

JACEK GOŁASZEWSKI<sup>1)</sup>ALEKSANDRA KOSTRZANOWSKA<sup>2)</sup>TOMASZ PONIKIEWSKI<sup>3)</sup>GALINA ANTONOWICZ<sup>4)</sup>

## INFLUENCE OF CALCAREOUS FLY ASH ON RHEOLOGICAL PROPERTIES OF CEMENT PASTES AND MORTARS

## WPŁYW POPIOŁU LOTNEGO WAPIENNEGO NA WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNE ZACZYNÓW I ZAPRAW CEMENTOWYCH

**STRESZCZENIE.** Stosowanie dodatków mineralnych pozwala na modyfikowanie właściwości betonu oraz uzyskanie znaczących korzyści ekonomicznych. W referacie przedstawiono badania dotyczące wpływu ilości oraz stopnia uzdatnienia poprzez przemiał popiołu lotnego wapiennego (W) na reologię zaczynów i zapraw. Parametry reologiczne zaczynów i zapraw wyznaczono za pomocą reometru Viskomat NT. Przedstawione wyniki badań wykazują, że ze względu na właściwości reologiczne mieszanek popiół lotny wapienny (W) może być stosowany jako składnik cementów, jednak po uzdatnieniu przez przemiał i przede wszystkim jako składnik cementów wieloskładnikowych, razem z popiołem lotnym krzemionkowym (V) lub zmielonym granulowanym żużlem wielkopiecowym (S). Ze względu na urabialność popiół lotny wapienny (jako dodatek typu II) należy stosować po uzdatnieniu przez przemiał lub separację, w zalecanej ilości do 20%.

**SŁOWA KLUCZOWE:** cement portlandzki popiołowy, cement pucolanowy, cement wieloskładnikowy, granica płynięcia, lepkość plastyczna, popiół lotny wapienny, właściwości reologiczne.

**ABSTRACT.** The use of mineral additives allows modifying properties of concrete and results in substantial economic benefits. The research presents the influence of calcareous fly ash volume and degree of activation by grinding on the rheology of cement pastes and mortars. The rheological parameters of cement pastes and mortars were determined using a rheometer Viskomat NT. The results show that due to rheological properties of mixes calcareous fly ash (W) can be used as a cement component, however, after the activation and preferably in the multicomponent cement together with siliceous fly ash (V) or ground granulated blast furnace slag (S). Due to the workability, calcareous fly ash (as a type II additive) should be used after activation by grinding or by separation, preferably in an amount of not more than 20%.

**KEYWORDS:** high calcium fly ash (HCFA), multicomponent cement, plastic viscosity, Portland cement, pozzolanic cement, rheological properties, yield stress.

DOI: 10.7409/rabdim.013.008

<sup>1)</sup> Wydział Budownictwa, Politechnika Śląska, Gliwice; Jacek.Golaszewski@polsl.pl (✉)

<sup>2)</sup> Wydział Budownictwa, Politechnika Śląska, Gliwice; Aleksandra.Kostrzanowska@polsl.pl

<sup>3)</sup> Wydział Budownictwa, Politechnika Śląska, Gliwice; Tomasz.Ponikiewski@polsl.pl

<sup>4)</sup> Wydział Budownictwa, Politechnika Śląska, Gliwice; Galina.Antonowicz@polsl.pl

## 1. WPROWADZENIE

Stosowanie cementów z dodatkami mineralnymi pozwala na korzystne modyfikowanie właściwości betonu. Dodatki mineralne odgrywają bardzo ważną rolę we współczesnej technologii betonu, a ich stosowanie pozwala na uzyskanie znaczących korzyści ekonomicznych. Jako dodatki mineralne najczęściej stosowane są: popioły lotne, zmielony granulowany żużel wielkopieczowy, mączka wapienna oraz pył krzemionkowy. Wpływ stosowania tych dodatków mineralnych na właściwości mieszanki betonowej jest szeroko opisany np. w [1 - 4]. Według PN-EN 197-1, popiół lotny wapienny (W) może być składnikiem: cementów portlandzkich popiołowych (CEM II/A, B-W), cementów portlandzkich wieloskładnikowych w mieszaninie z innymi dodatkami (CEM II/A, B-M) i cementów pucolanowych (CEM IV/A, B).

W Polsce w wyniku spalania węgla brunatnego w kotłach konwencjonalnych powstaje rocznie około 5 milionów ton popiołów lotnych wapiennych (W). Popioły te charakteryzują się aktywnością pucolanową i hydrauliczną oraz bogatszym niż popioły lotne krzemionkowe składem chemicznym i mineralnym [2, 5].

Pomimo dużej dostępności popiół lotny wapienny nie jest jednak stosowany w technologii produkcji cementu i betonu. Jako przyczyny takiego stanu można wskazać: dużą i zmienną zawartość wolnego wapna i związków siarki w popiele (W) (mogących mieć negatywny wpływ na właściwości stwardniałego betonu), dużą w porównaniu do popiołów lotnych krzemionkowych (V) zmienność właściwości fizycznych oraz składu chemicznego i mineralnego popiołów wapiennych (W) oraz stosunkowo łatwą dostępność popiołu lotnego krzemionkowego (V), tradycyjnie stosowanego w produkcji cementu i betonu.

Jak wykazują badania [6 - 9], dodanie popiołu lotnego wapiennego podwyższa granicę płynięcia i lepkości plastycznej mieszanki betonowej oraz granicę płynięcia w czasie. Pogorszenie urabialności mieszanki jest tym większe, im więcej popiołu do niej dodano. Zjawisko to należy wiązać przede wszystkim z większą ilością CaO w popiele lotnym wapiennym [7].

Specyfika właściwości i składu popiołu lotnego wapiennego powoduje, że charakteryzuje się on dużą wodozadnością. Wprowadzenie go do mieszanki utrudnia więc uzyskanie wymaganej urabialności. Jednak w przypadku stosowania popiołu lotnego wapiennego uzdatnionego przez przemiał jako składnika cementów wieloskładnikowych można częściowo lub całkowicie zniwelować

## 1. INTRODUCTION

The use of cement with mineral additives can positively modify the properties of concrete. Mineral additives play a very important role in modern concrete technology and their use can result in substantial economic benefits. The most common used mineral additives are: fly ash, ground granulated blast furnace slag, limestone powder and siliceous fume. The influence of these additives on the properties of mineral concrete is presented for example in [1 - 4]. According to PN-EN 197-1, calcareous fly ash (W) can be a component of: Portland fly ash cements (CEM II/A, B-W), Portland multicomponent cements in mixes with other additives (CEM II/A, B-M) and pozzolanic cements (CEM IV/A, B).

About 5 million tons of calcareous fly ash is produced annually in Poland as a result of brown coal combustion in conventional boilers. These ashes are characterized by both pozzolanic and hydraulic activity and by more complex mineral and chemical composition than siliceous fly ash [2, 5].

Despite the high availability of calcareous fly ash, it is practically not used in the production of cement and concrete. The reasons of this situation are as follows: a large and variable amount of free lime and sulfur compounds in the ashes (which could have a negative influence on the properties of hardened concrete), large variability of physical properties and chemical composition of the calcareous fly ash compared to the siliceous fly ash (V) and the relatively easy accessibility of siliceous fly ash (V), traditionally used in the production of cement and concrete.

Studies in [6 - 9] show that adding calcareous fly ash increases yield stress and plastic viscosity of fresh concrete and accelerates the growth of yield stress in time. The deterioration of workability of fresh concrete is all the greater as more ash is added to it. The deterioration of workability of fresh concrete should be associated primarily with bigger amount of CaO in calcareous fly ash [7].

