

## **Lekkie porpwtate prefabrykaty gipsowe uzyskiwane za pomocą proszku glinowego**

## **Lightweight gypsum-based materials prepared with aluminum powder as foaming agent**

### **1. Wprowadzenie**

Gips (dwuwodny siarczan wapnia) jest jednym z najstarszych spoiw stosowanych w budownictwie; archeologiczne znaleziska spoiw gipsowych z terenu Izraela i Anatolii pochodzą sprzed dziewięciu tysięcy lat (1). Gips był od tego czasu stale stosowany, ale na terenach o klimacie bardziej wilgotnym jego obecność ograniczano głównie do wnętrza budowli. Nasi przodkowie doceniali właściwości gipsu jako materiału odpornego na działanie ognia, łatwość jego wytwarzania i dobrą urabialność. Znaczenie gipsu rosło stopniowo od początku XX w., częściowo z uwagi na jego zastosowanie jako regulatora czasu wiązania cementu i po części ze względu na możliwość wytwarzania gipsu z materiału stanowiącego odpad z produkcji nawozów mineralnych (fosfogips) (2) czy z odsiarczania spalin (3). Ponieważ zużycie energii na wyprodukowanie spoiwa gipsowego jest znacznie mniejsze w porównaniu z nakładem energii na produkcję cementu czy wapna, jak również dlatego że gips można uzyskać z odpadów, jest on uważany za materiał przyjazny środowisku. Jednakże, pomimo tych korzystnych cech, zastosowanie gipsu jest ograniczone do prac tynkarskich wewnątrz budynków, do produkcji podłóg samopoziomujących czy prefabrykatów ściennych. Rozwój produkcji lekkich gipsowych wyrobów prefabrykowanych może prowadzić do poszerzenia stosowalności gipsu również w pracach konstrukcyjnych.

Lekkie prefabrykaty gipsowe można przede wszystkim wytwarzać z udziałem kruszyw lekkich. Na przykład Hernández-Olivares i in. (4), jak również Cherki i in. (5) zastosowali granulaty korkowe w celu poprawy właściwości termoizolacyjnych tworzywa gipsowego. Gutiérrez-González i in. (6) zastosowali odpadowy poliuretan, Vimrová i in. (7) perlit ekspandowany, a Jiménez Rivero i wsp. (8) zmielony odpad z produkcji gumowych spienianych osłonek izolacyjnych. Jednak, chociaż metoda ta jest często stosowana w przypadku materiałów na spoiwie cementowym czy wapiennym, nie jest popularna w odniesieniu do tworzyw gipsowych.

Spienianie chemiczne poprzez napowietrzenie czy poprzez dodatek składników reagujących z wydzieleniem gazu jest innym sposo-

### **1. Introduction**

Gypsum (calcium sulfate dihydrate) is one of the oldest binders used in construction; its archeological findings located in Israel and Anatolia are about nine thousand years old (1). Since that time gypsum has been used continuously, but in the more humid environment, its application was limited mostly to the interiors of buildings. Our ancestors appreciated the fire protecting properties of gypsum, its relatively easy manufacture and good workability. The significance of gypsum gradually increased since the beginning of the 20<sup>th</sup> century, partly because raw gypsum can be used as a setting retarder in Portland cement production and partly because the gypsum binder can be made from industrial waste products originating in the fertilizers production (phosphogypsum) (2) or in the coal power plants (FGD gypsum) (3). As the energy consumption necessary for gypsum production is significantly lower, comparing to cement and lime, and because it can be made from waste products, gypsum is generally recognized as an environmental-friendly material. However, in spite of its advantages the current utilization of gypsum in buildings is limited mostly just to the interior plasters, self leveling floors and gypsum boards. Development of lightweight gypsum based materials may be considered as one of the ways how to extend gypsum applications in the construction sector.

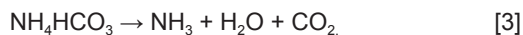
The first possibility how to prepare lightweight gypsum is using lightweight aggregates in gypsum-based composites. For example, Hernández-Olivares et al. (4) and Cherki et al. (5) applied cork granulate to improve the thermal properties of gypsum, Gutiérrez-González et al. (6) used polyurethane foam waste, Vimrová et al. (7) expanded perlite, and Jiménez Rivero et al. (8) ground waste rubber from pipe foam insulation. However, although this method is very frequently used for cement and lime, for gypsum its application is not very common.

Chemical foaming in the form of either air-entraining methods or gas-releasing methods is another possible way for producing lightweight gypsum-based materials. The air-entraining methods

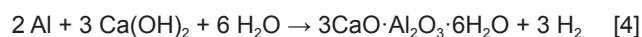
bem wytwarzania lekkich materiałów na bazie gipsu. Napowietrzenie polega na zastosowaniu substancji powierzchniowo czynnych, które stabilizują pory powietrzne. Napowietrzacz wprowadza się do wody zarobowej i piana powstaje podczas mieszania składników z dużą szybkością (9, 10). Metodę tę można zastosować tylko do materiałów szybkowiązających, ponieważ piana tak wytworzona jest stosunkowo nietrwała. Innym rozwiązaniem jest przygotowanie piany w oddzielnym generatorze i dodanie jej do zaczynu gipsowego (11). Tworzywo gipsowe wytworzone tą metodą jest zwykle bardzo lekkie (o gęstości poniżej 400 kg m<sup>-3</sup>), a jego wytrzymałość bardzo mała. Spienianie za pomocą wydzielającego się gazu odbywa się w ten sposób, że odpowiednie domieszki wprowadzone do zaczynu gipsowego reagują z utworzeniem produktu gazowego, który pełni rolę czynnika spieniającego. Przeważnie wykorzystuje się w tym celu oddziaływanie pomiędzy składnikiem kwaśnym, jakim może być kwas cytrynowy, kwas winowy, niektóre siarczany i węglanem wapnia zawarty w gipsie. Na przykład Çolak (10) stosował sole siarczanowe z proszkiem marmurowym lub kwaśny węglan amonu; składniki te reagowały z utworzeniem dwutlenku węgla, który pełnił rolę czynnika spieniającego. W pierwszym przypadku dwutlenek węgla pojawiał się gdy jon siarczanowy uwolniony drogą hydrolizy przereagował z węglanem wapnia (proszek marmurowy):



