építőanyag

2010/1

TARTALOM

- Alumínium-oxid mátrixú fémkerámiák szintézise, mikro-2 szerkezetének elemzése és mechanikai tulajdonságai José G. MIRANDA-HERNÁNDEZ = Enrique ROCHA-RANGEL = Sebastián DÍAZ DE LA TORRE
- 6 A K_{uc} feszültségintenzitási paraméter kísérleti meghatározása új típusú beton próbatesteken, 1. rész FEHÉRVÁRI Sándor = GÁLOS Miklós = Salem G. NEHME
- **11** Ag₂O-V₂O₅ vegyületekkel bevont szilikagél gyöngyök fotokatalitikus tulajdonságai Kiyoshi KURIBAYASH = Daisuke OHMIYA
- 14 Egyesületi és szakhírek
- 15 Teherhordó üvegek éleinek szilárdsága PANKHARDT Kinga = BALÁZS L. György
- 22 BAU 2011
- 23 Az aszfaltkeverékek jellemző kővázainak égetés hatására bekövetkező fizikai változásai DEVECSERI Gabriella
- 26 Programajánló
- 27 Díszkőipari por felhasználása kerámiaipari nversanvagként Farah Diba da SILVA = Felisbela Maria da Costa OLIVEIRA =
- 30 Egyesületi és szakhírek

Júlio César de SOUZA

CONTENT

- 2 Synthesis, microstructural analysis and mechanical properties of alumina-matrix cermets José G. MIRANDA-HERNÁNDEZ = Enrique ROCHA-RANGEL = Sebastián DÍAZ DE LA TORRE
- 6 Determination of $K_{\mu c}$ stress intensity factor on new shape concrete specimens (Part I) Sándor FEHÉRVÁRI = Miklós GÁLOS = Salem G. NEHME
- **11** Photocatalytic properties of silica gel beads coated by Ag₂O-V₂O₅ Kiyoshi KURIBAYASH = Daisuke OHMIYA
- 14 Society and professional news
- 15 Study of edge strength of load bearing glasses Kinga PANKHARDT - György L. BALÁZS
- 22 BAU 2011
- 23 Changes of physical properties of asphalt aggregates by heat. A laboratory study Gabriella DEVECSERI
- 26 Events
- 27 Use of the fine powder of ornamental industry as ceramic raw material Farah Diba da SILVA = Felisbela Maria da Costa OLIVEIRA =
- 30 Society and professional news

Júlio César de SOUZA

A finomkerámia-, üveg-, cement-, mész-, beton-, tégla- és cserép-, kő- és kavics-, tűzállóanyag-, szigetelőanyag-iparágak szakmai lapja

Szerkesztőbizottság - Editorial board

Dr. GÖMZE A. László - elnök/president TÓTH-ASZTALOS Réka - főszerkesztő/editor-in-chief Prof. dr. TALABÉR József - örökös tiszteletbeli elnök/ senior president WOJNÁROVITSNÉ dr. HRAPKA Ilona - örökös tiszteletbeli felelős szerkesztő/senior editor-in-chief

ROVATVEZETŐK · COLUMNISTS

Anyagtudomány · Materials science -Prof. Dr. SZÉPVÖLGYI János Anyagtechnológia • Materials technology – Dr. KOVÁCS Kristóf Környezetvédelem · Environmental protection -Prof. Dr. CSŐKE Barnabás Energiagazdálkodás • Energetics - Prof. Dr. SZŰCS István Építőanyag-ipar • Building materials industry Prof. Dr. TAMÁS Ferenc

TAGOK · MEMBERS

Prof. Dr. Parvin ALIZADEH, APAGYI Zsolt, Prof. Dr. BALÁZS György, Dr. BOKSAY Zoltán, Prof. Dr. David HUI, Prof. Dr. GÁLOS Miklós, Prof. Dr. Kozo ISHIZAKI, Dr. JÓZSA Zsuzsanna, Prof. Dr. KAUSAY Tibor, KÁRPÁTI László, Prof. Dr. Sergey N. KULKOV, MATTYASOVSZKY ZSOLNAY Eszter, Prof. Dr. OPOCZKY Ludmilla, Dr. PÁLVÖLGYI Tamás, Dr. RÁCZ Attila, Dr. RÉVAY Miklós, Prof. Dr. Tomasz SADOWSKI, SCHLEIFFER Ervin

Tanácsadó Testület - Advisory Board Dr. BERÉNYI Ferenc, FINTA Ferenc, KATÓ Aladár, KISS Róbert, KOVÁCS József, Dr. MIZSER János, SÁPI Lajos, SOÓS Tibor, SZARKÁNDI János

A folyóiratot referálja: Cambridge Scientific Abstracts, ProOuest. A szakmai rovatokban lektorált cikkek jelennek meg. Kiadja a Szilikátipari Tudományos Egyesület 1027 Budapest, Fő u. 68. Telefon és fax: 06-1/201-9360 E-mail: info@szte.org.hu Felelős kiadó: Dr. SZÉPVÖLGYI János SZTE ELNÖK Egy szám ára: 1000 Ft A lap az SZTE tagok számára ingyenes.

A 2010. évi megjelenést támogatja: "Az Építés Fejlődéséért" alapítvány

Nyomdai munkák: Sz & Sz KFT. Tördelő szerkesztő: NÉMETH Hajnalka Belföldi terjesztés: SZTE Külföldi teriesztés: BATTHYANY KULTUR-PRESS KET

HIRDETÉSI ÁRAK 2010:

32 borító színes	139 000 Ft + ÁFA
33 borító színes	128 000 Ft + ÁFA
34 borító színes	150 000 Ft + ÁFA
/1 oldal színes	105 000 Ft + ÁFA
/1 oldal fekete-fehér	58 000 Ft + ÁFA
/2 oldal fekete-fehér	29 000 Ft + ÁFA

Az előfizetési és hirdetési megrendelő letölthető az SZTE honlapjáról.

A lap teljes tartalma olvasható a www.szte.org.hu honlapon. HU ISSN 00 13-970x INDEX: 2 52 50 . 62 (2010) 1-32

A Szilikátipari Tudományos Egyesület TÁMOGATÓ TAGVÁLLALATAI

3B Hungária Kft. • Air Liquide Kft. • Altek Kft. • Anzo Kft. Baranya Tégla Kft. • Basalt Középkő Kőbányák Kft. Berényi Téglaipari Kft. • Betonopus Bt. • Budai Tégla Zrt. Cemkut Kft . Colas-Északkő Kft Complexlab Kft. . Deco-Mat Kft. Duna-Dráva Cement Kft. • G&B Elastomer Trade Kft. Gamma-Kerámia Kft. . GE Hungary Kft. . Geoteam Kft. Hunext Kft. • Imerys Magyarország Tűzállóanyaggyártó Kft. Interkerám Kft. • Keramikum Kft. • KK Kavics Beton Kft. KŐKA Kő- és Kavicsbányászati Kft. • Kötés Kft. KTI Nonprofit Kft. • Kvarc-Ásvány Kft. Lambda Systeme Kft. . Libál Laios . Licht-Tech Kft. Magyar Téglás Szövetség • Mályi Tégla Kft. Messer Hungarogáz Kft. • MFL Hungária Kft. Mineralholding Co. Ltd. MTA KK Anyag- és Környezetkémiai Intézet Nagykanizsa Téglagyár Kft. • OMYA Hungária Kft. Pannon-Perlit Kft. . Perlit-92 Kft. Saint-Gobain Construction Products Hungary Kft. Szema-Makó Kft. • SZIKKTI Labor Kft. Tégla- és Cserépipari Szolgáltató Kft. • Wienerberger Zrt. WITEG Kőporc Kft. • Xella Magyarország Kft. Zalakerámia Zrt. - Zsolnay Porcelánmanufaktúra Zrt.

Synthesis, microstructural analysis and mechanical properties of alumina-matrix cermets

José G. MIRANDA-HERNÁNDEZ - Departamento de Materiales, Universidad Autónoma Metropolitana

SEBASTIÁN DÍAZ DE LA TORRE - CIITEC-IPN, Cerrada de Cecati S/N

ENRIQUE ROCHA-RANGEL • Departamento de Ingeniería Metalúrgica • nrqrocha@gmail.com Received: 11.06.2009. • Érkezett: 2009.06.11. http://dx.doi.org/10.14382/epitoanyag.jsbcm.2010.1

 AI_2O_3 matrix cermets have been produced from mechanically mixed powders containing different metals (AI, Fe or Ti) as reinforcements. The powder mixture was compacted to cylindrical samples, which were subjected to pressure-less sintering 1500 °C for 1 h. Microstructure of the sintered bodies was studied by optical and electron microscopy. It was found that microstructure of cermets with AI and Fe consisted of equally distributed metallic particles in the AI_2O_3 matrix. However, cermets with Ti reinforcement were characterized by a metallic network interconnected with the matrix material. The relative densities of the AI-, Fe- and Ti-containing cermets in order were 93%, 93.5% and 87.3%, respectively. These densities and the microstructure of particular cermets most probably make possible to produce composites with small elastic modulus and improved fracture toughness. It was concluded that incorporation of a ductile metal into a hard ceramic matrix improves its fracture toughness.

The probable toughening mechanism is crack bridging due to the homogeneous distribution of ductile metal in the microstructure of cermets.

Keywords: Al₂O₃-Al, Al₂O₃-Ti, Al₂O₃-Fe, cermets, metallic network

Introduction

Alumina-based ceramics (Al₂O₃) possess excellent physical and chemical properties, as well as good mechanical resistance and thermal stability [1]. Nevertheless, their applications are some limited since they present high fragility; it is to say, they are not deformed easily under the action of a load due to their high values of Young's module. Because of this particularity Al₂O₃ ceramics are very sensitive to minimal defects in their microstructure, which acts as point of beginning of cracks [2, 3]. In consequence the trend of obtaining new materials with combinations of properties between ceramic and metals with good mechanical resistance, together with improved fracture toughness, has done the develop of new materials systems ceramic-based, reinforced with metallic particles and in addition fabricated by emergent methods of processing. In some recent studies there has been demonstrated that ceramic materials can improve their fracture toughness by means of the homogeneous incorporation of fine particles in their matrix of ductile metals. As example of them, they have been reported the production by diverse methods and with different reinforcement metal amounts of Al₂O₂/Al [4], Al₂O₃/Cr [5], Al₂O₃/Cu [6], Al₂O₃/Ni [7], Al₂O₃/Mo [8], Al₂O₃/Ti aluminide [9] and Al₂O₃/Ni₃Al [10]. Some of these composites were synthesized by powders' techniques, which departs from a mixture of powders from a high energy mechanical grinding, and later are submitted to a pressing process, and finally they are sintered to certain time and temperature giving the desired composite material, that in comparison with the material base, this one experiences a decrease in their hardness and elasticity module, while, his fracture toughness increases, factors that in a general way favor the fact that the new composite tolerates better the generation and growth of cracks when this one is working under the action of loads.

2 építőanyag • 2010/1 • 62. évf. 1. szám

José G. MIRANDA-HERNÁNDEZ

actually is enrolled at the doctor's program in Materials Science and Engineering of the Metropolitan Autonomous University in Mexico City. In this same university he has studied his master and bachelor degrees in the fields of materials science and physical engineering respectively. His main field of work is the study of ceramic materials reinforced with metals, from where he has written several works.

Enrique ROCHA-RANGEL

actually is titular professor at the Metallurgy Engineering Department of the National Institute Politechnique (IPN) in Mexico City. He has gotten his bachelor and master in Metallurgical Engineering by the IPN. His doctoral was in the field of Metallurgy and Materials in the IPN. He also had research stay and postdoctoral studies in the Toyohashi University of Technology, Japan and Oak Ridge National Laboratory, USA respectively. His main field of work is the study of composite materials reinforced with different metals, ceramics and polymers, from where he has written several works.

Sebastián DÍAZ DE LA TORRE

actually is titular professor in the Research and Innovation Technology Center of the IPN. His bachelor studies were in the field of the Chemistry Engineering by the Autonomous Zacatecas University in México. He has gotten his master degree in Metallurgical Engineering

by the IPN. Whereas, his doctoral studies were in the field of the Materials Processing in the Kyoto University, Japan. He had worked for more than 10 years as an invited researcher in the Technological Research Institute of Osaka, Japan. His main field of work is in the referent to production and characterization of structural materials, from where he has written several works.

Experimental

The raw materials are powders of Al₂O₂ (99.9%, 1 µm, Sigma, USA) and Al, Fe and Ti in powder (99.9% purity, 1-2 µm, Aldrich, USA). The amount of powders used is that one that allows at the end of the processing the obtaining of the next cermets; Al₂O₃-10 vol.% Al, Al₂O₃-10 vol.% Ti and Al₂O₃-10 vol.% Fe, which from now on it, will be called C1, C2 and C3 cermets respectively. The powders are submitted to mixinggrinding process with the help of a horizontal mill that is working a speed of rotation of 300 rpm during 12 h and using as elements of grinding balls of ZrO₂ stabilized with Y₂O₂, the ratio balls weight/powder weight is of 25:1. With the obtained powders' mixture, they are fabricated cylindrical samples with dimensions of 20 mm in diameter and 3 mm in thickness; this is made by uniaxial pressing in cold using 200 MPa. Then the compacted samples are pressureless sintered at 1500 °C during 1 h using a nitrogen atmosphere inside the furnace. The speeds of warming and cooling are kept constant and equal to 10 °C/min. The characterization of the synthesized products is carried out of the following way; Sample's density is evaluated by Arquimedes' method. The hardness is measured with the help of Vickers equipment. The fracture toughness is determined by the indentation fracture method using Evans's equation [11]. The elastic module of the materials is valued by ultrasound technologies. The microstructure of the composites is observed with help of a scanning electron microscope (SEM) and an optical microscope (OM). The SEM is equipped with a detector of energy dispersive of X-ray (EDX) with which the constituents present in the microstructure could be identified.

Results and discussion

In Table 1. they are reported the results of the densities measurements of samples in green, sintered, theoretical and the relative densification for C1, C2 and C3 cermets. In this table, the density in green obtained for the three different composites is very similar, this particularity is attributed to that composites, were made under the same conditions of load-weight relation. After sintered materials at 1500 °C during 1 h, the material that reaches the best densification is the cermet that contains Ti, who obtained a relative densification of 93.5%, followed by the one that contains Al with 93% and finally the cermet that contains Fe with only 87.3% of its relative density. The reason of obtaining differences in the densification depends on the thermal properties and densities of the different used metals. In consequence the mass transfer phenomenon happens in a different way, depending of the metal that reinforces the ceramic one. The cermet that contains Al should have been sintered with the formation of a liquid phase, since the sintered temperature is higher than 660 °C that corresponds to the melting point of this metal. Whereas, the two other cermets were consolidated via solid sintering. Density of Al (2.7 g/cm³) and principally density of Ti (4.5 g/cm³) are similar to density of alumina (4 g/cm^3) , in this sense they are a good homogenization of metallic particles during and after milling so this maintain good contacts between ceramic and metallic particles helping in a good diffusion during the sintering process. On the other hand, Fe has a very high density (7.86 g/cm³) in comparison with alumina, so this causes that they are not many contacts between ceramic and metallic particles after milling and consequently during sintering and for that reason densification of this cermet is very poor.

Cermet	Al ₂ 0 ₃ -10% Al	Al ₂ 0 ₃ -10% Ti	Al ₂ 0 ₃ -10% Fe
Green density (g/cm ³)	1.56	1.57	1.56
Experimental density (g/cm ³)	3.61	3.79	3.83
Theoretical density (g/cm ³)	3.87	4.05	4.39
Relative density (%)	93.00	93.50	87.30

Table 1. Densities of different cermets

1. táblázat Az előállított különböző fémkerámiák sűrűség értékei

Microstructure

The microstructure observed by optical microscope correspondent to Al_2O_3 -10 vol.% Al and Al_2O_3 -10 vol.% Fe cermets is showed in Figures 1a and 1b respectively, in both cases the ceramic matrix is identified by an opaque phase, whereas, the clear and brightness phase corresponds to the distribution of the metallic particles in the matrix. The microstructure for C1 and C3 cermets is similar, though, for the C3 cermet the size of particle is coarser in comparison with

the particles in C1 cermet that presents a good distribution of small particles in the matrix of the composite. This can owe to the high values of density of the Fe compared with that of the alumina, that provoke its segregation towards certain zones of the matrix, besides the generation of cracks and pores in the cermet. The microstructure observed in Figure 1c corresponds to C2 cermet, in this figure it is appreciated a metallic network finely distributed in the ceramic matrix. Though the Ti did not melt, this one receives the sufficient energy to be able to move inside the compound and form the metallic network and of there the observed microstructure in the composite.



a) C1 cermet



b) C3 cermet



c) C2 cermet

Fig. 1. Microstructure pictures taken with optical microscope (50X) 1. ábra A mikroszerkezet optikai mikroszkópos felvételei (50x)

Scanning electron microscopy (SEM). Looking Figure 2a that shows the microstructure of the C1 cermet it can be seen that the microstructure is formed by small and uniform grains, without stopping observing any big grains. With help of the EDX analysis it was determined that the gray phase corresponds to the Al₂O₂ ceramic matrix, though that the metallic particles here are not observed. A good densification is present in the composite, considering in addition the homogeneous distribution of the metallic particles that are visible in optical microscope, which also is tied to the presence of a minimal distribution of pores (black zones) apparently small. The grain's size of the matrix is in average about $4 \mu m$, though they managed to observe bigger grains. In Figure 2b it is possible to observe the microstructure of the C2 cermet, here it observed a material with a thin and homogeneous microstructure, with a good distribution of the metallic particles (clear phase) in the matrix, same that were identified as Ti by the EDX analysis. The grain's size of both phases is changed, in average for the grains of the matrix ranges between 3 µm and 10 µm, whereas, for the metallic particles it is of approximately 4 µm. Finally the microstructure of the C3 cermet appears in Figure 3c, in this figure seemingly there is no presence of metallic particles in the material since the microstructure is constituted principally by an opaque phase that corresponds to the ceramic matrix according to the EDX analysis. This owes practically to that the metallic particles during the sintered were segregated to certain zones of the material increasing this way their size; consequently their distribution in the matrix diminishes. As for the densification it refers, is observed that there is presence of pores of different size, this brings as consequence a decrease in the density of the compound. Likewise, is observed a homogeneous size of grain of the ceramic one.



a) C1 cermet



b) C2 cermet



c) C3 cermet

Fig. 2. Microstructure pictures taken with scanning electron microscope 2. ábra A mikroszerkezet pásztázó elektronmikroszkópos felvételei

In Figure 3 it is presented the microstructure of the C2 cermet taken with the help of SEM at low magnifications, here there is clearer the formation of a thin metallic network (clear and brightness phase) formed by the Ti used as reinforcement of the ceramic. This network surrounds well some of the matrix grains. In a general way there is the presence of a cermet with a thin and homogeneous microstructure constituted by a metallic semi-constant network interpenetrated with the ceramic matrix.