Specific properties and composition of calcareous fly ash cause that it is characterized by high water demand. The insertion of calcareous fly ash into fresh concrete makes it hard to achieve the required workability. The use of calcareous fly ash activated by grinding as a component of multicomponent cements can partially or completely eliminate the negative effect on the workability [6, 8, 9]. One of conditions of calcareous fly ash wider use as an additive for cement and concrete is solving the problem of proper workability of mixes in its presence.

jego negatywny wpływ na urabialność [6, 8, 9]. Jednym z warunków szerszego wykorzystania popiołu lotnego wapiennego jako dodatku do cementu i betonu jest rozwiązanie problemu właściwej urabialności mieszanek. W tym celu konieczne są przede wszystkim systematyczne badania dotyczące wpływu ilości i właściwości fizykochemicznych popiołu lotnego wapiennego na właściwości reologiczne mieszanek w układzie zmiennych czynników technologicznych.

## 2. PLAN I ZAKRES BADAŃ

W badaniach określono wpływ: metody produkcji cementów z dodatkiem popiołu lotnego wapiennego, partii popiołu lotnego wapiennego (Tabl. 1 i 2), stopnia domielenia popiołu lotnego wapiennego (Tabl. 2), rodzaju cementu (Tabl. 3) i ilości popiołu lotnego wapiennego jako ekwiwalent cementu (10%, 20%, 30% masy cementu) na właściwości reologiczne zapraw i zaczynów. Badania zrealizowano z wykorzystaniem czterech partii popiołów lotnych wapiennych pobranych ze zbiornika retencyjnego Elektrowni Bełchatów.

In order to achieve it is necessary to conduct a systematic study of influence of the quantity and both physical and chemical properties of calcareous fly ash on the properties and particularly on the rheology and workability of fresh concrete in the system of variables technological factors.

## 2. PLAN AND SCOPE OF RESEARCH

The research presents the results of testing the influence of the following factors: cement with calcareous fly ash production method, calcareous fly ash batch (Table 1 - 2), the degree of activation of calcareous fly ash (Table 2), the type of cement (Table 3) and the volume of calcareous fly ash as an equivalent to cement (10%, 20%, 30% of cement mass) on the rheological properties of mortars and pastes. The study was carried out using four calcareous fly ash batches collected from Bełchatów Power Station reservoir.

Table 1. Physical properties of calcareous fly ash HCFA  
Tablica 1. Właściwości fizyczne popiołów lotnych wapiennych PLW

| Calcareous fly ash<br>Popiół lotny wapienny |                     |   | Density<br>Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Fineness - sieve residue 45 μm<br>Miałkość - pozostałość na sicie<br>45 μm [%] | Blaine specific surface<br>Powierzchnia właściwa<br>według Blaine'a [cm <sup>2</sup> /g] | Bulk density<br>Gęstość nasypowa<br>[kg/m <sup>3</sup> ] |
|---|---------------------|---|--|--|--|--|
| Batch<br>Partia<br>A                        | HCFA<br>PLW<br>A_d  | non activated<br>nieuzdatniony              | 2.62                                       | 38.0   | 2 860  | nb   |
|   | HCFA<br>PLW<br>A_m  | activated by grinding<br>mielenie<br>10 min | 2.77                                       | 23.0   | 3 500  | nb   |
|   | HCFA<br>PLW<br>A_m1 | activated by grinding<br>mielenie<br>28 min | 2.75                                       | 10.5   | 3 870  | nb   |
| Batch<br>Partia<br>B                        | HCFA<br>PLW<br>B_d  | non activated<br>nieuzdatniony              | 2.58                                       | 35.4   | 4 400  | 750  |
|   | HCFA<br>PLW<br>B_m  | activated by grinding<br>mielenie<br>20 min | 2.70                                       | 13.3   | 6 510  | nb   |
| Batch<br>Partia<br>C                        | HCFA<br>PLW<br>C_d  | non activated<br>nieuzdatniony              | 2.64                                       | 55.6   | 1 900  | 1 060  |
|   | HCFA<br>PLW<br>C_m  | activated by grinding<br>mielenie<br>20 min | 2.71                                       | 20.0   | 4 060  | nb   |

Table 1. Continued  
 Tablica 1. Ciąg dalszy

| Calcareous fly ash<br>Popiół lotny wapienny    |                    |   | Density<br>Gęstość<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Fineness - sieve residue 45µm<br>Miałkość - pozostałość na sicie<br>45µm [%] | Blaine specific surface<br>Powierzchnia właściwa<br>według Blaine'a [cm <sup>2</sup> /g] | Bulk density<br>Gęstość nasypowa<br>[kg/m <sup>3</sup> ] |
|--|--------------------|---|--|--|--|--|
| Batch<br>Partia<br>D                           | HCFA<br>PLW<br>D_d | non activated<br>nieuzdatnion               | 2.60                                       | 46.3   | 2 370  | 1 028  |
|  | HCFA<br>PLW<br>D_m | activated by grinding<br>mielenie<br>15 min | 2.67                                       | 20.8   | 3 520  | nb   |
| Remark / Uwaga<br>nb – not tested / nie badano |                    |   |  |  |  |  |

W pracy [10] wykazano, że ze względu na dość dużą zgodność wpływu podstawowych czynników składu na reologię zapraw i mieszanek, wyniki uzyskane na zaprawach mogą być wykorzystane do przewidywania kierunków i wielkości zmian właściwości reologicznych mieszanek betonowych. Zatem zgodnie z założeniami przedstawionymi powyżej, wyniki te odnoszą się również do mieszanek betonowych.

### 3. WŁAŚCIWOŚCI MATERIAŁÓW ORAZ SKŁADY ZACZYŃÓW I ZAPRAW

W Tablicach 1 - 3 przedstawiono skład chemiczny cementu oraz wybrane właściwości cementów zastosowanych w badaniach, jak również metody produkcji cementów. Skład zaczynu i zaprawy do badania właściwości reologicznych przedstawiono w Tablicy 4.

Table 2. Composition of cement and HCFA as determined by XRF method  
 Tablica 2. Skład cementu i PLW oznaczonego metodą XRF

| Component / Składnik   |                | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | CaO   | MgO  | SO <sub>3</sub>    | Na <sub>2</sub> O | K <sub>2</sub> O | CaO <sub>free/wolny</sub> |
|--|----------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------|------|--------------------|-------------------|------------------|---------------------------|
| Cement CEM I 42.5R   |                | 19.5             | 4.89                           | 2.85                           | 63.3  | 1.29 | 2.76               | 0.14              | 0.90             | –                         |
| HCFA / PLW   | HCFA A / PLW A | 33.62            | 19.27                          | 5.39                           | 31.32 | 1.85 | 4.50 <sup>*)</sup> | 0.31              | 0.11             | 2.87                      |
|  | HCFA B / PLW B | 35.41            | 21.86                          | 6.11                           | 25.58 | 1.49 | 4.22               | 0.16              | 0.13             | 1.24                      |
|  | HCFA C / PLW C | 40.17            | 24.02                          | 5.93                           | 22.37 | 1.27 | 3.07 <sup>*)</sup> | 0.15              | 0.20             | 1.46 <sup>**)</sup>       |
|  | HCFA D / PLW D | 40.88            | 19.00                          | 4.25                           | 25.97 | 1.73 | 3.94               | 0.13              | 0.14             | 1.07                      |
| Remarks / Uwagi<br><sup>*)</sup> determined by elemental analysis / oznaczono metodą analizy elementarnej<br><sup>**)</sup> determined by glycol method / oznaczono metodą glikolową |                |                  |                                |                                |       |      |                    |                   |                  |                           |

It has been demonstrated in [10] that due to the high compatibility of the influence of the basic composition factors on the rheology of fresh concrete mortars, the direction and amount of rheological properties of fresh concrete changes can be predicted. Therefore, in accordance with the assumptions stated above the results for the mortars are also valid for fresh concrete.

### 3. MATERIAL PROPERTIES AND COMPOSITION OF PASTES AND MORTARS

The physical properties and chemical composition of cements as well as methods of cement production are presented in Table 1 - 3. The composition of the paste and mortar to study the rheological properties are presented in Table 4.