W drugim przypadku dwutlenek węgla pojawiał się jako produkt hydrolitycznego rozkładu kwaśnego węglanu amonu:



Autorzy prezentowanej pracy wprowadzili, jako środek pianotwórczy, proszek glinowy, inspirowany technologią betonu komórkowego, w której napowietrzenie materiału jest wynikiem obecności proszku lub pasty Al reagującej z zaczynem wapienym lub cementowym. Reakcja glinu z wodorotlenkiem wapnia w środowisku wodnym prowadzi do wydzielenia wodoru, który działa jako gaz spieniający:



Reakcja [4] nie może zachodzić w zaczynie gipsowym, ponieważ nie zawiera on wodorotlenku wapnia. Aby zainicjować proces spieniania należy więc wprowadzić zawierający Ca(OH)<sub>2</sub> składnik spoiwa. W prezentowanej pracy zastosowano dodatek wodorotlenku wapnia. Należy dodać, że technologia lekkiej prefabrykacji gipsowej z użyciem proszku Al nie została jak dotychczas zbadana, a przynajmniej, według autorów prezentowanej pracy, opisana w dostępnych źródłach literaturowych.

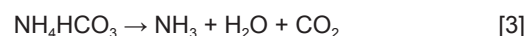
## 2. Materiały, przygotowanie próbek i mieszanek spoiwowych

Mieszanki spoiwa gipsowego przygotowano z produktów dostępnych w handlu. Jako podstawowy składnik spoiwa został użyty β-semihydrat CaSO<sub>4</sub>·½H<sub>2</sub>O (Rigips, Czechy) Materiał ten wykazuje

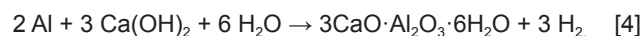
consist in using surface active substances (SAS), which make the foam base of such a material. SAS can be added to the mixing water and gypsum foam is then created by quick mixing of all the components together (9, 10). In this form the method can be used for materials with very quick setting only, because such foam is relatively unstable. Another option is preparing the surface active foam in a foam generator and then adding it to the gypsum mixture (11). The gypsum foams prepared by this method are usually very light (with the bulk density under 400 kg m<sup>-3</sup>), but their mechanical strength is very low, too. Gas-releasing foaming methods are based on using suitable chemical additives which react and form the foaming gas in the gypsum mixture. The reaction between some acid component (citric acid, tartaric acid, sulfate salts) and calcium carbonate (often naturally occurring in the gypsum) is mostly utilized. For instance, Çolak (10) used either sulfate salts together with marble powder or ammonium bicarbonate which produced carbon dioxide as the foaming gas. In the first case carbon dioxide appeared when sulfuric acid, produced due to the dissolved salts, was mixed with marble powder (CaCO<sub>3</sub>):



In the second case carbon dioxide was a product of hydrolytic decomposition of ammonium bicarbonate:



In this paper, we are introducing aluminum powder as the foaming agent for the preparation of lightweight gypsum-based materials. This idea was inspired by the production of autoclaved aerated concrete where the aluminum powder or paste is used with the lime or cement binder. The aluminum reacts with calcium hydroxide and water while hydrogen as the foaming gas is produced according to the reaction:



The reaction [4] cannot occur in the mixture made of gypsum solely, because of the absence of calcium hydroxide. Therefore, a Ca(OH)<sub>2</sub> containing material is to be added to the gypsum as a secondary binder for the foaming process to be initiated; in this paper it is lime hydrate as the most straightforward solution. It should be noted that in our knowledge, the aluminum-lightened materials containing gypsum as the main binder were never studied before; at least such investigations were not reported yet in common literature sources.

## 2. Materials, samples and mix design

Commercially available products were applied for the preparation of gypsum-based mixtures. The flue-gas desulfurization β-hemihydrate CaSO<sub>4</sub>·½H<sub>2</sub>O (Rigips, Czech Republic) was used as the main binder. It contained less than 10 % particles bigger than 200 μm, the flexural strength of the paste after 7 days was ≥ 4 MPa, the compressive strength was ≥ 10 MPa. The hydrated lime CL 90

10% pozostałości na sicie 200  $\mu\text{m}$ , wytrzymałość na zginanie po 7 dniach  $\geq 4$  MPa, wytrzymałość na ściskanie  $\geq 10$  MPa. Jako pomocniczy składnik spoiwa zastosowano wapno hydratyzowane CL 90 – S (Kotouč Štramberk, Czechy), zawierające 95,7 % CaO i 1.1 % MgO. Jego gęstość nasypowa wynosi 420  $\text{kg m}^{-3}$ , pozostałość na sicie 0,2 mm poniżej 0,4 %, pozostałość na sicie 0,09 mm – 4,2%. Jako środek spieniający wprowadzono proszek glinowy o czystości 99,7 %, zawierający 89% cząstek mniejszych od 45  $\mu\text{m}$ . Wymaganą urabialność mieszanki zapewniał opóźniacz wiązania Retardan GK (Sika).