Fig. 3. Metallic network formed by titanium in the ceramic matrix 3. ábra Titán fémszövedék a kerámia mátrixban

Mechanical properties

The Table 2. shows the values of microhardness, Young's module and fracture toughness as a function of the metallic element used as reinforcement of the ceramic matrix. It is observed that the C2 cermet is that of major hardness followed by C3 and C1 cermets respectively, this makes think that the ceramic matrix diminishes her hardness in combination of these metals and that it depends not only on the percentage of the present metal in the composition, if not, also of the hardness of each metal, it means, the hardness of Ti is major that of the Fe and Al respectively, and this way is made notice in the cermets. The fact that the hardness of the matrix diminishes in presence of a metal it is an indication of which the elastic module meets affected. Considering that the elastic module, it a measurement of the resistance of the material to the elastic deformation. Also from Table 2 it can be observed that in all cases the fracture toughness of monolithic Al₂O₃ was improved, principally in cermets reinforced with Ti. In general the incorporation of metals in the ceramic matrix enhances the fracture toughness due to plastic deformation of the metallic phase, which forms crack-bridging ligaments when a crack is growing in the material under a tensile stress action. In other words, energy absorbed for plastic deformation makes energy unavailable for crack extension. Additionally, the deformed particles could bridge the faces of the crack wake. Thereby exerting closure stresses, reducing the effect on the stress intensity at the crack tip [12, 13]. For the case of Al_2O_3/Ti system: because titanium and alumina densities are very similar, Ti is well dispersed in alumina matrix, forming a good and homogeneity interface in the composite microstructure that promotes diffusion and densification, as a consequence good toughening of the final material.

Composite	Microhardness (GPa)	Young's module (GPa)	K _{ıc} (MPa∙m ^{-1/2})
Al ₂ O ₃	20.97 +/- 1.7	257.00	3.2 +/- 0.2
Al ₂ 0 ₃ -10% Al	18.62 +/- 1.3	73.98	4.1 +/- 0.1
Al ₂ 0 ₃ -10% Fe	18.51 +/- 1.5	50.17	3.7 +/- 0.1
Al ₂ 0 ₃ -10% Ti	18.17 +/- 1.5	22.88	4.8 +/- 0.1

 Table 2.
 Mechanical properties values of different cermets fabricated

 2. táblázat
 Az előállított különböző fémkerámiák mechanikai tulajdonságai

Conclusions

Different Al_2O_3 -based composites reinforced with metallic particles (Al, Fe or Ti) were fabricated successfully through the combination of mechanical milling and sintering.

The degree of final densification in the cermets depends strongly on the reinforcement metal used in the same ones, since the thermal properties and density of this one influence the phenomena of diffusion. The cermet with better densification after sintering is the one that contains Ti reaching a densification of 93.5% of its theoretical density, followed by that one that contains Al with 93% and finally the cermet that contains Fe with 87.3% of relative density.

The obtained microstructure corresponds to a homogeneous distribution of metallic particles for the case of the Al_2O_3 -10% Al cermet. The microstructure of the Al_2O_3 -10% Fe cermet is very heterogeneous due to the segregation of the Fe during the sintering, which owes to the high value of the density of the Fe in comparison with that of the alumina. The microstructure of the Al_2O_3 -10% Ti cermet presents a metallic semi-constant network formed by the titanium, same that meets interpenetrated with the ceramic matrix.

From the fracture toughness measurements and microstructure observations, it can be commented that the toughening mechanism in Al_2O_3 /metal reinforced cermets is due to crack bridging.

Acknowledgment

Authors would thank Universidad Autónoma Metropolitana for technical and financial support from 2260235 project and ESIQIE-IPN for technical support.

References

- Miranda, J.G.: Efecto del contenido de Cu en las propiedades mecánicas y resistencia eléctrica de un material compuesto base Al₂O₃, Master Thesis, UAM-A, Mexico, 2006.
- Rebolledo, C.P. Jiménez, R.: Ciencia de Materiales Teoría-Ensayos-Tratamiento, Ediciones Pirámide, Spain, 1993.
- [3] Meza, J.: Tenacidad a la Fractura en Cerámicos, Master Thesis, Universidad Nacional de Medellín, Colombia, 2001.
- [4] Konopka, K. Szafran, M.: Fabrication of Al₂O₃-Al Composites by Infiltration Method and Their Characteristics, J. Mater. Proc. Technol., 175, (2006), pp 266-270.
- [5] Marci, C. Katarzyna, P.: Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Al₂O₃-Cr Nanocomposites, J. Eur. Ceram. Soc., 27, (2007), pp. 1273-1279.
- [6] Miranda Hernández J.G. Soto Guzmán, A.B. Rocha-Rangel, E.: Production and Characterization of Al₂O₃-Cu Composite Materials, J. Ceram. Proc. Res., 7, (2006), pp. 311-314.
- [7] Lieberthal, M.I. Kaplan, W.: Processing and Properties of Al₂O₃ Nanocomposites Reinforced with Sub-Micron Ni and Ni Al₂O₄, Mater. Sci. Eng., A302, (2001), pp. 83-91.
- [8] Lucchini, E Casto, S. Sbaizero, O.: The Performance of Molybdenum Toughened Alumina Cutting Tools in Turning a Particulate Metal Matrix Composite, Mater. Sci. Eng., A357, (2003), pp. 103-106.
- [9] Travirskya, N. Gotmanb, I. Claussen, N.: Alumina-Ti Aluminide Interpenetrating Composites: Microstructure and Mechanical Properties, Mater. Lett., 57, (2003), pp. 3422-3426.
- [10] Sglavo, V.M Marinob, F. Zhang, B.R. Gialanella, S.: Ni₃Al Intermetallic Compound as Second Phase in Al₂O₃ Ceramic Composite, Mater. Sci. Eng., A239-240, (1997), pp. 665-671.
- [11] Evans, A.G. Charles. E.A.: Fracture toughness determination by indentation, J. Am. Ceram. Soc., Vol.59, (1976), pp. 371-372.
- [12] Ji, Y. Yeomans, J.: Processing and Mechanical Properties of Al₂O₃-5 vol. % Cr Nanocomposites, J. Eur. Ceram. Soc., 22, (2002), pp. 1927-1936.
- [13] Lalande, J. Scheppokat, S. Jansen, R. Claussen, N.: Toughening of Alumina/Zirconia Ceramic Composites with Silver Particles, J. Eur. Ceram. Soc., 22, (2002), pp. 2165-2171.

Alumínium-oxid mátrixú fémkerámiák szintézise, mikroszerkezetének elemzése és mechanikai tulajdonságai

Porkohászati úton szintetizáltunk alumínium-oxid mátrixú fémkerámiákat különböző szilárdságnövelő fémekkel (Al, Fe vagy Ti). A fémkerámiák készítéséhez száraz mechanikus porkeverékeket használtunk. A porkeverékekből henger alakú próbatesteket préseltünk, melyeket nyomás nélkül, 1500 °C hőmérsékleten 1 órán át szintereltünk. Az így előállított anyagok mikroszerkezetét optikai- és elektronmikroszkóppal vizsgáltuk. A megfigyelések alapján a fémkerámiák egy Al₂O₂ kerámiai mátrixból állnak, a fém alumíniumot és vasat tartalmazó fémkerámiák esetében a fémrészecskék ebben a mátrixban vannak elszórva. A fém titánt tartalmazó fémkerámiák esetében viszont egy a kerámia mátrixszal összefonódó fémszövedék figyelhető meg. Az Al, Fe és Ti tartalmú fémkerámia próbatestek relatív sűrűsége megfelelően 93%, 93,5% és 87,3% volt. Ez a sűrűség, a fémkerámiák mikroszerkezetével egyetemben, lehetővé teszi kis rugalmassági modulusú, megnövelt szakítószilárdságú kompozit anyagok előállítását. Ebben az értelemben kijelenthető, hogy egy nyújtható fémnek a szilárd kerámiai mátrixszal való elegyítése a mátrix szívósságának növeléséhez vezet. A szívósság növelésének mechanizmusa valószínűleg azon alapszik, hogy a jelenlévő, finoman eloszlatott fém mintegy "áthidalja" a fémkerámia mikrorepedéseit.

Kulcsszavak: AI_2O_3 -AI, AI_2O_3 -Ti, AI_2O_3 -Fe, fémkerámiák, fémszövedék

A K_{uc} feszültségintenzitási paraméter kísérleti meghatározása új típusú beton próbatesteken, 1. rész

FEHÉRVÁRI SáNDOR • DE Műszaki Kar Építőmérnöki Tanszék • Fehervari.Sandor@t-online.hu GÁLOS MIKLÓS • BME Építőanyagok és Mérnökgeológia Tanszék • mgalos@freemail.hu SALEM G. NEHME • BME Építőanyagok és Mérnökgeológia Tanszék • sgnehme@yahoo.com Beérkezett: 2009.09.22. • Received: 22.09.2009. http://dx.doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2010.2

Determination of K_{IIC} **stress intensity factor on new shape concrete specimens (Part I)** Under load, the number of fissures in concrete or reinforced concrete increases, and such cracks will be the starting points of failure. In order to understand failure of such structures, the analysis of the stress state of crack tips is necessary, which is the subject mater of fracture mechanics. Due to material inhomogeneity and different modular coordination, the fracture analysis of concrete is more complex than the original tests devised for metals. While methods and specimens have been developed for tension failure (type I), the mode of examining shear failure (type II) has not yet been unequivocally established. This paper and its sequels focus on the analysis and test procedures of a new, compact specimen for examining the K_{IIC} strength intensity factor.

1. Bevezetés

A betonban és vasbetonban, az anyag természetéből kifolyólag, terhelés nélkül is repedések, pórusok, "hibahelyek" találhatóak. Terhelés hatására növekszik ezeknek a "hibáknak" a száma. A törésmechanika tárgya az anyagban található repedés körüli feszültségállapot leírása, jellemzése, valamint a repedés továbbterjedéséhez tartozó paraméterek meghatározása. Griffith [1] megállapítása szerint bármely anyag tönkremenetele a benne található hibahelyeknél kezdődik el. Ilyen "hibahely" a betonban található minden repedés, mikrorepedés, megnyílt pórus stb. Az anyag törésmechanikai tulajdonságainak jellemzésére speciális alakú és kialakítású próbatestek vizsgálatával, a diszkrét, előre elkészített repedés (bemetszés) továbbterjedésének elemzésével van lehetőség. Habár eddig több, különböző alakú és méretű próbatestre dolgoztak ki összefüggéseket, betonokra még nincs egyértelműen szabványosított vizsgálati eljárás és meghatározási módszer. A korábbi kutatások, az irodalmi hivatkozások szerint is, rendkívül változatos kialakítással és mérettartománnyal vizsgálták a betonok/vasbetonok (és ide sorolhatjuk a többi kőszerű anyag) törésmechanikai paramétereit.

2. Törésmechanika alapelvek

A feszültségkoncentrációk elemzése és elméleti megoldása a törésmechanika kutatásának tárgya. A szilárdsági vizsgálatok értékelése során az anyagvizsgálók, az éles bemetszés környezetében meglepő feszültségkoncentrációkat mutattak ki.

Az anyagban megjelenő repedések, megváltoztatják a feszültségek eloszlását, és a repedéscsúcs környezetében a feszültségkoncentráció hatására következik/következhet be a tönkremenetel.

A repedéscsúcs feszültség-problémájának elméleti és kísérleti vizsgálata a múlt században párhuzamosan folyt. Elsődlegesen a fémek vizsgálata került az érdeklődés középpontjába. A numerikus eszköztár is először lineáris elméletek segítségével közelítette a megoldást. A kutatások előrehaladtával és az is-

Dr. FEHÉRVÁRI Sándor

(1981) okl. építőmérnök (BME 2006), okl. szerkezetépítő betontechnológus szakmérnök (BME 2009), PhD (BME 2009). Adjunktus, Debreceni Egyetem Műszaki Kar Epítőmérnöki Tanszékén, a BKV DBR Projekt Igazgatóság projekt menedzsere. Fő érdeklődési területe az alagúttüzek természete, leírása és a szerkezetre gyakorolt hatása, speciális mély- és alagútépítés módszerek, szerkezeti- és háttérinjektálás, alagút és mélyépítési szerkezetek építéstechnológiai és utólagos javítási kérdései. Tagja a Magyar Alagútépítő Egyesületnek, a fib Magyar Tagozatának, a Közlekedéstudományi Egyesületnek, a Szilikátipari Tudományos Egyesületnek és az Építéstudományi Egyesületnek.

Dr. GÁLOS Miklós

(1938) okl. építőmérnök (ÉKME 1961), acélszerkezeti szakmérnök (BME 1967), műszaki doktor (BME 1971), műszaki tudományok kandidátusa (MTA 1992), PhD (BME 1997), habilitált doktor (BME 1998). 1961-63 Győri Vagon és Gépgyár szerkesztő mérnök, 1963-78 részlettervező, irányító tervező. szakosztályvezető a VEGYTERV és OLAJTERV építési főosztályain. 1978-tól nyugdíjba

vonulásáig a BME Építőmérnöki Karán tudományos főmunkatárs, egyetemi docens, egyetemi tanár. 1992-től a BME Építőanyagok és Mérnökgeológia Tanszékén ny. egyetemi tanárként vesz részt a tanszék oktatási, kutatási munkájában. Fő érdeklődési területe a kőzetek kőzetfizikai, kőzetmechanikai tulajdonságainak elméleti és kísérleti vizsgálatokkal történő meghatározása, az építési kőanyagok minősítése. Magyarországon elsőként foglalkozott a kőzetek törésmechanikájával, új vizsgálati módszerek bevezetésével. A Szilikátipari Tudományos Egyesület Kő- és Kavics Szakosztályának elnöke. A Magyarhoni Földtani Társulat és a *fib* Magyar Tagozat tagja.

Dr. Salem Georges NEHME

(1963) okl. építőmérnök (BME 1992), vasbetonépítési szakmérnök (BME 1996), PhD (BME 2005). Egyetemi docens, a BME Építőanyagok és Mérnökgeológia Tanszék laborrészleg-vezetője. Fő érdeklődési területei: Nagyszilárdságú betonok és habarcsok kutatása. Az öntömörödő betonok tartóssági és összefüggése a porozitási kérdéseinek összefüggés-vizsgálata. Az öntömörödő betonok tartóssági kérdései és összefüggése a porozitásal. Betontechnológia különleges betonok területén, pl. az öntömörödő betonok tartássági kérdései és összefüggése a porozitásal. Betontechnológia különleges betonok területén, pl. az öntömörödő betonok tömegbetonként való alkalmazása és a felmerülő problémák (hőmérséklet-eloszlás okozta repedések) megszüntetése. Tömegbetonok minőségellenőrzése, látszóbetonok, nehéz adalékanyagokkúl betonok készítése, a nehézbetonok vizsgálatai, másodlagos (építési -, bontási) építőanyagok újrahasznosítása, vasbeton szerkezetek megerősítése szénlamellával, vasbetonszerkezetek tartóssága. Acélszál-erősítésű vasbeton lemezek átszúródási teherbírásának növelése acélszálakkal. A fib Magyar Tagozat és a Szilikátipari Tudományos Egyesület tagja.

meretek bővülésével a jelenség leírására egyre bonyolultabb matematikai modellek születtek. A lineárisan rugalmas tárcsafeladatok megoldásából a törésmechanikai alapegyenletek speciális, komplex matematikai eszközökkel történő levezetésére tett kísérletek a XX. század elején jártak először sikerrel. Koloszov 1907-ben, majd Inglis 1913-ban és Muszhelisvili 1915-ben egymástól függetlenül is komplex feszültség-függvényes megoldásokat dolgozott ki lineárisan rugalmas tárcsában lévő lyukak környezetében lévő feszültségállapot leírására. A kidolgozott megoldások előbb kör, majd ovális alakú lyukakra, előbb egy, majd néhány (nem túl sok) gyengítésre vonatkoztak ([2, 3, 4]). Egyes speciális esetekre Westergaard [5] is megadott, "könnyebben" használható komplex feszültség-függvényes megoldásokat. A kétdimenziós feladatok általánosított megoldását először Sih és Rice [6] publikálta. A háromdimenziós analitikus megoldás levezetésére tett kísérletet Sneddon [7], azonban eredményeivel csak egyes speciális feladatok megoldására nyílt lehetőség.

1920-ban *Griffith* a repedéscsúcs környezetének energiaelvű megközelítését adta ([1, 8]). A minden határon túl keskenyített ellipszis (1. ábra) alakú lyuk végpontja körüli feszültségeloszlás a matematikai modellje szinguláris eredményhez (végtelen feszültségekhez) vezet a repedéscsúcsnál. Az energiaelvű megközelítés ugyanakkor egy teljesen új irányt adott a törésmechanika fejlődésének.



1. ábra Repedésmodell és feszültségkoncentráció Griffith szerint [8] Fig. 1. Crack modell and stress concentration according to Griffith [8]

Griffith [1] elméletével és az ezt alátámasztó kísérletekkel bebizonyította, hogy az üvegfonal szakítószilárdsága széles határok között, az átmérő függvényében 35–85 N/mm² (d > 10 mm) és 11 500 N/mm² (d = atomiális), változhat ([1, 9]). Hasonló, nagyságrendbeli eltérésre jutott a cementkő vizsgálatánál *Jaeger és Cook* [10] is. Kutatásaik szerint a cementkő elméleti szilárdsága elérheti az 10 500 N/mm²-es értéket is, tehát a hibahelyek és egyéb gyakorlati körülmények az anyag szilárdságát az elméletileg lehetséges érték mintegy *1%-ra csökkentik!*

Irwin [11], a repedéscsúcs környezetének analitikai feszültség-vizsgálatai alapján javasolta, hogy:

- Tipizáljuk a repedésfajtákat olyan módon, hogy közöttük – lineárisan rugalmas anyagi viselkedést feltételezve a szerkezetről – érvényes legyen a szuperpozíció.
- A repedéscsúcs vizsgálatára az addig alkalmazott képletek átalakításával vezessünk be új metrikát, amely anyagi jellemzőként mércéje lesz a csúcs környezetében fellépő feszültségkoncentrációnak.

