlati alkalmazásban is rendkívül fontos szerepe van; míg a homogén eloszlású, gömb

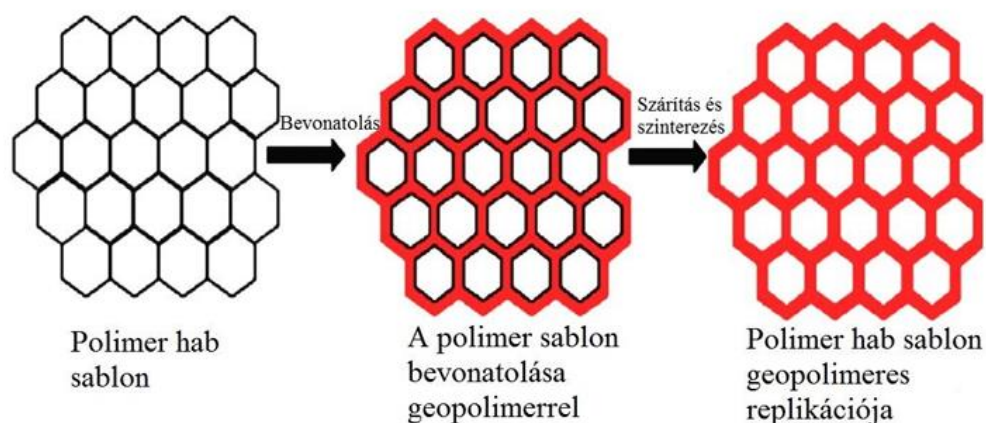
alakú pórusok a hab hőszigetelő tulajdonságait javítják, addig a heterogén eloszlású és szabálytalan alakú nyílt/átjárható pórusok a termék hangszigetelő tulajdonságára vannak pozitív hatással (Boros és Korim 2022). Számos kutatás rámutatott, hogy a hidrogén-peroxid például inhomogén, gyakran nyílt pórusszerkezetet eredményez, mert termikus bomlása lúgos környezetben instabil, és a keletkező gázbuborékok mérete a koaleszcencia következtében megnő (Ducman és Korat 2016) (Boros és Korim 2022). Ez a jelenség az ún. Ostwald-érés (Chengying és Colombo 2018), amely megnöveli a geopolimer habok porozitását, ám sűrűségét csökkenti, és ezáltal rontja mechanikai tulajdonságait (Rizal, és mtsai. 2020). A geopolimerek pórusszerkezetét meghatározza továbbá a geopolimer paszta reológiája és viszkozitása, amelyeket legfőképpen a folyadék/szilárd anyag arány (L/S arány) és az aluminoszilikát prekursor őrlési finomsága befolyásol (Szabó és Mucsi 2015).

Számos felületaktív anyag (például: nátrium-dodecil-benzol-szulfonát, nátrium-dodecil-szulfát, oktil-szulfobetain, oleinsav) képes lecsökkenteni a nedves geopolimer hab felületi feszültségét, ezáltal stabilizálják a keletkező folyadék-gáz határfelületeket. Ezzel csökkentik az Ostwald-érés, a koaleszcencia hatását, amely homogénebb pórusszerkezetet eredményez. A felületaktív anyagok mellett más adalékanyagok is képesek a pórusszerkezet homogenitásának javítására úgymint a xantángumi, a keményítő és a kalcium-sztearát (Xinyu, és mtsai. 2022). A kalcium-sztearát pórusstabilizáló mechanizmusát a 3. ábra mutatja be. A 3. ábrán "A"-val jelölt eset szemlélteti, hogy hogyan egyesülnek a kisméretű buborékok, illetve hogyan sérülhetnek a nagy felületi feszültség hatására. A "B"-vel jelölt esetben a rendszerhez adagolt kalcium-sztearát lecsökkentette a gáz-folyadék határfelületi feszültséget, ezzel stabilizálva és megerősítve a pórusokat (Xinyu, és mtsai. 2022).



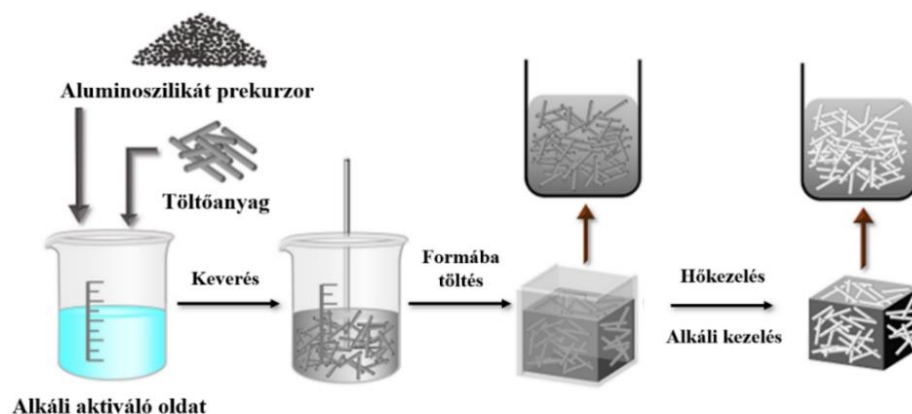
3. ábra A felületaktív anyagok pórusstabilizáló mechanizmusa (Xinyu, és mtsai. 2022)

A replikációs módszert az 1960-as évek óta alkalmazzák a kerámiahabok ipari előállításánál. A módszer lényege, hogy egy sejtes, üreges polimer (például: poliuretán) sablon felületén bevonatot képeznek a folyékony geopolimerrel, amelyet ezután szinterezésnek vetnek alá 1100-1300 °C-on (4. ábra). Az eljárás előnye, hogy költséghatékony, továbbá a késztermékek változatos, az adott polimer sablon pórusainak megfelelő pórusmérettel rendelkeznek, azonban geopolimer habok előállítására ezzel a módszerrel csak elszórtan találunk példát a szakirodalomban. A geopolimerek gyártásához ugyanis nem szükséges magas hőmérséklet, így a szinterezés után előálló termék tulajdonképpen inkább porózus kerámiának tekinthető, mint sem geopolimer habnak (Xiaohong, és mtsai. 2021).



4. ábra Replikációs módszer sematikus ábrája (Szabó 2020)

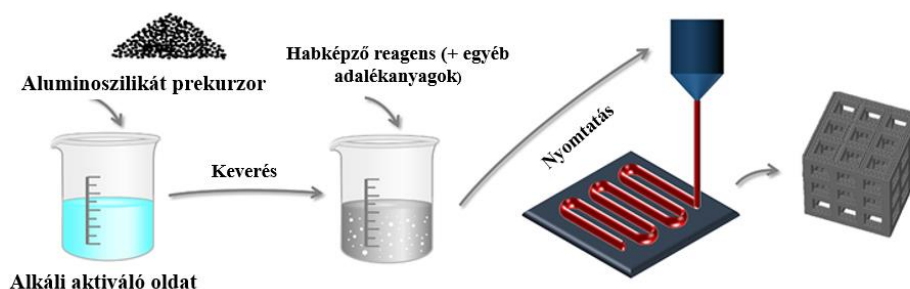
Az ideiglenes töltőanyagok módszerének elve, hogy a geopolimer zagyban olyan kis sűrűségű, vagy üreges szemcsés anyagokat, szálakat, diszpergálunk, amelyeket a formába töltést követően eltávolítunk oldással, olvasztással vagy termikus bontással, így létrehozva a pórusokat. Számos különböző töltőanyagot (szemcsék, szálak) alkalmazhatunk ehhez az eljáráshoz, mint például pernye, üveg, szénbányászati meddő, fenolok, cenoszférák (üreges mikrogömbök), duzzasztott polisztirol, duzzasztott vermikulit ásvány, fűrészpor, hulladék polisztirol, pamut növény szára (melléktermék) (Xiaohong, és mtsai. 2021). Az ideiglenes töltőanyagok módszerét az 5. ábra szemlélteti.



5. ábra Az ideiglenes töltőanyag módszer ("sacrificial filler method") sematikus ábrája (Xinyu, és mtsai. 2022)

Az additív gyártási technológia, azaz a 3D nyomtatás technológiája az utóbbi években az építőiparban, és így a geopolimerkutatásban is egyre nagyobb figyelmet kapott. Az additív gyártási technológia előnye, hogy a geopolimer habok pórusszerkezete precízen szabályozható, és olyan szerkezetű termékeket állíthatunk elő, amelyeket a hagyományos eljárásokkal (például közvetlen habosítás) nem volna lehetséges (Chengying és Colombo 2018). Ellenben a 3D nyomtatás során sokkal több gyártási paraméter – anyagi és gépi – együttes optimalizálása szükséges, amely a technológia kutatóinak egyelőre nagy kihívást jelent (Lazorenko és Kasprzhitskii 2022).

Az additív gyártási technológián belül két módszert különböztethetünk meg, az extrúziós 3D nyomtatást, illetve a kevésbé alkalmazott por-alapú 3D nyomtatást. Az extrúziós nyomtatás során a 3D nyomtató a szórófején ("nozzle") keresztül kinyomja a nedves geopolimer pasztát vagy habot és a kívánt terméket a beprogramozott berendezés rétegről-rétegre építi fel. Az extrúziós nyomtatás elvi működését a 6. ábra szemlélteti.



6. ábra Az extrúziós additív gyártási technológia sematikus ábrája (Xinyu, és mtsai. 2022)

Az extrúziós nyomtatáshoz a nedves geopolimer keveréknek tixotróp tulajdonságúnak kell lennie, továbbá megfelelő reológiával kell rendelkeznie ahhoz, hogy a szórófejből a kívánt módon lehessen kinyomni. Egy anyagréteg felépítése után a geopolimernek elég szilárdnak és stabilnak kell lennie ahhoz, hogy a következő anyagréteget/anyagrétegeket megtartsa. Rendkívül fontos, hogy az egyes rétegek között megfelelő adhézió alakuljon ki, ezért az egyes rétegek nem köthetnek meg túl gyorsan. Ehhez vagy a nyomtatási sebességet kell megváltoztatni, vagy a geopolimer paszta bekeveréséhez kevésbé reaktív aluminoszilikát prekursorzt kell alkalmazni (például F-típusú erőműi pernye). Továbbá a megszilárdult szerkezetek mechanikai tulajdonságai anizotróp viselkedést mutatnak. Ez az extrúziós nyomtatással készült geopolimer habok esetén azt jelenti, hogy horizontálisan alapvetően nagyobb szilárdságúak, mint vertikálisan (Lazorenko és Kasprzhitskii 2022).

Az elmúlt évek kutatási eredményei alapján a habszerkezetű geopolimerek ígéretes hang-, és hőszigetelő, továbbá tűzálló anyagok, adszorbensek, szűrők és pH szabályozók lehetnek (Novais, és mtsai. 2019) (Junjie, és mtsai. 2015) (Zhang, és mtsai. 2015).

2.3. Geopolimer habok szálerősítése

A geopolimerek, különösképp a geopolimer habok mechanikai tulajdonságai szálerősítéssel jelentősen javíthatók (Samal és Blanco 2021) (Augustini, és mtsai. 2021). A szálerősítéssel elsősorban a geopolimer habok hajlítószilárdságát kívánjuk növelni, de bizonyos esetekben a nyomószilárdság is javítható ily módon. Az adott test szerkezetét egyenletesen behálózó szálak elősegítik a testre nehezedő nyomást szétszlatni. A szálak képesek a jellemző gyenge pontokból kiinduló mikrorepedésekről elvezetni a terhelés egy részét, ezzel megakadályozva annak növekedését (ami végül az anyag tönkremenetelét okozza), illetve a további repedések kialakulását. A geopolimer habok esetén kis mennyiségű (szakirodalomban: 0,25-2%), rövid (szálhossz kisebb, mint 10-15 mm) szálak adagolása elősegíti a nedves geopolimer hab stabilizálását (Masi, és mtsai. 2014). A szálak növelik a paszta viszkozitását, amely lecsökkenti, megakadályozza a gázbuborékok, ezáltal a nedves hab összeomlását (Masi, és mtsai. 2014). A hatásos szálerősítés érdekében számos faktort szükséges szem előtt tartani. Fontos a kívánt hatás eléréséhez a szálak megfelelő anyagának, mennyiségének, hosszának, átmérőjének megválasztása, de még a szálak alakja is befolyásoló tényező lehet. Korábbi kutatások tapasztalatai alapján a rövidebb szálak a nyomószilárdságra, míg a hosszabb szálak

inkább a hajlítoszilárdságra vannak pozitív hatással (Abbas, és mtsai. 2022). A szálerősítéshez alkalmazhatunk acél-, szén-, szintetikus- (polivinil-alkohol - PVA, polipropilén - PP, polietilén - PE, polietilén-tereftalát - PET, poliészter stb.), szerves-(juta, pamut, szizálrost/szizálkender, kókusz, bambusz stb.), valamint szervetlen szálakat is (leggyakrabban üveg és bazalt) (Samal és Blanco 2021).

