

## Badanie efektu Joule'a w materiałach glinokrzemianowych aktywowanych alkaliami z dodatkami modyfikującymi właściwości elektryczne

## Investigation of the Joule's effect in electrically enhanced alkali-activated aluminosilicates

**Słowa kluczowe:** glinokrzemiany aktywowane alkalicznie, domieszki przewodzące, przewodnictwo elektryczne, temperatura

**Keywords:** alkali-activated aluminosilicates, electrically conductive admixtures, electrical conductivity, temperature

### 1. Wprowadzenie

Aktywowane alkalicznie glinokrzemiany (AAA) są znane od lat trzydziestych XX w. i od lat sześćdziesiątych były intensywnie badane jako materiały alternatywne dla spoiw cementowych. Zainteresowanie badaczy wynikało z wysokiej wytrzymałości, zwiększonej odporności na działanie wysokich temperatur i odporności na działanie czynników chemicznych (1, 2), jak również ich natury jako materiałów przyjaznych dla środowiska naturalnego i korzystnych z ekonomicznego punktu widzenia. W przeszłości badano najczęściej właściwości mechaniczne glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie (3 – 5), rzadziej ich właściwości termiczne (6, 7), ekspansję termiczną (8), oddziaływanie wody (9) czy dyfuzję chlorków (10). Obecnie bada się w ten sposób również glinokrzemiany aktywowane alkalicznie z drobno zmielonej cegły, czy mieszaniny w której najczęściej stosowanymi składnikami są żużle wielkopiecowe, popioły lotne czy metakaolin. Rovaník i in. (11) badali właściwości mechaniczne i mikrostrukturę geopolimerów o różnych proporcjach składników takich, jak popiół lotny i pył ceglany.

Poszerzenie możliwości zastosowania glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie można osiągnąć poprzez wprowadzenie domieszek przewodzących prąd. Pomimo tego, że modyfikowanie właściwości elektrycznych przeprowadzano i badano zazwyczaj dla materiałów cementowych (12 – 14), to również obiecujących efektów można się spodziewać w przypadku glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie. Wprowadzone w odpowiedniej ilości powszechnie stosowane domieszki przewodzące takie, jak sadza (CB), pył grafitowy (GP), włókna węglowe (CF), włókna stalowe (SF) i pył niklowy (NP), zapewniają dostateczny wzrost przewodnictwa, aby kompozyty z ich udziałem mogły być zastosowane w projektowaniu samonagrzewających się układów (15).

### 1. Introduction

Alkali-activated aluminosilicates (AAA) are known from the 1930s and have been intensively studied since the sixties of the last century as an alternative to cement-based materials. The scientific interest in this type of materials was invoked by their high strength, good chemical resistance, enhanced fire resistance (1, 2), environmentally friendly nature and an economical point of view. In the past, mechanical properties of AAA (3 – 5) were studied most frequently; rarely also thermal properties (6, 7), linear thermal expansion (8), hydric properties (9), or chloride diffusion (10). In the present, AAA based on fine-grained brick or blended components are tested in a similar way of activation as, e.g., the most commonly used blast-furnace slag, fly ash, or metakaolin. Rovaník et al. (11) studied basic and mechanical properties and the microstructure of geopolymers with various ratios of fly ash and brick powder.

Further functional enhancement of AAA can be achieved by addition of electrically conductive admixtures. Despite the fact that improvement of electric properties is usually studied on cement-based materials (12 - 14), promising results can be legitimately expected on AAA. Widely used electrically conductive admixtures such as carbon black (CB), graphite powder (GP), carbon fibers (CF), steel fibers (SF) or nickel powder (NP) can, in an appropriate amount, ensure a sufficient increase of electrical conductivity that can be utilized in design of materials used in self-heating systems (15).

In this paper, we analyze the ability of three different types of AAA samples with electrically conductive admixtures (CB, GP, CF) to generate the Joule's heat under DC power load.

W prezentowanej pracy badano możliwość zastosowania trzech różnych glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszkami przewodzącymi typu CB, GP i CF w celu wytworzenia ciepła Joule'a po podłączeniu do zewnętrznego źródła prądu.

## 2. Materiały i metody badań

Skład badanych aktywowanych alkalicznie glinokrzemianów podano w Tablicy 1. Zastosowano żużel wielkopiecowy SMŠ 380 pochodzący od dostawcy Kotouč Štramberk s.r.o., szkło wodne Britesil C205 aktywator alkaliczny, trzy znormalizowane frakcje piasku kwarcowego i domieszki przewodzące prąd elektryczny.

Żużel SMŠ 380 wyprodukowany przez zmielenie wysuszonego granulowanego żużla wielkopiecowego do powierzchni właściwej  $380 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$  spełnia wymagania normy ČSN EN 197-1. Wyniki analizy chemicznej metodą XRF i składu ziarnowy przedstawiono w Tablicy 2 oraz na rysunku 1.

Szkło wodne Britesil C205 jest alkalicznym aktywatorem w postaci proszkowej, składające się z  $\text{Na}_2\text{O}$  i  $\text{SiO}_2$ . Właściwości szkła wodnego przedstawiono w Tablicy 3.

Piasek kwarcowy dostarczony przez firmę Filtrační písky, Ltd. z Chlum zawiera trzy znormalizowane frakcje i spełnia wymagania normy ČSN EN 196-1. Piasek odniesienia (według CEN) jest krzemionką pochodzenia naturalnego, złożoną z okrągłych ziaren  $\text{SiO}_2$  stanowiących co najmniej 98% masy. Rozkład wielkości ziaren piasku przedstawiono na rysunku 2.

Tablica 1 / Table 1

Skład mieszanek do syntezy glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie

Composition of AAA mixtures

Składnik/Component	CB 8,89 % masy 8.89 % by mass	GP 8,89 % masy 8.89 % by mass	CF 2,22 % masy 2.22 % by mass
Żużel/Slag, g	450	450	450
Szkło wodne/Waterglass, g	90	90	90
Piasek/Sand PG1, g	450	450	450
Piasek/Sand PG2, g	450	450	450
Piasek/Sand PG3, g	450	450	450
Stężenie domieszki w zawiesinie, Admixture suspension, %	20%	20%	5%
Ilość zawiesiny, Amount of suspension, g	200	200	200
Dodatek wody, Additional water, g	50	50	0