W pierwszym etapie przygotowania mieszanki zhomogenizowano na sucho wapno hydratyzowane z proszkiem glinowym, następnie dodano gips i kontynuowano mieszanie. Do suchej mieszanki wprowadzano wodę i homogenizowano całość w mieszarce laboratoryjnej w dwóch cyklach po 60s, przy małej prędkości obrotowej mieszadła.

Z każdej porcji mieszanki przygotowano po trzy belki (160 x 40 x 40 mm), trzy kostki (70 x 70 x 70 mm) i trzy próbki cylindryczne (o średnicy 120 mm i wysokości 30). Kształtki te nie były zagęszczane; jedynie powierzchnię ich wygładzano nożem. Przed badaniami wszystkie próbki były suszone do stałej masy w temperaturze 50°C.

Optymalizację składu mieszanki metodą kolejnych przybliżeń przeprowadzono w celu osiągnięcia dostatecznie małej gęstości przy akceptowalnym poziomie wytrzymałości (12). Obliczenia wykonano w oparciu o program SOVA 1.0 (13).

### 3. Metody

W celu scharakteryzowania materiałów przeprowadzono w pierwszej kolejności pomiary gęstości rzeczywistej, gęstości pozornej i rozkładu wielkości porów. Gęstość pokruszonych próbek mierzono metodą piknometrii helowej (aparatura Pycnomatic ATC, firmy Porotec, Niemcy). Gęstość pozorną oznaczano na podstawie pomiarów objętości i masy beleczek. Różnica gęstości posłużyła do oceny porowatości całkowitej. Rozkład wielkości porów wyznaczono metodą porozymetrii rtęciowej (aparatura Pascal 140 + 440, włoskiej firmy Thermo Electron). Ponieważ metoda ta uwzględnia pory o średnicy mniejszej od 50  $\mu\text{m}$ , objętość porów większych oszacowano na podstawie różnicy objętości całkowitej i objętości zmierzonej metodą porozymetrii rtęciowej.

Początek wiązania oznaczono aparatem Vicata według normy ČSN EN 13454-2 (14). Oznaczenie polega na opuszczaniu igły aparatu w głąb zaczynu w odstępach co 5 minut. Za czas początku wiązania przyjmuje się czas od momentu początku zarobienia zaczynu wodą do czasu gdy odległość pomiędzy igłą a płytą podstawową aparatu wynosi (6  $\pm$  3) mm.

Wytrzymałość na zginanie oznaczano według normy ČSN EN 13279-2 (15) na beleczkach 40 x 40 x 160 mm, z zastosowaniem klasycznego obciążenia trzypunktowego. Wytrzymałość na ściskanie oznaczano po 7 dniach dojrzewania według normy ČSN EN 13279-2 (15), na połówkach beleczek pozostałych po pomiarach

– S (Kotouč Štramberk, Czech Republic) as the secondary binder contained 95.7 % CaO and 1.1 % MgO was applied. Its loose bulk density was 420  $\text{kg m}^{-3}$ , retained on the sieve 0.2 mm was less than 0.4 %, retained on the sieve 0.09 mm was 4.2 %. Aluminum powder used for foaming had the purity 99.7 % and more than 89 % particles were smaller than 45  $\mu\text{m}$ . For the achievement of desired workability of the mix, setting retarder Retardan GK (Sika Deutschland GmbH) was used.

For the paste preparation, aluminum powder and lime hydrate in dry state were mixed together at first. Gypsum was added afterward, and the composition was thoroughly mixed again. After mixing of solid components the dry mixture was added into the measured amount of water. Then it was mixed by a laboratory mixer for 60 s at low speed, wiped off and mixed again for another 60 s at the same low speed.

For all studied mixtures three test prisms (160 x 40 x 40 mm), three cubes (70 x 70 x 70 mm), and three cylinders (120 mm diameter and 30 mm height) were prepared. The test pieces were not compacted; only the surface was leveled by a knife. Before the testing all samples were dried at the temperature of 50 °C to constant mass.

The optimization of the mix design aimed at the achievement of the combination of sufficiently low bulk density and acceptable mechanical strength was performed using the sequential simplex method (12). The calculations were done with the SOVA 1.0 computer code (13).

### 3. Experimental methods

Basic characterization of studied materials was done by means of their matrix density, bulk density and pore size distribution. Density of crushed samples was measured by helium pycnometry (Pycnomatic ATC, Porotec, Germany). The bulk density was determined by weighing and size measurement of test prisms. Values of matrix density and bulk density were used for the calculation of porosity. Pore size distribution was measured by Mercury Intrusion Porosimetry (MIP, apparatus Pascal 140 + 440, Thermo Electron, Italy). Since the MIP in the used measurement setup detects only pores having radius smaller than 50  $\mu\text{m}$ , volume of the larger pores was estimated as the difference of the total pore volume and volume of pores determined by MIP.

Initial setting time was determined by Vicat apparatus with the needle according the European standard ČSN EN 13454-2 (14). The test is based on the penetration of the needle into the gypsum paste in 5 min interval. Initial setting time is the time measured from zero time (the moment of paste mixing) to the time at which the distance between the needle and the base plate is (6  $\pm$  3) mm.