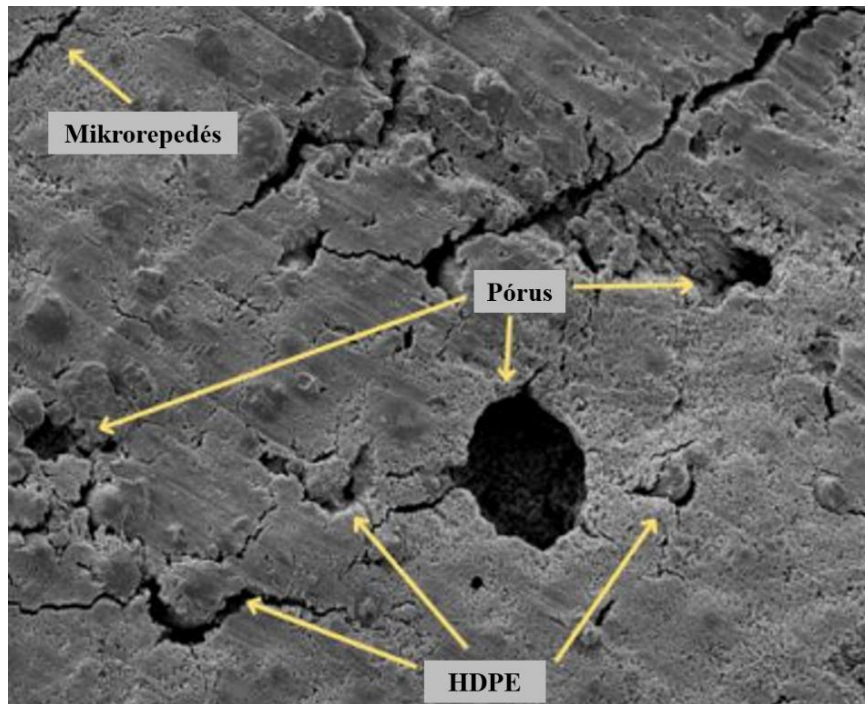
A továbbiakban olyan geopolimer habok szintetikus szálerősítéséről szóló esettanulmányokat, illetve kutatási eredményeket mutatok be, amelyek nagyban hozzájárultak saját kutatási témám megértéséhez, és a kísérletek során tapasztalt jelenségekre magyarázattal szolgáltak.

Augustini és munkatársai 0, 0,25 és 0,5%-ban (a pernye tömegéhez viszonyítva) adagoltak polipropilén mikroszálakat mechanikai habosítással (egy előre bekevert stabil hab fokozatos adagolása és keverése a geopolimer pasztával) előállított geopolimer habokhoz. A próbatestek mechanikai tulajdonságai mellett – nyomószilárdság és szakítószilárdság- a hővezetési képességet is vizsgálták 50, 100, 150 és 200 °C hőmérsékleten. A szálerősített próbatestek nyomószilárdsága 0,25 és 0,5% szál tartalom mellett 205 és 207%-os növekedést mutatott a kontroll próbatestekhez képest. A szilárdság növekedését a geopolimer mátrix és a szálak közötti kötési mechanizmussal magyarázták, ugyanis a mikroszálak képesek a geopolimer habok pórusait kitölteni. Ezáltal a testsűrűség is megnövekszik, azonban a szálak túladagolásával gyakran éppen az ellenkező hatás érhető el, azaz csökken a testsűrűség. A PP mikroszálak a szakítószilárdságot is jelentős mértékben növelték. Tekintve, hogy a mikroszálak megnövelik a testsűrűséget, a hővezetési képességet is megnövelik (ez különösen 200 °C felett igaz), amely hőszigetelő anyagok esetén nem előnyös (Augustini, és mtsai. 2021).

Yoosuk és munkatársai polipropilén mikroszálakkal erősített, magas kalciumtartalmú pernyéből előállított geopolimer habok testsűrűségét, hajlító-, és nyomószilárdságát, valamint anyagszerkezetét vizsgálták pásztázó elektronmikroszkóp segítségével. A geopolimer habokat mechanikai habosítás útján állították elő. A geopolimer próbatestek tulajdonságait változó (0%, 1% és 2%) habtartalom, NaOH koncentráció (2 M, 4 M, 6 M és 8 M), és polipropilén szál tartalom (0%, 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2%, 2,5%, 3% - a pernye tömegéhez viszonyítva) mellett hasonlították össze. Eredményeik alapján a testsűrűség a növekvő habtartalom és szál tartalom mellett csökkent, míg a NaOH koncentráció növelésével a testsűrűség is megnőtt. A nyomószilárdság vizsgálatok eredményei alapján megállapították, hogy az optimális szál tartalom 0,5%. A maximális nyomószilárdságot 8 M NaOH és 0,5% PP szál adagolásával érték el, amely 20,94 MPa volt. A hajlítoszilárdság esetén azonban a 2,5%-os szál tartalom

bizonyult optimálisnak. Jellemző volt mind a nyomó-, mind a hajlítószilárdságra, hogy az optimum száltartalom feletti adagolás csökkenést idézett elő. Ezt egyrészt a porozitás megnövekedésével, másrészt a bedolgozhatóság romlásával magyarázták. Túl nagy száltartalom esetén ugyanis a szálak a mátrixban összeakadhatnak, összecsomósodhatnak, és ezeken a helyeken nem kívánt légbuborékok keletkezhetnek. (Yoosuk, és mtsai. 2021)

Atienza és munkatársai újrahasznosított nagysűrűségű polietilén aprítékkal (HDPE – High Density Polyethylene) megerősített pernye alapú geopolimer habok hővezetését, nyomószilárdságát, pórusszerkezetét és testsűrűségét vizsgálták. Habképző reagensként egy kissé szokatlan fehérje alapú keveréket alkalmaztak, amely 28% állati fehérjéből, 2% nátrium-lauril-polioxi-etilén-éter-szulfátból, 10% nátrium-dodecil-szulfátból és 60% desztillált vízből állt. Ebből a keverékből elektromos keverő segítségével nagy fordulatszámon stabil habot képeztek, amelyet 40%-ban adagoltak a geopolimer pasztához. A 2,5-3 mm-es szemcseméretű HDPE apríték különböző hulladék mosó-, és tisztítószeres flakonokból, valamint azok kupakjaiból, samponos flakonokból, továbbá fogkrémes tubusokból származott, és ezt 0,25 és 0,5 m/m%-ban adagolták a pernyéhez. Azt állapították meg a pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) anyagszerkezet-vizsgálat során, hogy a hidratációs folyamat alatt víz csapdázódott a geopolimer mátrix és a HDPE szemcsék közé, amely a próbatestek kötési ideje alatt felszabadult, és mikrorepedéseket, valamint nem kívánt légbuborékokat okozott (7. ábra). Ezt a jelenséget HDPE hidrofób (víztaszító) tulajdonságával magyarázták. A HDPE mennyiségének növelésével a próbatestek testsűrűsége és nyomószilárdsága csökkenő tendenciát mutatott. 0,25 m/m% HDPE mellett 8%-os csökkenést tapasztaltak (12,67 MPa nyomószilárdság), míg 0,5 m/m% HDPE esetén 34%-ot (7,89 MPa) (Atienza, és mtsai. 2023). Ezen eredmények azt mutatják, hogy a szálerősítéshez alkalmazni kívánt anyag felületi tulajdonságainak (hidrofil vagy hidrofób) előzetes ismerete kulcsfontosságú, mert ha az nem képes megfelelően beépülni a geopolimer mátrixba, akkor negatív hatással lehet a megszilárdult termék mechanikai tulajdonságaira.



7. ábra HDPE szemcsék körül kialakult nem kívánt légbuborékokról és mikrorepedésekről készült SEM felvétel (Atienza, és mtsai. 2023)

3. Alapanyagok és kísérleti módszerek, berendezések

Ebben a fejezetben ismertetem az alapanyagok tulajdonságait, és bemutatom az elvégzett kísérletek és mérések menetét, a használt berendezéseket, és azok működési elvét is.

3.1. Erőművi pernye ismertetése

A geopolimer habok előállításához az MVM Mátra Energia Zrt. erőművi lignitpernyéjét használtam, amely röntgenfluoreszcens spektroszkópia (XRF) elemzéssel meghatározott kémiai összetétele alapján (1. táblázat), a cement- és betoniparban elfogadott és alkalmazott ASTM C618 standard kritériumait figyelembe véve inkább F-típusú pernyének tekinthető. A szabvány szerint az F-típusú pernyékben található SiO_2 , Al_2O_3 és Fe_2O_3 mennyiségének összege 50-70 m/m% között mozoghat – ez alapján az általam használt lignitpernye, amely esetén ez az összeg 75,58 m/m% az F típusba sorolható. (Bhatt, és mtsai. 2019).

1. táblázat Visontai lignitpernye oxidos kémiai összetétele (Szerző saját szerkesztése)

Vegyület képlete	Tömegszázalékos mennyisége
SiO ₂	47,90
Al ₂ O ₃	16,53
MgO	2,87
CaO	11,41
Na ₂ O	0,33
K ₂ O	1,47
Fe ₂ O ₃	11,15
MnO	0,16
TiO ₂	0,53
P ₂ O ₅	0,30
S	3,38
F	0,30
Izzítási veszteség (LOI)	3,66
Összesen	100,00

3.2. Erőműi pernye őrlése golyósmalomban

A golyósmalmok olyan őrlőberendezések, amelyek kemény vagy lágy anyagok száraz és nedves őrlésére egyaránt alkalmasak. A vízszintes tengelyvonal körül forgó hengeres acélköpenyű őrlőtérben (dob) az őrlőtestek szabadon mozognak. A szabadon mozgó, részben parabola röppályát leíró őrlőgolyók ütő-nyomó-dörzsölő igénybevétellel őrlik a feladott anyagot. A malom töltése (őrlőtest és az őrlendő anyag) a fordulatszámtól függően a forgás hatására (fellépő erők: nehézségi erő, centrifugális erő) bizonyos magasságig felemelkedik majd visszagördül, visszacsúszik (katarakt hatás) vagy a malom belseje felé zuhan (kaskád hatás). Túl magas fordulatszám esetén a dobkerület tetőpontján a malom töltésére ható nehézségi erő és a centrifugális erő kiegyenlítődik, így az a malom falához tapad és azzal – a relatív elmozdulás lehetősége nélkül – együtt forog (Fejes és Tarján 1979) (Faitli, és mtsai. 2017). Ez a kedvezőtlen eset az ún. kritikus fordulatszám (n_{krit}) felett következik be, amelyet a dob átmérőjének ismeretében (D) az alábbi összefüggés (7) szerint határozhatunk meg (Faitli, és mtsai. 2017):

$$n_{krit} = \frac{42,3}{D} \quad (7)$$

Az üzemi fordulatszámot a kritikus fordulatszám százalékában adják meg, amely átlagosan annak 76%-a. A malom acél őrlőgolyói különböző átmérővel rendelkeznek, mert a feladás

nagyobb szemcséinek őrlése nagyobb ütési energiával hatékony, ehhez pedig nagyobb esési magasságra és nagyobb golyókra van szükség. Az őrlés előrehaladtával keletkező finomabb szemcsék őrléséhez viszont a nagyobb darabszámú és nagyobb dörzsölő felületet biztosító kis őrlőgolyók használata indokolt (Fejes és Tarján 1979) (Faitli, és mtsai. 2017).

A lignitpernye mechanikai aktiválását a 8. ábrán látható 305×305 mm-es laboratóriumi golyósmalomban végeztem 15, 30 és 60 perces őrlési idő mellett, 39,3 Hz frekvencián és 110%-os anyagtöltési fokon.

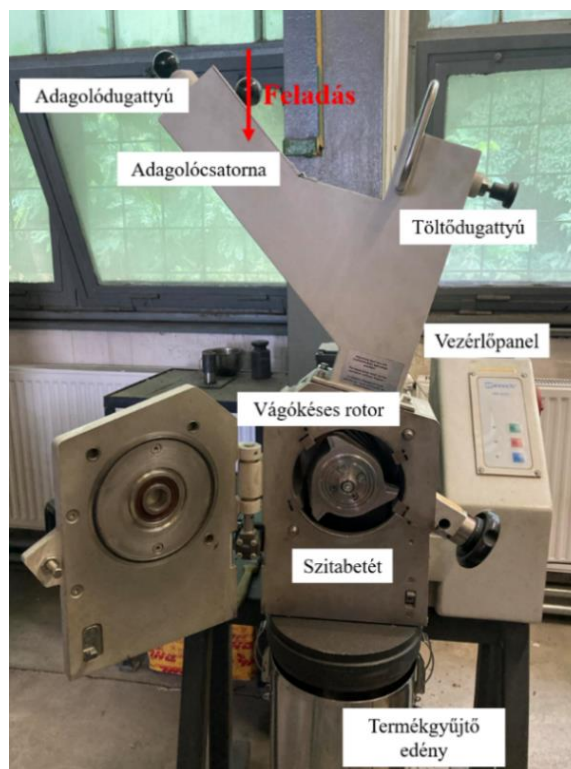


8. ábra Laboratóriumi golyósmalom őrlés közben (bal) és a malom acél őrlőgolyói (jobb) (Szerző saját szerkesztése)

3.3. PET szemcsék előállítása

A geopolimer habok szálerősítéséhez szükséges PET szemcséket egy többlépcsős eljárással állítottam elő hulladék palackokból. A palackokon található címkéket eltávolítottam, majd a flakonokat mosogatószeres vízzel megtisztítottam (szerves szennyeződések, címkék ragasztóanyaga miatt). Ezt követte a flakonok manuális előaprítása (olló) az őrlőberendezés – vágómalom – megfelelő feladási szemcseméretének (max. 60-80 mm) elérése érdekében.

Az őrlést a Retsch GmbH által forgalmazott SM 200 típusú vágómalom segítségével végeztem el (9. ábra).



9. ábra Retsch SM 200 típusú nagyteljesítményű vágómalom és főbb szerkezeti egységei (Szerző saját szerkesztése)

A vágómalmok félkemény, lágy, rugalmas és rostos anyagok (műanyag, fa, vezetékek, elektronikai hulladékok, gumi, másodlagos tüzelőanyagok – RDF stb.) vágó, nyíró igénybevétellel történő aprítására, őrlésére alkalmas berendezések. A méretcsökkentés a malom belsejében található, magas fordulatszámú forgó rotor kései, illetve az őrlőház falának kettős élű vágóbetétei között megy végbe. A termék az őrlőház alsó részén található (cserélhető) szitabetéten keresztül távozik a termékgyűjtő edénybe, így egyszerre az anyag osztályozása is megtörténik. A PET szemcsék előállítása során háromfokozatú őrlést végeztem három különböző lyukátmérőjű szitabetét – 7 mm, 1 mm, 0,5 mm segítségével, hogy a lehető legfinomabb szemcseméretű terméket kapjam eredményül.