Irwin tipizálási javaslata alapján az első csoportba (I-es típus) tartoznak a húzással, a másodikba (II-es típus) a nyírással, míg a harmadikba (III-as típus) a csavarással terhelt repedések (2. ábra).



2. ábra Repedés-terhelési alapesetek Irwin szerint [8] Fig. 2. Crack load patterns according to Irwin [8]

Lineárisan rugalmas esetben így az anyagi jellemzőnek tekintett feszültségintenzitási paraméterek segítségével egy elliptikus alakú lyuk minden határon túl történő keskenyítésével (3. ábra) előálló repedéscsúcs környezetében létrejövő feszültségkoncentrációk meghatározhatók az (1) egyenlet összefüggéseivel.





Fig. 3. Idealized stress state of a crack-tip [12]

$$\sigma_{ij}(r,\theta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi R}} \left\{ K_{I} f_{ij}^{I}(\theta) + K_{II} f_{ij}^{II}(\theta) + K_{III} f_{ij}^{III}(\theta) \right\}, i, j \to x, y, z \\ u_{i}(r,\theta) = \frac{1}{2\mu} \sqrt{\frac{R}{2\pi}} \left\{ K_{I} g_{i}^{I}(\theta) + K_{II} g_{i}^{II}(\theta) + K_{III} g_{i}^{III}(\theta) \right\}, i \to x, y, z \right\}$$
(1)

ahol *K*, *K*,

$$f^{I}_{ij} f^{II}_{ij} f^{III}_{ij} e^{ij} g^{II}_{ij} e^{ij} g^{II}_{i} g^{II}_{i} = - a \operatorname{konkr}_{i}$$

konkrét feladat terhelési és peremfeltételi viszonyai

- *R* repedéscsúcs sugara
- λ Lamé féle anyagállandó

A feszültségintenzitási tényező **"***K*" betűje *Irwin* legközelebbi munkatársának, a laboratóriumi méréseket végző, *Kies*-nek a nevét őrzi.

A feszültségintenzitási tényezők a gyors repedésterjedéssel szembeni ellenállás mérőszámai. Feszültségintenzitási vizsgálatoknál a számítási eredményből kapott feszültségintenzitási tényezőt az anyagra jellemző kritikus feszültségintenzitási tényezővel kell összehasonlítani.

A feszültségintenzitási tényező dimenziója *erő* × (*hossz*)^{-3/2} vagy *feszültség* × (*hossz*)^{1/2}.

Jelen cikkünkben a feszültségintenzitási paraméterek közül nem leggyakrabban vizsgált húzási, hanem – a betonok esetében – elhanyagoltabb nyírási paraméterrel foglalkozunk.

3. Betonok és egyéb kőszerű anyagok törésmechanikai vizsgálata

3.1. Húzási (K_{IC}) feszültségintenzitási tényező meghatározása

Az eredetileg a fémekre kidolgozott próbatestekről (lásd pl. ASTM E 399-81 [13]) hamarosan kiderült, hogy kőszerű anyagok esetén vagy az anyag rideg viselkedése, vagy a durvább szövetszerkezet miatt nem alkalmazhatóak. A már kipróbált próbatest formák méretbeli növelésével és az anyagi viselkedéshez történő adoptálásával születtek meg a járatos, jobbára a $K_{\rm IC}$ feszültségintenzitási tényező meghatározását szolgáló kísérleti elrendezések (teljesség igénye nélkül lásd a 4–7. ábrán). Minden kísérleti elrendezésnél sajátos, ún. geometria függvény segítségével számítható a feszültségintenzitási tényező.



4. ábra Három pontosan hajlított bemetszett próbatest [14] Fig. 4. Tree-point bended notched speciemen [14]



5. ábra Húzott, bemetszett próbatest [15] Fig. 5. Pulled notched specimen [15]



6. ábra "Negatív V" bemetszésű próbatest (Short Rod) [16] Fig. 6. Speciemen (Short Rod) with "negative V" notch [16]



7. ábra "Sajt" alakú próbatest [12] Fig. 7. "Cheese" form specimen [12]

3.2. Nyírási ($K_{\scriptscriptstyle \rm IIC}$) feszültségintenzitási tényező meghatározása

A nyírási (II-es típus) feszültségintenzitási tényező kritikus értékének (K_{IIC}) meghatározásához új, "kis méretű" próbatesteket vezettünk be. Felhasználva *William és Birch* [17] polimerekre kidolgozott húzott, félig-félig bemetszett próbatest-kialakítási ötletét (8. ábra), valamint *Vutukuri és társai* [18], *Barragán és társai* [19] betonon (9–10. ábra) és *Gálos és Kövesdi* [20] építőköveken végzett vizsgálatait (11. ábra.), féligfélig bemetszett, nyomott hasáb ill. henger alakú próbatesteket használtunk. Ilyen kialakítás esetén a két bemetszés közötti középső szakasz elnyíródásából határozható meg a K_{IIC} értéke.



8. ábra Húzott polimer próbatest, K_{IIC} meghatározásához [17] Fig.8. Pulled polymer specimen for testing K_{IIC} [17]



9. ábra Félig-félig bemetszett próbatest nyíróvizsgálata [19] Fig. 9. Shear test of a half-half notched speciemen [19]



10. ábra Nyíróvizsgálat végeselemes modellezése (a) nyomófeszültség; b) húzófeszültség; c) nyírófeszültség eloszlása) [19]

Fig. 10. FE modelling of shear test (a) compressive stress; b) tension stress; c) shear stress) [19]



11. ábra Nyíróvizsgálat építőköveken [20]

Fig. 11. Shear tests on structural stone speciemens [20]



Mivel hasonló kialakítású próbatestekkel korábban nem végzetek ilyen jellegű vizsgálatokat, a terhelési és peremfeltételek által befolyásolt geometriai függvény sem állt rendelkezésre. Ennek meghatározásának egyik módja a kísérletekkel párhuzamosan (vagy esetleg a laboratóriumi munka teljes elhagyásával) végzett numerikus modellek vizsgálata, ahol a kialakításból eredő változók széles spektrumában lehetséges a vizsgálat. Kutatásaink során ugyanakkor a párhuzamosan elvégzett $K_{\rm IC}$ ill. $K_{\rm IIC}$ értékeket meghatározó vizsgálatok eredményei közötti összefüggés felhasználásával javasoltunk paramétereket a geometriai függvényre. Gálos [21] javaslata alapján a $K_{\rm IIC}/K_{\rm IC}$ hányadost 1,15 értékűnek választottuk.







14. ábra Bemetszett, 60 mm átmérőjű, félbevágott henger elvi kialakítása Fig. 14. Schemaitic shape of a notched halved cylinder, diameter 60 mm



15. ábra Bemetszett, 60 mm átmérőjű, félbevágott henger elvi kialakítása Fig. 15. Schemaitic shape of a notched halved cylinder, diameter 100 mm

A referencia, húzási (I-es típusú) feszültségintenzitási tényező kritikus értékének ($K_{\rm IC}$) változását vizsgáltuk bemetszett, hárompontosan hajlított hasáb, illetőleg szintén bemetszett félhenger alakú próbatesteken. Míg a bemetszett hasáb a leggyakoribb vizsgálati elrendezés beton (kő) anyagok vizsgálatához, a hosszában félbevágott henger kifejezetten a magfúróval történő mintavétel során nyert beton (kő) minták vizsgálatához ideális. Utóbbi próbatestek vizsgálatát és elemzését *Gálos, Bojtár és Rechtorisz* végezte el ([22, 23, 24]).

Kutatásunkban vizsgáltuk továbbá az acélszál-erősítés hatását is. A próbatesteket, illetve a próbatestek bemetszéseit vágással alakítottuk ki. *Erdélyi és Gálos* [25] kutatásai során, többek között, rámutatottak, hogy a vágással készített, valamint a speciális zsaluzat alkalmazásával kialakított, acélszál-erősítésű beton próbatestek törésmechanikai paraméterei (azonos kialakítás és geometriai méretek mellett) közel azonosnak voltak.





16. ábra Félig bevágott, 70×70 mm alapú hasáb elvi kialakítása
Fig. 16. Schemaitic shape of a half notched prism





ábra Félig bevágott, 100 mm átmérőjű henger elvi kialakítása
 Fig. 18. Schemaitic shape of a half notched cylinder, diameter 100 mm

4. Kísérleti betonösszetételek és vizsgálati módszerek

4.1. Betonösszetétel, frissbeton vizsgálatok

A kísérletsorozatban *hat* receptúra összeállításával vizsgáltuk a szokványos és különleges betontechnológiai paraméterek és összetevők megváltoztatásának hatását. A vizsgálatok során változtattuk a beton *víz-cement tényezőjét* (a cementadagolás megváltoztatása mellett azonos szinten tartott vízadagolással), az *acélszál-adagolást*, valamint egy esetben az alkalmazott *adalékanyag fajtáját*. Mindenkor állandó paraméter volt a *cement típusa (CEM I 42,5 R, Holcim)* és a *maximális szemnagyság* ($d_{max} = 16 mm$). A beton konzisztenciáját *BASF Glenium 51* folyósítószer adagolásával szabályoztuk. A betonösszetételek állandó és változó kísérleti paramétereit az 1. táblázat tartalmazza.

Az adalékanyagok összeállítása során törekedtünk arra, hogy a két, eltérő anyagból (kvarckavics és -homok, ill. bazalt) összeállított frakcióknak közel azonos finomsági modulusa és szemeloszlási görbéje legyen. Az összetétel tervezése során az *A* és *B* határgörbék közötti tartomány felezőgörbéjét közelítettük (12. ábra). A keveréskor elvégeztük a szokásos frissbeton vizsgálatokat (frissbeton testsűrűség és hőmérséklet-mérése, konzisztencia meghatározása terüléssel, légtartalom számítása). A K4 és K5 receptúráknál, a pépmennyiség változtatása nélkül adagolt acélszálak hatására a frissbeton légtartalma 20 ℓ /m³-ről 28, ill. 35 ℓ /m³-re növekedett.

ANYAGTUDOMÁNY • MATERIALS SCIENCE

			Receptúra jele	
		K1–K3	K4–K5	К6
Kísérleti állandó	adalékanyag	kvarckavics d _{max} = 1 finomsági mod	e és -homok 16 mm Iulus m = 6,01	változó
	cementadagolás	változó	400) kg/m ³
	vízadagolás		~170 l/m³	
	víz/cement tényező	változó	(0,43
Kísérleti változó	adalékanyag	állar	ndó	bazalt (minden frakció) d _{max} = 16 mm m= 6,08
-	cementadagolás	35-450 kg/m ³	ál	landó
	víz/cement tényező	0,5-0,43-0,38	ál	landó
	acélszál adagolás	állandó	0,5-1,0 V/V%	állandó

1. táblázat Betonösszetételek

Table 1. Mix design and variables



19. ábra Bemetszett, 70×70×250 mm élhosszúságú hasáb hajlító-húzóvizsgálata
Fig. 19. Bending test of a notched beam, measure 70×70×250 mm



20. ábra Bemetszett, 100 mm átmérőjű, félbevágott henger hajlító-húzóvizsgálata Fig. 20. Bending test of a notched, halved cylinder, diamter 100 mm



21. ábra Bemetszett, 70×70 mm alapú hasáb nyíróvizsgálata Fig. 21. Shear test of a 70×70 mm prism



22. ábra Elnyírt próbatest Fig. 22. Sheared specimen



23. ábra Bemetszett, 60 mm átmérőjű henger nyíróvizsgálata Fig. 23. Shear test of a notched cylinder, diameter 60 mm

4.2. Próbatestek

A bevágásokkal és bemetszésekkel készített próbatestek elvi kialakítását a 13–18. ábrán adtuk meg. A vágások szélessége azonos, a vágókorong szélessége szerinti érték. A bemetszés mélysége minden esetben az adott próbatest bemetszési síkban, a repedésterjedés irányában mért legnagyobb vastagságának 20%-a volt. A tényleges terhelési elrendezéseket a 19–23. ábra mutatja.

Utószó

 $K_{\rm IIC}$ feszültségintenzitási tényező számításához szükséges geometriai függvény meghatározásával, valamint a kísérleti eredmények kiértékelésével a cikksorozat következő részében foglalkozunk.

Részletes hivatkozásjegyzék a cikksorozat befejező, II. része után található.

Photocatalytic properties of silica gel beads coated by $Ag_2O-V_2O_5$

KIYOSHI KURIBAYASHI • Teikyo University of Science & Technology • kuribaya@ntu.ac.jp DAISUKE OHMIYA • Teikyo University of Science & Technology

Received: 10.06.2009. • Érkezett: 2009.06.10. http://dx.doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2010.3

Silica gel beads were coated by $AgVO_3$, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_3VO_4 to study their photocatalytic performance. The model reaction was the decomposition of methylene blue and acetaldehyde, respectively in fluorescent and ultraviolet radiation and in darkness, as well. The photocatalytic films formed on the surface of silica gel beads had a thickness of about 400 nm. No film exfoliation was observed during the decomposition experiments. The photocatalytic activity of silica gel beads coated by given compounds was much higher as compared to powder samples. An especially remarkable decomposition of methylene blue was detected on Ag_3VO_4 coated silica gel beads: concentration of methylene blue decreased from 10 mg/dm³ to less than 0.01 mg/dm³ for 16 h under fluorescent light irradiation. It was also observed that addition of Pt co-catalyst to the coating film improved the photocatalytic performance.

Keywords: photocatalyst, $Ag_2O-V_2O_5$ compounds, methylene blue decomposition, acetaldehyde decomposition

1. Introduction

From the viewpoint of the utilization of solar energy and indoor illumination, visible light responsive photocatalyst has been desired for green technology which mainly includes oxidative decomposition of the volatile organic compounds and purification of water. A number of studies have been carried out for visible light responsive photocatalyst. Wolframite type oxide compound [1, 2] such as InNbO₄ and InMTaO₄ (M=Cu, Ni, Co, Fe, Mn) and oxinitride [3] such as TaON were reported. Vanadate compounds have been also studied as visible light photocatalyst [4, 5]. We reported that powder of indium vanadate synthesized via coprecipitation and pyrolysis method decomposed methylene blue under fluorescent light irradiation and absorbed a light shorter wavelength than 580 nm [6]. The compounds in the system Ag₂O-V₂O₅ synthesized via solid state reaction were previously reported that absorption edge of the compounds were measured to be approximately 480 nm and the compounds decomposed methylene blue under fluorescent light irradiation [7]. Powder type photocatalyst however is not suitable for the application of photocatalyst to green technology because of difficulty of collection of powder sample.



Fig. 1. SEM photographs of AgVO₃ coated silica gels produced at 400 °C (a) surface view and (b) cross sectional view
1. ábra 400 °C hőmérsékleten szintetizált, AgVO₃ bevonatú szilikagél gyöngyök

pásztázó elektronmikroszkópos felvételei. (a) külső felület, (b) keresztmetszet

In the present study, precursor solution of $Ag_2O-V_2O_5$ compounds, such as $AgVO_3$, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_3VO_4 , was prepared and coated to silica gel beads. Photocatalytic properties of

Kiyoshi KURIBAYASHI

was born in 1949 in Japan. After he received his doctor degree in 1979 in material science from Tokyo Institute of Technology, he went to McMaster University to work with Prof. P. Nichlson in 1980. He then joined to Matsushita Electric Co., LTD. in 1982. He has worked at Teikyo University of Science & Technology since 1991.

Daisuke OHMIYA

was born in 1985 in Japan. He received his master degree in 2009 in environmental and eco-material engineering from Teikyo University of Science & Technology. He has joined Kowa Filter Technology Co., LTD.

silica gel beads coated by $Ag_2O-V_2O_5$ were evaluated from measurements of decomposition of methylene blue and acetaldehyde under irradiation of fluorescent light, black light and in dark. ICP atomic emission spectroscopy measurement was carried out to elucidate the photodissolution of components from the compounds into solution during the methylene blue decomposition experiment. Effect of Pt co-catalyst loading to photocatalyst coated silica gel beads was also examined in the present study.

2. Experimental

2.1. Preparation of silica gel beads coated by Ag₂O-V₂O₅

Appropriate amount of silver nitrate (Kanto Chemical: 99.8%) and ammonium vanadate (Kanto Chemical: 99.0%) were dissolved together in 1N ammonia solution. The precursor solutions of $AgVO_3$, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_3VO_4 compounds were prepared via reflux at 80 °C for 30h. Silica gel beads with 2–3 mm in diameter (Fuji Silisia Chem.Co., CARiACT Q-50) were immersed into the precursor solution followed by drying on stainless steel mesh at 120 °C and sintering in air at temperatures from 350 °C to 450 °C for 30h. Thus $AgVO_3$, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_3VO_4 coated silica gel beads were prepared.

2.2. Measurement of photocatalytic property of silica gel beads coated by Ag,O-V,O $_5$

Methylene blue decomposition and acetaldehyde decomposition experiments were conducted under irradiation of black light, fluorescent light and in dark at room temperature. For methylene blue decomposition experiment, approximately 5 cm³ of photocatalyst coated silica gel beads were put into 50 cm³ methylene blue solution with 10 mg/dm³ in concentration. The solution was exposed to black light (10W) irradiation, fluorescent light (10W) irradiation and dark condition for various times between 30 min and 2880 min (48 h). And concentration of methylene blue of the solution was measured by the absorptiometry. The methylene blue

solution subjected to 48 h decomposition experiment was measured by inductive coupled plasma atomic emission spectroscopy (SII, SPQ9600) to study photodissolution of components from the photocatalyst coated silica gel beads. For the acetaldehyde decomposition experiment, approximately 5 cm³ of photocatalyst coated silica gel beads were put in pyrex glass container with 1000 cm³ in volume. The container was then decompressed. And acetaldehyde was injected into the container with microsyringe so that concentration of acetaldehyde became 30 ppm. And air was introduced into the container so as to be atmospheric pressure. The container included photocatalyst and acetaldehyde was exposed to black light (10W), fluorescent light (10W) and dark condition for various times between 30 min and 2880 min (48 h). After the experiment, concentration of acetaldehyde in the container was measured by gas chromatography (SHIMADZU, GC-14B).