Tablica 2 / Table 2

SKŁAD CHEMICZNY ŻUŻLA WIELKOPIECOWEGO

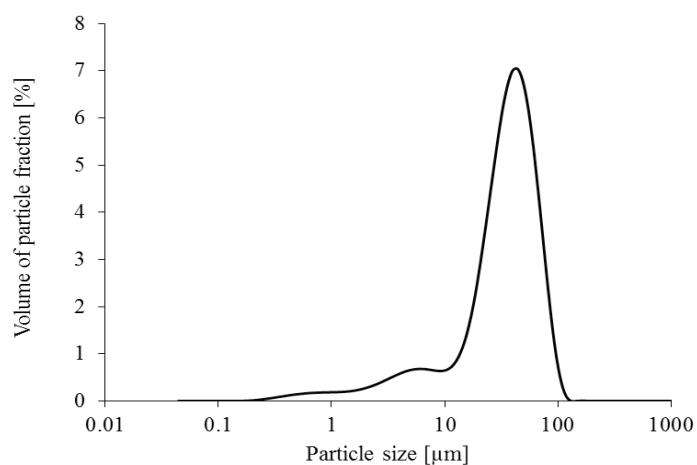
CHEMICAL COMPOSITION OF BLASTFURNACE SLAG

CaO, %	SiO <sub>2</sub> , %	MgO, %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	SO <sub>3</sub> , %	TiO <sub>2</sub> , %	MnO, %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %
39.80	36.72	9.93	8.54	1.01	0.33	0.24	0.10	0.03

## 2. Materials and methods

The composition of the studied AAA mixtures is given in Table 1. The studied materials were based on the application of SMŠ 380 blast - furnace slag produced in Kotouč Štramberk s.r.o., Britesil C205 waterglass as an alkali-activator, three normalized quartz sand fractions, and electrically conductive admixtures.

SMŠ 380 produced by grinding of dry granulated blast furnace slag (fineness  $380 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$ ) fulfills the requirements of Czech Standard ČSN EN 197-1. The chemical composition determined by XRF analysis and particle size distribution are presented in Table 2 and Figure 1, respectively.



Rys. 1. Krzywa rozkładu wielkości ziaren żużla

Fig. 1. Particle size distribution curve of blastfurnace slag

Waterglass Britesil C205 is powdered alkali-activator on  $\text{Na}_2\text{O}$  and  $\text{SiO}_2$  basis. Its qualitative parameters are presented in Table 3.

Quartz sand mined by company Filtrační písky, Ltd. in the Chlum location involves three normalized CEN fractions and complies the Czech Standard ČSN EN 196-1. The CEN reference sand is a natural, siliceous sand consisting preferably of round particles with  $\text{SiO}_2$  content of at least 98 mass%. The particle size distribution is given in Figure 2.

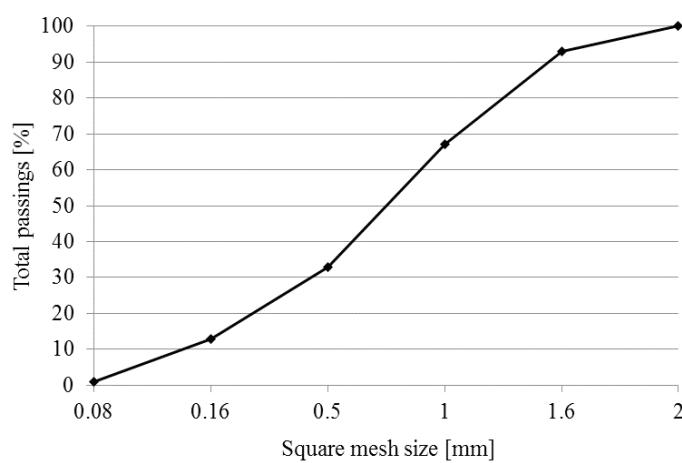
Concerning the electrically conductive admixtures, three different materials were chosen. CB produced by CS

Tablica / Table 3

## WŁAŚCIWOŚCI SZKŁA WODNEGO BRITESIL C205

## QUALITATIVE PARAMETERS OF BRITESIL C205

Cecha/zawartość Parameters	Jednostka Units	Wartość gwarantowana Guaranteed	Wartość zmierzona Measured
Na <sub>2</sub> O	%	25.60 – 28.50	26.73
SiO <sub>2</sub>	%	51.60 - 55.40	53.75
Straty prażenia Loss on ignition LOI	%	18.00 - 21.00	19.80
Stosunek molowy Molar ratio SiO <sub>2</sub> /Na <sub>2</sub> O	-	1.950 – 2.150	2.07
Gęstość Bulk density	g/l	400 – 600	510



Rys. 2. Rozkład wielkości ziaren piasku referencyjnego z Chlum - ČSN EN 196-1

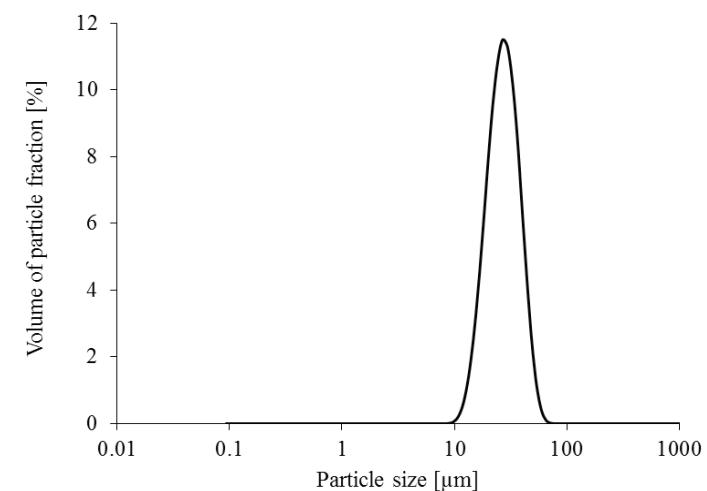
Fig. 2. Particle size distribution of Chlum reference sand – ČSN EN 196-1

