



## Savien lämpökäsittely

23.02.2021

Åbo Akademi/epäorgaaninen kemia  
Jan-Erik Eriksson, Thomas Kronberg

## Yleistä

- Savien termisen käsittely – 2 eri linjaa
  - uusiokevytsora ja savisora
- Valitut materiaalit
  - 2 pintasavea, Espoo 1 (E1), Espoo 2 (E2)
  - Lihavampi savi, Espoo 3 (E3)
  - Topinpuiston 3m savi (T)
  - Espoo 3/pohjakuona sekoitus
  - Leca 3 (referenssisavi kevytsoraan (L3))
- Perusominaisuudet
  - Vesipitoisuus, tilavuuspaino, hehkutushäviö



## Savien terminen käsittely

### 1. Paisutus (kevytsora):

- Esikuivatus (110°C) ...muotoilu
- Lisäkuivatus (350°C)...15min
- Paisutus (1150°C, 1180°C & 1210°C)...5min
- Lisäaineistus...öljyt
- Ominaisuustestit



### 2. Lämpökäsittely (savisora):

- Esikuivatus (110°C) ...pelletit
- Kuumennus (300, 500, 700 ja 900°C)...10min
- Ominaisuustestit



3

## Savien soveltuvuus kevytsoraksi

- SEM (elektronimikroskooppi) → oksidipitoisuudet
- Riley's plot (kolmiodiagrammi) → paisumispotentialiaali
- HSM (kuumennusmikroskooppi) → sintraantuminen, paisuminen, sulaminen
- CHNS (alkuaineanalyysi) → mahdolliset päästöt
- Uunitestit → paisuuko käytännössä

4

## Savien ominaisuudet

- Oksidipitoisuus

	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>
Espoo 1	2,86	3,50	1,72	2,44	17,77	61,08	9,31	1,17	0,15
Espoo 2	2,77	3,50	2,25	2,41	16,75	61,95	9,21	1,15	0,00
Espoo 3	3,99	3,65	2,08	2,80	16,39	62,76	7,44	0,85	0,00
Topinpuisto	3,22	4,03	1,45	2,93	16,76	62,22	8,35	1,05	0,00
Leca 3	3,61	3,83	2,03	4,47	19,19	54,32	11,33	1,21	0,00

- Märkätiheys
- Vesipitoisuus
- Hehkutushäviö

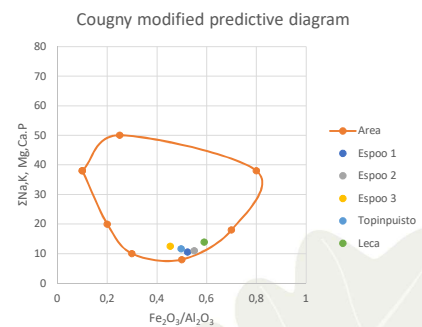
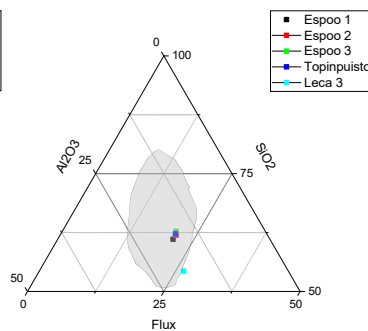
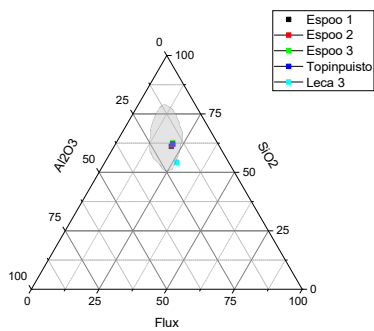
	Märkätiheys g/l	Vesipitoisuus %	Vesipitoisuus Vesi / kuiva %	Hehkutushäviö (800°C) %
Espoo 1	1762	28,2	39,2	8,5
Espoo 2	1777	29,4	41,7	6,2
Espoo 3	1679	35,7	55,6	2,5
Topinpuisto	1597	40,6	68,4	3,1
Leca 3	-	-	-	5,8