Fig. 2. Decomposition of methylene blue on Ag₂O-V₂O₅-coated silica gel beads in (a) ultraviolet light, (b) fluorescent light and (c) in darkness

 ábra Metilénkék lebomlási jellemzői Ag₂O-V₂O₅ vegyületekkel bevont szilikagél gyöngyökön (a) ultraibolya, (b) fluoreszcens fénnyel való besugárzás hatására, illetve (c) sötétben



Fig. 3. Decomposition of acetaldehyde on Ag₂O-V₂O₅ powder mixture in (a) ultraviolet light, (b) fluorescent light and (c) in darkness
3. ábra Acetaldehid lebomlási jellemzői Ag₂O-V₂O₅ porvegyületeken (a) ultraibolya, (b) fluoreszcens fénnyel való besugárzás hatására, illetve (c) sötétben

2.3. Platinum loaded Ag₂O-V₂O₅ compounds coated to silica gel beads

Platinum cocatalyst loading onto $Ag_2O-V_2O_5$ compounds coated to silica gel beads was carried out to avoid recombination of excited electrons and electron holes. Hydrogen hexachloroplatinate (IV) hexahydrate (Kanto Chemical: 98.5%) was added into the precursor solution mentioned Clause 2-1 so that concentration of Pt for photocatalyst became 1 mass%. The solution was refluxed at 80 °C for 30h. Silica gel beads (Fuji Silisia Chem.Co., CARiACT Q-50) were immersed into the solution followed by drying on stainless steel mesh at 120 °C and prepared in air at 450 °C for 30h. The samples were subjected to measurements of photocatalytic performance as mentioned Clause 2-2.



Fig. 4. Decomposition of acetaldehyde on Ag₂O-V₂O₂-coated silica gel beads in (a) ultraviolet light, (b) fluorescent light and (c) in darkness
4. ábra Acetaldehid lebomlási jellemzői Ag₂O-V₂O₅ vegyületekkel bevont szilikagél gyöngyökön (a) ultraibolya, (b) fluoreszcens fénnyel való besugárzás hatására, illetve (c) sötétben

3. Results and discussion

Fig. 1. showed typical SEM photograph of the compounds coated silica gel beads. Thin films with approximately 400 nm in thickness were coated on silica gel beads. $AgVO_3$, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_3VO_4 coated silica gel beads prepared at temperatures from 350 °C to 450 °C were subjected to the methylene blue decomposition experiment. No exfoliation of the thin films from silica gel beads was observed during methylene blue decomposition experiment. Methylene blue decomposition characteristics of the compounds coated silica beads which showed the best performance for each compounds were illustrated in Fig. 2. Characteristics of mechylene blue decomposition via powder $AgVO_3$, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_3VO_4 were reported in the previous paper [7]. Concentration of methylene blue decreased remarkably for the solution with $AgVO_3$, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_3VO_4 coated silica gel beads as shown in Fig. 2a. and b.

The decrease results from adsorption of methylene blue to silica gel beads and followed by decomposition via photocatalysis. The decrease in concentration of methylene blue as shown in Fig. 2c. might be resulted from adsorption to silica gel beads. Because the powder compounds, such as AgVO₃, $Ag_4V_2O_7$ and Ag_2VO_4 did not show photocatalytic activity in dark [7]. ICP atomic emission spectroscopy measurements revealed that approximately 3x10-5 mol/dm3 of AgVO3, 6x10-⁶ mol/dm³ of Ag₄V₂O₇ and 1x10⁻⁵ mol/dm³ of Ag₃VO₄ were dissolved into the solution from the compounds coated to silica gel beads after 48h photodissolution experiment. The values are the same order as that of powder samples [7]. Fig. 3. showed acetaldehyde decomposition characteristics via Ag₂O-V₂O₅ powder compounds under irradiation of black light, fluorescent light and in dark. Acetaldehyde was oxidized to acetic acid and followed by decomposed to carbon dioxide and water by photocatalyst. The same decomposition characteristics were observed for the experiments under black light and fluorescent light irradiations. Ag₃VO₄ powder showed superior decomposition performance than AgVO₃ and $Ag_{A}V_{2}O_{7}$. The decrease in concentration of acetaldehyde shown in Fig. 3c. might be result from adsorption to powder samples. Fig. 4. showed acetaldehyde decomposition characteristics via photocatalysts coated silica gel beads. Performance for decomposition of acetaldehyde was improved remarkably compared to that of powder samples. Acetaldehyde adsorption to silica gel beads might play an important role for the decomposition, because the decomposition reaction takes quite long time. Consequently, it is necessary for the decomposition that photocatalyst, acetaldehyde and light exist simultaneously for a long time. Comparing with Fig. 4c. to Fig. 3c., photocatalysts coated silica gel beads absorbed much more acetaldehyde than powder photocatalysts. And large quantity of acetaldehyde can coexist with photocatalyst on silica gel beads. Fig. 5. showed that photocatalytic performances under fluorescent light irradiation for Ag₃VO₄ and Pt co-catalyst loaded Ag₃VO₄ coated to silica gel beads prepared at 450 °C. Fig. 5a. and b. showed methylene blue and acetaldehyde decomposition characteristics, respectively. Photocatalytic performance of Pt loaded Ag₃VO₄ coated silica gel beads was remarkably improved. A similar tendency was observed for the other photocatalysts. It was elucidated that Pt co-catalyst loading to Ag₂O-V₂O₅ compounds coated to silica gel beads was effective for an enhancement of photocatalytic performance.

4. Conclusions

Remarkable improvement of photocatalytic activity was observed for the compounds coated silica gel beads compared to powder samples. No exfoliation of the thin films from silica gel beads was observed during methylene blue decomposition experiment. Approximately $3x10^{-5}$ mol/dm³ of AgVO₃, $6x10^{-6}$ mol/dm³ of Ag₄V₂O₇ and $1x10^{-5}$ mol/dm³ of Ag₃VO₄ were dissolved into the solution from the compounds coated to silica gel after 48h photodissolution experiment. Pt co-catalyst loading to Ag₂O-V₂O₅ compounds coated to silica gel beads was effective for an enhancement of photocatalytic performance.



- Fig. 5. Photocatalytic performance of silica gel beads coated with Ag₃VO₄ and Pt loaded Ag₃VO₄, respectively in fluorescent light (a) decomposition of methylene blue and (b) decomposition of acetaldehyde
- 5. ábra Ag₃VO₄ és platina kokatalizátort tartalmazó Ag₃VO₄ vegyületekkel bevont szilikagél gyöngyök fotokatalitikus teljesítménye fluoreszcens fénybesugárzás hatása alatt. (a) metilénkék lebomlása, (b) acetaldehid lebomlása

References

 A. Fujisima – K. Honda: Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode, Nature, 238, 37-38, 1971.

A Szigetelő Szakosztály hírei

2009. december 15-én a Szigetelő Szakosztály vezetőségi megbeszélésén a Saint-Gobain Construction Products Hungary Kft. új ügyvezető igazgatója, Laukó László megismerkedett a Szakosztály vezetőségével.

2010. április 21-22-én Regenhart Péter, a Szakosztály elnöke részt vesz Európa legnagyobb szigeteléstechnikai kiállításán, az **ISO '10 7. Europäische Leitmesse für Dämmstoffe und Isoliertechnik** szakvásáron, amelyről beszámolóját az április végére tervezett kibővített vezetőségi ülésen tartja.

2010. május 20-21-én a **FESI (Európai Szigetelési Vállalkozók Szövetsége) közgyűlésén** a Szakosztály elnöke képviseli hazánkat, illetve a Szigetelő Szakosztályt. A közgyűlés helyszíne: Como, Olaszország.

2010. június közepén kibővített vezetőségi ülésen Haraszti László, a Szakosztály titkára vetített képes előadást tart "Értéknövelő tetőfelújítások" címmel.

- Z. Zou J. Ye H. Arakawa: Structural properties of InNbO₄ and InTaO₄: Correlation with photocatalytic and photophysical properties, Chem. Phys. Letter, 332, (2000), pp. 271-277.
- [2] Z. Zou J. Ye K. Sayama H. Arakawa: Direct splitting of water under visible light irradiation with an oxide semiconductor photocatalyst, Nature, 414, (2001), pp.625-627.
- [3] M. Hara G. Hitoki T. Takata J. N. Kondo H. Kobayashi K. Domen: TaON and Ta3N5 as new visible light driven photocatalysts, Catal. Today., 78 (1-4), (2003), pp.555-560.
- [4] J. Ye Z. Zou M. Oshikiri A. Matsushita M. Shinoda M. Imai T. Shishido: A novel hydrogen-evolving photocatalyst InVO₄ active under visible light irradiation, Chem. Phys. Lett., 356, (2002), pp.221-226.
- [5] R. Konta H. Kato H. Kobayashi A. Kudo: Photophysical properties and photocatalytic activities under visible light irradiation of silver vanadates, Physical Chem. Chemical Phys. 5(14), (2003), pp.3061-3065.
- [6] A. Kurihara Y. Takagi K. Kuribayashi: Synthesis of visible light responsive photocatalyst and its properties, Bull. Teikyo Univ. Sci. and Tech. 3, (2007), pp.37-43.
- [7] K. Kuribayashi E. Nozawa Y. Iyama H. Hirai S. Namba T. Kugita: Synthesis and Photocatalytic Property of the Ag-Rich Compounds in the System Ag₂O-V₂O_s, Proceedings of the 2nd International Conference on Ceramics, Verona, ITALY, (2008), THEME 5-P15.

Ag₂O-V₂O₅ vegyületekkel bevont szilikagél gyöngyök fotokatalitikus tulajdonságai

Szilikagél gyöngyöket AgVO₃, Ag₄V₂O₇ és Ag₃VO₄ összetételű vegyületekkel vontunk be, majd mértük fotokatalitikus tulajdonságaikat. A mérések során fluoreszcens (fénycsővilágítás) és ultraibolya fénynek kitett, illetve sötétben tartott gyöngyökön a metilénkék és acetaldehid indikátorok lebomlását vizsgáltuk. A fotokatalitikus rétegek vastagsága a gyöngyökön kb. 400 nm volt. A kísérleti besugárzás során nem tapasztaltuk a fényérzékeny rétegek lehámlását a szilikagél gyöngyökről. A pormintákhoz képest a szilikagél gyöngyök bevonatainak fotokatalitikus aktivitása számottevően nagyobb volt. Különösen az Ag₂VO₄ bevonatú szilikagél gyöngyöknél volt jelentős a metilénkék lebomlása (a 16 órán át tartó fluoreszcens besugárzás alatt 10 mg/dm³ értékről kevesebb, mint 0,01 mg/dm³ értékre). Az is nyilvánvalóvá vált, hogy Pt kokatalizátor hozzáadása a szilikagél gyöngyök bevonatához javította annak fotokatalitikus teljesítményét.

Kulcsszavak: fotokatalizátor, Ag₂O-V₂O₅ vegyületek, metilénkék bomlása, acetaldehid bomlása

Az Építés Fejlődéséért Alapítvány

"Diplomadíj 2009" és "Az év kiemelkedő fiatal építésze 2009" címmel meghirdetett pályázatának nyertesei a következők voltak:

Diplomadíj 2009

I. díj: Tánczos Tibor, Losszmann Dávid II. díj: Ripszám Ágnes III. díj: Németh Ákos, Keresztessy Éva, Kossuth Annamária Különdíj: Oroszlány Miklós, Holicska Ádám

Az év kiemelkedő fiatal építésze díj 2009 Különdíj: Szabó Levente, Della Donna Alíz

Study of edge strength of load bearing glasses

KINGA PANKHARDT • Department of Civil Engineering, University of Debrecen • kpankhardt@yahoo.com

György L. BALÁZS - Department of Construction Materials and Engineering Geology, BME - balazs@vbt.bme.hu

Received: 21.10.2009. • Érkezett: 2009.10.21. http://dx.doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2010.4

A single glass layer can be considered as safety glass if tempered or reinforced with wire mesh. When tempered glass fractures it shatters into tiny pieces with blunt edges. Heat- or chemically strengthened glasses can not be considered as safety glass owing to the fracture pattern (fractures in shards), unless they are laminated. Bending tests were carried out (test arrangement according to standard EN 1288-3:2000) and the bending strength of single layer tempered and float glasses were determined with use of the well-known formulas. The calculated values for surface strength with use of ultimate strain were compared to the bending strength results in the case of float and tempered glasses. The question arise: the strains measured in the centre of the pane and near the edge are equally? Strain measurements of the surface of loaded specimens - at the middle of the pane and near the edge - were also investigated. The failure of glass originates from cracks with microscopic sharp tips. In spite of the careful manufacture and handling of glass panes, impacts by sharp particles or environmental impacts can cause defects on the surface. The glass manufacture e.g. edge finishing techniques influence the glass strength and can cause flaws which can propagate during the lifetime of the glass. Defects of edge surfaces caused by different edge work techniques were shown with scanning electron microscopy. Most of the glass strengthening methods are used to introduce residual compressive stresses into the outer layers by physical or chemical tempering. The compressed resulting layer helps to close cracks initiated on the surface, can stop crack propagation and can also increase the bending strength. Recent studies [6, 14] have shown that surface strengthening can lead to substantial improvements in degradation resistance. Therefore, in outdoor conditions, when the glass surface is exposed to humidity etc., tempered or heat strengthened glass should be used.

Keywords: load bearing glass, edgework, strength, glass, tempered glass

1. Introduction

Float glass is widely used in the architecture because of the good optical quality of the surface. The float process produces glass sheets with a uniform thickness and perfectly smooth surfaces that need no further polishing. The resulting glass will then be further treated in various ways. Soda lime silicate glass is mainly used for architectural purposes. The advanced treatment technologies are applied to float glass products depending on the end-products and on the application. When float glass is used as load bearing element [1, 2] safety glass is needed. Single glass layer can be considered as safety glass if tempered or reinforced with wire mesh. When tempered glass fractures it shatters into tiny pieces with blunt edges. Heator chemically strengthened glasses can not be considered as safety glasses owing to the fracture patterns (fractures in shards) unless they are laminated. Bending strength with the well known formulas was evaluated in case of non heat-treated float and tempered glasses and was compared to the measured surface stresses. The question arise: if strains measured in the centre of the pane and near to the edges are equal. Strain measurements of glass surface of loaded specimens - at the mid of pane (Region 1) and near to the edge (Region 2) – were investigated (Fig. 1.).

The bending strength of a single glass pane is influenced by the following factors [3, 5]:

Kinga PANKHARDT

MSc Civil Eng. at BME (scholarships Univ. Karlsruhe, Germany) in 1998. From 1998 to 2001 PhD student at Dept. of Building Materials, BME. In year 2000 at GKSS Research Centre, Geesthacht, Germany, at Dept. of Material Modelling (WMS), research fellow. From 2001 to 2003 Glasmetal Ltd., civil engineer, special glass constructions. From 2003 to 2006 SK Engineering office, civil engineer and lecturer at University of Debrecen. From 2007 associate professor at Department of Civil Engineering. University of Debrecen. Member of the Technical committee of Glass Working Group (MSZT/MB 112) of Hungarian Standardization Institute; Hungarian Group of fib; IABSE; IASS Working Group. Field of interests: load bearing glass constructions, recycling of building materials.

Prof. György L. BALÁZS

(1958), PhD, Dr.-habil, professor in structural engineering, head of Department of Construction Materials and Engineering Geology at the Budapest University of Technology and Economics. His main fields of activities are experimental and analytical investigations as well as modelling reinforced and prestressed concrete, fibre reinforced concrete (FRC), cracking in concrete, durability and resistance. He is convenor of *fib* Task Groups on "Serviceability Models" and "*fib* Seminar". In addition he is member of several *fib* Task Groups or Commissions. He is President of the Hungarian Group of *fib*. Member of *fib* Presidium, deputy president of *fib*.



Fig. 1. Region 1 and Region 2 of glass surface strain measurements [3, 4] 1. ábra Üvegfelület alakváltozásainak mérése R1 és R2 jelű tartományokon [3, 4]

a) heat treatment, b) surface condition (e.g. non-slip characteristics), c) rate and duration of loading, d) area of surface stressed in tension, e) relaxation, f) ambient medium, g) age, i.e. time elapsed from the last mechanical surface treatment, h) ambient temperature, i) edgework.

Most of glass strengthening methods are used to introduce residual compressive stresses into the outer layers by physical or chemical tempering (Fig. 2).

Surface stresses are related to the temperature gradient that results from cooling. The produced compressed layer helps to close cracks initiated on the surface (Fig. 3) and can stop crack propagation and can increase also the bending strength.



- Fig. 2. Stress distributions over the thickness of tempered glass pane. Residual compressive stresses after tempering near the surface are: 120 to 150 MPa, tensile stress in the middle plane is about half of them [3]
- 2. ábra Jellemző feszültségeloszlás az edzett üveg vastagsága mentén mezőközépen és élek közelében (R2 és R1 tartományoknál). A felületi rétegek hőkezelés után maradó nyomófeszültsége általában: σ=120-150 MPa, az üveg belsejében lévő húzófeszültség: σ/2, [3].



- Fig. 3. Vickers diamond pyramid indentation into a tempered glass surface a) section view, b) plane view. Indentation field drives the crack, residual tempering field opposes them [6]
- 3. ábra Vickers gyémánt piramisos behatás vizsgálat edzett üveg felületén a) függőleges metszet, b) felülnézet. A behatás által létrejövő repedéseket, az edzést követő maradó feszültségek összezárják [6]

There is a peak of tensile stresses at a small distance from the edge (typically 12–25 mm from the edge (Fig. 4.). Tensile stresses are indication of an undesirable edge cooling rate and a potential bending. Therefore, surface strains in Region 1 (at centre of glass panes) and Region 2 (at edge region) were measured in present experiments.



Fig. 4. Surface and mid-layer stress near to edges [7]

4. ábra Élekhez közeli tartományok felület közeli és belső rétegeinek feszültségei [7]

Failure originates from cracks with atomically sharp tips. In spite of the careful manufacture and transportation of glass panes, impacts with sharp particles or environmental impacts can cause defects on the surface. Research results have shown [8, 9, 10, 11, 12] that aging of newly created flaws should be beneficial, and residual stresses will tend to relax in time (especially in reactive environments). *Mould et al.* (1959) [13] showed that the strength of specimens containing abrasion microcracks can increase with the aging time (i.e., time between abrasion and testing to failure). In case of glasses under such conditions those lifetime design procedures will be difficult which try to make predictions or estimations based on actual glass surface conditions.

Further studies [6, 14] have shown that surface strengthening can lead to substantial improvements in degradation resistance, therefore, in outdoor conditions, when glass surface is exposed to humidity etc. tempered or heat strengthened glass should be used.

2. Materials and experimental procedure

An experimental programme was carried out to analyse the load bearing capacity of single and laminated glass panes. Results of single glasses are discussed in present publication. Specimens were tested in four-point bending. In case of tempered glass, the stress must first exceed the built-in compression stresses before tension develops. The influence of edge strength also influences the strength of glass pane. Therefore, the deformations at mid of pane and at the edge regions were also studied. The results of tempered glass specimens were compared to those of non heat treated float glass specimens.

