

NGU Rapport 93.086

**Karakterisering av restproduktet
fra utluting av anortositt**

Rapport nr. 93.086		ISSN 0800-3416	Gradering: fortrolig til 1/4-1995	
Tittel: Karakterisering av restproduktet fra utluting av anortositt.				
Forfatter: Svein Olerud		Oppdragsgiver: A/S Polymer og NGU		
Fylke: Sogn og Fjordane		Kommune: Aurland, Voss		
Kartbladnavn (M=1:250.000) Odda		Kartbladnr. og -navn (M=1:50.000) 1316 I Gudvangen		
Forekomstens navn og koordinater:		Sidetall: 73	Pris: 108kr	
		Kartbilag:		
Feltarbeid utført:	Rapportdato: 03.03.93	Prosjektnr.: 67.2473.16	Ansvarlig: <i>Henri Barkey</i>	
Sammendrag:				
<p>Målet med prosjektet har vært å beskrive egenskaper og vurdere bruksområder for restproduktet (her kalt Sican) fra A/S Polymers prosess for å fremstille aluminiumskjemikalier fra anortositt. Spesielt er det lagt vekt på å vurdere det som råstoff for pozzolan tilslag i betong og som filler.</p> <p>Aluminium og kalsium i anortitt mineralet går i løsning etter syrebehandling. Residuomet består av restene fra lakeprosessen av bergarten anortositt, der mesteparten av aluminium, kalsium og natrium ionene i mineralstrukturen fjernes. Bergarten består i utgangspunktet av mineralene anortitt (90-95%) og mindre mengder andre silikatmineraler. Materialet får etter utluting en store spesifikke overflate og porøsitet. Spesifikk overflate er målt til 57 m²/g, noe som skyldes indre porerom i de utlutede mineralpartikler. Porestørrelsesfordelingsdiagrammer viser at 2/3 av porene er mindre enn 40 Ångstrøm. Ved magnetseparasjon av materialet enten før eller etter utlutingsprosessen kan hvitheten på materialet forbedres fra 81% til 93%.</p> <p>Et relativt omfattende testprogram for bruk av Sican i betong er utført av FCB/SINTEF og Institutt for betongkonstruksjoner på NTH. Resultatet er blant annet at Sican gir tilsvarende økning i fasthet som eksisterende silikastøv, i tillegg reduserer den varmeutviklingen i betong de første døgnene.</p>				
Emneord: industrimineraler	løselighet		produktutvikling	
anortositt	betongprøvestøping			

INNHOOLD

	side
Innledning	4
Mikrosondeundersøkelse	4
Overflater, mikrostruktur	5
Egenvekt	5
Nedmaling	6
Magnetseparasjon	8
Utlutingsgrad	8
Løselighet i forhold til tid	9
Vasking av residuet	12
Filleregenskaper	12
Egenskaper i betong	13
Konklusjoner	14
Litteratur	15
Analyseresultater, tabell 3	16
Prøvebeskrivelse	17

Bilag

1. Diverse brev og avtaler mellom A/S Polymer og NGU.
2. Brev til Orvar Braaten 4/1-90 og 13/3-91.
3. Brevveksling med Crosfield Chemicals.
4. Prøvingsrapport fra FCB/SINTEF og møtoreferater betongmiljøet.
5. Spesifikk overflate og porestørrelsesfordeling av silika SINTEF rapport.
6. Notat fra P.-R. Graff om vasking av residuet.
7. Notat om Sican Filler. Brosjyre: Sican-filler; a new high surface, silicate filler.
8. Kornfordelingskurver fra nedmalingsforsøk.
9. Korrespondanse med Statoil.

Innledning

Målet med prosjektet har vært å beskrive egenskaper og vurdere bruksområder for restproduktet fra A/S Polymers prosess for å fremstille poly-aluminiumklorid (PAK) fra anortositt. Spesielt er det lagt vekt på å vurdere det som råstoff for pozzolan tilslag i betong og som filler.

Prosessen med å benytte feltspaten plagioklas med anortitt-innhold >70% som råstoff i en luteprosess med saltsyre er tidligere vel dokumentert gjennom det store Anortal prosjektet (Braaten 1991) på 1970- og begynnelsen av 1980-tallet. Aluminium og kalsium i anortitt mineralet går i løsning etter lakeprosessen. Residuemet består av restene fra syrebehandling av bergarten anortositt etter at aluminium, kalsium og natrium ionene er laket ut fra mineralstrukturen. Bergarten består i utgangspunktet av mineralene anortitt (90-95%) og mindre mengder epidot, muskovitt, biotitt, kloritt og amfibol.

Etter lakeprosessen er residuemet et hvitt sandig pulver med kornstørrelse som er noe mindre enn utgangspunktet, i disse forsøkene <3mm. Residuemet består av:

80-90% er partikler av amorft silika med konsistens som et mineralogisk materiale.

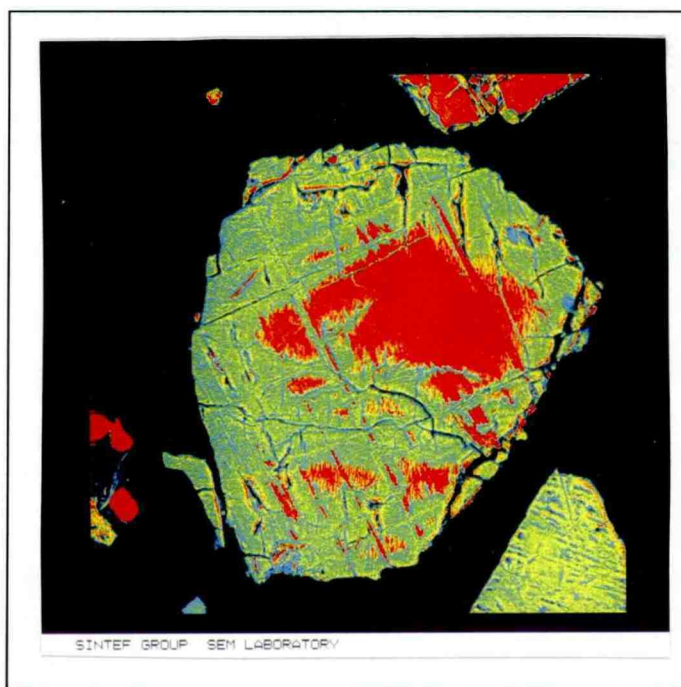
10-20% er mineralogiske partikler av ikke nedbrutt anortitt og mindre mengder epidot, glimmer, kloritt og amfibol. Gitter-strukturen i disse mineralene er ikke brutt ned på samme måten som i hoveddelen av anortitt.

Materialet får etter utluting stor spesifikk overflate og porøsitet som skyldes at Al^{3+} og Ca^{2+} ionene er selektivt fjernet fra mineralgitteret i anortitten.

Mikrosondeundersøkelse

Mikrosondeundersøkelse av utlutet anortositt, (prøve 611 fra Anortal prosjektet) viser at ca. 90% av anortosittkornene er utlutet og består hovedsaklig av SiO_2 . Noen korn har en kjerne som består av anortitt, spekteropptak viser da et høyt innhold av Ca og Al i kjernene. Det er særlig de større kornene som kan ha en anortitt kjerne. Bildet under viser et korn med dårlig utluting, med en kjerne (rødt) av anortitt omgitt av silika (lysegrønt). På bildet sees hvordan utlutingen har startet fra kanten. Krystallets tvillinglameller kan sees som to hovedretninger i planet, to av planene danner i dette snittet en vinkel med ca 30° med hverandre.

Bildet er et backscatter opptak som er basert på forskjellene i elementenes egenvekter, fargene på bildet er kunstige og har ikke noe med mineralenes virkelige farge å gjøre.



Figur 1 Utlutet korn av anortitt. Rød farge er anortitt, mens gulgrønn består av silika.

Overflater, mikrostruktur

Spesifikk overflate og porestørrelsesfordeling er utført av Olav Tronstad, Teknisk kjemi, NTH. Se bilag 5. Målingene på prøve 611 viser en stor spesifikk overflate, $57 \text{ m}^2/\text{g}$ med et lite spesifikt porevolum, $0,06 \text{ cm}^3/\text{g}$, og en liten porøsitet (9,7%). Diagrammene, fig. 2 for pore størrelses- fordelingen viser at ca 2/3 av porene er mindre enn 40 Ångstrøm i diameter. Det vil si at

porevolumet vesentlig er knyttet til indre porer i partiklene. De ytre overflatene for partikler i den målte fraksjon representerer i høyden et par m^2/g . Dette stemmer med andre resultater, nemlig at partiklene er porøse fordi Al og Ca ionene er selektivt fjernet fra anortitt gitteret. Dette porøse skjelettet får da trange porer.

Egenvekt

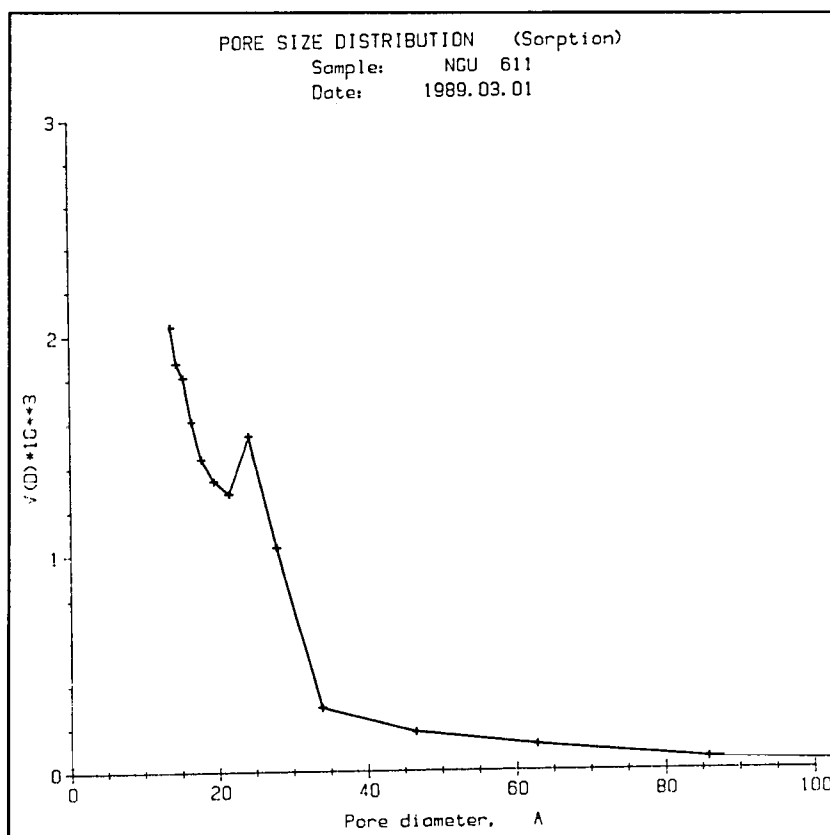
Egenvekten er målt både med porosimeter (bilag 5) og med pyknometer. Den teoretiske for silika er $2,10 \text{ g/cm}^3$ og for anortitt er den $2,62 \text{ g/cm}^3$.

Porosimetermålingene (bilag 5) gir stoff

densiteten på $1,80 \text{ g/cm}^3$, partikkeldensitet på $1,62 \text{ g/cm}^3$ og bulkdensitet på $1,62 \text{ g/cm}^3$, disse verdiene er trolig feil, da stoffdensiteten burde ligge nær den teoretiske verdien for silika, og bulkdensiteten umulig kan være like stor som partikkeldensiteten.

Pyknometermålinger med evakuering av luft gir $2,05 \text{ g/cm}^3$, dette ansees å være nær det riktige for stoff densiteten.

Bulkdensitet for nedmalt materiale er ca $0,6 \text{ g/cm}^3$, men dette tallet vil variere endel med behandling og kompaktering.



Figur 2 Pore størrelse distribusjon i prøve 611. Porediameter langs x-aksen er oppgitt i Ångstrøm. Porevolum langs y-aksen.

Nedmaling

For å teste egenskapene i betong fikk Oppredningsinstituttet på NTH en 10kg's prøve for nedmaling. Materialet ble kjørt i tørr kule mølle i 1, 4, 8 og 16 timer. Kornfordelingen ble deretter testet med Sedi Graph 5100 V2.03 på NGU, se fig. 3 og bilag 8. Siktekurvene viser et flatt forløp, noe som skyldes klabbning under nedmalingen. D_{50} kornstørrelsene etter nedmaling var henholdsvis 30, 8,5, 6 og 3 mikron. Grunnlagsdata vises i bilag 8.

De 4 fire prøvene er tydelig misfarget av stålet fra møllekulene, en tydelig brunfarge blir kraftigere med lengre nedmalingstid. Til filler anvendelser vil det sannsynligvis kreves så lyst materiale som mulig slik at alumina eller zirkonia kuler må brukes dersom kule mølle skulle være aktuelt.

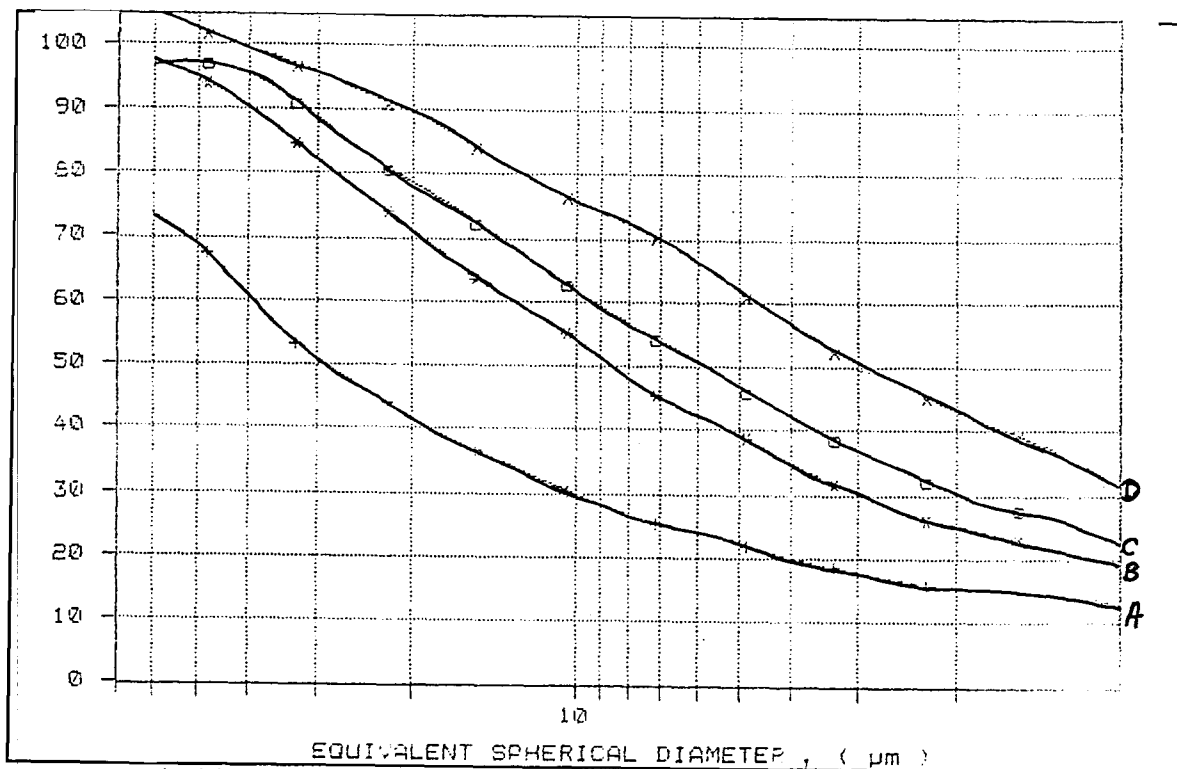
Prøve 802 som er utlutet i Tyskland og nedmalt med jetmølle (micronizer) av Elkem Materials A/S i Kristiansand viser en mye brattere siktekurve, se fig. 4. (grunnlagsdata bilag 8). Prøven viser ingen tydelig misfarging.

Prøve 814 er nedmalt i en keramisk kule mølle med alumina kuler, maletid er totalt 80 timer. På slutten var det en tydelig pakking i mølla, slik at malingen ikke var effektiv. Finhet etter 80 timer i keramisk mølle og alumina kuler er tilsvarende 16 timer med stålkuler. Fig 4. viser kornfordelingen i de to prøvene, (grunnlagsdata er bilag 8).

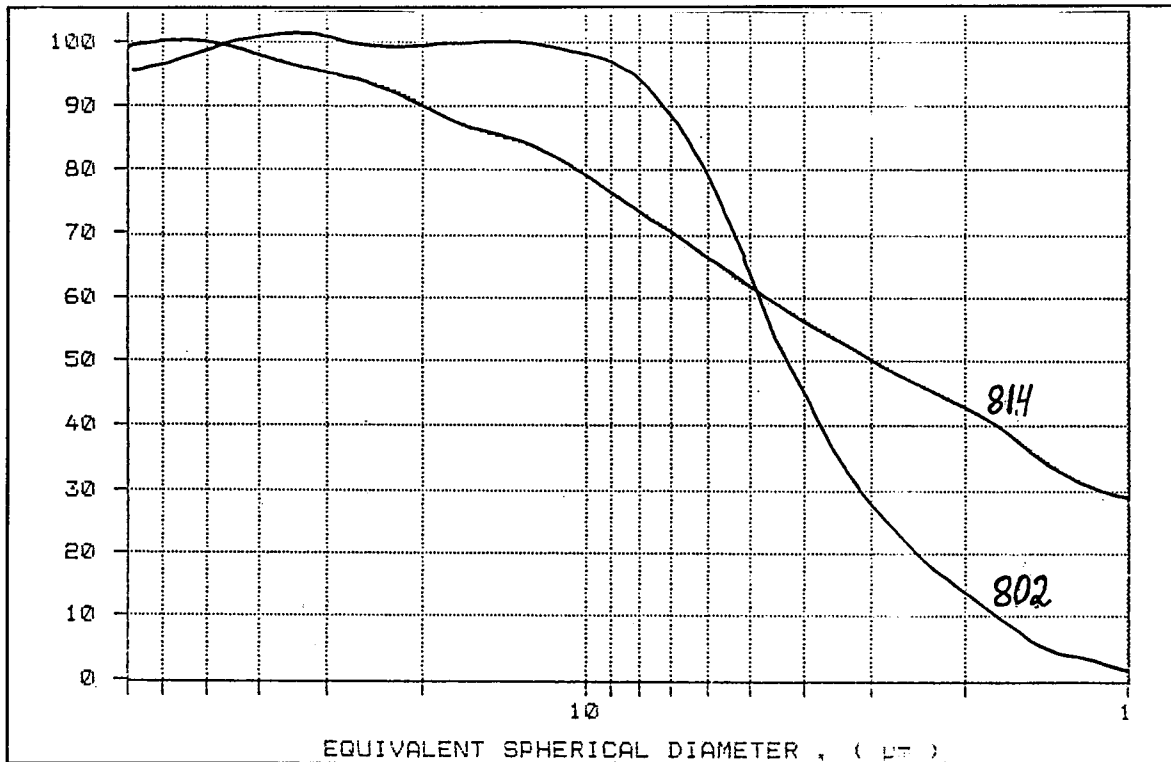
Prøve 814B er splittet ved ca 6 mikron ved hjelp av setling i kolonne basert på Stoke's lov. Siktekurven viser at ca 80% er mindre enn 1 mikron i prøven (se bilag 9).

Ved en kommersiell drift vil denne måten for nedmaling ikke være aktuell da den tar for lang tid, men metoden var hensiktsmessig i lab sammenheng for å få den ønskede finhet. Dersom en ønsker så finmalte prøver som dette vil en trolig velge å bruke jetmølle (mikronizer).

Prøve 814B ble sendt til Statoil for testing i polypropylen plast, men på grunn av forskjellige årsaker kunne ikke Statoil gjennomføre denne testingen..



Figur 3 Kornfordelingskurve for Sican nedmalt i kulemølle med stålkuler.
Maletid A: 1t, B: 4t, C: 8t og D: 16t.



Figur 4 Kornfordelingskurve for prøvene 802, nedmalt med jetmølle hos Elkem Materials A/S og 814, nedmalt med keramisk mølle med alumina kuler.

Magnetseparasjon

Til bruk som filler setter de fleste brukere innen plast, papir, gummi krav til hvithet på materialet. For å oppnå høye hvitheter må de mørke mineralene i anortositten fjernes, og en må unngå å tilføre jern fra utstyr som møller o.l. Til andre bruksområder som betong vil ikke hvithet ha noen betydning. Utlutet anortositt har en naturlig hvithet på 81%.

Magnetseparasjon av materialet er relativt enkelt og i tillegg en relativt billig prosess. Forsøk med prøve 801 viser at ved å benytte NGUs Permroll magnetseparator som har permanent magneter kan en øke hvitheten fra 81% til 93%. Betingelsene under forsøket var hastighet 60 omdr./min. og mating 3. Prøve 803 ble kjørt 3 ganger uten en forutgående sikting, mens prøve 804 ble kjørt 2 ganger med en forutgående sikting på et -0,6mm sikt. Resultatene ble omtrent de samme, se tabell 3.

Det oppnås best resultater med å kjøre en relativt trang kornfraksjon, f.eks. 0,1-0,6mm. En høyintensitetseparator av denne typen fjerner de magnetiske (magnetitt) og paramagnetiske mineraler som fins i anortositt (epidot, biotitt, klinopyroksen, granat, amfibol, kloritt mm). Alle mineralene som misfarger en filler fra Sican er jernholdige og kan teoretisk fjernes med magnetseparator.