Table 3. Study of the influence of type and method of cement with HCFA production on the rheological properties of mortars

Tablica 3. Badanie wpływu rodzaju i sposobu produkcji cementów z dodatkiem PLW na właściwości reologiczne zapraw

| Cement  | Method of cement production / Sposób produkcji cementu  |   |   |
|---|---|---|---|
|   | Mixing CEM I cement with HCFA and other mineral additives<br>MIXED CEMENT<br>Mieszanie cementu CEM I z PLW i innymi dodatkami |   | Joint grinding of clinker, HCFA and additives of gypsum<br>CO-MIXED CEMENTS<br>Wspólne mielenie klinkieru, popiołu lotnego wapiennego, dodatków i regulatora wiązania (gipsu) |
|   | HCFA non activated<br>PLW nieuzdatniony   | HCFA activated by grinding<br>PLW uzdatniony przez przemiał |   |
| CEM II/A-W  | ×   | ×   | ×   |
| CEM II/B-W  | ×   | ×   | ×   |
| CEM IV/B-W  | ×   | ×   | ×   |
| CEM II/A-M (V-W)                                    | ×   | ×   | ×   |
| CEM II/B-M (V-W)                                    | ×   | ×   | ×   |
| CEM IV/B (V-W)                                      | ×   | ×   | ×   |
| CEM II/B-M (S-W) (15/15)                            | ×   | ×   | ×   |
| CEM II/B-M (S-W) (10/20)                            | –   | ×   | –   |
| CEM II/B-M (S-W) (20/10)                            | –   | ×   | –   |
| CEM II/B-M (LL-W)                                   | ×   | ×   | ×   |
| Remark / Uwaga<br>× - tested cement / cement badany |   |   |   |

Table 4. The composition of pastes and mortars to study the rheological properties

Tablica 4. Skład zaczynów i zapraw do badania właściwości reologicznych

| Component / Składnik                                | Mortar / Paste<br>Zaprawa / Zaczyn |
|---|------------------------------------|
|   | Mass / Masa [g]                    |
| Cement or cement + HCFA / Cement lub cement + PLW   | 450 / 900                          |
| Water / Woda  | 247.5 / 495                        |
| Standard sand / Piasek normowy                      | 1 350 / –                          |
| Water-cement ratio / Wskaźnik wodno-cementowy $w/c$ | 0.55                               |

#### 4. METODA POMIARU WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNYCH ZACZYNÓW I ZAPRAW

Parametry reologiczne zaczynów i zapraw wyznaczono za pomocą reometru Viskomat NT. W testach reometrycznych równanie modelu Binghama (1) stosuje się w umownej postaci:

#### 4. METHOD OF MEASUREMENT OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF PASTES AND MORTARS

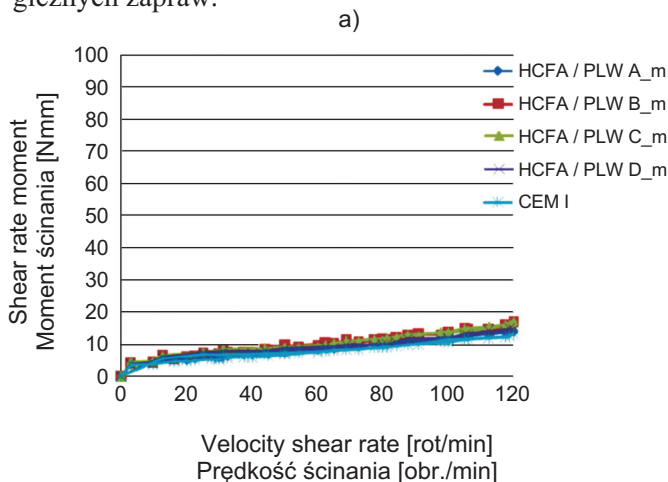
The rheological parameters of pastes and mortars were determined using a Viskomat NT. The Bingham model of equation (1) is used in the conventional form in rheological tests:

$$M = g + N \cdot h, \quad (1)$$

gdzie:  $g$  [Nmm] i  $h$  [Nmms] są parametrami odpowiadającymi granicy płynięcia i lepkości plastycznej. Dzięki odpowiedniej kalibracji reometru wartości parametrów  $g$  i  $h$  można wyrazić w jednostkach fizycznych. W pracy [9] podano, że dla aparatu o identycznym układzie pomiarowym: granica płynięcia  $\tau_o = 7,91 \cdot g$ , a lepkość plastyczna  $\eta_{pl} = 0,78 \cdot h$ . Parametry reologiczne zaczynów i zapraw określano po 5 i 90 minutach od zakończenia mieszania. Zaczyny i zaprawy były przygotowywane i przechowywane pomiędzy pomiarami tak, aby ich temperatura przez cały czas pomiaru wynosiła 20°C i była utrzymana na danym poziomie za pomocą systemu termostatycznego.

## 5. WYNIKI BADAŃ

Badania właściwości reologicznych przeprowadzono na zaczynach i na zaprawach. Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że badania zaczynów nie ujawniają wpływu rodzaju (partii) PLW (Rys. 1). Wystąpiły także trudności z pomiarem właściwości reologicznych zaczynów z nieuzdatnionym PLW. Dlatego w dalszej części większą uwagę skupiono na właściwościach reologicznych zapraw.



$$M = g + N \cdot h, \quad (1)$$

where:  $g$  (Nmm) and  $h$  (Nmms) are parameters corresponding to the yield stress and plastic viscosity. The rheometer parameters  $g$  and  $h$  can be expressed in physical units due to a proper calibration. The study [9] indicates that for the apparatus with the same measurement system: yield stress  $\tau_o = 7.91 \cdot g$  and the plastic viscosity  $\eta_{pl} = 0.78 \cdot h$ . The rheological parameters of pastes and mortars were determined after 5 and 90 minutes from the end of mixing. The temperature of the paste and mortar was 20°C and during measurements was kept at a present level due to the automatic thermostatic system.

## 5. RESULTS

The research on rheological properties was conducted on pastes and mortars. On a basis of the obtained results it can be concluded that the pastes' tests do not indicate the type of HCFA influence (Fig. 1). There were also difficulties with the measurement of pastes' rheological properties with non activated HCFA. Therefore, more attention was subsequently focused on mortars' rheological properties.

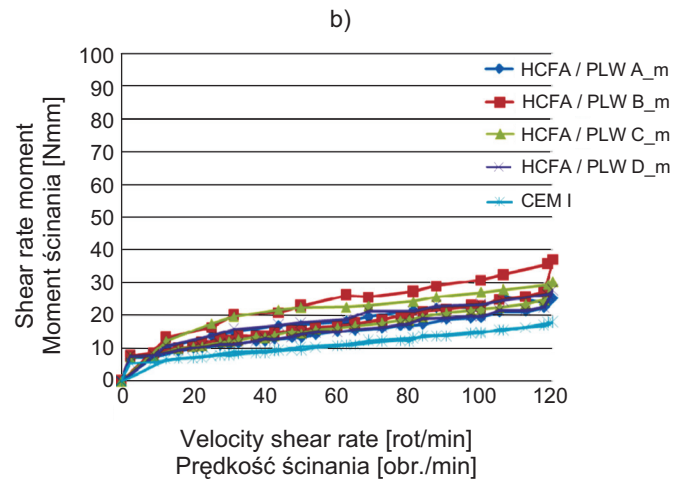


Fig. 1. Flow curves of cement pastes containing HCFA (20% cement mass): a) HCFA activated by grinding (test after 5 min), b) HCFA activated by grinding (test after 90 min)

Rys. 1. Krzywe płynięcia zaczynów cementowych zawierających PLW (20% masy cementu): a) PLW uzdatniony przez przemiał (badanie po 5 minutach), b) PLW uzdatniony przez przemiał (badanie po 90 minutach)

Wprowadzenie nieuzdatnionego PLW w miejsce części cementu (jako dodatku II typu) oraz jako dodatku do cementów powoduje znaczący wzrost granicy płynięcia  $g$  i lepkości plastycznej  $h$  (Rys. 2 - 4). Efekt ten nie zależy od sposobu produkcji cementu. Wzrost granicy płynięcia  $g$