The flexural strength was measured according to the European standard ČSN EN 13279-2 (15) on 40 x 40 x 160 mm prisms. The experiment was performed as a common three-point bending test. The measurements were done at the time of 7 days after mixing.

wytrzymałości na zginanie. Wytrzymałość na ściskanie obliczano dzieląc wartość siły niszczącej przez powierzchnię 1600 mm<sup>2</sup>.

Przewodnictwo cieplne i ciepło właściwe oznaczano metodą pulsacyjną za pomocą aparatury Isomet 2104, (wyprodukowanej przez Applied Precision, Ltd., Słowacja), w oparciu o analizę sygnału stanowiącego odpowiedź materiału na impuls cieplny. Impuls ten indukowano za pomocą elementu grzewczego pozostającego w bezpośrednim kontakcie z powierzchnią próbki. Badaniom poddano kostki o wymiarach 70 x 70 x 70 mm.

W badaniach transportu pary wodnej zastosowano metodę suchego i wilgotnego naczynia (16). Badania te przeprowadzono na próbkach cylindrycznych o średnicy 120 mm i wysokości 30 mm. Parametrami charakteryzującymi transport pary wodnej są: współczynnik dyfuzji pary wodnej i współczynnik oporu dyfuzyjnego pary wodnej.

#### 4. Wyniki badań i dyskusja

Optymalizując skład mieszanki przyjęto za cel osiągnięcie takiej minimalnej gęstości pozornej, jakiej odpowiada akceptowalna, gwarantowana wartość wytrzymałości. Metodą kolejnych przybliżeń przygotowano jedenaście mieszanek (LG1 - LG11). W tej pierwszej fazie badań oznaczano tylko gęstość pozorną, wytrzymałość na ściskanie i wytrzymałość na zginanie. Seria składów LG1 - LG6 stanowiła pierwszy etap optymalizacji. Gęstości pozorne zostały następnie wprowadzone jako dane wejściowe do programu komputerowego SOVA; w wyniku obliczeń otrzymano jeden nowy skład. Po sporządzeniu zestawu według tej recepty określono gęstość pozorną materiału i jako dane wejściowe wprowadzono ją do programu, który wyliczył kolejny skład. W ten sposób otrzymano „krok po kroku” kolejne warianty składu (LG7 - LG11). Jako materiał odniesienia przygotowano mieszankę niezawierającą proszku glinowego. Skład wszystkich mieszanin przedstawiono w tablicy 1.

Tablica 1 / Table 1

##### SKŁAD MIESZANEK

##### COMPOSITION OF THE TESTED MIXTURES

Symbol mieszanki Mixture	Gips / Gypsum	Wapno / Lime	Opóźniacz / Retarder	Proszek Al / Al powder	Woda / Water
	%	%	%	%	w/b
LG1	65	33	1	1	0.5
LG2	85	13	1	1	0.5
LG3	65	32	2	1	0.5
LG4	65	32	1	2	0.5
LG5	65	33	1	1	0.7
LG6	75	22.8	1.1	1.1	0.53
LG7	84.4	13.6	1.0	1.0	0.5
LG8	70	28.4	0.1	1.5	0.6
LG9	66.2	31.2	1.5	1.1	0.53
LG10	65.1	31.9	2.0	1.0	0.5
LG11	66.4	31.3	1.1	1.2	0.61
GS	69	30	1	0	0.53

Compressive strength was determined in accordance with the European standard ČSN EN 13279-2 (15) on the halves of the specimens left over after the bending tests. The compressive strength was calculated as the ratio of the ultimate force and load area 1600 mm<sup>2</sup>.

Thermal conductivity and specific heat capacity was measured using the pulse method (Isomet 2104, Applied Precision, Ltd., Slovakia), based on the analysis of the temperature response of the analyzed material to the heat flow impulses. The heat flow was induced by electrical heating using a resistor heater having a direct thermal contact with the surface of the sample. For testing 70 x 70 x 70 mm cubes were used.

The dry cup and wet cup methods were employed in the measurement of water vapor transport properties (16). The experiments were performed on cylindrical samples with the diameter of 120 mm and height of 30 mm. The water vapor diffusion coefficient and the water vapor diffusion resistance factor were the determined transport parameters.

#### 4. Experimental results and discussion

In the optimization of the mix design, the bulk density was chosen as the main optimized property, with a target to achieve its minimal value which would still guarantee the acceptable strength. Eleven mixtures of lightweight gypsum (LG1 - LG11) were successively prepared according to the sequential simplex optimization design. In this first phase of the experiments only the bulk density, compressive strength and flexural strength were the measured parameters. The LG1 - LG6 compositions created the first trial of the optimization. Their bulk density values were used as the input data for the SOVA computer code which designed one new composition using the sequential simplex optimization principles. After the new mixture was prepared, its bulk density was determined and used again as the input to the computer code, which suggested another

Tablica 2 / Table 2

GĘSTOŚĆ, WYTRZYMAŁOŚĆ NA ZGINANIE, WYTRZYMAŁOŚĆ NA ŚCISKANIE I URABIALNOŚĆ LEKKICH MATERIAŁÓW GIPSOWYCH  
BULK DENSITY, FLEXURAL STRENGTH, COMPRESSIVE STRENGTH AND WORKABILITY OF GYPSUM-BASED MATERIALS