A Retsch SM 200 típusú vágómalom legfontosabb műszaki adatait a 2. táblázat tartalmazza.

2. táblázat Retsch SM 200 vágó malom műszaki adatai (Forrás: Retsch GmbH)

Méreték (zárva):	576 mm × 1675 mm × 760 mm
Maximális feladási szemcseméret*:	< 60 - 80 mm
Végfinomság*:	0,25 - 20 mm
Fordulatszám 50(60) Hz-en:	1500 min ⁻¹
Rotor kerületi sebessége:	9,4 - 11,4 m/s
Rotorátmérő:	129,5 mm
Rotor típusa:	6-tárcsás rotor
Örlőszerszámok anyaga:	Nehézfémmentes acél, rozsdamentes acél, wolfram-karbid
Meghajtás:	Háromfázisú villanymotor

3.4. Közvetlen habosítási előkísérletek

A szakirodalomkutatást követően kutatómunkámat egy kulcsfontosságú szisztematikus előkísérlet sorozattal folytattam. Erre egyrészt azért volt szükség, hogy megtapasztaljam, hogyan reagálnak gyakorlatban az általam használt alapanyagok a közvetlen habosítás során a szakirodalomban fellelhető gyártási paraméterek – például folyadék/szilárd anyag arány, habosító reagens mennyisége stb. – mellett. Ez a másodnyersanyagok változó minősége végett különösen fontos. Másrészt az alapanyagtakarékosság szempontjából is érdemes előkísérleteket végezni kis mennyiségű alapanyag felhasználásával, hogy az elkerülhetetlenül keletkező selejt mennyiségét minimalizáljuk. A szakirodalmi adatok és az előkísérletek tapasztalatai egyenlő mértékben járulnak hozzá az optimális keverési paraméterek meghatározásához és az eredményes kutatáshoz.

Az előkísérlet sorozat három fázisból állt, és az egyes fázisok a geopolimer habok ideális pórusszerkezetét befolyásoló elsődleges tényezőkre fókuszáltak úgy, mint L/S arány (1. előkísérlet), örlési finomság (2. előkísérlet) és habosító reagens tömegszázalékos mennyisége (3. előkísérlet) (3. táblázat). Az előkísérletek során a geopolimer paszta konzisztenciáját, a

habok térfogatnövekedését, a habosodás idejét, és a megszilárdult habok pórusszerkezetét 35 mm átmérőjű hengeres próbatesteken vizsgáltam.

3. táblázat Előkísérlet sorozat során vizsgált keverési paraméterek (Szerző saját szerkesztése)

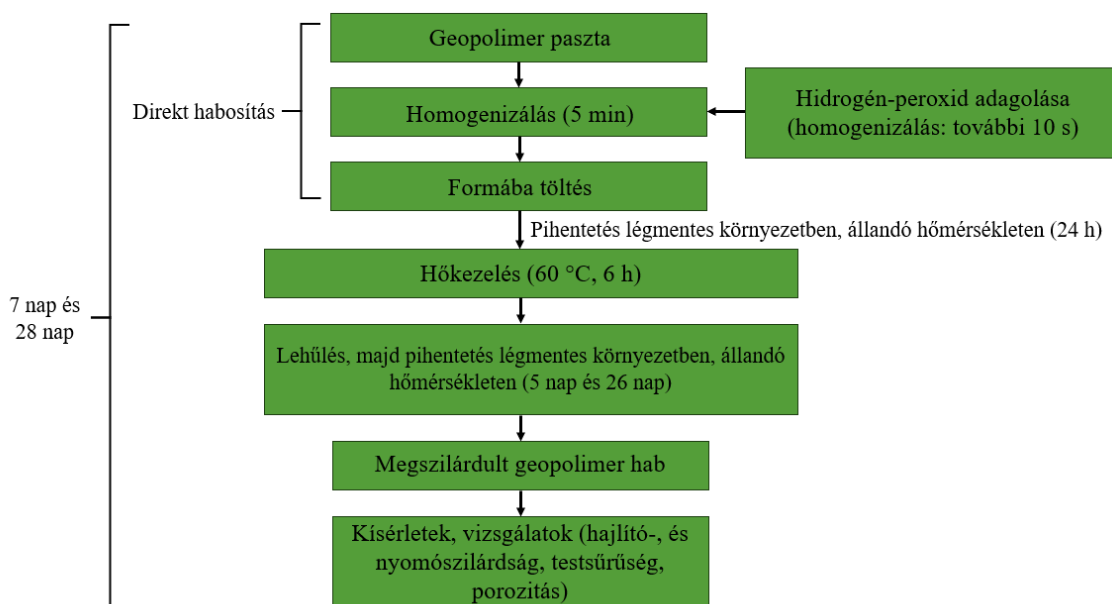
I. kísérlet (L/S arány)	II. kísérlet (pernye őrlési idő [min])	III. kísérlet (H ₂ O ₂ tartalom [m/m%])
0,67	0	1
0,74	15	2
0,82	30	3
	60	5

3.5. Habszerkezetű geopolimerek előállítása és szálerősítése

A geopolimer habok bekeverési arányát korábbi TDK dolgozatom eredményei alapján választottam meg, így a szilárd anyag 85 m/m%-ban tartalmazta a különböző pernyeörleményeket és 15 m/m%-ban a metakaolint. Az aktiváló oldatot 8 M-os NaOH és Geosil 14517 típusú vízüveg 1:1 arányú keverésével állítottam elő. A közvetlen habosításhoz 30%-os hidrogén peroxidot használtam. A szálerősítést az Avers Kft. által forgalmazott, 6,3 mm szálhosszúságú polipropilén mikroszálakkal, illetve az általam előállított, újrahasznosított PET szemcsékkel végeztem, melyeket 0,5 V/V%-ban adagoltam a geopolimer habokhoz. A geopolimer habokat az előkísérletek eredményei alapján (részletesen később a 4.3. fejezetben – *Előkísérletek eredményei*) két L/S arány változtatásával (0,74 és 0,82), 4 különböző őrlési finomság, valamint állandó 2 m/m% H₂O₂ tartalom mellett állítottam elő.

A vizsgálatokhoz a cement- és betonipari szabványoknak megfelelő 160 mm × 40 mm × 40 mm-es próbatesteket gyártottam, ennek folyamatát a 10. ábra mutatja be. A manuálisan előhomogenizált szilárd anyagokat az aktiváló oldattal 5 perces gépi keveréssel dolgoztam össze. Az így keletkező homogén zagyhoz hozzáadtam a hidrogén-peroxidot, amelyet a keverőgépben további 10 másodpercig kevertem. A szálerősített próbatestek gyártása során a szálakat a habosító reagens előtt adtam a rendszerhez, és azokat a keverőgépben 60 másodpercig kevertem, mert ekkorra a szálak egyenletesen eloszlottak a zagyban. Az ily módon előállt homogén pasztát a keverőedényből közvetlenül a formába öntöttem, hogy elkerüljem a kialakuló, mechanikai behatásokra érzékeny gázbuborék-szerkezet sérülését, összeesését. A formába töltött geopolimer habokat ezt követően 24 órán keresztül szobahőmérsékleten,

levegőtől elzárva tároltam, majd 60 °C-on 6 órán keresztül hőkezelttem. A lehűlt próbatesteket ezután szobahőmérsékleten, levegőtől elzárva további 5, illetve 26 napon át pihentettem a további vizsgálatok (szilárdságvizsgálatok, porozitás stb.) elvégzéséig.



10. ábra Habszerkezetű geopolimerek előállítása közvetlen habosítással (Szerző saját szerkesztése)

3.6. Szemcseméret eloszlás és fajlagos felület

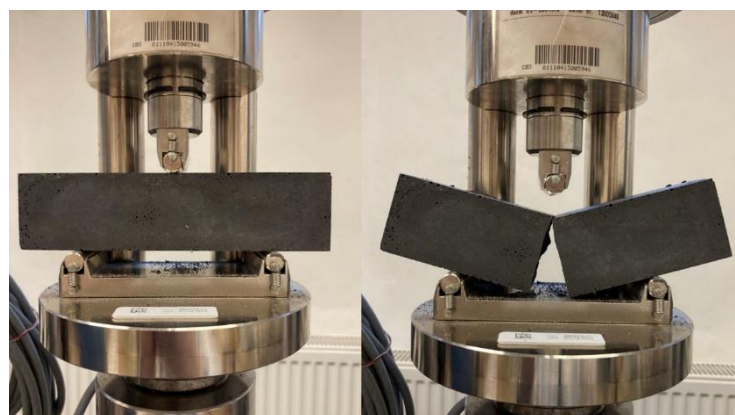
A pernyeörlemények, a metakaolin, illetve a PET szemcsék szemcseméret eloszlását és fajlagos felületét egy HORIBA LA-950V2 típusú lézeres szemcsenagyság-elemzővel határoztam meg (11. ábra). Ez a műszer egy lézersugár-elhajláson alapuló nedves és száraz üzemi spektrométer, amely a következő mérési elven alapul: a szemcsét érő fénysugár elhajlási szöge a szemcse méretével fordítottan arányos, míg intenzitása a szemcsék gyakoriságával áll összefüggésben. A készülék érzékelői felfogják a visszavert lézersugarakat, majd az így keletkezett jeleket a csatlakoztatott számítógépbe továbbítja, és a vezérlő szoftver segítségével meghatározhatjuk a mért minta fajlagos felületét és darab-, felületi eloszlását is (Faitli, és mtsai. 2017). A méréseket nedves üzemmódban végeztem, diszpergálószerként 1 ml-nyi nátrium-pirofoszfátot, illetve 3 perces ultrahangos diszpergálást alkalmazva.



11. ábra HORIBA LA-950V2 típusú lézeres szemcseméret elemző berendezés (Szerző saját szerkesztése)

3.7. Geopolimer habok szilárdságvizsgálata

A geopolimer habok hárompontos hajlítószilárdság vizsgálatát a próbatestek hét, illetve huszonnyolc napos korában végeztem a Miskolci Egyetem Bányászati és Geotechnikai Intézeti Tanszékének közetmechanikai vizsgálólaboratóriumában Dr. Debreczeni Ákos közreműködésével. A vizsgálatokat megelőzően megmértem a próbatestek pontos tömegét, továbbá szélességüket, magasságukat és hosszúságukat tolómérő segítségével a szilárdság, valamint a testsűrűség értékek kiszámításához. A hárompontos hajlítószilárdság-vizsgálat egy 25 kN maximális terhelhetőségű hidraulikus törőgéppel történt. A vizsgálat során a műszer befogószerkezete a próbatestre felülről egy pontban, alulról két pontban fejt ki erőt (F), ahogyan ezt a 12. ábra is bemutatja. A mérés a próbatest tönkremenetelig tart, ekkor az erőmérőről leolvasható a maximálisan felvett terhelés értéke (Czél és Kollár 2008).



12. ábra Geopolimer hab próbatest hárompontos hajlítószilárdság vizsgálat előtt (bal) és után (jobb) (Szerző saját szerkesztése)

A hárompontos hajlítószilárdság a maximális hajlítóerő, a befogószerkezet hosszának és a próbatest hasáb keresztmetszetének ismeretében a következő képlettel határozható meg:

$$\sigma_{hajlító} = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot a \cdot b^2} \quad (8)$$

Ahol:

- $\sigma_{hajlító}$ – hajlítószilárdság [Pa] vagy [MPa],
- F – maximális hajlítóerő [N],
- L – befogó szerkezet hossza [mm] (esetemben: 100 mm),
- a – próbatest szélessége [mm],
- b – próbatest magassága [mm].

A hajlítószilárdság vizsgálat során kettétört próbatestek nyomószilárdságát is megvizsgáltam, hogy konklúziókat vonhassak le a keverék homogenitásáról, illetve a szálak egyenlő eloszlásáról a mátrixban. Erre a kettétört próbatest két felének eltérő, vagy kívánt esetben hasonló nyomószilárdság értékeiből lehet következtetni. Ehhez a vizsgálathoz a mérőműszer önbeálló nyomólapjai közé két 40×40 mm-es nyomólapot helyeztünk későbbi számítások megkönnyítése (hiszen a próbatestek olykor szabálytalanul törnek ketté), illetve az egyenletes nyomáseloszlás érdekében. A mérés kezdeti állapotát a 13. ábra szemlélteti.



13. ábra Nyomószilárdság vizsgálat a hajlítószilárdság mérés során kettétört próbatest egyik felén (Szerző saját szerkesztése)

Úgy, mint a hajlítószilárdság vizsgálatkor, jelen esetben is a próbatest tönkremeneteléig terheltük a próbatestet, és az erőmérőről a törés pillanatában mért maximális nyomóerő értékét olvastuk le. A nyomószilárdság a maximális nyomóerő és a terhelt felület hányadosa:

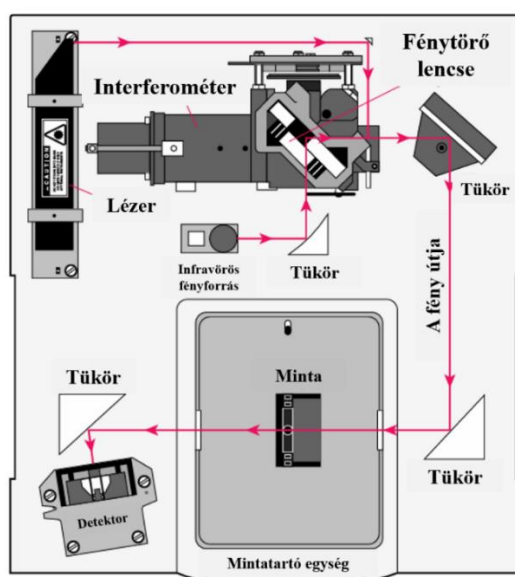
$$\sigma_{nyomó} = \frac{F}{A} \quad (9)$$

Ahol:

- F – maximális nyomóerő [N],
- A – terhelt felület [mm²] – esetemben 1600 mm².

