

# Vliv mletí úletového popílku na průběh alkalické aktivace

## INFLUENCE OF GRINDING OF FLY-ASH ON ALKALI ACTIVATION PROCESS

Rostislav Šulc<sup>1</sup>

### Abstract

This paper describes influence of grinding of fly - ash from heat plant Opatovice on alkali activation process. It shows that the structure of fly - ash binder is very porous. Characteristics of fly - ash binder are to a great extent defined this very porous structure. Fly - ash grains has character of spheres that are hollow. How photos from SEM proved, at alkaline activation there is an erosion of these spheres, but also there stay a lot of fly - ash grains activated only on surface of spheres.

With grinding and milling of Opatovice fly - ash, has to reach to smash these spheres thereby to increasing of reactivity these fly - ash spherical grains. Another effect of grinding is reduction of porosity of alkali activated fly - ash. Results of these experiments are presented in this article.

### Keywords/Schlüsselwörter

POPbeton<sup>®</sup>  
Fly - Ash  
Alkali activator  
Geopolymeric mortar  
Grinding Fly - Ash  
Alkali activation

## 1 Úvod

Výzkum využití úletových popílků z velkých topenišť (zejména elektráren) probíhá ve spolupráci Katedry technologie staveb ČVUT FSv v Praze a Ústavem skla a keramiky VŠCHT v Praze od roku 2003. Navazuje na výzkum alkalicky aktivních materiálů, který již několik let probíhal v Ústavu skla a keramiky. Cílem této spolupráce je aplikace získaných výsledků výzkumu do praktického užití ve stavební praxi. Na základě alkalické aktivace úletového popílku byl vytvořen nový materiál, ve kterém jako pojivo funguje aktivovaný úletový popílek.

Byla vyrobena zkušební tělesa pro různé způsoby přípravy. Vzorky byly připraveny jak pomocí temperování (80°C po dobu 24 hod., tak netemperované tvrdnutí při 20°C). V obou případech se potvrdil výrazný vliv doby mletí na zejména na počáteční pevnosti kaší. Naopak díky degradaci vzorku četnými trhlinami byl trend růstu pevností v čase negativní. To ukazuje na probíhající aktivaci reakci, při které dochází pozvolně k fyzikálním poruchám v důsledku pravděpodobně chemického smrštění.

Tento trend je částečně možno regulovat v reálných betonových směsích. Ověření vlivu smrštění na reálných výrobcích a větších tělesech je součástí dalšího bádání.

Ukázalo se, že mletí je vhodný způsob úpravy popílku zejména v urychlení vývinu počátečních pevností a snížení porozity v popílkové hmotě.

## 2 PŘÍPRAVA VORKŮ

Pro porovnávací zkoušky byl použit popílek z teplárny v Opatovicích, který je používám v programu POPbetonu jako standardní pojivo. Z obrazové analýzy SEM vyplynula skutečnost, že popílkové části zůstávají jen částečně aktivovány a to zejména v povrchové vrstvě popílkového zrna. Současně byla známa porozita popílkového pojiva, která odpovídala hodnotám kolem 20-25%.

Z těchto důvodů byla vyslovena hypotéza, podle které je třeba zvětšit reaktivní povrch popílkových částic a zároveň odstranit dutiny uvnitř zrn popílkových částic. Chemické složení popílku Opatovice odpovídá tab.1. Prvková analýza byla provedena přístrojem ARL 9400 – XRF spectrometer, na VŠCHT v Praze.