Tablica 4 / Table 4

## WŁAŚCIWOŚCI DOMIESZKI CB CS CABOT

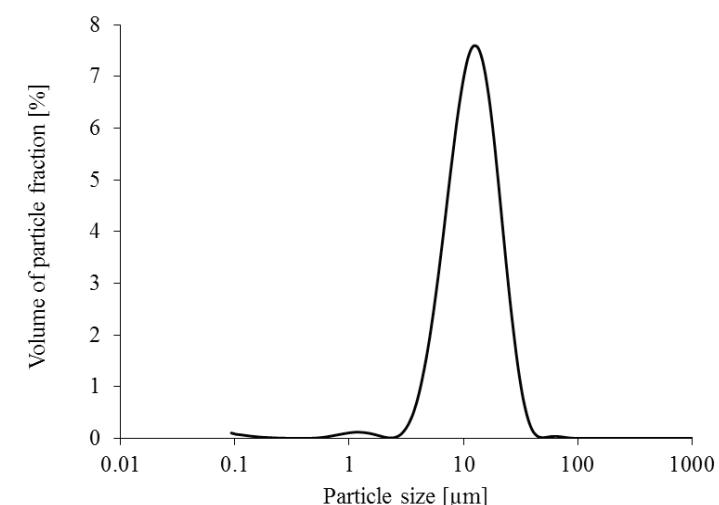
## PROPERTIES OF CB CS CABOT ADMIXTURE

Cecha / Property	Jednostka Unit	Ref.	Wymagania Specification Min	Właściwości/Individual Values			Wymagania Specification Max
				Min	Średnio Average	Max	
Zawartość popiołu / Ash	%	D-1506	-	-	0.34	-	1
Gęstość / Density	kg m <sup>-3</sup>	D-1513	296	-	312	-	360
Absorpcaja jodyny / I <sub>2</sub> NO - Iodine absorption	g kg <sup>-1</sup>	D-1510	113	120.6	121.9	123.8	127
Absorpcaja oleju, / OAN - Oil Absorption Number	ml/100g	D-2414	118	125	125.8	128.5	132
FINE-5 – przesiew po 5 min. / Fines 5 minutes rotap	%	D-1508	-	1.2	1.2	1.2	15
Zawartość wilgoci w temp. 125°C MOISTURE Moisture at packing - heat loss of carbon black at 125°C	%	D-1509	-	0.8	0.8	0.8	2.5
RES-325	ppm	D-1514	-	10	12	14	500
TINT – siła barwiąca / tinting strength	%	D-3265	118	123.6	123.9	124.1	132
Powierzchnia właściwa STSA - Statistical Thickness Surface Area	m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>	D-6556	106	110.2	111.2	112.2	120
COAN – Absorpcaja oleju pod ciśnieniem COAN - Compressed Oil Absorption Number	ml/100g	D-3493	94	102	102.2	102.4	106



Rys. 3. Rozkład wielkości ziaren domieszki sadzy CB CS CABOT

Fig. 3. Particle size distribution curve of CB CS CABOT admixture



Rys. 4. Rozkład wielkości ziaren proszku grafitowego

Fig. 4. Particle size distribution curve of GP

W pracy zastosowano trzy domieszki przewodzące prąd. Sadza (CB) produkowana jest w Czechach przez CS CABOT Valašské Meziříčí jako materiał odpadowy o gęstości  $312 \text{ kg m}^{-3}$  i sferycznym kształcie cząstek. Dominuje frakcja o wielkości cząstek  $10 - 100 \mu\text{m}$  (rysunek 3). Właściwości tej domieszki podane są w Tablicy 4.

Proszek grafitowy (GP) dostarczony został przez firmę Koh-i-noor. Proszek ten jest drobniejszy niż sadza; dominuje frakcja o średnicy ziaren około  $10 \mu\text{m}$  (patrz rysunek 4).

Trzecią zastosowaną w badaniach domieszką były włókna węglowe (CF) Tenax-A HT C124 o długości 3 mm wyprodukowane przez firmę Toho Tenax. Włókna te są powszechnie stosowane w celu zwiększenia wytrzymałości na zginanie kompozytów cementowych. Właściwości włókien przedstawiono w Tablicy 5.

Przygotowanie próbek odbywało się w następujący sposób: w pierwszej kolejności mieszano z wodą szkło wodne, a następnie dodawano zawiesinę domieszki przewodzącej. Sadzę i pył grafitowy wprowadzano w ilości 20% masy żużla, natomiast włókno węglowe w zawiesinie o stężeniu 5% masy zawiesiny. W przypadku sadzy i pyłu grafitowego dodawano 50 g wody w celu zapewnienia dobrej urabialności. Pozostałe składniki wprowadzano w następującym porządku: żużel, drobna frakcja piasku (PG1), średnia frakcja piasku (PG2), gruba frakcja piasku (PG3). Mieszanki umieszczano w formach  $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}$  i wibrowano, a następnie po wyjęciu z form po 24 h przechowywano w wodzie przez 27 dni, po czym suszono w piecu. Belki tak przygotowane cięto na próbki  $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}$  oraz  $40 \times 40 \times 20 \text{ mm}$ . Ścianki boczne próbek ( $40 \times 40 \text{ mm}$ ) malowano węglową farbą przewodzącą produkcji SPI Supplies; powłoki te pełniły rolę elektrod. Wysuszzone, pomalowane próbki przechowywano w eksykatatorze, aby uniknąć adsorpcji pary wodnej na ściankach.

Próbki do badania efektu Joule'a pokazano na rysunku 5. Dwie termopary typu K mocowano na środku elektrod; trzecią termoparę – w środku mniejszej ścianki bocznej ( $40 \times 10$  lub  $40 \times 20 \text{ mm}$ ). Bezpośrednio przed pomiarem efektu Joule'a miejsce powyżej i poniżej mocowania termopar zabezpieczano taśmą nieprzewodzącą, aby zapewnić prawidłowy pomiar efektu termoelektrycznego.

W pierwszym, wstępny etapie badano wydzielanie ciepła Joule'a w temperaturze pokojowej na próbkach  $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}$  zawierających odpowiednio 8,89% masy sadzy, 8,89% masy pyłu grafitowego i 2,22% masy włókien węglowych. Próbki zasilano prądem pod napięciem 32,1 V DC przez 137 minut. Wzrost temperatury próbek monitorowano za pomocą rejestratora COMET MS+. Na podstawie wyników tego etapu wytypowano materiał najlepiej rokujący i poddano go dalszym badaniom. Druga seria pomiarów była prowadzona dla dwóch próbek  $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}$  i  $40 \times 40 \times 20 \text{ mm}$  poddawanych działaniu prądu pod napięciem 41,5 DC V.

### 3. Wyniki i dyskusja

Wyniki pierwszej próby nagrzewania próbek prądem pod napięciem 32,1 V są pokazane na rysunkach 6 – 8. Znaczący wzrost

Tablica 5 / Table 5

WŁAŚCIWOŚCI WŁÓKIEN CF TENAX-A HT C124

CF TENAX-A HT C124 PROPERTIES

Cecha / Property	Wartość&Jednostka Value&Unit
Długość włókien / Fiber length	3 mm
Ciężar nasypowy / Typical bulk density	350 g/l
Wytrzymałość na rozciąganie / Tensile strength	4.275 MPa
Moduł sprężystości Tensile modulus, JIS R7601	225 GPa
Wydłużenie / Ultimate elongation, JIS R7601	1.90%
Średnica pojedynczego włókna Filament diameter (yarn)	7 $\mu\text{m}$
Oporność właściwa / Electrical resistivity	1.380 $\mu\Omega \text{ cm}$
Zawartość wilgoci / Moisture content	< 0.3 %

