

ZDZISŁAWA OWSIAK¹⁾
 PRZEMYSŁAW CZAPIK²⁾
 JUSTYNA ZAPAŁA-SŁAWETA³⁾

TESTING THE CEMENT, HYDRATED LIME AND CEMENT BY-PASS DUST MIXTURES HYDRATION

BADANIA HYDRATACJI MIESZANEK NA BAZIE CEMENTU, HYDRATYZOWANEGO WAPNA I PYŁU Z INSTALACJI BY-PASSU

STRESZCZENIE. W artykule przedstawiono wyniki badań, których celem było określenie kinetyki procesu hydratacji, właściwości fizycznych oraz mikrostruktury hydraulicznych spoiw drogowych. W tym celu przygotowano siedem mieszanek wykorzystując spoiwa hydrauliczne: cement portlandzki (CEM I 32.5R) i wapno hydratyzowane oraz pyły z instalacji by-passu pieca cementowego (ang. CBPD) dodane w proporcjach określonych w planie eksperymentu. Największy wpływ na wodożądność, ciepło hydratacji oraz stałość objętości zaczynu okazał się mieć pył cementowy. Po związaniu spoiw stwierdzono w ich składzie fazowym występowanie faz mogących powstawać w wyniku hydratacji użytych surowców. W spoiwach zawierających dużą ilość pyłu cementowego stwierdzono obecność sylwinu i uwodnionych chloroglinianów wapnia. Wyniki badań wykazały, że można wytworzyć hydrauliczne spoiwa drogowe normalnie wiążące z wykorzystaniem CBPD, jednak przy ich zastosowaniu w budownictwie drogowym należy uwzględnić współczynnik w/s zapewniający uzyskanie właściwej konsystencji, a także ilości wydzielonego ciepła w czasie hydratacji oraz zmiany objętości.

SŁOWA KLUCZOWE: hydrauliczne spoiwa drogowe, kinetyka hydratacji, mikrostruktura, pyły z by-passu pieca cementowego, właściwości fizyczne.

ABSTRACT. The paper reports the results of the tests used to determine hydration kinetics, physical properties and microstructure of hydraulic road binders. Seven hydraulically bound mixes were produced by mixing Portland cement (CEM I 32.5R), hydrated lime, and cement by-pass dust (CBPD) in proportions established as per the experimental plan. Cement by-pass dust was found to have the greatest effect on the increased water demand, hydration heat and soundness of the binder paste. Minerals derived from the hydration of input components were identified in the composition of the binder phases. In CBPD rich binders sylvite and calcium chloro-aluminate hydrate were present. The test results show that when planning the use of normal setting hydraulic road binders containing CBPD in road construction, the water to binder ratio w/b must be taken into account to ensure proper consistency, soundness, and amount of hydration heat release.

KEYWORDS: cement by-pass dust, hydration kinetics, hydraulic road binders, microstructure, physical properties.

DOI: 10.7409/rabdim.020.009

¹⁾ Kielce University of Technology, Department of Building Engineering Technologies and Organization, Al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7, 25-314 Kielce; owsiak@tu.kielce.pl

²⁾ Kielce University of Technology, Department of Building Engineering Technologies and Organization, Al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7, 25-314 Kielce; p.czapik@tu.kielce.pl

³⁾ Kielce University of Technology, Department of Building Engineering Technologies and Organization, Al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7, 25-314 Kielce; jzapala@tu.kielce.pl (✉)

1. WPROWADZENIE

Jedną z technologii wykorzystywanych przy przebudowie istniejących nawierzchni drogowych jest recykling głęboki na zimno z zastosowaniem emulsji asfaltowej lub spienionego asfaltu oraz dodatku cementu. Technologia ta umożliwia uzyskanie wysokiej jakości podbudowy w wyniku przetworzenia wyeksploatowanych, uszkodzonych warstw konstrukcyjnych istniejących nawierzchni [1]. Cement, wapno, jak i inne spoiwa hydrauliczne są materiałami powszechnie wykorzystywanymi w budownictwie drogowym [2]. Cement w warstwach konstrukcji nawierzchni drogowych stosowany jest między innymi w podbudowach recyklowanych z asfaltem spienionym oraz emulsją asfaltową [3, 4], podbudowach z mieszanek związanych hydraulicznie (ang. HBMs) [5] jak również do ulepszenia podłoża gruntowego w celu zwiększenia jego nośności [6]. Jakość składników mineralnych determinuje możliwość prawidłowego zaprojektowania recyklowanej podbudowy przy wykorzystaniu cementu portlandzkiego. Cement zwiększa sztywność mieszanki przeznaczanej na wykonanie podbudowy, co z czasem może prowadzić do powstania spękań odbitych [7]. Wykorzystanie cementu jako spoiwa nie gwarantuje uzyskania wodo- i mrozoodporności na poziomie wymaganym w przypadku warstw podbudowy [8]. Podbudowy drogowe wykonane z mieszanek związanych hydraulicznie (HBMs) charakteryzują się mniejszymi parametrami niż górne warstwy nawierzchni sztywnych z betonu cementowego [9], stąd istnieje potencjalna możliwość zastosowania oprócz cementu materiałów odpadowych i wapna. Skład spoiwa drogowego stosowanego w technologii recyklingu głębokiego na zimno ustala się w zależności od rodzaju podbudowy, jej uziarnienia oraz składu mineralnego.

Ustalenie składu spoiw drogowych przez wprowadzenie dodatków mineralnych, będących materiałami odpadowymi, takich jak pyły cementowe, wymaga rozpoznania ich oddziaływania na proces hydratacji, właściwości fizyczne i mikrostrukturę spoiwa. Skomponowane spoiwa powinny umożliwić zachowanie wymaganych właściwości podbudowy z mieszanki związanej hydraulicznie. [10-12]. Pył z instalacji by-passu (ang. CBPD) jest jednym z produktów ubocznych, powstających podczas produkcji cementu. Różnicowany skład chemiczny tych produktów, zarówno w stosunku do surowców jak i produktów końcowych, tworzy problemy przy ich zagospodarowaniu. Powszechną praktyką jest dodawanie pyłu z pieca cementowego (ang. CKD) i pyłu CBPD do samego cementu, co jednak nie pozostaje bez wpływu na jakość spoiwa. Pyły CKD i CBPD charakteryzują się typowo wysoką zawartością sodu i potasu, a jednym z głównych składników CBPD jest występujący w dużej ilości chlor. W cementowniach wykorzystuje się różnego rodzaju instalacje wychwytywania pyłów CKD i CBPD

1. INTRODUCTION

One of the methods of road pavement reconstruction is deep cold recycling with bitumen emulsion or foamed bitumen and an addition of cement. This enables processing old, damaged pavement structural layers into a good quality base course [1]. Cement, lime, and other hydraulic road binders are commonly used in road construction [2]. In pavement structural layers, cement is used in recycled bases with foamed bitumen and bitumen emulsion [3, 4], in bases made of hydraulically bound mixtures (HBMs) [5] and in sub-grades [6] to improve their load-bearing capacity. The quality of mineral components determines proper design of cement-treated recycled bases. Cement increases the rigidity of the recycled base mixture and may lead to reflective cracking over time [7]. The use of cement as a binder does not guarantee obtaining the required water and frost resistance of a road base [8]. Road bases made of hydraulically bound mixtures (HBMs) have lower parameters than the upper cement concrete layers of a rigid pavement [9]. This creates an opportunity to use waste materials and lime. The composition of a road binder for the deep cold recycling technology depends on the base type, its particle size distribution and mineral additives applied.

To determine the road binder composition with waste materials such as cement by-pass dust (CBPD) as mineral additives, their impact on the hydration process, physical properties and the microstructure of the binder should first be defined to ensure maintaining the required properties of the HBMs base [10-12]. By-pass dust (CBPD) is one of the waste products generated during cement production. As the chemical composition of those products varies in terms of both the raw materials and the target products, their management is problematic. It is common practice to add cement kiln dust (en. CKD) and CBPD into the cement, but such an addition has adverse effects on binder quality. Typically, CKD and CBPD have a high content of sodium and potassium, and CBPD contains chlorine as one of its main components. Different extraction systems are installed for CKD and CBPD in cement plants, and to a large extent the method used for dust collection determines the composition and properties of the dust. Sometimes the conventional dust extraction system is combined with the by-pass into one system [13, 14].