Symbol mieszanki Mixture	Gęstość Bulk density	Wytrzymałość na zginanie Flexural strength	Wytrzymałość na ściskanie Compressive strength	Urabialność Workability
	kg m <sup>-3</sup>	MPa	MPa	-
LG1	643	0.66	0.96	+
LG2	721	0.93	1.57	+
LG3	680	0.78	1.15	-
LG4	653	0.61	1.12	-
LG5	656	0.61	1.08	+
LG6	635	0.62	0.93	+
LG7	641	0.58	1.15	+
LG8	699	0.44	0.78	-
LG9	635	0.57	0.93	+
LG10	693	0.76	1.20	-
LG11	652	0.64	0.96	+
GS	1214	3.32	11.57	+

Właściwości jedenastu mieszanek i otrzymanych z nich stwardniałych próbek przedstawiono w tablicy 2. Urabialność określono w sposób orientacyjny, na podstawie doświadczenia z tego typu materiałami: znak plus oznacza dobrą urabialność, znak minus – niedostateczną. Po sporządzeniu jedenastej mieszanki okazało się, że minimalna gęstość uzyskana metodą kolejnych przybliżeń wynosiła około 650 kg m<sup>-3</sup>. Dlatego więc uznano proces optymalizacji za zakończony i do dalszych badań wytypowano jedynie pięć mieszanek o największej zawartości gipsu i najlepszej urabialności (LG2, LG6, LG7, LG9, LG10) oraz materiał kontrolny nie zawierający proszku glinowego (GS).

Właściwości fizyczne wybranych mieszanek pokazano w tablicy 3. Podczas gdy gęstość rzeczywista wszystkich stwardniałych mieszanek była podobna, to gęstości pozorne w znacznym stopniu zależały od przebiegu spieniania. Porowatość próbki kontrolnej (GS) wynosiła 49%; przeważają w niej pory o promieniu 1-10 μm (rysunek 1). Wprowadzenie proszku glinowego spowodowało znaczną zmianę zarówno objętości porów, jak i ich rozkładu wielkości. Porowatość całkowita wzrosła do ponad 70%, z przeważającą zawartością porów większych od 10 μm, zwłaszcza banieczek o promieniu większym od 100 μm.

Czas początku wiązania (tablica 3) jest kompatybilny z zawartością domieszki opóźniającej wiązanie. Najpóźniej zaczyna wiązać mieszanka LG10 z maksymalną dawką opóźniacza (2%). Spienianie nieznacznie opóźnia początek wiązania; czas początku wiązania mieszanek spienionych z taką samą ilością domieszki opóźniającej (LG2, LG7) jak w mieszanke niespionionej GS (1%) jest dłuższy. Spowolnienie wiązania nie ma wpływu na gęstość pozorną. Oznacza to, że reakcja prowadząca do spienienia mieszanki zachodzi szybko na etapie początkowym, podczas mieszania składników.

Wytrzymałość na zginanie spienionych materiałów jest ponad czterokrotnie mniejsza niż wytrzymałość mieszanki kontrolnej

composition. In this way, another five mixtures (LG7 - LG11) were obtained step by step. A mixture without aluminum powder (GS) was prepared as well, as a reference material. The composition of all mixtures is summarized in Table 1.

The bulk density, flexural strength, compressive strength and workability of all eleven mixtures are presented in Table 2. The workability was determined in an indicative way only, according to the experience with this type of materials: plus in the table means a good workability, minus means a bad workability of the mixture. After preparing the 11<sup>th</sup> mixture it became obvious that the minimum bulk density, as obtained by the sequential simplex method, was around 650 kg m<sup>-3</sup>. Therefore, the optimization process was stopped and for further examination only five mixtures with the highest amount of gypsum and best workability (LG2, LG6, LG7, LG9, LG10) and the reference material without aluminum powder (GS) were selected.

The basic physical properties of the selected mixtures are shown in Table 3. While the matrix density of all hardened pastes was similar to the reference material, the bulk density was greatly affected by the foaming procedure. The porosity of the unfoamed mixture (GS) was found to be 49%; dominating were the pores with the radius of 1-10 μm (Figure 1). The addition of aluminum powder caused a significant change in both pore volume and distribution. The total porosity increased to more than 70% and the pores larger than 10 μm, in particular bubbles with the radius above 100 μm, prevailed in the pore system.

The values of the initial setting time (Table 3) were in accordance with the amount of setting retarder in the particular mixes. The highest initial setting time showed LG10 with the maximal amount of the retarder (2%). The foaming slightly delayed the beginning of setting; the initial setting time of the foamed mixtures with the same retarder amount (LG2, LG7) as the unfoamed mixture GS (1%) was

Tablica 3 / Table 3

PODSTAWOWE WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNE I CZAS POCZĄTKU WIĄZANIA

BASIC PHYSICAL PROPERTIES AND INITIAL SETTING TIME

Symbol mieszanki Mixture	Gęstość rzeczywista Matrix density	Gęstość pozorna Bulk density	Porowatość / Porosity	Czas początku wiązania Initial setting time
	kg m <sup>-3</sup>	kg m <sup>-3</sup>	vol. %	min
LG2	2298	721	68.6	55
LG6	2324	635	72.7	50
LG7	2319	641	72.4	62
LG9	2361	635	73.1	95
LG10	2312	693	70.0	133
GS	2389	1214	49.2	46

(tablica 2); wytrzymałość na ściskanie około dziesięć razy mniejsza. Pewien spadek wytrzymałości spienionych zaczynów był do przewidzenia, ale wytrzymałość na ściskanie na poziomie około 1 MPa jest do przyjęcia tylko dla niewielu zastosowań, na ogół dla tynków. Aby więc wytworzyć materiał wielofunkcyjny wykazujący zarówno właściwości termoizolacyjne, ale również przenoszący pewne obciążenia, należałoby dodać do niego granulowany żużel wielkopiecowy, pucolanę czy jakiś inny wypełniacz.