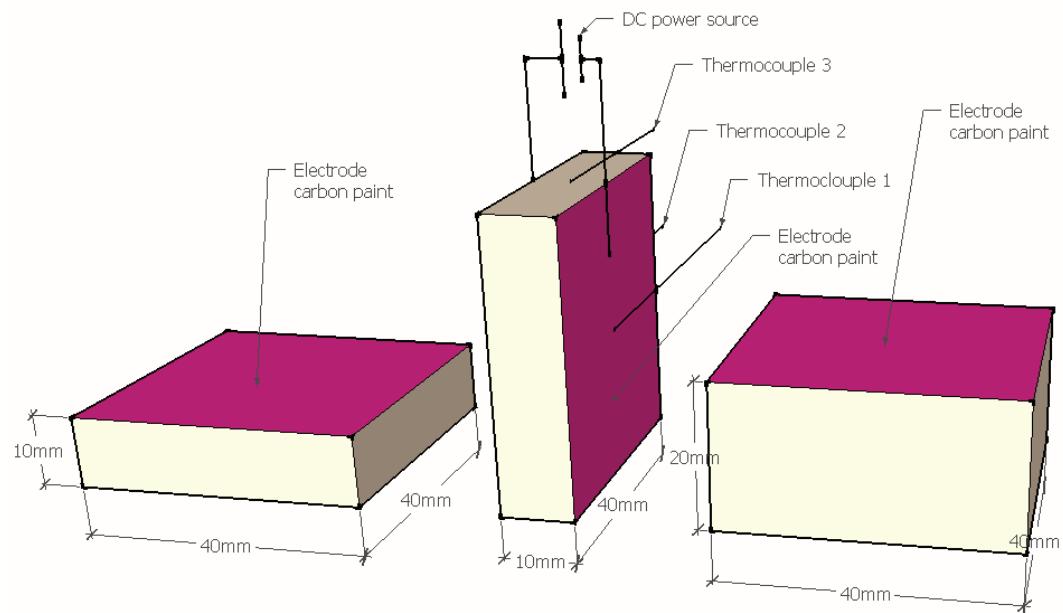
CABOT Valašské Meziříčí, Czech Republic is a waste material with the density  $312 \text{ kg m}^{-3}$  and spherical shape of particles. The dominant size of particles is in range of  $10 - 100 \mu\text{m}$  (see Fig. 3). A detailed specification of CB is presented in Table 4.

Graphite powder (GP) was produced by Koh-i-noor. It was ground finer than CB admixture. The dominant size of particles is approximately  $10 \mu\text{m}$  (Fig. 4).

The last tested admixture, Carbon fibers (CF) Tenax-A HT C124 of 3 mm length, was produced by Toho Tenax. This type of fibers is widely used to enhance the flexural strength of cement-based materials. Detailed properties are given in Table 5.

The sample preparation was as follows: first, waterglass was mixed with water. The solution was then mixed with the suspension of electrically conductive admixture. CB and GP were incorporated into the mixture in the form of 20% by mass of slag homogenized suspension, while CF in the form of 5% by mass of suspension. In the case of CB and GP, 50 g of additional water was added to ensure good workability of the mix. The rest of components was added in the following order: slag, fine fraction of sand (PG1), middle-coarse fraction of sand (PG2), coarse fraction of sand (PG3). The final mixture was placed into  $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}$  molds and vibrated. The samples were demolded after 24 hours, cured in water for additional 27 days and dried in an oven. Then they were cut into  $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}$  and  $40 \times 40 \times 20 \text{ mm}$  pieces. Two lateral sides ( $40 \times 40 \text{ mm}$ ) were painted by a conductive carbon paint SPI Supplies, having the role of electrodes. Finally, dried specimens were placed into a desiccator, in order to avoid the water vapor adsorption on materials pore walls.

The scheme of samples prepared for testing the Joule's effect is presented in Fig. 5. Two K-type thermocouples were placed in the middle of electrodes, the third one was in the middle of the lateral side ( $40 \times 10$  or  $40 \times 20 \text{ mm}$ ). Just before the measurement of the Joule's heat evolution, an electrically non-conductive adhesive tape was placed beneath and above the attached thermocouples, to ensure correct measurement of thermoelectric voltage.



Rys. 5. Próbki do badań efektu Joule'a

Fig. 5. Samples prepared for heating tests

temperatury zaobserwowano dla próbki z domieszką 8,89% masowych sadzy. Podczas eksperymentu trwającego 137 minut temperatura wzrosła o 10,9°C i 13,46°C odpowiednio na elektrozie 1 i 2. W krótszym czasie – po 30 minutach stwierdzono wzrost temperatury o 9,81°C i 11,85°C. Próbki glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie, z domieszką 8,89 % masy pyłu grafitowego czy 2,22 % masy włókien węglowych nie wykazały znaczących zmian temperatury. W przypadku dodatku pyłu grafitowego wzrost temperatury wynosił jedynie 1,5°C i 1,42°C po 137 minutach, a 0,67°C i 0,61°C po 30 minutach. Wzrost temperatury dla alkalicznie aktywowanych tworzyw z włóknami węglowymi wynosił 0,97°C i 1,33°C po 137 minutach, a 0,41°C i 0,5°C po 30 minutach. Zmiana w temperaturze pokojowej w przypadku dodatku pyłu grafitowego wynosiła 1,34°C (po 137 minutach) i 1,12°C (po 30 minutach).

Pierwsza seria badań wykazała, że większe zmiany temperatury odnotowano jedynie dla próbek glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszką 8,89 % masy sadzy. Dlatego w dalszej kolejności przeprowadzono eksperymenty tylko na tych próbkach, pod napięciem zwiększonym do 41,5 V, wykorzystując obydwa rodzaje kształtek: 40 x 40 x 10 i 40 x 40 x 20 mm. Trzecią termoparę umocowano w środku ścianek bocznych 40 x 10 mm (40 x 20 mm)

Tablica 6 / Table 6

AKTYWOWANA ALKALICZNIE PRÓBKA Z DOMIESZKĄ 8,89% MASY SADZY POD DZIAŁANIEM PRĄDU 41,5 V ODLEGŁOŚĆ POMIĘDZY ELEKTRODAMI – 10 mm, 22 MINUTY OGRZEWANIA

AAA CB 8.89%, 41.5 V DC, ELECTRODES – 10 mm, 22 MINUTES OF HEATING

	Elektroda 1 temperatura, Electrode 1 temperature °C	Elektroda 2 temperatura, Electrode 2 temperature °C	Temperatura na ściance bocznej Temperature on lateral side °C	Temperatura otoczenia, Ambient temperature °C
ΔT	15.57	15.92	7.30	1.62
Minimum	23.57	23.48	23.10	20.08
Maximum	39.14	39.40	30.40	21.70

In the first phase, the capability to generate the Joule's heat was tested at room temperature on 40 x 40 x 10 mm AAA 8.89 % by mass CB, AAA 8.89 % by mass GP and AAA 2.22 % by mass CF samples. The samples were loaded by 32.1 V DC for 137 minutes. The temperature evolution was monitored by logging the data to COMET MS+ data logger. Based on the results obtained during this phase, the most promising material was identified and then subjected to additional tests. The second set of measurements was carried out on two 40 x 40 x 10 mm and 40 x 40 x 20 mm samples under 41.5 DC V.