The objective of the tests was to determine the physical properties, hydration kinetics and microstructure of road binders designed for a hydraulically bound road base mixture made of Portland cement, hydrated lime and cement by-pass dust. This paper discusses physical properties,

a wybór technologii odpylania ma zasadniczy wpływ na skład i właściwości pyłu. W niektórych przypadkach łączy się tradycyjne instalacje odpylania w jeden układ z instalacją by-passu [13, 14].

Celem przeprowadzonych badań było ustalenie właściwości fizycznych, kinetyki hydratacji oraz mikrostruktury spoiw drogowych przeznaczonych do mieszanki podbudowy drogowej związanej hydraulicznie, przygotowanych z cementu portlandzkiego, wapna hydratyzowanego oraz pyłu z instalacji by-passu. W niniejszym artykule omówiono właściwości fizyczne, krzywe kalorymetryczne oraz wyniki analizy mikrostruktury w początkowym okresie hydratacji skomponowanych spoiw.

2. METODY BADAWCZE

Skład chemiczny cementu i CBPD ustalono zgodnie z normą PN-EN 196-2 [15]. Skład fazowy cementu, wapna, CBPD oraz zaczynów ze spoiw drogowych po 15 godzinach hydratacji określono metodą rentgenowskiej dyfraktometrii proszkowej (XRD). W badaniach wykorzystano dyfraktometr rentgenowski PANalytical Empyrean. Pomiar przeprowadzono stosując zakres pomiarowy 2θ $\text{Cu}_{K\alpha}$ o kątach 5° i 75° , krok skanowania $0,0167^\circ$, czas zliczania 60 sek. Rozpoznanie faz zaczynu przeprowadzono przy użyciu programu HighScore (PANalytical) korzystając z bazy danych ICDD PDF-2.

Oznaczenie uziarnienia spoiw wykonano w dyfraktometrze laserowym Hellos KR. Powierzchnię właściwą spoiw wyznaczono metodą BET. Badanie stałości objętości spoiw przeprowadzono metodą Le Chateliera, a czas wiązania zaczynów przy odpowiednio dobranej ilości wody zarobowej wyznaczono zgodnie z normą PN-EN 196-3 [16].

Pomiar ciepła hydratacji przeprowadzono za pomocą skaningowego kalorymetru różnicowego Setaram BT 2.15 w warunkach semiadiabaticznych. Badania wykonano na zaczynach o normowej konsystencji. Próbkę zaczynu umieszczono w plastikowych, szczelnie zamykanych woreczkach, a te z kolei w cylindrycznym naczyniu kalorymetru. Badania przeprowadzono w temp. 20°C . Czas od momentu sporządzenia zaczynu do rozpoczęcia badań wynosił około 5 minut. Pomiar ciepła hydratacji prowadzono w 10 minutowych odstępach czasu.

Skurecz chemiczny spoiw wyznaczono metodą dylatometryczną wg ASTM C 1608-07 [17]. Metoda ta polega na pomiarze zmian objętości zaczynu umieszczonego w szczelnym pojemniku. Badania przeprowadzono dla zaczynów o współczynniku w/s zapewniającym konsystencję normową. Pomiar dla każdego spoiwa powtórzono dwukrotnie. Pomiar rozpoczęto po 1 godzinie od przygotowania zaczynu i powtarzano co 30 minut przez następnych 71 godzin.

calorimetric curves and microstructure analysed for the initial period of hydration of the composed binders.

2. TEST METHODS

The chemical composition of cement and CBPD was determined in accordance to the standard PN-EN 196-2 [15]. The phase composition of cement, lime, CBPD, and road binder pastes after 15 hours of hydration was determined by X-ray powder diffraction technique. The tests were conducted using a PANalytical Empyrean diffractometer. The analysis involved a range of 2θ $\text{Cu}_{K\alpha}$ angles from 5° to 75° , a step of 0.0167° and the counting time of 60 s. Phase identification was conducted via HighScore (PANalytical) software based on the ICDD PDF-2 data base.

The binder particle size distribution was determined in a Hellos KR laser diffractometer. The specific surface area of the binders was determined with the BET method. The binder soundness test according to the Le Chatelier method and the binder setting time test for pastes with appropriately batched water were conducted as per PN-EN 196-3 [16].

Hydration heat was measured in a Setaram BT 2.15 scanning differential calorimeter under semi-adiabatic conditions. The tests were conducted on pastes with standard consistency. The paste samples were sealed in plastic bags and placed in the cylindrical vessel of the calorimeter. The tests were performed at a temperature of 20°C . The average time from paste preparation until commencing the tests was ca. 5 min. Hydration heat was measured at 10-minute intervals.

Chemical shrinkage of the binders was measured using the dilatometric method as per ASTM C 1608-07 [17]. This method involves measuring the paste volume changes in a closed container. The tests were conducted for pastes with a w/b ratio ensuring standard consistency. The measurement for each binder was repeated twice. The measurements started 1 hour after paste preparation, and were repeated every 30 minutes for the next 71 hours.

The paste microstructure was observed under the scanning electron microscope coupled with the X-ray micro-analyzer (FEI COMPANY QUANTA FEG 205) in order to determine the resulting phase changes. All pastes were analysed 15 hours after mixing with water. The rate of binder hydration and hydrolysis was inhibited with the addition of acetone. Then the pastes were left to dry. The material was observed under low vacuum conditions (30 Pa). The composition of binder hydration and hydrolysis products was determined using an X-ray micro-analyzer (EDS).

Mikrostrukturę zaczynu rozpoznano przy użyciu mikroskopu elektronowego sprzężonego z mikroanalizatorem rentgenowskim (FEI COMPANY QUANTA FEG 205), co pozwoliło na obserwację zachodzących przemian fazowych. Wszystkie próbki zaczynów poddano analizie po upływie 15 godzin od momentu zmieszania z wodą. Hydratację i hydrolizę zahamowano stosując dodatek acetonu. Następnie próbki pozostawiono do wyschnięcia. Obserwację badanego materiału prowadzono w warunkach niskiej próżni (30 Pa). Skład zawarty w zaczynie produktów hydratacji i hydrolizy ustalono przy użyciu mikroanalizatora rentgenowskiego (EDS).

3. MATERIAŁY

Badaniami objęto siedem spoiw przygotowanych według planu eksperymentu z cementu portlandzkiego CEM I 32,5 R, wapna hydratyzowanego oraz pyłu CBPD. Badany pył stanowił mieszanekę pyłu z filtra bocznikowanych gazów oraz pyłów z odpylania pieca cementowego (CKD), zmieszanych w stosunku 7:3 [13]. Skład chemiczny materiałów wsadowych podano w Tabl. 1, składy fazowe wyznaczone metodą Rietvelda przedstawiono na Rys. 1 i w Tabl. 2, a skład ziarnowy na Rys. 2.

3. MATERIALS

In this study seven binders composed of Portland cement CEM I 32.5 R, hydrated lime and cement by-pass dust were prepared according to the experimental plan. The CBPD studied is a mixture of condensing gas by-pass dusts and CKD at a ratio of 7:3 [13]. The chemical composition of the input materials is shown in Table 1, phase compositions determined by the Rietveld method in Fig. 1 and Table 2, and particle size composition in Fig. 2.