Przewodnictwo cieplne spienionych zaczynów jest około dwa razy mniejsze niż przewodnictwo materiału kontrolnego GS (tablica 4). Taka relacja pozostaje w zgodności ze zmniejszeniem gęstości pozornej i zwiększeniem porowatości (tablica 3). Ciepło właściwe lekkich materiałów gipsowych jest o około ~ 10 - 15% mniejsze niż materiału kontrolnego, co dobrze koresponduje z wprowadzeniem wapna jako jednego ze składników.

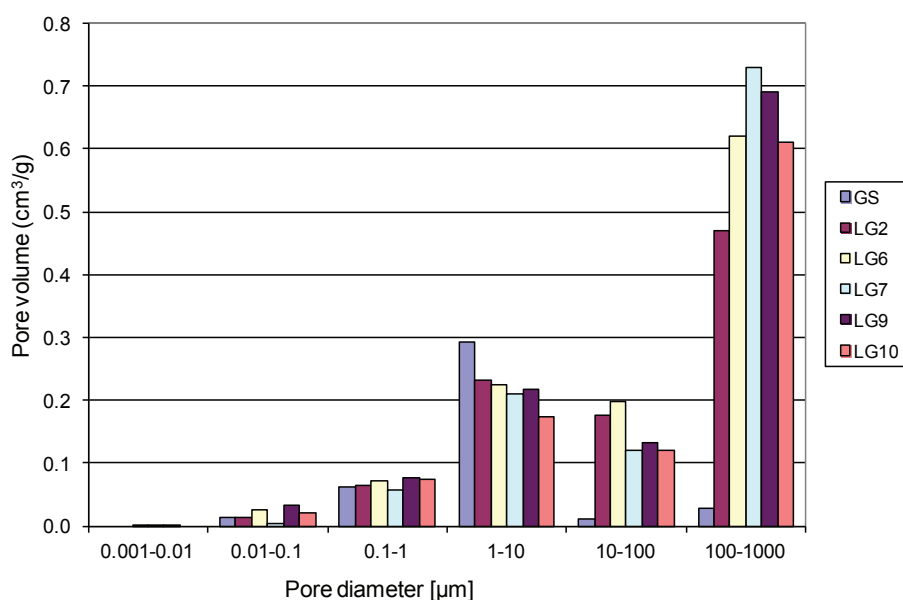
Współczynnik oporu dyfuzyjnego pary wodnej  $\mu$  jest dla wszystkich badanych materiałów bardzo mały (tablica 5). Najwyższą

Tablica 4 / Table 4

WŁAŚCIWOŚCI TERMICZNE

THERMAL PROPERTIES

Symbol mieszanki Mixture	Przewodnictwo cieplne Thermal conductivity	Ciepło właściwe Specific heat capacity
	W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>
LG2	0.222	1158
LG6	0.221	1230
LG7	0.251	1365
LG9	0.226	1257
LG10	0.226	1273
GS	0.401	1448



Rys. 1. Rozkład wielkości porów

Fig. 1. Pore size distribution

higher. The higher initial setting time did not have any significant influence on the bulk density. This means that the foaming reaction was taking place in a short time interval, after mixing only.

The flexural strength of foamed pastes was more than four times lower than the reference paste (Table 2), the compressive strength was about ten times lower. A certain decrease of mechanical properties of foamed pastes was to be expected but the compressive strength of about 1 MPa was sufficient only for a narrow range of applications, typically for plasters. In order to produce multi-functional materials with both thermal insulation function and load bearing capability, either ground granulated blastfurnace slag or pozzolanic additives, perhaps also specific fillers, would have to be added to the studied mixtures.

The thermal conductivity of the foamed pastes was about two times lower than for the reference material GS (Table 4). This was in a good accordance with the bulk density and porosity values (Table 3). The specific heat capacity of lightened gypsum-based materials was ~ 10 - 15 % lower than for the reference material

Tablica 5 / Table 5

## PARAMETRY OPISUJĄCE TRANSPORT PARY WODNEJ

## WATER VAPOR TRANSPORT PROPERTIES

Symbol mieszanki Mixture	5/50%		97/50%	
	Współczynnik dyfuzji pary wodnej Water vapor diffusion coefficient	Współczynnik oporu dyfuzyjnego pary wodnej Water vapor diffusion resistance factor	Współczynnik dyfuzji pary wodnej Water vapor diffusion coefficient	Współczynnik oporu dyfuzyjnego pary wodnej Water vapor diffusion resistance factor
	m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>	-	m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>	-
LG2 LG6 LG7 LG9 LG10 GS	3.27E-06	7.05	5.84E-06	3.95
LG6	3.71E-06	6.20	7.04E-06	3.27
LG7	3.14E-06	7.32	5.76E-06	4.00
LG9	3.59E-06	6.42	6.80E-06	3.38
LG10	3.67E-06	6.29	6.35E-06	3.62
GS	2.24E-06	10.33	3.63E-06	6.34

wartość  $\mu$  wykazuje materiał kontrolny GS; materiały spieniane mają współczynnik oporu dyfuzyjnego pary wodnej o około 30 - 40% mniejszy, co dobrze koresponduje z wartościami porowatości otwartej (tablica 3). Wszystkie badane materiały można uważać za dobrze paroprzepuszczalne, co jest cenne z punktu widzenia ich właściwości jako wyłożenia ścian w budynkach.