The insertion of non activated HCFA as a replacement of a part of cement (as a II type additive) and as an additive to cements, causes a significant increase in the yield stress  $g$  and plastic viscosity  $h$  (Fig. 2 - 4). This effect does not depend on the type of cement production. The increase in

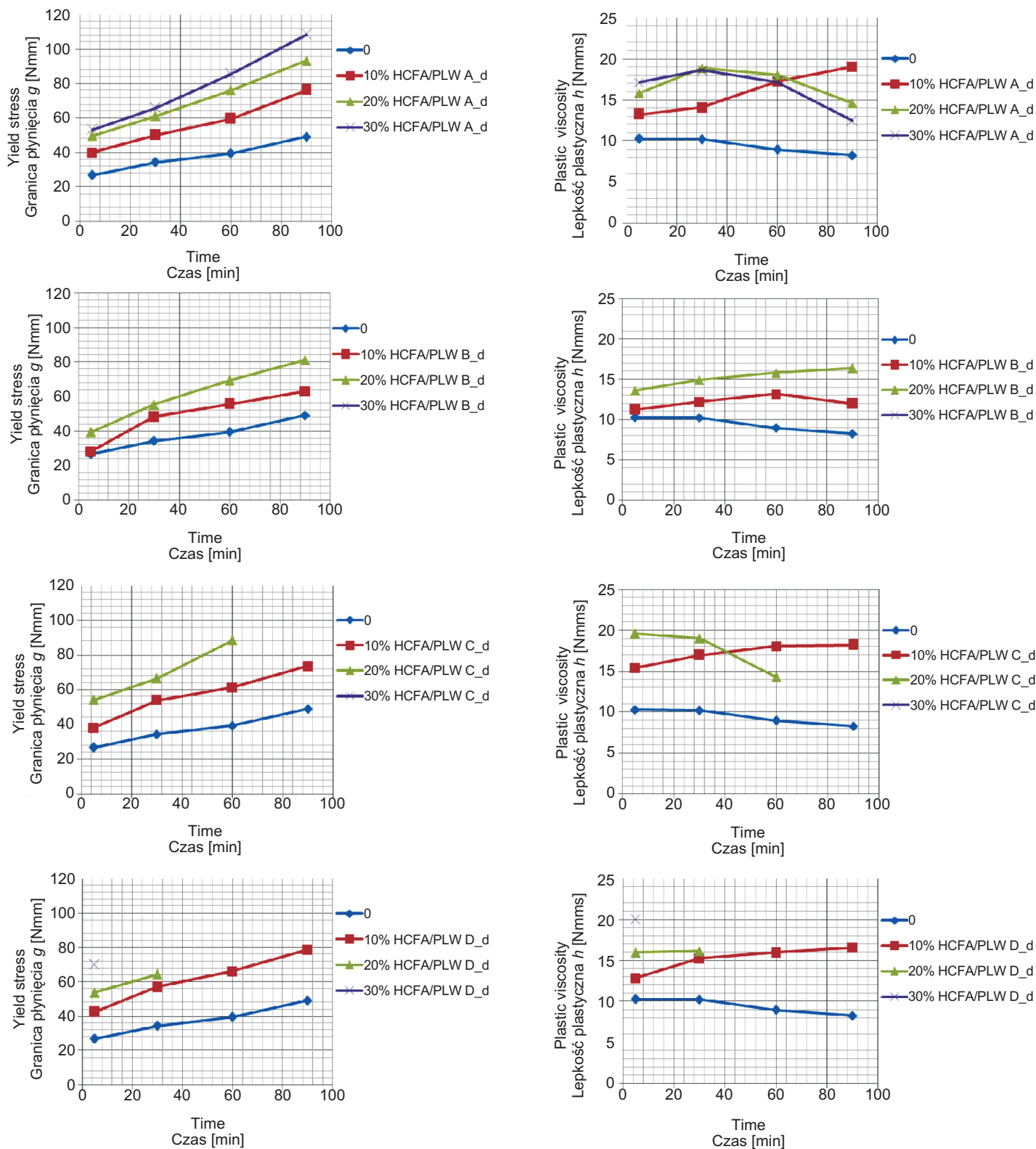


Fig. 2. The influence of non activated HCFA on the rheological properties of mortars (HCFA as a replacement for a part of cement mass)  
 Rys. 2. Wpływ ilości nieuzdatnionego PLW na właściwości reologiczne zapraw (PLW jako zamiennik części masy cementu)

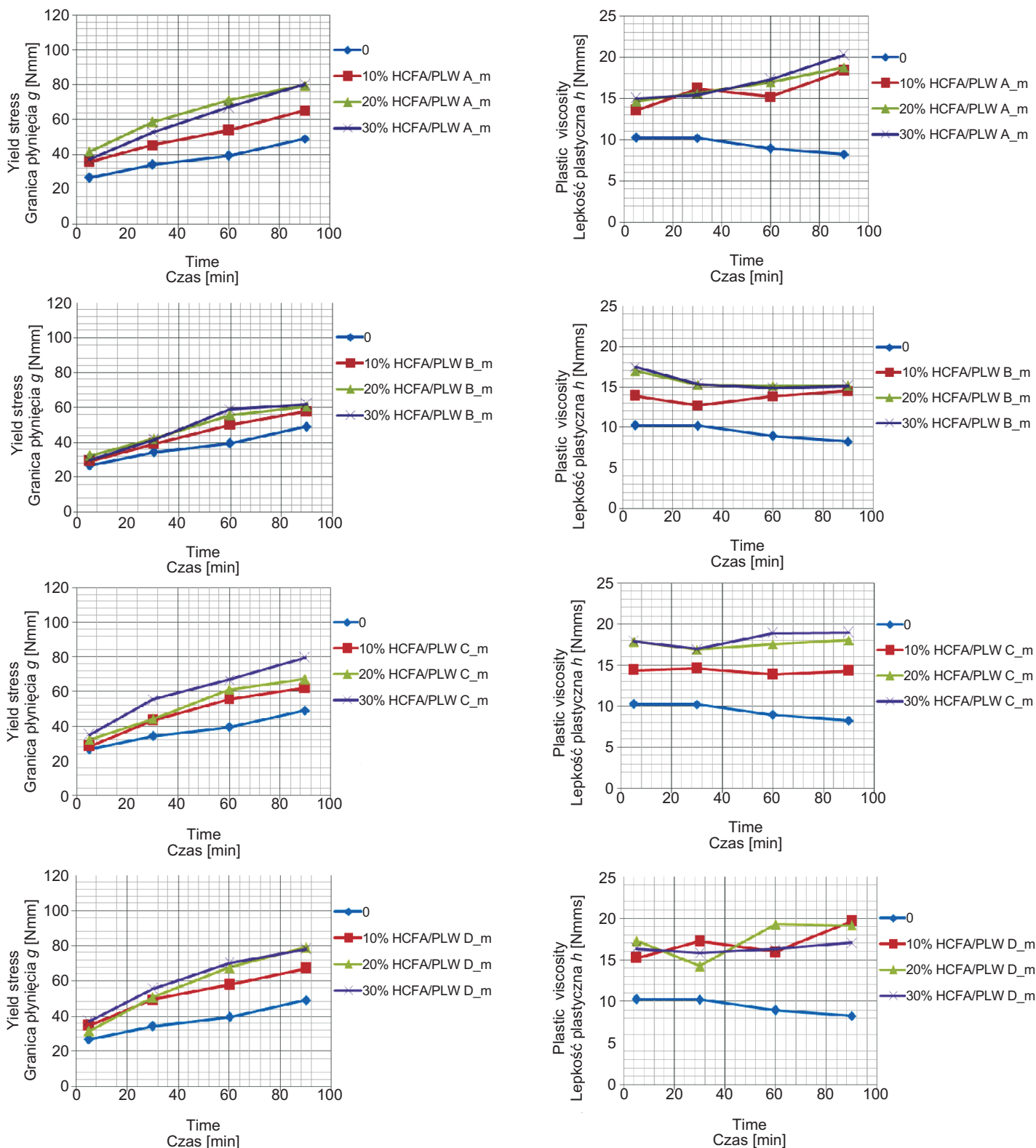


Fig. 3. The influence of grinded HCFA on the rheological properties of mortars (HCFA as a replacement for a part of cement mass)