2.1. Test parameters and test programme

Test parameters of single glass specimens were the following: *Constants:* test arrangement, width and length of specimens, *Variables:* thickness, type of float glass (non heat treated or tempered), rate of loading, temperature of specimens (not discussed here).

Specimens tested in four-point bending were manufactured from soda-lime silicate float glass with polished edges. Any intended changes to the condition of the test specimens like edge working, was completed at least 24 hours before testing [5]. Specimens were stored in laboratory conditions for min. 1 day before being tested. If the glass surface was modified by abrasion, etching, edge working etc., it was necessary to allow the fresh damage to *heal* before the test is done. The continuous surface modification by moisture affects the damage in a way that can reduce any weakening effect [8]. Single glass specimens with nominal thickness of 6 mm and 12 mm as well as 19 mm were investigated. The accuracy of thickness measurements were 0.01 mm. The measured values are the following:

- density of glass, *average* ρ_{glass} : 2.50 g/cm³
- length of specimen, average L: 1099 mm, (1100 mm ± 5 mm)
 - width of specimen, *average* **b**:

 $358 \text{ mm}, (360 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm})$

- thickness of specimen, average h_{nom,6 mm}:
 5.87 mm, (nominal 6 mm)
- thickness of specimen, average h_{nom,12 mm}: 11.85 mm, (nominal 12 mm)
- thickness of specimen, average h_{nom,19 mm}:
 18.99 mm, (nominal 19 mm)

The required pieces of specimens to any combination of parameters were determined according to the standards (at least 3 specimens should be tested). Standard deviation of the tests results was at most 10% of the average of measured values.

2.2. Experimental procedure

2.2.1. Force measurement

All glass specimens with constant span of 1000 mm and supported at width of 360 mm were tested in four-point bending. The load and deflection at mid-span of the glass panes were measured in all tests. The test procedure was a semidynamic short-term test. The tests were carried out at specimen temperature of +23 °C. The temperature of the specimens and room temperature was continuously measured during the tests. The specimens were mounted as shown in Fig. 5.



- Fig. 5. Test method in four-point bending (EN 1288-3:2000) where, 1.: specimen: 1100×360 mm, 2.: bending roller, 3.: supporting roller, 4.: rubber strips (3 mm thick, according to ISO 48), 5.: custom-made transducer, symbols: L_s: 1000 mm, L_b: 200 mm, h: thickness of the specimen (6 mm, 12 mm, 19 mm) [3, 15].
- 5. ábra Kísérleti elrendezés két vonal menti hajlítás esetén (EN 1288-3:2000), ahol a számok a következőket jelölik, 1.: próbatest: 1100×360 mm,
 2.: terhelőhenger, 3.: alátámasztó henger, 4.: gumiszalag (3 mm vastag, ISO 48:1994 szerint), 5.: saját tervezésű erőmérő, L_i: 1000 mm, L_i: 200 mm, h: próbatest vastagsága (6 mm, 12 mm, 19 mm vagy 2×6, 3×6 mm) [3, 15].



Fig. 6. Fracture of single tempered glass 6. ábra Egyrétegű edzett üveg tönkremenetele



Fig. 7. Fractured laminated glass consisting of three float glass layers (cracks usually started from the edges)

7. ábra Vizsgált laminált három rétegű float üveg (a repedések általában az élektől indulnak)

Rubber strips of 3 mm thickness and hardness of 40 ± 10 IRHD (in accordance with ISO 48) was placed between the specimen and the bending and supporting rollers to avoid hard contacts [16]. The bending tests were carried out at (23 ± 5) °C

room temperature with relative humidity between 55% and 65%. During the test the temperature was kept constant with \pm 1 °C in order to avoid the development of thermal stresses.

Load was measured with a self-made force transducer, developed by the authors [17] for Instron Type of 1197 testing instrument and calibrated with Hottinger Baldwin Messtechnik's 200 kN force transducer (No. 76411). The self-made transducer was fixed to the upper plate of the Instron type 1197 testing equipment. The authors developed a steel construction with hinge connections at defined places was constructed to transfer the loads from the test equipment Instron to the specimens with four-point bending. Displacements were measured with a Hottinger Baldwin Messtechnik type W50 displacement transducer. Signs of the instruments were transformed with software *Catman* to the measured values in $\mu m/m$. Measured values during the tests were recorded by computer. The fracture process and crack pattern of glass specimens were recorded with digital optical methods (CMOS SONY Camera). The applied loading rates of glass specimens with thickness of 6 mm were: 50 mm/min, 20 mm/min and 5 mm/min as well as 1 mm/min (by Instron Type 1197 available). The applied loading rate of glass specimens with thickness of 12 and 19 mm was: 20 mm/min. The specimens were tested until their fracture (Figs. 6., 7.).

2.2.2. Strain measurement

Strains at selected points on the surface (in R 1 and R 2 Region) of the glass panes with strain gauges Type *HBM LY11-10/120* were measured (Fig. 1).

For temperature compensation another glass specimen with strain gauges on its surface was applied and stored at the same condition with the tested specimens. The change of resistance in mV/V of the gauges was measured and transferred to the digital channels of *HBM Spider8* instrument. The software *Catman* after calibration was able to transform the measured mV/V data in $\mu m/m$. Stresses at glass surface may be calculated with *Hooke's* law for linear elastic materials.

2.2.3. Scanning electron microscopic analysis (SEM)

To study morphologically the edge regions of single glasses four different types of edges were prepared: a) manually arrised edge, b) machine ground edge, c) machine ground + acid etched edge, d) machine polished edge. Type of used scanning electron microscope was: *JEOL JSM-5500LV*. The edge samples were covered with Au-Pd vapour for electron microscopy. The parameters of electron microscopy were the following: high vacuum mode, using of secondary electron (*SE*) detector, acceleration voltage 25 kV. Digitally photos were taken with magnification of ×50, ×100, ×300, ×1000. In the photos the scaling line is also printed.

3. Results and discussion

3.1. The effectiveness of tempering

In most of the references [18, 19] can be found that the load bearing capacity in case of tempered single glasses is 3 to 4 times higher than in case of float glasses. The question arise: is the load bearing capacity of tempered glass always 3 to 4 times higher in case of different glass thicknesses or in case of different applied loading rates?

The authors suggest to introduce the definition *effectiveness of tempering* (heat treatment). The effectiveness of tempering shows the proportion of load bearing properties (e.g. maximal force) of tempered glasses to non heat treated float glasses with the same thickness. The authors have experimentally shown that the effectiveness of tempering depends on the glass thickness and the loading rate. Based on the laboratory four-point bending tests the authors have shown that the effectiveness of tempering decreases with the increase of glass thickness by loading rate of 20 mm/min. The relationship between effectiveness of tempering and glass thickness is linear (Fig. 8.).



Fig. 8. Effectiveness of tempering vs. glass thickness in case of loading rate of 20 mm/min
8. ábra Edzés hatékonysága az üvegvastagság függvényében 20 mm/min terhelési

sebesség esetén

The authors have experimentally shown in case of nominal glass thickness of 6 mm that the *effectiveness of tempering* decreases with decrease of loading rate from 20 mm/min to 1 mm/min (Fig. 9.) and no significant changes with increase of loading rate from 20 mm/min to 50 mm/min. Explanation for that is: the development of cracks starting from surface scratches needs time which is rather available in case of loading rates of 5 or 1 mm/min than in case of loading rates of 50 or 20 mm/min.



 Fig. 9. Effectiveness of tempering vs. rate of loading by 6 mm glass thickness
 9. ábra Edzés hatékonysága és a terhelési sebesség összefüggése 6 mm vastagságú üvegeknél

With the effectiveness of tempering (heat treatment) it is possible to choose the appropriate and economic glass thicknesses in the field of glasses which were heat treated (tempered or heat strengthened).

3.2. Deformations of glass surface at mid of pane (Region 1) and edge region (Region 2)

Strains were measured at the bottom (tensioned) surface of specimens. In case of tempered specimens the stress must first exceed the built-in compression stresses before tension develops, therefore, the so called *prestressed* layers of tempered specimens help to reduce the strains caused by deflection at same force level. Results of strain measurements indicated that the measured strains are higher in Region 2 than in Region 1, both in case of float non heat treated glasses and tempered glasses with thicknesses of 6, 12, 19 mm (Fig. 10.).



Fig. 10. Maximal force vs. strain at bottom surface in Region 1 (mid) and Region 2 (edge) of single tempered and float glass specimens thicknesses of 6, 12 or 19 mm, with loading rate of 20 mm/min

10. ábra Törőerő és törési alakváltozások az R1 és R2 tartományoknál 6, 12 és 19 mm vastagságú float és edzett üvegek esetében, 20 mm/perc terhelési sebességnél

The ratio of maximal strain and ultimate force is illustrated as a function of glass thickness in Fig. 11.



Fig. 11. Ratio of maximal strain and ultimate force at bottom surface in Region 1 (mid) and Region 2 (edge) of single tempered and float glass specimens vs. thicknesses of 6, 12 or 19 mm

Fig. 11. indicates that the ratio of maximal strain and ultimate force decreases with increase of thickness for both float and tempered specimens calculated at Region 1 and Region 2, respectively. This ratio also indicates the effectiveness of tempering in case of single glass specimens.

To determine bending strength in four-point bending the following formula can be applied:

$$\sigma_{bB} = k \left[F_{\max} \frac{3(L_s - L_b)}{2bh^2} + \sigma_{bG} \right]$$
(1)

^{11.} ábra Törési alakváltozás és törőerő aránya R1 és R2 tartományoknál 6, 12 és 19 mm vastagságú float és edzett üvegek esetében, 20 mm/perc terhelési sebességnél

where, *b*-width of specimen; *h*-thickness of specimen; L_s -distance between the centre lines of the supporting rollers; L_b -distance between the centre lines of the bending rollers; *y*-central deflection of the specimen; $k=k_e$ -dimensionless factor as function of *y*/*h* to determine the stress at the mid of span k=1; σ_{bB} -bending strength; σ_{bG} -bending stress imposed by the self-weight of the specimen.

The bending stresses should be calculated by applying a factor k to take into account non-uniformity of the stress filed, (see factor k in Eq. (1)) and the calculated bending stress is called *effective bending stress*. Factor k is used when it is required to determine the bending strength of glass where the effects of the edge conditions are important. For calculating the overall bending strength or equivalent bending strength of the surface area, including the edges the value k=1 shall be used. For calculating the bending strength or equivalent bending strength of the free edges of the glass pane $k=k_e$ shall be used. The appropriate value of k_e for use in Eq. (1) shall be obtained from Fig. 12., which gives the value of $k=k_e$ as a function of the value of y/h.



Fig. 12. Dimensionless factor k_e as a function of y/h of 6, 12, 19 mm thickness of glass, continuous lines as given in EN 1288-3:2000, dashed lines are measured values with loading rate of 20 mm/min, rectangles indicate measured values for 6 mm glass with loading rate of 50 mm/min

12. ábra Szorzótényező, k. 6, 12, 19 mm vastagságú egyrétegű üvegekhez a lehajlás/ vastagság (y/h) függvényében 50 és 20 mm/min terhelési sebességeknél. A folytonos vonalak az EN 1288-3:2000 szabványban megadott görbéket jelzik. A szaggatott vonalak a 20 mm/perc terhelési sebességhez javasolt értékeket jelzik

Based on the laboratory results the authors have shown that the value of factor k_{e} is influenced by the loading rate. The authors determined the values to factor k_e with applied loading rate of 20 mm/min in case of single glasses thickness of 6 mm, 12 mm and 19 mm. Fig. 12. indicated that in case of reduced testing speed from 50 mm/min to 20 mm/min k_e increases. Defects caused by edgework are initiations location of cracks and the nucleation of cracks needs. With increase of loading time more cracks can develop, therefore the stresses in Region 2 increase. Further investigations on the effect of glass strength in Region 2 with different type of edge works and testing speed should be done.

Stresses at selected points on a glass surface can be determined from strain measurements. Surface stresses have been calculated based on Hooke's law using the theoretical Young's modulus of glass $E=70~000~N/mm^2$. The average of calculated surface strength, σ of individual single glass specimens and the bending strength, $\sigma_{_{bB}}$ calculated with Eq. (1) are indicated in Table 1.

Mid pane strength, $\sigma_{_{bB}}$ (in Region 1) and edge strength, $\sigma_{_{bB,edge}}$ (in Region 2) have been calculated with Eq. (1) on the bottom surface of single non heat treated float (F) and tempered (E) glass specimens. Table 1. gives the surface stresses at maximal force which are different from the calculated bending strengths of single glass specimen with thicknesses of 6, 12 and 19 mm, respectively. The calculated surface stresses at maximal force are lower in case of single glass specimens with thickness of 6 mm than the bending strength. The maximal surface stress should be considered in case of glass panes thinner than 6 mm for both tempered or float glasses [4]. In case of specimens with large deformation (no appropriate shear resistance) the calculated strengths (both surface and bending) are overestimated for thin (6 mm) specimens with use of Eq. (1), see also [4, 20]. In case of single glass specimens thicker than 12 mm or with appropriate shear resistance *Eq.* (1) can be applied.

The surface stresses are more influenced by the surface condition of glass element than the bending strength. Impacts on glass surface by hard, sharp particles e.g. scratching are the initial locations of cracks, which can develop and quickly propagate. When the surface stresses will reach the surface strength of the pane, fracture occurs. The probability of glass failure starting from the edge region is higher than of mid region. Edges of panes or bore holes contain more defects.

su		Measured values (avg.)		Theoretical surface strength, $\boldsymbol{\sigma}$			Calculated bending strength					
Specime	h	F _{max, m}	y _{max,m}	<u>ع</u> Mid (Region 1	^{nax,m} Edge) (Region 2	— Mid (Region 1))	Edge) (Region 2)	σ _{bG}	σ _{ьB} (Region 1)	y/h	k _e	σ _{bB edge} (Region 2)
	mm	kN	mm	μ	m/m	N/mm ²	N/mm ²	N/mm ²	N/mm ²	-	-	N/mm ²
	6	1.58	61.63	1846.14	2063.92	129.20	144.50	3.80	157.50	10.50	1.12	176.40
-	12	7.94	46.15	2563.46	2921.36	179.40	204.50	1.90	191.40	3.81	1.14	218.20
Е	19	15.52	24.73	2075.88	2274.99	145.30	159.20	1.20	145.40	1.29	1.10	159.90
	6	0.43	16.20	508.80	590.55	35.62	41.34	3.80	45.60	2.76	1.16	52.90
_	12	2.66	17.41	1053.20	1157.63	73.70	81.00	1.90	65.40	1.42	1.10	71.90
F	19	7.21	11.87	1125.55	1188.82	78.80	83.20	1.20	68.20	0.62	1.06	72.30

Table 1. Bending strength and surface strength of tested single glass specimens, where symbols are: E - tempered glass, F - non heat treated glass (average values are avarages of four measurements)

1. táblázat Egyrétegű üvegek számított hajlító szilárdsága és alakváltozásmérések eredményeiből számított felületi szilárdságok (rövidítések: E - edzett üveget, F - float üveget jelölnek)

In case of float glass specimens the edge strength is more influenced by thickness and edge condition than in case of tempered specimens. Reaching the ultimate strain in edge region, fracture occurred. Therefore, the effect of the edge quality is important on load bearing capacity and durability of glass. Load bearing capacity of a glass pane with same thickness decreases with decrease of edge strength. Although the tested specimens were manufactured with machine polished edges, further glasses with different edgeworks were investigated for scanning electron-microscopic observation. Fig. 13. indicates that manually arrised edges contain defects in macroscopic scale.



Fig. 13. Macroscopic defects as initiators of cracks at "manually arrised" edge of a glass pane
13. ábra Makroszkopikus zámolt élmegmunkálási hibák, mint a repedések kiindulási

helyei

Fig. 13. indicates that the edge region of glass was the most damaged by manually arrised edgework which can be initiator of cracks. The roughness of edge surface decreases with use of finer abrasives or with acid etching. Edgework reduces the initiation of cracks caused by cutting of glass pane, see *as cut* edge in Fig. 14.

using a series of finer and finer abrasives (diamond discs or pad, SiC silica carbide slurry, Cerium dioxide etc.). A finished ground surface will appear whitish and dull (Figs. 15. b, c), but polished surface will shine with no visible scratches (Fig. 15. d).



a) manually arrised edge, left: ×100; right: ×1000 very coarse abrasive size around 420 to 250 micron, (diamond wheel speed in rpm's 1600-2400) a) zámolt él, bal: ×100; jobb: ×1000





 b) machine ground edge, left: ×100; right: ×1000
 to remove large rough areas of glass the process begins with abrasive about 105 micron and require further processing down to medium size around 53 to 48 micron, (speed of feed from 0.5 up to 4 m/min)
 b) gépi csiszolt él, bal: ×100; jobb: ×1000





- Fig. 14. Typical edge in "as cut" samples a) surface defects ×50, b) ×300 as potential initiator of cracks (photos taken by B. Koczka, Department of Inorganic and Analytical Chemistry, BME)
- 14. ábra Jellemző vágott él a) felületi hibák ×50, b) ×300 repedések potenciális kiindulási helyei

The traditional edge work process requires a steady stream of water and an abrasive compound. Abrasives are available in many different sizes (called *grits*), ranging from around mesh size 60 (= 250 micron, which is a very rough grit used for initial grinding) to around mesh size 600 (= 30 micron, an extremely fine grit). Generally, achieving a highly polished finish involves

c) machine ground + acid etched edge, left: ×100; right: ×1000, medium abrasive size around 53 to 48 micron, acid type of hydrogen-fluoride c) gépi csiszolt + savmaratott él, bal: ×100; jobb: ×1000



d) machine polished edge, left: ×100; right: ×1000 very fine Cerium dioxide (CeO_) abrasive, size around 37 to 29 micron d) polírozott él, bal: ×100; jobb: ×1000

- Fig. 15. Typical edge finishing of a) manually arrised, b) machine ground, c) machine ground+ acid etched d) machine polished samples (photos taken by B. Koczka, Department of Inorganic and Analytical Chemistry, BME)
- 15. ábra Jellegzetes élmegmunkálások a) zámolt él, b) gépi csizsolt él, c) gépi csizsolt + savmaratott él, d) polírozott él (a fotókat a BME Szervetlen kémia és analítikai tanszékén Koczka B. készítette)

Fig. 15. indicates that the manually arrised edge has the roughest surfaces and will contain the most defects. By cutting

process initiated sharp crack tips can be eliminated or the size of initiated cracks can be reduced with use of edge finishing techniques. Transportation of glass can also cause flaws on the surface (Fig. 16.), which can propagate during the lifetime of glass. The results [14] have shown that the nature of flaws is an important factor in fatigue characterization. A flaw of given size may respond in different ways, depending on whether there are residual stresses present or cracks have been formed. This is also important in the context of lifetime design.



