

	Miskolci Egyetem Műszaki Földtudományi Kar Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet	
---	---	---

Kompaktálás hatásának vizsgálata a geopolimer fizikai tulajdonságaira

TDK dolgozat

Készítette:

Szenczi Ágnes

Környezetmérnök alapszakos Bsc hallgató

Konzulensek:

Dr. Mucsi Gábor egyetemi docens

Molnár Zoltán PhD hallgató

Miskolc, 2013

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	- 4 -
2. Szakirodalmi áttekintés	- 6 -
2.1. Erőművi pernye	- 6 -
2.2. A pernye mechanikai aktiválása	- 7 -
2.3. Geopolimer	- 9 -
2.4. Tanszéki előzmények	- 11 -
3. Alapanyagok és adalékanyagok tulajdonságai	- 13 -
3.1. Sűrűség	- 13 -
3.2. Nedvességtartalom	- 14 -
3.3. Szemcseméret eloszlás és fajlagos felület	- 15 -
3.4. Alapanyag oxidos összetétele	- 15 -
3.5. Adalékanyagok összetétele	- 17 -
3.5.1. Vízüvegek összetétele	- 17 -
4. Kísérletek során alkalmazott eszközök, berendezések	- 18 -
4.1. Kerámiabéléses tárcsás keverőmalom	- 18 -
4.2. Lézeres szemcseméret elemző berendezés	- 20 -
4.3. TXM-V1-STC-07 egyedi talajminta konszolidáló berendezés	- 20 -
4.4. SZ F-1 típusú hidraulikus törőgép	- 22 -
4.5. Fourier transzformációs infravörös spektrométer – FT-IR	- 22 -
5. Laboratóriumi kísérletek	- 24 -
5.1. Geopolimer előállítása	- 24 -
5.2. Szisztematikus kísérletek	- 26 -
6. Geopolimer vizsgálati eredmények és kiértékelésük	- 29 -
6.1. Pernye mechanikai aktiválása	- 29 -
6.1. Optimális aktiváló oldat arányának vizsgálata	- 30 -
6.2. Préselési nyomás hatásának vizsgálata	- 30 -
6.3. NaOH oldat töménység hatásának vizsgálata	- 32 -
6.4. Pernye őrlési finomság hatásának vizsgálata	- 33 -
6.5. Vízüveg – NaOH arány hatásának vizsgálata	- 35 -
6.5.1. 30 m/m % aktiváló oldat - keverék arány	- 35 -
6.5.2. 40 m/m % aktiváló oldat - keverék arány	- 38 -

7. Geopolimerek FT-IR mérései	- 40 -
7.1. Öröletlen és örölt pernye vizsgálata	- 40 -
7.2. Örölt pernye alapú geopolimerek vizsgálata NaOH aktiváló oldattal	- 41 -
7.3. Örölt pernye alapú geopolimerek vizsgálata NaOH-vízüveg aktiváló oldattal	- 41 -
8. Konklúziók	- 43 -
9. Összegzés	- 45 -
10. Felhasznált szakirodalom	- 46 -
11. Köszönetnyilvánítás	- 48 -

1. Bevezetés

A fosszilis energiaforrások a Föld szerves nyersanyagkészletének jelentős részét teszik ki, amely megközelítőleg 300 millió év alatt jött létre. A fosszilis energiahordozók csoportjába tartozik a kőolaj, földgáz, és különböző szénülségi fokú kőszén, melyek kitermelése igen költséges, és felhasználása környezeti kockázatokat rejt magában. A széntüzelésű energiatermelés széleskörű elterjedése nagy mennyiségű hulladék keletkezéséhez vezet világszerte, ugyanis a keletkezés helyén nem tudják közvetlenül hasznosítani a melléktermékeket. A szén égetéséből származó pernye, illetve hamu mára komoly környezeti problémát okoz. A depóniába helyezés helyett törekednünk kell az említett melléktermékek további hasznosítására, ugyanis fizikai és kémiai tulajdonságaiknak köszönhetően kiválóan alkalmazhatóak másodlagos nyersanyagként.

Temuujin és szerzőtársai beszámoltak arról, hogy a világ éves pernye termelése ~ 500 millió t, melyből mindössze ~16 %-ot hasznosítanak [1]. A hasznosítás mértéke az egyes országok között nagy eltéréseket mutat. Japánban ~97 %, Ausztráliában ~40 %, Európában átlagosan 88%-nak vehető [1]. Hollandiában, Németországban, Belgiumban, Olaszországban és Dániában ez az arány megközelíti a 100%-ot. A közel 100 %-os nyugat-európai pernyehasznosítási arány ellenére hazánkban ez az érték igen csekély, ami a garantált és egyenletes minőség hiányával magyarázható. Ezek miatt a hazai kutatásfejlesztésnek olyan technológia kidolgozására kell irányulnia, amelyek elősegítik - a nehézségek ellenére is - a hasznosítás mértékének növekedését.

Kutató munkám során Visontai erőműből származó pernyéből készítettem geopolimer mintatesteket. A geopolimerek szerkezetüket tekintve poli-szialátok, egyszerűbben fogalmazva mesterségesen előállított közeteknek tekinthetők. A hagyományos Portland cementétől gyökeresen eltérő szerkezetüknél és kötési mechanizmusuknál fogva a geopolimerek különleges tulajdonságokkal rendelkeznek: rendkívül jó mechanikai tulajdonságúak, tűz- és hőállóak, kötésük során szinte alig változtatják térfogatukat, formába önthetőek, szobahőmérséklet körüli hőmérsékleteken kötnek és kötési idejük tág határokon belül változtathatóak.

TDK dolgozatomban célja a visontai erőműi pernye mechanikai aktiválása által az optimális örlési finomság meghatározása, és a kompaktálás hatásának vizsgálata a geopolimerek nyomószilárdságára, és testsűrűségére.

A kísérletsorozatot megelőzően rövid szakirodalom kutatás után először meghatároztam az optimális NaOH oldat tömegkoncentrációt a szilárd rész - aktiváló oldat keverékében. Ezt

követően a préselési nyomás nyomószilárdságra gyakorolt hatását vizsgáltam. A megfelelő nyomás kiválasztása után az alkalmazott aktiváló oldat moláris koncentrációjának nyomószilárdságra gyakorolt hatását tanulmányoztam. A pernye optimális finomságának megállapítása érdekében az előbbieken már meghatározott optimális paraméterek (aktiváló oldat tömegarány, préselési nyomás, aktiváló oldat NaOH koncentráció) mellett próbatesteket készítettem őrületlen, keverőmalomban 1, 3, 5, 7 és 10 percig őrölt pernye alapanyag felhasználásával. Az utolsó kísérlet sorozat során Betol 39T, és Betol SB típusú vízüveget adagoltam a pernye és lúg keverékhez.

A kísérleti vizsgálatokat a Miskolci Egyetem Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet laboratóriumaiban végeztem.

2. Szakirodalmi áttekintés

2.1. Erőműi pernye

Az elektromos áram előállítása során nagy szerepet kap a fosszilis energiahordozók, köztük a szén elégetése, melynek eredményeként pernye, salak és hamu képződik. A hamu a szerves anyagok teljes elégetése után visszamaradó többnyire por anyag, amely szervesetlen sókból, illetve oxidokból áll. A pernye a szén hamutartalmának az a finomszemcséjű része, amely a füstjáratokon, a füstgázokkal együtt távozik a kazántérből, majd leválasztásra kerül az elektrofiltereken. A pernye puccolános tulajdonsággal, illetve puccolános aktivitással rendelkező finom porszerű maradékanyag, mely önmagában nem lép reakcióba a vízzel, viszont oldott kalcium-hidroxid jelenlétében megköt, és vízben gyakorlatilag oldhatatlan reakcióterméket képezve (hidraulikusan) megszilárdul [2].

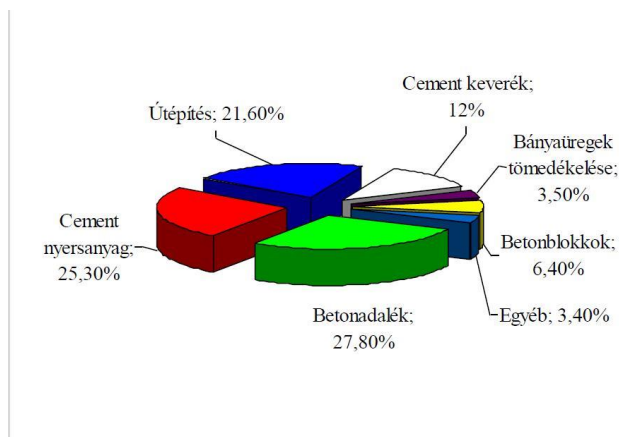
A geopolimerizációs reakció (amelynek mechanizmusa gyökeresen eltér a puccolános reakciótól) szempontjából legfontosabb tulajdonság az aktivitás, melyet a pernye fizikai és kémiai paraméterei határoznak meg. Ezek az alábbiak [2]:

- kémiai és fázisösszetétel: A pernye főként SiO_2 -t és Al_2O_3 -t tartalmaz. Kémiai összetételük alapján beszélhetünk savanyú pernyéről (SiO_2 tartalmuk 45-60%, CaO tartalmuk $<15\%$, ezen belül az aktív mész tartalom nem lehet több mint 10%), amelyet a nemzetközi irodalomban F típusú pernyének is szoktak nevezni. A másik osztályba sorolhatjuk a bázikus – C típusú pernyét (30-40% CaO , illetve 20-25% SiO_2 tartalom, az aktív mész tartalom meghaladhatja a 10%-ot). Ezek az elnevezések az anyag oxidos összetételére vonatkoznak, függetlenül azok kémhatásától [3].
- diszperzitásfok (szemcseeloszlás, fajlagos felület): Fontos anyagjellemző a pernye finomsága, amelynek mértékére a Blaine-féle fajlagos felületből vagy a szemcseméret-eloszlásból következtethetünk. Méretük legtöbbször 100 μm alatti, Blaine-finomságuk pedig 2500-5000 cm^2/g közötti. A pernye finomságát nagymértékben befolyásolja az őrlő berendezés és a kazán üzemviszonyai, valamint a porleválasztó egység hatásfoka [3].
- pernyerészecskék morfológiája: A pernye finom- és durvafrakciója sima üregmentes gömbökből, illetve szabálytalan alakú amorf (üveges) részecskékből áll. A durvább frakcióban feldúsuló el nem égett szerves vegyületeket, így paraffinokat, aril-észtereket, fenolokat és aromás szénhidrogéneket mutattak ki. A megolvadt szervesetlen szénmaradék cseppjei lehűléskor gömb alakban szilárdulnak meg [2].

A pernye másodnyersanyagként való felhasználása mellett szóló érvek:

- nyersanyag takarékoság (primer ásványvagyon védelme);
- energiatakarékoság;
- környezetvédelem (primer nyersanyagok bányászatával kapcsolatos környezeti beavatkozás elkerülése, CO₂ kibocsátás csökkentése);
- termőföld védelme;
- vízvédelem, vízminőség megóvása;
- rekultivációs kötelezettségek csökkentése;
- életvédelem, egészségvédelem.

A pernyék hasznosítása elsősorban az építőiparban valósul meg. Puccolános aktivitása miatt előszeretettel alkalmazzák cementek ill. betonok adalékanyagaként is, de felhasználhatjuk útburkolatalapokhoz, töltések, földművek építésére egyaránt [4].



1. ábra: A pernyehasznosítás területei [5]

A pernyehasznosítás területeinek százalékos eloszlását az 1. ábra mutatja.

2.2. A pernye mechanikai aktiválása

A pernye geopolimerekben történő felhasználásának legfőbb korlátja, annak alacsony reakcióképessége. A reakcióképesség növelésének egyik módja a mechanikai aktiválás. Pietersen (1989), Brouwers és van Eijk (2002) szerint a pernye belső felülete aktívabb, mint külső héj, ezért a mechanikai aktiválás során nem csak nagyobb felületet kapunk, hanem a nagyobb reakcióképességű belső felület feltáródik és elérhető lesz a reakció számára, ezáltal hatékonyabb és gyorsabb lesz a geopolimerizáció.

Az őrlés hatékonyságának növeléséhez a szemcsék közötti kohéziós erőket kell leküzdeni és az összetapadást megakadályozni.

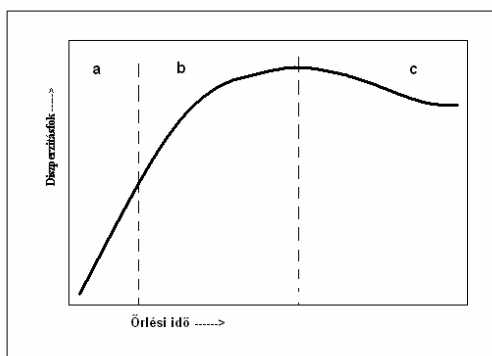
Mechanokémiai szempontból az őrlést Opoczky szerint 2 fő részre bonthatjuk [6]:

1. Az elsődleges mechanokémiai folyamatok a rendszer szabadenergiájának növekedését hozzák létre, és az őrlemény aktivitását növelik.
2. A másodlagos mechanokémiai folyamatok a rendszer szabadenergiájának csökkenését, illetve a kötési energia növekedését, azaz az aktivitás csökkenését idézik elő.

Az őrlési idő függvényében vizsgálva az őrlemény finomságát, arra a megállapításra jutunk, hogy az őrlés megindulásakor az anyag jelentősen finomodik (2. ábra). Az őrléshez szükséges munka megközelítőleg arányos a létrejött új felülettel. Ezen a szakaszon, melyet Rittinger szakasznak nevezünk, a részecske-kölcsönhatás elhanyagolhatóan kicsi.