Denne magnetseparasjon kan gjøres før eller etter luteprosessen. Ved å kjøre separasjonen før luteprosessen vil en kunne spare syre og energi i luteprosessen.

De mørke mineralene utgjør ifølge Quale (1982) under 5% i de "beste" partiene. Separasjonen fører til at en i tillegg til de mørke mineralene også mister noe anortitt, det totale tapet anslås til å ligge i størrelsesorden 10%.

Utlutingsgrad

Det meste av aluminiumet i bergarten er bundet til gitteret i anortositten. Andre mineraler som har 10-38% Al_2O_3 er epidot, muskovitt, biotitt og kloritt, fins i små mengder. I de rene anortositter som er tenkt brukt til produksjon, fra for eksempel fra Gudvangen - Mjølfjell området, er det ifølge Quale (1982) totalt ca. 5-10%, av epidot, kloritt og lyst glimmer. De nevnte mineraler er tungt løslige i luteprosessen og vil bare i liten grad gå i løsning. Aluminiumet i disse mineralene vil derfor gjenfinnes i residuet.

Prøvene 802, 803 og 804, tabell 3 er fra samme utlutingsbatch, der 803 og 804 er magnetseparert, mens 802 ikke er magnetseparert. Ved magnetseparasjon går Al_2O_3 innholdet i de rensede prøvene 803 og 804 ned i forhold til den urensede 802 med henholdsvis 2,12 og 3,37%. Dette aluminaet er hovedsaklig bundet til andre mineraler enn anortitt. Det vil si at i størrelsesorden 2-3,5% av det analyserte aluminaet i tabell 3 stammer fra disse "tungt" løslige mineralene.

For å få en oversikt over løsligheten i de forskjellige luteprosesser som er forsøkt i prosjektet er det regnet ut en løselighetsfaktor som er;

$$F = \frac{\text{vekt \% } Al_2O_3 \text{ i residuet} - 3\%}{\text{vekt \% } Al_2O_3 \text{ i gjennomsnittlig anortositt}} \times 100\%$$

I nevner er det brukt 31,24% som ifølge Quale (1982) er gjennomsnittet for anortosittene i Gudvangen - Mjølfjellmassivet.

For å korrigere løselighetsfaktoren for alumina innholdet i andre mineraler enn anortitt reduseres det analyserte alumina innholdet i teller med erfaringstallet 3%.

Omregnet etter denne formelen får en følgende løselighetsfaktor F for prøver beskrevet og analysert i tabell 3;

nr	611	802	803	804	805	806	807	808
F	90	87	85	89	75	88	81	72

F gir et rimelig riktig bilde av alumina ekstraksjonen fra anortositter, da en tar hensyn til alumina innholdet også i de andre mineralene (ca. 3%). Denne korrigeringsfaktoren må korrigeres på nytt dersom råstoff fra andre kilder benyttes.

Tabellen viser store variasjoner i løselighetsfaktoren. Prøve 808 har 72% utbytte, dette er så lavt at en bør se hva en kan gjøre med luteprosessen for å forbedre dette. Et utbytte på 85-90% av Al_2O_3 bundet i mineralet anortitt synes å være et realistisk mål.

En får ganske nær de samme løselighets-faktorer dersom en tar CaO i residuet dividert med CaO i gjennomsnittlig bergartsprøve.

Løselighet i forhold til tid

Det er gjort lutforsøk for å finne løseligheten av anortositt materiale i forhold til tid. Forsøket ble gjort i en 20 liters reaktor. Det ble benyttet 4kg anortositt med kornstørrelse $< 2mm$, 3,1l vann og 9,4l konsentrert saltsyre. En prøve av lutevæske ble tatt ut av reaktoren med ulike mellomrom. Resultatene er ført inn i tabellene 1 og 2.

Figur 5 viser at optimal utluting av aluminium og kalsium oppnåes etter ca 20 timer, men kurven er relativt flat fra 7 timer, slik at det blir en overveining av tidsforbruk, størrelse på utstyr som vil avgjøre hva som er optimalt økonomisk sett. Etter 7 timers utluting oppnår en 85% utbytte av Al i løsning i forhold til 20 timer.

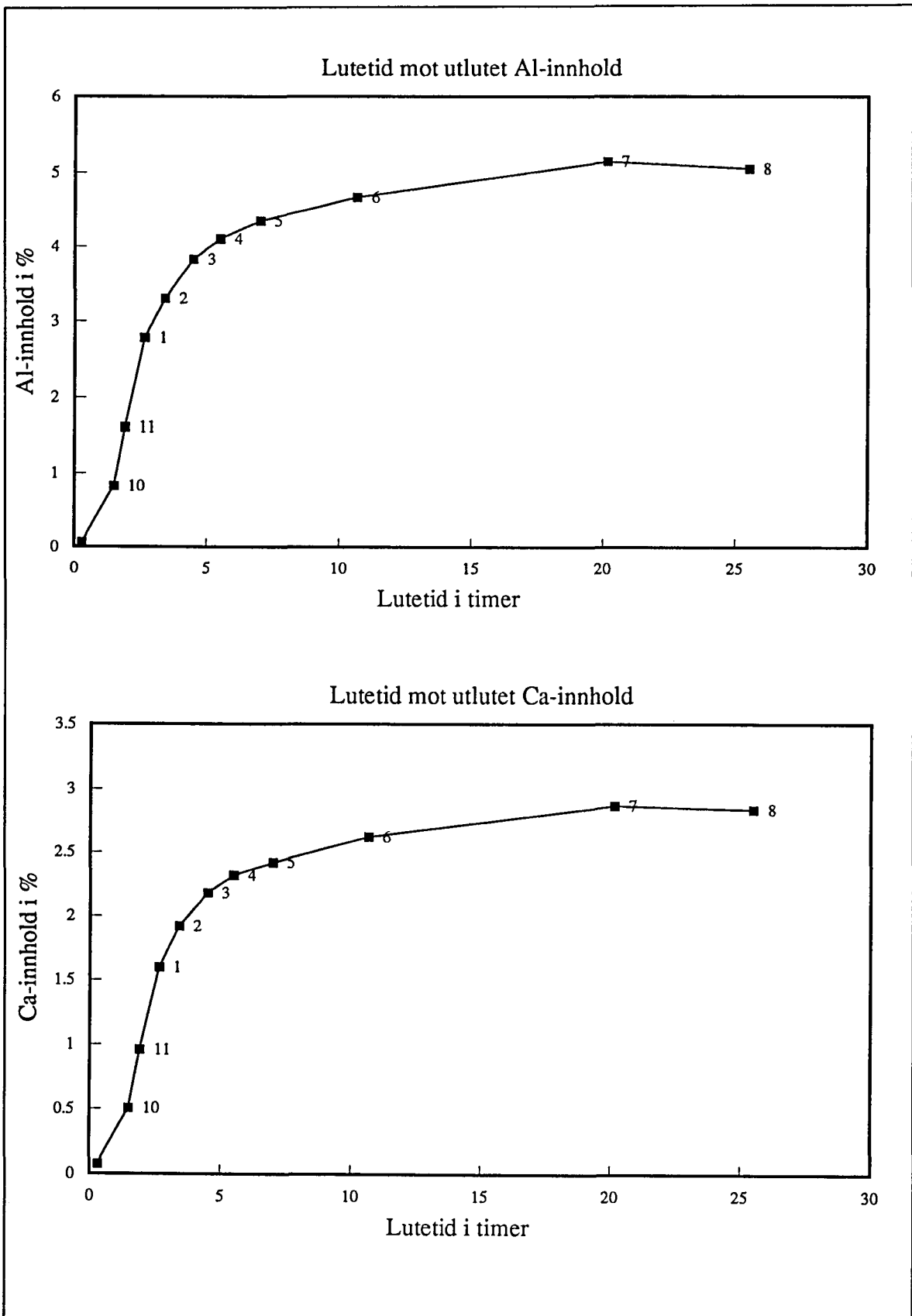
Lutetiden vil synke med økt nedmaling av materialet. Tabell 2 viser element innholdet i lutevæsken etter en bestemte tid i reaktoren som gitt i tabell 1.

Prøve	lutetid	grader
9	20m	44°C
10	1t 30m	99°C
11	1t 55m	koking
1	2t 40m	"
2	3t 25m	"
3	4t 30m	"
4	5t 30m	"
5	7t	"
6	10t 40m	"
7	20t 10m	"
8	25t 30m	"

Tabell 1 Lutforsøk med 20 liters reaktor. Prøver tatt under oppvarming og under koking etter forskjellige tidspunkter.

	Oppdragsnr: 86/92										
Prosjektnr:	67.2473.16										
	9	10	11	1	2	3	4	5	6	7	8
Si	121.0 ppm	195.9 ppm	114.1 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm
Al	642.0 ppm	402.0 ppm	602.0 ppm	813.5 ppm	914.0 ppm	3.83 %	4.11 %	4.35 %	4.67 %	5.15 %	5.05 %
Fe	<2.5 ppm	16.3 ppm	33.3 ppm	49.4 ppm	58.9 ppm	1.10 %	1.11 %	1.12 %	1.13 %	1.16 %	1.16 %
Ti	34.8 ppm	319.8 ppm	507.0 ppm	669.0 ppm	745.5 ppm	64.4 ppm	66.9 ppm	67.8 ppm	66.6 ppm	57.0 ppm	54.0 ppm
Mg	766.5 ppm	51.1 %	96.6 %	1.60 %	745.5 ppm	786.5 ppm	802.5 ppm	858.5 ppm	863.5 ppm	925.0 ppm	942.0 ppm
Ca	90.4 ppm	100.0 ppm	22.2 %	1.38 %	1.92 %	2.18 %	2.32 %	2.46 %	2.62 %	2.87 %	2.84 %
Na	<100.0 ppm	<100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm	100.0 ppm
K	2.6 ppm	8.2 ppm	11.5 ppm	14.8 ppm	16.8 ppm	18.6 ppm	20.0 ppm	21.4 ppm	24.0 ppm	28.8 ppm	29.0 ppm
Mn	<50.0 ppm	<50.0 ppm	56.6 ppm	63.0 ppm	68.0 ppm	101.8 ppm	53.7 ppm	71.9 ppm	75.2 ppm	100.8 ppm	58.0 ppm
P	<1.0 ppm	1.5 ppm	2.0 ppm	1.8 ppm	2.0 ppm	2.0 ppm	1.7 ppm	1.8 ppm	2.3 ppm	2.2 ppm	3.0 ppm
Cu	9.0 ppm	3.6 ppm	4.3 ppm	5.6 ppm	6.3 ppm	5.4 ppm	4.4 ppm	4.6 ppm	4.5 ppm	5.2 ppm	6.2 ppm
Zn	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm	<25.0 ppm
Pb	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm
Ni	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm
Co	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm
V	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm
Mo	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm	<10.0 ppm
Cd	<5.0 ppm	<5.0 ppm	5.2 ppm	8.4 ppm	10.2 ppm	11.9 ppm	13.6 ppm	15.4 ppm	16.1 ppm	19.8 ppm	21.4 ppm
Cr	2.6 ppm	5.1 ppm	8.1 ppm	12.1 ppm	14.8 ppm	16.5 ppm	17.2 ppm	17.9 ppm	19.0 ppm	21.0 ppm	20.8 ppm
Ba	5.0 ppm	30.8 ppm	57.8 ppm	95.7 ppm	115.3 ppm	131.0 ppm	139.9 ppm	147.5 ppm	157.6 ppm	171.5 ppm	169.2 ppm
Sr	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm
Zr	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm	<5.0 ppm
Ag	25.4 ppm	6.3 ppm	5.0 ppm	6.2 ppm	8.3 ppm	5.4 ppm	5.0 ppm	5.0 ppm	5.0 ppm	5.0 ppm	5.0 ppm
B	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm
Be	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm
Li	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm
Sc	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm	<15.0 ppm
Te	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm
La	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm	<2.5 ppm

Tabell 2 Kjemiske analyser av lutevæske fra forsøk beskrevet i tabell 1.



Figur 5 Løselighet av anortositt i forsøk med 20 liters reaktor beskrevet i tekst og tabell 1.

Vasking av residuet

Vasking av residuet for å fjerne salter og syrerester etter luteprosessen har vist seg å være vanskelig. Etter gjentatte vaskinger økes for eksempel pH verdien fra 1 til 6. Men når dette har stått et døgn eller to vil gjerne Ph ha sunket til 3-4 igjen. Per-Reidar Graff har gjort et kvantitativt forsøk med vasking, se bilag 6. Hans konklusjon er at dette latente overskudd av syredannende stoff vesentlig er HCl rester. I tillegg reagerer Al-saltene surt og danner H^+ ioner som bidrar til å senke Ph.

Fenomenet skyldes at residuet har så små porer, se figur 2, at overflatekreftene mellom veggene i porene og ionene blir så store at blandingen med vann i vaskeprosessen går langsomt.

Ved tørking på $110C^{\circ}$, som er over koketemperaturen for HCl, får en stabil høy pH. Dette skyldes at H^+ ioner som sitter fast i trange porerom er lettere å fordampes enn å vaske ut.

Filleregenskaper.

Som filler kan materialet være interessant fordi det har flere egenskaper som er unike sammenlignet med de mineralogiske fillere som finnes i markedet fra før. Dette er først og fremst den store spesifikke overflate på $57 m^2/g$, egenvekten på $2.05 g/cm^3$. Hvitheten på 81%, på nedmalt materiale (Sican 802) er interessant. Etter behandling med høyintensitet magnetseparator kan en fremstille materiale med hvithet opp til 93% (Sican 804, 814) og med meget lavt Fe-innhold.

Det finnes meg bekjent ingen kommersielle fillere som har lignende egenskaper. Det burde derfor være mulig å finne fram til godt betalte nisje anvendelser for produkter med disse egenskapene.

Mulige bruksområder er som filler i plast, maling og gummi. Det lave jerninnholdet gjør materialet spesielt interessant som filler i polypropylen plast. For å finne ut om Sican har egenskaper som funksjonell filler må det gjøres forsøk hos brukere eller produsenter av de forskjellige materialer.

Den store overflaten og porevolumet indikerer at Sican har egenskaper som ligner på mineralprodukter som zeolitter, perlitt, utfelt silika, mikrosilika og diatomitt (kiselgur). Dette gir muligheter for å kunne utnytte de spesielle fysiske egenskapene i materialet i mer spesialiserte produkter som: katalysator, katalysatorbærer, absorbent for spesielle ioner, ionebytter, filtermedium, klaringsmedium for næringsmidler / væsker etc. Disse type egenskaper må imidlertid testes av produsenter/brukere direkte før en kan si noe mer om Sican's egenskaper i de forskjellige sammenhenger. For å komme videre med slike undersøkelser må det foreligge større partier som eventuelle brukere kan teste, dette har hittil ikke vært tilgjengelig i prosjektet. Det anbefales at det produseres minimum noen hundre kilo av høy kvalitet, det vil si materiale med høy utlutingsgrad og høyest mulig hvithet, nedmalt med mikroniser til ønskede kornstørrelser.

En interessant kontakt er Henning Baan, Statoil i Bamble som jobber med resepter for polypropylen. Han var spesielt begeistret for det lave Fe innholdet og den høy hvitheten i Sican 804, og vil utføre en test med denne prøven uten omkostninger for prosjektet. Til dette formål er det fremstilt en prøve (814B) med høy hvithet, lavt jerninnhold og en kornstørrelse <6 mikron. Dessverre har vi nå fått tilbakemelding fra Statoil at de for tiden ikke kan gjennomføre prøvetesting av vårt Sican produkt (bilag 9).

Egenskaper i betong.

For og teste egenskapene i betong har Forskningsinstitutt for Cement og Betong (FCB), SINTEF gjort forsøk for å få et bilde av egenskaper som vannbehov, støpelighet, stabilitet, avbindingstid, varmeutvikling og fasthetsutvikling. Forsøkene som er utført er rapportert i bilag 4. Det ble brukt prøve 802 som er residuum som er nedmalt til <10mikron. En test ble kjørt der 10% av sementen ble erstattet med Sican støv, en parallell ble kjørt uten. Resultatene er at egenskaper som vannbehov, støpelighet og stabilitet er på linje med de vanlige gode silikastøv som er i handelen. Testrapporten fra FCB er vedlagt, bilag 4.

Sican støvet har i tillegg en retarderende og varmereduserende virkning, som vanlig silikastøv ikke har. Dette kan ha stor positiv virkning ved støping av grove konstruksjoner hvor høy varmeutvikling er et problem.

De pozzolane egenskapene og denne retarderende varmeutviklingen hadde stor interesse i miljøet rundt FCB/SINTEF og Institutt for betongkonstruksjoner på NTH og ble derfor testet videre ut i form av en diplomarbeid på NTH (Varegg 1992) og senere en semesteroppgave på samme institutt.

Hovedvekten i hovedoppgaven (Varegg 1992) er lagt på undersøkelsen av effekten av pozzolanet på trykkfastheten. I tillegg er det undersøkt Sican's effekt på herdevarmen. Det er også gjort forsøk med vannabsorpsjons fra omgivelsene og glødetap, effekt på støpelighet og bestandighet. Silikastøv fra Fiskaa Verk, Elkem har vært referanse for samtlige forsøk på rene pozzolaner, og ved forsøkene i mørtel er det prøvet tilsvarende blandinger med og uten silikastøv. Det er utført en rekke vannadsorpsjonsmålinger, glødetapmålinger og DTA/DTG/TG-analyser. Beskrivelse av blandinger, støpeforsøk og herdekasseforsøk fasthetsprøving og kapillærabsorpsjonsmålinger inngår i hovedoppgaven. Prøve Sican 802 med forskjellige nedmalingsgrader er benyttet i oppgaven. Prøvene har følgende gjennomsnittlig kornstørrelse som d_{50} verdier; 20, 8,5, 6 og 3 mikron, foruten en umalt prøve <1mm (se kapittel om nedmaling over).

Hovedkonklusjonene fra denne undersøkelsen er følgende:

- Sican oppnår samme fasthetsnivå som silikastøv etter 28 døgns vannlagring ved 20°C. Etter 120 døgn ligger alle 4 Sican prøver i samme område som referanse prøven med silikastøv. Den umalte ligger lavere på samme nivå som referansprøven uten silikatilsetning.
- Sican virker dempende på temperaturutviklingen i betong. Temperaturutviklingen i herdekasse viser for sammenlignbare prøver maksimumstemperatur på 70°C for silikastøv, 65°C for referanseprøve uten silika og 62°C for Sican (A4) prøven.
- Økende nedmalingsgrad av Sican gir økende fasthet i betongen de første 28 døgnene, men dette jevner seg ut og blir ubetydelig etter 120 døgn.
- Sican gir ikke den samme ønskede økning i tetthet som silikastøv i betong.

For en eventuell Sican produksjon synes det som nedmalingsgraden ikke spiller noen stor rolle. Dette er en stor kostnadsbesparelse. En får ikke samme fillereffekt med større tetthet og mindre porer i betongen som silikastøv gir. Denne effekten vil en trolig ikke oppnå før en har produkter med tilsvarende primære partikkelstørrelse som silikastøv (0,2-0,3 mikron). Å komme ned til denne kornstørrelsen for Sican vil fordyre materialet mye, selv om det er teknisk mulig ved mikronisering.

Dette antyder at Sican's bidrag først og fremst er løselig silika som reagerer kjemisk i det basiske sementmiljøet og danner sterke bindinger av kalsium-silisium-holdige hydrerte mineraler.

Konklusjoner

Sican er restmaterialet fra en saltsyre luteprosess med utgangspunkt i nedknust anortositt fra Gudvangen - Mjølfjell området. Anortositt består av feltspaten anortitt (90-95%) og mindre mengder epidot, muskovitt, biotitt, kloritt og amfibol. Aluminium og kalsium i anortitt mineralet går i løsning etter lakeprosessen. Residuomet består av restene etter syrebehandling etter at aluminium, kalsium og natrium ionene er laket ut fra mineralstrukturen.

Etter lakeprosessen er residuomet et hvitt sandig pulver med kornstørrelse som er noe mindre enn utgangspunktet. Residuomet består av: 80-90% er partikler av amorft silika med konsistens som et mineralogisk materiale. 10-20% er mineralogiske partikler av ikke nedbrutt anortitt og mindre mengder andre mineraler. Gitter-strukturen i disse mineralene er ikke brutt ned på samme måten som i hoveddelen av anortitt. Spesifikk overflate er målt til hele 57 m²/g, noe som skyldes indre porerom i de utlutede mineralpartikler. Porestørrelsesfordelingsdiagrammer viser at 2/3 av porene er mindre enn 40 Ångstrøm.

Ved magnetseparasjon av materialet enten før eller etter utlutingsprosessen kan forbedre hvitheten på materialet fra 81% til 93%.

Utlutingsgraden i de forskjellige forsøk ligger fra 72-90% av tilgjengelig løst alumina.

Et forsøk beskriver luteforløpet for <2mm materiale, en får her optimal utlutning etter ca 20 timer. Etter 7 timer reaktortid er utbyttet 85% i forhold til 20 timers prøven.

Mulige bruksområder for Sican kan være som filler er i plast, maling og gummi. Det lave jerninnholdet i de magnetseparerte kvalitetene gjør materialet spesielt interessant som hvite filler i plast.

Den store overflaten og porevolumet indikerer at Sican har egenskaper som ligner på andre mineralprodukter med stor overflate. Dette gir muligheter for å kunne utnytte de spesielle fysiske egenskapene i materialet i mer spesialiserte produkter som: katalysator, katalysatorbærer, absorbent for spesielle ioner, ionebytter, filtermedium, klaringsmedium for næringsmidler / væsker etc. Disse type egenskaper må imidlertid testes av produsenter / brukere direkte før en kan si noe mer om Sican's egenskaper i de forskjellige sammenhenger. For å komme videre med slike undersøkelser må det foreligge større partier som eventuelle brukere kan teste, dette har hittil ikke vært tilgjengelig i prosjektet. Det anbefales at det produseres minimum noen hundre kilo av høy kvalitet, det vil si materiale med høy utlutingsgrad og høyest mulig hvithet, nedmalt med mikroniser til ønskede kornstørrelser.