5

## Savien soveltuvuus kevytsoraksi (Riley's plot)

- SEM alkuaeineanalyysi
- Oksideista mahdollinen paisuvuus

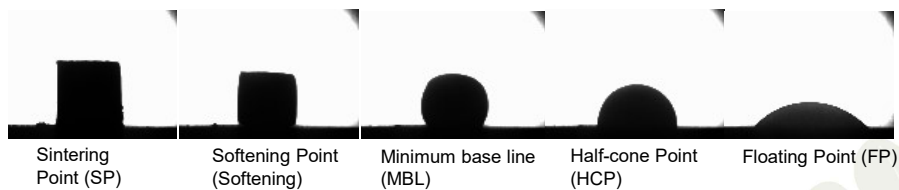
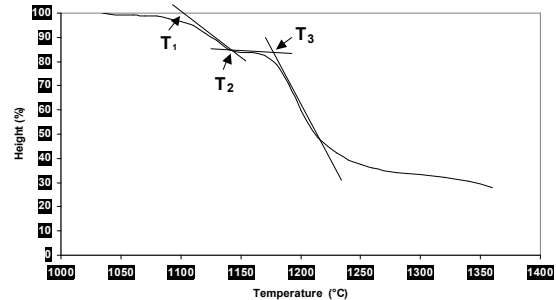
	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>
Espoo 1	2,86	3,50	1,72	2,44	17,77	61,08	9,31	1,17	0,15
Espoo 2	2,77	3,50	2,25	2,41	16,75	61,95	9,21	1,15	0,00
Espoo 3	3,99	3,65	2,08	2,80	16,39	62,76	7,44	0,85	0,00
Topinpuisto	3,22	4,03	1,45	2,93	16,76	62,22	8,35	1,05	0,00
Leca 3	3,61	3,83	2,03	4,47	19,19	54,32	11,33	1,21	0,00



6

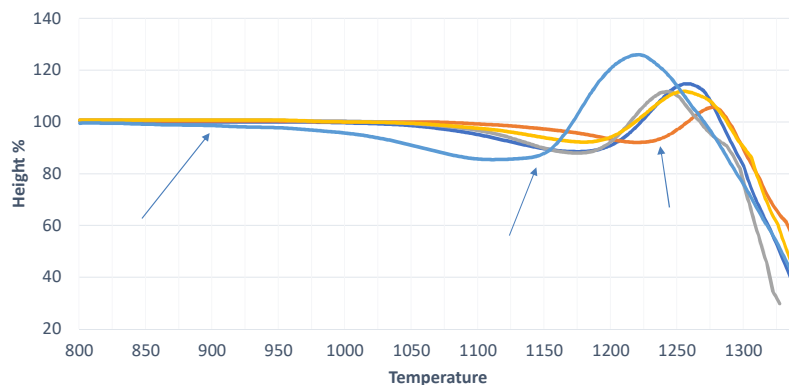
## Sulamiskäyttäytyminen (Kuumennusmikroskooppi, HSM)

- Kuivattu näyte -> 3x2 mm sylinteri
- Kuumennetaan 25°–1400°C, 10 °C/min
- Kuvataan silhuettia, josta saadaan näytteen muodot ja sintraantumiskäyrä
- Sintraantumisen alku (T1) ja loppu (T2), paisuminen, sulaminen (T3)
- 5 tunnusomaista näytteen muotoa



7

## Sintraantumis/paisumiskäyrä (HSM)



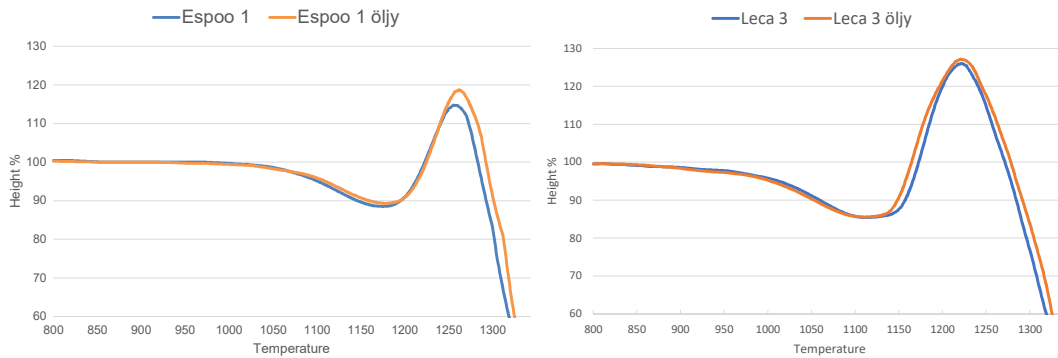
— Espoo 1 — Espoo 2 — Espoo 3 — Topinpuisto — Leca 3