Rys. 3. Wpływ ilości PLW uzdatnionego przez przemiał na właściwości reologiczne zapraw (PLW jako zamiennik części masy cementu)



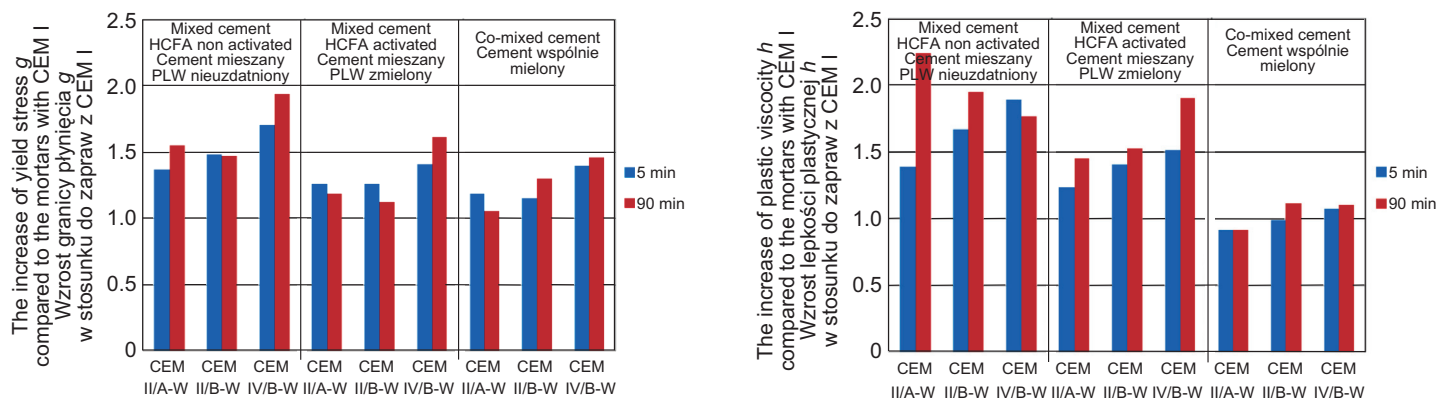


Fig. 4. Relative influence of cements containing HCFA on the rheological properties of mortars for mortars with CEM I  
Rys. 4. Względny wpływ cementów zawierających PLW na właściwości reologiczne zapraw w odniesieniu do zapraw z CEM I

i lepkości plastycznej  $h$  jest tym większy, im więcej wprowadza się PLW. Wzrostowi ilości popiołu w cemencie (od 15% do 30%) towarzyszy nieznaczny wzrost granicy płynięcia  $g$  zaprawy. Przy wzroście ilości popiołu do 50% wzrost granicy płynięcia  $g$  zaprawy jest wyraźny, zwłaszcza w przypadku zapraw z cementów mieszanych z popiołem uzdatnionym i z cementów współmielonych. Uzyskane wyniki są w tym zakresie zgodne z wcześniejszymi badaniami. Negatywny wpływ niweluje uzdatnienie popiołu lotnego przez przemiał. W wyniku wprowadzenia 20% PLW nieuzdatnionego i zmielonego, granica płynięcia  $g$  zapraw wzrasta odpowiednio dla badanych popiołów i cementów średnio o 81% i 24%. Jednocześnie wpływ stosowania PLW uzdatnionego przez przemiał na lepkość plastyczną  $h$  zapraw nie odbiega istotnie od wpływu popiołu w stanie nieuzdatnionym – lepkość plastyczna  $h$  zapraw w wyniku wprowadzenia 20% PLW nieuzdatnionego i zmielonego wzrasta odpowiednio dla badanych popiołów i cementów średnio o 44% i 48%.

Wpływ obecności popiołu w cemencie na właściwości reologiczne zapraw jest najsilniejszy w przypadku cementów mieszanych z popiołem nieuzdatnionym, a najslabszy w przypadku cementów współmielonych (Rys. 4).

Zwiększanie stopnia przemiału (powierzchni właściwej popiołu) prowadzi do relatywnie niewielkiego obniżenia granicy płynięcia  $g$  lub nie wpływa na jej zmiany (zaprawy z popiołem C). Zwiększanie stopnia przemiału prowadzi również do zmniejszenia lepkości plastycznej  $h$  zapraw, zmiany te także nie są znaczące (maksymalnie o 17%, jednak w większości przypadków nie więcej niż o 5%). Wpływ większego stopnia przemiału PLW nie ujawnia się

the yield stress  $g$  and plastic viscosity  $h$  (Fig. 2 - 4). This effect does not depend on the type of cement production. The increase in yield stress  $g$  and plastic viscosity  $h$  is the greater, the more HCFA is introduced. The increase in amount of ash in cement (15-30%) is accompanied by a slight increase of mortar's yield stress  $g$ . With the increase in amount of ash up to 50% the increase of mortar's yield stress  $g$  is noticeable, especially in case of mortars from cements mixed with ground ash and co-mixed cements. The obtained results in this area are in accordance with previous tests. The negative influence is reduced by HCFA activated by grinding. As a result of insertion of 20% non-ground and ground HCFA and mortar's yield stress  $g$  increased for tested ashes and cements on average of 81% and 24% respectively. At the same time, the influence of activated HCFA by grinding on mortars' plastic viscosity  $h$  does not differ significantly from the influence of non activated HCFA – mortars' plastic viscosity  $h$  as a result of insertion of 20% non activated and mixed HCFA increases for tested ashes and cement on average of 44% and 48% respectively.

The influence of HCFA in cement on mortars' rheological properties is the strongest in case of cements mixed with non activated HCFA and the weakest in case of co-mixed cements (Fig. 4).

Increasing the grinding degree (specific surface of ash) leads to a relatively small reduction of yield stress  $g$  or does not have any effect on its changes (mortar with calcareous ash). Increasing the grinding degree leads also to reduction of plastic viscosity  $h$  of mortars, however, such changes are also not significant (max up to 17%, but in most cases no

również po 90 minutach, a występujące wtedy różnice parametrów reologicznych wynikające ze stopnia przemiału są nie większe niż 10%. Na tej podstawie można stwierdzić, że ze względu na właściwości reologiczne istotniejszy jest sam fakt uzdatnienia popiołu przez zmielenie, nie zaś jego miąłkość, która jest w wyniku tego przemiału uzyskiwana (Rys. 5).

more than 5%). The effect of higher grinding degree of HCFA is imperceptible after 90 minutes and the occurring differences of rheological properties, resulting from an ash grinding degree, are not higher than 10%. Overall, on this basis it can be concluded that due to rheological properties, the fact of HCFA activated by grinding is more important than its fineness, which is obtained as a result of grinding (Fig. 5).