Surface scratch ×50, caused by steel razor, F=0,4 kN

Fig. 16. Typical surface of float glass surface scratch with "shell-like" fracture ×50, (photo taken by B. Koczka, BME Department of Inorganic and Analytical Chemistry)

16. ábra Üveg felületi karcolás jellegzetes "kagylós törési" képe 50×szeres nagyításban

4. Conclusions

1. The conclusions for **the effectiveness of tempering** can be summarized as follows:

It is suggested herein to introduce the definition *effectiveness of tempering* (heat treatment). The effectiveness of tempering shows the proportion of load bearing properties (e.g. maximal force) of tempered glasses to non heat treated float glasses with the same thickness. **The higher the thickness the lower is the effectiveness of tempering.** The tempering is more effective in case of single layer glass specimens with thicknesses lower than 12 mm. The results indicated that **the effectiveness of tempering decreases with decrease of loading rate from 20 mm/min to 5 mm/min and 1 mm/min.**

2. The conclusions for the maximal strain at various regions and the influence of edgework **on the edge strength** can be summarized as follows:

Strength of a glass pane should be investigated at least at 2 different regions. Region 1 at mid of pane and Region 2 at edge region. The effect of edge work should be also studied. The maximal strain of edge region (Region 2) is higher than of mid of pane (Region 1). In case of float glass specimens the edge strength is more influenced by thickness and edge condition than in case of tempered specimens. Reaching the ultimate strain in edge region fracture occurred, therefore, the effect of the edge quality is important on load bearing capacity and durability of glass. The edge region of glass contains more defects caused by edgework. When glass fractures, it fails practically at the edges first and the crack propagates in the direction of mid of pane. In case of reduce the testing speed from 50 mm/min to 20 mm/min k_e increases. Defects caused by edgework are initiations location of cracks and the nucleation of cracks needs time. With increase of loading time more cracks can develop, therefore the stresses in Region 2 increase.

3. The conclusions for the relationship of bending strength and surface strength can be summarized as follows:

The surface strength (calculated by Hooke's law) is more influenced by the surface condition of glass element than the bending strength (calculated from the maximal moment). Surface strength results earlier failure than bending strength, especially in the case of thin float (h < 10 mm) glass panes. In case of float non heat treated and relatively thick (h > 10 mm) specimens the strength is considerably influenced by the size effect.

4. The conclusions for **different types of edgework** can be summarized as follows:

By cutting process initiated sharp crack tips can be eliminated or the size of initiated cracks can be reduced with use of edge finishing techniques. The size (roughness) of the edge defects decreases with use of finer abrasives in the edge finishing process. The roughness of the edge surface decreases with use of acid etching.

5. Acknowledgement

The authors would like to express their thanks to RÁKOSY GLASS Ltd. especially to Eszter Rákosy for providing the specimens. The authors would like to thank also for the support by SEM measurement to Dr. Béla Koczka, Faculty of Chemical Technology and Biotechnology, Department of Inorganic and Analytical Chemistry, BME and Dr. Katalin Kopecskó Dept. of Construction Materials and Engineering Geology, BME. The authors would like to thank to Dr. Salem G. Nehme for his intellectual support. The authors would also like to thank to Dr. Sándor Fehérvári, Mr. András Eipl, Mr. Mátyás Varga, Mr. Dávid Diriczi, Mr. Gábor Kovács for their technical support.

References

- Pankhardt, K.: Development of load bearing glass structures (Az üveg tartórendszerek fejlődése). Alaprajz. 7 évf. 5. szám (2000), pp. 14–18.
- [2] Pankhardt, K.: Special load bearing glass structures in Hungarian building industry (Különleges üveg tartószerkezetek a magyar építőiparban). Építőanyag. 55. évf. 3. szám (2003), pp. 106-111.
- [3] Pankhardt, K.: Investigation on load bearing capacity of glass panes. Periodica Polytechnica - Civil Engineering, Vol.52, No.2 (2008), pp. 73-82., doi:10.3311/pp.ci.2008-2.03
- [4] Pankhardt, K.: Investigation on load bearing safety glass. Eligehausen R., Gehlen C. (Ed.), Proceedings of 7th International PhD Symposium in Civil Engineering, Stuttgart (2008), pp. 53-62.

- [5] EN 1288-1:2000: Glass in Building Determination of the bending strength of glass – Part 1: Fundamentals of testing glass. CEN Brussels (2000), pp. 7-8.
- [6] Marshall, D. B. Lawn B.R.: An indentation technique for measuring stresses in tempered glass surfaces. Journal of the American Ceramic Society, Vol. 60. No. 1-2. (1977), pp. 86-87.
- [7] Redner, A. S.: Automated measurement of edge stress in automotive glass, Strainoptic Technologies Inc., Glass Proceeding days (2000), Poster 24.
- [8] Wiederhorn, S. M.: Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass. Journal of the American Ceramic Society, Vol.50 (1967), pp. 407-414.
- [9] Michalske, T.A.: The stress corrosion limit: Its measurement and implications. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 5, Surface Flaws, Statistics and Microcracking, (Ed.) Bradt, R.C., Evans, A.G., Hasselman, D.P.H., and Lange, F.F., Plenum Press, New York (1977), pp. 277–289.
- [10] Ito, S. Tomozawa, M.: Crack blunting of high silica glass. Journal of the American Ceramic Society, Vol.65, No.8 (1982), pp. 368-371.
- [11] Marshall, D.B. Lawn, B.R.: Surface flaws in glass. Kurkjian, C.R. (Ed.), Strength of inorganic glass, Plenum Publishing Corporation, New York (1985), pp. 171-180.
- [12] Wiederhorn, S.M. Dretzke, A. Rödel, J.: Crack growth in soda-limesilicate glass near the static fatigue limit, Journal of the American Ceramic Society (2002), Vol.85, No.9, pp. 2287–2292.
- [13] Mould R. E. Southwick, R. D.: Strength and static fatigue of abraded glass under controlled ambient conditions: II . J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 42., No.12. (1959), pp. 582-592.
- [14] Lawn, B.R. Marshall, D.B. Dabbs, T.P.: Fatigue strength of glass: a controlled flaw study. Kurkjian, C.R. (Ed.), Strength of inorganic glass, Plenum Publishing Corporation, New York (1985), pp. 249-259.
- [15] EN 1288-3:2000: Glass in Building Determination of the bending strength of glass – Part 3: Test with specimen supported at two points (four-point bending), CEN Brussels (2000), pp. 8-11.
- [16] ISO 48:1994: Rubber, vulcanized or thermoplastic Determination of hardness (hardness between 10 IRHD and 100 IRHD)., TC45/SC2
- [17] Pankhardt, K.: Load-bearing glass structures. Periodica Polytechnica, Civil Engineering. Vol. 48. No.1-2. (2004), pp. 157-172.
- [18] "Glass terminology" B&G glass, http://www.bgglass.com/glass%20terms. htm Retrieved in 2009.
- [19] "Thermal stress, Part two". Achitect's guide to glass & metal (2009), http:// www.glassguides.com/index.php/archives/610#
- [20] Pankhardt, K. Balázs, L. Gy.: New opportunities of structural glazing, loadbearing glass structures. Proceedings (Report) Responding to tomorrow's challenges in structural engineering. IABSE Symposium Budapest 2006; Vol. 92, No. 34-35 (2006), the whole paper on CD with 11 pages.

TELE CSARNOKOK - CSÚCSON A BAU

A bel- és külföldi vállalatok érdeklődése a BAU kiállítási területei iránt eddig soha nem látott méreteket öltött. A 2011. január 17. és 22. között az új Müncheni Vásárváros területén megrendezésre kerülő BAU 2011 területe gyakorlatilag teljes egészében elkelt. "Az építészet, anyagok és rendszerek világkiállítása" alkalmából, újból több mint 40 országot képviselő mintegy 1900 kiállító mutatkozik majd be. A vásárvezetés 210 ezernél is több látogatót vár, mintegy 150 országból.

Vezető témák

- Fenntartható építés: a fenntartható épületeknek gazdaságilag hatékonynak, környezetbarátnak és erőforrás-takarékosnak kell lenniük, használóiknak kényelmet, kellemes közérzetet és egészséget kell biztosítaniuk, ezenkívül pedig illeszkedniük kell szocio-kulturális környezetükbe is.
- Akadálymentes építés: épületek, lakások és környezetük oly módon megvalósuló építése, kialakítása és berendezése értendő alatta, hogy a valamilyen fogyatékossággal vagy anélkül élők, nagyok és kicsik, fiatalok és idősek lehetőleg önállóan, biztonságosan és kényelmesen élhessenek abban.
- Épületek felújítása, renoválása és modernizálása az építőipar sok vállalkozója számára időközben a forgalom nagy részét teszi ki. Csak Németországban már a teljes lakásépítési beruházások 60%-át ez teszi ki.

Teherhordó üvegek éleinek szilárdsága

Az egyrétegű üvegeket akkor hívhatjuk biztonsági üvegeknek, ha edzettek (hőkezelési eljárással) vagy dróthálóval erősítettek. Ha az edzett üveg eltörik, apró tompa szilánkokra esik szét. A hőkezelt vagy kémiailag edzett üvegek törésképeik miatt nem tartoznak a biztonsági üvegek közé, csak akkor, ha laminált formában alkalmazzák őket. Hajlító vizsgálatokat végeztünk (EN 1288-3:2000 szabvány szerinti elrendezéssel), és meghatároztuk az egyrétegű edzett és float üvegek hajlító szilárdságát az ismert összefüggésekkel. Továbbá a számított értékeket összehasonlítottuk az üveg felületén mért törési alakváltozásokból számított szilárdsági értékekkel nem hőkezelt float valamint edzett egyrétegű üvegeknél. Felmerült a kérdés: vajon az alakváltozások egyenlők lesznek-e az üvegtábla síkjának középpontjában vagy a tábla élekhez közeli helyen mérve? Alakváltozási méréseket végeztünk az üvegtábla közepén és a tábla élhez közeli tartományokban.

Az üveg tönkremenetele a mikroszkopikusan kicsiny repedéscsúcsokból indul ki. Az üvegtáblák felületén az elővigyázatos gyártásuk és szállításuk ellenére az éles tárgyakkal való érintkezésükkor és a környezeti hatások következtében karcolások keletkezhetnek. Az üvegfeldolgozás (pl. vágás, élmegmunkálás) által számos további olyan behatás éri az üveget, melyek repedéseket eredményezhetnek. Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatokkal kimutattuk különböző élmegmunkálási eljárásokkal kialakított élek felületének hibáit. A legtöbb üveg erősítési módszer célja, hogy maradó nyomófeszültségeket vezessen az üvegtábla felületéhez közeli rétegeibe fizikai vagy kémiai úton. A keletkezett, nyomott réteg segíti a felületi repedések (karcolások) összezárását, ezáltal gátolja a repedések továbbterjedését, és növeli a hajlítószilárdságot. Tanulmányok [6, 14] kimutatták, hogy az üvegfelület erősítése jelentősen javítja a degradációval szembeni ellenállását, így különösen, teherhordó üvegek kültéri alkalmazásánál, edzett vagy hőkezelt üvegek alkalmazása javasolt.

Kulcsszavak: teherhordó üveg, élmegmunkálás, szilárdság, üveg, edzett üveg



Vásári fórumok – BAU plus!

A kiállítók bemutatói mellett a BAU 2011 ismét exkluzív szakmai kísérő programot kínál. A vásári események kellős közepén elhelyezett fórumok szabadon látogathatók.

- "Az építés jövője" fórumon a világ minden tájáról érkező neves tervezők, építészek és építőmérnökök fogják projektpéldák segítségével bemutatni, hogyan fog kinézni a jövőben az építés és kialakítás.
- A "MakroÉpítészet" az építészek jelenlegi és jövőbeni szerepét világítja meg. Délelőttönként építészek és vállalati képviselők közös projekteket mutatnak majd be. Délutánonként pedig egy "Trendpanel" prezentálja az interdiszciplináris alapkutatás eredményeit. Ennek során arról lesz szó, hogy az olyan mega-trendek, mint a fenntarthatóság vagy a digitalizáció milyen hatással lesznek a jövőben az építészetre, a termékekre és a folyamatokra.
- Időközben számos bel-és külföldi vállalkozás esetében az üzlet nagy részét az épületek modernizálása és karbantartása teszi ki. Éppen ezért ebben a témában is önálló fórumot szerveznek.

További információ: www.messe-muenchen.de.

Changes of physical properties of asphalt aggregates by heat. A laboratory study.

GABRIELLA DEVECSERI - Department of Highway and Railway Engineering, BME - devecseri@uvt.bme.hu

Érkezett: 2009.06.04.
Received: 04.06.2009. http://dx.doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2010.5

Asphalt mixtures can meet with several different temperatures during their life cycle. The effects of high temperatures on asphalt aggregates have not been examined in detailes yet. Two temperatures were choosen (240 °C and 480 °C) to be examined. Aggregates meet with 240 °C temperature in case of mastix asphalt, and 480 °C temperature during asphalt binder analysis. High temperatures cause changes in the physical properties of aggregates that are commonly used in asphalt mixtures. To asses these changes 11/16 mm fractions of three different types (andesite, basalt and dolomite) of Hungarian aggregates were tested in the laboratory by submitting the samples to heating at 240 °C and at 480 °C. The loss of masses, and particle size distributions coloures and colour differences were recorded and compared. The physical parameters have shown that aggregates behave differently after burning on different temperatures and uniform trends could not be discovered between the type of aggregate, the mechanical properties and thermophysical behaviour of aggregates.

Keywords: high temperature, asphalt aggregates, physical properties, thermophysical behaviour

1. Introduction

Asphalt is defined as a mixture of inert mineral matter, such as aggregate, mineral filler and bituminous binder in predeterminated portions.

Aggregates have been used as pavement materials since prehistoric time. Aggregates of asphalt mixtures can be different depending on the location of the constructed road.

Thermal behaviour of aphalt mixtures have been examined previously [6] [8], but the thermal behaviour of aggregates themselves, especially the effect of high temperature on asphalt aggregates has not been examined in details yet.

Two temperatures were choosen (240 °C and 480 °C) to be examined. Aggregates meet with 240 °C temperature in case of mastix asphalt, and 480 °C temperature in the quality control practice, in case of asphalt binder analysis (but fire hazards can also cause high temperatures). Very few attempts have been made to understand how these stones behave under different temperatures, especially under high temperatures.

My aim was to collect more knowledge from the behaviour of Hungarian asphalt aggregates.

2. Experimental methods

The effect of heat was studied on three Hungarian stone types. 11/16 mm fractions were examined. $10 \times 1000 \text{ g}$ portions were prepaired from each rock type for burning. Test portions in steel basket were placed in the furnace. The portions were heated in a special oven (ABA/75 Carbolite Asphalt Binder Analyser) at 240 °C and at 480 °C while mass loss was recorded until the mass become constant. The ignition furnace consists of a combustion chamber with an integral balance located below. The balance contains software to monitor the rate of mass loss during the test. Once the sample has reached a predetermined constant mass point the test is automatically stopped.

Gabriella DEVECSERI

(1980) MSc Civil Eng. at BME in 2004. From 2004 to 2005 Regional Research Centre NGO, civil engineer, project manager. From 2005 to 2008 PhD Student at Dept. of Highway and Railway Engineering, BME. From 2008 to 2009 civil engineer and lecturer at Dept. of Highway and Railway Engineering, BME. In Year 2009 at Dept. of Highway and Railway Engineering, BME, research fellow. Member of the Hugarian Scientific Association for Transport; Environmental Management and Law Association. Field of interests: asphalt binder analysis, environmental protection.

After heating the portions were cooled down on 22 °C to become ready for sieving. In each case sieving took for half an hour (hole sizes of sieves were the followings: 0 mm, 0,063 mm, 0,125 mm, 0,250 mm, 1 mm, 2 mm, 4 mm, 5,6 mm, 8 mm, 11,2 mm). The particle size distribution of the burned portions was measured after sieving. After the end of the examination $2\times3\times10$ particle size distribution and mass loss data were available for the analysis.

Photographs were also made before and after heating.

2.1. Description of stones

Asphalt aggregates are those materials used in asphalt pavements. Three Hungarian aggregate types correspond to the most widely used pavement stones in this country were choosen to be tested under different circumstances. The most important parameters of studied aggregates are given in Table 1.

Nr.	Origin	Туре	Colour at 22°C	Typical Minerals	Bulk Density [kg/m³]	Los Angeles [m%]
1.	Tállya	Andesite	Greyish black	Plagioclase, Amfibole, Piroxene, Biotite	2650	19,07
2.	Uzsa	Basalt	Greyish black	Plagioclase, Piroxen, Olivine	2750	13,23
3.	lszkaszent- györgy	Dolomite	Jonquil	Dolomite	2750	17,70

 Table 1.
 Most important parameters of examined aggregates

 1. táblázat
 A vizsgált kőzetek legfontosabb tulajdonságai

Hungary is rich in dolomite, but the effusive rock sources of the country are limited (especially basalt) so the knowledge of the mechanical and thermal behaviour of different aggregates is fundamental for the pavement design and for mining. As Hungary has dolomite resources in a high ammount some researchers started to go on to discover whether asphalts with dolomite aggregates can reach the same quality as other mixtures, or could they be used somehow as pavement material.

This laboratory testing can provide valuable information on thermal behaviour of aggregates.

3. Results

Three types of changes in physical properties have been observed, and evaluated after testing:

- changes in particle size distribution,
- changes of mass and
- colour changes.

3.1. Changes in particle size distribution

According to the laboratory tests after burning the speciments on 240 °C and on 480 °C notable changes have been appeared in the particle size distribution of the stones. Small pieces broke down from the 11/16 mm fractions as the result of heating. In Fig. 1–5. particle size distributions of the examined rocks are represented (the end of the diagrams of particle size distributions has been cut off as the percentage passing reaches 100% above 11,2 mm in each case). Particle size distributions were compared after heating at different temperatures in case of each type of stones, and the particle size distributions of the different type of stones were also compared with each other.

After heating at 240 °C weathering of Tállya andesite varied between 0,08–1,15%. This is less than the weathering of this type of stone after heating at 480 °C where the minimum was 0,35% and the maximum 1,77%. The average of weathering after heating at 240 °C was 0,60%, while after heating at 480 °C it was 1,27%. Deviation of the measured values was 0,36% (240 °C) and 0,45% (480 °C).