	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>
Espoo 1	2,86	3,50	1,72	2,44	17,77	61,08	9,31	1,17	0,15
Espoo 2	2,77	3,50	2,25	2,41	16,75	61,95	9,21	1,15	0,00
Espoo 3	3,99	3,65	2,08	2,80	16,39	62,76	7,44	0,85	0,00
Topinpuisto	3,22	4,03	1,45	2,93	16,76	62,22	8,35	1,05	0,00
Leca 3	3,61	3,83	2,03	4,47	19,19	54,32	11,33	1,21	0,00

8

## Sintraantumis/paisumiskäyrä (HSM)

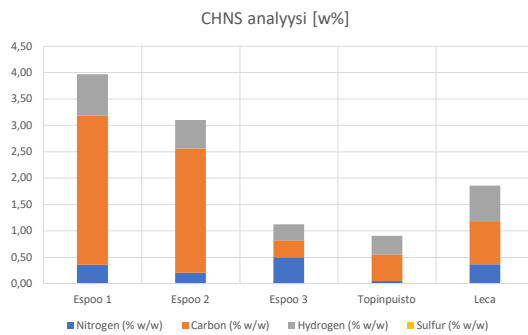
Öljyn lisäys 0,5 %



9

## Savien ominaisuudet

- CHNS Analyysi
  - hiili, vety, typpi ja rikki



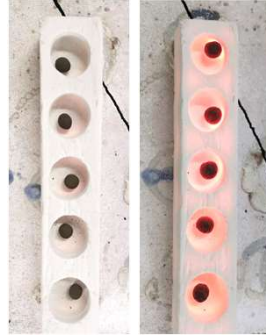
Näyte	Typpi [w%]	Hiili [w%]	Vety [w%]	Rikki [w%]
Espoo 1	0,36	2,83	0,78	0,00
Espoo 2	0,20	2,35	0,54	0,00
Espoo 3	0,50	0,32	0,30	0,00
Topinpuisto	0,05	0,50	0,36	0,00
Leca	0,36	0,82	0,67	0,00