Et relativt omfattende testprogram for bruk av Sican i betong er utført av FCB/SINTEF og Institutt for betongkonstruksjoner på NTH. Sican er her sammenlignet med egenskapene til mikrosilika (Elkems silikastøv). Dette har gitt følgende hovedkonklusjoner:

- Sican oppnår samme fasthetsnivå som silikastøv etter 28 døgns vannlagring ved 20°C.
- Sican virker dempende på temperaturutviklingen i betong.
- Økende nedmalingsgrad av Sican gir økende fasthet i betongen de første 28

døgnene, men dette jevner seg ut og blir ubetydelig etter 120 døgn.

-Sican gir ikke den samme ønskede økning i tetthet som silikastøv i betong.

Disse resultatene har ført til en stor interesse for materialet i betongmiljøet, da det ved siden av å gi samme økning i fasthet som silikastøv også gir en dempet temperaturutvikling under herding, noe som er en ettertraktet egenskap ved støping av store konstruksjoner.

Trondheim, 3/3-93.

Svein Olerud

Litteratur

- Braaten, O. 1991: Anortal in retrospect. Proceedings from the Ketil Motzfeldt symposium. NTH, Trondheim, may 1991. s.175-197.
- Dahl, P.A. & Johansen, R. 1991: Prøving av anhortalstøv. SINTEF-FCB rapport 32246, 6s.
- Griffiths, J. 1985: Kemira mica - utilising resources. Industrial Minerals, dec 1985. 77-83.
- Tronstad, O. 1989: Spesifikk overflate og porestørrelsesfordeling av silika. SINTEF rapport STF A88092.
- Varegg, B. 1992: Alternative pozzolaner. Hovedoppgave Universitetet i Trondheim. NTH. 70s + vedlegg.

Tabell 3.

Prøve nr	611	802	803	804	805	806
XRF-analyser, NGU:						
SiO ₂	88.10	87.15	90.66	92.83	80.55	87.13
Al ₂ O ₃	6.08	6.89	4.77	3.52	10.86	6.84
Fe ₂ O ₃	0.44	0.52	0.16	0.12	0.66	0.55
TiO ₂	0.14	0.11	0.07	0.07	0.12	0.13
MgO	0.08	0.22	0.06	0.03	0.28	0.32
CaO	2.76	3.13	1.98	1.42	5.22	3.31
Na ₂ O	0.52	0.75	0.59	0.45	1.18	0.74
K ₂ O	0.16	0.25	0.15	0.14	0.23	0.22
MnO	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.01
P ₂ O ₅	<0.01	0.01	<0.01	<0.01	0.02	0.02
Sum	98.28	99.03	98.44	98.59	99.16	99.33
Glødetap, 1000°C	14.56	8.23	11.97	12.43	8.61	8.44
Fuktighetstap ved 110°C		5.4%				
Mo	<5	<5				
Nb	5	6				
Zr	36	37				
Y	<5	<5				
Sr	175	241				
Rb	7	8				
U	<10	<10				
Th	<10	<10				
Pb	12	<10				
Cr	15	17				
V	10	11				
As	<10	<10				
Sc	<10	<10				
S	<0.10%	<0.10%				
Cl	0.15%	<0.10%				
F	<0.10%	<0.10%				
Hvithet, analysert av NGU:						
FMX		81.4%	93.2%	93.2%		
FMY		81.2%	92.7%	92.7%		
FMZ		80.2%	90.6%	91.2%		
R457		80.2%	90.6%	91.3%		
Overflater, porevolum analysert av SINTEF:						
BET - spes. overflate	57 m ² /g					
Porøsitet	9.7%					
Spesifikt porevolum	0.06 cm ³ /g					
Egenvekt og bulk tetthet analysert av NGU:						
Egenvekt pyknometer				2.05 g/cm ³		
Bulk tetthet		0.6 g/cm ³				

Prøve nr	807	808	814
XRF-analyser, NGU:			
SiO ₂	84.50	79.77	87.90
Al ₂ O ₃	8.85	11.70	7.06
Fe ₂ O ₃	0.63	0.74	0.22
TiO ₂	0.15	0.16	0.03
MgO	0.34	0.40	0.09
CaO	4.43	5.70	2.89
Na ₂ O	0.90	1.22	0.77
K ₂ O	0.25	0.25	0.20
MnO	0.01	0.01	<0.01
P ₂ O ₅	0.02	0.03	0.01
Sum	97.79	98.09	99.18
Glødetap, 1000°C	11.40	10.58	9.06

Hvithet, analysert av NGU:

FMX	92.9%
FMY	92.7%
FMZ	91.9%
R457	91.9%

Prøvebeskrivelse

- 611 Residuum fra anortositt, fått fra H. Quale, IFE. <3mm. Gammel prøve fra Anortal prosjektet.
- 801 Residuum fra anortositt. Fått fra A/S Polymer, utluting i Tyskland. Opprinnelig <3mm, delt i grovfraksjon og finfraksjon, som er slam fra vaskingen.
- 802 Residuum fra anortositt. Fått fra A/S Polymer, utluting i Tyskland. Nedmalt til <10mikron av Elkem Materials, Kristiansand.
- 803 Residuum fra anortositt, som 801. Separert på Permroll, tre ganger, hastighet 60 o/min, mating 3.
- 804 Residuum fra anortositt, som 801, siktet til -589 mikron. Separert 2 ganger på Permroll, hastighet 60 o/min, mating 3.
- 805 Residuum fra anortositt, opprinnelig <3mm. Levert ferdig vasket av Lindbak.
- 806 Residuum fra anortositt, opprinnelig <3mm. Levert i syrebad av Lindbak. Vasket ved NGU.
- 807 Residuum fra anortositt, opprinnelig <3mm. Levert fra Lindbak, 1/10-91 som prøve 1. Beskrevet som høy utlutingsgrad, lite vasket.
- 808 Residuum fra anortositt, opprinnelig <3mm. Levert fra Lindbak, 1/10-91 som prøve 2. Beskrevet som lavere utlutingsgrad, godt vasket.
- 809 Prøve 808 og 809 sammenslått.
- 810 Residuum, separert på Permroll før utluting. Prøve fra søylen 0 cm, bunn.
- 811 Residuum, separert på Permroll før utluting. Prøve fra søylen 20 cm, midten.

- 812 Residuum, separert på Permroll før utluting. Prøve fra søylen 35 cm, midten.
- 813 Residuum, separert på Permroll før utluting. Prøve fra søylen 50 cm, topp.
- 814 Residuum. Separert på Permroll før utluting, Utluting på NGU i 20 liters reaktor med omrøring, vasking, tørking og separering på Permroll to ganger (mating 4, 60 omdr/min). Nedmalt i keramisk kulemolle. Statoil prøven.
- 814B Som 814, men separert ved setling for å få fraksjon <6 mikron.

SEKSJON FOR INDUSTRIMINERALER

A/S Polymer
Bygdøy Kapellvei 14

0287 OSLO 2

Deres ref.:

Vår ref.: Jnr. 1249/89.B HB/gs
Ark. 312

Trondheim, 16.03.89

Prosjektforslag for:
UNDERSØKELSE AV RESIDUET FRA ANORTALPROSESSEN

Målet med prosjektet er å vurdere residuet fra anortal prosessen som råstoff for pozzolan tilslag i betong og som filler.

Residuet er hovedsakelig restene fra syrebehandling av mineralet anortitt etter at aluminium, kalsium og natrium oksydene er laket ut fra mineralstrukturen. Det er et hvitt amorft silika med kornstørrelse mindre enn 3 mm med konsistens som et mineralogisk materiale. Det har en spesifikk overflate på 57 m²/g, en partikkeldensitet på 1.62 g/cm³ og en porøsitet på 9.7%. Den store spesifikke overflaten på materialet gjør at det kan ha positiv effekt ved tilsetning i betong. For å teste egenskapene i betong og som fillere må materialet gjennomgå en rekke tester:

Mineralseparasjon, kjemiske analyser, nedmalingsforsøk, kornfordelings-
tester, hvithetstester og lignende vil bli utført på NGU.
Mikronisering av materialet til fraksjoner i størrelsesområdet under
4 mikron vil bli utført av SINTEF, avdeling for bergteknikk.
Overflate, porevolum og porøsitet målinger vil bli gjort ved SINTEF,
avd. Teknisk kjemi.
Prøvestøping og bestemmelse av pozzolanitet vil bli utført ved
Forskningsinstituttet for cement og betong, SINTEF.

Disse testene vil kunne gi svar på om materialet har de riktige
råstoffegenskapene, men det presiseres at dette ikke er det samme som å
utvikle et kommersielt produkt.

Budsjett for undersøkelsene:

Tørrmaling, mikronisering, SINTEF	72.000
Overflate, porestørrelsefordeling, SINTEF	8.000
Betongforsøk, SINTEF	20.000
Mineralseparasjon, kjemiske analyser, hvithetstester, labmaterieell mm., NGU	30.000
Litteratursøk, litteratur, reiser, diverse	10.000
Lønn forskere NGU for undersøkelser og rapportering 3 mndr. à 35.000	105.000
Total sum	<u>245.000</u>


Forslag til finansiering:

A/S Polymer dekker driftsutgiftene	140.000
NGU dekker lønnsutgiftene	<u>105.000</u>
Sum	<u>245.000</u>

Det foreslås at prosjektet gjennomføres som et samarbeidsprosjekt der NGU dekker lønnskostnadene og A/S Polymer dekker driftsutgiftene. Fra NGUs side vil prosjektet bli ledet av forsker Svein Olerud.

Resultatene fra undersøkelsen vil bli holdt konfidensielle inntil en avtalt dato. Fremdriftsplan for prosjektet bør diskuteres nærmere, men vi kan starte prosjektet umiddelbart dersom vi får dekket driftsutgiftene.

Med hilsen


Henri Barkey
seksjonssjef


Svein Olerud
forsker

SEKSJON FOR INDUSTRIMINERALER

A/S Polymer
Direktør Per E. Lindbak
Bygdøy Kapellvei 14
0287 OSLO 2

Deres ref.:

Jnr.3375/89B SO/SP
Ark. 23.2473.14

Trondheim,

12. sept. 1989

FORSLAG TIL AVTALE MELLOM A/S POLYMER OG NGU

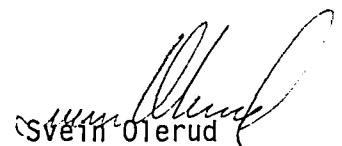
Sender som avtalt i to eksemplarer utkast til samarbeidsprosjekt mellom A/S Polymer og NGU. Dersom du har noen merknader eller ønsker om forandring i utkastet, så returner dette til oss med dine merknader så snart som mulig. Hvis du ikke har noen bemerkninger til avtalen, ber vi deg undertegne den og returnere det ene eksemplar til oss.

NGU kan starte undersøkelsene så snart avtalen er undertegnet og vi får residuum fra IFE.

Vennlig hilsen



H. Barkey
seksjonssjef



Svein Olerud
forsker

Vedlegg: Utkast til samarbeidsavtale

SAMARBEIDSAVTALE

MELLOM
A/S POLYMER
OG

NORGES GEOLOGISKE UNDERSØKELSE

UNDERSØKELSE AV RESIDUET FRA UTLUTING AV ANORTOSITT

Målet med prosjektet er å vurdere residuet fra A/S Polymer's prosess for fremstilling av aluminiumskjemikalier som råstoff for pozzolan tilslag i betong og som filler.

Residuet er hovedsakelig restene fra syrebehandling av mineralet anortitt etter at aluminium, kalsium og natrium oksydene er laket ut fra mineralstrukturen. Det er et hvitt amorft silika med kornstørrelse mindre enn 0,3 mm med konsistens som et mineralogisk materiale. Det har en spesifikk overflate på 57 m²/g, en partikkeldensitet på 1.62 g/cm³ og en porøsitet på 9.7%. Den store spesifikke overflaten på materialet gjør at det kan ha positiv effekt ved tilsetning i betong. For å teste egenskapene i betong og som fillere må materialet gjennomgå en rekke tester:

Mineralseparasjon, kjemiske analyser, nedmalingsforsøk, kornfordelings-
tester, hvithetstester og lignende vil bli utført på NGU.

Mikronisering av materialet til fraksjoner i størrelsesområdet under
4 mikron må utføres utenfor NGU og dekkes av A/S Polymer etter avtale.
Overflate, porevolum og porøsitet målinger vil bli gjort ved SINTEF,
avd. Teknisk kjemi.

Prøvestøping og bestemmelse av pozzolanitet vil bli utført ved
Forskningsinstituttet for cement og betong, SINTEF.

①

Disse testene vil kunne gi svar på om materialet har de riktige
råstoffegenskapene, men det presiseres at dette ikke er det samme som å
utvikle et kommersielt produkt.

Budsjett for undersøkelsene:

Overflate, porestørrelsefordeling, SINTEF	8.000
Betongforsøk, SINTEF	20.000
Mineralseparasjon, kjemiske analyser, hvithetstester, labmaterieell mm., NGU	30.000
Litteratursøk, litteratur, reiser, diverse	10.000
Lønn forskere NGU for undersøkelser og rapportering 2 mndr. á 35.000	<u>70.000</u>
Total sum	<u>138.000</u>

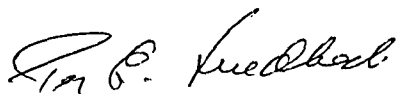
Finansiering:

A/S Polymer dekker driftsutgiftene	68.000
NGU dekker lønnsutgiftene	<u>70.000</u>
Sum	<u>138.000</u>

Prosjektet gjennomføres som et samarbeidsprosjekt der NGU dekker lønnskostnadene og A/S Polymer dekker driftsutgiftene. Fra NGUs side vil prosjektet bli ledet av forsker Svein Olerud. (2)

Resultatene fra undersøkelsen vil bli holdt konfidensielle inntil en avtalt dato. Fremdriftsplan for prosjektet avtales etterhvert.

Oslo, 18. 9. 1989
A/S Polymer



Per E. Lindbak
Direktør

Trondheim, 1989
Norges geologiske undersøkelse

Knut S. Heier
Adm. direktør

A/S POLYMER

Bygdøy Kapellvei 14 c

Oslo 2

Vikhammer

Har du noen kommentar

til denne da?

Tlf; 02-437185

Postgiro 3450756

Bankgiro 5018.63.15933

Olerud

Norges Geologiske Undersøkelser
Leiv Eirikssons vei 39
Postboks 3006 Lade
7002 Trondheim

A. K.	20.9.89
AV.	B
B	
J.N.	3513
K.O.	
S.BEH.	Barby/Olerud
ARK.	23.2773.14

Deres ref.:

Dato

Oslo, 18.9.1989

Forslag til avtale mellom A/S Polymer og N.G.U.

Avtalen er greit satt opp, men kanskje jeg kunne komme med to tilføyninger:

1.

Siste avsnitt, side 1, merket 1. Litteratursøk, skal bl.a. omfatte materialtekniske, prosesstekniske og anvendelsestekniske muligheter for residuet.
Undersøke markedsmuligheter og innlede kontakter i Norge og utlandet.

2.

Nest siste avsnitt, side 2, merket 2. ledet av forsker Svein Olerud, og som vil kontinuerlig samarbeide med A/S Polymer i prosjektarbeidet.
Prosjektarbeidet avsluttes med en kortfattet rapport.

Avtalen returneres i undertegnet stand, og vi ber om at en kopi av endelig avtale med tilføyelser og signert blir returnert A/S Polymer.

Det arbeides med å få knust de 12 tonnene.
Jeg håper at IFE kan ha noen kg residium i løpet av 3-4 uker. I mellomtiden kan kanskje Olerud starte forberedende arbeide.

Si har kommet med et nokså omfattende program som vi skal se på.
Deretter tar vi kontakt for å drøfte det hele.

Vennlig hilsen



Per Lindbak
A/S Polymer

SAMARBEIDSAVTALE

MELLOM
A/S POLYMER
OG
NORGES GEOLOGISKE UNDERSØKELSE

UNDERSØKELSE AV RESIDUET FRA UTLUTING AV ANORTOSITT

Målet med prosjektet er å vurdere residuet fra A/S Polymer's prosess for fremstilling av aluminiumskjemikalier som råstoff for pozzolan tilslag i betong og som filler.

Residuet er hovedsakelig restene fra syrebehandling av mineralet anortitt etter at aluminium, kalsium og natrium oksydene er laket ut fra mineralstrukturen. Det er et hvitt amorft silika med kornstørrelse mindre enn 0,3 mm med konsistens som et mineralogisk materiale. Det har en spesifikk overflate på 57 m²/g, en partikkeldensitet på 1.62 g/cm³ og en porøsitet på 9.7%. Den store spesifikke overflaten på materialet gjør at det kan ha positiv effekt ved tilsetning i betong. For å teste egenskapene i betong og som fillere må materialet gjennomgå en rekke tester:

Mineralseparasjon, kjemiske analyser, nedmalingsforsøk, kornfordelings-
tester, hvithetstester og lignende vil bli utført på NGU.

Mikronisering av materialet til fraksjoner i størrelsesområdet under
4 mikron må utføres utenfor NGU og dekkes av A/S Polymer etter avtale.
Overflate, porevolum og porøsitet målinger vil bli gjort ved SINTEF,
avd. Teknisk kjemi.

Prøvestøping og bestemmelse av pozzolanitet vil bli utført ved
Forskningsinstituttet for cement og betong, SINTEF.

Disse testene vil kunne gi svar på om materialet har de riktige
råstoffegenskapene, men det presiseres at dette ikke er det samme som å
utvikle et kommersielt produkt.

Budsjett for undersøkelsene:

Overflate, porestørrelsefordeling, SINTEF	8.000
Betongforsøk, SINTEF	20.000
Mineralseparasjon, kjemiske analyser, hvithetstester, labmateriell mm., NGU	30.000
Litteratursøk, litteratur, reiser, diverse	10.000
Lønn forskere NGU for undersøkelser og rapportering 2 mndr. á 35.000	<u>70.000</u>
Total sum	<u>138.000</u>

Finansiering:

A/S Polymer dekker driftsutgiftene	68.000
NGU dekker lønnsutgiftene	<u>70.000</u>
Sum	<u>138.000</u>

Prosjektet gjennomføres som et samarbeidsprosjekt der NGU dekker lønnskostnadene og A/S Polymer dekker driftsutgiftene. Fra NGUs side vil prosjektet bli ledet av forsker Svein Olerud.

Resultatene fra undersøkelsen vil bli holdt konfidensielle inntil en avtalt dato. Fremdriftsplan for prosjektet avtales etterhvert.

Oslo, 1989
A/S Polymer

Trondheim, 1989
Norges geologiske undersøkelse

Per E. Lindbak
Direktør

Knut S. Heier
Adm. direktør

A S POLYMER

Environmental Technology
Environmental Chemicals

ANK.	8.1.91
AVD.	B
B...	
J...	75
KO...	
S.BEH.	Barkey Nord
ARK.	

NORGES GEOLOGISKE UNDERSØKELSER
POSTBOKS 3005 - LADE
7002 TRONDHEIM

Date

7.1.1990.

Our ref.

Your ref.

ATT: HENRY BARKEY OG SVEIN OLERUD.

Viser til våre telefonsamtaler i romjulen og på nyåret om våre muligheter i videreføring av POLYMER ANORTOSITT PROSJEKT og det umiddelbare, som ble drøftet med Olerud, å foreta en innledende test på vårt pilotanlegg fremstilte residue.

Vi tror at vår fremtidige industripartner(e) vil være bestemt og planene, i første omgang for Norden, gjennomarbeidet i løpet av noen få uker. Vi ville sette stor pris på å kunne avlegge Dem et besøk deretter for bl.a. å redegjøre for hele prosjektet. Derfor ville det være av viktighet å ha noe mer data om residuet. Elkem regner jeg med vil også innen den tid ha data om anvendelse av residuet.

Etter at residuet som ble bearbeidet i Tyskland er blitt borte har jeg i all hast fremskaffet 11 kg vasket, fri for syre (HCL), og lufttørket residue. Vasking av residuet ble avsluttet når vaskevannet var nøytralt, kontrollert med pH-målinger. Imidlertid vil jeg bemerke at ved pH-måling av en mindre prøve av vasket residue etterpå, registrerte jeg sur reaksjon av residuet. Er dette HCL-rest som har brukt lengre tid for diffusjon fra de indre deler av porene i residuet, eller er det residuets "egen-surhet"?

Alt vaskevann ble tatt vare på. Ved sedimentasjon over natten utgjorde dette finmateriale 8,9 %, som ble tatt vare på som en egen fraksjon. Det øvrige materiale, 91,1 %, sedimenterte meget raskt og kunne fortløpende bli vasket etter filtrering.

Vedlegger 0,5 kg original residue (vasket, tørket, ikke malt, delt i to fraksjoner slik som det fremkom under vaskingen). Deretter vil, du så snart Elkem har jetmølle-malt 10 kg, få tilsendt ca. 3 kg omgående. Håper dette er tilstrekkelig i denne omgang.

Har du anledning til å ringe meg om hva du mener om surheten. Dersom det er rest-HCL, bør vi vel ikke foreta korrosjonsprøve. Avventer dine resultater.

Med hilsen

for AS Polymer

Per Lindbak
Per Lindbak.