Az őrlési idő növekedése esetén nő az őrlemény diszperzitásfoka, emellett megkezdődik a részecskéknek az őrlőtestekre és a malom falára, valamint egymáshoz való tapadása. A 2. ábrán látható a diszperzitásfok görbéje. Laposodása arra mutat, hogy az őrléshez szükséges munka és a létrejött új felület közötti arányosság megszűnt, de a diszperzitásfok tovább növekszik. Ezt a szakaszt nevezzük aggregációnak, mely során a részecskék van der Waals-féle adhézios erők hatására történő gyenge összetapadását értjük.

Hosszabb ideig tartó őrlés után a finomság növekedése igen lecsökken, majd meg is szűnik, sőt a diszperzitásfok csökkenése következik be, az őrlemény durvulni kezd. Ezt a szakaszt az agglomeráció szakaszának nevezzük. A folyamat a részecskék igen tömör összetapadása, melyben kémiai kötések létrejöhetnek. Agglomerátumok keletkezhetnek a részecskék összekristályosodása, összehegedése folyamán. Az aggregátumok képződéséhez kedvező körülmények adóttak az ütü-dörzsölő hatással működő őrlőberendezésekben, mert az őrlőtestek az „olvadékhidak” keletkezését elősegítik [6].



2. ábra: Diszperzitásfok változása az őrlési idő függvényében [6]

A pernye mechanikai aktiválása a későbbi hasznosítás céljából szükséges. A kísérletsorozatok során az alapanyag őrlésére kerámiabéléses tárcsás keverőmalmot

alkalmaztam. A berendezést a Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet fejlesztette ki.

2.3. Geopolimer

A geopolimerek a szervesetlen polimerek családjába tartozik, kémiai összetételük hasonló a természetes zeolitokhoz. Kémikusok hasonlóan találták keletkezésük folyamatát, habár a keletkezett termékek különböznek egymástól, ugyanis a geopolimerek nem jellemezhetőek sztöchiometriai képlettel és amorf, ill. félig kristályos szerkezeteket és Al-Si kristályszemcséket is magukba foglalnak [7].

A geopolimerek szerkezetüket tekintve poli-szialátok, egyszerűbben fogalmazva mesterségesen előállított kőzeteknek tekinthetők. A szialát (szilícium-oxo-aluminát) háló SiO_4 és AlO_4 tetraéderek összekapcsolódásából jön létre oxigénatomjaik megosztásával. Továbbá pozitív ionok (Na^+ , K^+ és Ca^{2+}) jelenlétére is szükség van, hogy az Al^{3+} okozta negatív töltéstöbbletet kiegyenlítsék [7].

A poli-szialátok az alábbi képlettel (1) jellemezhetőek [7]:

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

ahol „z” 1,2,3;

„M” egy egyértékű kation, mint K^+ vagy Na^+

„n” a polikondenzációs fok

Poli-szialátok típusai (3. ábra) [7]:

- Poly (sialate): $[-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-]$
- Poly (sialate-siloxo): $[-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-]$
- Poly (sialate-disiloxo), $[-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-]$

PS Poly(sialate)	$\begin{array}{c} (-) \\ \\ (-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-) \\ \quad \\ \text{O} \quad \text{O} \\ \quad \end{array}$
PSS Poly(sialate-siloxo)	$\begin{array}{c} (-) \\ \quad \\ (-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-) \\ \quad \quad \\ \text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \end{array}$
PSDS Poly(sialate-disiloxo)	$\begin{array}{c} (-) \\ \quad \quad \quad \\ (-\text{Si}-\text{O}-\text{Al}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-) \\ \quad \quad \quad \\ \text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \end{array}$

3. ábra: Poli-szialátok típusai [8]

A SiO_4 és AlO_4 tetraéderek összekapcsolódása igen változatos egységeket eredményez, amelyek síkbeli, majd térbeli hálózatot hoznak létre, így alakítva ki a láncokat tartalmazó geopolimer struktúrát.

A geopolimerizáció az alábbi lépéseket tartalmazza [7]:

- szilárd alumino-szilikát oxidok oldódása az MOH oldatban (M: alkáli fém);
- majd a feloldott Si, ill. Al komplexek diffúziója vagy transzportja a szemcsefelülettől a szemcsék közti térbe;
- végül a polimerizáció és a mellette adagolt szilikát oldat és Al és Si komplexek által létrehozott gél fázis szilárdulása.

A geopolimerek a hagyományos Portland cementétől gyökeresen eltérő szerkezetüknel és kötési mechanizmusuknál fogva különleges tulajdonságokkal rendelkeznek.

Előnye a hagyományos építőanyagokkal szemben:

- rendkívül jó mechanikai tulajdonságúak,
- tűz- és hőállóak,
- kötésük során szinte alig változtatják térfogatukat,
- formába önthetőek,
- savakkal szemben magas ellenállóképesség,
- nagy nyomószilárdság,
- előállításuk során alacsonyabb CO_2 kibocsátás,
- előállításuk másodnyersanyagokból történik,
- szobahőmérséklet körüli hőmérsékleteken kötne,
- kötési idejük tág határokon belül változtathatóak.

A technológia legfőbb előnye, hogy az előállításukhoz szükséges energia jóval kisebb, mint amit a hagyományos kerámiagyártási technológia igényel, továbbá a hagyományos portlandcement előállításakor keletkezett CO_2 -nak csupán a 10...20 %-a keletkezik.

A technológia hátrányaként említhetjük meg, hogy a geopolimer előállítása lúgos közegben történik.

A geopolimer előállításához szükséges alapanyagok: nyersanyag, inaktív töltőanyag, illetve a geopolimer folyadék, vagyis az aktiválószer. Nyersanyagok lehetnek természetes ásványok, mint például alumínium-szilikátok, vagy ipari hulladékok, mint pernye, vagy salak. Inaktív töltőanyagként általában kaolint és metakaolint használnak, geopolimer folyadéknak pedig olyan alkáli hidroxid oldatnak kell lennie, mely oldja az adott nyersanyagot. [9]

Az előállított végtermékek az alábbiak lehetnek: [10]

- Falazó és szigetelő téglák.
- Önthető út és járdarétegek.
- Vízáró rétegek.
- Járólapok.
- Geopolimer cement.
- Tetőfedésre alkalmas üvegszálak kompozit anyagok.
- Tűz- és hőálló bevonatok.
- Csövek és idomok.
- Csempék, homlokzati díszek, finomkerámiai termékek.
- Napkollektorokban felhasználható szerkezeti anyagok.

2.4. Tanszéki előzmények

A Miskolci Egyetem Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézetének laboratóriumaiban már korábbi években is folytak kutatások pernye alapú geopolimer és hidraulikus kötőanyag létrehozásának céljából.

Molnár Zoltán hallgató 2010-ben pernye, üveghulladék és perlit örlemény különböző arányú keverékének, valamint NaOH felhasználásával készített geopolimer próbatesteket. Célja, a berentei deponált erőműi pernye mechanikai aktiválása által az optimális őrlési finomság megállapítása, a geopolimer előállítási technológiájának laboratóriumi kipróbálása és a testek szilárdsági vizsgálata volt [4].

Grasalkovits Szandra hallgató 2011-ben szakdolgozatában szintén a geopolimer gyártásával foglalkozott. Célja a kísérletei során felhasználni kívánt tisztaújrósi pernye geopolimerként való alkalmazhatóságának lehetőségei, továbbá a pernye eljárás technikai anyagtulajdonságainak meghatározása, geopolimer próbatestek gyártása aktiválószer hozzáadásával. Továbbá az így elkészült minták mikroszerkezetének és mechanikai szilárdságának vizsgálata, valamint az eredmények közötti összefüggések feltárása volt [11].

Faragó Ákos hallgató 2011-ben szakdolgozatában biomassza és széntüzelésű erőműi pernye alapú geopolimerek vizsgálatával foglalkozott. Célja, a geopolimer alapanyagainak és adalékanyagainak előkészítése, ezekből a geopolimer előállítása az így elkészült anyagok mechanikai nyomószilárdság vizsgálata [12].

Kertész Márk hallgató 2012-ben TDK dolgozatot készített, melynek célja a pernye mechanikai aktiválásának geopolimerek szilárdságára gyakorolt hatásának vizsgálata és az

őrlési hatékonyság tanulmányozása volt három különböző malomtípust (golyósmalmot, rezgőmalmot, és keverőmalmot) alkalmazva. A laboratóriumi kísérletei során nyersanyagként a tiszaujvárosi deponált pernyét használt fel [13].

Barta Péter előkészítéstechnikai mérnök hallgató is geopolimer előállításának optimalására végzett vizsgálatokat. Előzetes kísérletként előállított egy próbatestet 2:1 szilárd anyag (visontai erőműi pernye), aktiváló oldat (NaOH) tömegarányban, majd ezek után mechanikailag aktiválta a pernyét, 10,20,30,60,120 perces golyósmalmi őrléssel. Ehhez a keverékhez 30,45,60 percig őrlött kohósalakot is adagolt. Az így kapott próbatesteket egytengelyű nyomószilárdság vizsgálatnak vetette alá [14].

Pankucsi Dávid hallgató (2012) vizsgálatának célja egy olyan pernye alapú hidraulikus mikrokötőanyag előállítása, amely akár injektálási célra is alkalmas lehet. A pernyét 1, 3, 5, 10 perces őrlési idő mellett tárcsás keverő malommal mechanikailag aktiválta. Az őrleményekhez golyós malomban őrlött CaO-t (meszet), továbbá egyes próbatestekhez mikroszilikátot is adagolt, majd homogenizálást követően a keverékekhez vizet is kevert. Az előállított próbatesteken meghatározott vizsgálati időpontokban egytengelyű nyomószilárdság méréseket végzett, illetve a próbatestek mikroszerkezetét optikai mikroszkóp segítségével vizsgálta [15].

3. Alapanyagok és adalékanyagok tulajdonságai

3.1. Sűrűség

Az anyagok későbbi felhasználhatósága érdekében rendkívül fontos sűrűségük meghatározása, ugyanis nagymértékben befolyásolja az előállított geopolimer tömegét.

Egy test anyagának abszolút sűrűsége a test tömegének és térfogatának a hányadosával egyenlő [16].

SI mértékegysége: kg/m^3 , de használjuk még a kg/dm^3 , g/cm^3 , g/dm^3 mértékegységeit is. A testek tömege független a hőmérséklettől és a nyomástól, térfogatuk viszont változik e két állapothatározó változásával. Ennek következtében a sűrűség is függ a hőmérséklettől és a nyomástól. Meghatározott nyomáson és hőmérsékleten megadott sűrűség a legfontosabb anyagi állandók egyike. Szilárd és cseppfolyós anyagok esetén a nyomás hatása elhanyagolható, meg kell azonban adni a meghatározás hőmérsékletét. Oldatok esetében a sűrűség függ az oldat összetételétől is. Az oldatok sűrűségének ismeretében a koncentrációja megfelelő táblázatokból kikereshető [16].

A sűrűségmérés végrehajtásához számos lehetőség áll rendelkezésünkre:

- hidrosztatikai módszerek: aerométeres mérés, Mohr- Westphal mérleg, lebegtetéses módszer, hidrosztatikai mérleg
- tömeg és térfogatmérés elvén: piknométeres mérés

A kísérletekhez felhasznált anyagok valódi sűrűségét piknométeres sűrűségméréssel határoztam meg. A piknométeres sűrűség meghatározása pontosan ismert hőmérsékletű és térfogatú folyadék tömegének a mérésén alapszik. Amihez adott térfogatú üvegedényt, piknométert használunk. A piknométer lombik alakú, szűk nyakú üvegedény, melynek szájába körkörös jellel ellátott csiszolatos üveg kapilláris illeszthető, ezzel a folyadékszint igen pontosan beállítható. A sűrűség meghatározásához a piknométer tömegét üresen a csiszolt dugóval együtt (m_1), majd behelyezzük a szilárd mérendő anyagot egy papír adagolótölcsér segítségével. A szilárd anyag térfogata a piknométer térfogatának körülbelül 1/3-1/2-ed részét teszi ki. A piknométer és szilárd anyag együttes tömege (m_2). A szilárd anyaghoz hozzátöltjük a mérő közeget, ami ebben az esetben desztillált víz és denaturált szesz volt, majd lemérjük ezek tömegét is (m_3). Végül a közeggel töltött piknométer tömegét is meghatározzuk (m_4). Továbbá amennyiben nem vízzel végeztük a mérést, úgy még egy m_5 tömegre is szükségünk lesz, ami a desztillált vízzel töltött piknométer tömege [16].

Ezek után a már ismert képletbe (2) behelyettesítve megkapjuk, a vizsgált anyag sűrűségét: [17]

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{(m_4 - m_1) - (m_3 - m_2)} \times \rho_v \quad (2)$$

Ha a mérő közegünk desztillált víz, akkor helyébe a víz adott hőmérsékletű sűrűségét helyettesítjük (ρ_v), ha más közeggel hajtjuk végre a mérést, akkor a közeg sűrűsége a (3) képlet segítségével kiszámítható:

$$\rho_k = \frac{m_4 - m_1}{m_5 - m_1} \times \rho_v \quad (3)$$

A mérés eredményei:

$$\rho_{\text{mérőközeg}} = 0,8 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_{\text{pernye}} = 1,88 \text{ g/cm}^3$$

A piknométeres sűrűségmérés pontossága tömegmérés pontosságától függ, tehát ha analitikai mérlegen végezzük a mérést: a sűrűséget $\pm 0,0002 \text{ g/cm}^3$ pontossággal határozhatjuk meg.

3.2. Nedvességtartalom

Az anyagok nedvességtartalmának meghatározása is nagyon fontos feladat, ugyanis befolyásolhatja a kémiai folyamatok végbemenetelét és a keletkezett termékek minőségét.

A geopolimerek esetében a magas víztartalom károsan hat a kész testek szilárdságára. Továbbá azért is fontos, mert így megállapíthatjuk, hogy szükséges-e az alkotók összekeverés előtti szárítása, ami ipari méretekben jelentős költségnövekedést okozna.