W prezentowanych badaniach zastosowano po raz pierwszy proszek glinowy w celu spienienia materiału gipsowego, stąd trudno o porównanie właściwości tych materiałów gipsowych z innymi. Dlatego więc porównując swoje wyniki z wynikami innych badaczy autorzy koncentrują się generalnie na omówieniu skuteczności różnych sposobów spieniania.

Bazelova i in. wytworzyli (9), wprowadzając domieszki napowietrzające, spieniony materiał gipsowy o gęstości około 400 kg m<sup>-3</sup> ale jego wytrzymałość na ściskanie była mniejsza niż 0,5 MPa. Brencis i in. (17) próbowali poprawić wytrzymałość poprzez dodatek włókien konopnych, ale nadal pozostawała ona na poziomie 0,3 MPa. Wartości wytrzymałości na ściskanie materiałów prezentowanych w cytowanych pracach były około dwu- trzykrotnie mniejsze niż wytrzymałość prezentowanego w tej pracy tworzywa, ale też gęstości były mniejsze.

Skujans i in. (11) wytworzyli lekki materiał gipsowy o gęstości 600 kg·m<sup>-3</sup> za pomocą przygotowanej wcześniej piany; odnotowali wytrzymałość na ściskanie 1,2 MPa i przewodnictwo cieplne 0,20 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>. Jimenez Rivero i in. (8) zmniejszali gęstość kompozytu gipsowego za pomocą spienionej gumy; osiągnęli wytrzymałość na ściskanie 1 MPa przy gęstości 560 kg·m<sup>-3</sup>. Wyniki te były zbliżone do tych, jakie otrzymali autorzy prezentowanej pracy stosując proszek glinowy jako środek spieniający.

which corresponded with the addition of lime to the foamed gypsum mixtures.

The water vapor diffusion resistance factor,  $\mu$ , of all studied materials was very low (Table 5). The highest  $\mu$  had the reference material GS, the foamed materials exhibited about 30 - 40 % lower  $\mu$  values. This corresponded well with the open porosity (Table 3). All the tested materials could be considered as vapor permeable, which was positive from the point of view of their hygric performance in building envelopes.

A direct comparison with the properties of foamed-gypsum materials studied by other investigators could not be done because aluminum powder was never used as a foaming agent in gypsum-based systems before. Therefore, in comparing our results with those reported in the previous studies the main attention was paid to the effectiveness of different types of foaming methods.

Bazelova et al. (9) achieved for their foamed gypsum material prepared by an air-entraining method the bulk density about 400 kg m<sup>-3</sup> but the compressive strength was less than 0.5 MPa. Brencis et al. (17) tried to improve the strength of air-entrained gypsum by hemp fibers, but it still remained under 0.3 MPa. These compressive strength values were about two to three times lower than for the materials presented in this paper, but also the bulk densities were lower.

Skujans et al. (11) introduced lightweight gypsum with the bulk density of 600 kg·m<sup>-3</sup> using in advance prepared foam and reported the compressive strength 1.2 MPa and thermal conductivity 0.20 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>. Jimenez Rivero et al. (8) lightened gypsum by rubber foam and achieved the compressive strength about 1 MPa with the bulk density 560 kg·m<sup>-3</sup>. Both these results were similar

Metody spieniania zastosowane przez Colaka (10) okazały się mniej skuteczne niż metoda spieniania za pomocą proszku glinowego. Wprowadzając siarczan glinu jako środek spieniający autor ten otrzymał materiał o wytrzymałości na ściskanie 0,63 MPa i gęstości 694 kg m<sup>-3</sup> a materiał spieniany węglanem amonu wykazywał odpowiednio gęstość 756 kg m<sup>-3</sup> i wytrzymałość na ściskanie 0,35 MPa. Podobnie, Gutierrez-Gonzales i in. (6) odnotowali dla gipsu spienianego pianą poliuretanową wytrzymałość na ściskanie mniejszą od 0,5 MPa przy gęstości w zakresie 500-600 kg·m<sup>-3</sup>.

## 5. Wnioski

Jak można wywnioskować na podstawie prezentowanych wyników badań, lekki materiał gipsowy spieniany proszkiem glinowym może stanowić interesującą alternatywę dla innych lekkich tworzyw gipsowych. Materiał ten osiąga wytrzymałość na ściskanie około 1,0 MPa przy gęstości 650 kg·m<sup>-3</sup> i współczynnika przewodnictwa cieplnego 0,22 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>. Taka kombinacja cech wskazuje, że przygotowane w ten sposób mieszanki mogą być w obecnej postaci zastosowane do produkcji tynków, ale też potencjalnie mogą stać się materiałem wielofunkcyjnym, jeżeli postawi się za cel poprawę ich właściwości mechanicznych i termoizolacyjnych. Tak zmodyfikowane lekkie materiały gipsowe mogą znaleźć zastosowanie do wytwarzania płyt termoizolacyjnych lub lekkich prefabrykatów o właściwościach konstrukcyjnych i termoizolacyjnych.