3.8. Fourier transzformációs infravörös spektroszkópia (FT-IR)

A geopolimer hab próbatestekben található elemekről, a kémiai kötésekről, illetve azok mennyiségéről a Fourier transzformációs infravörös spektroszkópia (FT-IR) mérés elvégzése után kaptam részletes információt. Ez a mérés nagymértékben segít megérteni az anyagok szerkezetében bekövetkező változásokat. Az egyes anyagok eltérő mértékben képesek elnyelni a fény sugarainak különböző hullámhosszait. A készülékben található ún. Michaelson interferométerben egy álló, és egy folyton mozgó tükör okoz interferenciát a hullámintenzitást érzékelő detektor helyén a 14. ábra szerinti módon. A detektor által létrehozott interferogramot egy számítógép Fourier transzformációval FT spektrummá, majd abból transzmissziós spektrummá alakítja (Galbács 2010).



14. ábra Infravörös spektrométer működési elve (Forrás: [FTIR principles.pdf](#))

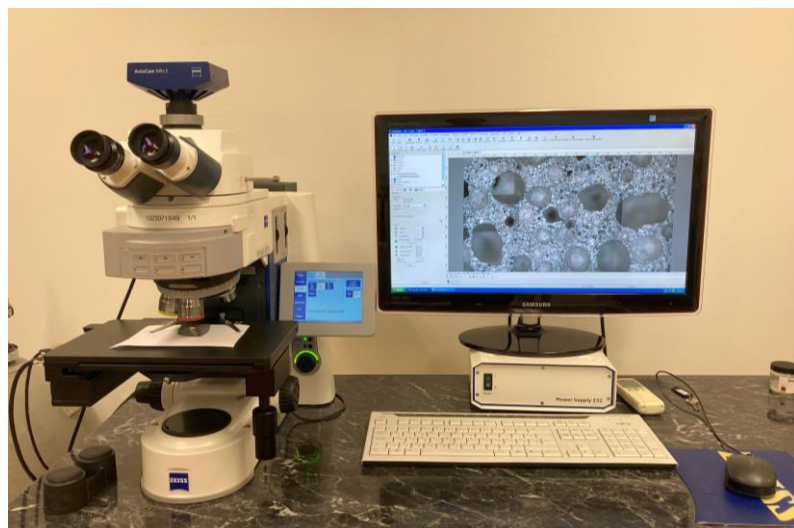
A mérésekhez a Nyersanyagelőkészítés és Környezettechnológia Intézet Innovatív Finomőrlési – Szemcsetervezési Technológiák Laboratóriumában található Jasco FT-IR 4200 típusú infravörös spektrométert használtam (15. ábra). Minden mérés előtt végeztem háttértermérést, illetve a méréseket követően alapvonal korrekciót hajtottam végre. A mérési eredményeket 4000 cm^{-1} és 400 cm^{-1} hullámszámok között vettem figyelembe. Az ábrázolt spektrumok 3 mérés átlagát mutatják be.



15. ábra Jasco FT-IR 4200 típusú infravörös spektrométer (Szerző saját szerkesztése)

3.9. Pórusszerkezet vizsgálata optikai mikroszkóppal

A geopolimer habok pórusszerkezetét – a pórusok méretét és alakját – egy Zeiss AXIO Imager M2m optikai mikroszkóppal vizsgáltam. A műszer 5x, 10x, 20x, 50x és 100x-os nagyítású objektívlencsékkel van ellátva. A berendezéshez tartozó Zeiss AxioCam MRc5 típusú kamera segítségével a mikroszkóp lencséin keresztül látott képet a műszerhez csatlakoztatott számítógépen is megtekinthetjük. A kamera számítógépes szoftverével különböző képkorrekciók végezhetők, illetve a vizsgált objektumok méreteit – esetemben a pórusok méretét - is meghatározhatjuk segítségével. A mikroszkópot és a kamera számítógépes szoftverét működés közben a 16. ábra szemlélteti.



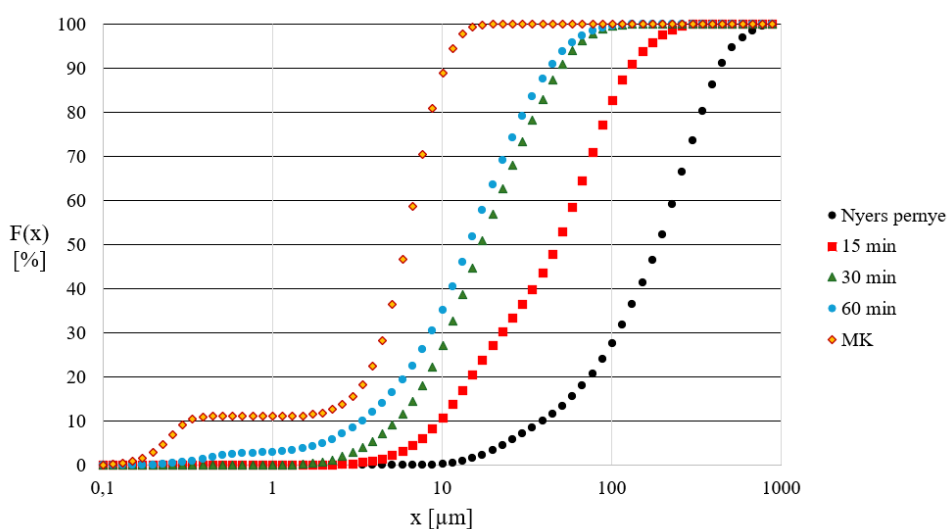
16. ábra Zeiss AXIO Imager M2m optikai mikroszkóp és a Zeiss AxioCam MRc5 típusú kamera a geopolimer habok pórusszerkezetének vizsgálata közben (Szerző saját szerkesztése)

4. Eredmények

A következő alfejezetekben az elvégzett kísérletek és mérések - erőműi pernye és hulladék PET flakonok őrlése és aprítása, hajlítószilárdság és nyomószilárdság, porozitás, pórusszerkezet és FT-IR - eredményeit mutatom be.

4.1. Erőműi pernye mechanikai aktiválása

Az őrlési idő növelésével jelentősen lecsökkent az őrlemények szemcsemérete, és növekedett az őrlemények fajlagos felülete. Már 15 perc őrlést követően a felére csökkent a pernye medián szemcsemérete (x_{50}) – 96,43 μm -ról 47,69 μm -re. 30 perc őrlés után már nem történt jelentős szemcseméret-csökkenés, azonban a 60 perces őrölt pernye fajlagos felülete (10833,0 cm^2/cm^3) a 30 perces őrleményhez képest (5201,3 cm^2/cm^3) kétszeresére nőtt. Ez a jelenség a szubmikronos mérettartományú finomszemcsék megjelenésével és megnövekedett mennyiségével magyarázható. A lignitpernye őrlemények és a metakaolin szemcseméret-eloszlás függvényét a 17. ábra mutatja be, továbbá a nevezetes szemcseméreteket (x_{10} , x_{50} és x_{80}), valamint a fajlagos felületet 4. táblázat tartalmazza.



17. ábra Az alapanyagok szemcseméret-eloszlás függvénye (Szerző saját szerkesztése)

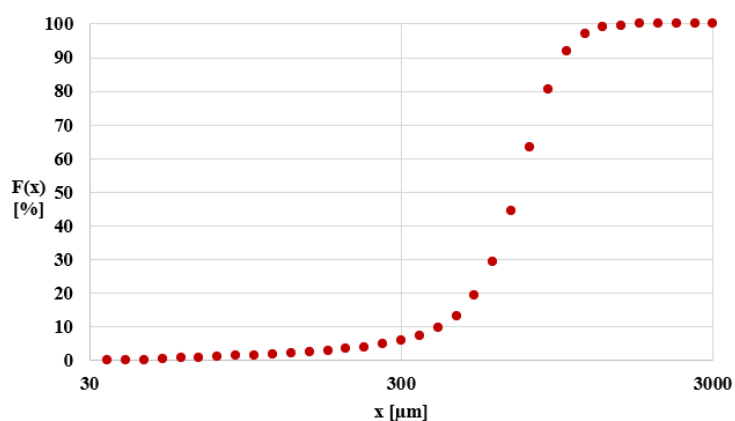
4. táblázat Az alapanyagok nevezetes szemcseméretei és fajlagos felületük (Szerző saját szerkesztése)

	Fajlagos felület [cm ² /cm ³]	x ₁₀ [μm]	x ₅₀ [μm]	x ₈₀ [μm]
Nyers pernye	1249,7	20,02	96,43	173,85
15 min	2523,5	9,73	47,69	94,97
30 min	5201,3	5,4	17,04	36,04
60 min	10833,0	3,4	14,56	30,69
MK	39051,0	0,33	6,09	8,73

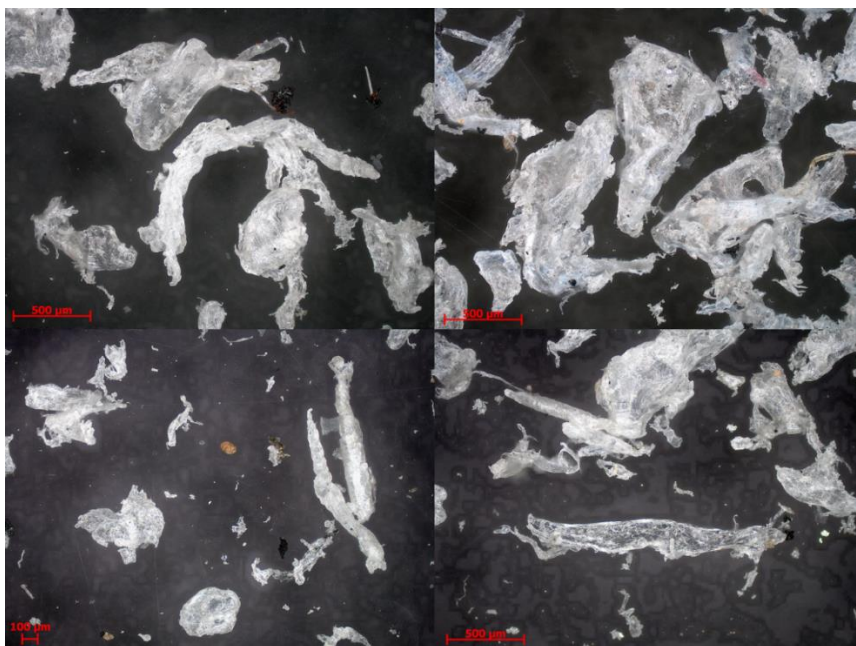
4.2. PET aprítás eredménye

A Retsch SM 200 vágómalomban előállított PET apríték szemcseméret eloszlását a HORIBA LA-950V2 típusú lézeres szemcseméret elemző berendezés segítségével, száraz üzemmódban határoztam meg. A PET apríték szemcseméret-eloszlás függvényét a 18. ábra mutatja be. A termék átlagos szemcsemérete 702,8 μm volt; míg a nevezetes szemcseméreteket a következőképpen alakultak: x₉₀ = 996,7 μm, x₈₀ = 885,2 μm, x₅₀ = 706,0 μm, x₁₀ = 399,5 μm.

A PET szemcsék alakját a Zeiss AXIO Imager M2m optikai mikroszkóppal vizsgáltam. A szemcsékről ötszörös nagyítással készült felvételeket a 19. ábra szemlélteti, amelyen jól látható, hogy a vágómalomban történő aprítás szabálytalan alakú, amorf, illetve lemezes-hosszúak szemcsealakot eredményezett.



18. ábra PET apríték szemcseméreteloszlás függvénye (Szerző saját szerkesztése)



19. ábra PET apríték szemcséiről készült optikai mikroszkópos felvételek (Szerző saját szerkesztése)

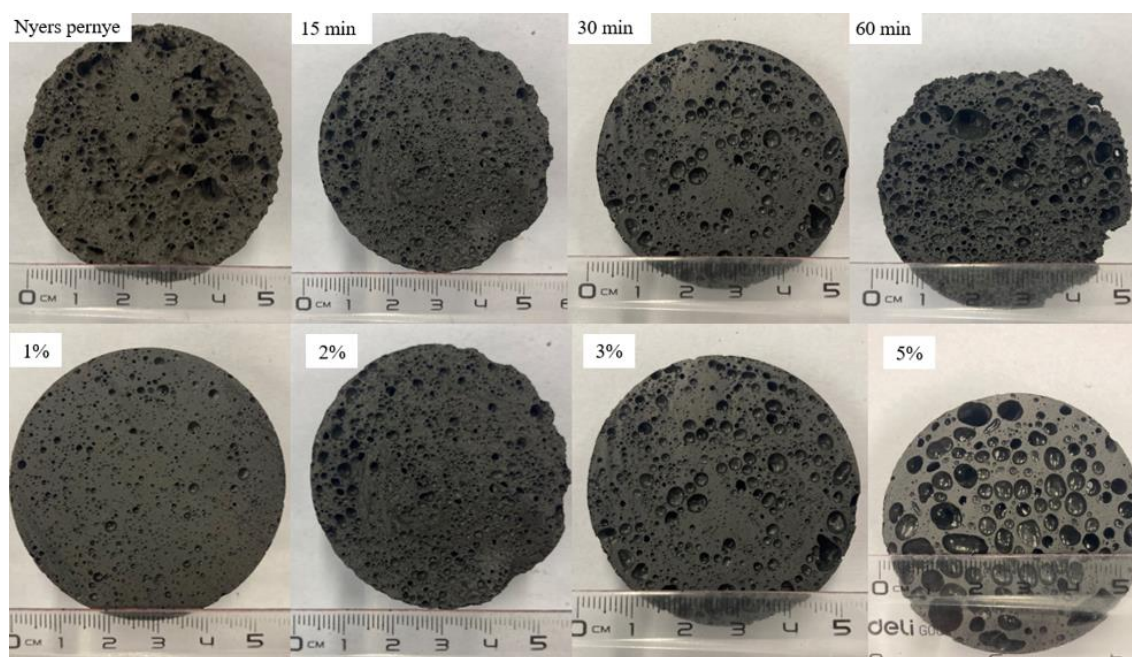
4.3. Előkísérletek eredményei

Az első előkísérleti fázisban három különböző L/S arány – 0,81; 0,74; 0,67 – mellett készítettem geopolimer próbatesteket, hiszen ez az egyik legfontosabb paraméter, amely meghatározza a geopolimer habok mechanikai tulajdonságait. Elsősorban a geopolimer paszta folyási tulajdonságainak, bekeverhetőségének, térfogati növekedésének és pórusszerkezetének általános megfigyelését végeztem el. Az L/S=0,67 arányú keverés egy földnedves anyagot eredményezett, ezáltal alkalmatlan volt homogén, jól bedolgozható geopolimer paszta előállítására. Az L/S=0,74, illetve 0,81 aránnyal bekevert geopolimereket azonban a fenti szempontok alapján alkalmasnak véltem a további kísérletek elvégzésére.