A nedvességtartalom mérés lépései [17]:

1. Reprezentatív mintavétel a kívánt anyagból.
2. 1 g-ot, az előzetesen kiszárított és exsikkátorban tartott, 0,0002 g pontossággal fedővel együtt lemért üveg mérőedénybe egyenletesen elosztatva bemérünk.
3. Majd az előzetesen 105-110 C°-ra felfűtött szárítószekrénybe helyezzük.
4. 60 percig szárítjuk.
5. A fedelet ráhelyezve kivesszük, majd 2-3 percig levegőn, utána exsikkátorban hűtjük, és mérjük.
6. 30 perces ismételt szárítással és méréssel végezzük mindaddig, amíg a két utolsó mérlegelés között az eltérés legfeljebb 0,001 g.

Az elemzési minta nedvességtartalmát az alábbi képlet (4) segítségével számíthatjuk:

$$n = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (4)$$

ahol m_1 a bemért anyagminta szárítás utáni tömegvesztése,

m pedig a bemért minta tömege.

A mérés eredménye [18]:

$$n_{\text{pernye}} = 4,28 \%$$

3.3. Szemcseméret eloszlás és fajlagos felület

A szemcseméret eloszlás fontos tényező geopolimer előállítása esetén, ugyanis nagymértékben befolyásolja a geopolimerizáció hatásfokát, mivel a mechanikai aktiváció bizonyítottan növeli a pernye reakcióképességét.

A szemcseméret eloszlás adott szemcsemérethez tartozó értéke megadja az adott méretnél kisebb méretű szemcsék mekkora tömeghányadot képviselnek a teljes szemcsehalmazban.

A kémiai reakciók szempontjából meghatározó az érintkezési felület nagysága is. Minél nagyobb az érintkezési felület, a folyamatok annál hatékonyabban játszódnak le. Definíció a fajlagos felület az egységnyi tömegű szemcsés anyag felülete (cm^2/g) és a szemcsemérettel fordítottan arányos.

A nyers pernye és a keverőmalmi örlemények szemcseméret eloszlásának és fajlagos felületének meghatározására a tanszéken található HORIBA LA-950V2 típusú lézersugaras szemcsenagyság elemző berendezést használták.

A nyers pernye jellegzetes szemcseméret értékei és fajlagos felülete:

$$x_{50} (\mu\text{m}) = 31,84$$

$$x_{80} (\mu\text{m}) = 90,11$$

$$\text{SSA} (\text{cm}^2/\text{g}) = 1529,20$$

3.4. Alapanyag oxidos összetétele

A visontai pernye oxidos összetételének meghatározásának céljából XRF elemzés történt. A mérést, Móricz Ferenc végezte el az Ásvány- és Kőzettani Tanszéken.

- **Minta előkészítése:** A kapott pernyeanyag mennyiségének csökkentése mintafelezéssel, illetve a szemcseméret $45\mu\text{m}$ alá történő őrlése kerámia mozsárban.
- **Izzítási veszteség (LOI) meghatározása:** Az őrlött mintákból 2-2 bemért tömegű minta elektromos kemencében való kiégetése 950°C -on ($10^\circ\text{C}/\text{perc}$ felfűtési sebességgel), majd kiégetés után a 2-2 minta homogenizálása.

- **XRF elemzés:** A kiégetett pormintákból 1000 g mennyiség elegyítése 6000 g mennyiségű lítiumtetraboráttal ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$), mely az olvasztás folyamán feltárja a pormintában lévő fémeket. A kapott LOI értékek figyelembe vételével lett az olvaszték elemezve az XRF készülék szoftverébe előre beépített „Fusion bead” oxidos módszerrel. Minden minta háromszor került elemzésre, majd a kapott értékek átlagolva lettek, így csökkenthető a mérésből eredő hiba mértéke. Csak olyan elemeket célszerű figyelembe venni, amelyek mindhárom elemzésben megjelennek (kettő megjelenés esetében már megkérdőjelezhető a jelenlét).

A mérés eredményeit az 1. táblázat tartalmazza.

Minta	Visonta ÁTLAG
Főkomponensek (m/m%)	95,18
Egyéb oxidok (m/m%)	4,82
Összes (m/m%)	100
Főkomponensek	
SiO_2	45,85
Al_2O_3	16,82
CaO	12,97
MgO	2,90
Na_2O	0,50
K_2O	1,83
Fe_2O_3	12,05
LOI	2,25
Egyéb oxidok	
SO_3	3,76
P_2O_5	0,28
TiO_2	0,48
SrO	0,05
ZrO_2	0,02
MnO	0,18
As_2O_3	0,03
CuO	0,02
ZnO	0,03
Rb_2O	-

1. táblázat: A visontai pernye oxidos összetétele

A főkomponensek (95,2 m/m%) esetében a legtöbb elemnél a szórás mértéke elfogadható (1. táblázat). Az egyéb oxidok (4,8 m/m%) közül a SO_3 a meghatározó, a maga 3,76 m/m%-ával. A minta 950 °C-on történő kiégetésével a szulfidok és szulfátok oxidokká alakulnak (kivéve a gipszet, mely csak 1200 °C-on oxidálódik CaO -dá). A gipsz jelenlétét alátámasztja a mintában lévő nagy mennyiségű Ca is. A mintában még említésre méltó a P, Ti, Sr és Zr

tartalom. A Ti feltehetően a Fe ásványaihoz kötött. A minta nagy része kvarchomok, ezzel magyarázható a Zr jelenléte. Az Sr indikáció is elfogadható, már ezen elem XRF csúcsának helye egybeesik a Zr elem egyik csúcsával. Az As, Cu és Zn tartalom valamely polimetallikus szulfidra utal. Ezen ásványok megjelenését lehetővé teszi a lignit telepben kialakuló redukciós környezet. Az Rb elem megjelenése mérési hibának tekinthető, nem tekinthető relevánsnak alacsony értéke miatt.

3.5. Adalékanyagok összetétele

3.5.1. Vízüvegek összetétele

A kísérleti vizsgálatok során az aktiváló oldathoz különböző típusú vízüvegeket adagoltam az egytengelyű nyomószilárdság értékek javulásának érdekében. Az egyes vízüvegek százalékos összetételét a 2. táblázat tartalmazza.

Termék neve	K ₂ O	Na ₂ O	SiO ₂	Sűrűség (g/cm ³)	Viszkozitás (mPas)
Betol 39T	-	8,3	27,5	1,37	100
Betol SB	2,7	13,7	25,3		

2. táblázat: Geopolimer előállítása során alkalmazott vízüvegek összetétele

A Betol SB típusú vízüveg kálium tartalma miatt pozitív hatással bír a keverék bedolgozhatóságára, ugyanis a kismértékű K csökkenti a vízüveg viszkozitását, ezáltal megkönnyíti a keverék bekeverését, illetve formába adagolását.

4. Kísérletek során alkalmazott eszközök, berendezések

4.1. Kerámiabéléses tárcsás keverőmalom

A malom falazata és a keverőtárcsák nagy kopásállóságú Al_2O_3 kerámiából készültek. A motorral direktben meghajtott tengelyre 7 db kör alakú keverőtárcsa lett felhelyezve.

A malom testet a tárcsákhoz egy pneumatikus emelőszerkezet emeli. A hengeres berendezés tetejére két félkörből álló csavarral leszorított fedőlap kerül. Célja, meggátolni az anyag kiporzását és az őrlőtestek kijutását a malomtérből. Az őrlés során a köpenybe hűtővíz bevezetésére van szükség, ugyanis a nagy súrlódás miatt a malomfalazat, a benne lévő anyag és a keverőtárcsa is meglehetősen hamar felmelegszik. Az alkalmazott őrlőtestek 1,1–1,2 mm közötti kerámia golyók.

Az őrlési folyamat elvégzése után, az anyag és őrlőtestek visszanyerése a malom mellé beépített tölcészerű részen keresztül történik. A malom teste könnyedén kifordítható a „siló” felé, majd megbillentve a siló alá helyezett edénybe engedhető az anyag.

Az 4. ábrán a Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet kerámiabéléses tárcsás keverőmalma látható.

A tárcsás keverőmalom üzemi paramétereit (3. táblázat) figyelembe véve 70 %-os anyag töltési fok mellett 638 cm^3 a feladandó anyag térfogata. A pernye halmazsűrűségét alapul véve, a megfelelő anyagmennyiség így 455 g lett. Minden őrlés során azonos tömegű pernyét (455 g) és őrlőtestet (5,3 kg) kevertem össze, majd mértem be a malomba. 1, 3, 5, 7 illetve 10 perces őrleményeket készítettem. A kerületi sebesség 5 m/s. Ezt követően a pernye és az őrlőtestek szétválasztását egy 0,8 mm-es szitán végeztem.

Az őrlési folyamatokat követően malom kitakarítását nedves eljárással hajtottam végre. A megfelelő tisztaság eléréséhez az őrlőtestekhez korund port adagoltam, majd víz hozzáadásával betöltöttem a keverőmalom testébe.

$d_{\text{örlőgolyó}}$	1,2 - 1,6 mm
$d_{\text{örlőtárcsa}}$	153 mm
$D_{\text{örlőtér}}$	174 mm
$H_{\text{örlőtér}}$	250 mm
V_{hasznos}	4,00 dm ³
$\rho_{\text{örlőgolyó}}$	3,591 kg/m ³
$\rho_{\text{örlőgolyó, laza}}$	2,160 kg/m ³
$\Sigma V_{\text{örlőgolyó, laza}}$	2,4 dm ³
$\Sigma m_{\text{örlőgolyó}}$	5,34 kg
$\Sigma V_{\text{örlőgolyó}}$	1,487 dm ³
$V_{\text{pórus}}$	0,592 dm ³
ϵ_h	39,80 %
ρ_{minta}	1,645 kg/dm ³
$\rho_{\text{minta, laza}}$	0,850 kg/m ³
P_{motor}	5,5 kW
$n_{\text{motor}} (50\text{Hz})$	1440 ⁻¹

3. táblázat: Keverőmalom üzemi paraméterei



4. ábra: Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet kerámiabéléses tárcsás keverőmalma

4.2. Lézeres szemcseméret elemző berendezés

Az őrlési kísérletekből kapott pernye örlemények szemcseméret-eloszlását és számított fajlagos felületét egy HORIBA LA-950V2 típusú lézersugaras szemcsenagyság elemző berendezés segítségével határoztuk meg.

A mérési adatokból a berendezés a szemcseméret-eloszlás számítását az ún. Mie elmélet szerint végzi, mely figyelembe veszi az anyag fénytörési indexét is. A készülék mérőtartománya 10 nm és 3 mm közé esik. A szemcsét érő lézersugár elhajlik, melynek elhajlási szögéből következtethetünk a szemcseméretre. Az elhajlási szög és a szemcseméret között fordított arányosság áll fenn. A fény intenzitása pedig a szemcsék gyakoriságával van összefüggésben. A számítógép kiértékeli a jeleket, így kapjuk meg az eloszlásfüggvényt [19].



5. ábra: HORIBA LA-950V2 típusú lézeres szemcseméret elemző berendezés

Száraz, és nedves üzemben is alkalmazható a berendezés, de folyadék (pl. desztillált víz, denaturált szesz) használatával, a szemcsék jobban diszpergálódnak. A berendezés szemcseméret eloszláson kívül darabeloszlást és fajlagos felületet is képes mérni [19].

4.3. TXM-V1-STC-07 egyedi talajminta konszolidáló berendezés

A geopolimer mintatestek tömörítését a Környezetgazdálkodási Intézet TXM-V1-STC-07 típusú talajminta konszolidáló berendezésének a segítségével hajtottam végre.

A mintagyártáshoz szükséges tömörítő nyomás beállítását a mintagyártó készülék vezérlőegységének hátoldalán elhelyezett nyomásszabályozó (reduktor) segítségével végezzük. A nyomásértékeket a vezérlőegység központi részén elhelyezett LCD monitoron, valamint precíziós manométeren ellenőrizhetjük, amely nyomásértékek akár a mintagyártás

folyamán is változtathatóak, korrigálhatóak. A vezérlőpanelen beállítható a konszolidáció időtartama is.

A referencia „0” magasság a talajminta alsó pontját jelölő, a mintagyártó útdója által mért érték, amelyből a mintába épített rétegek vastagsága számítható.

A vizsgálandó anyag betöltése a mintaformázóba egységnyi adagokban történik. Majd a betöltést követően a megfelelő eszközökkel az anyag felületét vízszintesre kell egyengetni az egyenletes tömörítés érdekében. A pneumatikus henger elindítása kettő darab START gomb együttes megnyomásával lehetséges. A pneumatikus henger elindulásával azonos időben a készüléken elhelyezett biztonsági burkolat is összezáródik. A mintaanyag felszínét elérve a terhelőlapon a nyomás beáll az előre beállított értékre, s ezt a konszolidációs idő leteltéig tartja, majd visszaindul a felső végállapotba. Végül kinyílik a biztonsági burkolat.



6. ábra: TXM-V1-STC-07 egyedi talajminta konszolidáló berendezés

A berendezés főbb egységei (6. ábra):

- terhelő egység
- szerelvények (alaprögzítő szerelvények, csapos mintamag)
- vákuumozó henger
- villamos vezérlő

4.4. SZ F-1 típusú hidraulikus törőgép

A geopolimer próbatestek egytengelyű nyomószilárdság vizsgálatát a Bányászati és Geotechnikai Intézeti Tanszék laboratóriumában, az ott dolgozó munkatársak segítségével egy SZ F-1 típusú nyomó- szakító vizsgálatra alkalmas hidraulikus törőgéppel végeztük (7. ábra).

A szerkezet négy nagyobb egységből áll:

- terhelőkeret,
- vezérlőelektronika,
- hidraulikus rendszer
- és a számítógép.