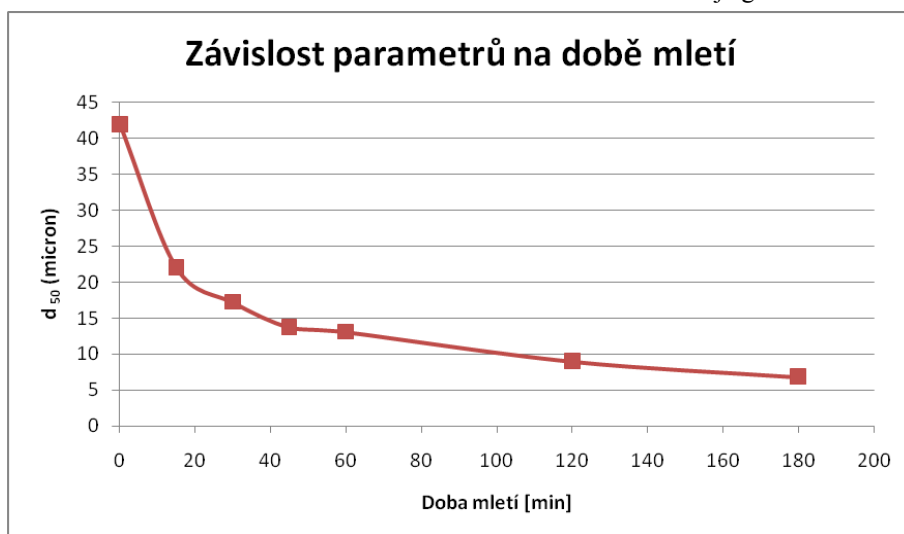
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	MgO	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	ostatní
52,85%	31,84%	0,36%	7,34%	2,12%	1,69%	1,14%	1,51%	0,41%	0,21%	0,53%

**Tab. 1** Složení popílku Opatovice

<sup>1</sup> Rostislav Šulc, Ing., ČVUT v Praze, Fakulta stavební, Katedra technologie staveb, Thákurova 7, 166 29, Praha 6, [rostislav.sulc@fsv.cvut.cz](mailto:rostislav.sulc@fsv.cvut.cz)

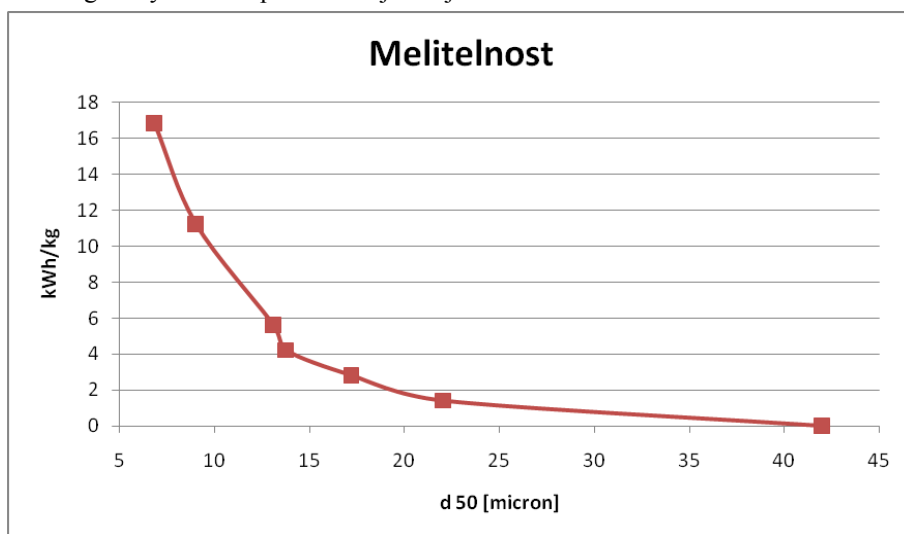
## 2.1 Příprava popílku mletím

Tento popílek byl zkušebně mlet na kulovém bubnovém mlýnu typu Los Angeles ve Výzkumném ústavu maltovím v Radotíně. Bylo připraveno 6 různých vzorků, každý byl mletý různě dlouhou dobu. Doby mletí odpovídaly 15, 30, 45, 61, 120 a 180 minutám mletí. Závislost velikosti středního zrna na době mletí ukazuje graf č.1.



*Graf 1* Závislost velikosti středního zrna popílku na době mletí

V grafu č.2 je znázorněna pracnost na umletí 1 kg popílku v závislosti na výkonu stroje. Ukazuje se, že melitelnost je výrazně obtížná a energeticky náročná pro částice jemnější než cca. 13 micronů.



*Graf 2* Melitelnost popílku Opatovice

## 2.2 Příprava geopolymerních kaší

Z takto upravených popílků byly připraveny popílkové kaše. Složení popílkových kaší zůstávalo konstatní, parametry alkalického aktivátoru a popílkových kaší jsou zachyceny v tab. 2.

		SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O/Na <sub>2</sub> O
20°C	alkali activator	-	0,868	4,052
	AAFA paste	1,962	0,142	3,957
80°C 24 hod	alkali activator	-	0,868	3,298
	AAFA paste	1,962	0,142	3,221

*Tab. 2* Složení popílkových kaší

Pro přípravu vorků za studena byl použit roztok aktivátorů o nižší koncentraci a to zejména s ohledem na zpracovatelnost směsi. Aktivovaný popílek byl zpracován vibrací po dobu 2 min ve formách trámečků 40x40x160 mm.

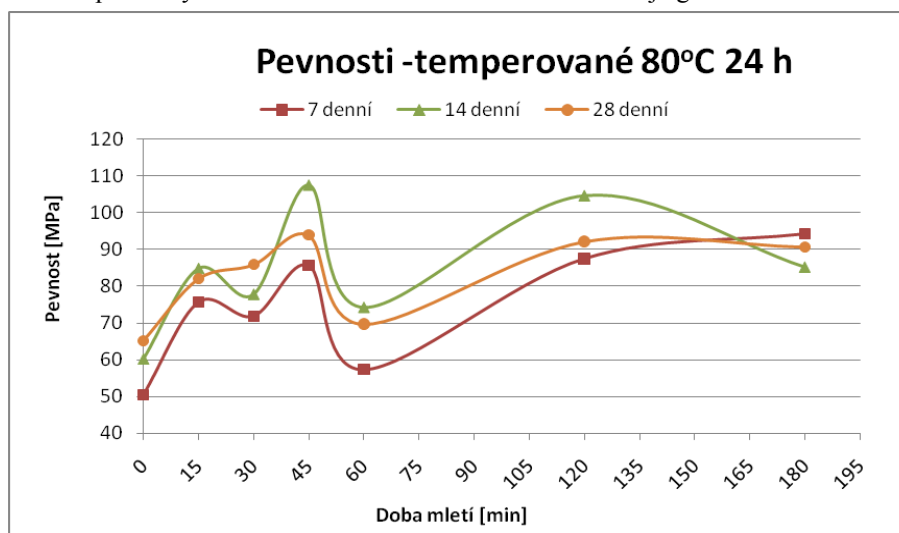
Vzorky připravené pomocí temperování byly poté uloženy do sušárny a při teplotě 80°C ponechány takto po dobu 24 hodin. Vzorky připravené „za studena“ byly ponechány ve formě po dobu 7 dní při teplotě 20°C.

### 3 VÝSLEDKY MĚŘENÍ PEVNOSTÍ KAŠÍ

Na vzorcích popílkových kaší byla měřena tlaková pevnost a doplňkově pevnost v tahu za ohybu. V případě temperovaných vzorků bylo měření prováděno po 7, 14 a 28 dnech. Takto připravené vzorky mají po skončení temperování cca. 80% hodnotu konečné pevnosti, po 28 dnech mají již hodnoty pevnosti konstatní. Vzorky připravené „za studena“ byly zkoušeny po 14, 28 a 90 dnech. Takto připravené vzorky mají po 28 dnech cca. 60% pevnost. Po 90 dnech dosahuje pevnost konstantních hodnot a dá se tak hovořit o pevnosti konečné.

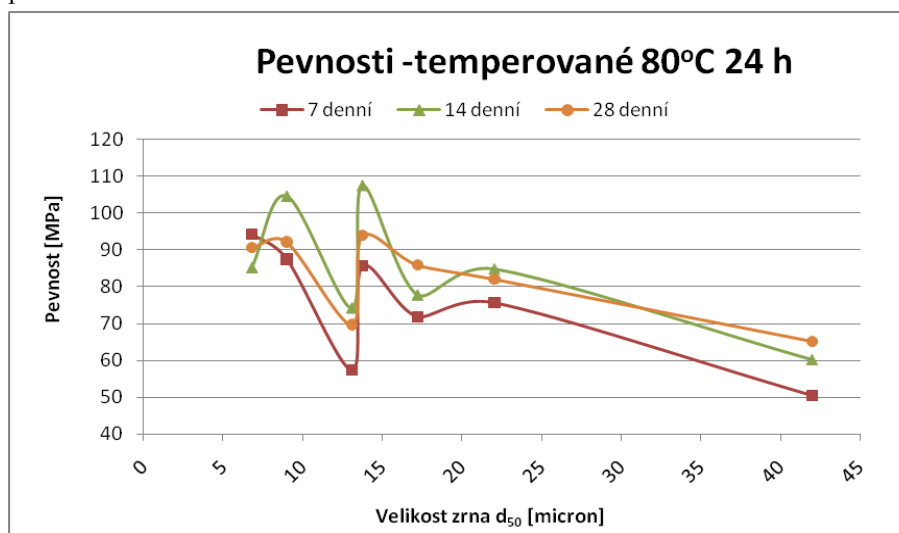
#### 3.1 Vzorky připravené pomocí temperování

Vývoj pevnosti u temperovaných vzorků v závislosti na době mletí ukazuje graf č.3.