10

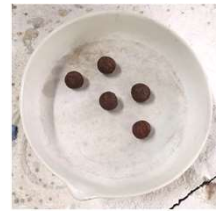
## Paisuntatestit uunissa



Käytetyt uunit



Näytteenpidin



Leca

ÅA



11

## Paisuntatestit uunissa

Espoo 1

Espoo 1 öljy

Espoo 2

Espoo 2 öljy

Topinpuisto

Topinpuisto öljy

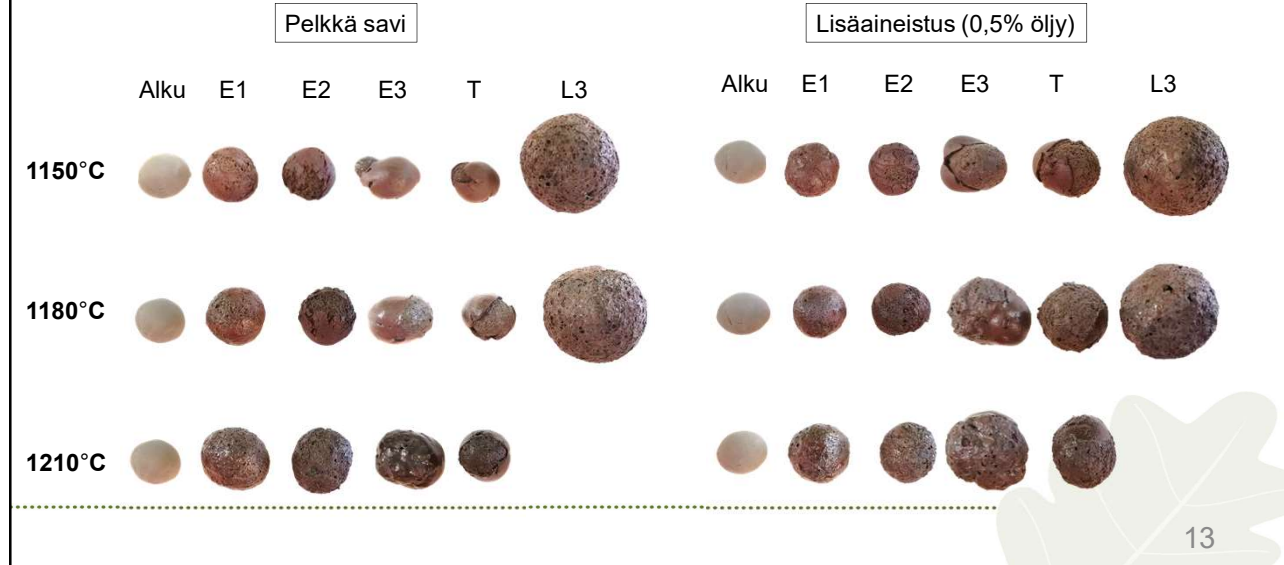
1150 °C

1180 °C



12

## Paisuntatestit uunissa



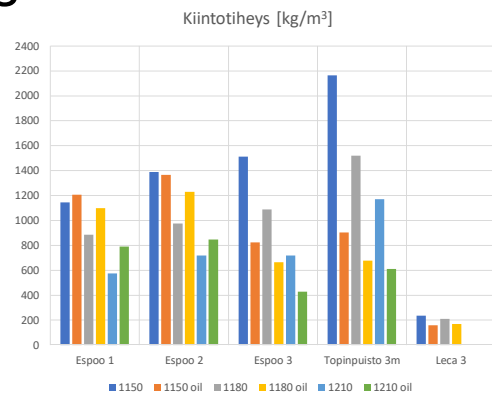
## Tiheys

	100 °C	1150 °C		1180 °C		1210 °C	
			öljy		öljy		öljy
Espoo 1	2100	1145	1205	885	1098	573	789
Espoo 2		1388	1364	975	1228	718	845
Espoo 3		1510	824	1086	664	718	426
Topinpuisto		2163	902	1520	676	1170	610
Leca 3		235	157	209	168		



(Leca tuotanto <math>< 350 \text{ kg/m}^3 \pm 15\%</math>)

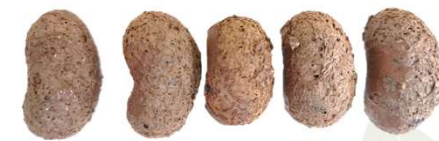
Korkeampi paisutuslämpötila → pienempi tiheys (vrt HSM)  
 Öljyn lisäys auttaa Espoo 3 ja Topinpuisto (myös pienin  
 hehkutushäviö = orgaaninen aines)



## Paisuntatestit - Esilämmityksen vaikutus



Espoo 1, 1150 °C					
350 °C	5 min	15 min	30 min	60 min	120 min
Tiheys [kg/m <sup>3</sup> ]	1813	1084	760	558	560