### 3. Experimental results and discussion

Results of the first heating tests under 32.1 V DC voltage load are presented in Figs. 6 – 8. A significant increase of temperature was observed for AAA CB 8.89 % by mass. Within the whole duration of the experiment (137 minutes), the temperature increase on electrode 1 and electrode 2 was 10.9°C and 13.5°C, respectively. A sufficient temperature increase of 9.81 °C and 11.85 °C was observed also in a shorter time period of 30 minutes. AAA 8.89 % by mass of GP and AAA 2.22 % by mass of CF did not exhibit any significant temperature change. In the case of GP admixture, the

Tablica 7 / Table 7

AKTYWOWANA ALKALICZNIE PRÓBKA Z DOMIESZKĄ 8,89% MASY SADZY POD DZIAŁANIEM PRĄDU 41,5 V ODLEGŁOŚĆ POMIĘDZY ELEKTRODAMI – 20 mm, 40 MINUT OGRZEWANIA

AAA CB 8.89%, 41.5 V DC, ELECTRODES – 20 mm, 40 MINUTES OF HEATING

	Electroda 1 temperatura Electrode 1 temperature °C	Electroda 2 temperatura Electrode 2 temperature °C	Temperatura na ściance bocznej Temperature on lateral side °C	Temperatura otoczenia Ambient temperature °C
ΔT	6.28	6.43	5.73	0.78
Minimum	25.79	25.59	25.36	22.73
Maximum	32.07	32.02	31.09	23.51

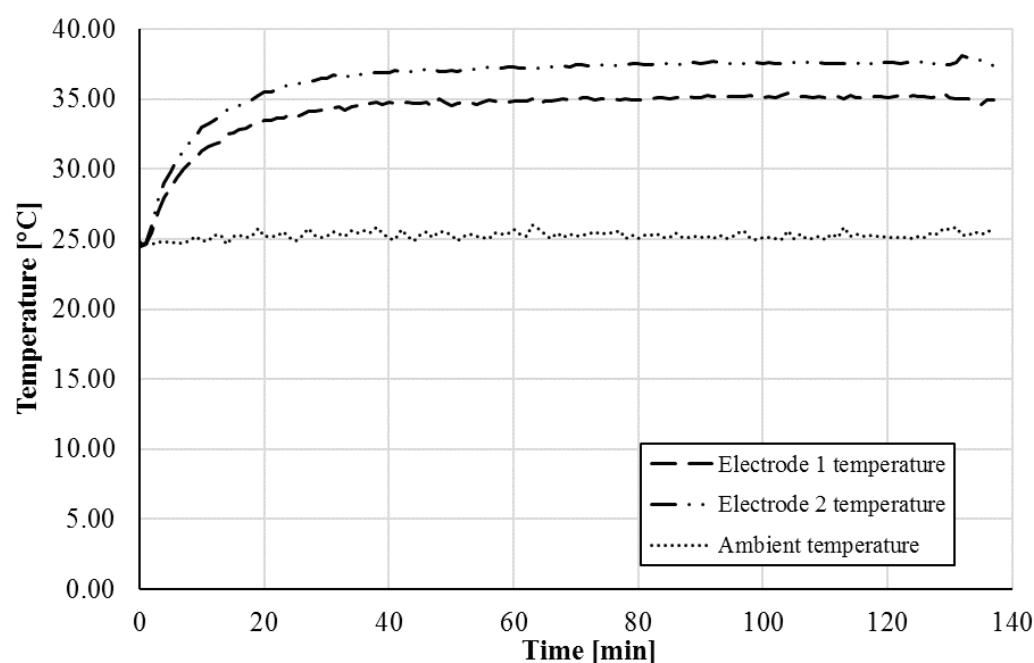
celu monitorowania również temperatury pomiędzy elektrodami (patrz rysunek 5). Podsumowanie zmian temperatury podczas doświadczenia przedstawiono w Tablicy 6. Wzrost temperatury na elektrodach wynosił 15,57°C i 15,92°C po 22 minutach, a w środku ścianki bocznej 40 x 10 mm wynosił około 46% średniego wzrostu temperatury na elektrodach. Wykres temperatury w funkcji czasu dla próbki 40 x 40 x 10 mm pokazano na rysunku 9.

TABLICA 8 / TABLE 8

WPŁYW ODLEGŁOŚCI POMIĘDZY ELEKTRODAMI NA WZROST TEMPERATURY W PRÓBKACH O GRUBOŚCI 20 mm (WARTOŚĆ TEMPERATURY PRZY ODLEGŁOŚCI POMIĘDZY ELEKTRODAMI 10 mm = 100%)

INFLUENCE OF DISTANCE OF ELECTRODES ON TEMPERATURE INCREASE FOR 20 mm THICK SAMPLES (SAMPLES WITH 10 mm DISTANCE OF ELECTRODES = 100%)

	Elektroda 1 temperatura Electrode 1 temperature %	Electroda 2 temperatura Electrode 2 temperature %	Temperatura na ściance bocznej Temperature on lateral side %
ΔT	34.4	34.8	64.5