Adr.
Bygdøy Kappelvei 14 c
0287 Oslo 2
Norway

Tel. : + 47-2-43 71 85
Telefax : + 47-2-33 40 71
Postgiro : 3450756
Bankgiro : 5018.63.15933

Per Lindbak
A/S Polymer
Bygdøy Kapellvei 14
0287 Oslo 2

Deres ref.:

Vår ref.:

Trondheim,

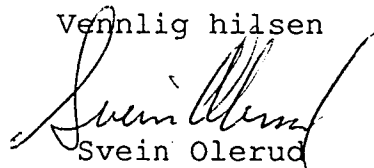
8/8-91.

Takk for igår, det var hyggelig å se at du har fått en positiv og intressert partner inn i prosjektet.

Jeg sender en prøve av et magnesiumklorid med diverse andre "forurensninger", væsken er et luteproduktet fra andre mineraler. Vedlagt tabell viser kjemisk sammensetning. Kan du få Lech til å sjekke om dette har noen virkning som fellingsmiddel, eventuell andre interessante egenskaper.

Jeg sender også med en kopi av notatene jeg har fått fra SINTEF/FCB om utprøving av restproduktet.

Vennlig hilsen



Svein Olerud

Tabell: Løsningens kjemi

Analysen er gjort på NGU med med ICP-instrument, Cl er analysert våtkjemisk:

Mg	6.01%
Fe	0.82%
Si	0.24%
Cl	20.0%
Al	<12.5ppm
Ti	<0.8ppm
Ca	45.2ppm
Na	8.1ppm
K	<62.5ppm
Mn	119.9ppm
P	<25.0ppm
Cu	1.5ppm
Zn	<0.3ppm
Pb	<12.5ppm
Ni	479.5ppm
Co	21.9ppm
V	4.0ppm
Mo	6.8ppm
Cd	<2.5ppm
Cr	<5.0ppm
Ba	<0.8ppm
Sr	0.6ppm
Zr	1.2ppm
Ag	1.8ppm
B	5.3ppm
Be	<0.3ppm
Li	<0.5ppm
Sc	<0.5ppm
Ce	<7.5ppm
La	<2.5ppm

Metallene opptrer hovedsaklig som kationer i likevekt med Cl i løsningen. Silisium er i løsning som Si-O-OH komplekser.

Løsningen har et syreoverskudd av HCl med en pH på ca. 0.5.

Orvar Bråthen
Kjemisk inst.
Univ. Oslo

Your ref.:

Trondheim,

4/1-90.

Our ref.:

Residuet fra anortal-prosessen

Her er noen data om residuet fra anortal prosessen. Sender med et overhead bilde som illustrerer hva som skjer med anortitten i luteprosessen. Dette er originalbildet mitt, så det må du returnere så snart som mulig. Lykke til med foredraget.

Residuet er hovedsaklig restene fra syrebehandling av mineralet anortitt etter at aluminium, kalsium og natrium oksydene er laket ut fra mineralstrukturen.

Det medsendte bildet viser et mineralkorn etter luteprosessen. Kjerne (rød) er upåvirket anortositt, det lyst grønne er amorf silika, der Al, Ca og Na ionene er fjernet.

Residuet er et hvitt, amorft silika med kornstørrelse mindre enn 3 μm med konsistens som et mineralogisk materiale.

Aktuelle egenskaper er:

Spesifikk overflate på 57 m^2/g .

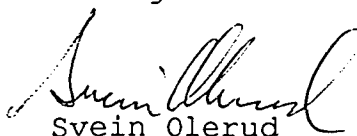
Partikkeldensitet på 1.62 g/cm^3 .

Porøsitet på 9.7%.

Porene er vesentlig i størrelsesområdet under 40 Ångstrøm.

Den store spesifikke overflaten på materialet og at det består av reaktiv, amorf silika gjør at det kan ha positiv effekt ved tilsetning i betong. Andre mulige anvendelser kan være som fyllstoffer o.l.

Vennlig hilsen



Svein Olerud

Orvar Braaten
Gulleråsveien 21D
Oslo 3.

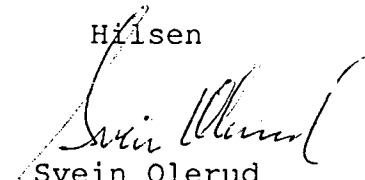
Trondheim, 13/3-91.

Sender en rask kommentar til ditt Anortal manus, håper det ikke er for seint. Manuset er meget interessant og jeg ser fram til å høre foredraget.

Kommentar til siste avsnitt s.3.:

Ved syrebehandling går Al og Ca ioner i løsnning, men du hevder at Si ionene frigjøres og utfelles som gel fordi de er omgitt av 4 Al ioner. Er dette riktig?
Etter det jeg har funnet ut er residuumet et silika skjellett som ikke har kollapset. Dannes det i det hele tatt silika gel?? (som er sphæriske, amorfe partikler der primærpariklene er noen nanometer store). Residuumet er altså kun et silika skjellett ofte med en anortitt kjerne (se bildet jeg sendte deg). Dermed er det ikke riktig at en har Si(OH)_4 grupper i noe særlig utstrekning.

Hilsen



Svein Olerud
NGU

Dr. A.L. Lovell
Crosfield Chemicals
P.O. Box 26
Warrington
ENGLAND WA5 1AB

Your ref.:

Jnr. 145/91.B SO

Our ref.:

Prosjekt 67.2473.16

15 January 1991

Trondheim.

RAW MATERIAL FOR WATERGLASS PRODUCTION?

Dear Tony,

I have a totally different question for you this time. The background is a little Norwegian company, A/S Polymer, who has developed a process for aluminium chemicals based on the mineral anorthite, $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$. The process is based on acid leaching of Al where they get a residue of unleached particles. The company has asked me to look at possible uses for the residue.

This residue consists of particles where the mineralogical lattice of the silicates is preserved, while most of the Ca-, Al-, Na-ions is leached out. 80-90% of the silica in the residue is amorphous, the rest of Si, Al, Ca etc. is linked to unleached minerals. For me it seem to be easy to make a pure waterglass from it, as only the amorphous SiO_2 phase is soluble in $\text{Na}(\text{OH})$.

The table show the chemical composition of residue sample 611, which is not exactly the same as the sample 801 I send to you, but it is supposed to be of a similar composition.

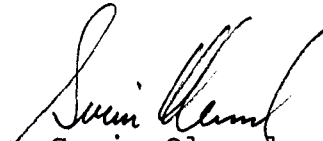
sample	611
SiO_2	75.27
Al_2O_3	5.19
Fe_2O_3	0.38
TiO_2	0.12
MgO	0.06
CaO	2.36
Na_2O	0.44
K_2O	0.14
MnO	<0.01
P_2O_5	<0.01
L.O.I.	14.56
Sum	98.53

I send a little sample (801) if you want to test the material.

My questions is now: is this a suitable material for e.g. waterglass production, and what price could we obtain for this product?.

I wish you a happy new year and I am looking forward to hear from you.

Best wishes from


Svein Olerud

Copy to A/S Polymer.

CROSFIELD CHEMICALS



Crosfield Chemicals
P.O. Box 26, Warrington, Cheshire, England WA5 1AB.
Tel: 0925 416100. Fax: 0925 59828. Telex: 627067.

ALL/ljc/norway.let

February 15 1991

Svein Olerud
Geological Survey of Norway
Leiv Erikssons vei 39
P O Box 3006 - Lade
N 7002 TRONDHEIM
Norway

Dear Svein,

Thank you for the information on the anorthite residue. My first reaction is that the level of impurity would be far too high to consider as a feed for waterglass production. In general we always find that a proportion of the impurities always dissolve in NaOH even when we are using our normal sand feedstock which is > 99.5% SiO₂. However, if the silica in the residue is amorphous then it may dissolve sufficiently quickly that we avoid dissolving too much of the impurity. We will carry out a small test to see if this will happen. If the material does dissolve and produce an acceptable waterglass I imagine it might be worth something in the region of £10 - £30/tonne which is the price of the typical quartz sands used at present.

We must also arrange a discussion on the olivine project. Has Sturla spoken to Norsk Hydro yet? Perhaps, if the snow is not too deep, I could visit you shortly.

Regards

A L Lovell
Director, Research and Development

7034 TRONDHEIM

TELEFON: (07) 59 52 24
TELEX: 55 620 SINTF N
TELEFAX: (07) 59 71 36

Side 1 av 6

Prøving av anhortalstøv
Oppdrag fra NGU, Postboks 3006, Lade, 7002 TRONDHEIM
ved henv av 91-02-20 Deres ref. Svein Olerud
Oppdragets art prøving i mørtel
Prøvens ankomst 91-02-20 emballasje plastpose i papirpose

1. PRØVING I MØRTEL

For å få et bilde av støvets virkning på viktige betongegenskaper som vannbehov, støpelighet, stabilitet, avbindingstid, varmeutvikling og fasthetsutvikling, ble det utført 2 prøveblandinger i mørtel. For blandingene ble hhv 0 % og 10 % av sementvekta erstattet med anhortalstøv.

1.1 Delmaterialer

Følgende delmaterialer ble benyttet:

- Sement : P30 4A fra Norcem avd Dalen
- Tilslag : RC sand ihht DIN 1164
Sandens korngradering er gjengitt i Vedlegg 1
- Vann : Deionisert vann
- Tilsetningsstoff: Mighty 150, et naftalenbasert, vannreducerende SP-stoff (40 % tørrstoffinnhold) fra Scancem Chemicals
- Tilsetning : Anhortalstøv fra NGU

1.2 Sammensetning og framstilling

Blandingene ble utført i henhold til NS 3049 "Portlandsement. Metoder for fysikalsk prøving", pkt 8 "Fasthetsbestemmelse i plastisk mørtel". Anhortalstøvet ble tilsatt tørt etter sammenblanding med sementen. Mighty 150 ble tilsatt før det siste 1 min av blandetiden, og da i mengder slik at blandingene fikk godt støpelig- og omlag samme konsistens.

Materialsammensetningen for blandingene er gjengitt i tabell 1.

1.3 Prøving. Utførelse og resultater

For hver av de 2 utførte blandingene ble det foretatt bestemmelse av:

- synkmål i mørtelkonus etter NS 427A, Del 2, Blad 2.7
- utbredelsesmål på rystebord etter ASTM C 109
- avbindingstid og varmeutvikling de første timer etter blanding ved kontinuerlig registrering av varmeutvikling i ca 1 liter mørtel plassert i tette, ca 10 cm tykke isoporkasser

Videre ble det for hver blanding utstøpt 6 stk 40·40·160 mm prizmer for bestemmelse av bøye-og trykkfasthet ved hhv 1, 7 og 28 døgns alder.

Utstøping, lagring og prøving av prismene ble utført i henhold til reglene i NS 3049.

Prøvingsresultatene er gjengitt i tabell 1 og i figur 1.

Anhortalstøvetts virkningsfaktor k er beregnet ut fra trykkfasthetsresultatene ved 28 døgns alder. Den angir anhortalstøvetts innflytelse på mørtelens 28 døgns trykkfasthet relativt til innflytelsen av ekvivalent mengde sement.

Tabell 1. Materialsammensetning og prøvingsresultater

Blanding nr		1	2
Blandings- forhold, vekt	Sement	1	0,9
	Anhortalstøv	0	0,1
	RC-sand	3	3
	Vann	0,45	0,45
	Mighty 150 <i>Naftalen</i>	0,0036	0,0058
Konsistens	synk, mm	35	25
	utbredelse, mm	213	195
Avbindingstid i timer-min etter vanntilsetning (angir tid fram til 2°C temperaturstigning)		3-30	4-45
Maks herde- temperatur	°C	43,5	39,5
	oppnådd, tid etter vann-tilsetn., timer-min	11-15	11-30
Bøyestrek- fasthet, MPa etter	1 døgn	4,6	3,3
	7 døgn	7,5	7,4
	28 døgn	8,7	9,7
Trykkfasthet MPa etter	1 døgn	23,1	16,0
	7 døgn	47,6	50,3
	28 døgn	67,6	76,0
Virkningsfaktor, k		-	≈2,0

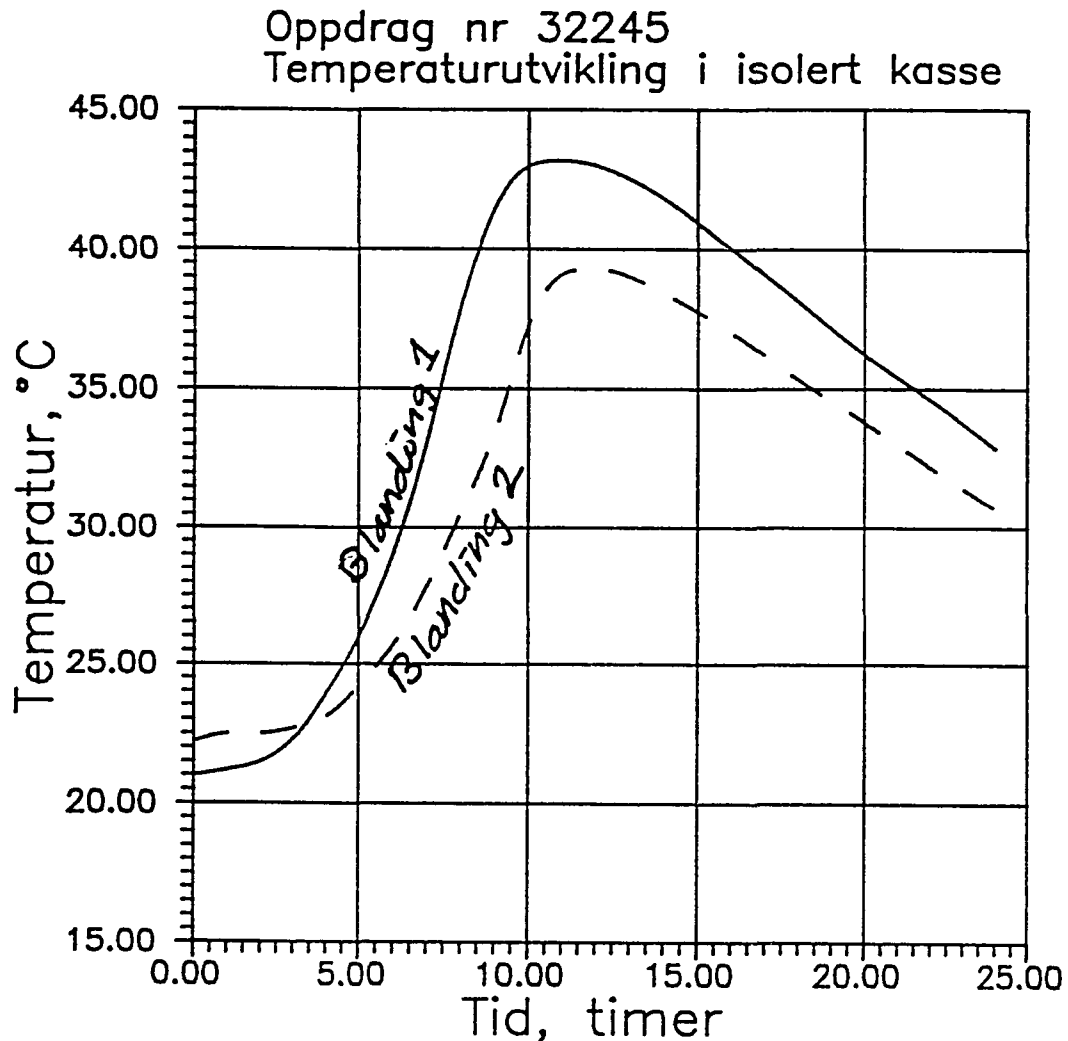


Fig 1. Temperaturutvikling det første døgnet etter utstøping. Målt i isolert kasse.

2

VURDERING AV PRØVINGSRESULTATENE

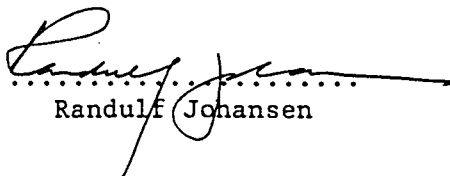
Resultatene indikerer at anhortalstøv har en virkning på viktige mørtel-/betongegenskaper som vannbehov, støpelighet og stabilitet som er på linje med det som oppnås ved bruk av tilsvarende mengder (ca 10 % av sementvekta) av et tradisjonelt, godt silikastøv. Virkningen på mørtel/betongs 28 døgns trykkfasthet ($k=2$ angir her at 1 vektdel anhortalstøv har en virkning tilsvarende omlag 2 vektdeler P30 4A-sement eller ca 3 vektdeler P30- eller MP30-sement) er også omlag den samme som den som erfaringsmessig oppnås ved bruk av et godt silikastøv.

Sammenlignet med det som erfaringsmessig oppnås i tilsvarende blandinger ved bruk av tilsvarende mengder tradisjonelt silikastøv, tyder resultatene på at anhortalstøvet har en større retarderende virkning på såvel avbindingsstida som det første døgnets varme- og fasthetsutvikling.


Den avbindingsretarderende effekt er ikke så stor at den vil ha nevneverdig betydning ved vanlige mørtel-/betongarbeider.

Den retarderende og ikke minst temperaturreducerende (ca 4°C lavere maks. temperatur for Blanding 2 med - enn for Blanding 1 uten 10 % anhortalstøvtilsetning) effekt som støvet har hatt, kan være av stor positiv betydning for grove konstruksjoner hvor høy varmetvikling gjerne er et problem.

Trondheim, 1991-04-22



.....
Randulf Johansen



... Per Arne Dahl
Per Arne Dahl

7034 Trondheim - NTH

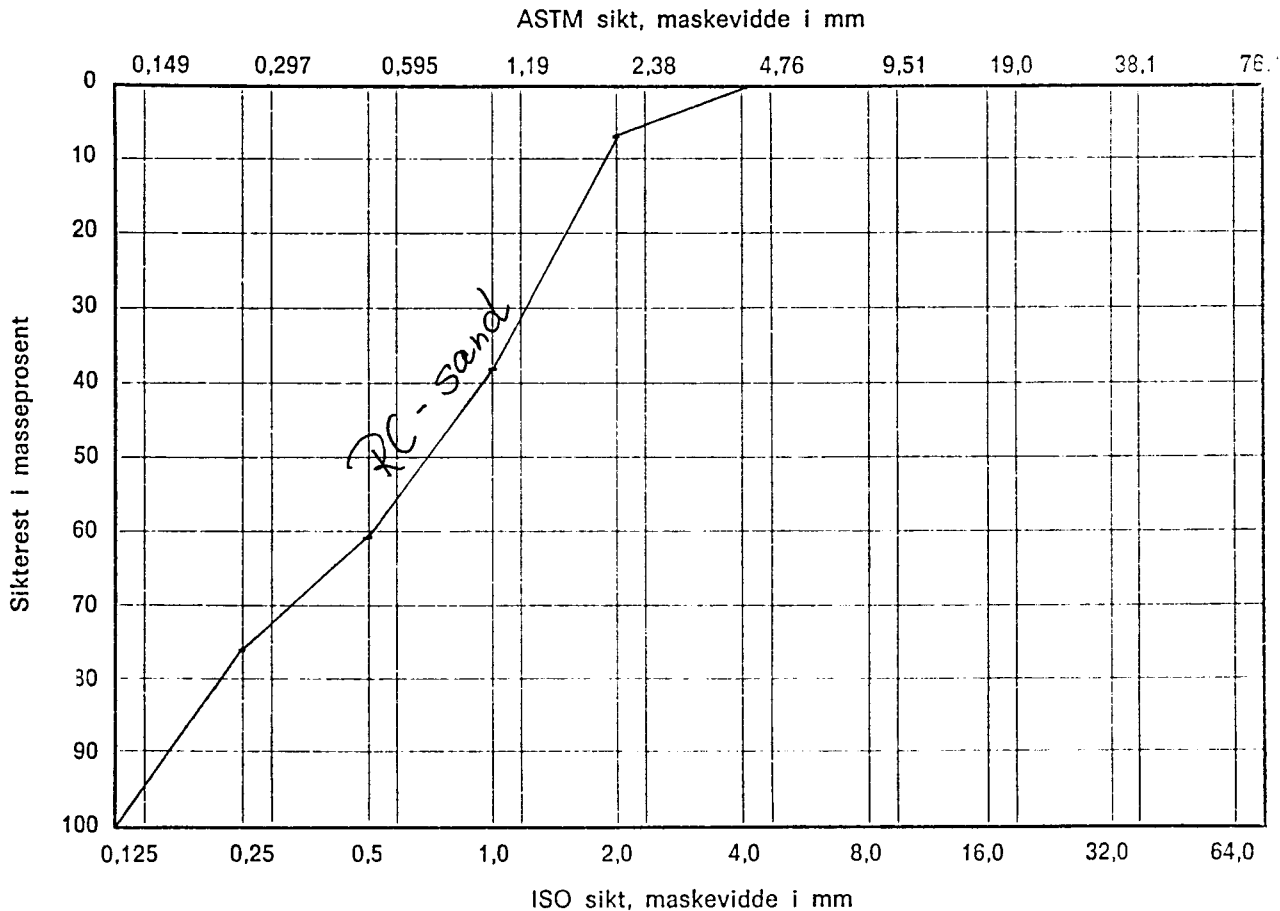
TELEFON: (07) 59 52 25
TELEX: 55 620 SINTEF N
TELEFAX: (07) 59 24 80

Formular 2
Side av 6 av 6

PRØVING AV TILSLAG, NS 3474

KORNGRADERING:

Vårt merke	Sikterest i masseprosent på sikt med maskevidde i mm:									
	0,125	0,25	0,5	1,0	2,0	4,0	8,0	16,0	32,0	
RC-sand	100	76,0	61,0	38,0	7,0	0				



R. Amundahl



Skjemaet brukes til rapportering fra reiser, møter, konferanser etc. Omtal fortrinnsvis bare en sak på hvert skjema.
EN KOPPI SENDES SENTRALARKIV

Arkivkode/prosjektnr.
KJ/hn/652019.00

Gradering
Fortrolig

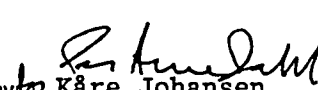
Sideantall
2

BEHANDLING
UTTALELSE
ORIENTERING
ETTERAVTALE

GÅR TIL

GJELDER

REFERAT FRA MØTE onsdag 1991-09-11 "To typer industriframstilte pozzolaner pluss en filler"

Underskrevet av 
Kåre Johansen

Dato 1991-09-13

Per Arne Dahl (PAD), FCB
Harald Justnes (HJ), FCB
Magne Maage (MM), Selmer
S. Smeplass (SS), BK/FCB
O. Skjølvold (OS), FCB
Erik Sellevold (ES), NTH
Svein Olerud (SO), NGU
Malvin Sandvik (MS), NC

				x
	x			
	x			
	x			
	x			
	x			
				x
	x			

MERKNADER

Til møtet forelå referat fra forrige møte holdt 91-06-18. Med innkallingen var det utsendt tre notater fra (HJ) pluss utkast til prøveprogram for lim og betong.