In case of Iszkaszentgyörgy dolomite results were different. After heating at 240 °C weathering of Iszkaszentgyörgy dolomite varied between 0,99–2,70%. Average of the results was 1,58% and the deviaton was 0,64%. Weathering of Iszkaszentgyörgy dolomite reached 0,59–1,39% after heating at 480 °C. Average of the results was 0,95%. Deviation of the values was 0,30%. What is interesting in these results is the opposite relation. While the temperature increased weathering decreased.

The same happened in case of Uzsa basalt where the results of weathering varied between 0,51–2,78% after heating at 240 °C. Average was 1,34% and deviation 0,75%. After heating at 480 °C 0,32–2,23% of weathering was measured. Average of particle size distributions was 1,63% while deviation was 0,62%.

Average Particle Size Distributions



Fig. 1. Average particle size distributions of aggregates after heating 11/16 mm fractions at 240 °C

1. ábra A vizsgált kőzetek szemmegoszlás átlagai 240 °C-on történő égetést követően





Fig. 4. Average particle size distributions of Iszkaszentgyörgy dolomite after heating 11/16 mm fractions at 240 °C and 480 °C

4. ábra Az iszkaszentgyörgyi dolomit szemmegoszlás átlagai 240 °C-on, valamint 480 °C-on történő égetést követően



Fig. 5. Average particle size distributions of Uzsa basalt after heating 11/16 mm fractions at 240 $^{\circ}\rm C$ and 480 $^{\circ}\rm C$

5. ábra Az uzsai bazalt szemmegoszlás átlagai 240 °C-on valamint, 480 °C-on történő égetést követően

3.2. Loss in mass

The laboratory test has shown that the examined stones change their mass during burning on 480 °C but loss in mass has not been appeared at 240 °C (Fig. 6. and Table 2.). In case of Tállya andesite the minimum of mass loss was 0,80% and the maximum 0,92%. In case of Uzsa basalt this rate was higher. The biggest mass loss was measured in case of this type of stone. The maximum was 1,10% and the minimum was 0,97% which is higher than the maximum of Tállya andesite. According to the experiment mass loss in case of dolomite has not been measured. On the contrary although in a very little rate (0,01%) but mass of dolomite has decreased after heating.

3.3. Colour changes

An additional result of the laboratory tests was the colour change of aggregates (Table 3.). After heating at 240 °C colour changes of stones were not observable but some of the aggregates show very distinct colour changes after heating at 480 °C which was visible to the naked eye. At room temperature the colour of dolomite is yellowish (jonquil) but after heating at 480 °C this colour turned to pinkish. Andesite and basalt has greyish black colour at 22 °C but this colour also transforms to reddish or to brownish. For the question of colour changes has mineralogical answers.



Fig. 6. Mass losses of aggregates after heating at 480 °C

6. ábra A vizsgált kőzetek 480 °C-on történő égetés hatására bekövetkező tömegvesztesége

4. Discussion

240 °C and 480 °C temperatures although in different quantities but in both cases cause changes in the original particle size distributions of the stones because of weathering.

There is no relation between the ammount of weathering and the type of aggregate.

According to the comparison of particle size distributions with the Los Angeles values relation could not be discovered beween the mechanical and the thermophysical behavour of the stones.

It was expected that weathering of dolomite is more than the weathering of effusive rocks as they known as less lasting stones, but trend could not be discovered.

In these experiments not only thermal breaks has been documented but also changes in mass of aggregates. 240 °C temperature has not caused chanes in the original mass of samples. But after heating at 480 °C mass losses were recorded for effusive rocks, and constant mass, or mass growing for dolomite. This suggest that the sedimentary rocks can absorb air moisture during heating, while in effusive rocks organic parts, or minerals burn out.

Higher temperature caused higher weathering in case of andesite rocks, but dolomite and basalt had less weathering in case of 480 °C. The reason of this could be the cohesion of grains. These experiments have shown that type of aggregates do not necessarily show a uniform behaviour.

Origin	Туре	Number of samples [pieces]	Mass Loss [m%] at 240°C		Mass Loss [n	n%] at 480°C	
				Average	Deviation	Minimum	Maximum
Tállya	Andesite	2×10	0	0,86	0,04	0,80	0,92
Uzsa	Basalt	2×10	0	1,04	0,04	0,97	1,10
lszkaszentgyörgy	Dolomite	2×10	0	-0,01	0,02	-0,04	0,02

Table 2. Mass losses of aggregates

2. táblázat Kővázak égetés hatására bekövetkező tömegvesztesége

Origin	Туре	Colour at			
		22 °C	240 °C	480 °C	
Tállya	andesite	greyish black	greyish black	reddish grey	
Uzsa	basalt	greyish black	greyish black	brownish	
lszkaszentgyörgy	dolomite	jonquil	jonquil	pinkish	

Table 3. Colour changes of aggregates after heating at 240 °C and 480 °C

3. táblázat A vizsgált kőzetek 240 °C és 480 °C hatására bekövetkező makroszkópos színváltozása

During these examinations macroscopic colour changes were also documented. After heating at 240 °C macroscopic colour changes have not been discovered. Changes were observed both on effusive and sedimentary rocks after heating at 480 °C. It depends on the mineralogical contents of the stones whether their original colours change during heating. The most common was the transformation of the original colour to reddish, which is the result of the transformation of ferrooxids, but the transformation of mangan and organic parts can cause colour changes too [3].

When iron is present as ferri-oxy-hydroxid (goethite) it often transforms to ferro-oxid (hematite), while the water dissapears. Changes start at 200–300 °C [2] [3]. Transformation of organic parts to carbon starts at arround 500 °C [2] [3].

5. Conclusions

The most important establishments in relation with the thermophysical behaviour of aggregates are the followings:

- 1. High temperature (480 °C) causes minearlogical and physical changes in the asphalt aggregates.
- 2. 240 °C temperature does not have significant influence on the mass losses and the mineralogical changes of asphalt aggregates.
- 3. Weathering of aggregates was observed in case of both temperatures. In case of 240 °C weathering of stones was less than 1,10%. Heating rocks at 480 °C causes less than 3% weathering in case of 11/16 mm fractions of examined aggregates.
- 4. Higher temperature caused higher weathering in case of andesite rocks, but dolomite and basalt had less weathering after submitting to 480 °C.
- 5. Effusive rocks have mass losses during heating at 480 °C, because organic or mineral parts burn out, while near the same circumstances mass of dolomite stayes constant.
- 6. It can not be stated that effusive rocks have better quality than the sedimentary rocks, at least according to their thermophysical behaviour.
- 7. There is no relation between the Los Angeles values and the thermophysical behaviour of aggregates.
- 8. Indirectly lasting of pavements depends also on the thermophysical properties of aggregates, not only on the mechanical properties.
- Colour changes were observed as additional results of the analysis. The aggregates have changed their colours after burning at 480 °C. Heating of stones at 240 °C has not caused macroscopic changes in the original colour of the samples.

References

- Balázs Gy. Buda Gy. Borján J. Kertész P. Kovács M. Liptay A. - Zimony Gy. (1975): Építőköveink vizsgálata útépítési alkalmasság szempontjából, Tudományos Közlemények 20. Közlekedési Dokumentációs Vállalat, Budapest, pp 8-9;184
- Hajpál M. Török Á. (2004): Mineralogical and colour changes of quartz sandstones by heat. Environmental Geology 46, pp 311-322
- [3] Hajpál M. (2008): Hevítés indukálta színváltozás természetes kőanyagoknál, építőköveknél, Mérnökgeológia Kőzetmechanika 2008, Műegyetemi Kiadó, Budapest, pp 145-157
- [4] Hajpál M. Török Á. (1998): Petrophysical and mineralogical studies of burnt sandstones, 2nd Int. PhD Symposium in Civil Engineering, Budapest, pp 476-484

- [5] Hans G. Schreuders Charles R. Marek (1989): Implication of aggregates in the design, construction, and performance of flexible pavements, ASTM International
- [6] Isacsson U. Huayang Zeng (1997): Relationships between bitumen chemistry and low temperature behaviour of asphalt, Construction and Building Materials, Vol.11, No 2, pp 83-91
- [7] Kertész P. (1970): Kőzetfizika, Tankönyvkiadó, Budapest, pp 140-143
- [8] Palade LI. Attané P. Camaro S. (2000): Linear viscoelastic behavior of asphalt and asphalt based mastic, Rheol Acta, 39, Springer-Verlag 2000, pp 180-190
- [9] Papp F. Kertész P. (1975): *Geológia*, Tankönyvkiadó, Budapest, pp 78-82; 114
- [10] Richard C. Meininger (1992): Asphalt Mixture Performance, ASTM International
- [11] Török Á. (2007): Mérnökgeológia mérnököknek, Műegyetemi Kiadó, Budapest, pp 81; 199-200; 294-295; 297-298
- [12] Török Á. Hajpál M. (2005): Effect of Temperature Changes on the Mineralogy and Physical Poperties of Sandstones. A Laboratory Study. Restoration of Buildings and Monuments. Vol. 11, No 4, pp 211-218

Az aszfaltkeverékek jellemző kővázainak égetés hatására bekövetkező fizikai változásai

Az útépítés aszfaltkeverékeit különböző nagyságú hőmérsékletek érik a gyártás, illetve a minőségellenőrzés során. Az öntött aszfalt hőmérséklete eléri a 220-240 °C-ot, míg a minőségellenőrző vizsgálatok közül a bitumentartalom égetéssel történő meghatározását 480-540 °C magas hőmérsékleten végzik. Az aszfaltkeverékeket alkotó kővázak fizikai tulajdonságaiban magas hőmérséklet hatására bekövetkező változások mélyreható vizsgálatára korábban nem került sor. Jelen kísérlet sorozat három különböző kőzet típus (andezit, bazalt, dolomit) meghatározott frakciójának (11/16 mm) két különböző hőmérsékleten (240 °C-on és 480 °C-on) való viselkedését követi szemmel. A laborvizsgálat során az ásványi vázak eredeti tömegében bekövetkező változások, az eredeti frakció szemmegoszlás változása, valamint a kőzetek makroszkopikus színváltozása került dokumentálásra. Az ásványi vázak az égetés során egészen eltérő viselkedést mutattak, így a kővázak termofizikai viselkedése és mechanikai viselkedése között határozott összefüggésekre nem lehetett következtetni.

Kulcsszavak: magas hőmérséklet, aszfalt, kőváz, fizikai tulajdonságok

PROGRAMAJÁNLÓ

Üvegipari Szakmai Konferencia

2010. május 5-én szervezi szokásos tavaszi konferenciáját az Üveg Szakosztály.

A rendezvénynek ezúttal a GE Hungary Kft. ad otthont. A gyárlátogatással egybekötött konferencián elsősorban a Tungsram és a GE közös történetéről, valamint aktuális termékfejlesztésekről lesz szó.

13. Európai Bányász Kohász Találkozó 8. Magyar Bányász Kohász Erdész Találkozó Pécs, 2010. május 27-30.

Az Európai Bányász Kohász Szövetség (VEBH), az Országos Magyar Bányászati és Kohászati Egyesület (OMBKE) és Pécs város Önkormányzata tisztelettel meghívja az európai bányász-kohász szakembereket és a bányász- kohász hagyományőrző szervezeteket a 13. Európai Bányász Kohász Találkozó rendezvényeire, mely egyúttal a 8. Magyar Bányász Kohász Erdész Találkozó is. A rendezvénysorozat központi helyszíne Pécs városában az EXPO CENTER.

További információ: www.ombkenet.hu

Use of the fine powder of ornamental industry as ceramic raw material

FARAH SILVA - Universidade Federal de Pernambuco, PPGEMinas - faradiba@ufpe.br
 FELISBELA OLIVEIRA - Universidade Federal de Pernambuco, PPGEMinas
 JÚLIO SOUZA - Universidade Federal de Pernambuco, PPGEMinas
 Received: 12.09.2009. - Érkezett: 2009.09.12. http://dx.doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2010.6

In the Industrial District of Suape in Pernambuco about 120 m³ of abrasion mud is being formed every month. This viscous pulp composed of steel grains, hydrated lime, water and rock powder (about 40% of the mass of the block) is produced during cutting of rock blocks and production of plates. The abrasion mud has remarkable iron content, but it does not peril the mechanical performance of red ceramics produced from that. The waste material of rock cutting and polishing

performance of red ceramics produced from that. The waste material of rock cutting and polishing contains fine sand particles from the polishing powder. The grading curve of the clay clearly shows the presence of different size fractions. Thus, the abrasion mud can be added to the clay used for ceramic production. Samples of rock dust did not show plasticity and flow properties. The plasticity required in a mass ceramic can be provided by the use of dark clay of high plasticity. The rational use of particular waste decreases the environmental impact of rock cutting and broadens the spectrum of potential raw materials, as well.

Introduction

The production of ornamental stone in the decade of 1980 was mainly of marbles, a rock composition of carbonatics. The exploitation of "granite" was only intensified at the end of the decade. Production and manufacture of marbles and granites, which had increased between 1991 and 1994, decline between the years 1994 and 1995, due to offers imported product and the exchange rate politic of recovery of the national currency. The production of raw and manufactured marbles decreased between 1996 and 1998, but in the following year, the production has been recovering. The depreciation of the currency at the beginning of 1999 with the deployment of the floating exchange rate encouraged for such resumption.

The production of ornamental plates, in industries for beneficiary eligibility, creates waste during the process of sawdust, polimentos, among other treatments surface of the plates, the rocky blocks. In Brazil, the quantity of waste resulting therefrom the cutting of marble and granite is of the order of 240 000 ton/year, distributed among the states of Espírito Santo, Bahia, Ceará and Paraíba. The residue arising from the beneficiary eligibility of ornamental rock is a pulp in some viscosity, composed of water, hydrated lime, granalha steel and powder of rock, resulting in the sawdust of blocks in rocky plates, generating large quantities of waste, estimated in about 40% of the mass of the block. These wastes are the mud abrasive. The industries of beneficiary eligibility of rock, generating waste of mud abrasive, in the state of Pernambuco are few and distributed mainly in the municipalities of Calves, Bom Jardim District and the Industrial de Suape, where there are approximately generation of 120 m³/mês of mud abrasive.

Processing ornamental

In industrial units, the rocky trading blocks, which weigh around 30 tons and go through two types of beneficiary

Farah Diba da SILVA

(1977) has graduation in geography and completing the master's degree in mineral engineering at Federal University of Pernambuco. Studies the reuse of industrial solid waste coming from the industry of ornamental rocks and red ceramic.

Prof. Dr. Felisbela Maria da Costa OLIVEIRA

(1957) She had her Ph.D. in Civil Engineering on INSA, Toulouse, France in 1986. She has been teaching at the Federal University of Pernambuco since 1987, where also does research on dimension stones, its applications and its waste.

Júlio César de SOUZA

(1957) He's got a doctoral degree from Federal University of Rio Grande do Sul / Brazil in 1996 and joined to Federal University of Pernambuco in 2000 as teacher and researcher. He has been studying on dimension stones technologies since 1996, environmental studies since 2003 and red ceramic applications since 1995.

eligibility: the primary for obtaining mainly of plates with standard thicknesses of 10, 20 or 30 mm, through the use of looms, and secondary, with treatment of surface in plate (polishing, etc.), followed by cutting dimensions of the final product. For coating of floors or walls among other purposes, as Peyneau et. al. (2004) Fig. 1., and Souza (2005). The sawdust blocks of rocky trading in plates or plates semi-finished looms in multi blade is aided by a pulp, or mixture of granalha steel (abrasive material), hydrated lime and water, which is in a well tank below the tear, where this mud is pumped continuously up of blocks through a system of showers in motion and has been in a closed loop. This process for transforming the bloc into plates is the main responsible for the generation of large quantities of waste in the form of mud (water, hydrated lime, granalha steel and powder of rock ground). It is estimated that about 30 to 40% of the mass of the block composes the waste, according Silva et. al. (2005).



Fig. 1. Clyde of movement of the mixture 1. ábra A keverék mozgatásának ábrázolása

The mud has a viscosity control, with the addition of water and lime, and the amount of granalha is monitored to avoid compromising the quality of cutting of the plate. Cutting the plates is carried out through the friction of the blades against the Block, together with the abrasive mud containing the granalha steel. When the mixture is outside of the range, depending on the excess of stone dust and the wear of granalha, part of the mixture is released to another tank (tank expurgo) and new ingredients are added the mud abrasive (water, lime and granalha), to maintain the standard. The whole mixture retained the Tank expurgo is treated as the residue, which is pumped into the tank of decanting, located in the courtyard of the company until it reaches a more consistent, to then be transported by truck to an area of landfill.



Fig. 2. Cutting the block in plates 2. ábra Kőtömbök lapokra fűrészelése

Ceramic industries

The use of solid residue (abrasive mud) is possible due to the nature of the rock constituent of the marbles and granites. The marble is a metamorphic rock crystal of composition calcite $(CaCO_3)$, or composition of magnesium, called dolomito marble $(CaMg(CO_3)_2)$. The lime (CaO), is a chemical element in rock predominant carbonates with a property permissible in industrial ceramics and for applications in the building industry.

The granite is composed of feldspars, micas and quartz, are minerals of macroscopic dimensions, characteristic of a rock igneous. The minerals of the rock granite are used as aggregate in accordance with the allowable size for the manufacture of ceramic products in the ceramics industry and as fine aggregate for the manufacture of mortars for use in industrial construction.

The reject produced presents its chemical elements in the form of oxides: are silica (SiO_2) and alumina (Al_2O_3) , followed by lime (CaO) and the alkali oxides of sodium and potassium respectively (Na₂O, K₂O). The levels of oxides of iron can be significant, coming mainly from the formation of mineral máficos of granites rocks. The iron can be recovered from the mud abrasive (granalha) for other purposes, through the magnetic separator of high or low intensity. The minerals (powder of stone) can be used for noble purposes: used in the ceramics industry (white and red), or as fine aggregate for the construction industry.

Waste marbles and granites are compatible with the chemical compositions and physical pre-requested the ceramics industry, for the mixed ceramics. The mud presents are compatible granulometry potential to be incorporated into mass clayey used for the manufacture of ceramic products. The application in the ceramics industry is due to its ownership of behavior, plastic, characteristic of ceramic material, as an example manufacture of bricks for structural, paving of streets and sidewalks. It is, therefore, a material of good resistance and high durability.