7. ábra: SZ F-1 típusú hidraulikus törőgép

A terhelőkeretben van a munkahenger, amely 250 kN erővel képes húzni-nyomni. A munkahengeren helyezkedik el az erőmérő cella. A berendezés egy számítógéppel van összeköttetésben, mely a nyomóerőt az elmozdulás függvényében rögzítette.

4.5. Fourier transzformációs infravörös spektrométer – FT-IR

A mechanikailag aktivált pernyében és a geopolimerekben létrejött szerkezeti változások nyomon követésére FT-IR méréseket végeztünk el.

A molekulákat felépítő atomok a molekulán belül egymáshoz képest rugalmas módon elmozdulhatnak, kötéseik mentén rezeghetnek, hosszabb molekulák hajladozhatnak, kötéseik körül elfordulhatnak. Ezek a mozgások kvantáltak, tehát határozott energiaadagokban történhet csak meg a változásuk. Ezek a kvantumenergiák a különböző infravörös sugárzás

fotonjainak energiájával egyenlők. A periodikus mozgások frekvenciája és energiája elsősorban a részecskéket összekötő erőtől, és kémiai kötés típusától és a mozgásban résztvevő részecske tömegétől, vagyis az atomtömegtől függ. Ennek alapján az adott atomok között létrejövő kötéstípusokhoz néhány jellemző energia tartozik, melyek infravörös technikával mérhetőek.



8. ábra: Jasco FT-IR 4200

A mérések a 8. ábrán látható Jasco FT-IR 4200-al lettek végrehajtva reflexiós módban, gyémánt ATR használatával. A gép fő jellemzői:

- felbontás: $0,5 \text{ cm}^{-1}$
- jel-zaj viszony: 30000:1 (peak - to - peak) $\sim$ 120000:1 RMS
- spektrális tartomány: $7800 - 350 \text{ cm}^{-1}$
- fényforrás: nagy intenzitású kerámia fényforrás
- interferométer: 45° -os Michelson típusú, szigetelt, DSP (Digital Signal Processing) technológiával vezérelt
- beam splitter: Ge/KB automatikus beállítással (auto-alignment)
- detektor: Peltier termosztált DLATGS, opcionális második detektor (MCT, InSb, InGaAs)
- automatikus tartozékfelismerő rendszer
- Start gomb sorozatmérésekhez

5. Laboratóriumi kísérletek

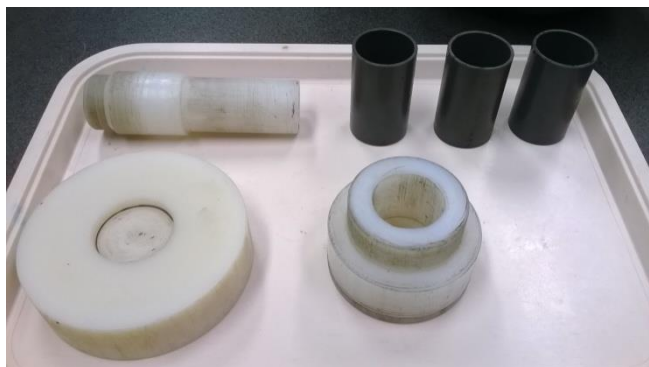
5.1. Geopolimer előállítása

A laboratóriumi kísérletek elsődleges célja geopolimer próbatestek előállítása az előzőleg tárcsás keverőmalomban mechanikailag aktivált és nyers pernye felhasználásával, illetve nyomószilárdság szempontjából optimális keverék előállítása.

A laboratóriumban elvégzett kísérletek folyamán a pernye mechanikai aktiválását követően kompaktálós tömörítéssel állítottam elő a geopolimer mintatesteket.

Egy próbatest előállításához szükséges pernye tömege 66,67 g.

Az egytengelyű nyomószilárdság vizsgálatokhoz 5 db próbatestet készítettem. A külön-külön kimért alapanyagokat egy edényben alaposan összekevertem. Aktiválószerként NaOH oldatot és vízüveget alkalmaztam. A kimért pernyéhez lassan öntöttem hozzá az aktiváló oldatot, miközben keverést végeztem keverőkanállal. Az így előállított keveréket 35,5 mm átmérőjű PVC-csövekbe töltöttem (9. ábra).

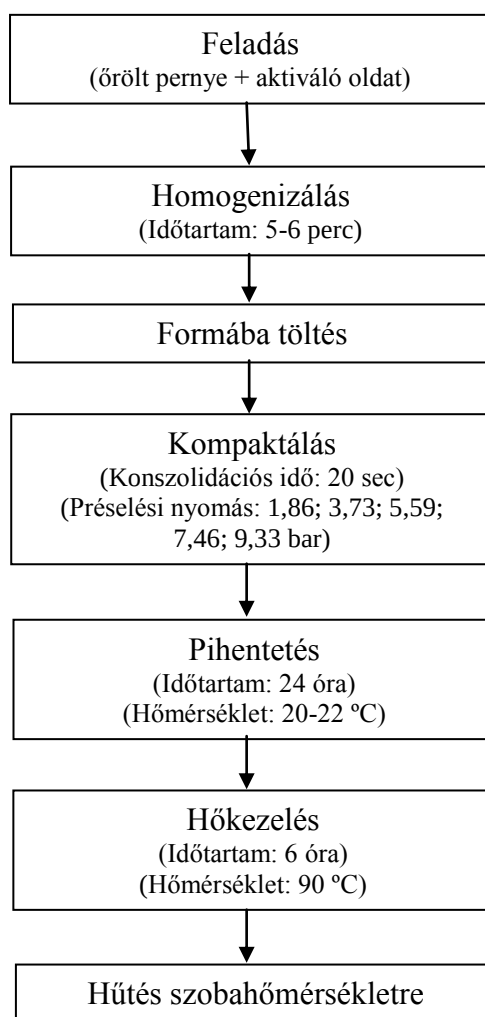


9. ábra: 35,5 mm átmérőjű PVC csövek, illetve mintatestek tömörítéséhez és kinyomásához szükséges talp, és henger

Ezután TXM-V1-STC-07 egyedi talajminta konszolidáló berendezéssel végeztem a minták tömörítését, a konszolidációs idő 20 másodperc volt. A kompaktálást 1,86; 3,73; 5,59; 7,46; 9,33 bar nyomásokon hajtottam végre.

A mintatesteket kompaktálás után műanyag zsákokba helyeztem, és 24 órára szobahőmérsékleten hagytam így biztosítva a közel légmentes környezetet. Majd a formából kivett próbatesteket 90 °C-on kemencében hőkezelttem. A hőkezelés 1 órás felfűtési idővel, 6 órán keresztül történt. Ezt követően a próbatestek a kemencében szobahőmérsékletűre hűltek. A kész próbatesteken 1 hetes vizsgálati korban egytengelyű nyomószilárdság mérése történt. A szilárdsági vizsgálatokat megelőzően lemértem a mintatestek magasságát, és tömegét a testsűrűség meghatározás céljából. A testek felülete sima volt, nem volt szükség a végek csiszolására, illetve levágására az egytengelyű nyomószilárdság vizsgálatok előtt.

A próbatestek előállításának folyamatát az 1. folyamatábrán követhetjük nyomon:



1. folyamatábra: Geopolimerek előállításának folyamata

Az egytengelyű nyomószilárdságot főként a test magassága, illetve átmérője befolyásolja. A préselési nyomás különbözősége eltérő magasságú mintatesteket eredményezett. A pontosabb összehasonlíthatóság érdekében az alábbi, Gálos Miklós – Vásárhelyi Balázs [20] által javasolt képletet alkalmaztam minden próbatest nyomószilárdságának meghatározásához.

$$\sigma_c(2:1);(50) = \frac{\sigma_c \times d^{0,18}}{1,78 + 0,485(d/h)} \quad (5)$$

Az (5) egyenletbe behelyettesítve lehetőségünk van bármilyen átmérőjű, bármilyen magasságú (l/d) aránnyal rendelkező próbatest egytengelyű nyomószilárdságát átszámítani 50 mm átmérőjű, l/d=2 arányú test nyomószilárdságára.

5.2. Szisztematikus kísérletek

Szisztematikus laboratóriumi kísérleteimet a 4. táblázatban szereplő mérési terv alapján hajtottam végre. Az előzetes kísérletek során (0. sorozat) meghatároztam az optimális lúg koncentrációt a szilárd rész - aktiváló oldat keverékében. A kísérletek során 6 M-os NaOH oldatot a keverék 20, 25, 30, 35, 40, 45 m/m%-nak megfelelő mennyiségében adtam hozzá. Megállapítottam, hogy a nedvesség pórusok közül történő eltávozásának megelőzése céljából, illetve a könnyebb bedolgozhatóság érdekében 30%-os aktiváló oldat tömegkoncentrációt alkalmazok. Egy próbatest esetén ez a mennyiség 28,57 g aktiváló oldat hozzáadását jelenti.

	Aktiváló oldat / teljes keverék aránya (%)	Préselési nyomás (bar)	NaOH oldat koncentrációja (M/l)	Őrlési idő (perc)	Az aktiváló oldatban lévő Na, ill. Na-K-szilikát tömegaránya (%)
0. sorozat	20	0	6	3	0
	25				
	30				
	35				
	40				
	45				
1. sorozat	30	1,86	6	3	0
		3,73			
		5,79			
		7,46			
		9,33			
2. sorozat	30	9,33	6	3	0
			8		
			10		
			12		
3. sorozat	30	9,33	12	0	0
				1	
				3	
				5	
				7	
				10	
4. sorozat	30	9,33	12	3	0
					25
					50
					75
					100
5. sorozat	40	9,33	12	3	0
					25
					50
					75
					100

4. táblázat: Mérés terv

1. kísérletsorozat:

Az optimális aktiváló oldat tömegkoncentrációjának (a pernye-aktiválószer keverékében) meghatározása után vizsgáltam a préselési nyomás nyomószilárdságra gyakorolt hatását. TXM-V1-STC-07 egyedi talajminta konszolidáló berendezéssel végeztem a minták tömörítését, a konszolidációs idő 20 másodperc volt. A beállított préselési nyomás rendre 0,25; 0,5; 0,75; 1 és 1,25 bar. Minden kísérlet során 35,5 mm átmérőjű hengeres testeket alkalmaztam. A tömörítés során alkalmazott nyomólap azonban 97 mm-es.

$$p = \frac{F}{A} \quad (6)$$

$$A = \frac{d^2 \times \pi}{4} \quad (7)$$

Így fenti képletek (6, 7) alapján erre a kör alapra átszámítva a következőképpen alakulnak rendre a nyomások: 1,867; 3,733; 5,599; 7,466 és 9,34 bar (184,75N; 369,45N; 554,24N; 738,98N; 923,73N).

2. kísérletsorozat:

A megfelelő préselési nyomás kiválasztása után az alkalmazott aktiváló oldat moláris koncentrációjának nyomószilárdságra gyakorolt hatását vizsgáltam. Ehhez 6, 8, 10, 12 M-os NaOH oldatokat alkalmaztam.

3. kísérletsorozat:

A pernye optimális finomságának megállapítása érdekében már meghatározott optimális paraméterek (aktiváló oldat tömegarány, préselési nyomás, aktiváló oldat NaOH koncentrációja) mellett próbatesteket készítettem öröletlen, illetve keverőmalomban 1, 3, 5, 7 és 10 percig örölt pernye alapanyag felhasználásával.

4. kísérletsorozat:

4.1.

A kísérlet sorozat során Betol 39T típusú vízüveget adagoltam a pernye és lúg keverékhez, az aktiváló oldathoz képes 0, 25, 50, 75 és 100 m/m%-ban (0; 7,14; 14,29; 21,43; 28,573 g). A szilárd anyag-lúg keverékében 30%-os aktiváló oldat tömegkoncentrációt alkalmaztam. Alapanyagként 3 perces keverőmalmi örleményt és 12 M/l-es NaOH oldatot használtam. Cél, hogy meghatározzam, hogy milyen hatással van a vízüveg adagolás a nyomószilárdságra és testsűrűségre.

Próbatestek testsűrűségeinek meghatározása:

A testek átmérőjének és magasságának ismeretében számítható a térfogatuk a (8) képlet alapján.

$$V = \frac{d^2 \pi}{4} \times h \quad (8)$$

Megmérve a hőkezelés utáni tömeget, kapjuk a testsűrűség értékeket (9).

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (9)$$

4.2.

A 4.1. kísérleti sorozat tapasztalatait felhasználva megismételtem Betol 39T típusú vízüveg hozzáadásával elvégzett kísérleteket, de ebben a sorozatban 40 m/m %-os az aktiváló oldat tömegkoncentrációt alkalmaztam a pernye és lúg keverékében, melynek célja a keverék bedolgozhatóságának javítása. A vízüveg hozzáadása miatt ez a mennyiség még nem akadályozta meg a kompaktálással történő tömörítést, ugyanis a vízüveg tulajdonságaiból adódóan rövid reakcióidő alatt a mintaanyag folyamatosan szilárdult.

A többi paramétert nem változtattam, továbbra is 3 perces keverőmalmi őrleményt és 12 M/l-es NaOH oldatot használtam alapanyagként. Az aktiváló oldathoz képest 0, 25, 50, 75 és 100 m/m%-ban adagoltam a Betol 39 T típusú vízüveget.

5. kísérletsorozat:

Az előző kísérletsorozat eredményeit felhasználva a keverék bedolgozhatóságának javítása érdekében Betol SB típusú vízüveget alkalmaztam.