Uder gjennomgang av referat orienterte SO nærmere om støvenes framstilling og egenskaper. SO la fram to notater som vedlegges:

- 1 Sican-filler tidligere kalt anhortalstøv.
- 2 B-silika tidligere kalt residuum.

Følgende er prøvd tidligere ved FCB:

- Sican 802.
- B-silika prøve 660C.
- Ytterligere fire varianter av B-silika.

På bakgrunn av SO's orientering stilte ES spørsmål om det er de rette typer fillerkvaliteter vi har valgt for prosjektet, og foreslo at vi som forprosjekt med arbeidsinnsats fra FCB og student prøver å klargjøre dette.

For betong må en basere seg på å bruke de minst rensede og bearbejdede produktene for å holde prisen lav.

Sican

Sican foreligger etter at kalsium og aluminium er lutet ut som en porøs grus 0-3 mm. Etter utvasking av saltsyre og tørking er grusen knust ned til Sican 802.

Følgende varianter ble foreslått undersøkt i et forprosjekt:

Prøver med tre utvaskingsgrader; godt, middels og dårlig vasket. For hver av disse utvaskingsgrader prøves Sican ved malingsgrad:

- 1 D₅₀= 1 mm grus
- 2 D₅₀= 50 µm
- 3 D₅₀= 20 µm
- 4 D₅₀= 5 µm tilsvarer Sican 802
- 5 D₅₀= 2 µm ekstra finmalt

Hvilke undersøkelser som skulle utføres, ble det ikke tatt stilling til.

B-silika

B-silika er framstilt våtkjemisk fra mineraler. Silikaprimærpartiklene er tette og har kuleform med diameter 30-70 nm og sp.-overflateca. 155 m²/g. De aggregerer opp til større partikler med D₅₀= 15 µm. Stor indre overflate er trolig årsak til rask tilstivning i betong (155 m²/g). Varmebehandling en time ved 1100 °C reduserer spesifikk overflate til ca 30 m²/g.

Det ble diskutert alternative måter for bruk av så fint filler til betongformål. Nevnt ble innblanding i sement under brenneprosessen, blanding av fine og grove partikler (herunder også andre reaktive fillere) og innblanding av små mengder for stabilisering av sementlim, mørtel og betong.

Videre arbeid

Som et utgangspunkt foreslår FCB at følgende inngår i et forprosjekt:

- 1 Stabiliserende effekt i sementlim tilsatt 0,5, 1, 2 og 5 % B-silika. De doseringer av at B-silika som gir tilfredstillende effekt i lim undersøkes videre mhp stabiliserende effekt i betong.
- 2 Betongprøver med hydrofoberte prøver av B-silika (2 og 5 % tilsetning).
- 3 Varmebehandlet B-silika i mengder 5 og 10% prøves i betong.

Den effekt av varmeutvikling som ble målt på Sican og B-silika bør følges opp innen forprosjektet.

Målet med forprosjektet er å finne fram til de fillerkvaliteter som skal inngå i hovedprosjektet.

I samarbeid med gruppens medlemmer vil FCB arbeide videre med å utarbeide det endelige forslag til forprosjektet.

Betongprogrammet

Forslaget til betongprogram behandles etter at forsøkene med fillere er avsluttet.



Skjemaet brukes til rapportering fra reiser, møter, konferanser etc. Omnal fortrinnsvis bare en sak på hvert skjema.
EN KOPPI SENDES SENTRALARKIV

UTTALELSE
ORIENTERING
ETTERAVTALE
BEHANDLING

GÅR TIL

GJELDER

Notat fra møte 91-11-04 vedrørende bruk og finansiering av sicanstøv. Oppklaringsmøte med Norske Skog As, Polymer as og SINTEF FCB.

Per A Dahl
Jan Gustavsen
Per Lindbak
Magne Maage
Svein Olerud
Erik Sellevoll
Sverre Smeplasm

x
x
x
x
x
x
x

x

Kåre Johansen

Underskrevet av Kåre Johansen

Avd. FCB

Dato 91-11-07

ANK.	15.11.91
AVD.	B
S...	
...	4003
KONE	
S.BEH.	Olerud
ARK.	

MERKNADER

Notat fra møte 91-11-04

Møtet var kommet istand etter anmodning fra Per Lindbak i Polymer for å avklare en rekke spørsmål som Jan Gustavsen i Norske Skog As har stillt vedrørende betong generelt og Sicanstøv spesielt.

Per Lindbak orienterte om anhortositt og om Sican som et residuum. Man sitter med residuum i størrelsesorden 18000 tonn/år i form av grus 0-3 mm som kan tenkes anvendt på flere måter.

Magne Maage orienterte om sement og silika som bindemidler i betong, pulver med ulike egenskaper;

Sement: kornstørrelse 10-15 µm og overflate 0,4 m²/g

Silikastøv kornstørrelse 0,1 µm og overflate 15-20 m²/g

Til sammenligning:

Sican 802 en kornstørrelse 5 µm og en overflate på 50-60 m²/g.

Den store overflaten skyldes trolig at Al-ioner er lutet ut og at en måler både indre og ytre overflater.

Studentarbeidet i høst legger vekt på å klarlegge hvilken betydning finmalingsgraden har på Sicans egenskaper.

Silika og Sicans effekt i betong.

1) Silika har en positiv fillereffekt i fersk betong som utnyttes for å "skreddersy" ønskede ferskbetongegenskaper. Det er uklart hvilke filleregenskaper Sican har og i hvilken grad finmalingsgraden spiller inn. En kombinasjon av silika og Sican er meget mulig.

2) Pozzolaneffekten for Sican er påvist uten at en vet hvor stor reaksjonsgraden er. Pozzolaneffekten er ønskelig av følgende grunn: Sement og vann danner sterkt forenklet ca. 70% kalsiumsilikat-hydrater og ca. 30% kalsiumhydroksyd; Sement + vann = CSH + Ca(OH)₂. CSH gelet er bestandig og har styrke mens Ca(OH)₂ er mindre sterkt og kan løses opp lutes ut fra betongen. Tilsetning av pozzolan som

SPESIFIKK OVERFLATE OG PORE-
STØRRELSSEFORDELING AV SILIKA

av

O. Tronstad

SINTEF

AVDELING TEKNISK KJEMI

RAPPORT
RAPPORT
RAPPORT

Bilag 5



Overflatebestemmelse etter BET-metoden^{x)}.

BET-isotermen er gitt slik:

$$\frac{P}{V_a(P_0 - P)} = \frac{c-1}{V_m c} \frac{P}{P_0} + \frac{1}{V_m c}$$

eller

$$\frac{P}{V_a(P_0 - P)} = s \cdot \frac{P}{P_0} + I$$

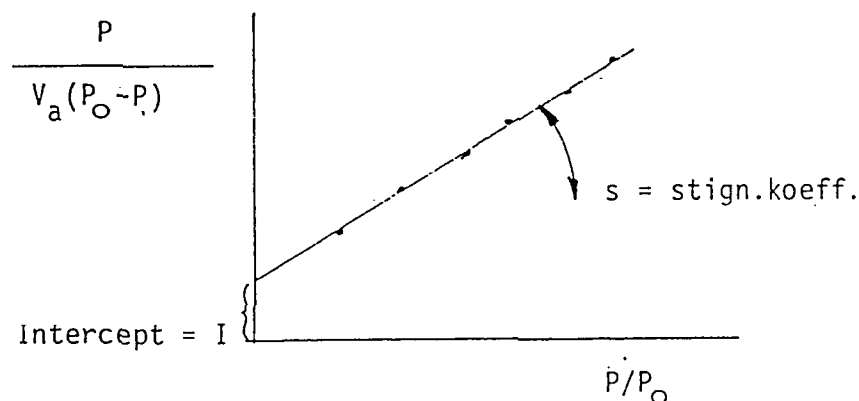
P_0 - kondensasjonstrykk av adsorbat ved den aktuelle temperatur

V_a - volum adsorbert på prøven ved trykket P

V_m - volum adsorbat for å danne 1 monomolekylært lag på overflaten

c - konstant

BET-isotermen i kurveform:



Utregnet får man:

$$V_m = \frac{1}{s + I}$$

1 N_2 -molekyl dekker 16.2 \AA^2 flate

1 $\text{cm}^3(\text{STP}) N_2$ dekker 4.35 m^2

1 $\text{cm}^3(\text{STP}) Kr$ dekker 5.1 m^2

1 mg N_2 dekker 3.49 m^2

$$S_g = \frac{V_m \cdot 4.35}{\text{utveidd prøvemengde}} \text{ m}^2 \text{ g}^{-1} \quad \text{eller} \quad S_g = \frac{V_m \cdot 3.49}{\text{utveid prøve}} \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$$

^{x)}S. Braunauer, H.P. Emmet and E. Teller:

Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. J. Am. Chem. Soc. 60, 309-19 (1938)

PORESTØRRELSSESFORDELING

Avsettes porevolumet som funksjon av poreradien for 1 g prøve, fig. 1, vil stigningskoeffisienten til kurven, dV/dr , for forskjellige r -verdier

$$V(r) = dV/dr$$

bli nevnt som den differensiale porestørrelsesfordeling.

$V(r)$ får benevnelsen $\text{cm}^3 \text{g}^{-1} \text{\AA}^{-1}$.

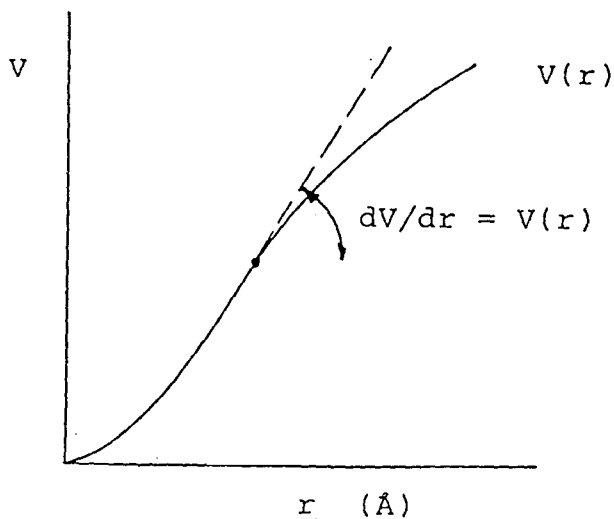


Fig. 1 Porevolum som funksjon av poreradien.

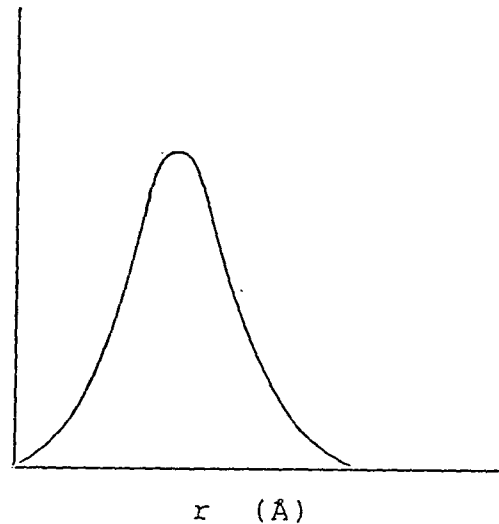


Fig. 2 Differensial porestørrelsesfordeling.

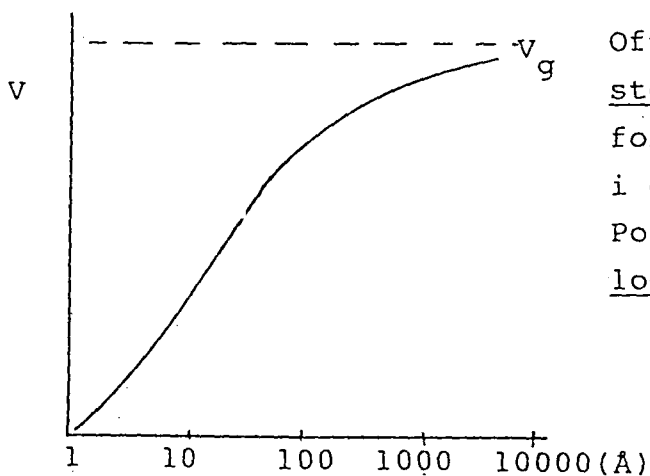


Fig. 3 Integral porestørrelsesfordeling.

Ofte blir den integrale porestørrelsesfordeling benyttet for å avbilde poreforholdene i et porøst stoff. Poreradien er da gitt i log-skala, fig 3.

Kvikksølvporosimeter.

En god metode for å måle porestørrelsesfordelingen i makroporer er å måle volumet som blir trykket inn i kapillarene for væsker som ikke fukter det faste stoffet, f.eks. kvikksølv. Overflatespenningen vil prøve å hindre at væsken trykkes inn i porene.

Sirkulære porer.

Har man en sirkulær pore, vil poreradien være gitt ved:

$$r = 75000/P(\text{kp}\cdot\text{cm}^{-2}) \text{ \AA}$$

og porestørrelsesfordelingen

$$V(r) = dV/dr$$

For makroporer, $r > 50 \text{ \AA}$, bruker man ofte log-skala:

$$V(r) = dV/d\log(r) - \Delta V/\Delta\log(r)$$

da regneprogrammene ofte er basert på Δ -verdier for trykk og inntrykt kvikksølvmengde.

Med det porosimeteret vi har ved Institutt for industriell kjemi, Carlo Erba Porosimeter Mod. 1520, kan man måle porestørrelsesfordeling i området: $50 \text{ \AA} < r < 500000 \text{ \AA}$, da man kan benytte trykk opp til $1500 \text{ kp}\cdot\text{cm}^2$.

Spalteformige porer.

For spalteformige porer benytter man avstanden mellom poreveggene, D , som parameter. Porediameteren er gitt ved:

$$D = 75000/P (\text{kp}\cdot\text{cm}^{-2}) \text{ \AA}$$

og porestørrelsesfordelingen

$$V(D) = dV/dD$$

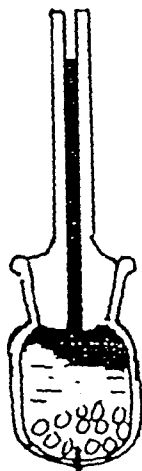
Kumulativ overflate.

For grovporige stoffer som ofte har liten spesifikk overflate, kan makroporeoverflaten, S_M , beregnes fra porosimetermålinger, i det man setter makroporeoverflaten lik den kumulative overflate. Dette er angitt i datautskriften:

$$S_M = S = \int_{p=0.15}^{1500} \Delta S \quad (\text{m}^2 \text{g}^{-1})$$

Utførelse av forsøk.

Prøven passerer i et dilatometer, fig. 4, hvor den blir evakuert til ca. 10^{-4} mm Hg i ca. 30 minutter før kvikksølv fylles på under vakuum.



Man slipper på trinnvis luft inn på dilatometeret inntil atmosfæretrykk. Kvikksølvmeniskens høyde avleses med en målekikkert og inntrengt kvikksølvmengde beregnes.

Dilatometeret overføres deretter til en autoklav, hvor man får det ønskede trykk ved å trykke inn etanol ved hjelp av en hydraulisk pumpe.

Kvikksølvmeniskens høyde måles her ved hjelp av en kontaktspiss som skrues til den berører kvikksølv. Resultatet kommer ut på et diagram fra en skriver.

MÅLERESULTATER

Forsøkene er utført med Carlo Erba Sorptomatic 1800 og Carlo Erba Porosimeter 1500.

Før måling ble prøvene evakuert, $p < 10^{-4}$ mm Hg, ved 200 °C i ca. 2 timer.

Prøve	S_g $m^2 g^{-1}$	V_g $cm^3 g^{-1}$	ρ_B $g \cdot cm^{-3}$	ρ_p	ρ_s	ϵ_p %
NGU 1 #1			0.65			
#2	220	0.201	0.65	1.37	1.90	27.7
NGU 6 #1			0.72			
#2	263	0.576	0.71	0.92	1.96	53.0
NGU 607	162	0.557	0.69	0.91	1.86	50.9
NGU 611	57	0.060	1.62	1.62	1.80	9.7