Table 1. Chemical composition of Portland cement CEM I 32.5 R and cement by-pass dusts (CBPD)
Tablica 1. Skład chemiczny cementu portlandzkiego CEM I 32.5 R i cementowych pyłów CBPD

Material / Material	Content / Zawartość [%]										
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Na ₂ O _e	Cl	SO ₃	Loss of ignition / Strata prażenia LOI
CEM I	19.70	4.28	2.44	64.50	1.60	0.14	0.79	0.66	0.043	3.33	3.50
CBPD	15.44	3.42	1.77	52.17	1.31	0.26	6.03	4.22	3.53	1.65	14.40

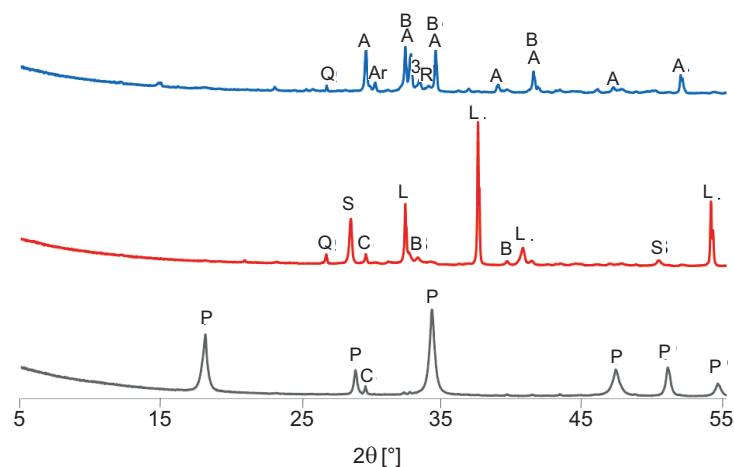


Fig. 1. Diffraction pattern for cement CEM I 32.5 R, cement by-pass dust (CBPD) and hydrated lime; designations: A - alite, B - belite, R - brownmillerite, 3 - tricalcium aluminate, Ar - arcanite, Q - quartz, G - gypsum, L - free CaO, S - sylvite, P - portlandite, C - calcite

Rys. 1. Dyfraktogram cementu CEM I 32.5 R, pyłu cementowego CBPD i uwodnionego wapna; oznaczenia: A - alit, B - belit, R - brownmilleryt, 3 - glinian trójwapniowy, Ar - arkanit, Q - kwarc, G - gips, L - wolny CaO, S - sylwin, P - portlandyt, C - kalcyt

— Cement — CBPD — Lime / Wapno

Skład fazowy cementu jest typowy dla tego materiału. Pył CBPD zawiera dwie fazy o właściwościach wiążących: CaO i β -C₂S (β krzemian dwuwapniowy), a także sylwin (chlorek potasu) i kalcyt. Powyższe składniki mogą pochodzić z mączki surowcowej po procesie prekalcytacji lub ze strumienia gazów odprowadzających z wnętrza pieca związki chloru. Niewielka ilość kalcytu w hydratyzowanym wapnie wynika z częściowej karbonatacji portlandytu.

The phase composition of cement is typical for this material. The cement by-pass dust contains two phases indicating binding properties: CaO and β -C₂S (β -dicalcium silicate), as well as sylvite (potassium chloride) and calcite. These components may be derived from the feed after the pre-calcination process, or through the transfer from the inside of the kiln by the gas stream carrying by-passed chlorine compounds. A negligible presence of calcite in hydrated lime results from the partial carbonation of portlandite.

Table 2. Phase composition of raw materials [%]
 Tablica 2. Skład fazowy surowców [%]

Cement 32.5R		Cement by-pass dust (CBPD) Cementowy pył CBPD		Hydrated lime Wapno hydratyzowane	
C ₃ S	65.3	CaO	43.6	Portlandite \ Portlandyt	97.4
β-C ₂ S	10.0	β-C ₂ S	34.5		
C ₄ AF	4.4	Sylvite / Sylwit	16.7		
C ₃ A	9.3				
Arcanite / Arkanit	1.3				
Gypsum / Gips	0.9				
Calcite / Kalcyt	7.7	Calcite / Kalcyt	5.1	Calcite / Kalcyt	2.6
Quartz / Kwarc	1.0				

Rys. 2 przedstawia krzywe rozkładu uziarnienia cementu Portlandzkiego CEM I 32,5 R, cementowego pyłu CBPD oraz hydratyzowanego wapna, które uzyskano metodą dyfrakcji laserowej przy użyciu aparatu HELOS firmy Sympatec GmbH.

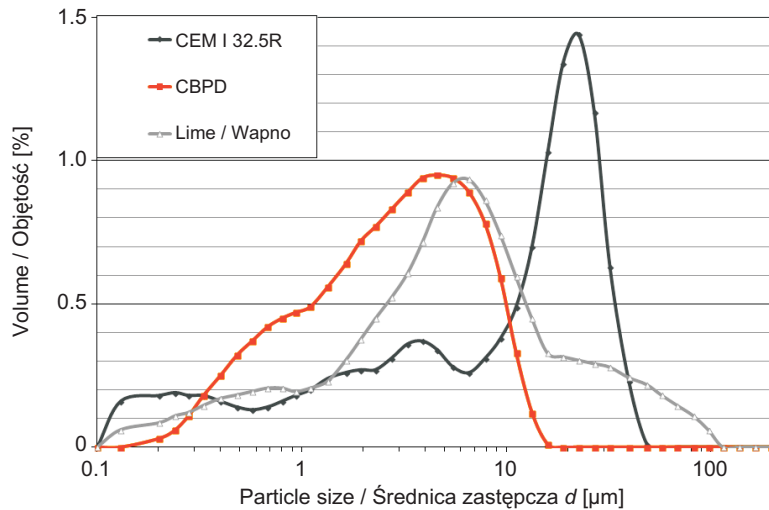


Fig. 2 shows the particle size distribution curves for Portland cement CEM I 32.5 R, cement by-pass dust and hydrated lime obtained by the laser diffraction method using the HELOS testing instrument manufactured by Sympatec GmbH.

Fig. 2. Particle size distribution curves for raw materials
 Rys. 2. Krzywe rozkładu wielkości ziaren surowców

Z analizy krzywych rozkładu uziarnienia wynika, że wśród badanych materiałów najdrobniejsze uziarnienie ma cementowy pył CBPD. Zakres uziarnienia wynosi od 0,1 μm do 18,5 μm z dominującą frakcją złożoną z ziaren o wielkości od 4 μm do 5,5 μm. W składzie ziarnowym wapna dominująca frakcja złożona jest z ziaren o wielkości od 5,5 μm do 7,5 μm przy maksymalnej wielkości ziarna wynoszącej 115 μm. Krzywa uziarnienia wapna wskazuje na możliwość zbijania się ziaren w zakresie 16 μm do 115 μm. Uziarnienie cementu charakteryzuje się maksymalną wielkością ziarna 50 μm i dominującą frakcją z ziaren o wielkości od 15 μm do 35 μm.

Na Rys. 3 przedstawiono zastosowany w badaniach plan sympleksowo-centroidowy, a obliczone składy trójskładnikowych drogowych spoiw hydraulicznych zestawiono zbiorczo w Tabl. 3.

Analysis of the particle distribution curve showed that CBPD is the finest dust of the materials studied. The particle size ranges from 0.1 μm to 18.5 μm but the dominant fraction is 4 μm to 5.5 μm. The dominant fraction in lime consists of particles from 5.5 μm to 7.5 μm in size in the overall range up to 115 μm. The lime particle size distribution curve indicates that agglomerates of smaller particles can form in the range from 16 μm to 115 μm. Cement particles are up to 50 μm in size with the dominant fraction of 15 μm to 35 μm particles.

The simplex centroid plan applied in the experiment is shown in Fig. 3, and the calculated compositions of three-component hydraulic road binders are summarized in Table 3.

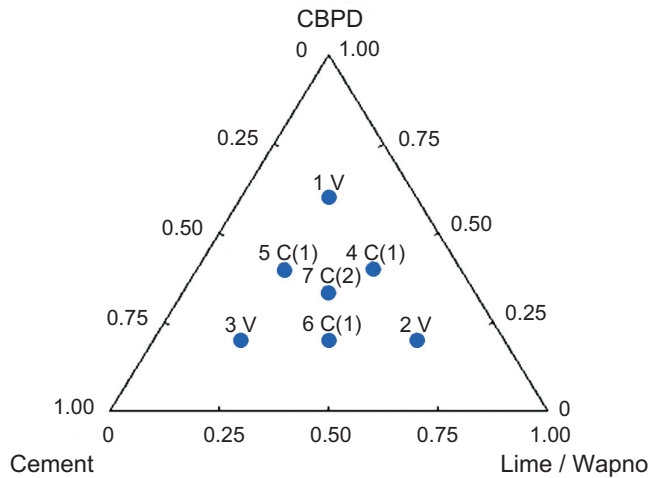


Fig. 3. Proportions of the constituents of the tested binders
Rys. 3. Proporcje składników badanych spoiw drogowych

Table 3. Designation and composition of road binders
Tablica 3. Oznaczenie i skład spoiw drogowych