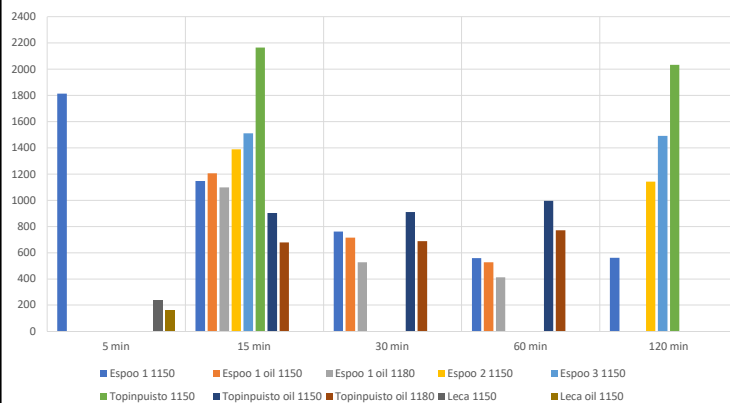


Espoo 1		
350°C n.60 min	1150°C	1180°C
Tiheys [kg/m <sup>3</sup> ]	668	424

15

## Esilämmityksen vaikutus

Savien esialtistus 350°C

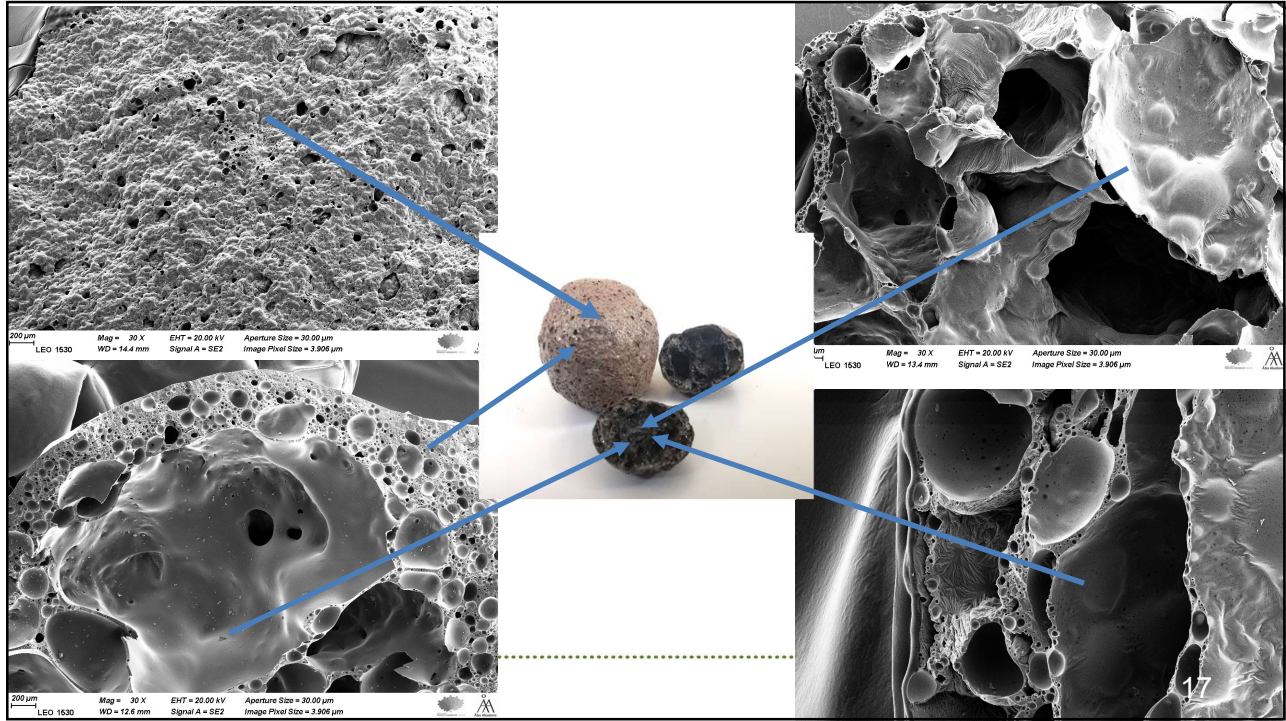


		5 min	15 min	30 min	60 min	120 min
Espoo 1	1150	1813	1145	760	558	560
Espoo 1 oil	1150		1205	714	525	
Espoo 1 oil	1180		1098	525	410	
Espoo 2	1150		1388			1140
Espoo 3	1150		1510			1490
Topinpuisto	1150		2163			2033
Topinpuisto oil	1150		902	909	994	
Topinpuisto oil	1180		676	687	770	

Esilämmityksellä suuri vaikutus Espoo 1 saveen  
Muille saville ei juurikaan vaikutusta

16





# “SAVISORA”

## Savien soveltuvuus “savioraksi”

- SEM (elektronimikroskooppi) → koostumus, haitta-aineet?
- HSM (kuumennusmikroskooppi) → sintraantuminen, sulaminen
- TGA (termogravimetrinen analyysi) → saven dehydroksylaatio
- Uunitestit (300°C – 900°C) → mikä riittävä lämpötila? aika?
- CHNS (alkuaineanalyysi) → kaasut, mahdolliset päästöt

19

## Saven lämpökäsittely - Saviorsa



20

## Saven lämpökäsittely - Savisora

300°C



Espoo 1

500°C



700°C



900°C



Espoo 2



Altistusaika uunissa 10min

21

## Saven lämpökäsittely – Savisora

300°C



E1 E2 E3 T

500°C



E1 E2 E3 T

700°C



E1 E2 E3 T

900°C



E1 E2 E3 T



Altistusaika uunissa 10min

22

## Savisora ominaisuudet

- Tiheys (kuiva)
  - massa/tilavuus

	100°C	300°C	500°C	700°C	900°C	
Espoo 1	2070	1950	1870	1850	1850	kg/m <sup>3</sup>
Espoo 2	~2000	~2000	~2000	~2000	~2000	kg/m <sup>3</sup>
Espoo 3	~2000	~2000	~2000	~2000	~2000	kg/m <sup>3</sup>
Topinpuisto 3m	~2000	~2000	~2000	~2000	~2000	kg/m <sup>3</sup>

- Puristuslujuus
  - pelletti Ø10 mm,  
pituus 20 mm

	100°C	300°C	500°C	700°C	900°C	
Espoo 1	9,1	10,6	10,9	16,5	17,1	MPa
Espoo 2	5,9	6,1	7,4	9,6	8,0	MPa
Espoo 3	8,4	6,3	13,2	15,4	16,3	MPa
Topinpuisto 3m	11,2	11,5	10,5	18,9	20,0	MPa