6. Geopolimer vizsgálati eredmények és kiértékelésük

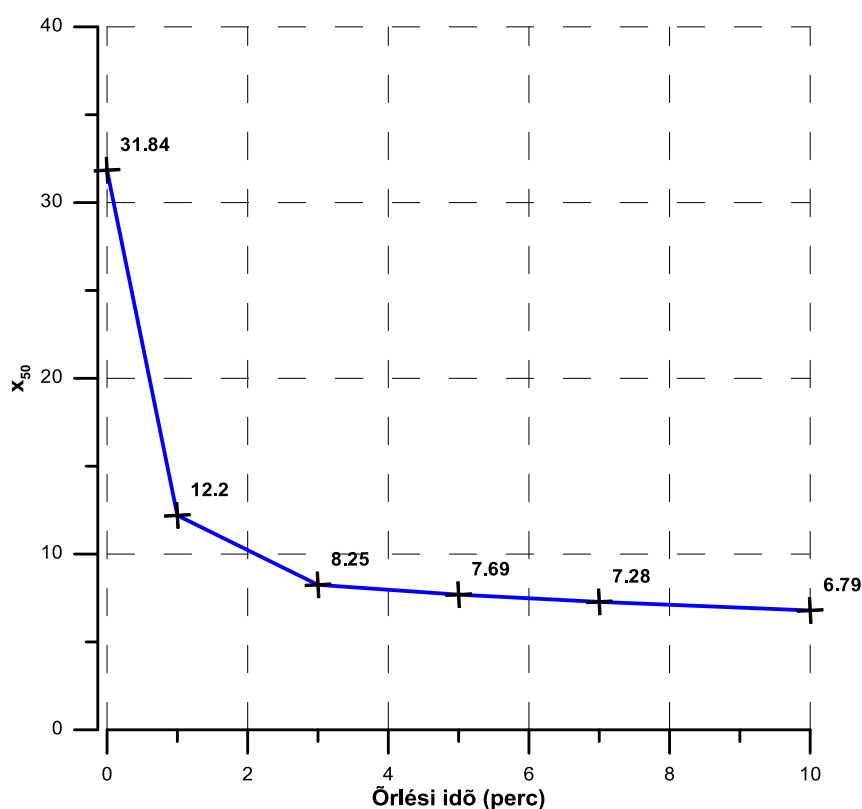
6.1. Pernye mechanikai aktiválása

Az 5. táblázatban az alapanyag jellegzetes szemcseméret értékei és fajlagos felülete látható különböző őrlési idők esetén.

Őrlési idő	SSA (cm ² /g)	x ₅₀ (μm)	x ₈₀ (μm)
0	1529,20	31,84	90,11
1	3194,09	12,2	30,04
3	19797,87	8,25	18,82
5	22160,11	7,69	19,28
7	25332,45	7,28	19,23
10	24930,85	6,79	21,14

5. táblázat: Az alapanyag jellegzetes szemcseméret értékei és fajlagos felülete

Az x₅₀ jellegzetes szemcseméretet ábrázoltam az őrlési idő függvényében (10. ábra).



10. ábra: x₅₀ ábrázolása az őrlési finomság függvényében

Az őrlési idő függvényében vizsgálva az őrlemény finomságát, arra a megállapításra jutottam, hogy az őrlési folyamat kezdetén az anyag jelentősen finomodik (10. ábra). A hosszabb ideig tartó őrlés után azonban a finomság növekedése igen lecsökken,

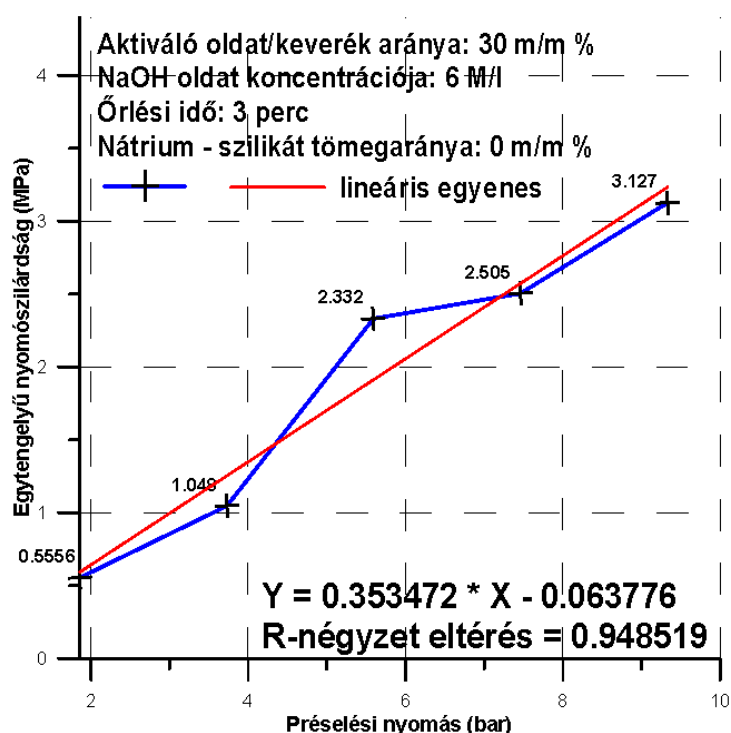
6.1. Optimális aktiváló oldat arányának vizsgálata

Az előzetes kísérletek (0. sorozat) során feladatom volt az aktiváló oldat teljes keverékhez (3 perces keverőmalomban őrlött pernye + NaOH oldat) viszonyított tömegkoncentrációjának optimalizálása a kompaktálással történő tömörítés bedolgozhatóságának vizsgálata érdekében. A kísérletek során 6 M-os NaOH oldatot a pernye-aktiválószer keverék 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50 m/m%-nak megfelelő mennyiségében adtam hozzá. A 20, 25 m/m% esetén a keverék szemmel láthatóan túl száraznak bizonyult, míg 35, 40, 45, illetve 50 m/m%-os koncentrációk nagy nedvességtartalma ellehetetlenítette volna a kompaktálással történő tömörítést. Megállapítottam, hogy a bedolgozhatóság szempontjából kompaktálós kísérletek elvégzéséhez a 30 m/m%-os aktiváló oldat koncentráció az optimális a pernye aktiváló oldat keverékében.

6.2. Préselési nyomás hatásának vizsgálata

A kompaktálást 1,86; 3,73; 5,59; 7,46; 9,33 bar nyomásokon hajtottam végre.

A 11. ábrán a nyomószilárdság változását követhetjük nyomon a préselési nyomás függvényében.



11. ábra: Nyomószilárdság változása a préselési nyomás függvényében

Megállapítható, hogy a kísérlet során a préselési nyomás növelésével az egytengelyű nyomószilárdsága egyenesen arányosan nőtt a geopolimereknek.

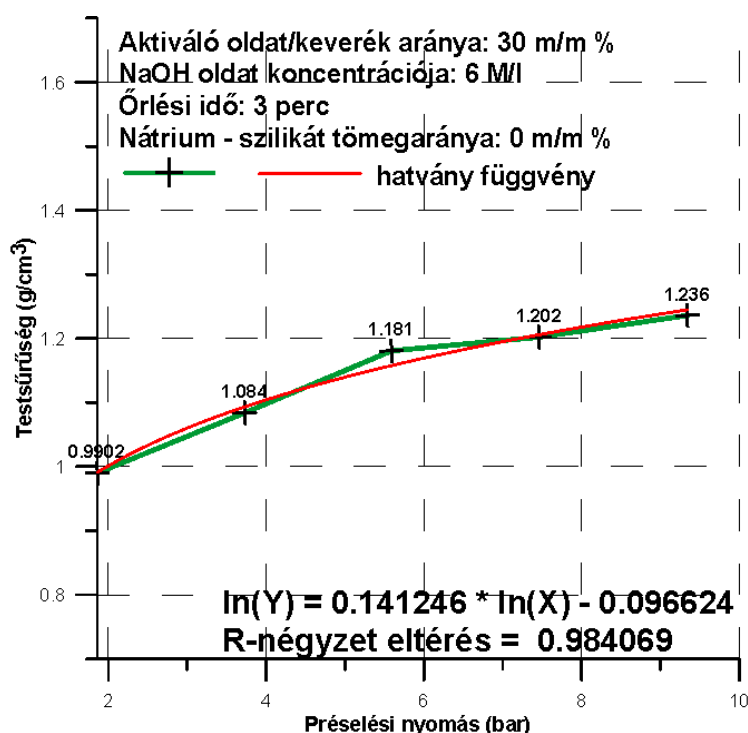
A lineáris egyenes egyenlete:

$$Y = 0,0353472 * X - 0,063776$$

R-négyzet eltérés = 0,948519

Míg 1,867 bar nyomáson végrehajtott tömörítés esetén az egytengelyű nyomószilárdság átlagos értéke csak 0,5556 MPa, addig a legmagasabb nyomószilárdság értéket a 9,33 bar nyomással történő tömörítés esetén értem el, mely átlagosan 3,127 MPa. Ez az érték 5,62-szer nagyobb, mint a kezdeti nyomószilárdság értékékek.

A testsűrűség értékek változását figyelhetjük meg a 18. ábrán. A legtömörebb szerkezetet szintén a 3 perces keverőmalmi őrléssel, és 9,33 bar nyomással értem el (1,236 g/cm³). A 12. ábra egyértelműen azt mutatja, hogy a préselési nyomás hatására nő a próbatestek testsűrűsége, így tömörsége is.



12. ábra: Préselési nyomás a testűrűség függvényében

A testsűrűség növekedését egy hatvány függvény segítségével írhatjuk le.

A függvény egyenlete:

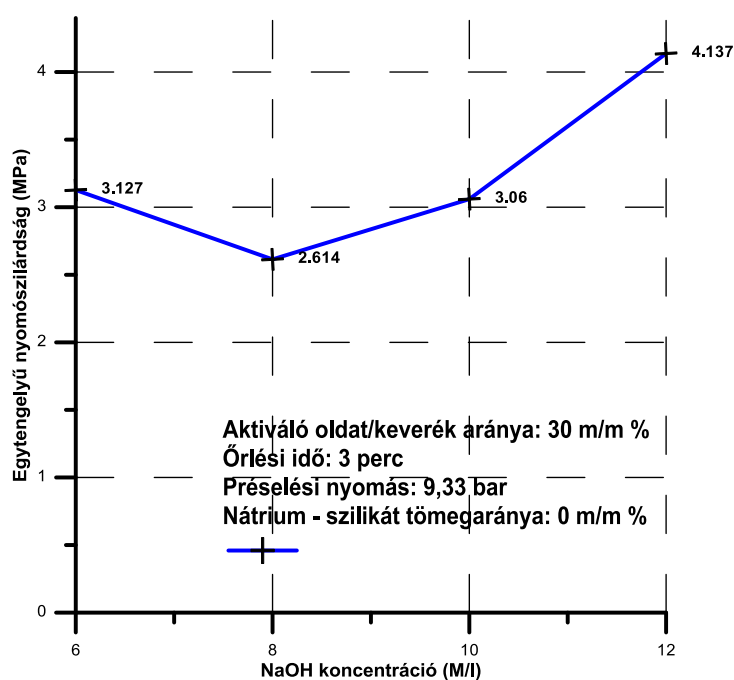
$$\ln(Y) = 0,141246 * \ln(X) - 0,096624$$

R-négyzet eltérés = 0,984069

6.3. NaOH oldat töménység hatásának vizsgálata

A kísérletsorozat során 30 m/m%-os aktiváló oldalt koncentrációt, 3 perces keverőmalmi őrleményt és 4 különböző koncentrációjú NaOH oldatot alkalmaztam a geopolimer mintatestek előállítására. A kísérleteket megelőzően 6, 8, 10, 12 M/l NaOH oldatokat készítettem el.

A 13. ábrán a nyomószilárdság változását követhetjük nyomon a NaOH oldat koncentrációjának függvényében.

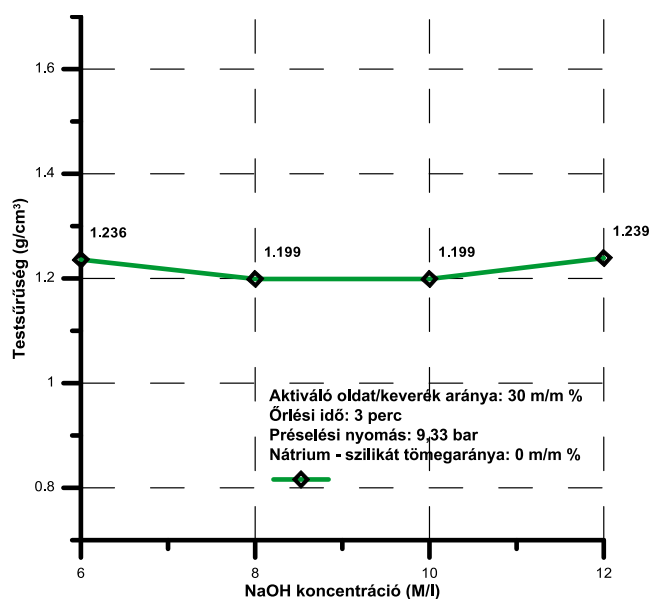


13. ábra: Nyomószilárdság változása a NaOH koncentráció függvényében

Kumar és szerzőtársai szerint a NaOH koncentráció növekedésével a nyomószilárdság értéke egyenesen arányosan növekszik [21].

Az általam elvégzett kísérletsorozat eredményei is összhangban vannak szakirodalommal, bár 8 M-os koncentráció esetén először csökken a nyomószilárdság, de a koncentráció további növelésével a nyomószilárdság értéke is növekszik. A kezdeti szilárdság csökkenés feltehetőleg annak is tulajdonítható, hogy a próbatestek minősége nem volt megfelelő.

A 13. ábra alapján megfigyelhető, hogy a legjobb nyomószilárdság értékeket (4,137 MPa) a 12 M-os NaOH aktiváló oldat koncentráció esetén értem el.