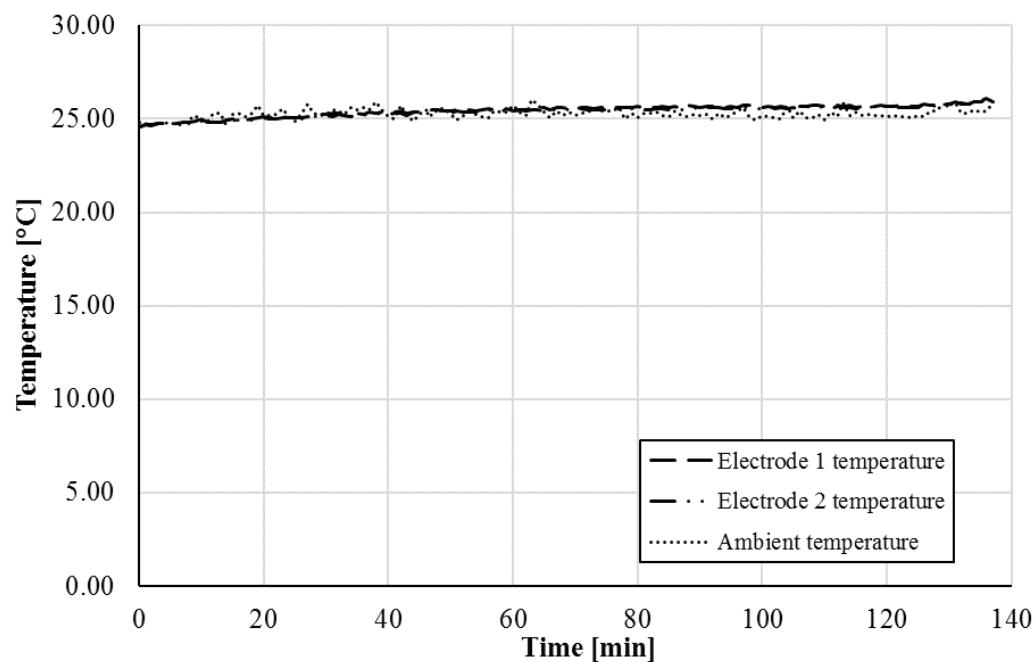


Rys. 6. Krzywa wzrostu temperatury próbek glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszką 8,89% masy sadzy, pod działaniem prądu 32,1 V, odległość pomiędzy elektrodami – 10 mm

Fig. 6. Heating of CB 8.89%, 32.1 V DC, distance between electrodes – 10 mm

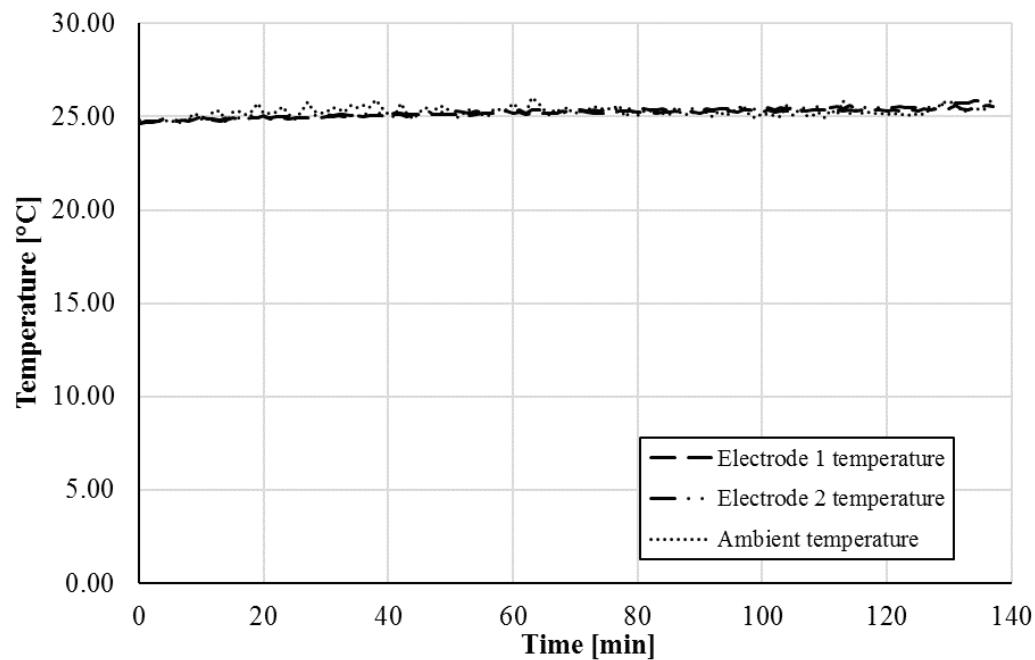
W tablicy 7 zaprezentowano dane dotyczące wzrostu temperatury próbek 40 x 40 x 20 mm. Wzrost temperatury mierzonej na elektrodach wynosił odpowiednio 6,28°C oraz 6,43°C po 40 minutach, wzrost temperatury w środku ścianki bocznej 40 x 20 mm wynosił około 90% średniego wzrostu temperatury mierzonej na elektrodach.

temperature increase was only 1.5°C and 1.42°C after the 137 minutes, 0.67°C and 0.61°C after 30 minutes. The temperature increase for the AAA with CF admixture was just 0.97°C and 1.33°C in the 137 minutes-interval, 0.41°C and 0.5°C in the 30 minutes-interval. The change of ambient temperature was 1.34°C (137 minutes) and 1.12°C (30 minutes).



Rys. 7. Krzywa wzrostu temperatury próbek glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszką 8,89% masy pyłu grafitowego, pod działaniem prądu 32,1 V, odległość pomiędzy elektrodami – 10 mm

Fig. 7. Heating of GP 8.89%, 32.1 V DC, distance between electrodes – 10 mm

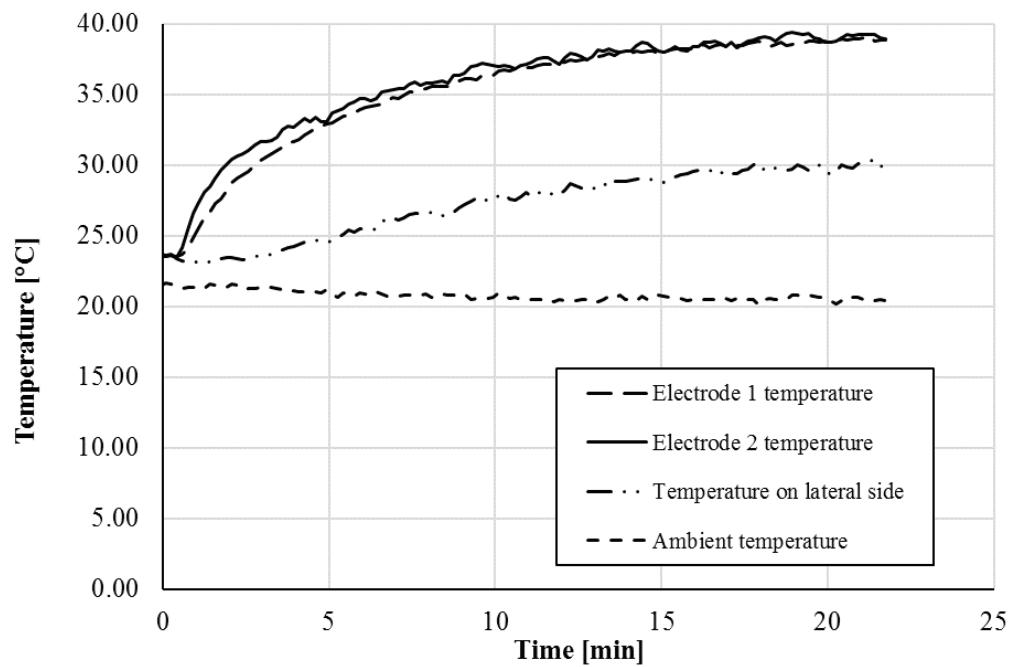


Rys. 8. Krzywa wzrostu temperatury próbek glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszką 2,22% masy włókna węglowego, pod działaniem prądu 32,1 V, odległość pomiędzy elektrodami – 10 mm