23

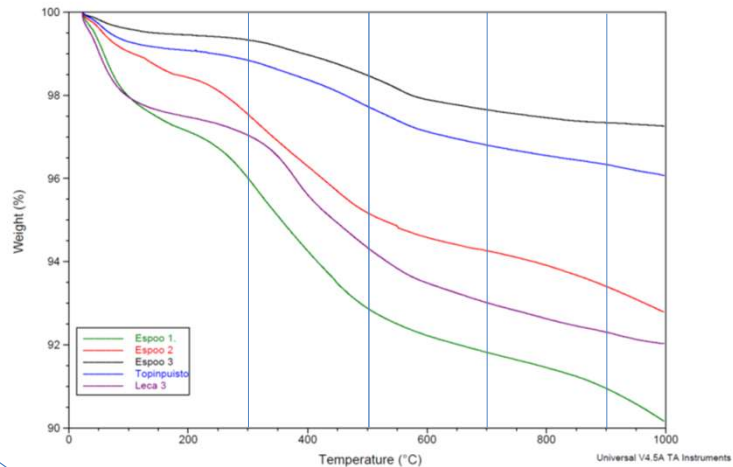
## Savisora kuiva- vs. märkälujuus

	100°C	300°C	500°C	700°C	900°C	
Espoo 1 kuiva	9,1	10,6	10,9	16,5	17,1	MPa
Espoo 1 märkä	0	1,4	7,2	10,9	19,7	MPa
Espoo 2 kuiva	5,9	6,1	7,4	9,6	8,0	MPa
Espoo 2 märkä	0	0,8	3,0	5,8	5,4	MPa
Espoo 3 kuiva	8,4	6,3	13,2	15,4	16,3	MPa
Espoo 3 Märkä	0	0	4,1	6,8	14,3	MPa
Topinpuisto 3m kuiva	11,2	11,5	10,5	18,9	20,0	MPa
Topinpuisto 3m märkä	0	0,4	2,8	6,9	7,1	MPa

24

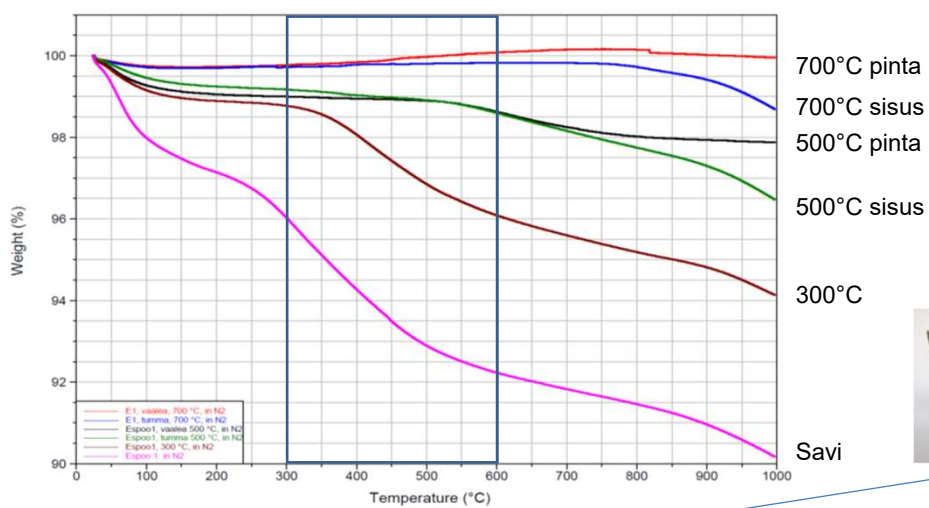
## Termogravimetrinen analyysi (TGA)

- 300°C – 600°C kiinnostava alue
  - Orgaanisen materiaalin ja kidevesien poistuminen
  - "Savimaisuuden" häviäminen