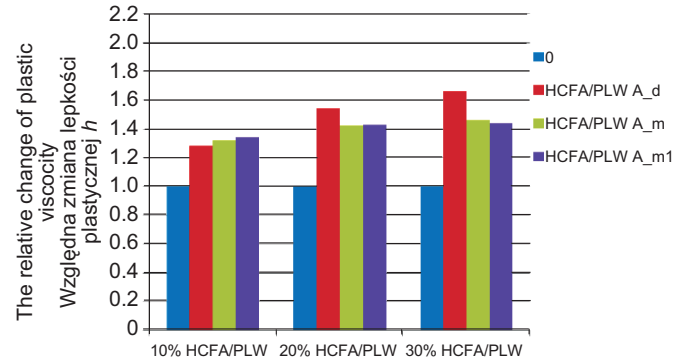
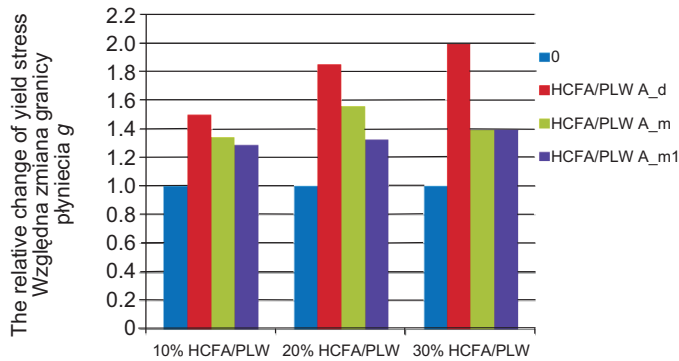


Fig. 5. Relative change of rheological parameters of mortars as a result of insertion of HCFA (batch A) of different degree of grinding in place of a part of cement

Rys. 5. Względna zmiana parametrów reologicznych zapraw w wyniku wprowadzenia PLW (partia A) o różnym stopniu przemiału w miejsce części cementu

Wpływ PLW stosowanego jako dodatek do cementu (mieszanego) lub jako dodatek typu II na badane właściwości reologiczne zapraw jest podobny. Negatywny wpływ PLW na właściwości reologiczne zapraw jest jednak mniejszy, gdy stosowany jest on jako dodatek do cementu (Rys. 6). Wynika to prawdopodobnie z metody produkcji tych cementów (przez homogenizację w młynku kulowym), w trakcie której popiół ulega domieleniu.

The influence of HCFA used as an additive to cement (mixed) or as a type II additive on tested mortars' rheological properties is similar. The negative impact of HCFA on mortars' rheological properties is smaller when it is used as a cement additive (Fig. 6). This is probably due to the production of such cements (through homogenization in a ball mill), during which HCFA undergoes complete mixing.

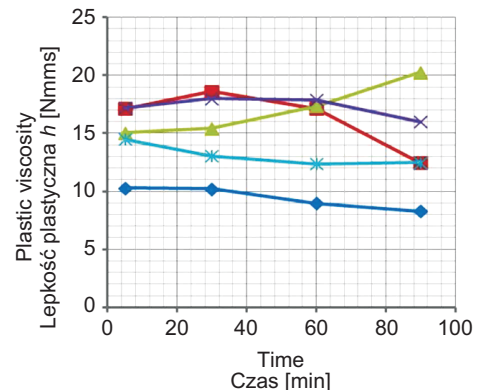
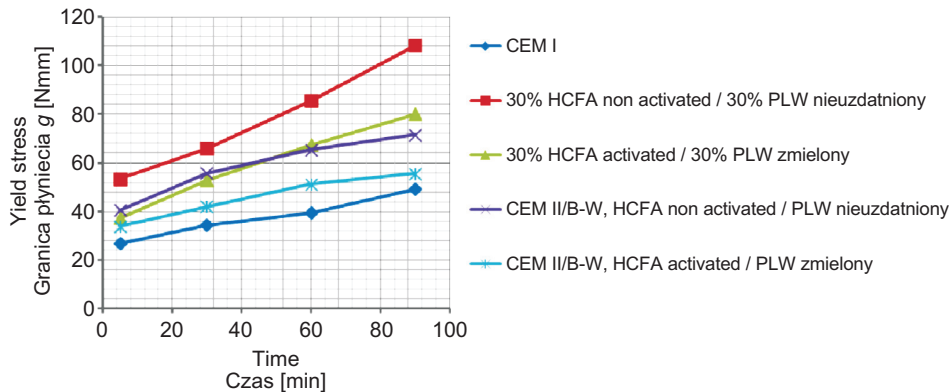
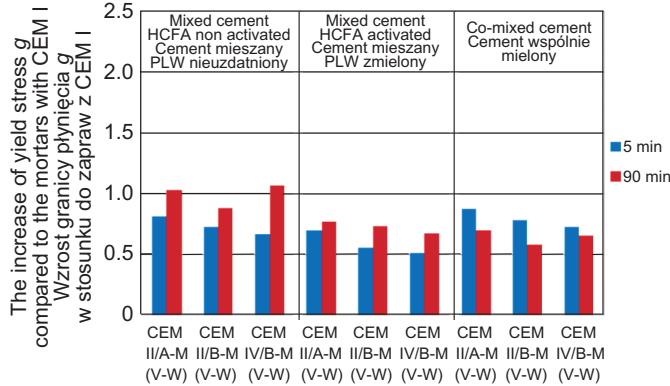


Fig. 6. Rheological properties of cement mortars with CEM II/B-W and mortars with the addition of the same amount of HCFA as an additive to mortars (as a replacement of a part of cement)

Rys. 6. Właściwości reologiczne zapraw z cementów CEM II/B-W i zapraw z dodatkiem analogicznej ilości PLW jako dodatku (zamiennika części cementu)

Stosowanie cementów zawierających popiół lotny V i W przyczynia się do mniejszej utraty urabialności zapraw w czasie. Zmniejszenie granicy płynięcia oraz jego zmian w czasie jest tym większe, im więcej popiołów jest w cemencie (Rys. 7).



The use of cements containing V and W fly ash contributes to a smaller loss of mortars' workability in time. Reduction of yield stress and of its changes in time is the bigger, the more ashes there are in cement (Fig. 7).

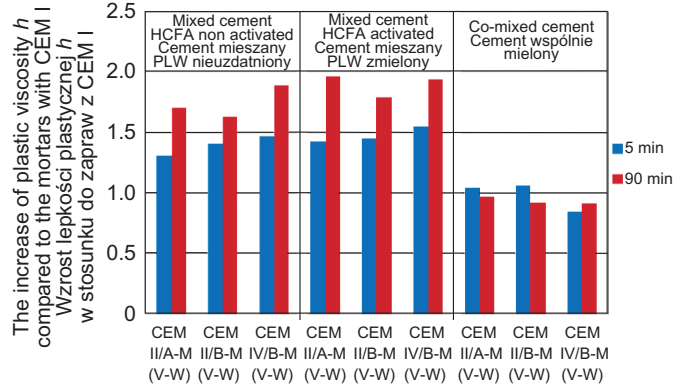


Fig. 7. Relative influence of cements containing calcareous and siliceous fly ash CEM II/A-M(V-W), CEM II/B-M(V-W), CEM IV/B-M(V-W) on rheological properties of mortars with reference to mortars with CEM I

Rys. 7. Względny wpływ cementów zawierających PLW i popiół krzemionkowy CEM II/A-M(V-W), CEM II/B-M(V-W), CEM IV/B-M(V-W) na właściwości reologiczne zapraw w odniesieniu do zapraw z CEM I

Zaprawy z cementów mieszanych zawierających PLW (W) i krzemionkowy (V) mają większą lepkość plastyczną  $h$  niż zaprawy z CEM I. Natomiast zaprawy z cementów wspólnie mielonych mają podobną lepkość plastyczną  $h$  jak zaprawy z CEM I. Zwiększenie ilości popiołów w cemencie nie wpływa na lepkość plastyczną  $h$  zapraw, która nie zmienia się z upływem czasu w zaprawach z cementów z popiołami.

Stosowanie cementów zawierających obok popiołu (W) zmielony granulowany żużel wielkopieczowy przyczynia się do zmniejszenia utraty urabialności zapraw w czasie w stosunku do zapraw tylko z popiołem (W) (Rys. 4 i 8). Zwraca uwagę, że zmniejszenie granicy płynięcia i zmniejszenie jej zmian w czasie w niewielkim stopniu zależą od składu zmielonego granulowanego żużla wielkopieczowego i popiołu (W) w cemencie.

Zaprawy z cementów CEM II/B-M (S-W) otrzymanych przez mieszanie charakteryzują się mniejszą granicą płynięcia  $g$  niż zaprawy z podobnych cementów CEM II, zawierających tylko PLW (W) i charakteryzujących się zbliżoną (nieznacznie mniejszą) granicą płynięcia  $g$  w stosunku do zapraw z cementu CEM I (Rys. 8). Efekt ten nie zależy od ilości S i W w cemencie.