S_g - spesifikk overflate

V_g - spesifikt porevolum

$$V_g = 1/\rho_p - 1/\rho_s$$

ρ_B - bulk densitet

$$V_g = V_{D=2000\text{\AA}}$$

ρ_p - partikkel densitet

ρ_s - stoff densitet

ϵ_p - porøsitet

$$\epsilon_p = 1 - \rho_p/\rho_s$$

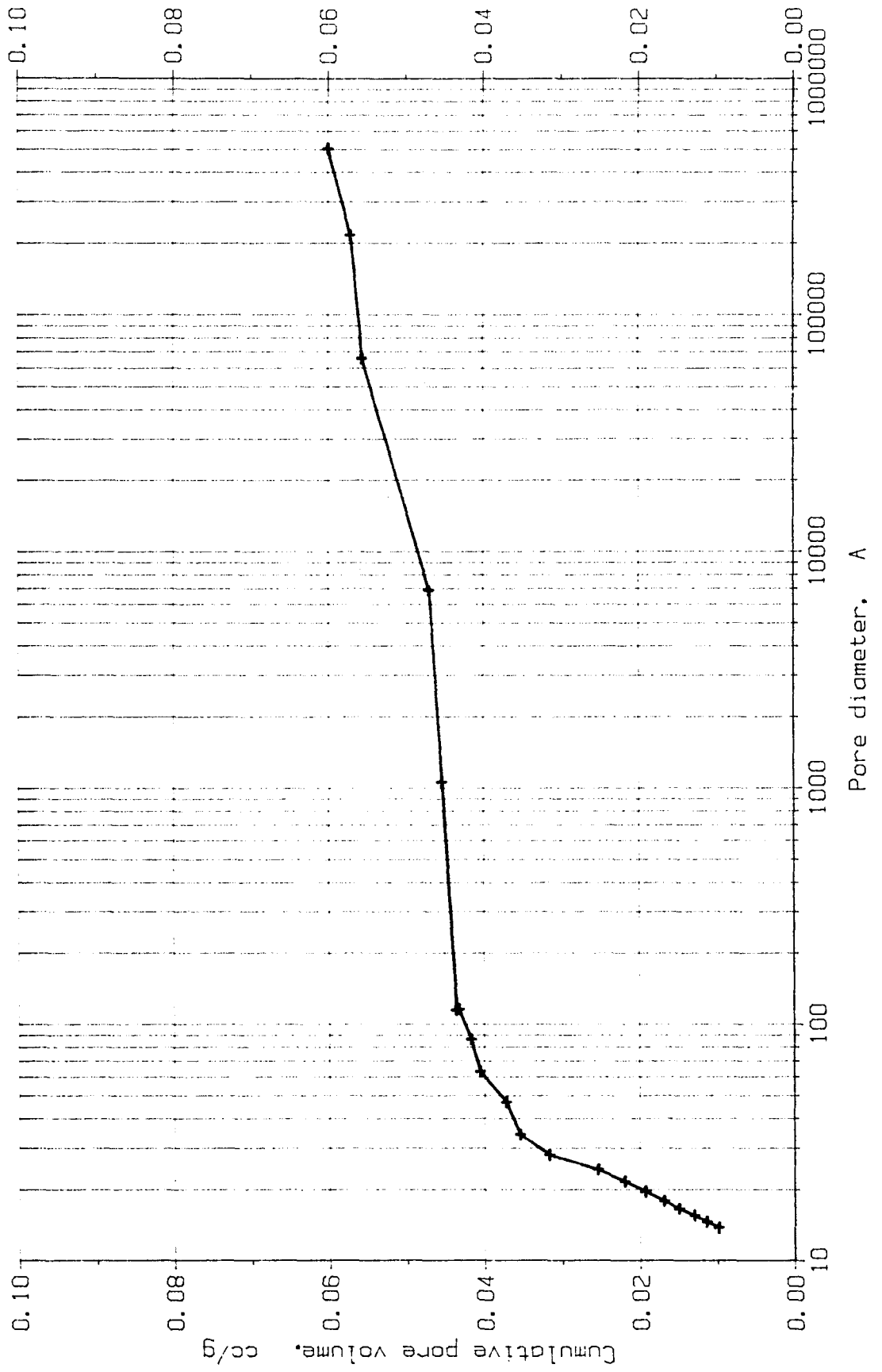
NTH 1989-08-03

Olav Traustad

PORE SIZE DISTRIBUTION

Sample: NGU 611

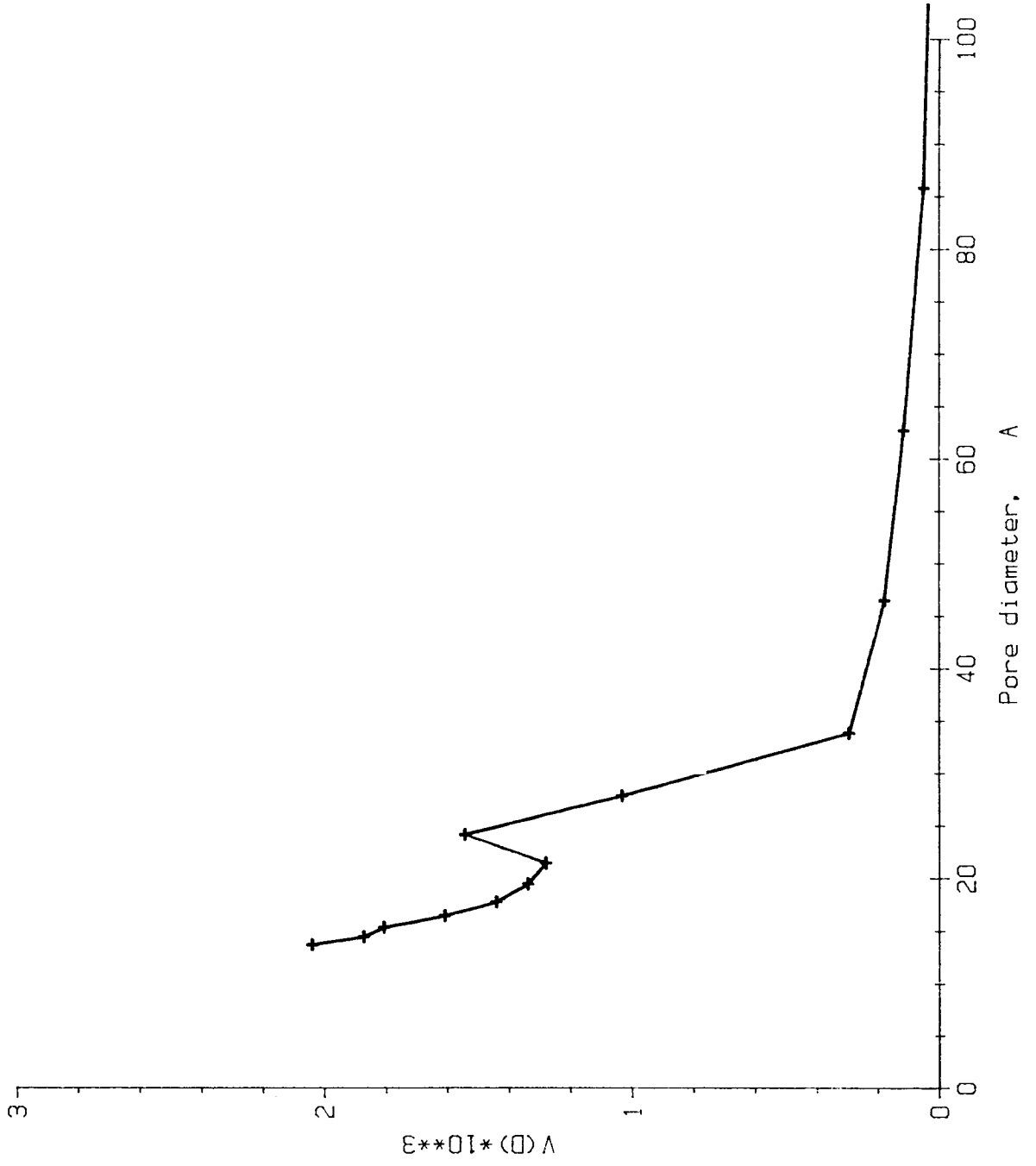
Date: 1989.03.02



PORE SIZE DISTRIBUTION (Sorption)

Sample: NGU 611

Date: 1989.03.01



PORE SIZE DISTRIBUTION

(Porosimeter)

89/88

Sample: NGU 611

Date: 1989.03.02

Slit shaped pores

P	V _i	S	D	V(D)	dV/d(logD)	V	e
kp/sqcm	cc/g	sqm/g	Å	*10**3		cc/g	%
0.15	0.0000	0.000	500000	0.000	0.00	0.0600	9.73
0.35	0.0029	.000	214286	.000	.00	0.0571	9.26
1.15	0.0044	.000	65217	.000	0.01	0.0556	9.02
11.0	0.0130	0.010	6818	.000	0.01	0.0470	7.62
71.4	0.0146	0.024	1050	0.001	.00	0.0454	7.36
656	0.0164	0.150	114	0.007	.00	0.0436	7.07
915	0.0166	0.192	82.0	0.059	0.01	0.0434	7.04
970	0.0183	0.618	77.3	1.337	0.24	0.0417	6.76
1005	0.0263	2.719	74.6	0.430	0.07	0.0337	5.47
1321	0.0282	3.303	56.8	0.351	0.05	0.0318	5.16
1385	0.0327	4.922	54.2	1.085	0.14	0.0273	4.43
1458	0.0340	5.414	51.4	1.260	0.15	0.0260	4.22
1517	0.0386	7.234	49.4	2.345	0.27	0.0214	3.47

PORE SIZE DISTRIBUTION

(Sorption)

(Pierce)

89/88

Sample: NGU 611

Date: 1989.03 01

Slit shaped pores

P/Po	Va	D	sdV	S	V(D)10**3	dV/d(logD)	V
	mg/g	A	mg/g	sqm/g	ccm/g,A	cc/g	ccm/g
1.000	39.8	2000	0.0	0.0	0.000	0.0000	0.0493
0.962	37.9	699	2.3	0.1	0.003	0.0051	0.0465
0.929	36.7	253	3.7	0.2	0.005	0.0043	0.0448
0.896	36.0	157	4.6	0.4	0.012	0.0047	0.0436
0.863	35.6	115	5.0	0.4	0.027	0.0074	0.0432
0.802	34.7	85.8	6.1	0.8	0.050	0.0100	0.0417
0.745	33.9	62.7	7.1	1.2	0.115	0.0170	0.0405
0.646	32.1	46.5	9.8	2.6	0.178	0.0192	0.0372
0.559	30.8	33.9	11.2	3.7	0.293	0.0246	0.0354
0.485	29.0	27.9	14.2	6.3	1.032	0.0684	0.0317
0.425	26.1	24.2	19.3	11.5	1.543	0.0874	0.0254
0.369	24.3	21.5	22.2	14.8	1.280	0.0641	0.0219
0.321	23.0	19.5	24.2	17.4	1.338	0.0604	0.0193
0.278	21.7	17.8	26.2	20.2	1.440	0.0594	0.0169
0.241	20.6	16.5	27.7	22.4	1.607	0.0613	0.0150
0.210	19.6	15.4	29.3	25.1	1.806	0.0643	0.0130
0.182	18.7	14.5	30.6	27.3	1.872	0.0626	0.0114
0.158	17.8	13.7	31.9	29.6	2.040	0.0661	0.0098

BET-isotherm

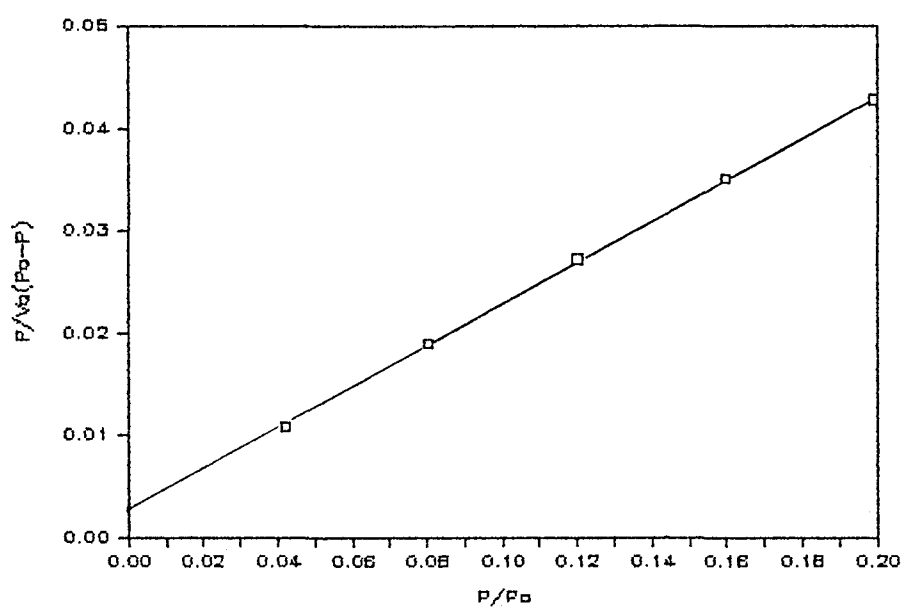
89/88

Sample: NGU 611
 Date: 1989.03.01

Mass: 0.371 g
 Po: 758 mm Hg

P mm Hg	Va cc(STP)	Po-P	P/Po	$\frac{P}{Va(Po-P)}$
32	4.06	726	0.042	0.01086
61	4.60	697	0.080	0.01903
91	5.01	667	0.120	0.02723
121	5.42	637	0.160	0.03505
151	5.81	607	0.199	0.04282

I = 0.0025 s = 0.2033
 c = 81 s+I = 0.2059
 Vm = 4.86 cc(STP)
 Sg = 57 sqm/g
 =====



A/S POLYMER.

Springvann som har stått i kontakt med uløst materiale etter oppslutning med 6 N HCl i ca. en uke. Betegnes med 1. Rent springvann betegnes med 2.

Ledningsevne		pH
1. 4660	μS	2.03
2. 56.2	"	7.18

Konsentrasjonen av H^+ i de to løsninger:

1. $[H^+] = 9.3 \times 10^{-3}$
2. $[H^+] = 6.6 \times 10^{-8}$

Dette tilsier at løsning 1 er 1.4×10^5 ganger surere enn løsning 2.

D.v.s, løsningen tiltar relativt mye i surhet ved henstand når den er i kontakt med det uløste stoffet.

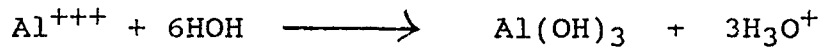
Konsentrasjon av metallioner i løsningene 1 og 2. i ppm:

Kontakt med anorthositt	Rent springvann	Antall ganger øket
Si 5.86	0.61	9.6
Al 10.24	0.03	341.3
Fe 0.49	< 0.01	49.0
Ti 0.22	< 0.01	22.0
Mg 1.37	0.81	1.69
Ca 15.75	6.16	2.55
Na 19.08	3.30	5.72
K < 0.2	< 0.2	1.00
Mn 0.007	< 0.002	3.50
P < 0.1	< 0.1	1.0
Cu 0.11	0.07	1.7
Zn 0.036	0.074	- 0.48
Ba 0.011	< 0.002	> 5.50
Sr 0.098	0.038	2.57

Konklusjon:

Under oppløsning av anorthositt er det dannet druserom i den uløste rest som inneholder den opprinnelige "lut" og som vanskelig lar seg skylle bort ved vanelig vasking og skylning. Ved henstand og i kontakt med den uløste rest vil imidlertid den mer eller mindre innkapslede "lut" kunne blande seg med skyllevannet. Det er naturlig å tenke seg at dette bare kan skje over noe tid.

En legger videre merke til at konsentrasjonen av av Al i skyllevannet (etter en uke) ligger på 10.24 ppm. I vandige oppløsninger er Al-saltene protolytisk spaltet etter ligningen:



De vandige oppløsninger av Al - saltene reagerer derfor surt. I foreliggende tilfelle vil konsentrasjonen av aluminium alene bevirke en pH senkning til 5.9. Storparten av pH fallet vil bero på at en relativt konsentrert syre etter hvert siver ut av druserommene. Med utgangspunkt i 6N HCl må denne fortynnes 600 ganger for å få pH verdi på ca. 2.

Notat om Sican-filler

Sican består av residuumet fra syrebehandling av bergarten anortositt etter at aluminium, kalsium og natrium oksydene er laket ut fra mineralstrukturen. Bergarten består i utgangspunktet av mineralene anortitt, $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (90-95%) og mindre mengder epidot, muskovitt, biotitt, kloritt og amfibol.

Etter lakeprosessen er residuumet et hvitt sandig pulver med kornstørrelse <3mm som består av:

80-90% er partikler av amorft silika med konsistens som et mineralogisk materiale.

10-20% er mineralogiske partikler av ikke nedbrutt anortitt og mindre mengder epidot, glimmer, kloritt og amfibol. Gitter-strukturen i disse mineralene er ikke brutt ned på samme måten som i hoveddelen av anortitt.

Den store spesifikke overflate og porevolum skyldes at Al^{3+} og Ca^{2+} ionene er selektivt fjernet fra mineralgitteret i anortitten.

Materialet er senere malt ned til passende kornstørrelser (prøve 802 har en d_{50} på 5 mikron, 100% er <10mikron).

Filleregenskaper.

Som filler kan materialet være interessant fordi det har flere egenskaper som er unike sammenlignet med de mineralogiske fillere som finnes i markedet fra før. Dette er først og fremst den store spesifikke overflate på $57 \text{ m}^2/\text{g}$, egenvekten på $2.05 \text{ g}/\text{cm}^3$. Hvitheten på 81%, på medmalt materiale (Sican 802) er interessant. Etter behandling med høyintensitet magnetseparator kan en fremstille materiale med hvithet opp til 93% (Sican 804) og med meget lavt Fe-innhold.

Det finnes meg bekjent ingen kommersielle fillere som har lignende egenskaper. Mulige bruksområder er i plast (polypropylen), maling og gummi, men disse egenskapene må testes av produsenter før en kan si noe mer om egenskaper.

Egenskaper i betong.

For og teste egenskapene i betong har Forskningsinstitutt for Cement og Betong, SINTEF gjort forsøk for å få et bilde av egenskaper som vannbehov, støpelighet, stabilitet, avbindingstid, varmetvikling og fasthetsutvikling. I forsøkene (FCB rapport 32246) ble det brukt prøve 802 som er residuum som er nedmalt til <10 mikron. En test ble kjørt der 10% av sementen ble erstattet med Sican støv, en parallell ble kjørt uten. Resultatene er at egenskaper som vannbehov, støpelighet og stabilitet er på linje med de vanlige gode silikastøv som er i handelen.

Sican støvet har i tillegg en retarderende og varmereduserende virkning, som vanlig silikastøv ikke har.

Tekniske data for Sican 802 og 804

Prøve nr	802	804
----------	-----	-----

XRF-analyser, NGU:

SiO ₂	87.15	92.83
Al ₂ O ₃	6.89	3.52
Fe ₂ O ₃	0.52	0.12
TiO ₂	0.11	0.07
MgO	0.22	0.03
CaO	3.13	1.42
Na ₂ O	0.75	0.45
K ₂ O	0.25	0.14
MnO	<0.01	<0.01
P ₂ O ₅	0.01	<0.01
Sum	99.03	98.59

Glødetap, 1000°C	8.23	12.43
------------------	------	-------

Fuktighetstap ved 110°C	5.4%	
----------------------------	------	--

Hvithet, analysert av NGU:

FMX	81.4%	93.2%
FMY	81.2%	92.7%
FMZ	80.2%	91.2%
R457	80.2%	91.3%

Overflater, porevolum analysert av SINTEF:

BET - spes. overflate	57 m ² /g
Porøsitet	9.7%
Spesifikt porevolum	0.06 cm ³ /g

Egenvekt og bulk tetthet analysert av NGU:

Egenvekt pyknometer	2.05 g/cm ³
Bulk tetthet	0.6 g/cm ³

Sican inneholder ikke fri kvarts eller asbest fibre

Trondheim, 10/9-91.



Svein Olerud
NGU

Sican-filler; a new high surface, silicate filler

SICAN-filler is the residue product from leaching of the mineral anorthite, ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). The particles consists of the preserved mineralogical lattice of anorthite, where most of the Ca-, Al-, Na-ions is leached out. 80-90% of the silica is amorphous.

Typical chemical and physical data of two different types of the SICAN-filler:

	Sican 802	Sican 804
SiO ₂	87.15%	92.83%
Al ₂ O ₃	6.89%	3.52%
Fe ₂ O ₃	0.52%	0.12%
TiO ₂	0.11%	0.07%
MgO	0.22%	0.03%
CaO	3.13%	1.42%
Na ₂ O	0.75%	0.45%
K ₂ O	0.25%	0.14%
MnO	<0.01%	<0.01%
P ₂ O ₅	0.01%	<0.01%
Sum	99.03%	98.59%
Total loss on ignition 1000°C	8.2%	12.4%
Moisture loss at 110°C	5.4%	
Whiteness		
FMX	81.4%	93.2%
FMY	81.2%	92.7%
FMZ	80.2%	91.2%
R457	80.2%	91.3%
BET - surface area	57 m ² /g	
Porosity	9.7%	
Specific porevolum	0.06 cm ³ /g	
Specific gravity	2.05 g/cm ³	
Bulk density	0.6 g/cm ³	

Contains no free quartz.

Contains no fibres.

More information about the Sican-filler:
Svein Olerud
Geological Survey of Norway
P.O.box 3006
7002 Trondheim
Norway
tlf. +47 7 904011
fax +47 7 921620

*Øzmerien
Sintet avd. 36*

Norges geologiske undersøkelse.

SediGraph 5100 V2.03

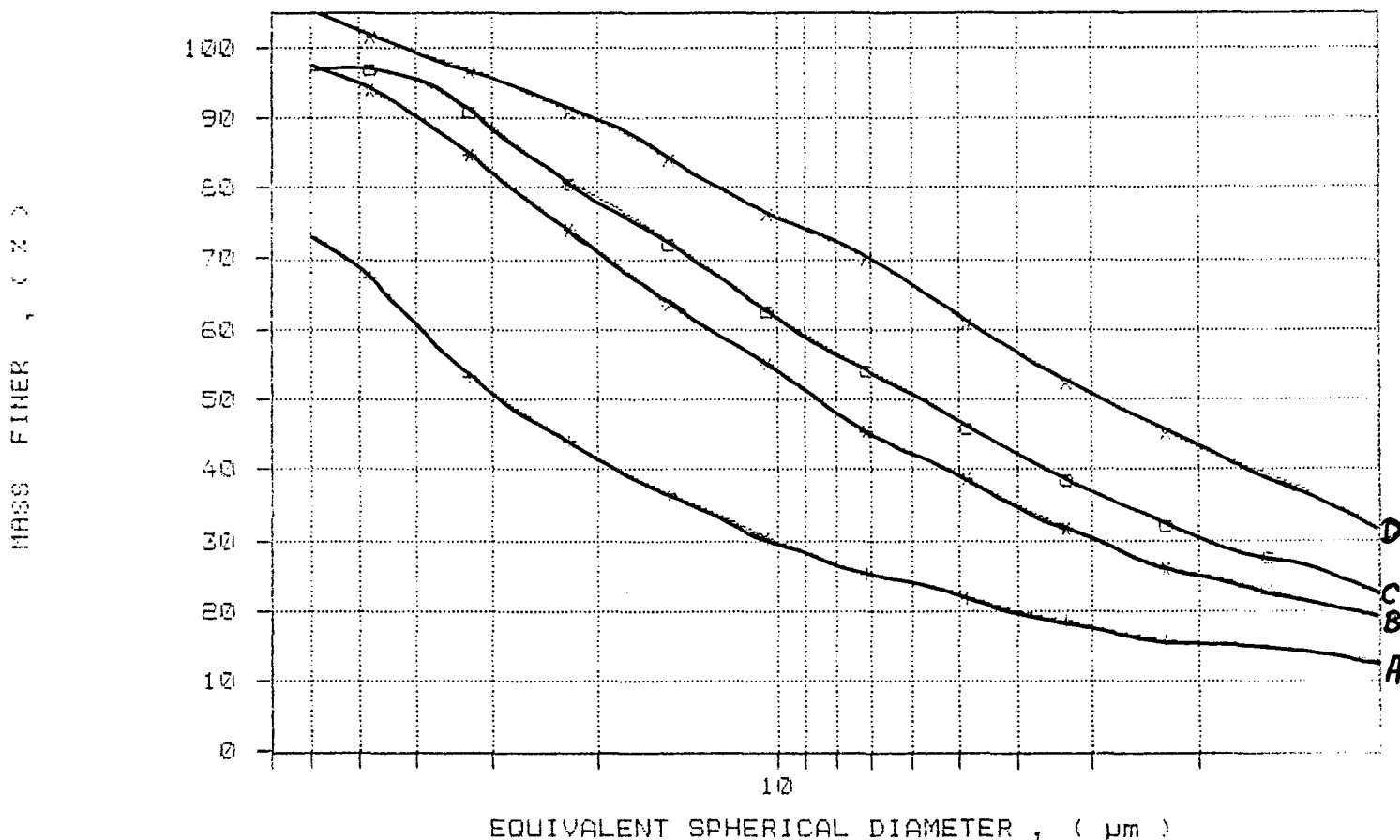
PAGE 1

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA /249
 SAMPLE ID: 910358
 SUBMITTER: Svein Oienud
 OPERATOR: A.N.
 SAMPLE TYPE: Sican
 LIQUID TYPE: Water
 ANALYSIS TEMP: 31.8 deg C

UNIT NUMBER: 1
 START 14:27:07 10/08/91
 REPR 15:09:21 10/08/91
 TOT RUN TIME 0:05:03
 SAM DENS: 2.0500 g/cc
 LIQ DENS: 0.9952 g/cc
 LIQ VISC: 0.7720 cp