Binder designation Oznaczenie spoiwa	Road binder component Składnik spoiwa drogowego		
	Cement 32.5R	Hydrated lime Wapno hydratyzowane	CBPD
1V	0.20	0.20	0.60
2V	0.20	0.60	0.20
3V	0.60	0.20	0.20
4C	0.20	0.40	0.40
5C	0.40	0.20	0.40
6C	0.40	0.40	0.20
7C	0.33	0.33	0.33
C	1	0	0
L	0	1	0
CBPD	0	0	1

4. WYNIKI BADAŃ SPOIW

Skład i właściwości fizyczne spoiw drogowych zestawiono w Tabl. 4

Table 4. Physical properties of road binder pastes
Tablica 4. Właściwości fizyczne zaczynów ze spoiw drogowych

Binder designation Oznaczenie spoiwa	w/b	Initial setting time Początkowy czas wiązania	Soundness Stołość objętości [mm]
1V	0.70	4h 25min	54
2V	0.67	17h 30min	22
3V	0.45	2h 40min	21
4C	0.61	5h 10min	53
5C	0.57	4h 25min	17
6C	0.50	6h 20min	9
7C	0.55	7h 30min	12
C	0.27	3h 20min	9
L	0.66	25h	— ^{*)}
CBPD	0.72	48h	87

^{*)} measurement impossible, air binder / pomiar niemożliwy, spoiwo powietrzne

Wyniki badań dotyczących odpowiedniej ilości wody w zaczynie wskazują na zwiększoną wodożądność spoiwa w przypadku zastąpienia cementu wapnem lub pyłem CBPD. Obecność pyłu CBPD zwiększa wodożądność spoiwa bardziej niż dodatek hydratyzowanego wapna. Natomiast dodatek wapna do spoiwa w największym stopniu opóźnia jego

4. BINDER TEST RESULTS

Table 4 compiles the composition and physical properties of the road binder pastes.

The test results for appropriate amount of water in pastes show that replacing cement with lime or cement by-pass dust leads to increased binder water demand. The presence of cement by-pass dusts (CBPD) enhances water demand to a greater extent than the addition of hydrated lime. Lime addition to a binder has the strongest effect on its setting time delay. However, initial setting time for all binder compositions is not earlier than after 150 minutes, as per the standard requirements [18].

The standard requirements for a hydraulic road binder stipulate that a change in the volume tested via Le Chatelier ring should not exceed 30 mm [18]. This condition is not satisfied in the case of 1V and 4C binders, whereas all other binders exhibit volume changes below 30 mm. The hydrated lime could not be tested by this method because it is an air-setting binder.

Fig. 4 shows the calorimetric curves for hydrating pastes over 72 hours. Table 5 shows the heat released and the duration of the induction period as read from the calorimetric curves.

The calorimetric test results show that the initial amount of heat emitted by individual binders, recorded as the first peak, depends primarily on the presence of cement by-pass dust. The effect is associated with the highly exothermic hydration of the CaO present in this dust [19]. In this case, due to limitations of the semi-adiabatic method,

czas wiązania. Jednak czas początku wiązania wszystkich skomponowanych spoiw, zgodnie z normą [18] przypadał nie wcześniej niż po 150 minutach od sporządzenia mieszanki.

W przypadku drogowych spoiw hydraulicznych norma wymaga, by zmiana objętości wyznaczona przy użyciu pierścienia Le Chatelier nie przekraczała 30 mm [18]. Zmianę objętości na poziomie poniżej 30 mm stwierdzono w przypadku wszystkich spoiw z wyjątkiem spoiw oznaczonych 1V i 4C. Metody tej nie można było wykorzystać w przypadku spoiwa powietrznego, jakim jest wapno hydratyzowane.

Na Rys. 4 przedstawiono krzywe kalorymetryczne zaczynów hydratyzujących przez 72 godziny. W Tabl. 5 zamieszczono odczytane z krzywych kalorymetrycznych ilości uwolnionego ciepła oraz długości okresu indukcji.

Table 5. Summary of calorimetric test results
Tablica 5. Zestawienie wyników badań kalorymetrycznych

Binder designation Oznaczenie spoiwa	Induction period Okres wzbudzenia	Maximum Maksimum	
	$t_{duration}$ [h] $t_{trwania}$	$t_{2max.m}$ [h]	Q [mJ/s]
1V	–	12.67	4.26
2V	–	–	–
3V	2.3	13.67	8.77
4C	–	–	–
5C	3.7	10.50	5.77
6C	–	8.33	5.02
7C	4	10.50	4.27
C	2	15.33	7.79
CBPD	–	17.00	3.36
L	–	–	–

“–” no typical induction period was found / nie znaleziono żadnego typowego okresu wzbudzenia

Z wyników badania kalorymetrycznego wynika, że wartość początkowej emisji ciepła wydzielonego przez poszczególne spoiwa, zarejestrowana jako pierwszy pik, wynika przede wszystkim z obecności cementowego pyłu odpadowego. Wynika to z wysoko egzotermicznej charakterystyki przebiegu procesu hydratacji zawartego w pyłe cementowym CaO [19]. W tym przypadku, ze względu na ograniczenia metody semiadiabaticznej dla większości z badanych zaczynów nie można było zarejestrować osiągniętej wartości maksymalnej.

Analizując krzywe kalorymetryczne (Rys. 4) obserwuje się wystąpienie dwóch profili. Pierwszy z nich to typowy profil hydratacji cementu, w którym po pierwszym pik następuje

it was impossible to record the achieved maximum values for most of the tested pastes.

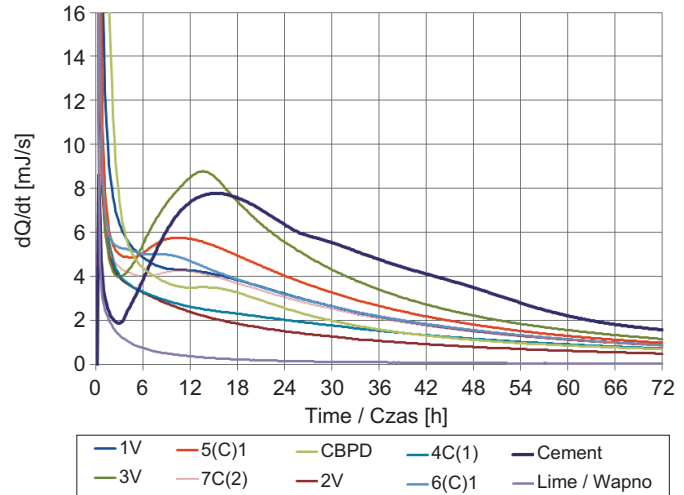


Fig. 4. Diagram of heat emission as a function of time
Rys. 4. Wykres emisji ciepła w funkcji czasu

Analysis of the calorimetric curves (Fig. 4) reveals two profiles. The first profile is a typical cement hydration profile in which the first peak is followed, after an induction period, by another peak that is associated with the reactions ongoing during cement setting. The second profile is characterized by the presence of only one initial peak on the calorimetric curve, after which the amount of heat emitted from the sample rapidly decreases. The type of adopted hydration curve profile depends on the binder composition. The more cement is present in the sample, the easier it is to distinguish a second peak. By contrast, the more lime is present, the less possible it becomes. The presence of cement by-pass dust induces an indirect impact, since it contains one of the clinker phases, i.e., β - C_2S (β -dicalcium silicate). This explains the disturbance in the plot of the calorimetric curves between the 6th and 18th hydration hour in samples 1V and 6C.

Diffraction patterns obtained for the pastes composed according to the experimental plan after 15 hours of hydration are shown in Fig. 5. The formation of phases present in each of the three components can be observed in pastes from binders, which are a mixture of input components. The occurrence of strong portlandite peaks is most strongly impacted by the presence of lime. This can be seen in pastes 2V and 4C. The presence of cement impacts the occurrence of elevated clinker phase indications – alite and belite (paste 3V). Belite is also present in the by-pass dust. In the case of a high content of these dusts in a binder, sylvite and calcium chloro-aluminate hydrate

drugi związany z reakcjami zachodzącymi podczas wiązania cementu, a między nimi można wyróżnić okres indukcji. Drugi profil charakteryzuje się wystąpieniem tylko jednego, początkowego piku na krzywej kalorymetrycznej, po czym ilość wydzielanego z próbki ciepła gwałtownie maleje. Rodzaj przyjmowanego profilu krzywej hydratacji zależy od składu spoiwa. Im więcej jest w próbce cementu tym łatwiejsze jest wyróżnienie drugiego piku. Przeciwnie, im więcej jest wapna tym staje się to coraz mniej możliwe. Wpływ pyłu CBPD ma charakter pośredni ponieważ zawiera on jedną z faz klinkierowych tj. β - C_2S (belit). Wyjaśnić tym można zaburzenie przebiegu krzywych kalorymetrycznych próbek 1V i 6C w okresie między 6 i 18 godziną hydratacji.