A pernye őrlési finomságának hatását a második előkísérleti szakaszban vizsgáltam L/S=0,74 és 0,81 arány alkalmazásával, valamint 3 m/m% H₂O₂ (Szabó, Gombkötő, és mtsai. 2017) habosítószer adagolásával. Minden őrleményből lehetséges volt homogén geopolimer paszta előállítása, azonban a 30, illetve 60 perces pernyeőrleményekből előállított paszták kötése igen gyorsan, már a formába töltés során megkezdődött. Emiatt adódóan a megszilárdult próbatestek egy részén az anyag rétegződését figyeltem meg. A 30 és 60 perces őrleményekből készült keverékek továbbá rendkívül hevesen reagáltak a H₂O₂-dal. A habosodás azonnal, még a H₂O₂ bekeverése (amely mindössze 10 másodperc volt) közben megkezdődött, erős gázfejlődés kíséretében, és a formába töltés során teljesen végbement - ez gyártástechnológiai

szempontból rendkívül előnytelen. Ezt a jelenséget a nyers pernye, valamint a 15 perces őrlemény használata során nem tapasztaltam, itt a habosodás ideálisan, a formába töltés után kezdődött meg és ment végbe. Az intenzív habosodás összefüggésbe hozható egyrészt a geopolimer zagy lúgos kémhatásával. Hajimohammadi és munkatársai kutatásukban leírták, hogy a H_2O_2 termikus bomlását a lúgos pH katalizálja, míg a nátrium-szilikát (vízüveg) inkább lassítja ezt a folyamatot (Hajimohammadi, és mtsai. 2017). További lehetséges magyarázatként szolgálhat a pernye kémiai összetétele és/vagy az őrlés hatására jelentősen megnövekedett fajlagos felület és reaktivitás, azonban ezek a feltételezések csak további vizsgálatok elvégzésével igazolhatók. A 30 és 60 perces őrleményt tartalmazó próbatestek pórusainak mérete rendkívül széles tartományban változott, a mikro-, és makropórusok egyaránt jellemezték a hab pórusszerkezetét. A leghomogénebb pórusszerkezetet a 15 perces pernyeőrleményből készült próbatestek esetén tapasztaltam (20. ábra).

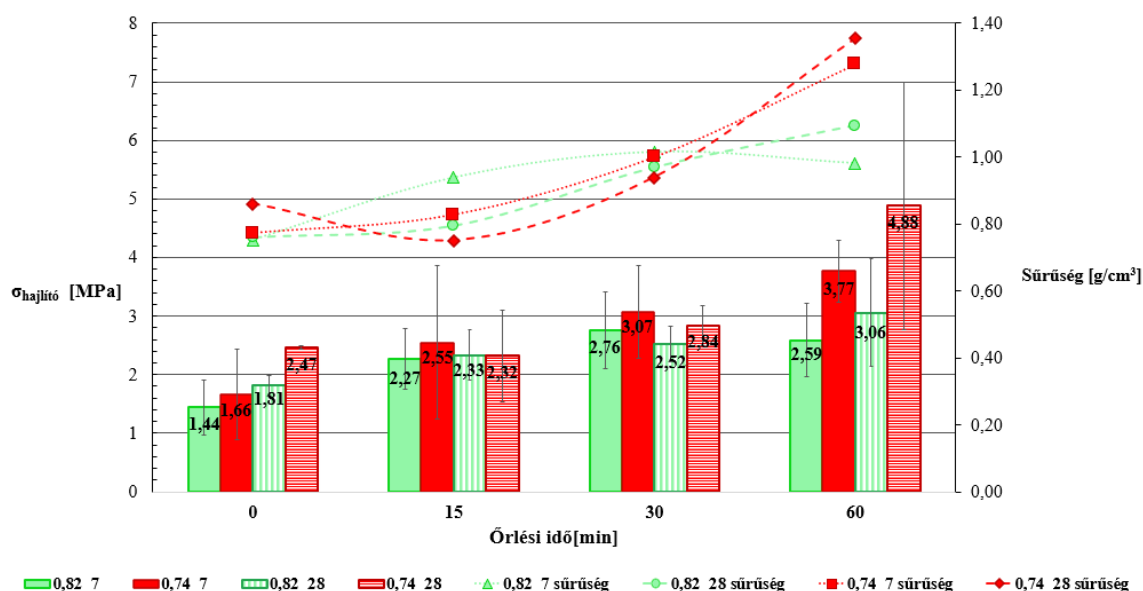
A harmadik előkísérlet során a hidrogén-peroxid pórusszerkezetre gyakorolt hatását vizsgáltam 1, 2, 3, illetve 5 m/m%-ban való adagolás mellett. A H_2O_2 mennyisége a keletkező pórusok méretével és a pórusszerkezet inhomogenitásával egyenes arányosságot mutatott (20. ábra). A vizsgált koncentrációk közül a 2 m/m%-os H_2O_2 tartalmat találtam a legoptimálisabbnak, mind a pórusméretet, mind a pórusszerkezet homogenitását figyelembe véve, továbbá a második kísérletben 3m/m% mellett megfigyelt heves gázfejlődés is mérséklődött.



20. ábra A második (pernye őrlési finomsága) és harmadik (H_2O_2) előkísérlet próbatestjeinek keresztmetszetei (Szerző saját szerkesztése)

4.4. Habszerkezetű geopolimerek szilárdság-testsűrűség értékei

A geopolimer hab próbatestek hajlítoszilárdság-testsűrűség diagramját a 21. ábra mutatja be. Az ábra alapján megállapítható, hogy a mechanikai aktiválás által jelentősen megnövelt őrlési finomság és fajlagos felület a próbatestek hajlítoszilárdságára kedvezően hatottak. A 60 percig őrlött pernyéből készült próbatestek hajlítoszilárdsága 7 napos korban 127%-kal (3,77 MPa), míg 28 napos korban 98%-kal (4,88 MPa) nagyobb értéket mutatott, mint a nyers pernyéből készült próbatesteké (1,66 és 2,47 MPa 7 és 28 napos korban). Az L/S=42,5/57,5 aránnyal készült próbatestek minden esetben nagyobb hajlítoszilárdsággal bírtak, mint az L/S=45/55 aránnyal előállított geopolimer habok.

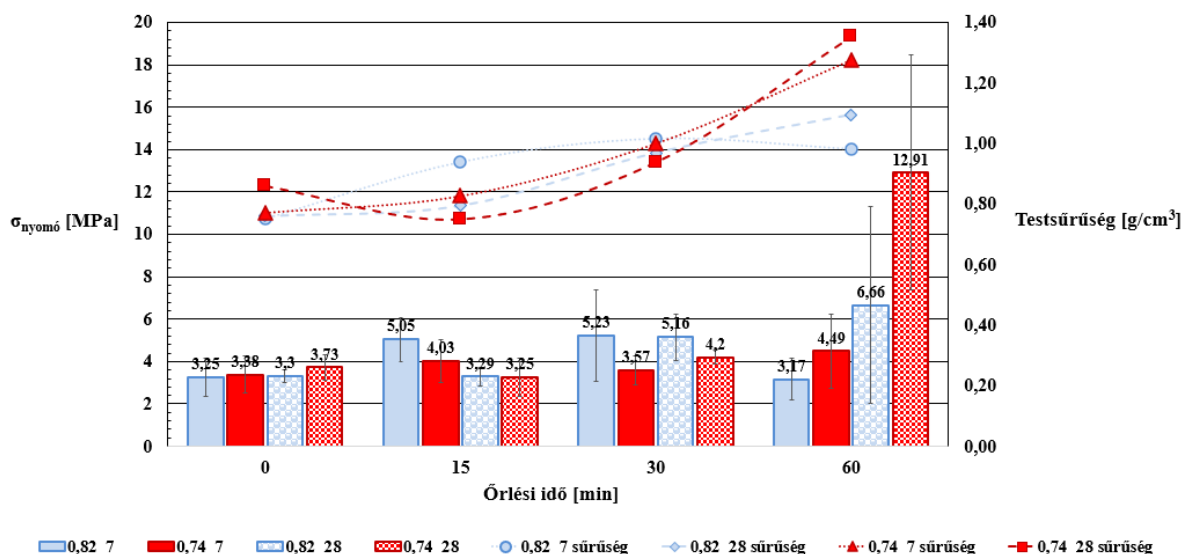


21. ábra Geopolimer hab próbatestek hajlítoszilárdság-testsűrűség diagramja (Szerző saját szerkesztése)

A nagyobb őrlési finomság alapvetően tömörebb geopolimer szerkezetet, mátrixot eredményezett, így a nagyméretű pórusok és az inhomogén pórusszerkezet ellenére is nagyobb sűrűségű próbatestek készültek a finomabb szemcséjű őrleményekből. Szabó és mtsai. szerint ez azzal magyarázható, hogy a pernye őrlési finomságának növelése csökkenti a geopolimer paszta viszkozitását, és egy adott L/S aránynál (0,82) és fajlagos felületérték (3000 cm²/g) fölött a paszta reológiát vált (Bingham-plasztikusból Newtoni folyási viselkedésűvé változik), amelynek eredményeként a habosodást okozó gázok könnyen eltávozhatnak a pasztából, tömörebb geopolimer habot eredményezve (Szabó, Gombkötő, és mtsai. 2017). Hasonló jelenség figyelhető meg a 21. ábrán is, melynél az látszik, hogy kezdetben az őrlési finomság

növelése segítette a paszta habosodását (melyet a csökkenő sűrűség is alátámaszt). Ugyanakkor, 30 és 60 perces őrlemény használata során feltételezhetően a paszta megváltozott (Newtoni) folyási viselkedésének köszönhetően a sűrűség növekedése tapasztalható, amelynek eredményeként a hajlítószilárdság értéke is nőtt.

A hajlítószilárdság vizsgálat során kettétört próbatesteken elvégzett nyomószilárdság vizsgálat eredményeit, illetve a geopolimer habok testsűrűségét a 22. ábra mutatja be. A nyomószilárdság eredmények is igazolják, hogy a nagyobb sűrűségű próbatestek mechanikai tulajdonságai jobbnak bizonyultak, mint a kisebb sűrűségű próbatesteké. A pernye mechanikai aktiválásának eredményeként a 60 perces őrlemény (fajlagos felülete: $10833,0 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$) használata kiugró nyomószilárdsághoz (12,91 MPa) vezetett 28 napos korban, amely még a 30 perces ($5201,3 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$) őrleményből készült geopolimer hab szilárdságához képest is 207%-os növekedést mutat. Ez a jelenség a pernye reakcióképességének megnövekedésével magyarázható, amelyet a mechanikai aktiválás által értem el a szemcseméret lecsökkentésével és a fajlagos felület jelentős növelésével.

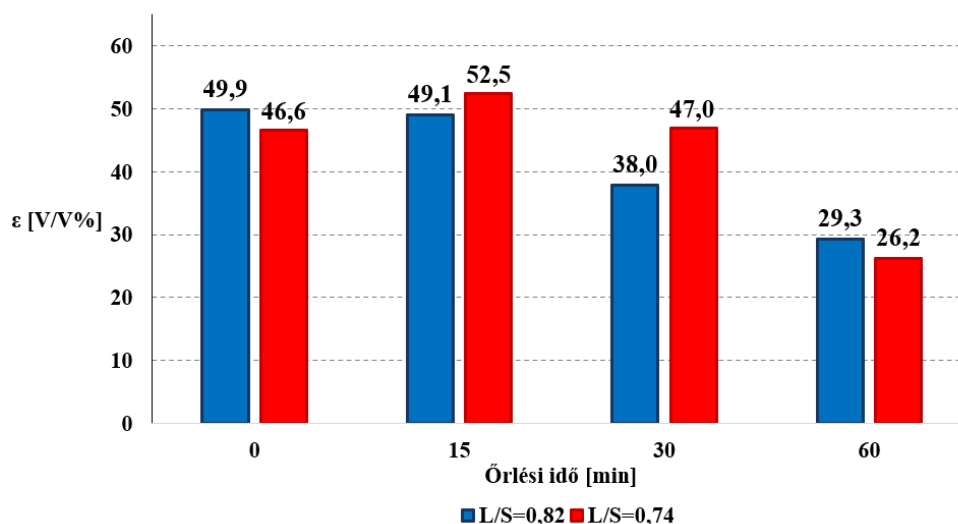


22. ábra Geopolimer hab próbatestek nyomószilárdság-testsűrűség diagramja (Szerző saját szerkesztése)

4.5. Pórusszerkezet és porozitás

A porozitás vizsgálat eredményei jól követik a próbatestek szilárdság-, illetve testsűrűségváltozását. A 23. ábra bemutatja, hogy az optimálisnak ítélt 15 perces őrleményből