CUMULATIVE MASS PERCENT FINER VS. DIAMETER

+ 249 910358
 * 250 910359
 o 251 910360
 x 252 910361



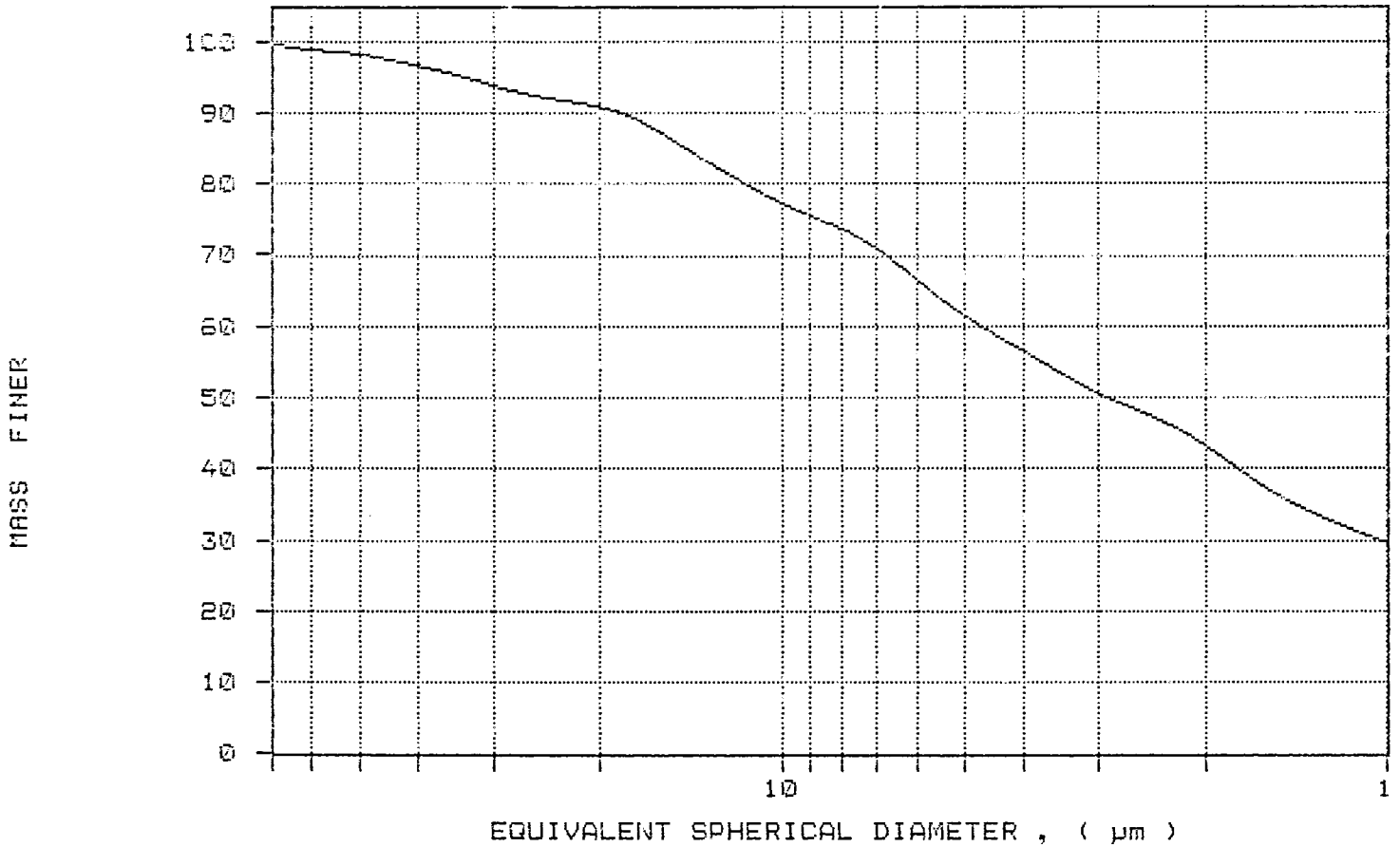
*A = 1 hrs
 B = 4 hrs
 C = 8 hrs
 D = 16 hrs*

Tele- fax	Til/To <i>Øzmerien, oppdrags. avd.</i>
	Fra/From <i>Knut Solem, NG-LL</i>
	Dato/Date <i>8/10</i> Ant. sider/No. of pages <i>1</i>
Post-it Kontorformularer	3M/Best. nr. 7669

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /284
 SAMPLE ID: MRK.920050 SICAN *mrk. 814*
 SUBMITTER: OLERUD
 OPERATOR: Knut Solem
 SAMPLE TYPE: SICAN
 LIQUID TYPE: Water
 ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C RUN TYPE: Standard

UNIT NUMBER: 1
 START 13:07:26 01/07/92
 REPT 13:15:30 01/07/92
 TOT RUN TIME 0:05:04
 SAM DENS: 2.0500 g/cc
 LIQ DENS: 0.9952 g/cc
 LIQ VISC: 0.7723 cp

CUMULATIVE MASS PERCENT FINER VS. DIAMETER



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /284 UNIT NUMBER: 1
 SAMPLE ID: MRK.920050 SICAN START 13:07:26 01/07/92
 SUBMITTER: OLERUD REPRT 13:15:30 01/07/92
 OPERATOR: Knut Solem TOT RUN TIME 0:05:04
 SAMPLE TYPE: SICAN SAM DENS: 2.0500 g/cc
 LIQUID TYPE: Water LIQ DENS: 0.9752 g/cc
 ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C RUN TYPE: Standard LIQ VISC: 0.7723 cp

STARTING DIAMETER: 70.00 μ m REYNOLDS NUMBER: 0.33
 ENDING DIAMETER: 1.00 μ m FULL SCALE MASS %: 100

MASS DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 2.92 μ m MODAL DIAMETER: 6.01 μ m

NUMBER DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 1.37 μ m MODAL DIAMETER: 0.99 μ m

SURFACE AREA DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 2.19 μ m MODAL DIAMETER: 1.70 μ m

DIAMETER (μ m)	CUMULATIVE MASS FINER (%)	MASS IN INTERVAL (%)	CUMULATIVE SURF AREA COARSER (sq m/g)	SURF AREA IN INTERVAL (sq m/g)	NUMBER IN INTERVAL (num/g)
60.00	98.8	1.2	0.000	0.000	1.552E+04
50.00	98.1	0.7	0.000	0.000	2.286E+04
40.00	96.5	1.6	0.001	0.001	1.101E+05
30.00	93.8	2.7	0.003	0.002	4.644E+05
25.00	92.2	1.6	0.004	0.001	5.844E+05
20.00	90.8	1.4	0.006	0.002	1.155E+06
15.00	85.9	5.0	0.015	0.009	1.046E+07
10.00	77.2	8.7	0.037	0.022	5.024E+07
8.00	73.7	3.5	0.051	0.014	5.715E+07
6.00	66.5	7.2	0.089	0.038	2.735E+08
5.00	61.4	5.1	0.122	0.033	3.597E+08
4.00	56.4	4.9	0.164	0.042	6.771E+08
3.00	50.5	6.0	0.229	0.065	1.797E+09
2.00	43.2	7.3	0.345	0.116	6.735E+09
1.50	36.0	7.2	0.467	0.122	1.335E+10
1.00	29.6	6.4	0.619	0.152	3.364E+10

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /204	UNIT NUMBER: 1
SAMPLE ID: Anortitt Al og K fjernet egenv. 1.62	START 10:37:31 03/15/91
SUBMITTER: Svein Olerud	REPRT 10:45:52 03/15/91
OPERATOR: Morten Boroas	TOT RUN TIME: 0:08:13
SAMPLE TYPE: silt	SAN DENS: 1.8200 g/cc
LIGUID TYPE: Water	LIG DENS: 0.9952 g/cc
ANALYSIS TEMP: 31.6 deg C	LIG VISC: 0.7740 cp
RUN TYPE: Standard	
STARTING DIAMETER: 40.00 µm	REYNOLDS NUMBER: 0.04
ENDING DIAMETER: 1.00 µm	FULL SCALE MASS %: 100

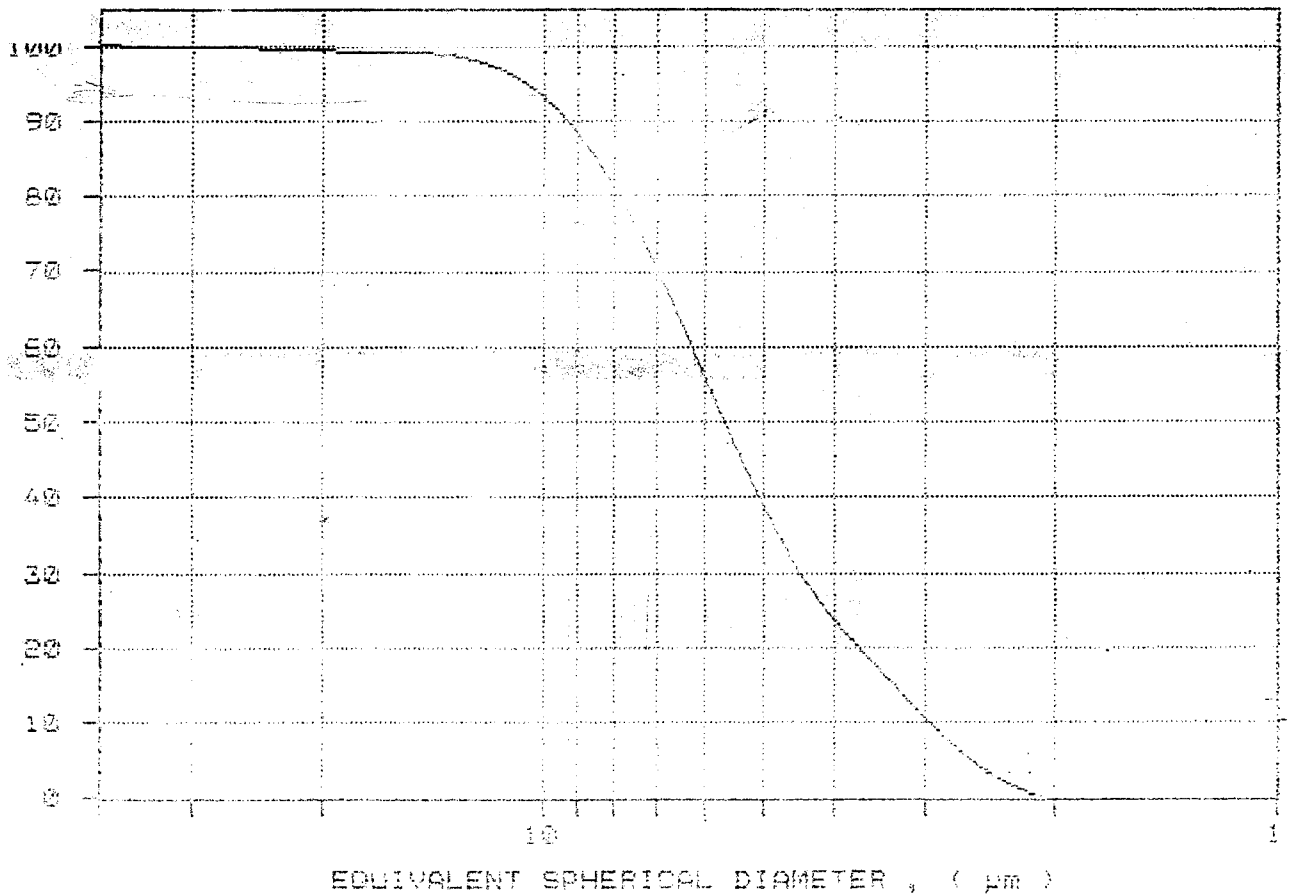
MASS DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 5.66 µm MODAL DIAMETER: 6.19 µm

DIAMETER (µm)	CUMULATIVE MASS FINER (%)	MASS IN INTERVAL
40.00	100.4	-0.4
30.00	100.0	0.4
25.00	99.7	0.3
20.00	99.4	0.3
15.00	99.1	0.3
10.00	93.2	6.0
8.00	81.1	12.1
6.00	55.5	25.5
5.00	38.9	16.7
4.00	23.8	15.4
3.00	10.4	13.1
2.00	-0.7	11.1
1.50	-4.2	3.6
1.00	-5.5	1.3

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /204	UNIT NUMBER: 1
SAMPLE ID: Anortitt Al og K fjernet egenv. 1.62	START 10:37:31 03/15/91
SUBMITTER: Svein Olerud	REPRT 10:45:52 03/15/91
OPERATOR: Morten Borgos	TOT RUN TIME 0:08:13
SAMPLE TYPE: silt	SAM DENS: 1.6200 g/cc
LIGUID TYPE: Water	LIG DENS: 0.9982 g/cc
ANALYSIS TEMP: 31.6 deg C	LIG VISC: 0.7740 cp
RUN TYPE: Standard	

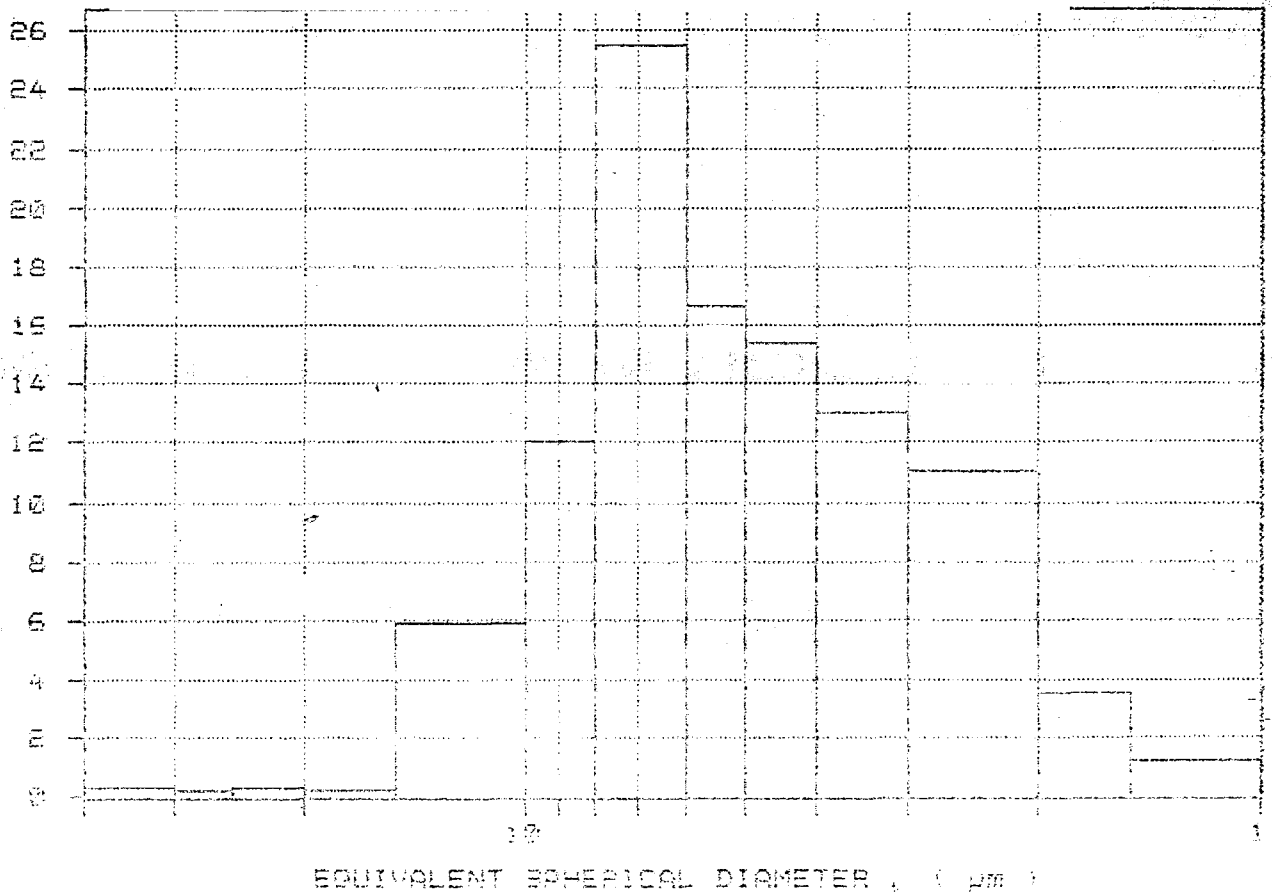
CUMULATIVE MASS PERCENT FINER VS. DIAMETER



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA /204
 SAMPLE ID: Anortitt A1 og K fjernet egenv. 1.62
 SUBMITTER: Svein Olerud
 OPERATOR: Morten Borgos
 SAMPLE TYPE: silt
 LIQUID TYPE: Water
 ANALYSIS TEMP: 31.6 deg C

UNIT NUMBER: 1
 START 10:37:31 03/15/91
 REPRT 10:45:52 03/15/91
 TOT RUN TIME 0:08:13
 SAM DENS: 1.6200 g/cc
 LIQ DENS: 0.9952 g/cc
 LIQ VISC: 0.7740 cp

MASS POPULATION VS. DIAMETER



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /205
 SAMPLE ID: Anortitt Al og K fjernet egenv.2.62
 SUBMITTER: Svein Olerud
 OPERATOR: Morten Borgos
 SAMPLE TYPE: silt
 LIQUID TYPE: Water
 ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C RUN TYPE: Standard
 UNIT NUMBER: 1
 START 12:03:33 03/15/91
 REPRT 12:07:05 03/15/91
 TOT RUN TIME 0:03:25
 SAM DENS: 2.6200 g/cc
 LIQ DENS: 0.9952 g/cc
 LIQ VISC: 0.7734 cp
 STARTING DIAMETER: 40.00 µm
 ENDING DIAMETER: 1.00 µm
 REYNOLDS NUMBER: 0.09
 FULL SCALE MASS %: 100

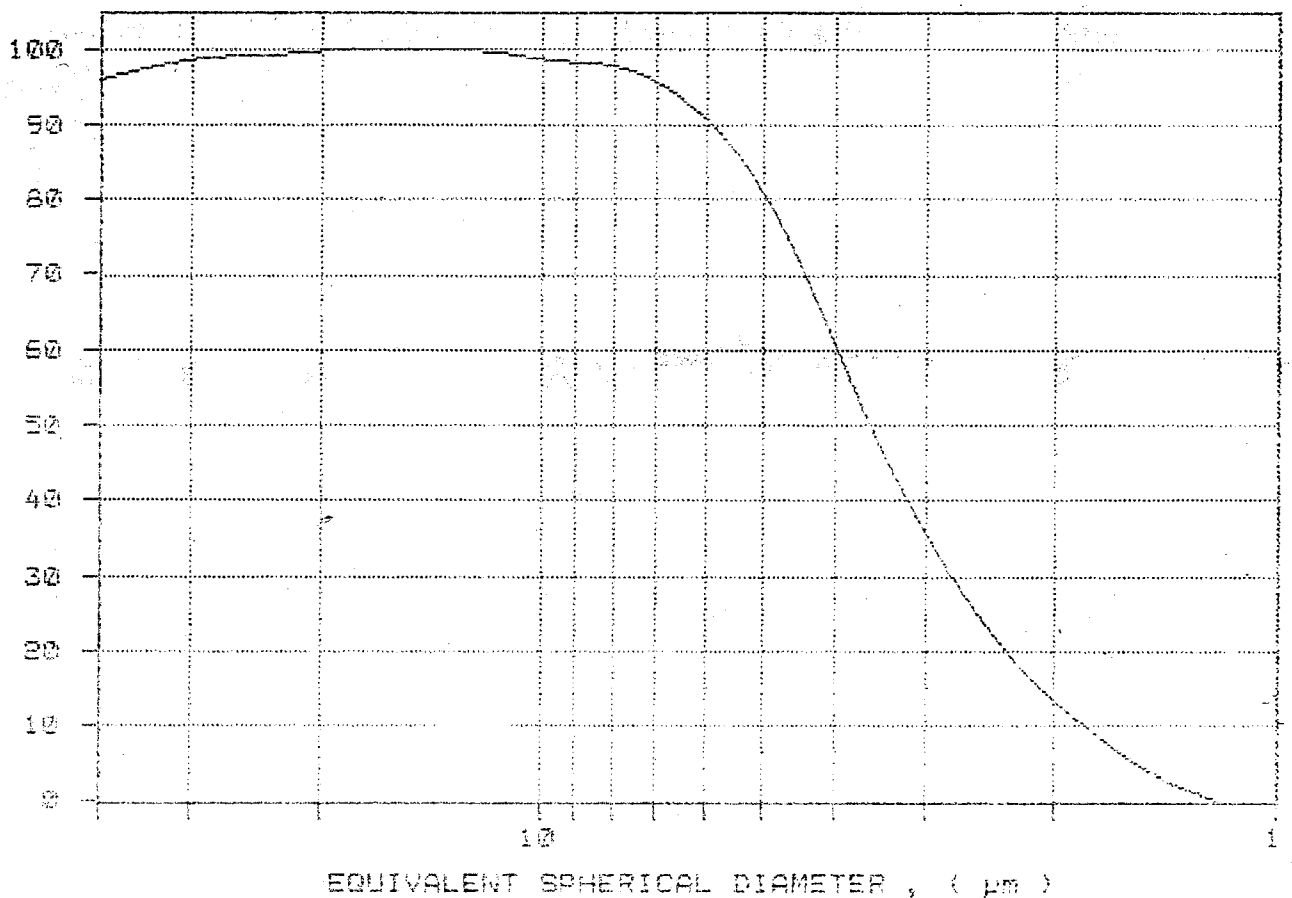
MASS DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 3.59 µm MODAL DIAMETER: 4.06 µm