Na Rys. 5 przedstawiono dyfraktogramy uzyskane dla zaczynów ze spoiw skomponowanych zgodnie z planem eksperymentu, po 15 godzinach hydratacji. W zaczynach ze spoiw będących mieszanką składników wyjściowych obserwuje się powstawanie faz występujących w każdym z trzech składników. Na występowanie intensywnych refleksów portlandytu największy wpływ ma obecność wapna. Można to zaobserwować na przykładzie próbek zaczynów 2V i 4C. Obecność cementu wpływa na występowanie podwyższonych wskazań od faz klinkierowych – alitu i belitu (zaczyn 3V). Belit jest również obecny w pyłach z instalacji by-passu pieca cementowego. W przypadku wysokiej zawartości tych pyłów w składzie zaczynu, pojawiają się refleksy od sylwinu i chloroglianu wapnia (próbki zaczynów 1V i 4C). Analiza składu zaczynów 4C, 5C i 6C pozwala stwierdzić, że obecność znacznych ilości cementu ogranicza powstawanie na dyfraktogramach efektów charakterystycznych dla obu pozostałych spoiw. Wyniki badania zmian objętości zaczynów przedstawiono na Rys. 6.

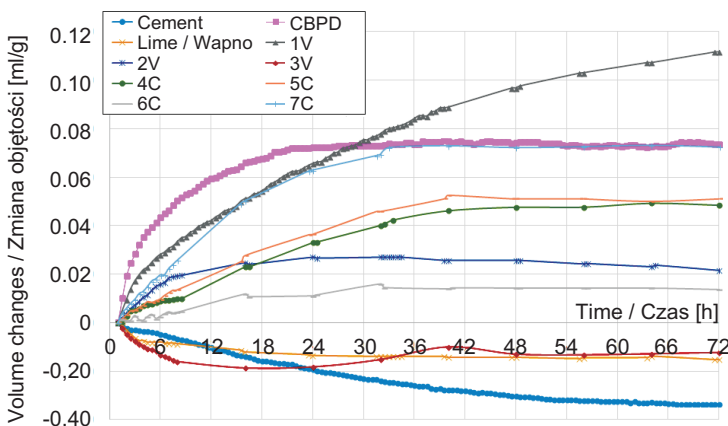


Fig. 6. Paste volume change test results
Rys. 6. Wyniki badań zmian objętościowych zaczynów

peaks appear (pastes 1V and 4C). Analysis of the paste composition in binders 4C, 5C and 6C shows that the presence of significant amounts of cement limits the effects characteristic for both other binders on the diffraction patterns. The test results for paste volume changes are shown in Fig. 6.

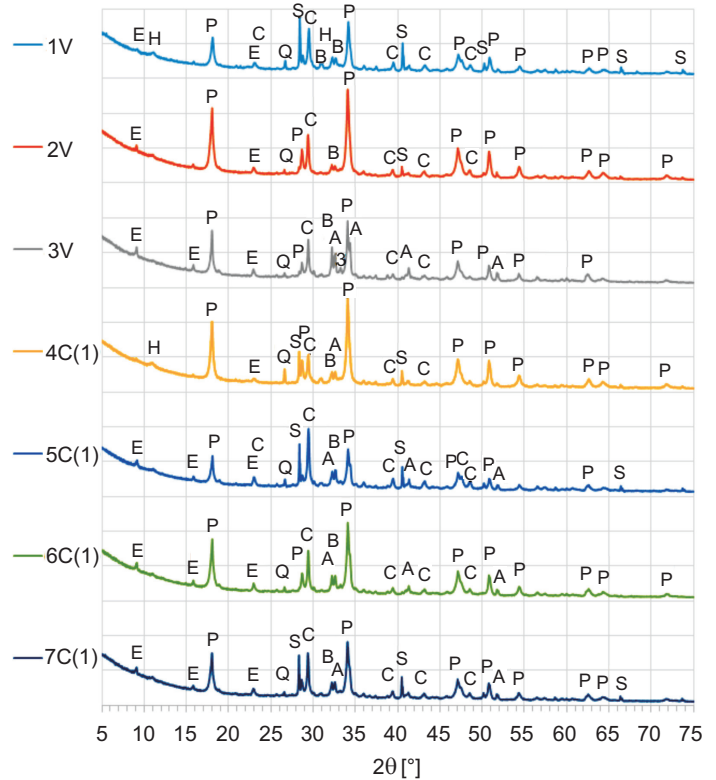


Fig. 5. Phase composition of mixed binder pastes after 15 hours of hydration; designations: A - alite, B - belite, E - ettringite, 3 - tricalcium aluminate, C - calcite, P - portlandite, S - sylvite, Q - quartz, H - calcium chloro-aluminate hydrate

Rys. 5. Skład fazowy skomponowanych spoiw po 15 godzinach hydratacji; oznaczenia: A - alit, B - belit, E - etryngit, 3 - glian trójwapniowy, C - kalcyt, P - portlandyt, S - sylwin, Q - kwarc, H - uwodniony chloroglian wapnia

Except for 3V, all binder pastes exhibited expansion attributable to the CBPD presence. The CBPD is the only component of the pastes that shows increased volume during hydration [13]. Both cement and lime exhibit shrinkage. Chemical shrinkage of cement in the initial hydration period is associated with the phase composition-dependent contraction. However, binder expansion in the presence of lime and cement, despite the initially lower intensity, can be higher than indicated by the CBPD content (binders 1V, 7C). This proves that the interrelationship between binder components during hydration causes an increase in the mixture volume. Shrinkage was identified only in the case

W przypadku wszystkich zaczynów poza 3V stwierdzono zwiększenie ekspansji, które można powiązać z obecnością pyłu CBPD. Pył ten jest bowiem jedynym składnikiem zaczynu, który charakteryzuje się wzrostem objętości w procesie hydratacji [13]. W przypadku zarówno cementu jak i wapna mamy do czynienia ze zmniejszeniem objętości. Skurcz chemiczny cementu w początkowym okresie hydratacji związany jest z kontrakcją zależną od jego składu fazowego. W obecności wapna i cementu ekspansja spoiw może być jednak, mimo początkowo mniejszej intensywności, większa niż wynikałoby to z zawartości pyłów CBPD (spoiwa 1V, 7C). Można więc stwierdzić, że podczas hydratacji dochodzi do koincydencji pomiędzy składnikami spoiwa, skutkiem czego jest zwiększony przyrost objętości mieszanki. Skurcz stwierdzono jedynie w przypadku mieszanki 3V zawierającej 20% cementowych pyłów CBPD i 60% cementu. Przyczyną tego jest wpływ cementu jako składnika spoiwa o największym skurczu. Jednakże na początkowy intensywny przyrost skurczu ma wpływ obecność wapna w tej mieszance – w ciągu pierwszych trzech godzin przyrost skurczu mieszanki 3V odpowiada skurczowi wapna (spoiwo W). W mieszance 3V po początkowym skurczu stwierdzono po 24 godzinach rozpoczęcie ekspansji, która trwała do 40 godziny, jednak nie zniwelowała początkowego skurczu. Przykładowe obrazy mikrostruktury analizowanych zaczynów przedstawiono na Rys. 7-9.

of the 3V mixture containing 20% cement by-pass dusts, with 60% cement. The cause is the influence of cement, the component with greater shrinkage. However, the initial intensive increment of shrinkage is influenced by the presence of lime in this mixture – the shrinkage gain in mixture 3V corresponds to the shrinkage of lime (binder W) during the first three hours. In mixture 3V, expansion started 24 hours after the initial shrinkage and lasted until the 40th hour but it failed to absorb the initial shrinkage. Sample micro-structural images of the analysed pastes are shown in Figs. 7 to 9.