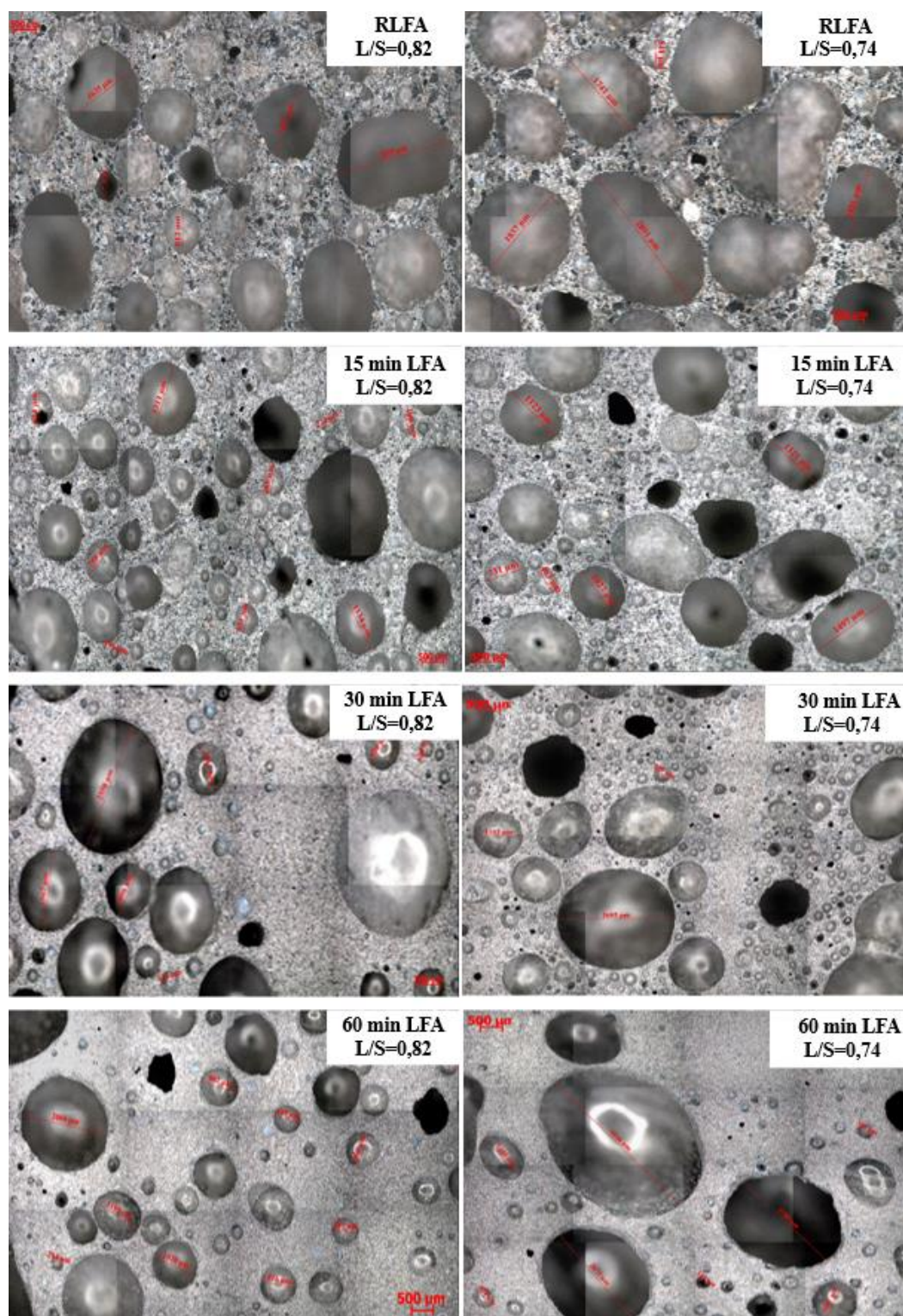
(fajlagos felület: $2523,5 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$) készült próbatestek porozitása mutatta a legnagyobb értéket (52,5 V/V%), míg a legjobb mechanikai tulajdonságokkal rendelkező, 60 perces őrleményből készült próbatestek porozitása 26,2 V/V%. Ez megegyezik (Szabó, Gombkötő, és mtsai. 2017) azon állapításával, hogy adott L/S aránynál a pernye finomsága jelentős hatással van a geopolimer paszta habosodására, ezáltal a geopolimer porózus szerkezetének kialakulására, mert a mechanikailag aktivált pernyéből – a megváltozott folyási viselkedés következtében – tömörebb, mikropórusoktól mentes geopolimer mátrixot lehet előállítani. Azonban a kisméretű pórusok egyesülve képesek nagyobb méretű pórusokat létrehozni (ez a jelenség a koaleszcencia), amelyek főként a habosított geopolimer felső részén koncentrálnak, ezzel inhomogén pórusszerkezetet eredményezve.



23. ábra A geopolimer hab próbatestek porozitásának változása az őrlési idő növekedésével (Szerző saját szerkesztése)

A pórusszerkezet optikai mikroszkópos vizsgálatának eredményét a 24. ábra szemlélteti. A 24. ábra felvételein látható, hogy a nyers pernyéből, valamint a 15 percig őrlött pernyéből készült próbatestek igen nagymennyiségű makropórust tartalmaztak, amelyek átmérője 2000 μm és 3000 μm között változott. A makropórusok mellett pedig rengeteg, körülbelül 400-800 μm -es pórus látható a szerkezetben. A mikroszkóp képelemző szoftvere által megmért legkisebb pórusok átmérője 150-200 μm volt. Nagyobb őrlési finomság mellett a pórusok száma lecsökkent, azonban a makropórusok mérete elérte a 3000-5000 μm -es tartományt. A 30 perces és 60 perces őrleményből készült próbatestek pórusszerkezetében a mikropórusok, amelyek átmérője 300-400 μm , jellemzően a makropórusok közvetlen közelében fedezhetők

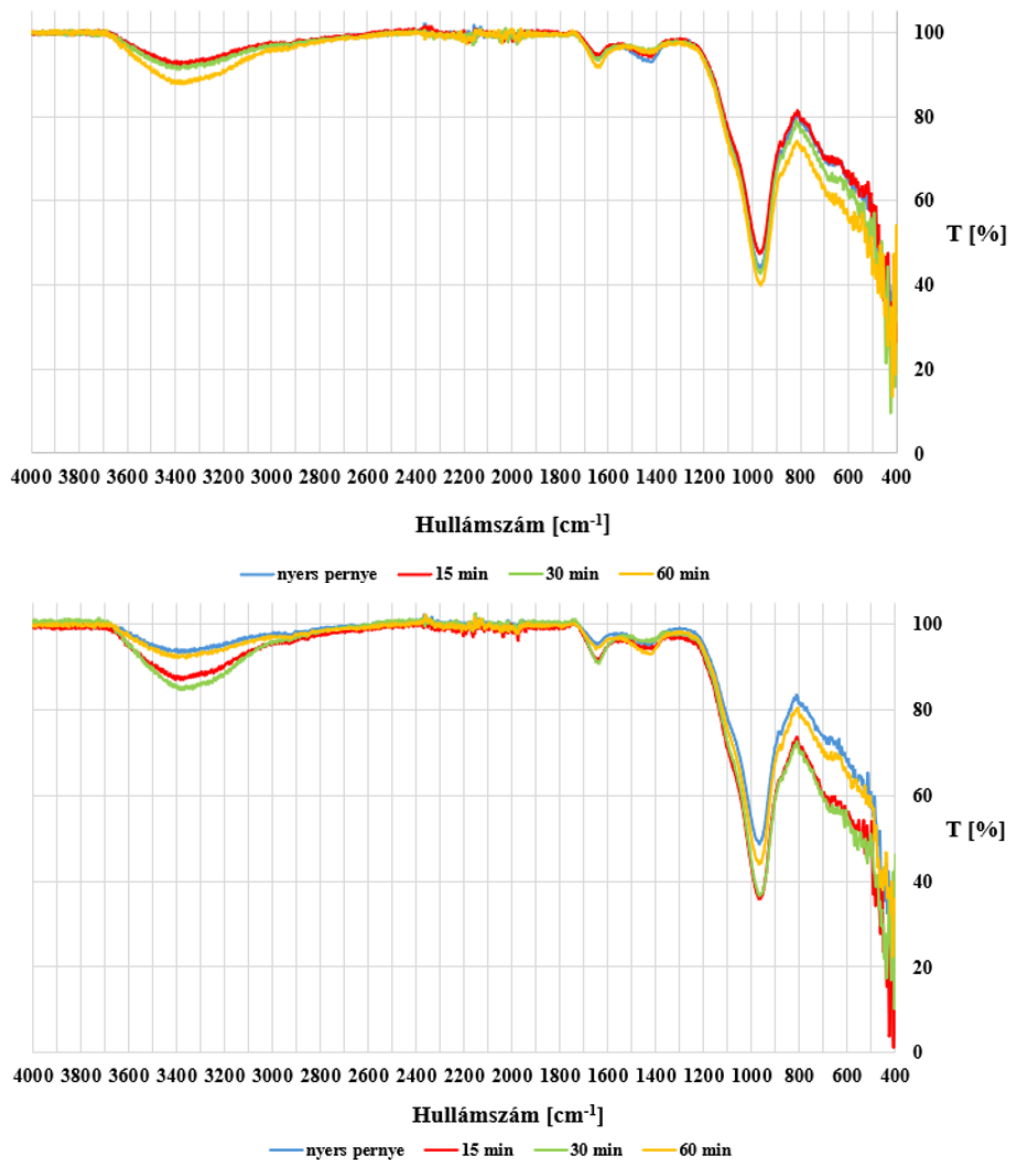
fel. A kisebb pórusok alakja szabályos gömb, míg a makropórusok gyakran ellipszoid, illetve szabálytalan alakúak.



24. ábra A geopolimer habok pórusszerkezetéről készült optikai mikroszkópos felvételek összehasonlítása (Szerző saját szerkesztése)

4.6. FT-IR mérési eredmények

A próbatestek Fourier transzformációs infravörös spektroszkópos vizsgálatával az őrlési finomság növelésével és a szilárdulási előrehaladtával fellépő esetleges szerkezeti változásokat figyeltem meg. A 7 és 28 napos geopolimer hab próbatestek (L/S=0,74) FTIR spektrumait a 25. ábra mutatja be.



25. ábra 7 napos (fent) és 28 napos (lent) geopolimer hab próbatestek FT-IR spektrumai (Szerző saját szerkesztése)

A porított próbatestek spektrumán a 979-998 cm⁻¹ hullámszám-tartományában jelentkező Si–O–Al, Si–O–Si kötések aszimmetrikus nyújtó rezgései a legintenzívebbek, ezek a csúcsok

jelzik a geopolimerizációs folyamat intenzitását. A 7 napos próbatestek spektrumán is látható, hogy a nagyobb őrlési finomságú pernyékből gyártott próbatestek spektrumán ezek a csúcsok erőteljesebbek. Ugyanakkor a 28 napos korban a legnagyobb hajlító és nyomószilárdságot mutató, 60 perces pernyeőrleményből készült habok Si–O–Al, Si–O–Si kötése nem mutatnak változást a 7 napos próbatestekhez képest. A karbonátok O–C–O kötéseinek nyújtó rezgései 1430 cm^{-1} hullámszámnál jelennek meg, amelyek a geopolimerek kötése során keletkeznek a légköri CO_2 -dal való reakció során, amennyiben a rendszer nagyobb mennyiségű, a reakcióban nem résztvevő nátriumot tartalmaz. Jellegzetes továbbá a –OH csoportok nyújtása és deformációja 3410 cm^{-1} és 1622 cm^{-1} között, amely a szerkezetben található, illetve adszorbeált víz jelenlétére utal. Ezeket a kötéseket az aktiváló oldat, illetve a H_2O_2 termikus bomlásával keletkező víz hozza létre (Catauro, és mtsai. 2019) (El Alouani, és mtsai. 2019) (Zhang, és mtsai. 2022).

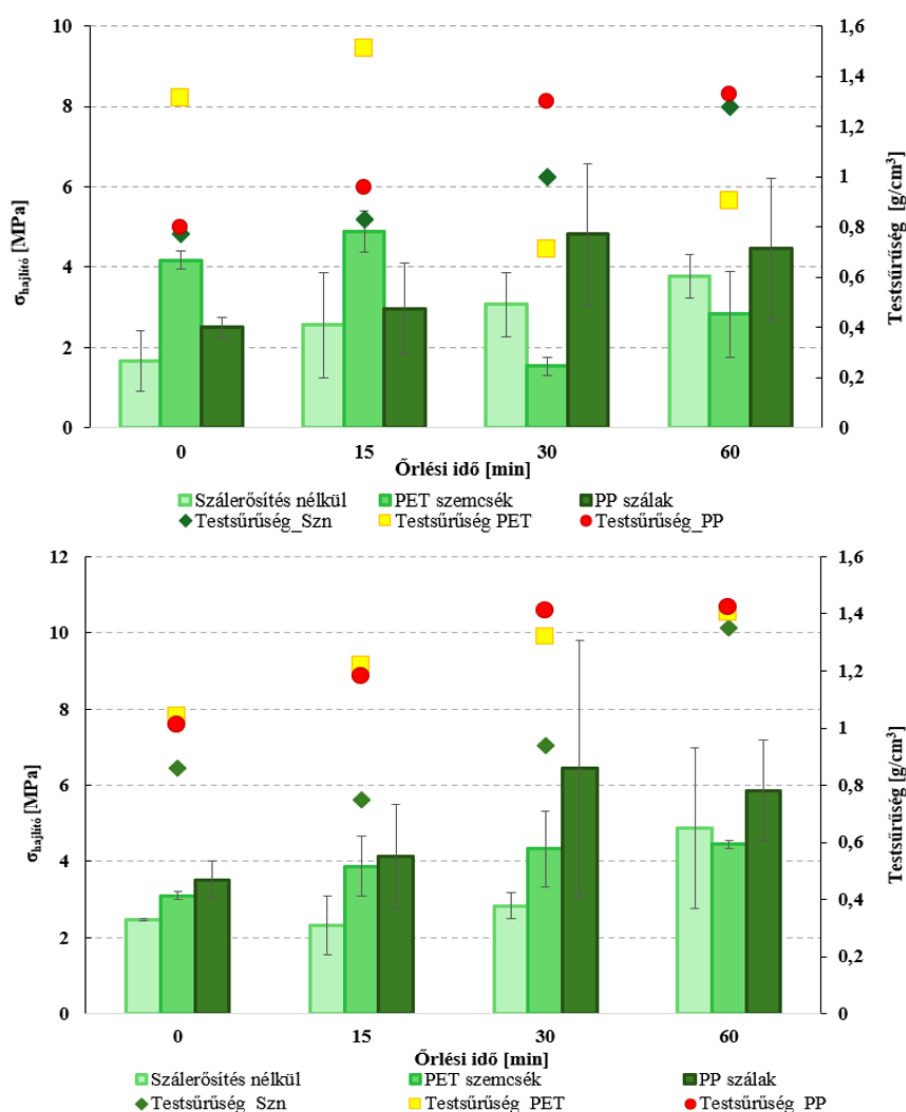
4.7. Szálerősített geopolimer habok mechanikai tulajdonságai

A szálerősítés nélkül készült és a szálerősített geopolimer habok mechanikai tulajdonságait 7 és 28 napos korban a 26. ábra (hajlítószilárdság) és a 27. ábra (nyomószilárdság) mutatja be a testsűrűség függvényében. A szálerősítést 0,74 L/S arány mellett végeztem, mert általánosan ezzel az aránnyal nagyobb szilárdságú próbatesteket állítottam elő.