DIAMETER (µm)	CUMULATIVE MASS FINER (%)	MASS IN INTERVAL (%)
40.00	96.0	4.0
30.00	98.6	-2.5
25.00	99.1	-0.6
20.00	99.7	-0.6
15.00	99.8	-0.0
10.00	98.6	1.1
8.00	97.7	1.0
6.00	90.6	7.0
5.00	80.6	10.0
4.00	60.5	20.1
3.00	35.4	25.1
2.00	13.4	22.0
1.50	4.3	9.1
1.00	-3.6	7.8

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /20E	UNIT NUMBER: 1
SAMPLE ID: Anortitt Al og K fjernet egenv. 2.62	START 12:03:33 03/15/91
SUBMITTER: Svein Olerud	REPR 12:07:05 03/15/91
OPERATOR: Morten Borgos	TOT RUN TIME 0:03:25
SAMPLE TYPE: silt	SAM DENS: 2.6200 g/cc
LIQUID TYPE: Water	LIG DENS: 0.9952 g/cc
ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C	LIG VISC: 0.7734 cp
RUN TYPE: Standard	

CUMULATIVE MASS PERCENT FINER VS. DIAMETER

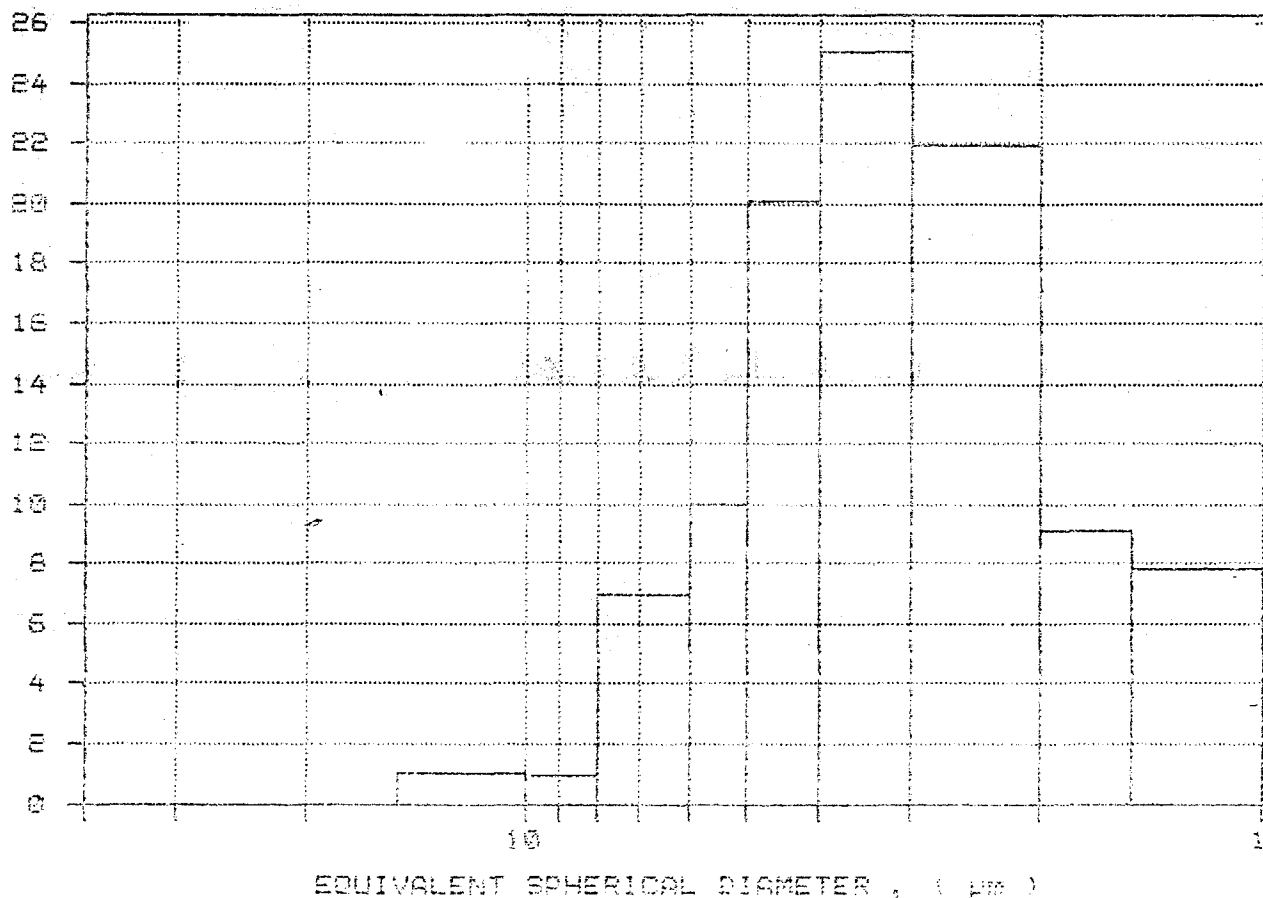


NORGES GEOLOGISKE UNDERSØKELSE

SediGraph 5100 V2.03

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /205	UNIT NUMBER: 1
SAMPLE ID: Anortitt Al og K fjernet egenv.2.62	START 12:03:33 03/15/91
SUBMITTER: Svein Dierud	REPRT 12:07:05 03/15/91
OPERATOR: Morten Borgos	TOT RUN TIME 0:03:25
SAMPLE TYPE: silt	SAM DENS: 2.6200 g/cc
LIQUID TYPE: Water	LIQ DENS: 0.9952 g/cc
ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C	LIQ VISC: 0.7734 cp
RUN TYPE: Standard	

MASS POPULATION VS. DIAMETER



NGU
v/ SVEIN OLERUD
P.O BOX 3006 LADE
N-7002 TRONDHEIM

Deres ref.	Deres brev av	var ref.	Dato
	2.2.93		9. februar 1993


Hei Svein

Av flere årsaker har dessverre ditt materiale blitt liggende uten at det er gjort grundige undersøkelser på struktur og bidrag til mekaniske egenskaper. Vi har endelig foretatt et valg på strategi mot fylte produkter, som går på bruk av Talkum fra to valgte hovedleverandører. Mangel på ressurser og tid gjør det derfor på nåværende tidspunkt umulig å sette av tid til Deres Sican produkter.

Beklager sterkt at dette har tatt så lang tid, håper på forståelse for dette.

Vedlagt er det materiale som undertegnede har fått tilsendt.

Med hilsen
for Den norske stats oljeselskap a.s


HENNING BAANN

Henning Baann
Petrokjemi og Plast
Statoil
3960 STATHELLE

Deres ref.:

Vår ref.: Jnr. 262/92.Min.res. SO/gs
Prosjekt: 67.2473.16

Trondheim, 23. januar 1992

Sican prøver

Sender to prøver som avtalt. De er foreløpig små, men vi kan lage tilsvarende store prøver dersom vi får en tilbakemelding som er litt positiv.

Vedlagt et notat med de viktigste data om prøvene. Ring meg hvis du har spørsmål.

Med hilsen



Svein Olerud
prosjektleder

Notat om Sican-filler

Sican består av residuemet fra syrebehandling av bergarten anortositt etter at aluminium, kalsium og natrium oksydene er laket ut fra mineralstrukturen.

Bergarten består i utgangspunktet av mineralene anortitt, $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (90-95%) og mindre mengder epidot, muskovitt, biotitt, kloritt og amfibol.

Etter lakeprosessen er residuemet et hvitt sandig pulver med kornstørrelse <3mm som består av:

80-90% er partikler av amorft silika med konsistens som et mineralogisk materiale.

10-20% er mineralogiske partikler av ikke nedbrutt anortitt og mindre mengder epidot, glimmer, kloritt og amfibol. Gitter-strukturen i disse mineralene er ikke brutt ned på samme måten som i hoveddelen av anortitt.

Den store spesifikke overflate og porevolum skyldes at Al^{3+} og Ca^{2+} ionene er selektivt fjernet fra mineralgitteret i anortitten.

Nedmaling: se vedlagte kornfordelingskurver.

Prøve 802 har en d_{50} på 4,4 mikron, 98,5% er <10mikron.

Prøve 814 har 98,5% <6 mikron

Tekniske data for Sican 802 og 814

Prøve nr	802	814

XRF-analyser, NGU:		
SiO_2	87.15	87.90
Al_2O_3	6.89	7.06
Fe_2O_3	0.52	0.22
TiO_2	0.11	0.03
MgO	0.22	0.09
CaO	3.13	2.89
Na_2O	0.75	0.77
K_2O	0.25	0.20
MnO	<0.01	<0.01
P_2O_5	0.01	0.01
Sum	99.03	99.18
Glødetap, 1000°C	8.23	9.06
Fuktighetstap ved 110°C	5.4%	
Hvithet, analysert av NGU:		
FMX	81.4%	92.9%
FMY	81.2%	92.7%
FMZ	80.2%	91.9%
R457	80.2%	91.9%

Overflater, porevolum analysert av SINTEF:

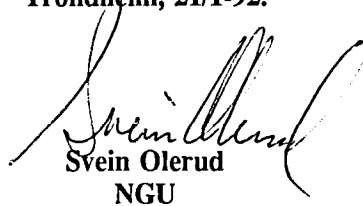
BET - spes. overflate	57 m ² /g
Porøsitet	9.7%
Spesifikt porevolum	0.06 cm ³ /g

Egenvekt og bulk tetthet analysert av NGU:

Egenvekt pyknometer	2.05 g/cm ³
Bulk tetthet	0.6 g/cm ³

Sican inneholder ikke fri kvarts eller asbest fibre

Trondheim, 21/1-92.

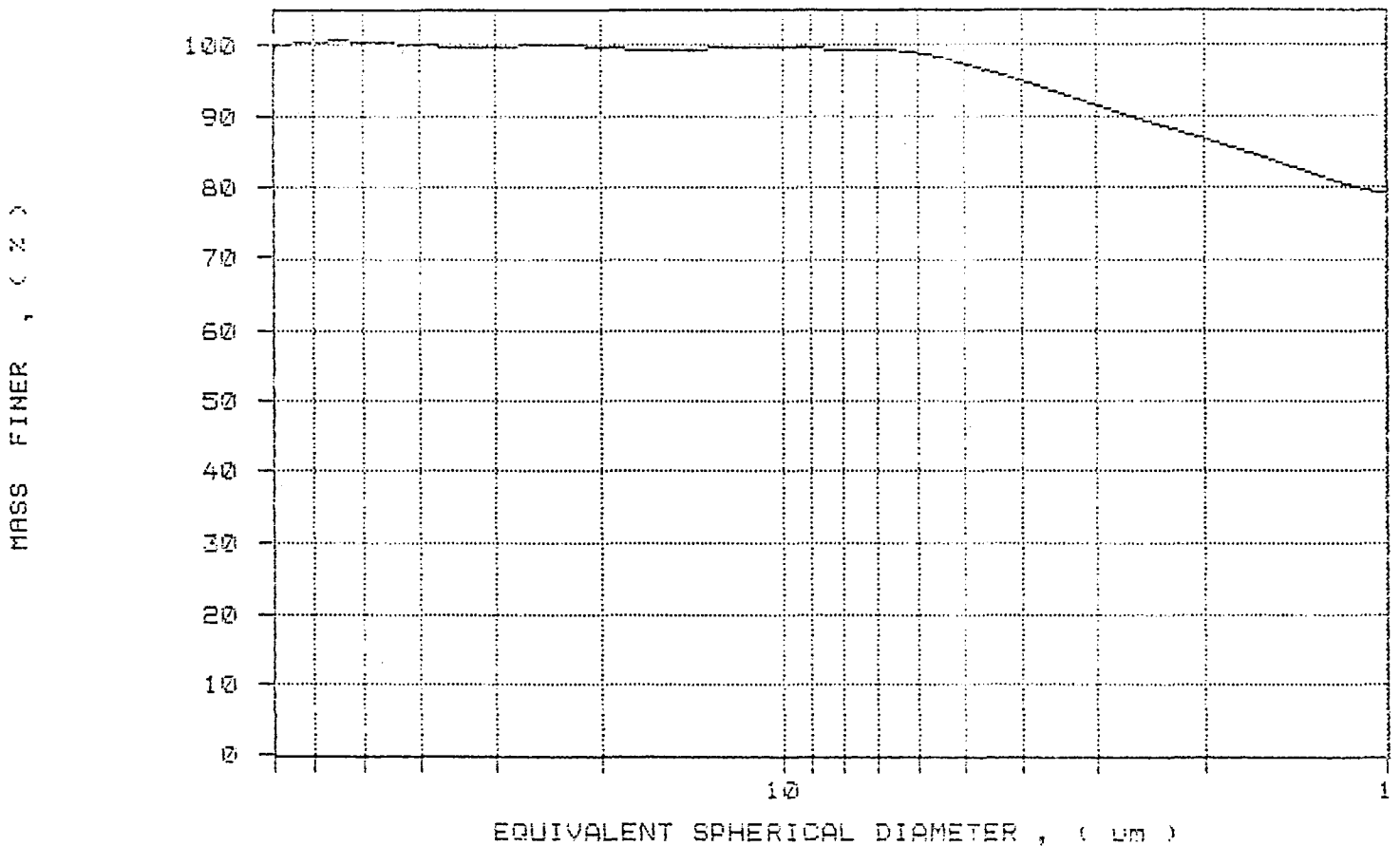


Svein Olerud
NGU

SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /307
SAMPLE ID: SICAN /10 MY
SUBMITTER: SVEIN OLERUD JOURNAL NR.920088 mrk.814
OPERATOR: Knut Solem
SAMPLE TYPE: SICAN 814
LIQUID TYPE: Water
ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C RUN TYPE: Standard

UNIT NUMBER: 1
START 14:36:24 01/16/92
REFRT 14:43:33 01/16/92
TOT RUN TIME 0:05:03
SAM DENS: 2.0700 g/cc
LIQ DENS: 0.9952 g/cc
LID VISC: 0.7723 cp

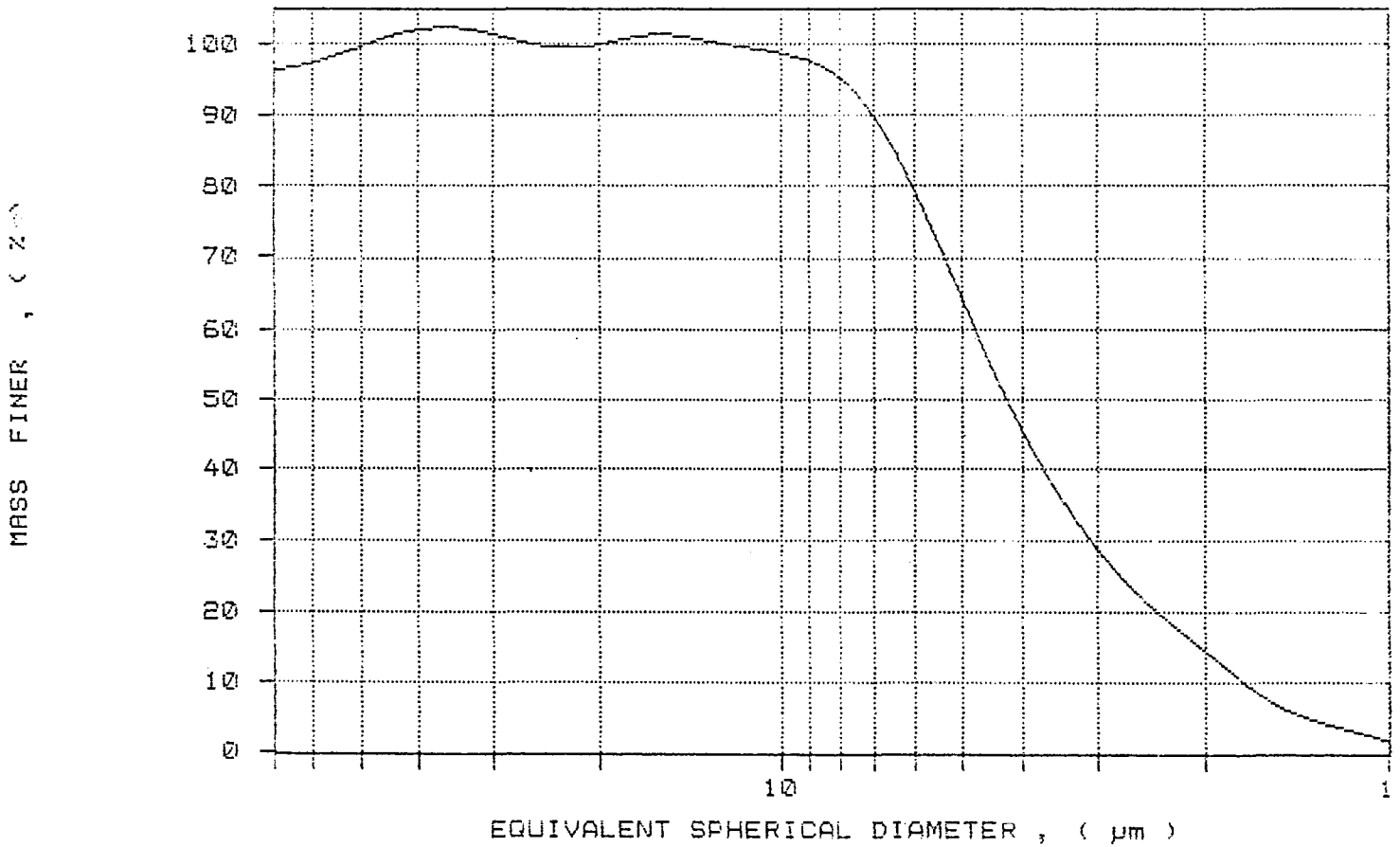
CUMULATIVE MASS PERCENT FINER VS. DIAMETER



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /283
SAMPLE ID: mrk. 802 JOURNAL NR.920049
SUBMITTER: OLERUD
OPERATOR: Knut Solem
SAMPLE TYPE: anorthositt *SICAN 802*
LIQUID TYPE: Water
ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C RUN TYPE: Standard

UNIT NUMBER: 1
START 12:49:04 01/07/92
REPRT 13:29:50 01/07/92
TOT RUN TIME 0:05:04
SAM DENS: 2.0500 g/cc
LIQ DENS: 0.9952 g/cc
LIQ VISC: 0.7723 cp

CUMULATIVE MASS PERCENT FINER VS. DIAMETER



SAMPLE DIRECTORY/NUMBER: DATA1 /283 UNIT NUMBER: 1
 SAMPLE ID: mrk. 802 JOURNAL NR.920049 START 12:49:04 01/07/92
 SUBMITTER: OLERUD REPRT 13:29:50 01/07/92
 OPERATOR: Knut Solem TOT RUN TIME 0:05:04
 SAMPLE TYPE: anorthositt. *SICAN 802* SAM DENS: 2.0500 g/cc
 LIQUID TYPE: Water LIQ DENS: 0.9952 g/cc
 ANALYSIS TEMP: 31.7 deg C RUN TYPE: Standard LIQ VISC: 0.7723 cp

STARTING DIAMETER: 70.00 μ m REYNOLDS NUMBER: 0.33
 ENDING DIAMETER: 1.00 μ m FULL SCALE MASS %: 100

MASS DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 4.25 μ m MODAL DIAMETER: 5.07 μ m

NUMBER DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 1.65 μ m MODAL DIAMETER: 0.99 μ m

SURFACE AREA DISTRIBUTION

MEDIAN DIAMETER: 3.17 μ m MODAL DIAMETER: 4.38 μ m

DIAMETER (μ m)	CUMULATIVE MASS FINER (%)	MASS IN INTERVAL (%)	CUMULATIVE SURF AREA COARSER (sq m/g)	SURF AREA IN INTERVAL (sq m/g)	NUMBER IN INTERVAL (num/g)
60.00	97.3	2.7	0.000	0.000	0.000E+00
50.00	99.6	-2.3	0.000	0.000	0.000E+00
40.00	102.0	-2.4	0.000	0.000	0.000E+00
30.00	101.3	0.7	0.001	0.001	2.335E+05
25.00	99.6	1.6	0.002	0.001	5.734E+05
20.00	99.9	-0.2	0.002	0.000	1.188E+05
15.00	101.1	-1.2	0.003	0.000	4.702E+05
10.00	98.5	2.5	0.009	0.007	1.525E+07
8.00	95.1	3.5	0.024	0.015	6.559E+07
6.00	79.4	15.7	0.109	0.085	6.195E+08
5.00	63.8	15.5	0.211	0.102	1.118E+09
4.00	45.4	18.4	0.367	0.156	2.551E+09
3.00	28.5	17.0	0.549	0.182	4.950E+09
2.00	14.5	14.0	0.772	0.223	1.233E+10
1.50	6.7	7.8	0.909	0.137	1.472E+10
1.00	1.7	5.0	1.026	0.117	2.569E+10



Leiv Eirikssons vei 39
Postboks 3006 – Lade
N-7002 Trondheim
Telefon: (07) 90 40 11
Telex: 55 4 17 NGU N
Telefax: (07) 92 16 20
Postgiro: 5 16 82 32
Bankgiro: 0633.05.70014

Henning Baann
Petrokjemi og Plast
Statoil
3960 STATHELLE

Deres ref.:

Vår ref.: Jnr. 262/92.Min.res. SO/gs
Prosjekt: 67.2473.16

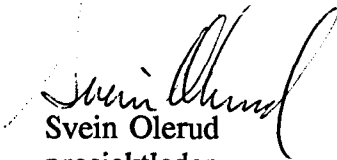
Trondheim, 23. januar 1992

Sican prøver

Sender to prøver som avtalt. De er foreløpig små, men vi kan lage tilsvarende store prøver dersom vi får en tilbakemelding som er litt positiv.

Vedlagt et notat med de viktigste data om prøvene. Ring meg hvis du har spørsmål.

Med hilsen



Svein Olerud
prosjektleder