Mortars from mixed cements containing HCFA and siliceous fly ash (V) have higher plastic viscosity  $h$  than mortars from CEM I and mortars from co-mixed cements have similar plastic viscosity  $h$  to mortars from CEM I. The increase in amount of ashes in cement does not have any effect on mortar's plastic viscosity  $h$ , which does not change in time in cements with ashes.

The use of cements containing, aside ash (W), ground granulated blast furnace slag contributes to a smaller loss of mortars' workability in time with respect to mortars with only HCFA (Fig. 4 and 8). Reduction of yield stress and of its changes in time depends to a small extent on a composition of ground granulated blast furnace slag and HCFA in cement.

Mortars from cements CEM II/B-M (S-W) obtained by mixing are distinguished by lower yield stress  $g$  than mortars from similar cements CEM II, which contain only HCFA and are characterized by similar (slightly lower) yield stress  $g$  to mortars from cements CEM I (Fig. 8). This effect does not depend on the amount of S and W in cement.

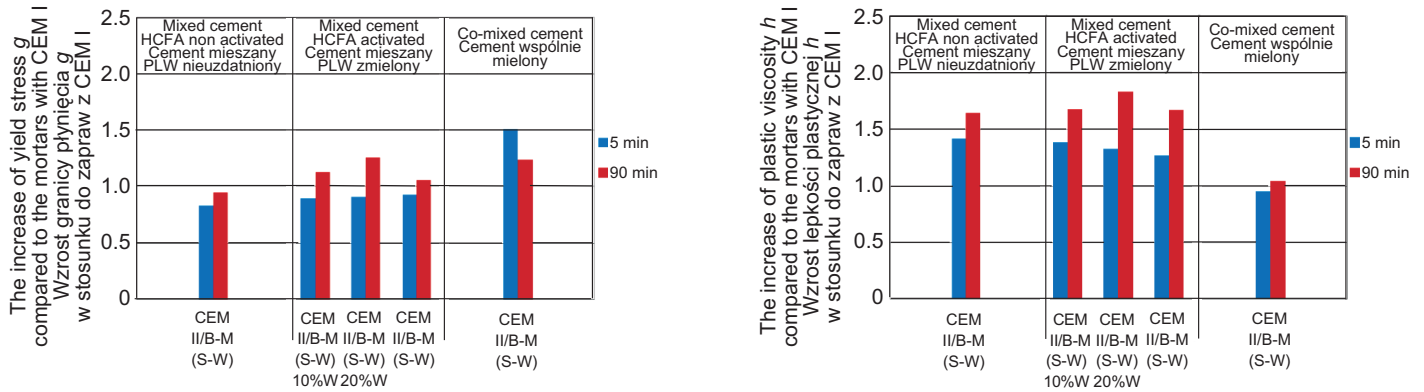


Fig. 8. Relative influence of cements containing HCFA CEM II/B-M (S-W) on the rheological properties of mortars for mortars with CEM I

Rys. 8. Względny wpływ cementów zawierających PLW CEM II/B-M (S-W) na właściwości reologiczne zapraw w odniesieniu do zapraw z CEM I

Zaprawy z cementów mieszanych zawierających PLW (W) i zmielony granulowany żużel wielkopiecowy mają większą lepkość plastyczną  $h$  niż zaprawy z CEM I. Natomiast zaprawy z cementów wspólnie mielonych mają podobną lepkość plastyczną  $h$  jak zaprawy z CEM I. Zmiana proporcji żużla i popiołu (W) w cemencie nie wpływa istotnie na lepkość plastyczną  $h$  zapraw, która nie zmienia się z upływem czasu w zaprawach z cementów z popiołami.

Zaprawy z cementów CEM II/B-M (LL-W) otrzymanych przez mieszanie składników charakteryzują się mniejszą granicą płynięcia  $g$  niż zaprawy z podobnych cementów CEM II, zawierających tylko PLW (W) i charakteryzujących się większą (zaprawy z cementu z popiołem nieznacznie uzdatnionym) granicą płynięcia  $g$  w stosunku do zapraw z cementu CEM I (Rys. 9). Wzrost granicy płynięcia  $g$  w czasie w zaprawach z tych cementów jest większy zarówno od zapraw z samym popiołem W, jak i od zapraw z cementu CEM I. W przypadku zapraw z cementu uzyskanego przez wspólny przemiał składników granica płynięcia  $g$  jest większa niż podobnych zapraw z CEM II/B-W i CEM I. Zmiany granicy płynięcia  $g$  tych zapraw w czasie są mniejsze niż zapraw z CEM II/B-W i jednocześnie większe niż zapraw z CEM I.

Zaprawy z cementów mieszanych CEM II/B-M (LL-W) mają większą lepkość plastyczną  $h$  niż zaprawy z CEM I. Natomiast zaprawy z cementów wspólnie mielonych mają podobną lepkość plastyczną  $h$  jak zaprawy z CEM I. Lepkość plastyczna  $h$  zapraw z cementów CEM II/B-M (LL-W) nieznacznie wzrasta z upływem czasu.

Mortars from mixed cements containing HCFA and ground granulated blast furnace slag have higher plastic viscosity  $h$  than mortars from CEM I and co-mixed mortars have similar plastic viscosity  $h$  to mortars from CEM I. The change in proportion of slag and ash (W) in cement does not influence significantly mortar's plastic viscosity  $h$ . Plastic viscosity  $h$  of mortars from cements with ashes does not change over time.

Mortars from cements CEM II/B-M (LL-W) obtained by mixing the ingredients are distinguished by lower yield stress  $g$  than mortars from similar cements CEM II, containing only HCFA (W) and distinguished by higher (mortars from cement with slightly ground ash) yield stress  $g$  than mortars from cement CEM I (Fig. 9). The increase in yield stress  $g$  in time of mortars from such cements is higher from both: mortars with only ash W and mortars from cement CEM I. In case of mortars from cement obtained through joint mixing of ingredients, the yield stress  $g$  is higher than yield stress of similar mortars from CEM II/B-W and CEM I. The changes in yield stress  $g$  in time of such mortars are smaller than in case of mortars from CEM II/B-W and at the same time bigger than in case of mortars from CEM I.

Mortars from mixed cements CEM II/B-M (LL-W) have higher plastic viscosity  $h$  than mortars from CEM I and mortars from co-mixed cements have similar plastic viscosity  $h$  to mortars from CEM I. Plastic viscosity  $h$  of mortars from cements CEM II/B-M (LL-W) slightly increases in time.

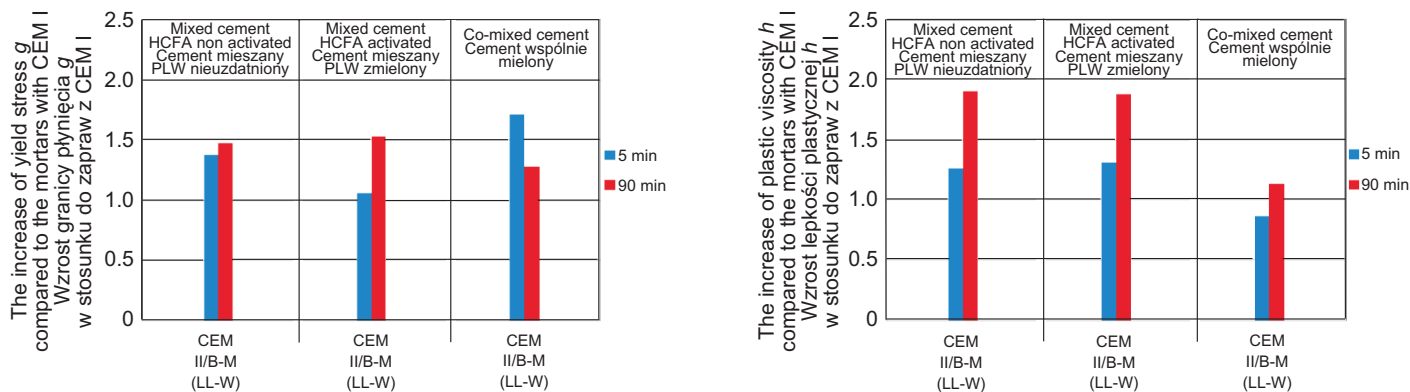


Fig. 9. Relative influence of cements containing HCFA CEM II/B-M (LL-W) on the rheological properties of mortars for mortars with CEM I