(Megjegyzés: a kísérletek során utoljára, 30 és 60 perces pernye-őrleményből gyártott PET szemcsékkel erősített próbatestek bontatlan üvegből, friss 30%-os H_2O_2 -dal lettek habosítva. A friss H_2O_2 hevesen reagált a geopolimerrel, a megszilárdult habok pedig rendkívül porózusak lettek. Ezzel magyarázható a hajlítószilárdság és nyomószilárdság, valamint a testsűrűség csökkenése ezen termékeknél. Ez ugyan az eredmények összehasonlíthatóságát tekintve hátrányos, ám úgy vélem fontos tanulság, különösen a kísérletek reprodukálhatósága, illetve a gyártástechnológia szempontjából, hogy a H_2O_2 kora is nagymértékben képes befolyásolni a késztermékek mechanikai tulajdonságait.)

A 7 napos korban vizsgált geopolimer habok esetén a legnagyobb hajlítószilárdságot a 15 perces őrleményből készült, PET szemcsékkel erősített próbatestek mutatták, hajlítószilárdságuk $4,88\text{ MPa}$ volt ($s^* = 0,52\text{ MPa}$), testsűrűségük pedig $1,51\text{ g/cm}^3$. Ez az érték 91,4%-kal nagyobb, mint az ugyanezen őrleményből előállított kontroll próbatest (szálerősítés nélkül készült) értéke – $2,55\text{ MPa}$ ($s^* = 1,30\text{ MPa}$), testsűrűség: $0,83\text{ g/cm}^3$, illetve 64,3%-kal

nagyobb, mint a kereskedelmi forgalomban lévő PP szálakkal erősített próbatest értéke (2,97 MPa, $s^* = 1,1,4$ MPa, testsűrűség: $0,96 \text{ g/cm}^3$). Továbbá a PET szemcsékkel erősített próbatestek hajlítószilárdságának korrigált empirikus szórása egy-két kivétellel kisebb, mint a különböző őrleményekből előállított kontroll próbatesteké, és a PP szálakkal gyártott geopolimer haboké. Ez feltehetően annak köszönhető, hogy a szálerősítő anyagok úgy, mint a PET szemcsék is képesek a felületaktív anyagokhoz hasonlóan, homogénebb pórusszerkezetet eredményezni a geopolimer haboknak, azáltal, hogy megnövelik a geopolimer paszta viszkozitását (Chengying és Colombo 2018).



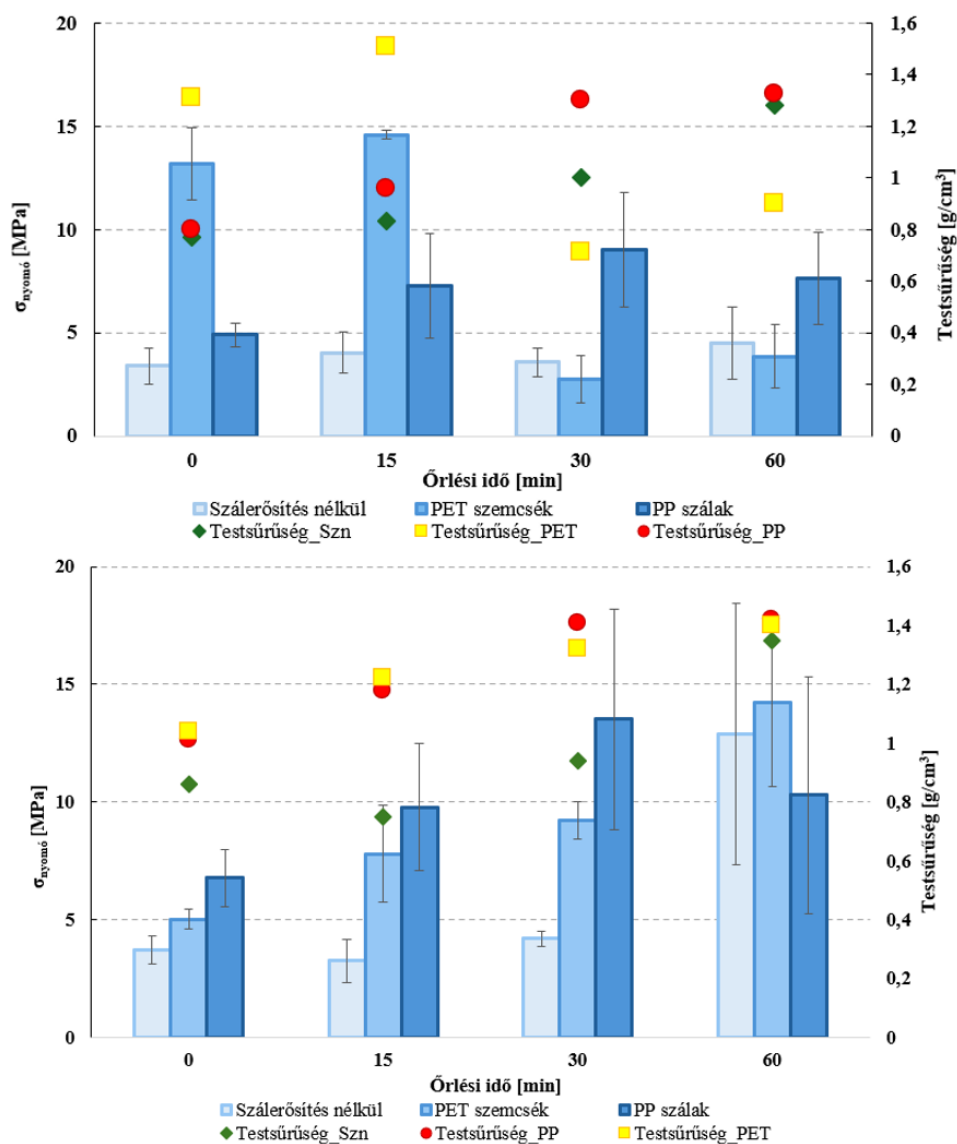
26. ábra Szálerősítés nélkül és szálerősítő anyagokkal készült geopolimer habok hajlítószilárdsága 7 napos (fent) és 28 napos (lent) korban (Szerző saját szerkesztése)

28 napos korban a legnagyobb hajlítoszilárdságot a 30 perces pernyéből, PP szálak erősítésével gyártott próbatestek mutatták 6,44 MPa-os értékkel, azonban, ahogyan a 26. ábra is szemlélteti a korrigált empirikus szórás igen nagy volt – 3,36 MPa. Ilyen nagymértékű szórás potenciális építőanyagok fejlesztése esetén semmiképpen sem megengedhető, ezért a 60 perces pernyéből, PET szálakkal készült próbatesteket véltem optimálisnak, amely hajlítoszilárdsága valamivel kisebb (4,45 MPa), de szórása csupán 0,11 MPa.

Általánosan kijelenthető, hogy a legtöbb keverék esetén a szálerősítés javította a geopolimer habok hajlítoszilárdságát, csökkentette azok szórását, és a testsűrűséget is növelte, amely arra enged következtetni, hogy a PP szálak, illetve a PET szemcsék megfelelően beépültek a geopolimer mátrixba. Ugyan mindkét polimer hidrofób tulajdonságokkal rendelkezik úgy, mint az Atienza és munkatársai által használt újrahasznosított HDPE apríték, esetemben a szálak nem csökkentették a testsűrűséget, hanem növelték. Tanulmányukban a HDPE szemcsék nem kívánt mikropedéseket és légbuborékokat hoztak létre, erről a 7. ábra pásztázó elektronmikroszkópos felvétele is tanúskodik (Atienza, és mtsai. 2023). Ezért a jövőben szeretném a szálerősített próbatestek anyagszerkezetét megvizsgálni pásztázó elektronmikroszkóp alatt.

7 napos korban a 15 perces pernyeörleményből gyártott, PET szemcsékkel erősített geopolimer habok nemcsak a legnagyobb hajlítoszilárdságot (4,88 MPa), de a legnagyobb nyomószilárdságot is produkálták 14,57 MPa értékkel ($s^* = 0,21$ MPa). Az ugyanezen örleményből készült kontroll próbatestek szilárdságához (4,03 MPa, $s^* = 1,01$ MPa) viszonyítva ez 261,5%-os növekedést, míg a PP szálakkal előállított próbatestek értékéhez (7,27 MPa, $s^* = 2,51$ MPa) viszonyítva is 100%-os növekedést jelent.

28 napos korban a legnagyobb nyomószilárdságot is PET szemcsékkel erősített próbatestek mutatták, amelyek 60 perces pernyéből készültek, ezek átlagos nyomószilárdsága 14,23 MPa volt, 3,55 MPa korrigált empirikus szórás mellett. A 60 perces örleményből készült kontroll próbatestek, illetve a PP szálakkal erősített habok szilárdsága is meghaladta 10 MPa-t (12,91 MPa és 10,29 MPa), ám korrigált empirikus szórásuk igen nagy volt – 5,56 MPa és 5,04 MPa. Ez feltehetően az optikai mikroszkópos felvételeken is megfigyelhető inhomogén pórusszerkezettel magyarázható. Ugyan a 30 perces örleményből, PET szemcsékkel készült próbatestek nyomószilárdsága 9,23 MPa volt, szórásuk mindössze 0,81 MPa, ezért ezt az eredményt és ez a termék a legmegbízhatóbb.



27. ábra Szálerősítés nélkül és szálerősítő anyagokkal készült geopolimer habok nyomószilárdsága 7 napos (fent) és 28 napos (lent) korban (Szerző saját szerkesztése)

A 27. ábra elemzése után kijelenthető, hogy a PET szemcsék és a PP szálak is képesek voltak jelentősen növelni a testsűrűséget és ezáltal javítani a nyomószilárdságot. Alapvetően, a 7 és 28 napos szilárdság értékek közötti különbség, legyen az növekedés vagy csökkenés, a testsűrűségek eltéréseivel magyarázható, inkább, mint a szilárdulás előrehaladásával bekövetkező anyagszerkezeti, kémiai változásoknak. Ezt a 7 és 28 napos FTIR spektrumok hasonlósága is alátámasztja, azonban erről a jövőben XRF és XRD vizsgálatok elvégzésével is szeretnék bizonyosságot tenni.

5. Konklúzió

Az elvégzett kísérletek és mérések alapján az alábbi következtetések vonhatók le:

1. A visontai lignitpernye mechanikai aktiválásával nagymértékben csökkenthető annak szemcsemérete (a nyers pernye medián szemcsemérete $96,43\ \mu\text{m}$ volt, míg a 60 perces őrölt pernye medián szemcsemérete mindössze $14,56\ \mu\text{m}$) és jelentősen növelhető fajlagos felülete (nyers pernye: $1249,7\ \text{cm}^2/\text{cm}^3$; 60 perces őrlemény: $10833,0\ \text{cm}^2/\text{cm}^3$).
2. A szemcseméret csökkentése, valamint a fajlagos felület, ezáltal a reaktivitás növelése a geopolimer szintézis szempontjából előnyös, hiszen az előállított geopolimer mátrixa tömörebb, amely nagyobb szilárdságot biztosít. A habosító reagens – H_2O_2 - adagolása során ez a nagyfokú reaktivitás azonban nem bizonyult előnyösnek, mert a 30 és 60 perces őrölt pernyéből készült habokban keletkező gázbuborékok koaleszcenciáját eredményezte, amely a megszilárdult habokban nagyméretű pórusokhoz (akár 3-5 mm átmérő), és inhomogén pórusszerkezethez vezetett. Az inhomogén pórusszerkezet pedig a 30 és 60 perces őrleményekből készült próbatestek szilárdságának jellemzően nagy szórását okozta.
3. A leghomogénebb pórusszerkezete a 15 perces pernyeőrleményből készült próbatesteknek volt, az előkísérletek során optimalizált 2 m/m%-os H_2O_2 tartalom mellett.
4. A geopolimer habok mechanikai tulajdonságai (hajlító-, és nyomószilárdság) az őrlési finomsággal és a testsűrűséggel egyenes arányosságban, míg a porozitással fordított arányosságban állnak. A legnagyobb hajlító-, és nyomószilárdság értékeket ($4,88\ \text{MPa}$ és $12,91\ \text{MPa}$), valamint a legkisebb porozitást ($16,2\ \text{V/V}\%$) a 60 perces őrleményből előállított próbatestek mutatták.
5. A polipropilén mikroszálak és az újrahasznosított polietilén-tereftalát apríték $0,5\ \text{V/V}\%$ -ban történő adagolása jelentősen javította a geopolimer habok hajlító-, és nyomószilárdságát, illetve megnövelte a próbatestek testsűrűségét. Ez arra enged következtetni, hogy az alapvetően hidrofób tulajdonságú szintetikus szálak adagolása nem okozott mikrorepedéseket és további nemkívánt pórusokat a geopolimer szerkezetében.
6. A legnagyobb korai hajlító-, és nyomószilárdságot a 15 perces pernyeőrleménnyel és PET szemcsékkel erősített geopolimer habok mutatták ($4,88\ \text{MPa}$, és $14,57\ \text{MPa}$). 28 napos korban is a PET aprítékkal készült próbatestek rendelkeztek a

legnagyobb nyomószilárdsággal (9,23 MPa – 30 perces őrleményből) és hajlítószilárdsággal (4,45 MPa – 60 perces őrleményből).