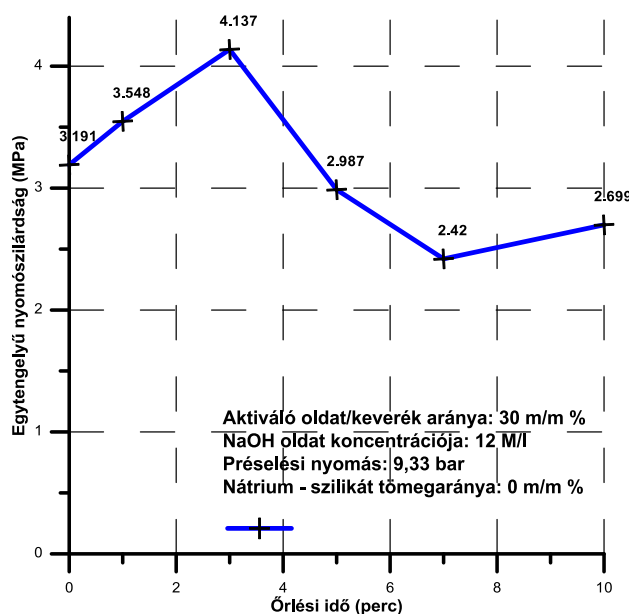
14. ábra: Testsűrűség változása a NaOH koncentráció függvényében

A legnagyobb testsűrűség érték ($1,239 \text{ g/cm}^3$) is a legnagyobb egytengelyű nyomószilárdság értékhez tartozik ($4,137 \text{ MPa}$) (14. ábra).

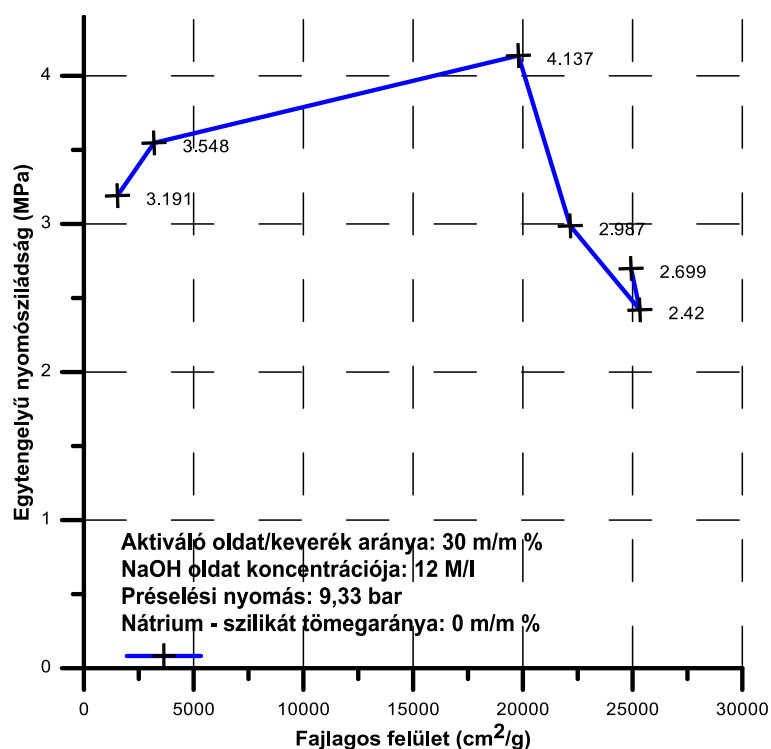
6.4. Pernye őrlési finomság hatásának vizsgálata

0, 1, 3, 5, 7 és 10 perces keverőmalmi őrlmények felhasználásával készítettem a geopolimer próbatesteket, az előzetesen meghatározott $9,33 \text{ bar}$ nyomáson és az optimális $30 \text{ m/m \%}$ -os aktiváló oldat tömegkoncentráció alkalmazása mellett a pernye-aktiválószer keverékében. Az aktiváló oldat 12 M/l -es NaOH oldat volt.

Cél, hogy megállapítsam a pernye alapanyag optimális őrlési finomságát.

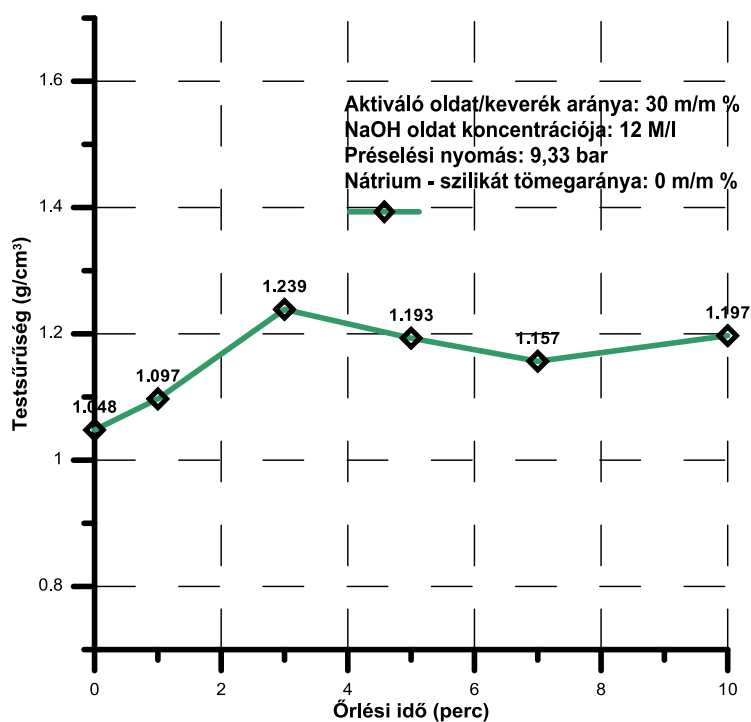


15. ábra: Nyomószilárdság változása az őrlési idő függvényében



16. ábra: Nyomószilárdság változása a fajlagos felület függvényében

A kísérlet sorozat eredményeiből az alábbi következtetések vonhatók le: a nyomószilárdság nem egyenesen arányos az őrlések során elért egyre nagyobb fajlagos felülettel (16. ábra). A legnagyobb nyomószilárdságot a 3 perces keverőmalmi őrléssel értem el (4,137 MPa).



17. ábra: Testsűrűség változása az őrlési finomság függvényében

A 15. ábra jól szemlélteti, hogy a nyomószilárdság kezdetben folyamatosan nő, majd drasztikusan lecsökken a kiindulási érték alá. Ez a negatív változás az alacsony testsűrűséggel magyarázható (17. ábra). A szakirodalomban az őrlési finomság növelésével nem volt példa ekkora mértékű egytengelyű nyomószilárdság csökkenésre.

6.5. Vízüveg – NaOH arány hatásának vizsgálata

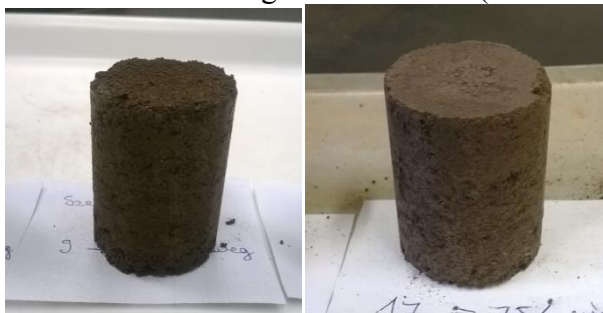
6.5.1. 30 m/m % aktiváló oldat - keverék arány

A laboratóriumi kísérletsorozat során Betol 39T típusú vízüveget adagoltam a pernye és lúg keverékhez. A vízüveg 0, 25, 50, 75 és 100 m/m%-ban vett részt a reakcióban. A mintatestek előállításához 3 perces keverőmalmi őrlményt és 12 M/l-es NaOH oldatot alkalmaztam. A kísérlet célja, hogy megvizsgáljuk milyen hatással van a vízüveg hozzáadása a nyomószilárdságra és testsűrűségre.

Már a laboratóriumi kísérletek közben is megfigyelhető volt a Betol 39T vízüveg kedvezőtlen hatása, ugyanis nagymértékben megnehezítette a keverék bedolgozását. A jelenség oka feltehetően a vízüveg magas viszkozitása.



18. ábra: 100 m/m% vízüveg hozzáadásával (0 m/m% NaOH)



19. ábra: 75 m/m% vízüveg hozzáadásával (25 m/m% NaOH)



20. ábra: 50 m/m% vízűveg hozzáadásával (50 m/m% NaOH)

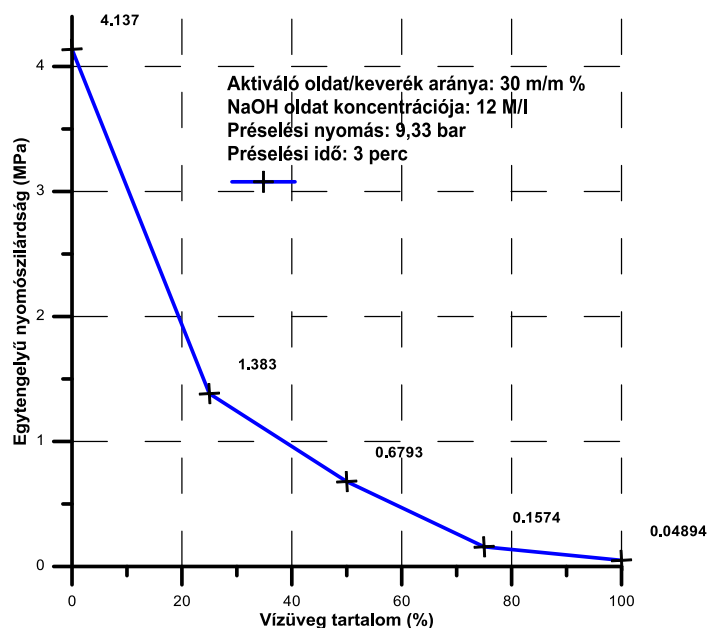


21. ábra: 25 m/m% vízűveg hozzáadásával (75 m/m% NaOH)



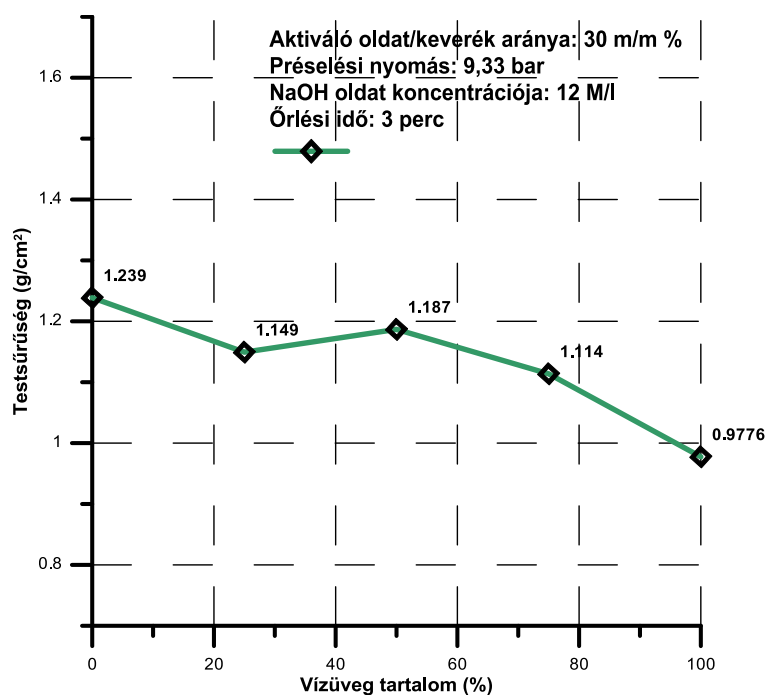
22. ábra: 0 m/m% vízűveg hozzáadásával (100 m/m% NaOH)

A 18-22. ábrákon megfigyelhető, hogy a vízűveg tartalom növekedésével a szemcsék összetapadtak, ezáltal bedolgozhatatlanná vált a keverék.



23. ábra: Nyomószilárdság változása a vízűveg tartalom függvényében

A mérések elvégzése után megállapítottam, hogy a vízűveg a bedolgozhatóságra negatív hatást gyakorolt, ezért rosszabb nyomószilárdság értékeket értem el, mint vízűveg alkalmazása nélkül. Feltételezhetjük, hogy az egyes szemcsék összetapadása miatt nem jött létre kémiai reakció. A 23. és 24. ábra is jól mutatja, hogy a vízűveg tartalom növekedésével a nyomószilárdság és testsűrűség értékek csökkennek. Tehát a vízűveges próbatestek előállítására további kísérleteket igényel.



24. ábra: Testsűrűség alakulása a vízűveg tartalom függvényében

6.5.2. 40 m/m % aktiváló oldat - keverék arány

A laboratóriumi kísérletek során kétféle vízüveggel is elkészítettem a próbatesteket.

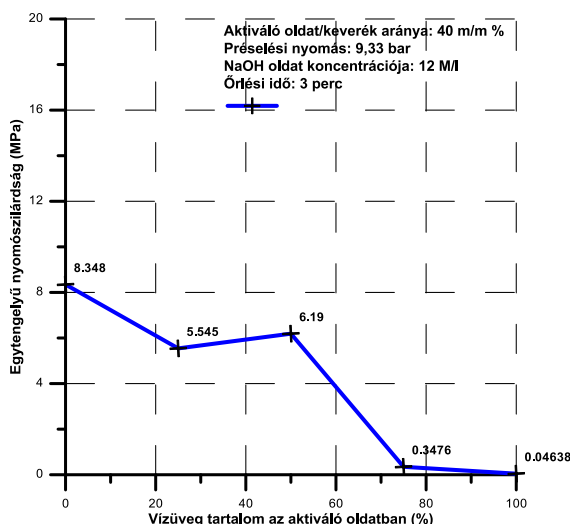
Betol 39T alkalmazása esetén a 26. ábra, Betol SB vízüveg hozzáadása esetén pedig a 27. ábra szerint alakul a nyomószilárdság értéke.