Some chemical elements contained in the residue of mud abrasive behavior are necessary to ceramics industry, as an example the iron oxide, when subjected to high temperatures, but this property is not necessary for the ceramic industry. Contents of iron are acceptable in the chemical composition of the traditional red ceramic used for the manufacture of tiles, bricks massive, structural blocks, blocks of sealing, elements cast, lightweight aggregates and so on. The red ceramic includes tools for domestic use as pots, sleepers and carvings include objects as vases and so on. The ceramics industry is part of the overall production chains of complex civil construction.

The Associação Brasileira de Cerâmica (ABC) admit the annual value of the order of US\$ 6 billion in production ceramics Brazilian, of which US\$ 750 million relate to the consumption of natural raw materials. Brazil occupies the fourth place as a world producer of ceramic coating after China, Italy and Spain. The structural ceramics red move around 60 000 000 tons of raw materials annually, with reflections on the routes of transport and the environment, exploitation of clay. The ceramic coating is a sector that has shown high performance technology, with the estimate of 121 industrial units producing tiles, floors and coating the external walls, in the amount of 400.7 million m² in 1998, representing 88.1% of the 455 million of m² of installed capacity, *Bustamante et. al.* (2000).

Materials and methods

The materials studied in this research are waste of sawing boards for ornamental rocks and clay material used in ceramic industry. The residue from sawing of the blocks (Fig. 3. (B)) was collected in the courtyard of an enterprise from rocks. It is waste that it is often accumulated in the courtyard of the company, becoming an environmental liability without viable use. The clay was collected in the ceramic industry installed in the municipality of Paudalho, PE (Fig. 3. (A)).



Fig. 3. (*A*) *Clay*; (*B*) *Fine powder of sawdust 3. ábra* (*A*) *Agyag*; (*B*) *Finom fűrészelési por*

The mixture was evaluated from the so-called Atterberg Limits, Liquid Limit (LL) and Limit of Plasticity (LP). The method used for determination of LL was designed by Arthur Casagrande (Fig. 4.). The ABNT standardized this process through the NBR 6459, determining the limits of plasticity based on the standard NBR 7180 of ABNT.



Fig. 4. Equipment standardized by Arthur Casagrande 4. ábra Az Arthur Casagrande által szabványosított berendezés

The size analysis of materials was carried out according to NBR 7181. The specific weight of grains, which corresponds to the weight of solid substance per unit volume, was determined by the method of picnometer adopted by ABNT in your MB - 28 (Fig. 5.).

Fig. 5. Picnometer one and two 5. ábra Egyes és kettes piknométer

Results and discussion

The granulometric analyses of various materials are shown in Fig. 1., the coefficient of uniformity so that the curve of the powder particles is 17 167, indicating that this material is less uniform on the coefficients of lower values. The powder of sawdust in your size presents percentage of particles bystanders fine sand grain size (Fig. 2.). About 30% of the material shows larger than No. 200 sieve, concentrating its size that on the fine sand fraction. The grains are remnants of the granular fraction of this size, because they resist the process of sawing. This is demonstrated through observation of tactile-visual portions retained in sieves of mesh above the opening paragraph 200 (sieves 100, 50, 40, 30, 160) (Fig. 6. (A) and (B)).

Fig. 6. (A) Powder of sawdust in sieve No. 200; (B) Iron and crystals of quartz 6. ábra (A) A fűrészelési por szitamaradéka a No. 200-as szitán; (B) Vas- és kvarcszemcsék

Fig. 7. Curve size of fine powder of sawdust and clay 7. ábra A finom fűrészelési por és az agyag szemcseméret eloszlása

Chemical analysis of the fine powder of sawdust shows high levels of Fe_2O_3 , CaO and K_2O . The Fe_2O_3 is admissible in red ceramic binders and CaO has power, and welcome to the ceramic industry. The high content of K_2O is no damage because the composition ceramic K_2O is the mineral-shaped crystal.

Semi Quantitative Analysis Chemical						
Chemical elements	Clay	Fine powder of sawdust				
SiO ₂	69.00	64.10				
Al_2O_3	15.60	14.00				
K ₂ O	2.21	5.20				
Fe ₂ O ₃ T	5.56	9.16				
Na ₂ 0	3.89	2.43				
MgO	0.85	1.17				
CaO	1.45	3.23				
TiO ₂	1.02	0.31				
P ₂ O ₅	0.04	0.05				
MnO	1.13	0.11				
Rb ₂ O	0.01	0.04				
SrO	0.04	0.04				
BaO	0.11	0.10				
p.f.	0.09	0.14				
Total	101.01	100.07				

 Table 1.
 Chemical elements of the clay and dust fine cutting of ornamental

 1. táblázat
 Az agyag és a díszítőkő-fűrészelési finom por kémiai összetétele

Chemical analysis of the fine powder of sawdust shows high levels of Fe_2O_3 , CaO and K_2O . The Fe_2O_3 is admissible in red ceramic binders and CaO has power, and welcome to the ceramic industry. The high content of K_2O is no damage because the composition ceramic K_2O is the mineral-shaped crystal.

The sample of rock dust in the process of sawing has no limits of plasticity and liquidity. Therefore, the plasticity of the required mass of pottery clay can be purchased used. The clays show the plasticity index (PI) equal to 24.39. According to the classification of Jenkins, the clay is highly plasticity. Plasticity ensures less damage during the extruded ceramics, capable of deformation, and is responsible for the greater strength of the ceramic piece.

Physical Characteristics of Materials							
Properties	Clay	Fine powder of sawdust					
Limit of plasticity (%)	17.620	NP					
Limit of liquidity (%)	42.010	NL					
Average real density (g/m³)	2.655	2.705					
Average humidity (%)	2.740	0.590					

Table 2. Indices and physical indices of consistency, (NP) not plastic, (NL) liquid limit not determined

2. táblázat Konzisztencia indexek és fizikai mutatószámok, (NP) nem plasztikus, (NL) a folyóssági határérték nincs meghatározva

Conclusion

The waste industrial processing of ornamental stones is a potential source of raw material to be applied in the production of mortar with industrial purposes in the construction and industry of ceramics red, with low costs for beneficiary eligibility of iron contained in the waste.

The reuse of the residue (abrasive mud) will decrease the volume of raw material extracted directly on nature for the construction. It will contribute to a greater use of waste in construction, and therefore, meet the concept of sustainable development with the rational use of industrial waste of ornamental stones, noting the operational aspects, economic and environmentally correct, so as to provide lower costs and greater administrative control of this environmental liability.

References

 Abirochas Rochas Ornamentais no Século XXI: Bases para uma Política de Desenvolvimento Sustentado das Exportações Brasileiras. Rio de Janeiro. CETEM/ABIROCHAS, 2001. 160 p.

- [2] Anuário Mineral Brasileiro (2003/2004). DNPN/MM, Brasília.
- [3] Associação Brasileira de Normas Técnicas. (1984). NBR 6459: Solos -Determinação do Limite de Liquidez, Rio de Janeiro, 6p.
- [4] Associação Brasileira de Normas Técnicas. (1984). NBR 7180: Solos -Determinação do Limite de Plasticidade, Rio de Janeiro, 3p.
- [5] Associação Brasileira de Normas Técnicas. (1984) NBR 7181: Solos Análise granulométrica.
- [6] Associação Brasileira da Cerâmica. Site: http://www.abceram.org.br
- [7] Bustamante, G. M. Bressiani, J. C.: A Ind. Cerâmica Brasileira. In: Cerâmica Industrial, 5(3)Maio/Junho, Cidade Universitária. São Paulo SP, Brasil, 2000.
- [8] Peyneau, G. O. R. Pereira, G. S.: Tratamento dos Resíduos Provenientes das Serragens de Granito Através da Implantação do Filtro-Prensa. In: XXIV ENEGEP Florianópolis, SC, Brasil, 03 a 05 de Nov., 2004.
- [9] Silva, J. B. Hotza, D. Segadães, A. M. Acchar, W.: Incorporação de lama de mármore e granito em massas argilosas. Cerâmica, oct. /Dec. 2005. vol. 51, no. 320, p. 325-330. ISSN 0366-6913.
- [10] Silva, S. A. C.: Caracterização do Resíduo da Serragem de Blocos de Granito Estudo do Potencial de Aplicação na Fabricação de Argamassas de Assentamento e de Tijolos de Solo-Cimento. Dissertação de Mestrado em Engenharia Ambiental, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES. 1998.
- [11] Souza, J. C. de.: Cadeia Produtiva do Setor de Rochas Ornamentais. In: Anais V° Simpósio de Rochas Ornamentais do Nordeste, 13 a 15 de Nov., Recife, 2005, p.193-203.
- [12] Sumário Mineral (2004). DNPN/MME, Brasília.

Díszkőipari por felhasználása kerámiaipari nyersanyagként

Pernambuco Suape-i régiójában havonta mintegy 120 m³ fűrészelési iszap keletkezik. A fűrésziszap egy sűrűn folyó massza, amely a kőtömbök szétfűrészelésekor és lapokra vágásakor keletkezik, és acélszemcséket, mészhidrátot, vizet és kőport (a díszítőkő tömegének mintegy 40%-át) tartalmaz. A vastartalom nem veszélyezteti a vörös agyag kerámiák mechanikai tulajdonságait. A kővágási és csiszolási hulladék nagyobb mennyiségben tartalmaz a csiszolóporból származó finom homokszemcséket. A kővágási és csiszolási hulladékban jelen lévő méretfrakciókat az agyag osztályozási görbéje is mutatja. Az ilyen hulladék hozzákeverhető a kerámiatestek formázásához használt agyaghoz. A kőpor minták nem mutatnak plasztikus és folyási tulajdonságokat. A kerámiai alapanyag szükséges plaszticitása, kedvező megmunkálhatósága egy erősen plasztikus sötét agyag felhasználásával biztosítható. A hulladék anyagok ésszerű felhasználása csökkenti a környezet hulladékokkal való terhelését.

MEGHÍVÓ

A Szilikátipari Tudományos Egyesület tisztelettel meghívja Önt 2010. május 19-én (szerdán) 10 órakor tartandó XXXIII. KÜLDÖTTGYŰLÉSÉRE, amely egyben Tisztújító Küldöttgyűlés is.

Helyszín:

MTESZ Budai Konferencia Központ (Budapest II., Fő u. 68. VII. emelet 700-as terem)

- A Küldöttgyűlés előzetes programja:
- szakmai előadások,

- beszámoló az Egyesület elmúlt három éves tevékenységéről és a 2010. évi terveiről,
- közhasznúsági jelentés,
- az Ellenőrző Bizottság jelentése,
- beszámoló és előterjesztés a 2009. évi költségvetés teljesítéséről és a 2010. évi költségvetési előirányzatról,
- tisztújítás,
- a Szilikátiparért Emlékérmek átadása,
- örökös tagok avatása,
- elnöki zárszó.

Kérjük, hogy **adója 1%-ának** felajánlásával támogassa a Szilikátipari Tudományos Egyesület munkáját!

> Adószámunk: 19815943-2-41

A befizetett adó egy százalékáról szóló rendelkező nyilatkozat letölthető Egyesületünk honlapjáról. Támogatását köszönjük!

Az Egyesület vezetősége

A beküldendő teljes kézirat a következő részekből áll: szöveges törzsrész, irodalom, kivonatok, ábrajegyzék (ábra aláírásokkal), táblázatok (táblázat címekkel), ábrák, fotók, a szerző rövid szakmai életrajza.

A lentebb rögzített paraméterekkel készített kézirat javasolt terjedelme 5 oldal; indokolt esetben max. 6 oldal lehet, ábrákkal együtt.

A cikk tartalmáért és közölhetőségéért a szerző a felelős.

A CIKK CÍME, SZERZŐJE, HIVATKOZÁS

A cikk címe legyen rövid, tárgyilagos és figyelemfelkeltő. Egysorosnál hosszabb címet lehetőleg ne használjunk.

A cím alatt a szerző neve (tudományos fokozat nélkül), munkahelye neve, a szerző e-mail címe következik.

Ha a közlemény eredetileg előadási vagy poszteranyag volt valamelyik konferencián, rendezvényen, akkor ezt jelezni kell a szerzők adatai után.

SZÖVEGRÉSZ, FEJEZETEK

A word dokumentum margó beállításai: fent 3 cm, lent 3 cm, bal 2,5 cm, jobb 2,5 cm. Papírméret: A4.

A szövegrész betűmérete 10 pt, normál, sorkizárással igazítva. Szimpla sorköz. Betűtípus Times New Roman.

A cikkben mindenhol az SI-rendszer mértékegységeit kell használni.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

A cikkek szerzői igyekezzenek áttekinteni a témára vonatkozó és fontos szakirodalmakat, és ezt közöljék is. A kézirat szövegében az irodalmi hivatkozásokat szövegbeni sorszámuk beírásával kell megadni, pl. [6], a hivatkozási sorrend szerint számozott irodalomjegyzéket kell készíteni.

- Meg kell adni a hivatkozott közlemény bibliográfiai adatait a következő minták szerint:
- Folyóirat esetén: Tóth, Gy. Máté, B.: Földtani tényezők bazaltbányák művelésénél. Mélyépítéstudományi Szemle. XXIV. évf. 4. szám (2004), pp. 145-148.

- Könyv esetén: Vadász, E.: Magyarország földtana. Akadémiai Kiadó. Budapest, 1960.

Ezektől eltérő esetekben értelemszerűen kell eljárni.

ÁBRÁK, TÁBLÁZATOK

Ábrának minősülnek a vonalas rajzok, grafikonok, fotók is. A szövegben legyen benne az ábrák, táblázatok hivatkozása. Ez a szerző útmutatása arra, hogy hová kívánja az ábrát, táblázatot helyeztetni. Az ábrákat nem kérjük a szövegbe beszerkeszteni, kérjük külön-külön képfájlban stb. megadni. A táblázatok a közlés sorrendjében, a kivonat után legyenek elhelyezve, vagy külön fájlba téve. Lehetőleg minden ábrának, táblázatnak legyen címe magyar és angol nyelven. Lehetőség szerint kerüljük a terjedelmes táblázatokat.

Kérjük figyelembe venni, hogy a megjelenés színe fekete-fehér! Bizonyos színek szürke változata ugyanolyan árnyalatú, emiatt a grafikon vagy ábra nem értelmezhető. Ábrák elektronikus jellemzői: tiff, jpg vagy eps kiterjesztés, 300 dpi felbontás fotó esetén, 600 dpi felbontás (a megjelentetés méretében) vonalas ábra esetén.

KIVONAT, KULCSSZAVAK

A cikkhez – a nemzetközi referálás érdekében – külön kivonatot kell készíteni angol nyelven (ha ez nem oldható meg, magyar nyelven), mely tartalmazza a cikk címét is. A kivonat ismertesse a közlemény legfontosabb eredményeit negyed oldal – max. fél oldal terjedelemben.

A szerző adjon meg olyan kulcsszavakat magyar és angol nyelven, melyek a cikk legfontosabb elemeit jelölik.

SZAKMAI ÉLETRAJZ

Szigorúan szakmai életrajz nagyjából 500 karakter terjedelemben (mely tartalmazza a tudományos fokozatot is).

LEKTORÁLÁS

A cikkeket a Szerkesztő Bizottság lektoráltatja. Az apróbb, technikai vagy nyelvhelyességi változtatásokat a szerkesztő közvetlenül átvezeti a kéziraton. A lektor által javasolt, lényeget illető változtatásokról a főszerkesztő a szerzőt értesíti. Mivel a cikk tartalmáért nem a lektor, hanem a szerző felelős, a szerző nem kötelezhető a lektori javaslatok elfogadására.

KORREKTÚRA

A szerzőnek a korrektúrára megküldött kefelevonatot postafordultával vissza kell juttatni.

KAPCSOLATTARTÁS

Az elkészített cikkre és kiegészítéseire szükség van elsősorban elektronikus változatban. Az értelmezhetőség miatt előfordulhat, hogy a nyomtatott, fekete-fehér változatot is kérjük. E-mail: femgomze@uni-miskolc.hu vagy info@szte.org.hu.

Postai cím: Szilikátipari Tudományos Egyesület, 1027 Budapest, Fő u. 68.

Kérjük a szerzőket, hogy adják meg postai címüket, vezetékes és mobil telefonszámukat, e-mail címüket a gyors egyeztetés, elérhetőség érdekében.

The authors can download an English Guideline from the Society's website.

INHALT

- 2 Synthese von Metallkeramik mit Aluminiumoxyd-Basis, mechanische Eigenschaften und Analyse der Mikrostruktur
- 6 Bestimmung von Spannungsintensitäts-Parametern K_{IIC} durch Versuche auf Betonprobekörpern vom neuen Typ (Teil 1)
- **11** Photokatalytische Eigenschaften von mit Ag₂O-V₂O₅-Chemikalien überzogenen Silikagelperlen,
- 15 Festigkeit der Kanten von belastbaren Gläsern
- 23 Änderung der physikalischen Eigenschaften von charakteristischen Steingerüsten bei Asphaltmischungen infolge vom Brennen
- 27 Verwendung von Stäuben aus der Schmucksteinherstellung als Rohstoff der Keramikindustrie

СОДЕРЖАНИЕ

- Синтез корундоматриксных церметов, анализ их микроструктуры и механические свойства
- 6 Определение экспериментальным путём параметров интенсивности напряжения К_{ис} образцов нового типа бетона
- Фотокаталические свойства силикагельных зёрен, покрытых соединениями Ag₂O-V₂O₅
- 15 Прочность торцов несущих стекол
- 23 Физические изменения каменной основы асфальтобетона при пожаре
- 27 Использование в виде сырья для керамической промышленности порошковых отходов, возникающих при изготовлении декоративного камня

ELŐFIZETÉS

Fizessen elő az ÉPÍTŐANYAG c. lapra!

> Az előfizetés díja 1 évre **4000 Ft**.

Előfizetési szándékát kérjük az alábbi elérhetőségek egyikén jelezze:

Szilikátipari Tudományos Egyesület

Telefon/fax: 06-1/201-9360

E-mail: info@szte.org.hu

Előfizetési megrendelő letölthető az Egyesület honlapjáról: www.szte.org.hu

Sandvik In Action

A Sandvik a világ vezető bányászati gépgyártójaként korszerű megoldásokat kínál a fúrási, törés- osztályozási, anyagmozgatási feladatokra. Berendezéseinkkel és magas szinten képzett szakembereinkkel állunk partnereink rendelkezésére a bányászat és az építőipar minden területén.

Az általunk forgalmazott gépekhez eredeti, minőségi alkatrész és szervízellátást biztosítunk.

Vállaljuk rész-vagy komplett üzemek tervezését, kivitelezését, műszaki tanácsadást.