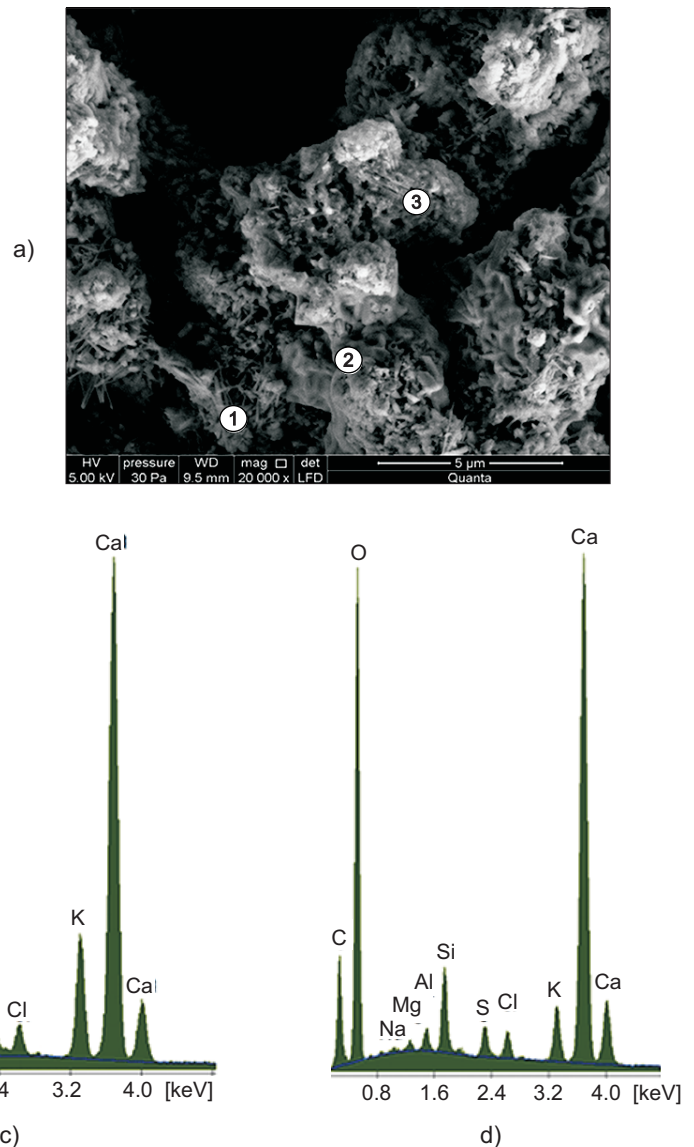


Fig. 7. a) Microstructure of hardened paste from binder 3V, b) paste composition in micro-area 1, c) paste composition in micro-area 2, d) paste composition in micro-area 3

Rys. 7. a) Mikrostruktura stwardniałego zaczynu ze spoiwa 3V, b) skład zaczynu w mikro-obszarze 1, c) skład zaczynu w mikro-obszarze 2, d) skład zaczynu w mikro-obszarze 3

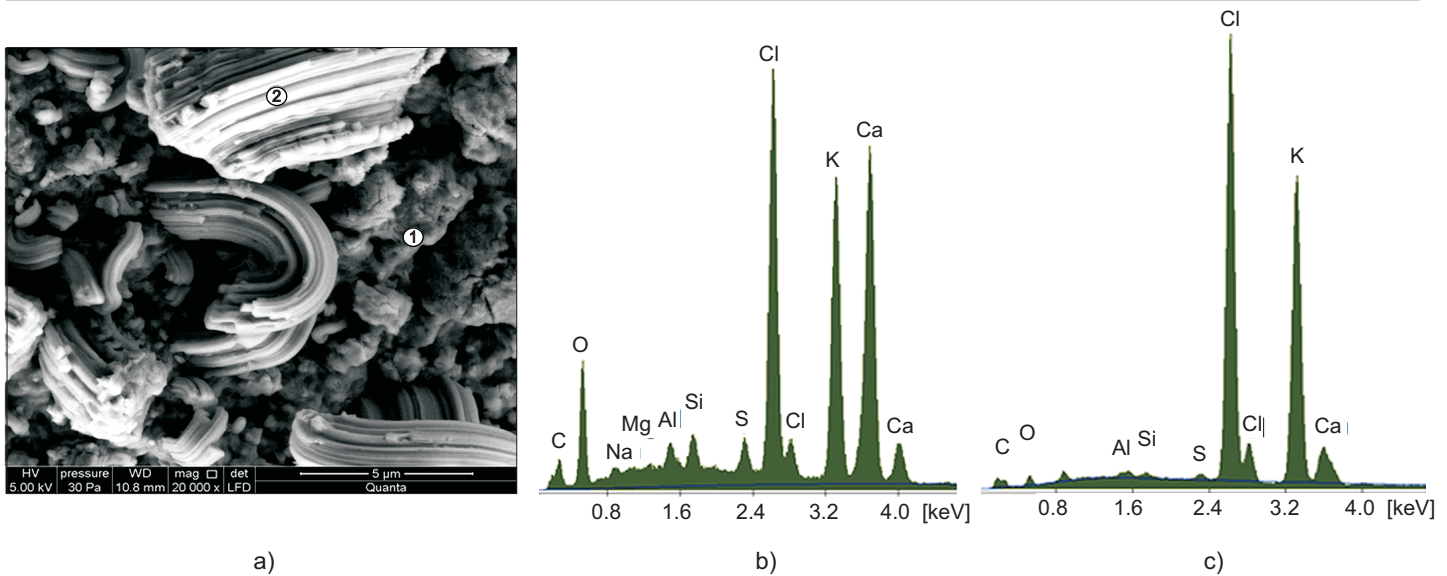


Fig. 8. a) Microstructure of hardened paste from binder 1V, b) composition of paste in micro-area 1, c) composition of paste in micro-area 2
 Rys. 8. a) Mikrostruktura stwardniałego zaczynu ze spoiwa 1V, b) skład zaczynu w mikro-obszarze 1, c) skład zaczynu w mikro-obszarze 2

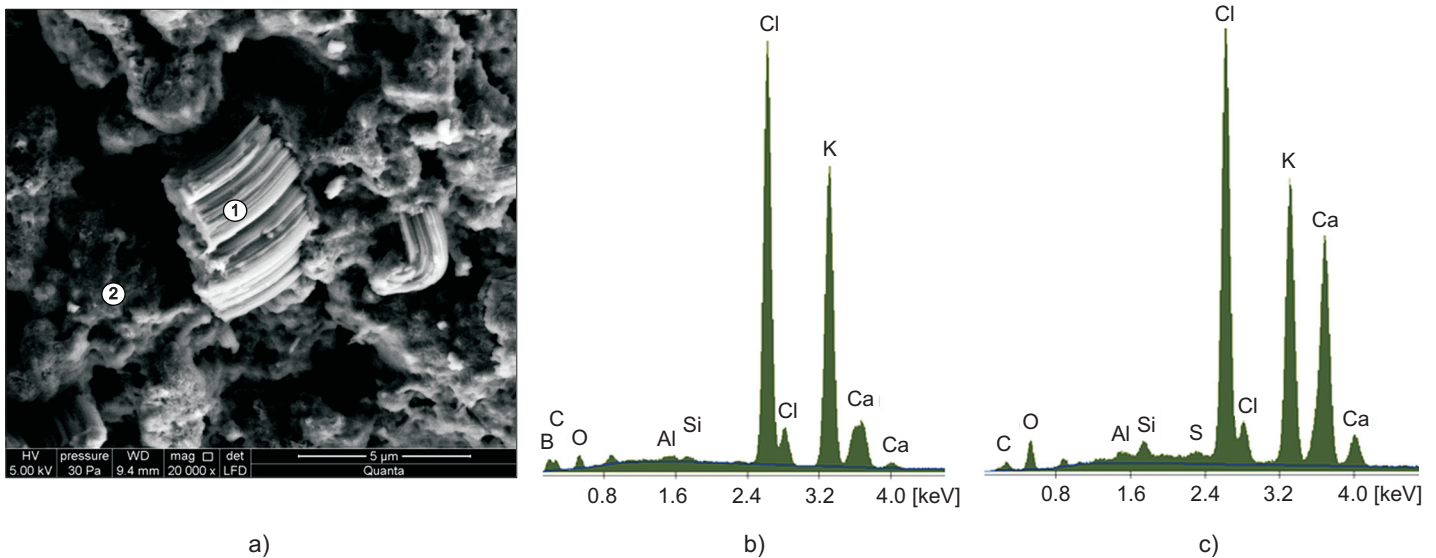


Fig. 9. a) Micro-structure of hardened paste from binder 2V, b) composition of paste in micro-area 1, c) composition of paste in micro-area 2
 Rys. 9. a) Mikro-struktura stwardniałego zaczynu ze spoiwa 2V, b) skład zaczynu w mikro-obszarze 1, c) skład zaczynu w mikro-obszarze 2