Graf 3 Pevnosti v závislosti na době mletí temp. vzorků

Detailnější pohled na vývoj pevností dává graf č. 4, kde je znázorněna závislost pevností na velikosti středního zrna použitého popílku.



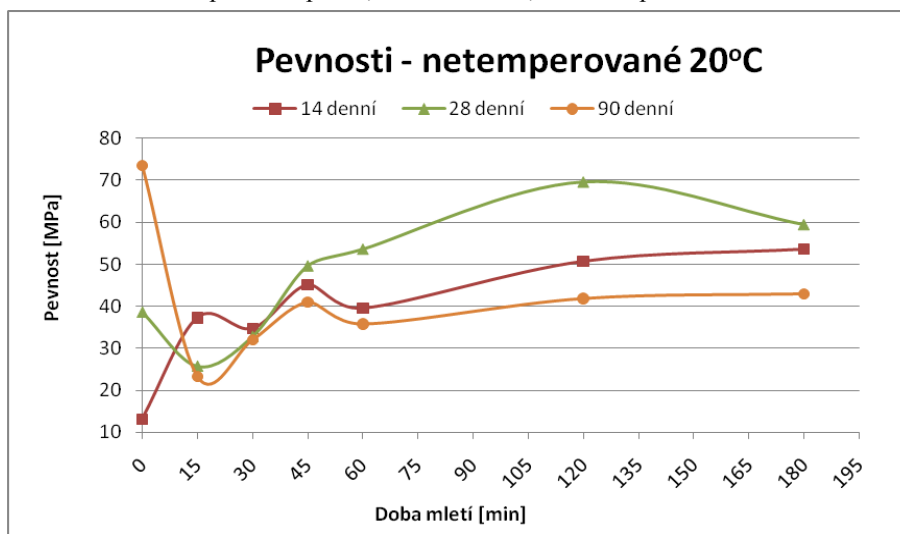
Graf 4 Pevnosti v závislosti na velikosti středního zrna popílku u temp. vzorků

Jako optimální se ukázala směs s popílkem o velikosti středního zrna 13,75 micronů. Zároveň tak byla tato varianta vyhodnocena jako optimální z hlediska melitelnosti a nákladů na přípravu většího množství popílku.

Dosažené pevnosti překročily mez 100 MPa. V důsledku strukturálních změn na tělesech však došlo k jejich popraskání a to se projevilo na pevnostech měřených až po 28 dnech. Tyto strukturální změny byly pravděpodobně způsobeny pokračující aktivační reakcí, která probíhala i po skončení temperování.