## Acknowledgement

Praca była dofinansowana przez europejski fundusz socjalny w ramach projektu "Poparcie międzysektorowego zakresu i jakości zespołów badawczych w Czeskim Uniwersytecie w Pradze", CZ.1.07/2.3.00/30.0034.

## Literatura / References

1. M. Gawlicki, Gypsum – another approach. *Cement Wapno Beton* **75**, 86-96 (2009).
2. N. Degirmenci, Utilization of phosphogypsum as raw and calcined material in manufacturing of building products. *Constr. Build. Mat.*, **22**, 1857-1862 (2008).
3. P. Tesárek, J. Drchalová, J. Kolísko, P. Rovnaníková, R. Černý, Flue gas desulfurization gypsum: Study of basic mechanical, hydric and thermal properties. *Constr. Build. Mat.*, **21**, 1500-1509 (2007).
4. F. Hernandez-Olivares, M. R. Bollati, M. del Rio, B. Parga-Landa, Development of cork-gypsum composites for building applications. *Constr. Build. Mat.*, **13**, 4, 179-186 (1999).
5. A. Cherki, B. Remy, A. Khabbazi, Y. Jannot, D. Baillis, Experimental thermal properties characterization of insulating cork-gypsum composite. *Constr. Build. Mat.*, **54**, 202-209 (2014).
6. S. Gutierrez-Gonzalez, J. Gadea, A. Rodriguez, M. T. Blanco-Varela, V. Calderon, Compatibility between gypsum and polyamide powder waste to produce lightweight plaster with enhanced thermal properties. *Constr. Build. Mat.*, **34**, 179-185 (2012).

to the properties of our foamed gypsum with aluminum powder as the foaming agent.

On the other hand, the foaming methods applied by Colak (10) appeared as less effective than our choice of aluminum powder. Using aluminum sulfate as the foaming agent Colak achieved the compressive strength 0.63 MPa with the bulk density 694 kg m<sup>-3</sup> and his gypsum foamed by ammonium bicarbonate had the bulk density 756 kg·m<sup>-3</sup> and compressive strength 0.35 MPa. Similarly, Gutierrez-Gonzales et al. (6) obtained for gypsum lightened by polyurethane foam the compressive strength lower than 0.5 MPa with the bulk density in a range of 500-600 kg·m<sup>-3</sup>.

## 5. Conclusions

The experimental studies presented in this paper showed that lightweight gypsum-based materials foamed by aluminum powder can become an interesting alternative to other lightweight gypsum-based products. The designed materials achieved the compressive strength of about 1.0 MPa with the bulk density 650 kg·m<sup>-3</sup> and thermal conductivity of 0.22 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>. This combination of properties indicates that in the current form they can be used as plasters, in the most convenient way. However, they certainly have a good potential to become multi-functional building materials if further research is targeted at the improvement of mechanical and thermal properties. Such improved lightweight materials could then be used as thermal insulation boards or load bearing lightweight precast blocks with thermal insulation function.

## Acknowledgement

This publication was supported by the European social fund within the framework of realizing the project „Support of inter-sectoral mobility and quality enhancement of research teams at Czech Technical University in Prague“, CZ.1.07/2.3.00/30.0034.



7. A. Vimmrová, M. Keppert, L. Svoboda, R. Černý, Lightweight gypsum composites: design strategies for multi-functionality. *Cem. Concr. Comp.*, **33**, 84-89 (2011).
8. A. Jimenez Rivero, A. de Guzman Baez, J. Garcia Navarro, New composite gypsum plaster - ground waste rubber coming from pipe foam insulation. *Constr. Build. Mat.*, **55**, 146-152 (2014).
9. Z. Bazelova, L. Pach, J. Lokaj, The effect of surface active substance concentration on the properties of foamed and non-foamed gypsum. *Ceramics-Silikáty*, **54**, 4, 379-385 (2010).
10. A. Colak, Density and strength characteristics of foamed gypsum. *Cem. Concr. Comp.*, **22**, 3, 193-200 (2000).
11. J. Skujans, A. Vulans, U. Iljins, A. Aboltins, Measurements of heat transfer of multi-layered wall construction with foam gypsum. *Applied Thermal Engineering*, **27**, 7, 1219-1224 (2007).
12. A. Vimmrová, M. Keppert, O. Michalko, R. Černý, Calcined gypsum-lime-metakaolin binders: design of optimal composition. *Cem. Concr. Comp.*, **52**, 91-96 (2014).
13. L. Svoboda, SOVA 1.0 [online], <http://people.fsv.cvut.cz/~svoboda/sova/>, 2014-05-05.
14. ČSN EN 13454-2, Binders, composite binders and factory made mixtures or floor screeds based on calcium sulfate. Test methods. Czech Office for Standards, Metrology and Testing, Prague 2003.
15. ČSN EN 13279-2, Gypsum binders and gypsum plasters. Test methods. Czech Office for Standards, Metrology and Testing, Prague 2005.
16. S. Roels, J. Carmeliet, H. Hens, O. Adan, H. Brocken, R. Černý, Z. Pavlík, C. Hall, K. Kumaran, L. Pel, R. Plagge, Interlaboratory comparison of hygric properties of porous building materials. *Journal of Thermal Envelope and Building Science*, **27**, 4, 307-325 (2004).
17. R. Brencis, J. Skujans, U. Iljins, I. Ziemelis, N. Osits, Research on Foam Gypsum with Hemp Fibrous Reinforcement. *Chemical Engineering Transactions*, **25**, 159 - 164 (2011).