6. Összefoglalás

Dolgozatomban erőműi lignitpernye alapú geopolimer habok előállítását és szálerősítését mutattam be változó őrlési finomságú pernye és kétféle szintetikus szálerősítő anyag (PP mikroszálak, újrahasznosított PET apríték) alkalmazásával. Méréseimet és kísérleteimet egy szisztematikus kísérletsorozat keretén belül a Nyersanyagelőkészítés és Környezettechnológia Intézet laboratóriumaiban végeztem el. Ezt megelőzően átfogó szakirodalmi kutatást folytattam a geopolimerek, habszerkezetű geopolimerek és azok szálerősítése kapcsán. A korábbi, témához kapcsolódó kutatások és tudományos folyóiratcikkek alapján, továbbá az általam elvégzett előkísérletek tapasztalatai alapján meghatároztam a geopolimer hab próbatestek előállításához kulcsfontosságú keverési paramétereket – L/S arány, szilárd prekursor őrlési finomsága, habosítószer mennyisége - amelyek alapvetően meghatározták a késztermék vizsgált tulajdonságait – pórusszerkezet, porozitás, testsűrűség, hajlítószilárdság és nyomószilárdság. A próbatestek előállításához használt alapanyagok előkészítésére is nagy hangsúlyt fektettem. Az erőműi lignitpernye őrlését golyósmalomban végeztem 15, 30 és 60 percig, illetve a szálerősítéshez hulladék PET flakonokból vágómalom segítségével állítottam elő egy 706,0 µm medián szemcseméretű, lemezes-hosszúkás, amorf szemcsealakkal rendelkező őrleményt.

A geopolimer habok mechanikai tulajdonságait 7 és 28 napos korban vizsgáltam. Megállapítottam, hogy a mechanikai aktiválás (őrlés) útján megnövelt szemcsefinomságú és fajlagos felületű pernyéből készült termékek nagyobb szilárdsággal és testsűrűséggel, illetve kisebb porozitással rendelkeztek. Az őrlési finomság növelése a pórusszerkezet homogenitására negatívan hatott. A 30 perces és 60 perces pernyeőrleményekből készült geopolimer habok jelentősen kevesebb pórust tartalmaztak, ám a pórusok átmérője igen tág határok között mozogtak (300 µm – 3000,5000 µm), ez pedig a szilárdság eredmények nagy korrigált empirikus szórásán is megmutatkozott. A leghomogénebb pórusszerkezetű geopolimer habokat a 15 perces pernyeőrlemény eredményezte. Mind a PP mikroszálak, mind a PET szemcsék kismennyiségű adagolása szignifikánsan javította a geopolimer habok mechanikai tulajdonságait, azáltal, hogy megnövelték azok testsűrűségét.

A jövőben szeretném megvizsgálni a geopolimer paszta reológiáját, illetve szeretném elvégezni a megszilárdult geopolimer habok SEM vizsgálatát, hogy igazoljam a szintetikus

szálak megfelelően beépültek a geopolimer mátrixba és nem okoztak mikrorepedéseket és pórusokat. Továbbá XRF és XRD vizsgálat keretén belül szeretném megismerni a megszilárdult habok ásványos és kémiai összetételét.

7. Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretnék köszönetet mondani konzulenseimnek, Prof. Dr. Mucsi Gábornak és Dr. Szabó Rolandnak segítségükért, útmutatásukért, illetve, hogy felkeltették érdeklődésemet a geopolimer habok témája iránt. Szeretném továbbá megköszönni Dr. Debreczeni Ákosnak (Bányászat és Energia Intézet) a szilárdságmérések elvégzésében nyújtott rengeteg segítséget, Dolgos Fanninak a lézeres szemcseméret elemzés, valamint az optikai mikroszkópos mérés során nyújtott segítségét és Dr. Móricz Ferencnek (Nyersanyagkutató Földtudományi Intézet) a pernye XRF vizsgálatát.

Jelen kutatómunka a Kulturális és Innovációs Minisztérium ÚNKP-23-1 kódszámú Új Nemzeti Kiválósági Programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült.



A kutatómunka az Additív gyártással készült geopolimer habok építőipari technológiai alkalmazásokhoz című 2019-2.1.7-ERA-NET-2022-00051 számú projekt keretében a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal Nemzeti Kutatási Fejlesztési és Innovációs Alapból nyújtott támogatásával, az M.ERA-NET Call 2021 pályázati program finanszírozásában valósult meg.

8. Irodalomjegyzék

- Abbas, Al-Ghazali Noor, Abdul, Aznieta, Nora, Farah Aziz, Khalina Abdan, Mohd, Noor, Azline Nasir, és Fahim, Ghasan Huseien. „A state-of-the-art review on fibre-reinforced geopolymer composites.” *Construction and Building Materials*, 2022.
- Atienza, Emmanuel M, Richard M. De Jesus, és Jason Maximino Ongpeng. „Development of Foam Fly Ash Geopolymer with Recycled High-Density Polyethylene (HDPE) Plastics.” *Polymers*, 2023: 2413.
- Augustini, Ni Komang, Ayu, Andreas Triwiyono, Djoko Sulistyo, és S Suyitno. „Mechanical Properties and Thermal Conductivity of Fly Ash-Based Geopolymer Foams with Polypropylene Fibers.” *Applied Sciences*, 2021: 11 (11).
- Bhatt, Arpita, Sharon Priyadarshini, Aiswarya Acharath Mohanakrishnan, Arash Abri, Melanie Sattler, és Sorakrich Techapaphawit. „Physical, chemical, and geotechnical properties of coal fly ash: A global review.” *Case Studies in Construction Materials*, 2019.
- Boros, Adrienn, és Tamás Korim. „Development of Geopolymer Foams For Multifunctional Applications.” *Crystals*, 2022.
- Catauro, Michelina, és mtsai. „Mechanical and thermal properties of fly ash-filled geopolymers.” *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2019: 3267–3276.
- Chengying, Bai, és Paolo Colombo. „Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: A review.” *Ceramics International* 44 (2018): 160103-16118.
- Cong, Peiliang, és Yaqian Cheng. „Advances in geopolymer materials: A comprehensive review.” *Journal of Traffic and Transportation Engineering* , 2021: 283-314.
- Czél, György, és Mariann Kollár. *Anyagvizsgálati praktikum*. Miskolc: SUNPLANT Kft., 2008.
- Davidovits, Joseph. *Geopolymer Chemistry and Applications, 5th Edition*. Institut Géopolymère, 2020.
- Davidovits, Joseph. „Geopolymers: Ceramic-like inorganic polymers.” *Journal of Ceramic Science and Technology* 8, 3. (2017): 335-349.
- Davidovits, Joseph. „Geopolymers - Inorganic polymeric new materials.” *Journal of Thermal Analysis* , 1991: 1633-1656.
- Ducman, V, és L Korat. „Characterization of geopolymer fly ash based foams obtained with the addition of Al powder or H₂O₂ as foaming agents.” *Materials Characterization*, 2016: 207-213.

- El Alouani, Marouane, Saliha Alehyen, Mohammed El Achouri, és M'hamed Taibi. „Preparation, Characterization, and Application of Metakaolin-Based Geopolymer for Removal of Methylene Blue from Aqueous Solution.” *Journal of Chemistry*, 2019.
- Faitli, József, Imre Gombkötő, Gábor Mucsi, Sándor Nagy, és Gábor Antal. *Mechanikai eljárástechnikai praktikum*. Miskolci Egyetem: Miskolci Egyetemi Kiadó, 2017.
- Fejes, Gábor, és Gusztáv Tarján. *Vegyipari gépek és műveletek*. Budapest: Tankönyvkiadó, 1979.
- Galbács, Gábor. „Kvantitatív és kvalitatív spektroszkópia módszerek.” Szeged: Szegedi Tudományegyetem, 2010.
- Hajimohammadi, Ailar, Tuan Ngo, Priyan Mendis, Tuan Nguyen, Alireza Kashani, és Jannie S.J. van Deventer. „Pore characteristics in one-part mix geopolymers foamed by H₂O₂: The impact of mix design.” *Materials & Design*, 2017: 381-391.
- Hamilton, Ian, és mtsai. *2022 Global Status Report for Buildings and Construction: towards a zero emissions, efficient and resilient buildings and construction sector*. Nairobi: United Nations Environment Programme, 2022.
- Jihui, Zhao, és mtsai. „Eco-friendly geopolymer materials: A review of performance improvement, potential application and sustainability assessment.” *Journal of Cleaner Production* 307 (2021).
- Junjie, Feng, Ruifang Zhang, Lunlun Gong, Ye Li, Wei Cao, és Xudong Cheng. „Development of porous fly ash-based geopolymer with low thermal conductivity.” *Materials and Design*, 2015: 529-533.
- Krishna, R.S., és mtsai. „A review on developments of environmentally friendly geopolymer.” *Materialia*, 2021.
- Lazorenko, Georgy, és Anton Kasprzhitskii. „Geopolymer additive manufacturing: A review.” *Additive Manufacturing*, 2022: 102782.
- Masi, Giulia, William Rickard, Maria Chiara Bignozzi, és Arie van Reissen. „The Influence of Short Fibers and Foaming Agents on the Physical and Thermal Behavior of Geopolymer Composites.” *Advances in Science and Technology*. Switzerland: Trans Tech Publications, 2014. 56-61.
- Matsimbe, Jabulani, Megersa Dinka, David Olukanni, és Innocent Musonda. „Geopolymer: A Systematic Review of Methodologies.” *Materials*, 2022.

- Mucsi, Gábor, és mtsai. *Erőművi pernye komplex hasznosítása*. Miskolc: Milgrossa Kft., 2014.
- Nergis, Burduhos, D. D., M. M. A. B. Abdullah, P. Vizureanu, és M. F. M Tahir. „Geopolymers and Their Uses: Review.” *IOP Publishing*. 2018. 1.7.
- Novais, R.M, R.C Pullar, és J.A Labrincha. „Geopolymer foams: an overview of recent advancements.” *Progress in Materials Science*, 2019.
- Rizal, Faisal, Ari Putra Pratama, Khamistan, Amir Fauzi, Syarwan, és Ahyari Azka. „Effect of H₂O₂ as the Foaming Agent on the Geopolymer Mortar using Curing of Room Temperature.” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2020: 854.
- Samal, Sneha, és Ignazio Blanco. „An Application Review of Fibre Reinforced Geopolymer Composite.” *Fibers*, 2021: 9, 23.
- Shehata, Nabila, Enas Taha Sayed, és Mohammad Ali Abdelkareem. „Recent progress in environmentally friendly geopolymers: A review.” *The Science of The Total Environment*, 2020.
- Szabó, Roland. „Speciális tulajdonságú geopolimerek fejlesztése, különös tekintettel a habszerkezetű termékekre.” *Doktori (PhD) értekezés*. Miskolc: Mikoviny Sámuel Földtudományi Doktori Iskola, 2020.
- Szabó, Roland, és Gábor Mucsi. „Generally About Geopolymer Foams.” *MultiScience - XXIX. microCAD International Multidisciplinary Scientific Conference*. 2015.
- Szabó, Roland, Imre Gombkötő, M Svéda, és Gábor Mucsi. „Effect of Grindig Fineness of Fly Ash on the Properties of Geopoymer Foam.” *Archives of Metallurgy and Materials*, 2017: 1257-1261.
- Tamta, Supriya, Reetam Chaudhury, P. C. Thapliyal, és U. Sharma. „Low-CO₂ emission strategies to achieve net zero target in cement sector.” *Journal of Cleaner Production*, 2023: 137466.
- Xiaohong, Zhang, és mtsai. „Porous geopolymer composites: A review.” *Composites Part A* 150 (2021).
- Xiaohong, Zhang, és mtsai. „Porous geopolymer composites: A review.” *Composites Part A*, 2021.
- Xinyu, Li, Bai Chengying, Qiao Yingjie, Wang Xiaodong, Yang Kun, és Colombo Paolo. „Preparation, properties and applications of fly ash-based porous geopolymers: A review.” *Journal of Cleaner Production* 359 (2022).

- Yoosuk, Piyathida, Cherdasak Suksiripattanapong, Piti Sukontasukkul, és Prinya Chindapasirt. „Properties of polypropylene fiber reinforced cellular lightweight high calcium fly ash geopolymer mortar.” *Case Studies in Construction Materials*, 2021.
- Zhang, Xuhao, Xiao Zhang, Xianghui Li, Dong Tian, Minghui Ma, és Tianqi Wang. „Optimized pore structure and high permeability of metakaolin/fly-ash-based geopolymer foams from Al– and H₂O₂–sodium oleate foaming systems.” *Ceramics International*, 2022: 18348-18360.
- Zhang, Zuhua, John L. Provis, Andrew Reid, és Hao Wang. „Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymer foam concrete.” *Cement and Concrete Composites*, 2015: 97-105.