Fig. 8. Heating of AAA CF 2.22%, 32.1 V DC, distance between electrodes – 10 mm

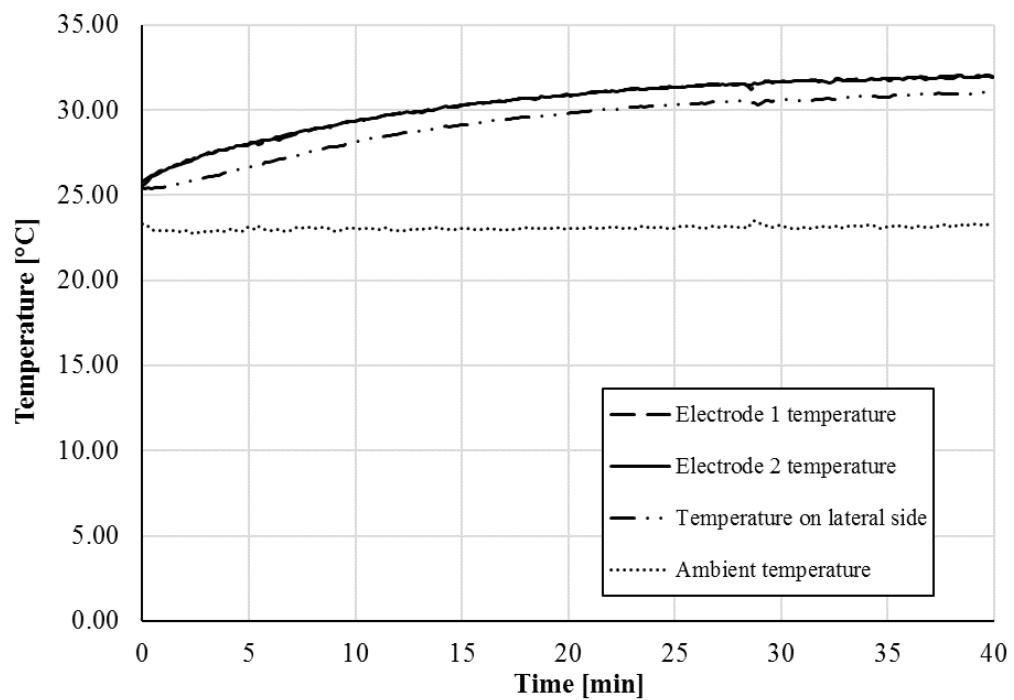
Wpływ odległości pomiędzy elektrodami przy 22 – minutowej próbie ogrzewania aktywowanej alkalicznie próbki z domieszką 8,89 % masy sadzy pod działaniem prądu o napięciu 41,5 V określono przeliczając dane uzyskane w ciągu 40 – minutowego pomiaru dla próbki 40 x 40 x 20 mm na przedział 22 – minutowy dla próbki 40 x 40 x 10 mm (100%). Podwojenie odległości pomiędzy elektrodami przyniosło spadek  $\Delta T$  o około dwóch trzecich różnicy na elektro-

The first series of tests revealed that promising results were obtained for the AAA CB 8.89% by mass of mixture only. Therefore, the additional, more detailed experiments were carried out under 41.5 V DC voltage load just for the AAA 8.89% by mass of CB samples of dimensions 40 x 40 x 10 and 40 x 40 x 20 mm. A third K-type thermocouple was attached to the middle of 40 x 10 mm (40 x 20 mm) side in order to monitor also the temperature between



Rys. 9. Krzywa wzrostu temperatury próbek glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszką 8,89% masy sadzy, pod działaniem prądu 41,5 V, odległość pomiędzy elektrodami – 10 mm

Fig. 9. Heating of AAA CB 8.89%, 41.5 V DC, distance between electrodes – 10 mm



Rys. 10. Krzywa wzrostu temperatury próbek glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszką 8,89% masy sadzy, pod działaniem prądu 41,5 V, odległość pomiędzy elektrodami – 20 mm

Fig. 10. Heating of AAA CB 8.89%, 41.5 V DC, distance between electrodes – 20 mm

dach i około jednej trzeciej dla temperatury mierzonej w środku ścianki (Tablica 8). Zależność temperatury od czasu dla próbki 40 x 40 x 20 mm jest pokazana na rysunku 10.

the electrodes (Fig. 5). A summary of temperature evolution during this heating experiment is given in Table 6. The temperature increase on the electrodes was 15.57°C and 15.92°C after 22 minutes, in the middle of the lateral 40 x 10 mm side it was about 46% of the average temperature increase on the electrodes. The

## 4. Wnioski

W pracy badano efekt Joule'a w próbkach glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie o wymiarach 40 x 40 x 10 mm AAA z domieszkami przewodzącymi typu CB (sadza), GP (pył grafitowy) i CF (włókno węglowe), wprowadzanymi w ilości of 8,89% masy (CB and GP) i 2.22% masy (CF). Próbki poddawano działaniu prądu pod napięciem 32,1 V w czasie 137 minut, w temperaturze otoczenia. Eksperymenty z udziałem pyłu grafitowego i włókien węglowych nie przyniosły oczekiwanych rezultatów, natomiast w przypadku próbki modyfikowanej sadzą kontynuowano badania zwiększając napięcie do 41,5 V. Poddano działaniu prądu próbki o wymiarach 40 x 40 x 10 mm oraz 40 x 40 x 20 mm. Nagrzewanie próbek przy odległości pomiędzy elektrodami wynoszącej 10 mm przyniosło wzrost temperatury o 15,57°C i 15,92°C na elektrodach oraz 7,30°C na ściance bocznej pomiędzy elektrodami po 20 minutach eksperymentu. 40 – minutowe wygrzewanie próbek przy odległości pomiędzy elektrodami 20 mm prowadziło do wzrostu temperatury odpowiednio o 6,28°C i 6,43°C na elektrodach i 5,73°C na ściance bocznej, pomiędzy elektrodami. Porównanie przyrostów temperatury dla próbek o wymiarach odpowiednio 40 x 40 x 10 i 40 x 40 x 20 po 22 minutach działania prądu wykazało, że podwojenie odległości pomiędzy elektrodami prowadziło do spadku  $\Delta T$  do około dwóch trzecich różnicy na elektrodach i około jednej trzeciej dla temperatury mierzonej w środku ścianki bocznej.