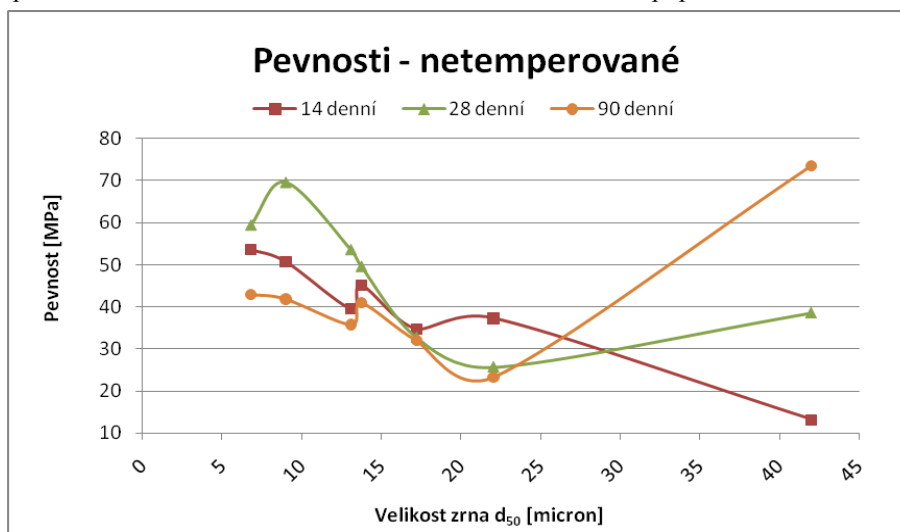
### 3.2 Vzorky připravené „za studena“

Pro vývoj pevností vzorků připravených „za studena“ je typický pomalý náběh pevností. Zvýšením reaktivity popílku (zvětšením povrchu rozdrčených zrn) mělo být dosaženo rychlejšího průběhu reakce tím rychlejší náběh počátečních pevností. Samotný nijak neupravený popílek z lokality Opatovice nabývá pevností nejdříve po 14 dnech. Proto byla pozornost soustředěna na pevnosti po 14, 28 a 90 dnech, které lze považovat za konečné.



**Graf 5** Pevnosti v závislosti na době mletí netemp. vzorků

V grafu 6 je opět znázorněna závislost na velikosti středního zrna daného popílku.



**Graf 6** Pevnosti v závislosti na velikosti středního zrna popílku u netemp. vzorků

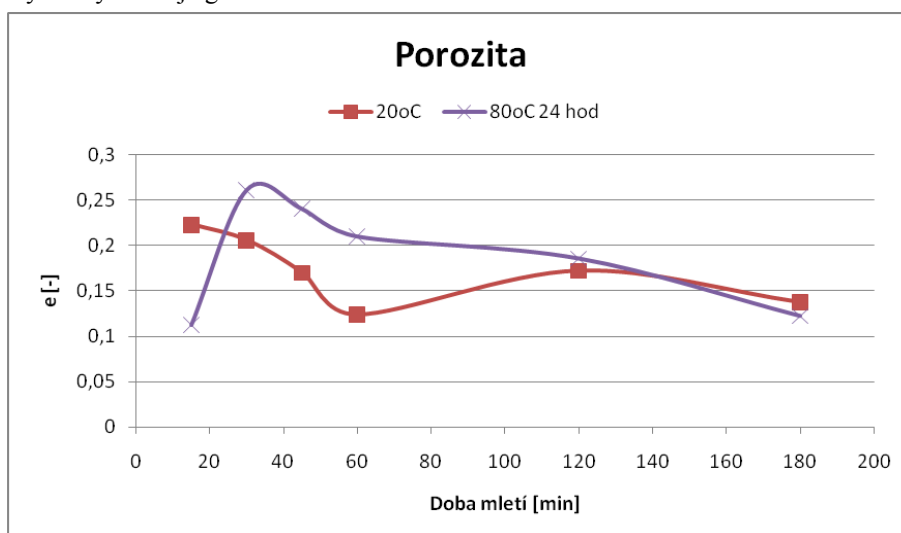
Opět se projevila pokles v konečných pevnostech, způsobený popraskáním od smrštění tělesa. Viz. Obr.1. Z hlediska zvýšení počátečních pevností bylo dosaženo uspokojivých výsledků. Jako optimální se opět projevila popílek s velikostí středního zrna 13,75 micronů. Nejvyšší konečné pevnosti dosáhl netemperovaný vzorek a sice 74 MPa po 90 dnech. Dá se očekávat, že konečné pevnosti mletých vzorků by byly vyšší pokud by nedošlo k jejich porušení trhlinami.