25

## TGA Savisora, Espoo 1, käsitellyt pelletit



700°C pinta

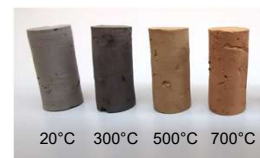
700°C sisus

500°C pinta

500°C sisus

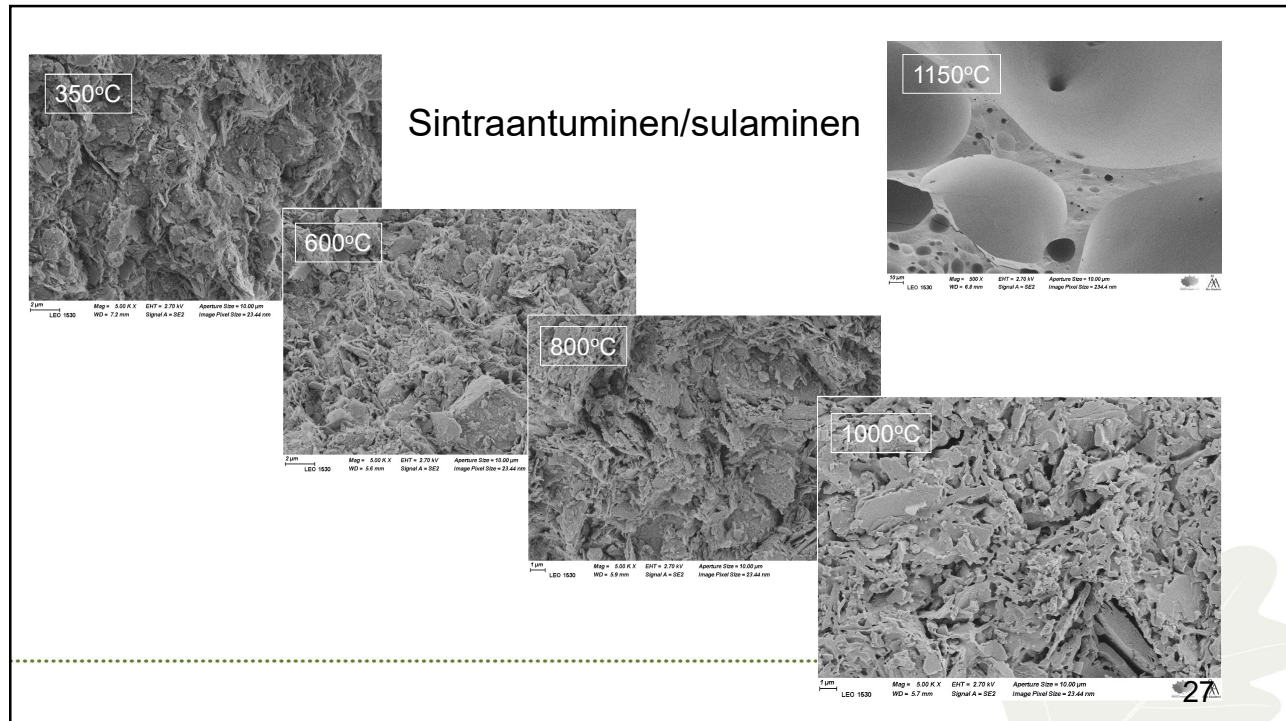
300°C

Savi



26





## SAVI + POHJAKUONA SEKOITUS

## Pohjakuonan lisäys

- 1 kg Espoo 3 + 500 g jätteenpolton pohjakuonaa

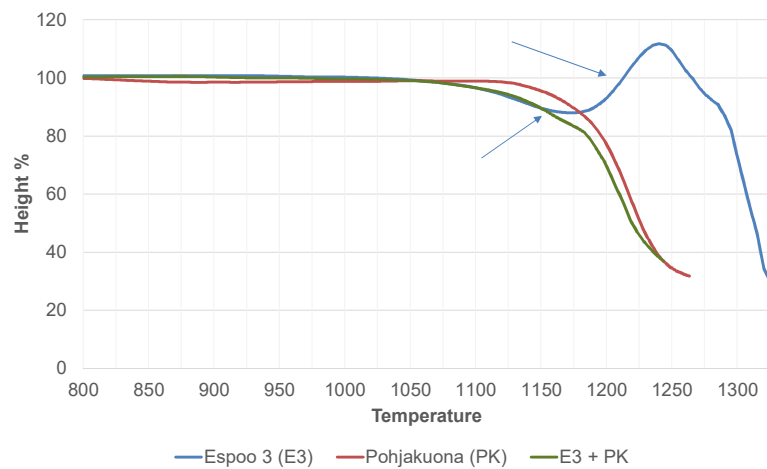
	Märkätiheys g/l	Vesipitoisuus %	Vesipitoisuus Vesi / kuiva %	Hekutushäviö (800°C) %
Espoo 3	1679	35,7	55,6	2,5
Pohjakuona		24,8	33,0	7,3
E3 PK mix	1722	32,6	48,4	4,4