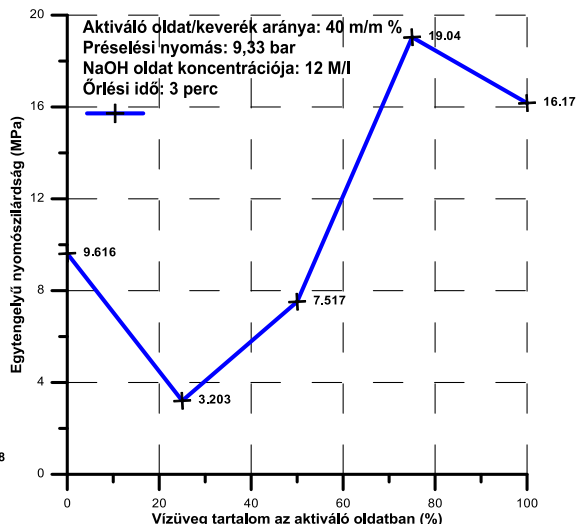
25. ábra: 0, 25, 50, 75 és 100 m/m%-ban Betol SB típusú vízüveg hozzáadása az aktiváló oldathoz (balról-jobbra)

A Betol SB típusú vízüveg kálium tartalmának köszönhetően csökkentette a keverék viszkozitását, ezáltal javította a bedolgozhatóságot (25. ábra).

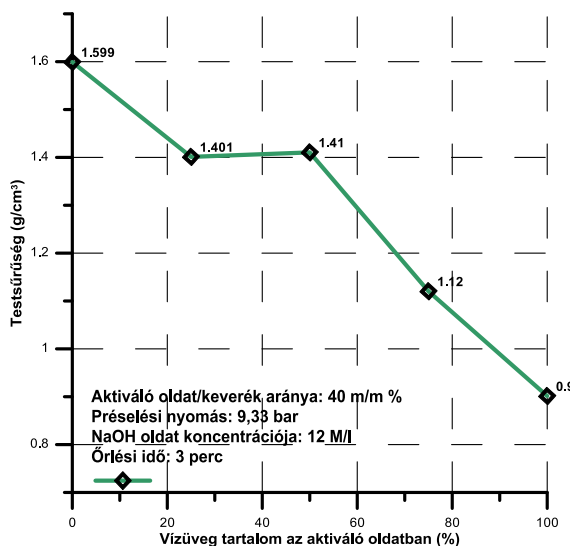
A 26. ábrán is jól látható korábbi eredményekhez hasonlóan itt is folyamatos volt a nyomószilárdság csökkenés a vízüveg adagolásának hatására. Ez alól kivételt csak az 50 m/m %-os vízüveg arány képez, mely esetben a nyomószilárdság kismértékű növekedését figyelhetjük meg a 25 m/m %-os vízüveg (75 m/m % NaOH) aktiváló szerrel készült próbatesthez képest. A testsűrűség értékek is folyamatosan csökkenő tendenciát mutatnak a vízüveg tartalom növekedésével (28. ábra).



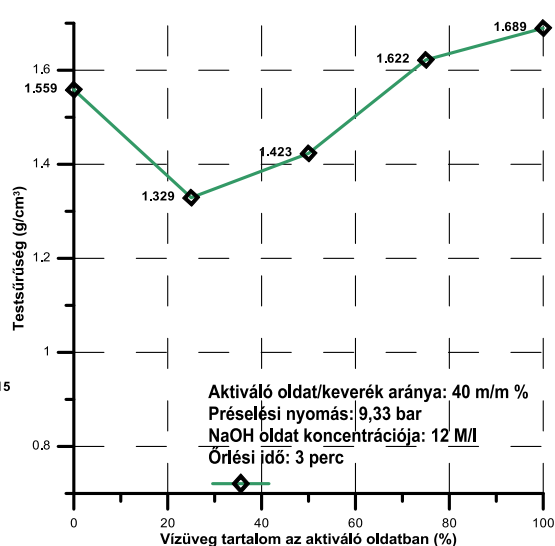
26. ábra: Nyomószilárdság változása vízűveg tartalom függvényében (Betol 39 T)



27. ábra: Nyomószilárdság változása vízűveg tartalom függvényében (Betol SB)



28. ábra: Testsűrűség változása a vízűveg tartalom függvényében (Betol 39 T)



29. ábra: Testsűrűség változása a vízűveg tartalom függvényében (Betol SB)

A Betol SB típusú vízűveg Na mellett kis mértékben K-ot is tartalmaz, ami a korábbi tapasztalatok alapján csökkenti a keverék viszkozitását, ezáltal kedvezően befolyásolja a bedolgozhatóságot. A 27. ábráról is jól kitűnik, hogy ugyan a vízűveg 25 m/m %-ban aktiváló oldathoz történő adagolása nyomószilárdság csökkenést okozott, de tovább növelve a vízűveg koncentrációját nagymértékű nyomószilárdság növekedést tapasztaltam. 75 m/m %-os adagolás hatására 19,04 MPa-ra nőtt a szilárdság, amely eddig maximális értéknek tekinthető a kompaktálással előállított mintatestek tekintetében. Ugyanakkor a legnagyobb testsűrűség értéket (1,689 g/cm³) a 100 m/m %-ban vízűveget tartalmazó aktiváló oldat hozzáadása esetén értem el (29. ábra).

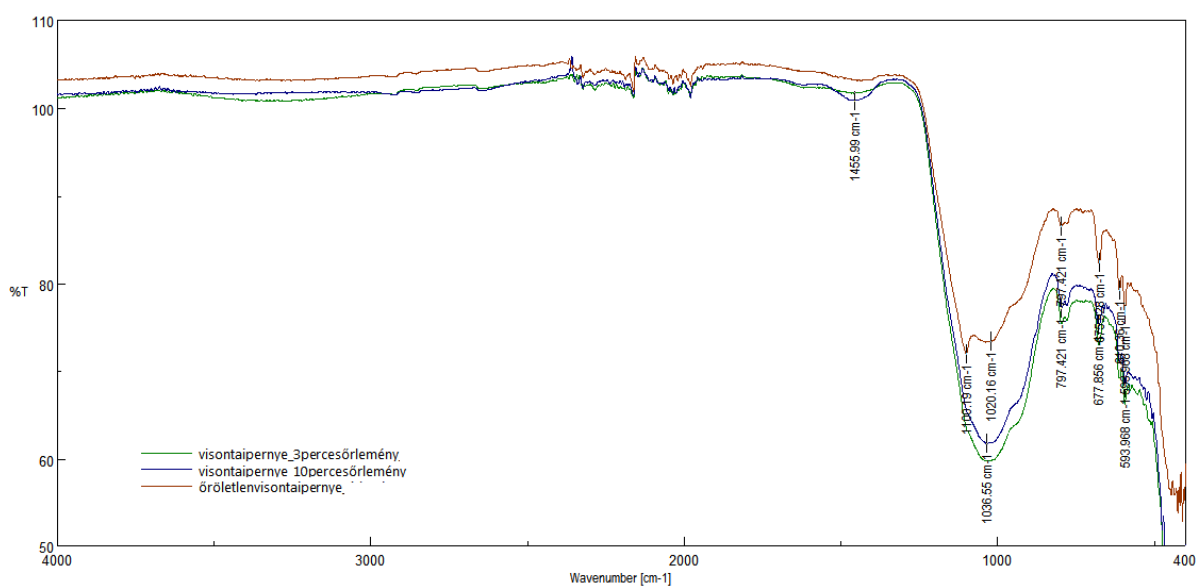
7. Geopolimerek FT-IR mérései

A szerkezeti változások nyomon követésére FT-IR méréseket hajtottunk végre. A vizsgálatokat Molnár Zoltán PhD hallgató végezte el, és értékelte ki.

Az eredményeket adó méréseket egy FT/IR-4200 type A típusú infravörös spektrométerrel végeztük ATR PRO470-H feltétellel. Adott pernyéből/geopolimerből vett minden mintáról legalább két spektrum készült. A spektrumok egyenként 32 mérés összesített eredményei 4 cm^{-1} felbontás mellett. Minden spektrum készítéséhez 3-szor vettünk mintát, amelyeket átlagoltunk.

7.1. Őrletlen és őrlött pernye vizsgálata

A nyers pernye FTIR spektruma (30. ábra) alapján megállapítható, hogy jelentős elnyelés 1100 , 1020 , 797 , 675 , 610 cm^{-1} -nél és 594 cm^{-1} -nél található, ami a T-O-Si (T=Si, vagy Al) kötések aszimmetrikus és szimmetrikus nyújtó vibrációjának köszönhető. Az 1414 cm^{-1} csúcs az O-C-O kötések nyújtó vibrációja, amely a pernyében lévő karbonátokra utal [22].

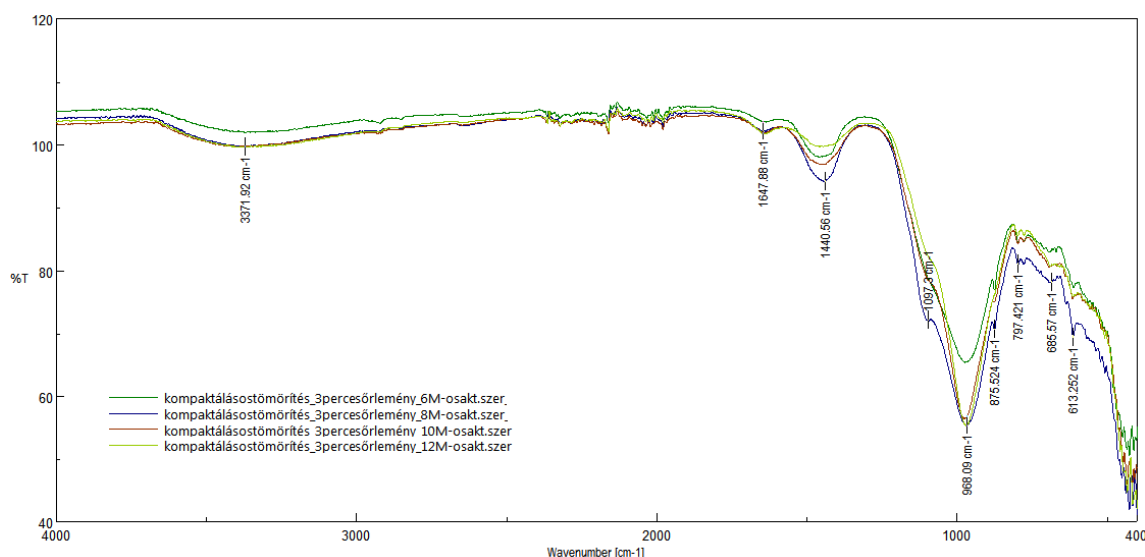


30. ábra Őrletlen és őrlött pernye FT-IR spektrumai [22]

Őrlés hatására szerkezeti változások következtek be. Az 1100 cm^{-1} -es csúcs eltűnt, az őrletlen pernyénél 1020 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs, pedig 1036 cm^{-1} értékhez tolódott, ami azonban szintén a T-O-Si T=Si/Al aszimmetrikus nyújtó vibrációjára utal. A 610 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs eltűnt, a 797 , 676 , és 593 cm^{-1} -hez tartozó csúcsok helyzete változatlan maradt. Az őrlési idő növekedésével egyéb szerkezeti változás nem volt megfigyelhető [22].

7.2. Örölt pernye alapú geopolimerek vizsgálata NaOH aktiváló oldattal

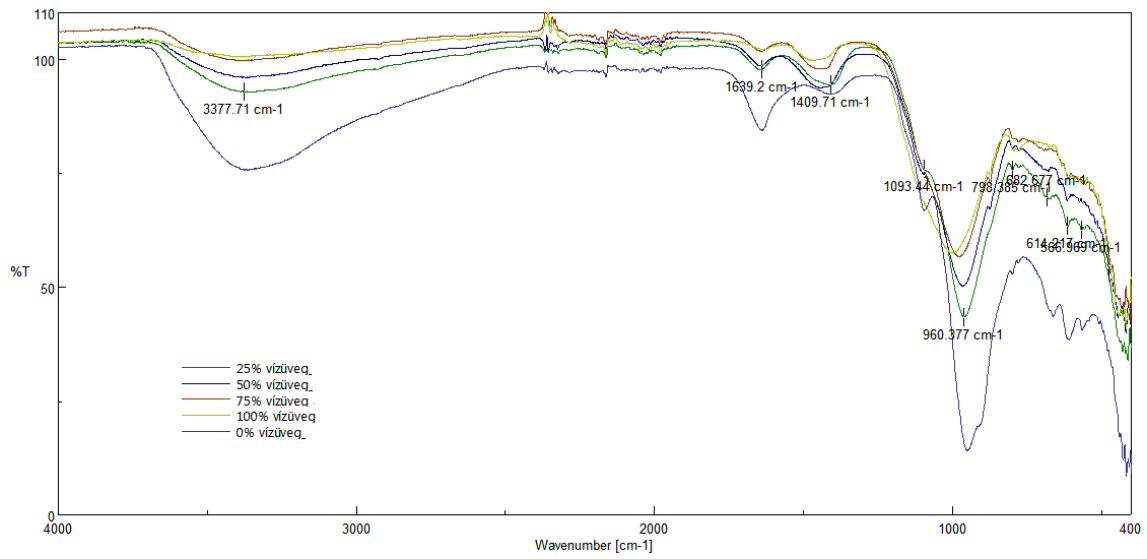
A 31. ábrán látható 3371 cm^{-1} -nél megjelent csúcs az -OH , HOH kötések nyújtó vibrációjára utal, az 1647 cm^{-1} -es csúcs a HOH hajlító vibrációjára. Az 1440 cm^{-1} -hez tartozó csúcs az O-C-O nyújtó vibrációra utal. A nyers pernyénél 1036 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs alacsonyabb értékek felé tolódott (968 cm^{-1}), intenzitása nőtt, illetve kiegészült egy 1097 cm^{-1} -hez tartozó csúccsal, amely legnagyobb intenzitással a 8 M-os aktiváló szerrel készült próbatest esetén jelentkezett. A 875 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs Si-O nyújtó, OH hajlító kötésekre utal (Si-OH), ami a vibrálással készült próbatestek esetén nem jelentkezett. 797 , 685 és 613 cm^{-1} -hez tartozó csúcsok a Si-O-Si és Al-O-Si kötések szimmetrikus nyújtó vibrációjára utal [22].