Rys. 9. Względny wpływ cementów zawierających PLW CEM II/B-M (LL-W) na właściwości reologiczne zapraw w odniesieniu do zapraw z CEM I

## 6. WNIOSKI

W stosunku do zapraw z cementu CEM I zaprawy z cementów zawierających PLW (W) – CEM II/A-W, CEM II/B-W, CEM IV/B-W – charakteryzują się większą granicą płynięcia  $g$  i większą (zaprawy z cementów mieszanych) lub podobną (zaprawy z cementów współmielonych) lepkością plastyczną  $h$ . Granica płynięcia  $g$  tych zapraw jest tym większa, im więcej PLW dodano do cementu. Analogiczny efekt można zaobserwować w zaprawach, do których PLW jest stosowany jako dodatek typu II. Jednakże negatywny wpływ PLW na właściwości reologiczne zapraw jest wyraźnie słabszy, gdy stosowany jest on jako dodatek do cementu. Prawdopodobnie jest to wynik specyfiki produkcji cementów, przyczyniający się do lepszego przemiału popiołu wapiennego.

Stosowanie cementów wieloskładnikowych, w których w miejsce części PLW (W) wprowadzono popiół lotny krzemionkowy (V) lub zmielony granulowany żużel wielkopiecowy S, pozwala częściowo lub nawet całkowicie zniwelować negatywny wpływ PLW na urabialność. Szczególnie korzystne rezultaty uzyskuje się stosując PLW (W) razem z popiołem lotnym krzemionkowym V. Stosując takie cementy możliwe jest uzyskanie mieszanek o urabialności zbliżonej lub lepszej od mieszanek z cementu CEM I, niezależnie od ilości popiołów V i W w cemencie. Zbliżone, ale jednak nieco gorsze rezultaty daje stosowanie PLW (W) razem ze mielonym granulowanym żużlem wielkopiecowym. Stosunek ilości PLW (W) i mielonego granulowanego żużla wielkopiecowego nie wpływa na urabialność zaprawy.

## 6. CONCLUSIONS

Mortars from cements containing HCFA – CEM II/A-W, CEM II/B-W, CEM IV/B-W – are distinguished by higher yield stress  $g$  and higher (mortars from mixed cements) or similar (mortars from co-mixed cements) plastic viscosity  $h$  than mortars from cement CEM I. Yield stress  $g$  of such mortars is the higher, the more HCFA was added to cement. Such effect is similar in mortars, in which HCFA is used as a type II additive. However, the negative effect of HCFA on mortars' rheological properties is significantly weaker when it is used as the cement additive. This is probably due to the specificity of cement production, which contributes to better grinding of HCFA.

The use of multicomponent cements, in which siliceous fly ash V or ground granulated blast furnace slag was inserted in place of a part of HCFA, can partially or even completely overcome the negative effect of HCFA on workability. Particularly advantageous results are obtained using HCFA with siliceous fly ash. With such cements it is possible to obtain mixes with workability similar or better than the one of cement mixes CEM I, regardless of the amount of V and W in cement. Similar but slightly worse results are obtained with the use of HCFA (W) with ground granulated blast furnace slag. The ratio of the amount of HCFA and ground granulated blast furnace slag does not influence the workability of mortar.

The insertion of ground limestone LL in multicomponent cements in place of a part of HCFA does not eliminate the negative influence of such ash on mixes' workability,



Wprowadzenie zmielonego kamienia wapiennego (LL) w cementach wieloskładnikowych w miejsce części popiołu lotnego (W) nie niweluje negatywnego wpływu tego popiołu na urabialność mieszanek, szczególnie w zakresie jej utraty w czasie. Z punktu widzenia poprawy właściwości reologicznych mieszanek, stosowanie cementów wieloskładnikowych zawierających PLW (W) i zmielony kamień wapienny LL nie jest uzasadnione.

Negatywny wpływ obecności PLW (W) w cemencie na właściwości reologiczne zapraw jest najsilniejszy w przypadku cementów mieszanych z popiołem nieuzdatnionym. W przypadku cementów mieszanych z popiołem uzdatnionym lub cementów współmielonych wpływ ten jest mniejszy.

Przedstawione wyniki badań wykazują, że ze względu na właściwości reologiczne mieszanek PLW (W) może być stosowany jako składnik cementów, jednak po uzdatnieniu przez przemiał i przede wszystkim jako składnik do cementów wieloskładnikowych razem, z popiołem lotnym krzemionkowym V lub zmielonym granulowanym żużlem wielkopiecowym.

Ze względu na urabialność należy stosować PLW (jako dodatek do betonu) uzdatniony przez przemiał lub przez separację. Zalecane jest, by jego ilość nie przekraczała 20%.

## INFORMACJE DODATKOWE

Praca była współfinansowana ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka, nr projektu POIG.01.01.02-24-005/09.

## BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] *Aitcin P.C.*: High Performance Concrete. EF&N SPON, London, 1998
- [2] *Giergiczny Z.*: Rola popiołów lotnych wapniowych i krzemionkowych w kształtowaniu właściwości współczesnych spoiw budowlanych i tworzyw cementowych. Monografia, Politechnika Krakowska, Kraków, 2006
- [3] *Neville A.M.*: Właściwości betonu, Polski Cement, Kraków, 2000
- [4] *Szwabowski J.*: Reologia mieszanek na spoiwach cementowych. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 1999
- [5] *Piechówka-Mielnik M., Giergiczny Z.*: Properties of portland-composite cement with limestone. XIII ICCI International Congress on the Chemistry of Cement, Madrid, 3-8 July, 2011, CD

especially in the aspect of its loss in time. From the perspective of improvement of rheological properties of mixes, a use of multicomponent cements containing HCFA and ground limestone LL is not justified.

The negative effect of HCFA presence in cement on mortars rheological properties is the strongest in case of cements mixed with non activated ash. In case of cements mixed with ground ash or co-mixed cements such effect is smaller.

Presented research results show that due to rheological properties of mixes, HCFA can be used as a cement component, however, after the activating by grinding and most preferably for multicomponent cements with siliceous fly ash (V) or ground granulated blast furnace slag.

Due to the workability, HCFA should be used (as additive to concrete) after activation by grinding or separation, preferably in the amount of not more than 20%.

## ACKNOWLEDGEMENT

This paper was co-financed by the European Union from the European Regional Development Fund No. POIG 01.01.02-24-005/09.

- [6] *Gołaszewski J., Giergiczny Z., Cygan G., Dziuk D.*: The effect of high calcium fly ash on the formation of cement properties with its participation. 13<sup>th</sup> International Congress on the Chemistry of Cement, Madrid, 2011, CD
- [7] *Grzeszczyk S., Lipowski G.*: Popioły lotne i ich wpływ na reologię i hydratację cementów. Oficyna Wydawnicza, Opole, 2002
- [8] *Gołaszewski J., Ponikiewski T., Kostrzanowska A.*: Wpływ popiołu lotnego wapiennego na właściwości reologiczne mieszanek na spoiwach cementowych. XVII Międzynarodowa Konferencja Popioły z energetyki. Uzdatnianie popiołów z energetyki, Warszawa, 2010, 177 - 200
- [9] *Gołaszewski J., Ponikiewski T., Kostrzanowska A.*: The influence of high calcium fly ash on rheological properties of cement mixtures. Non-Tradicional Cement & Concrete IV, ed. by V. Bilek and Z. Kersner, Proceedings of the International Conference, Brno University of Technology, 2011, 410 - 419
- [10] *Hardtl R., Koc I.*: Evaluation of the performance of multi-component cements. Zement Kalk Gips (Cement Lime Gypsum) International, **65**, 4, 2012, 66 - 79