**Obr. 1** Trhliny na netemp. Vzorku po 90 dnech

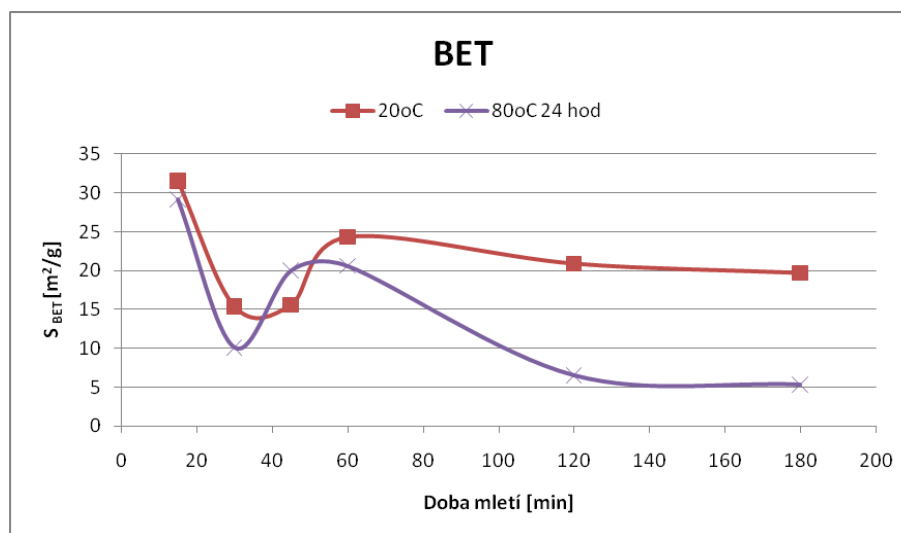
#### 4 VÝSLEDKY MĚŘENÍ POROSITY

Na zbytcích vzorků byla měřena porosita pomocí Hg a He. Výsledky ukazují na částečné snížení porosity vzorků připravených pomocí mletých popílků. Relativně nižší porosity bylo dosaženo u popílků připravených bez temperování (tzv. za studena). Výsledky ukazuje graf č. 7.



**Graf 7** Porosita v závislosti na době mletí

Bylo dosaženo snížení porosity vzorků až o 10% a to zejména u vzorků netemperovaných. Konečná porosita měla hodnotu 12%. Nejvýhodnější z tohoto hlediska byl popílek mletý po dobu 60 min., avšak jeho pevnostní charakteristiky patřily k nejhorším v celém souboru.



**Graf 8** Velikost povrchů vzorku

Z hlediska velikosti povrchů volných pórů byl výsledek výraznější u vzorků mletých po dobu 2 a více hodin a to zejména u temperovaných vzorků. To částečně koresponduje s výsledky měření porosity.

## 5 ZÁVĚR

Vzhledem ke zjištěným skutečnostem se mletí popílku ukazuje jako vhodná alternativa k popílku nemletému. Je třeba prověřit možnosti přidání takto upraveného popílku k popílku nemletému ve formě příměsi. Dále je třeba prověřit možnosti takto připraveného popílku jako pojiva v reálných betonových směsích. Na základě těchto výsledků bude možné vyslovit závěry o vhodnosti či nevhodnosti těchto postupů.

Zvláštní pozornost bude třeba věnovat dotvarování betonových těles s jakýmkoliv obsahem mletého popílku.

## 6 PODĚKOVÁNÍ

Tento příspěvek vznikl v rámci grantu GAČR 103/08/1639 „Mikrostruktura anorganických alumosilikátových polymerů“.

Na řešení tohoto úkolu v dalších fázích spolupracují:

František Škvára, Lenka Myšková, Lucie Alberovská, VŠCHT v Praze, Ústav skla a keramiky.

Pavel Svoboda, Josef Doležal, Rost'a Šulc, Tomáš Strnad, Jaroslav Jeništa, Pavel Houser, ČVUT v Praze, Fakulta stavební, Katedra technologie staveb.

Zdeněk Bittnar, Vít Šmilauer, Jiří Němeček, Lubomír Kopecký, Tomáš Koudelka, ČVUT v Praze, Fakulta stavební, Katedra mechaniky.

Miroslav Vokáč, ČVUT Praha Kloknerův ústav.

## Literatura

- [1] Hardjito, D.- Regan, B. V. *Development and Properties of Low-Calcium Fly-Ash Based Geopolymer Concrete.*, Research report GCI, Australia, Perth: Curtin University of Technology, 2005, 103 s.
- [2] Svoboda, P.- Šulc, R.- Doležal, J.- Škvára, F.- Dvořáček, K.- Lucuk, M. *Beton bez cementu s názvem POPbeton*, X. Konference – Ekologie a nové stavební hmoty a výrobky, Telč: VUSTAH, 2006, 121 s.

## Recenzoval

Josef Doležal, ČVUT v Praze, Fakulta stavební, Katedra technologie staveb, Thákurova 7, 166 29, Praha 6, (+420)724530279, [betonconsult@volny.cz](mailto:betonconsult@volny.cz)