W mikro-strukturze zaczynu 3V (Rys. 7), którego głównym składnikiem jest cement (60% wag.) obserwowano włóknistą fazę C-S-H oraz kryształy ettringitu. Na powierzchni faz uwodnionych krzemianów stwierdzono obecność sylwinu. Obecność tej fazy wynika z wysuszenia próbek i rekrytalizacji sylwinu (chlorku potasu). W mikrostrukturze zaczynu 1V (Rys. 8), w którym składnikiem dominującym jest pył CBPD (60% wag.) widoczne są produkty hydratacji cementu w postaci włóknistej fazy C-S-H, jednakże słabiej

The fibrous C-S-H phase and ettringite were observed in the micro-structural image of the 3V paste (Fig 7), the main component of which was cement (60% wt.). The sylvite was observed on the surface of the hydrated silicate phases. The presence of this phase is the result of sample drying and re-crystallization of sylvite (potassium chloride). Cement hydration products in the form of the fibrous C-S-H phase, less developed than in paste 3V, are visible in the micro-structure of paste 1V (Fig. 8), with the cement

wykształcone niż w zaczynie 3V. Odnotowano również dużą ilość dobrze wykształconych kryształitów KCl. W zaczynach 2V (Rys. 9) o największej zawartości wapna hydratyzowanego (60% wag.) oraz jednakowej zawartości cementu i pyłów CBPD obserwowano fazę C-S-H wzbogaconą w jony potasu i chloru. Odnotowano również obecność dobrze wykształconych kryształów sylwinu.

5. Dyskusja

Na podstawie wyników badań przeprowadzonych na zaczynach z hydraulicznych spoiw drogowych stwierdzono wzrost wodożądności spoiwa wraz ze wzrostem zawartości pyłu CBPD. Normową konsystencję zaczynów osiągnięto po zwiększeniu współczynnika wodno-spoiwowego o 40%. Zmiany te są znaczne i fakt ten należy wziąć pod uwagę wykonując mieszanki związane spoiwem hydraulicznym. Powyższe obserwacje wskazują również na potrzebę zwrócenia uwagi na zmienny współczynnik w/s w kontekście stałości konsystencji mieszanki przeznaczonej na wykonanie próbek do badań wytrzymałościowych [11]. Kinetyka procesu hydratacji spoiw jest ściśle powiązana z ich składem, a największy wpływ na poziom emisji ciepła ma zawartość pyłu CBPD zawierającego tlenek wapnia.

Niemal wszystkie badane spoiwa wykazywały pęcznienie w początkowym okresie hydratacji (do 72 godz.). Skurcz odnotowano jedynie w przypadku jednego spoiwa zawierającego 60% cementu. W przypadku zaczynu cementowego wystąpił również skurcz chemiczny, który po trzech dniach osiągnął $0,02 \text{ cm}^3/\text{g}$ spoiwa. W przypadku wszystkich pozostałych spoiw stwierdzono pęcznienie o wielkości zależącej zasadniczo od zawartości pyłu CBPD (z instalacji by-passu). Wzrost objętości wynosił od $0,02 \text{ cm}^3/\text{g}$ w przypadku spoiw zawierających 20% pyłu z by-passu przez $0,04 \text{ cm}^3/\text{g}$ w przypadku spoiw zawierających 40% pyłu z by-passu do $0,07 \text{ cm}^3/\text{g}$ w przypadku spoiw zawierających 33% pyłu z by-passu. Największe pęcznienie wykazało spoiwo zawierające 60% pyłu z by-passu. Obserwowane pęcznienie spoiw nie zależy w prosty sposób od zawartości poszczególnych składników, co świadczy o wzajemnym wpływie powstających w procesie hydratacji produktów. Jednak wyniki badań zmian objętości zaczynów w pierścieniu Le Chatelier wykazały, że rozszerzalność przekraczającą 30 mm uzyskano dla spoiwa 1V i 4C, natomiast wszystkie pozostałe spoiwa osiągnęły zmiany objętości poniżej granicznej wartości normowej. W składzie fazowym zaczynów ze spoiw, będących mieszanką składników wyjściowych, obserwuje się obecność faz występujących w każdym ze składników. Wapno w spoiwie najbardziej wpływa na zwiększenie zawartości portlandytu, o czym świadczy intensywność refleksów od tej fazy

by-pass dust (60% wt.) as dominant component. In addition, the large quantity of well-formed KCl crystals were observed. The C-S-H phase enriched with potassium and chlorine ions was observed in pastes 2V (Fig. 9), which have the highest content of hydrated lime (60% wt.) but the same content of CBPD. The presence of well-developed sylvite crystal was also recorded.

5. Discussion

The test results involving the analysed pastes from hydraulic road binders show that the water demand of the binder increases with increasing CBPD content. The standard consistency of the pastes was achieved at the w/b ratio increased by 40%. These are significant changes, and this fact should be taken into account during the preparation of hydraulically bound mixtures. These observations also suggest that the procedures of preparing samples for strength tests should include careful consideration of the variable w/b ratio for ensuring constant consistency [11]. The hydration kinetics of the binders is closely related to their composition, and CBPD with calcium oxide has the greatest effect on heat release levels.

Nearly all tested binders showed swelling in the initial hydration period (up to 72 hours). Only one binder, made with 60% cement, exhibited shrinkage. The cement paste also exhibited "chemical" shrinkage that reached $0.02 \text{ cm}^3/\text{g}$ of the binder after three days. In the case of all other binders, paste swelling was observed, the magnitude of which largely depended on the content of CBPD. The swelling increased from $0.02 \text{ cm}^3/\text{g}$ for binders with 20% CBPD to $0.04 \text{ cm}^3/\text{g}$ for the binder with 40% CBPD to $0.07 \text{ cm}^3/\text{g}$ for the binder with 33% CBPD. The greatest swelling was observed in the binder with 60% CBPD. The observed binder swelling is not directly dependent on the content of individual components, but confirms the interaction of hydration products. The test results for paste soundness (the Le Chatelier method) showed that expansion exceeding 30 mm was achieved in binders 1V and 4C, while the volumetric changes of all other binders reached values below the standard limit. The phase composition of the pastes from binders being a mixture of input components includes the phases present in each of the components. Lime in a binder is the most important factor in increasing the portlandite content, as indicated by the peak in this phase (pastes 2V and 4C) [12]. Increased cement content leads to an increase in clinker phases, alite and belite (paste 3V). Belite is also derived from the CBPD. When the binder is rich in CBPD, sylvite and calcium chloro-aluminate hydrate peaks appear (pastes 1V

(zaczyny 2V i 4C) [12]. Ze zwiększeniem zawartości cementu obserwuje się zwiększenie faz klinkierowych – alitu i belitu (zaczyn 3V). Belit pochodzi również z pyłu z instalacji by-passu. W przypadku znacznej zawartości tych pyłów w spoiwie, pojawiają się refleksy od sylwinu oraz od uwodnionych chloroglinianów wapnia (zaczyn 1V i 4C). Analiza składu zaczynów uzyskanych ze spoiw 4C, 5C i 6C pozwala stwierdzić, że duża zawartość cementu ogranicza występowanie na dyfraktogramach efektów charakterystycznych dla pozostałych spoiw.

W zaczynach, których głównym składnikiem jest cement (60% wag.) obserwowano fazę C-S-H o budowie włóknistej oraz kryształy ettringitu. Na powierzchni faz uwodnionych krzemianów stwierdzono obecność sylwinu. Ponadto, w mikrostrukturze próbek zaczynów zawierających pył z instalacji by-passu, jako główny składnik mieszanki, oprócz dobrze wykształconych kryształitów sylwinu, stwierdzono obecność produktów hydratacji cementu w postaci fazy C-S-H o budowie włóknistej, wykształconej słabiej niż w przypadku zaczynów o wyższej zawartości cementu. W próbkach zaczynów o najwyższej zawartości hydratyzowanego wapna (60% wag.) i takiej samej zawartości cementu i pyłu z instalacji by-passu oprócz dobrze wykształconych kryształów sylwinu stwierdzono obecność fazy C-S-H wzbogaconej jonami potasu i chloru.