Podsumowując wyniki badań można wywnioskować, że spośród glinokrzemianów aktywowanych alkalicznie z domieszkami przewodzącymi typu CB, GP i CF najlepszym medium samonagrzewającym się są kompozyty z dodatkiem sadzy. Dodatek ten jest materiałem odpadowym, w przeciwieństwie do pyłu grafitowego i włókien węglowych, które są produktami handlowymi. Tak więc ekologiczne i ekonomiczne aspekty aplikacji sadzy łączą się z parametrami wyznaczającymi przydatność tego materiału w tworzeniu kompozytów wielofunkcyjnych dla praktycznych zastosowań. Należy pamiętać, że badania prowadzono jedynie w skali laboratoryjnej, na małych próbkach. Nie neguje to jednakże dużego znaczenia wyników, jako umożliwiających wytypowanie materiałów do wytworzenia elementów grzewczych. Badania powinny być kontynuowane na większa skalę i zagadnieniu temu należy się szczególna uwaga.

## Podziękowania

Projekt finansowany przez Czeską Fundację Naukową (No. 16-00567S).

## Literatura / References

1. J. Davidovits, Geopolymers and geopolymeric materials, *J. of Thermal Analysis*, **35**, 429-441 (1989).
2. J. Davidovits, Geopolymers – inorganic polymeric new materials, *Journal of Thermal Analysis*, **37**, 1633-1656 (1991).

dependence of temperature on time for the 40 x 40 x 10 mm sample is presented in Fig. 9.

Concerning the 40 x 40 x 20 mm sample, statistical data of temperature evolution is given in Table 7. The temperature increase on the electrodes was 6.28°C and 6.43°C after 40 minutes, in the middle of the 40 x 20 mm side it was about 90% of the average temperature increase on the electrodes.

The influence of the distance of the electrodes after 22-minutes heating of AAA 8.89% by mass of CB under the load of 41.5 V DC was determined by the recalculation of statistical temperature 40-minutes data of the sample with the dimensions 40 x 40 x 20 mm to the 22-minutes time frame which was then compared with those of 40 x 40 x 10 mm sample (100%). Doubling the distance of electrodes led to an about two-thirds decrease of  $\Delta T$  on the electrodes, whereas in the case of the middle of the lateral side it was about one third (Table 8). The dependence of temperature on time for the 40 x 40 x 20 mm sample is presented in Fig. 10.

## 4. Conclusions

The Joule's heating of three types of 40 x 40 x 10 mm AAA samples electrically enhanced using CB, GP and CF admixtures addition of 8.89% by mass (CB and GP) and 2.22% (CF) was investigated in the work. The heating tests under 32.1 V DC voltage load were carried out at room temperature conditions for 137 minutes in order to evaluate the efficiency of heat generation. AAA GP and AAA CF failed, whereas AAA CB was, due to promising results, chosen for the additional tests which were carried out under 41.5 V DC voltage load on 40 x 40 x 10 mm and 40 x 40 x 20 mm samples. Heating of the AAA CB sample with the electrodes distance of 10 mm led to the temperature increase of 15.57°C and 15.92°C on the electrodes and 7.30°C on the lateral side between the electrodes after 22 minutes of heating. A 40-minutes heating of the samples with electrodes distance of 20 mm led to the temperature increase of 6.28 °C and 6.43°C on the electrodes and 5.73°C on the lateral side between the electrodes. A comparison of the temperature increase of the samples with dimensions of 40 x 40 x 10 and 40 x 40 x 20 in the 22-minutes time frame revealed that doubling of the electrodes distance led to an about two thirds decrease of  $\Delta T$  on the electrodes, whereas in the case of the middle of the lateral side it was about one third.

Summarizing the test results, one can conclude that the best heating performance was achieved for the samples with CB admixture which is a waste product, whereas GP and CF are commercial products. Therefore, the ecological and economical aspects are in a good accord with the functional parameters, which is very promising for a possible practical application of this composite material. It should be noted that the presented study was performed in the laboratory scale only; the measurements were done on small samples. Nevertheless, even in this small scale the aspect ratio of heating elements was identified as a very important parameter.

3. B. W. Jo, S. K. Park, M. S. Park, Strength and hardening characteristics of activated fly ash mortars, *Mag. of Concr. Res.*, **59**, 121-129 (2007).
4. F. Collins, J. G. Sanjayan, Microcracking and strength development of alkali activated slag concreto, *Cem. Concr. Comp.*, **23**, 345-352 (2001).
5. M. Palacios, F. Puertas, Effect of superplasticizer and shrinkage-reducing admixtures on alkali-activated slag pastes and mortars, *Cem. Concr. Res.*, **35**, 1358-1367 (2005).
6. L. Zuda, Z. Pavlík, P. Rovnaníková, P. Bayer, R. Černý, Properties of alkali activated aluminosilicate material after thermal load, *Inter. J. of Thermophysics*, **27**, 1250-1263 (2006).
7. L. Zuda, P. Rovnaník, P. Bayer, R. Černý, Thermal properties of alkali activated slag subjected to high temperatures, *J. of Building Physics*, **30**, 337-350 (2007).
8. L. Zuda, R. Černý, Measurement of linear thermal expansion coefficient of alkali-activated aluminosilicate composites up to 1000°C, *Cem. Concr. Comp.*, **31**, 263-267 (2009).
9. L. Zuda, P. Bayer, P. Rovnaník, R. Černý, Mechanical and hydric properties of alkali-activated aluminosilicate composite with electrical porcelain aggregates, *Cem. Concr. Comp.*, **30**, 266-273 (2008).
10. D. M. Roy, W. Jiang, M. R. Silsbee, Chloride diffusion in ordinary, blended and alkali-activated slag concreto, *Cem. Concr. Res.*, **30**, 1879-1884 (2000).
11. P. Rovnaník, B. Řezník, P. Rovnaníková, Blended alkali-activated fly ash / brick powder materials, *Procedia Engineering*, **151**, 108-113, (2016).
12. G. E. Monfore, The electrical resistivity of concreto, *Journal of the PCA Research Development Laboratories*, **10**, 35-48 (1968).
13. B. Han, S. Ding, X. Yu, Intrinsic self-sensing concrete and structures: A review. *Measurement*, **59**, 110-128 (2015).
14. L. Fiala, J. Toman, J. Vodička, V. Ráček, Experimental study on electrical properties of steel-fibre reinforced concrete, *Procedia Engineering*, **151**, 241-248 (2016).
15. S. Mingqing, M. Xinying, W. Xiaoying, H. Zuofu, L. Zhuoqiu, Experimental studies on the indoor electrical floor heating system with carbon black mortar slabs. *Energy and Buildings*, **40**, 1094-1100 (2008).

Further studies should be carried out in larger scale and the aspect ratio is to be considered with a particular attention.

## Acknowledgment

This research has been supported by the Czech Science Foundation, under project No. 16-00567S.