- Suhde lähellä maksimimäärää

	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	Cl	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	FLUX
Espoo 3	3,99	3,65	2,08	2,80	16,39	62,76	7,44	0,85	0,00			20,85
PK	4,18	1,33	24,84	1,84	18,57	32,25	10,61	1,67	2,77	0,35	1,60	49,18
E3 + PK	3,62	3,37	5,21	2,96	17,73	55,53	10,02	0,93	0,42	0,09	0,13	26,74

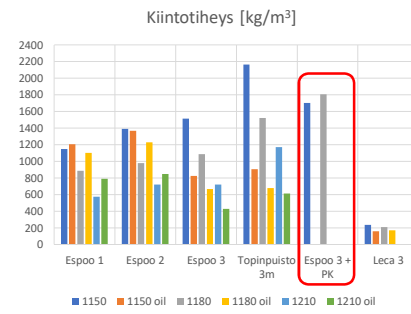
29

## Espoo 3 + PK HSM



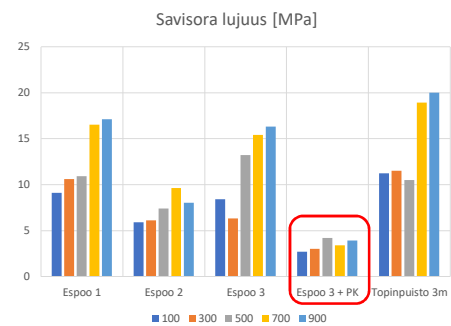
30

## Espoo 3 + PK, uusiokevytsora



31

## Espoo 3 + PK, savisora



32



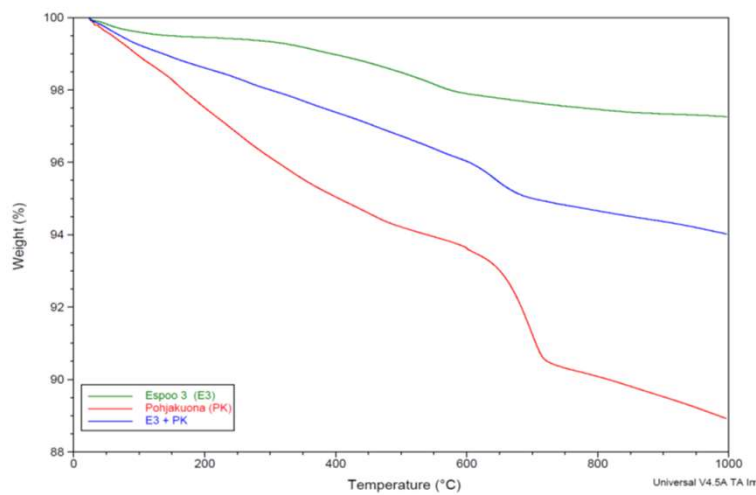
## Espoo 3 + PK, savisora ominaisuudet

- Puristuslujuus
  - pelletti Ø10 mm,  
pituus 20 mm

	100°C	300°C	500°C	700°C	900°C	
E3 + PK kuiva	2,7	3,0	4,2	3,4	3,9	MPa
E3 + PK märkä	0	0	1,2	1,9	4,7	MPa

33

## TGA Espoo 3 ja Pohjakuona



34

## Yhteenveto uusiokevytsora

- Menetelmät hyviä kevytsoran tutkimiseen
- Espoon pintasavet paisuvat normaalitestissä "vähän"
  - Kuitenkin modifioimalla paisutuslämpötilaa sekä altistusaikaa saavutettu ~400 – 600 kg/m<sup>3</sup>
- Kaikki testatut savet paisuvat paremmin korkeammassa lämpötilassa, verrattuna Lecan referenssi saveen
- Lisäaineistuksella oli vaikutusta Topinpuiston 3m ja Espoo 3 saveen.
  - Molemmissa myös pieni hehkutushäviö
- Rautapitoisuus vaikuttaa paisumisominaisuuksiin
- Pohjakuona voimakas sulattaja. Sulattaa myös saveen ennen paisumista.

35

## Yhteenveto savisorora

- Käytetyt/kehitettyt menetelmät soveltuvat hyvin savisoran tutkimiseen
- Kaikki tutkitut savet soveltuvat savisoraksi
  - Osassa huomattava lujuus
- Savisoran savimaisuus häviää n. 400 – 500°C käsittelyssä
- Savisoran tiheys ei muutu ratkaisevasti ennen n.1100°C
- Savisorassa pohjakuona kiteytyy → murenee, huono lujuus

36