6. WNIOSKI

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań stwierdzić należy, że:

- pył cementowy z instalacji by-passu znacząco zwiększa zarówno wodozadność jak i ilość ciepła wydzielonego podczas hydratacji spoiw drogowych;
- pęcznienie drogowych spoiw hydraulicznych w początkowym okresie hydratacji ma miejsce głównie w przypadku mieszanek zawierających pył z instalacji by-passu oraz pył z pieca do wypalania klinkieru zmieszane w stosunku 7:3. Jest to związane ze wzrostem objętości wolnego CaO w wyniku procesu hydratacji;
- wpływ mieszanki popiołu z instalacji by-passu i popiołu z pieca na wodozadność, ilość ciepła wydzielonego w procesie hydratacji oraz skurcz należy uwzględnić na etapie projektowania i produkcji mieszanek zawierających drogowe spoiwa hydrauliczne;
- rodzaj głównego składnika spoiwa wpływa na mikrostrukturę stwardniałego zaczynu;
- w zaczynie o największej zawartości cementu (60% wag.) występuje faza C-S-H o budowie włóknistej i powierzchni wzbogaconej jonami potasu i chloru oraz ettringit;

and 4C). Analysis of the composition of the pastes from binders 4C, 5C and 6C shows that the high content of cement reduces the effects characteristic for the other two binders.

The fibrous C-S-H phase and ettringite crystals were observed in pastes where cement was the main component (60% wt.). The sylvite was found on the surface of hydrated silicate phases. In addition to a large amount of well-formed sylvite crystallites, cement hydration products in the form of a fibrous C-S-H phase, less developed than in the paste with higher cement content, were revealed in the microstructure of the pastes with the CBPD as the dominant component (60% wt.). In addition to well-formed sylvite crystals, a C-S-H phase enriched with potassium and chlorine ions was found in the pastes with the highest content of hydrated lime (60% wt.) and the same content of cement by-pass dusts.

6. CONCLUSIONS

The results of the tests showed that:

- cement by-pass dust causes a significant increase both in water demand and in the amount of heat released from the hydration of road binders;
- in the initial period of hydration, hydraulic road binders show swelling dependent mainly on the CBPD-CKD mix in 7:3 proportion. This is associated with the increasing volume of free CaO due to hydration;
- the influence of CBPD-CKD mix on the water demand, the amount of hydration heat released and shrinkage should be considered in the composition design and the production of mixes with hydraulic road binders;
- the type of the main road binder component affects the microstructure of the hardened paste;
- in the paste with the highest cement content (60% by weight), there is a fibrous C-S-H phase with an area enriched with potassium, chlorine and ettringite;
- in the paste with the dominant content of industrial dust by-product, the C-S-H phase is less developed and sylvite crystals are present;
- in the paste with the dominant content of hydrated lime, the C-S-H phase is enriched with potassium and chlorine ions and the sylvite crystals are well formed.

ACKNOWLEDGEMENTS

The research results have been developed as a part of the project entitled “The innovative technology used the binding agent optimization that provides the long service life

- w zaczynach, w których pył CBPD jest składnikiem dominującym, faza C-S-H jest słabiej wykształcona i występują kryształki sylwiny;
- w próbkach zaczynów, w których dominującym składnikiem jest hydratyzowane wapno, odnotowano obecność fazy C-S-H wzbogaconej jonami potasu i chloru oraz dobrze wykształconych kryształów sylwiny.

recycled base course” (TECHMATSTRATEG1/349326/9/NCBR/2017) within the scientific undertaking of Strategic Research and Development Programme entitled “Modern Materials Technology” (TECHMATSTRATEG I), financed by the National Centre for Research and Development (Polish NCBR).

INFORMACJE DODATKOWE

Przedstawione w artykule wyniki badań uzyskano w rezultacie projektu badawczego pn. „Innowacyjna technologia wykorzystująca optymalizację środka wiążącego przeznaczonego do recyklingu głębokiego na zimno konstrukcji nawierzchni zapewniająca trwałość eksploatacyjną” (TECHMATSTRATEG1/349326/9/NCBR/2017) w ramach Strategicznego Programu Badań Naukowych i Prac Rozwojowych „Nowoczesne technologie materiałowe” (TECHMATSTRATEG I), finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju (NCBiR).

BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] *Iwański M., Chomicz-Kowalska A.*: Evaluation of the effect of using foamed bitumen emulsion in cold recycling technology. The 3rd International Conference on Transportation Infrastructure, Pisa, Italy, 2014, 69-76
- [2] Polish Technical Guideline WT-5 Hydraulic binder bound mixtures for roads. General Director for National Roads and Motorways, Warsaw, 2010 (in Polish)
- [3] *Behnood A., Gharehveran M.M., Asl F.G., Ameri M.*: Effects of copper slag and recycled concrete aggregate on the properties of CIR mixtures with bitumen emulsion, rice husk ash, Portland cement and fly ash. *Construction and Building Materials*, **96**, 2015, 172-180
- [4] *Iwański M., Chomicz-Kowalska A.*: The effects of using foamed bitumen and bitumen emulsion in the cold recycling technology. The 8th International Conference on Environmental Engineering, Vilnius, Lithuania, 2011, 1089-1096
- [5] *Iwański M., Buczyński P., Mazurek G.*: Optimization of road binder in the base layer in the road construction. *Construction and Building Materials*, **125**, 2016, 1044-1054
- [6] *Mahamedi A., Khemissa M.*: Stabilization of an expansive over consolidated clay using hydraulic binders. *HBRC Journal*, **11**, 1, 2014, 82-90
- [7] *Judycki J., Jaskula P., Pszczoła M., Alenowicz J., Dolżycki B., Jaczewski M., Ryś D., Stiens M.*: Katalog typowych konstrukcji nawierzchni podatnych i półsztywnych. General Director for National Roads and Motorways, Gdańsk, 2012, 1-112, (in Polish)
- [8] *Iwański M., Buczyński P., Mazurek G.*: The use of gabro dust in the cold recycling of asphalt paving mixes with foamed bitumen. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences. Technical Sciences*, **64**, 4, 2016, 763-773
- [9] *Buczyński P.*: The properties of the recycled base layer with foamed bitumen in terms of road binders. *Drogownictwo*, **70**, 6, 2015, 195-199
- [10] *Singh T., Patnaik A., Chauhan R.*: Optimization of tribological properties of cement kiln dust-filled brake pad using grey relation analysis. *Materials & Design*, **89**, 2016, 1335-1342
- [11] *Stryczek S., Gonet A., Czapik P.*: Developing technological properties of sealing slurries with the use of cement dust. *AGH Drilling, Oil, Gas*, **26**, 1-2, 2009, 345-354
- [12] *Peethamparan S., Olek J., Lovell J.*: Influence of chemical and Physical characteristics of cement kiln dusts (CKDs) on their hydration behaviour and potential suitability for soil stabilization. *Cement and Concrete Research*, **38**, 6, 2008, 803-815
- [13] *Czapik P., Zapala-Sławeta J., Owsiak Z., Stepień P.*: Hydration of cement by-pass dust. *Construction and Building Materials*, **231**, 2020, 117-139
- [14] *Barnat-Hunek D., Góra J., Suchorab Z., Łagód G.*: Cement kiln dust, in: *Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete. Characterisation, Properties and Applications*. Woodhead Publishing, 2018, 149-180
- [15] PN-EN 196-2 Methods of testing cement. Chemical analysis of cement. Polish Committee for Standardization: Warsaw, Poland, 2013
- [16] PN-EN 196-3 Methods of testing cement. Determination of setting time and soundness. Polish Committee for Standardization: Warsaw, Poland, 2016
- [17] ASTM C 1608-07. Standard Test Method for Chemical Shrinkage of Hydraulic Cement Paste. ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2017
- [18] PN-EN 13282-2 Hydraulic road binders - Part 2: Normal hardening hydraulic road binders - Composition, specifications and conformity criteria. Polish Committee for Standardization: Warsaw, Poland, 2015
- [19] *Kurdowski W., Kądziaławski G.*: Traps in the chemistry of cement. *Cement Wapno Beton*, Vol. **21/83**, 4, 2018, 333-339