31. ábra: Kompaktálós tömörítéssel, különböző moláris koncentrációjú aktiváló oldattal készült geopolimer próbatestek FT-IR spektrumai [22]

7.3. Örölt pernye alapú geopolimerek vizsgálata NaOH-vízűveg aktiváló oldattal

A 32. ábrán megfigyelhető, hogy a vízűveg nélkül készült geopolimer esetén 1440 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs 1409 cm^{-1} -hez tolódott, 100% vízűveg adagolás esetén 1466 cm^{-1} -hez. A 875 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs vízűveg adagolása esetén eltűnt, míg 567 cm^{-1} -nél (Si-O-Si és Al-O-Si szimmetrikus nyújtó vibráció) új csúcs jelent meg. 25, 50 és 75 m/m %-os vízűveg adagolás esetén nem jelentős a különbség a spektrumok között. A 100 %-os vízűveggel készült próbatestek esetén számos csúcs eltűnt (682 , 566 cm^{-1}), illetve a helyzete megváltozott (1409 , 1466 cm^{-1} -hez, 1093 , 1004 cm^{-1} -hez, a 798 cm^{-1} , 778 cm^{-1} -hez) [22].



32. ábra: Kompaktálással, vízűveg hozzáadásával készült geopolimerek FT-IR spektrumai
[22]

8. Konklúziók

A laboratóriumi vizsgálatok eredményei alapján az alábbi megállapításokat teszem.

- A kutatások alapján megállapítható, hogy a Visontai erőműből származó pernye, összetételének köszönhetően alkalmas geopolimer előállítására.
- Az előkísérletek elvégzése után kijelenthető, hogy a kompaktálós kísérletek végrehajtásához optimális a 30 m/m%-os aktiváló oldat koncentráció a pernye aktiváló oldat keverékében.
- A 6 M-os NaOH aktiváló oldat koncentrációjának 12 M-osra növelésével 1,3-szoros nyomószilárdság növekedést értem el, mely összhangban van Kumar és szerzőtársai véleményével, miszerint a NaOH koncentráció növelésével növekszik az egytengelyű nyomószilárdság.
- A mechanikai aktiválás során a legnagyobb fajlagos felületet ($s_{sa}=25332,45 \text{ cm}^2/\text{g}$) a 7 perces keverőmalmi őrlmény esetén kaptam.
- A pernye mechanikai aktiválása által, az őrlményekből készített geopolimer próbatestek nagyobb nyomószilárdságot mutattak (4,13 MPa), mint a mechanikailag nem aktivált (nyers) pernyéből készültek (3,1 MPa).
- Az őrlési idő növekedése a testsűrűség növekedését idézi elő, amihez tömörebb szerkezetet társul, így nagyobb lesz az egytengelyű nyomószilárdság is.
- A préselési nyomás növelése pozitív hatással bír a nyomószilárdságra, ugyanis a kezdeti 1,86 bar-on történő kompaktálás esetén a nyomószilárdság 0,55 MPa, míg 9,33 bar-on történő tömörítés esetén 6-szoros nyomószilárdság növekedést tapasztaltam (3,13 MPa).
- A nagy viszkozitású Betol 39T típusú vízüveg nyomószilárdság csökkenést eredményezett, feltehetőleg a szemcsék gyors összetapadása miatt nem ment végbe a kémiai reakció. Az aktiváló oldat 40 m/m %-ra való emelésével a bedolgozhatóság javult, de a nyomószilárdság értékek ebben az esetben is csökkenést mutatnak a vízüveg aktiváló szerben lévő tömegkoncentrációjának növekedésével.
- Kálium tartalmú (Betol SB típusú) vízüveg aktiváló oldathoz adagolása a keverék bedolgozhatóságát nagymértékben javította. 75 m/m %-os Betol SB típusú vízüveg és 25 m/m %-os 12 M/l-es NaOH oldat adagolás hatására 19,04 MPa-ra nőtt a nyomószilárdság, amely eddig maximális értéknek tekinthető a kompaktálással előállított mintatestek tekintetében. A geopolimer testsűrűsége $1,62 \text{ g/cm}^3$ -re adódott ebben az esetben.

- A pernye FTIR spektrumainak csúcsai a SiO_4 és AlO_4 tetraéderek, ill. O-C-O kötések jelenlétére utalnak. Az öröletlen és örölt pernye FT-IR spektrumán különbségek voltak megfigyelhetők, így megállapítható, hogy őrlés hatására szerkezeti változás történt a pernye alapanyagban. A különböző finomságú pernyék csúcsai azonban azonos helyen jelentkeztek.
- A geopolimerizációs reakció következtében több új csúcs jelent meg (amely az $-\text{OH}$, HOH kötések jelenlétére utal), ill. tolódott kisebb értékek felé intenzitásuk jelentősen növekedett, több helye változatlan maradt. Ez szerkezeti átrendeződésre és amorf aluminoszilikát gél képződésére utal. Az 1091 cm^{-1} hullámszámhoz tartozó csúcs intenzitás növekedése összefüggésben állhat a csökkenő nyomószilárdsággal és a megváltozott moláris arányok hatására kialakult szilárdság szempontjából kedvezőtlenebb szerkezettel. A kompaktálással készült próbatestek FT-IR spektrumai hasonlóak a vibrálással készütekéhez, azonban számos csúcs máshol jelentkezett, eltolódott, ami szerkezeti különbségre utal.
- A vízüveg adagolásának hatására a csak NaOH oldattal aktivált geopolimerekhez képest más szerkezetű geopolimer térháló jött létre. A vízüveg nélkül készült geopolimer esetén 1440 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs 1409 cm^{-1} -hez tolódott, 100% vízüveg adagolás esetén 1466 cm^{-1} -hez. A 875 cm^{-1} -nél jelentkező csúcs vízüveg adagolása esetén eltűnt, míg 567 cm^{-1} -nél (Si-O-Si és Al-O-Si szimmetrikus nyújtó vibráció) új csúcs jelent meg.
- A préselési nyomás növelésének pozitív hatása miatt jövőbeli tervek között szerepel a még nagyobb nyomáson történő kompaktálás.
- Kutatómunkám végső célja olyan kötőanyag létrehozása, ami magába foglalja a veszélyes anyagokat, immobilizálva azokat.

9. Összegzés

A világszerte nagy mennyiségben keletkező erőművi melléktermékek problémájának egy lehetséges megoldásával, a geopolimer előállításával foglalkoztam. Szakirodalmi kutatásaim során megismerkedtem e melléktermékek keletkezésével, összetételükkel, valamint a tárolásuk által okozott problémákkal és hátrányaikkal.

Az ipari másodnyersanyagok alkalmazása hazánkban kevésbé elterjedt, mint a fejlettebb európai országokban. Azonban ezen anyagokban nagy lehetőség van, hiszen ásványos és egyéb összetevőik rendkívül kedvezőek. Továbbá a felhasználásukhoz szükséges technológiák nagy része is már rendelkezésünkre áll.

Vizsgálódásaim során középpontba helyeztem a pernyét, mint geopolimer alapanyagot, ami hatékony megoldást jelenthet mind környezetvédelmi, mind pedig gazdasági szempontból.

Kísérleti munkámat az alap és adalékanyagok előkészítésével és mechanikai aktivációjával kezdtem, ezáltal felhasználhatóvá téve őket a gyártási folyamathoz. A próbatestek előállítása előtt meghatározásra került az alapanyag nedvességtartalma, sűrűsége, szemcseméret eloszlása, fajlagos felülete, és oxidos összetétele.

Az előzetes kísérletek során meghatároztam az optimális lúg koncentrációt a szilárd rész - aktiváló oldat keverékében, mely alkalmas kompaktálásos tömörítéssel geopolimerek előállítására.

A szisztematikus kísérletsorozatban különböző őrlési finomságú pernye és alkalikus aktiválószer megfelelő arányú keverékét talajminta konszolidáló berendezéssel tömörítettem, 24 órát szobahőmérsékleten pihentettem, majd 90°C-on hőkezelttem. Az így elkészült geopolimerek tömegét, átmérőjét és magasságát mérve kiszámoltam azok testsűrűségét. Végül a próbatestek szilárdságának meghatározása céljából egytengelyű nyomószilárdság mérésre került sor. A geopolimerben végbemenő szerkezeti változások nyomon követésére FT-IR méréseket hajtottunk végre.

Az eredményeket táblázatba foglaltam, majd elvégeztem azok kiértékelését, továbbá következtetéseket állapítottam meg.

10. Felhasznált szakirodalom

- [1] J. Temuuji, W. Rickard, A. Riessen: Characterisation of various coal combustion products from mongolian thermal power stations and their application for preparation of geopolymers and zeolitic compounds, XXVI. International Mineral Processing Congress (IMPC) 2012 Proceedings / New Delhi, India / 24 - 28 September 2012
- [2] B. Haidekker: Hamu és pernye, mint másodnyersanyag. BME OMIKK, Hulladékok 2004/2.
- [3] http://www.meszinfo.hu/view_post.php?RID=25
- [4] Molnár Zoltán: Geopolimer előállítása másodnyersanyagokból (Szakdolgozat), Miskolci Egyetem, 2010
- [5] Prof. Dr. Csőke Barnabás, Dr. Mucsi Gábor: Erőműi pernyék és szénbányászati meddők hasznosítási lehetőségei, 2011. november. 18.
- [6] Juhász, A Z, Opoczky, L, 2003. Mechanokémia és agglomeráció, Építőanyag, 55-3, Szilikátipari Tudományos Egyesület, Budapest
- [7] D. Hardjito and B. V. Rangan: Development And Properties Of Low-Calcium Fly Ash-Based Geopolymer Concrete, Australia, 2005
- [8] Davidovits, J., 1988b. Geopolymer chemistry and properties. In: Davidovits, J., Orlinski, J. (Eds.), Proceedings of the 1st International Conference on Geopolymer '88, vol. 1, Compiègne, France, 1–3 June, pp. 25–48.
- [9] Dr. Mucsi G., Dr. Csőke B., Erős Gy. (2011): Erőműi pernyehasznosítás kutatási tapasztalatai: Hidraulikus kötőanyag és geopolimer előállítása. Bányászati és Kohászati Lapok- Bányászat 144. évf. 3. szám
- [10] Dr. Mucsi Gábor, Prof. Dr. Csőke Barnabás, Molnár Zoltán: Alkáli aktivált pernyealapú kötőanyag vizsgálata
- [11] Grasalkovits Szandra: Geopolimer kötőanyag előállítását célzó alapkísérletek (Szakdolgozat), Miskolci Egyetem, 2011
- [12] Faragó Ákos: Biomassza és széntüzelésű erőműi pernye alapú geopolimerek vizsgálata (Szakdolgozat), Miskolci Egyetem, 2011
- [13] Kertész Márk: Pernye őrlési körülményeinek hatása a geopolimer szilárdságára (TDK dolgozat), 2012
- [14] Barta Péter: Geopolimer előállításának optimalása (TDK dolgozat), 2012
- [15] Pankucsi Dávid: Pernye alapú mikrokötőanyag előállításának kísérleti vizsgálata (Szakdolgozat), Miskolci Egyetem, 2012

- [16] Dr. Molnárné Hamvas Livia: Kémiai alapismeretek és számítások. Egyetemi jegyzet, Sopron, 1996
- [17] Dr. Csőke Barnabás – Dr. Bóhm József – Dr. Shultz György – Dr. Tompos Endre: Ásványelőkészítési mérések és laboratóriumi gyakorlatok. Tankönyvkiadó Budapest 1984
- [18] Barta Péter: Geopolimer optimalásának előállítása (TDK dolgozat), Miskolci Egyetem, 2012
- [19] Molnár Zoltán: Keverőmalmi őrlés optimalása (Diplomamunka), Miskolc, 2011
- [20] Gálos Miklós – Vásárhelyi Balázs: Kőzettestek osztályozása az építőmérnöki gyakorlatban, Budapest, 2006
- [21] S. Kumar*, R. Kumar, T. C. Alex, A. Bandopadhyay and S. P. Mehrotra: Influence of reactivity of fly ash on geopolymerisation, 2007
- [22] Dr. Mucsi Gábor, Rácz Ádám, Molnár Zoltán: K modul: Maradványanyag hasznosítás, befoglalás, Miskolc, 2013

11. Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni Dr. Mucsi Gábor egyetemi docens segítségét, hogy felkeltette érdeklődésemet a TDK dolgozat témája iránt és a kísérletekhez szükséges instrukcióval látott el. Szeretném továbbá megköszönni Molnár Zoltán PhD hallgató a türelmét és kitartását, amivel felügyelte a TDK dolgozatom létrejöttét.

Köszönettel tartozom továbbá, Dr. Debreczeni Ákos egyetemi docensnek, Csuhánics Balázsnak, és Kertész Márknak a szilárdsági vizsgálatok vonatkozásában.

Szeretném megköszönni a Környezetgazdálkodási Intézet dolgozójának, Kántor Tamásnak a segítségét a talajminta konszolidáló berendezés megismerésében.

Szeretném továbbá megköszönni Nyersanyagelőkészítési és Környezeti Eljárástechnikai Intézet valamennyi alkalmazottjának a türelmét és segítségét, amit laboratóriumi kísérleteim során tanúsítottak.

A TDK dolgozat a „Nemzetközi együttműködésben megvalósuló alap kutatás a kritikus nyersanyagok hazai gazdaságfejlesztő potenciáljának kiaknázására” TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0005 CriticEl projekt támogatásával jött létre.