

Właściwości reologiczne i wytrzymałość mechaniczna zapraw samozagęszczalnych wytwarzanych z proszku marmurowego i kalcynowanej gliny

Rheological properties and mechanical strength of self-compacting mortars produced with marble powder and calcined clay

Messaouda Laidi^{1,*}, Tayeb Bouziani¹

¹Structures Rehabilitation and Materials Laboratory (SREML), Department of Civil Engineering, University Amar Telidji of Laghouat, Algeria

*Corresponding author: M. Laidi, e-mail: mes.laidi@lagh-univ.dz

Streszczenie

Zastosowanie glin kalcynowanych, łączonych w trójskładnikowe mieszanki z wypełniaczem wapiennym i cementem cieszy się w ostatnich latach dużym zainteresowaniem. W artykule omówiono wyniki badań reologicznych i wytrzymałości na ściskanie trzech rodzajów glin kalcynowanych w połączeniu z proszkiem marmurowym i cementem, stosowanych jako trójskładnikowe spoiwo w zaprawach samozagęszczalnych. W celu ustalenia różnych kombinacji spoiw zastosowano metodę projektowania mieszanki siatkowo-sympleksową, z pięcioma poziomami. Odpowiedzi układu oceniano pod względem właściwości reologicznych i wytrzymałości na ściskanie. Badania przeprowadzone na trójskładnikowych mieszankach zapraw samozagęszczalnych to średnica rozplywu mieszanki, czas wypłynięcia mieszanki z V-lejka, wartość plastyczności, lepkość oraz wytrzymałość na ściskanie po 28, 90 i 365 dniach. Stwierdzono, że zastąpienie cementu przez kalcynowane gliny oraz pył marmurowy w mieszankach trójskładnikowych spowodowało zmniejszenie zdolności płynięcia poprzez zmniejszenie rozplywu mieszanki i wydłużenie czasu wypłynięcia mieszanki z V-lejka. Jednak łączne działanie pyłu marmurowego oraz prażonych glin jest bardziej odpowiednie do wytworzenia płynnych mieszanek zapraw przy zachowaniu odpowiedniej lepkości. W zakresie wytrzymałości na ściskanie stwierdzono progresywnie rosnący trend dla 28-dniowej wytrzymałości na ściskanie wraz ze zwiększeniem udziału pyłu marmurowego oraz prażonych glin.

Słowa kluczowe: glina kalcynowana, proszek marmurowy, projektowanie mieszanki, właściwości reologiczne, wytrzymałość na ściskanie

Summary

The use of calcined clays [CC], combined in ternary blended with the limestone filler and cement has received considerable attention in recent years. This paper discusses the results on the rheological and compressive strength of three types of calcined clays in combination with marble powder and cement, used as ternary binder in self-compacting mortars. A simplex-lattice mixture design approach was used, with five levels, to establish the different binder combinations. The responses of the system were evaluated in terms of rheological properties and compressive strength. The tests conducted on SCM ternary mixes are slump flow diameter, v-funnel flow time, yield value, viscosity and compressive strength at 28, 90 and 365 days. It was concluded that the replacement of cement with calcined clays and marble powder in ternary mixes reduced the flowability by decreasing slump flow and increasing v-funnel time. However, the combined effect of marble powder and calcined clays is more appropriate to produce flowable SCM mixes while maintaining an adequate viscosity. In terms of compressive strength, a progressively increasing trend was observed for 28 days compressive strength with the increase in marble powder and calcined clays in binary proportions.

Keywords: calcined clay, marble powder, mixture design, rheological properties, compressive strength

1. Wprowadzenie

Ostatnio, materiały z cementu zawierające kalcynowane gliny [CC] i wapień stają się obiecującym podejściem do produkcji cementu o mniejszym wpływie na środowisko i produkcji bardziej zrównoważonego betonu (1, 2). Kalcynowana glina i proszek marmurowy [MP] mogą być uważane za lepsze potencjalne materiały cementowe niż powszechne materiały pucolanowe, takie jak popiół lotny, żużel wielkopiecowy i pył krzemionkowy. Te ostatnie stają się coraz bardziej niewystarczające, aby zaspokoić szeroki zakres zwiększonego zapotrzebowania w produkcji cementu. Ponadto zużycie energii oraz emisja dwutlenku węgla w przypadku materiałów z kalcynowaną gliną i kamieniem wapiennym są znacznie mniejsze w porównaniu z tradycyjnym klinkierem (3, 4).

W związku z powyższym zaproponowano cement przyjazny środowisku, znany w literaturze jako LC3, składający się z klinkieru, wapienia, kalcynowanej gliny, bogatej w kaolinit i gipsu jako rozwiązanie dla bardziej ekologicznego cementu o niskich kosztach produkcji (5). Najczęściej spotykany skład to LC3-50, składający się z 50% klinkieru, 30% gliny kalcynowanej, 15% wapienia i 5% gipsu). Może on przyczynić się do zmniejszenia emisji CO₂ o około 30% przy produkcji cementu (5, 6) przy zachowaniu porównywalnych właściwości mechanicznych do tradycyjnego cementu produkowanego z 90% zawartością klinkieru (7). Układy LC3 zostały wyprodukowane i zoptymalizowane jako wstępnie zmieszane cementy do bezpośredniego użycia. W wielu regionach może być jednak korzystniejsze dodawanie kalcynowanej gliny oddzielnie w zakładzie produkującym gotowe mieszanki z cementu portlandzkiego, co może zapewnić elastyczność w dostosowywaniu niektórych właściwości przy jednoczesnym zapewnieniu korzyści wynikających z trwałości układów LC3 (8).

Beton samozagęszczalny [BSZ] jest uważany za jeden z najważniejszych postępów w technologii betonu ze względu na jego zalety techniczne, takie jak zdolność do płynięcia, zdolność do przechodzenia i stabilność. BSZ ma również doskonałe właściwości mechaniczne i trwałość w porównaniu z betonami konwencjonalnymi. Jednak do uzyskania dużej odkształcalności przy jednoczesnym zapewnieniu dobrej stabilności BSZ potrzebna jest duża zawartość spoiwa (9). Zastosowanie w BSZ cementu portlandzkiego o dużej objętości zwiększa koszt wykonania i negatywnie wpływa na jego właściwości. Ponadto BSZ będzie miał duży wpływ na środowisko w porównaniu z tradycyjnym betonem. W tym kontekście projektowanie BSZ z małą zawartością cementu portlandzkiego może mieć duże znaczenie, ponieważ przynosi zalety zarówno dbałości o środowisko, jak i zmniejszenia kosztów (10). Zastąpienie cementu portlandzkiego dodatkami mineralnymi, takimi jak glina kalcynowana i proszek marmurowy w dużych ilościach, może być uznane za skuteczne rozwiązanie w celu osiągnięcia tych korzyści. Wiele badań wykazało potencjał wykorzystania mieszanki wapienia i gliny kalcynowanej w produkcji betonu, zastępujących dotychczasowe dodatki, takie jak popiół lotny i żużel wielkopiecowy (1). Ponadto w wielu badaniach oceniano efekty działania kalcynowanej gliny, którą uważa się za najbardziej interesujący pod względem właściwości i tani materiał do zastosowania w mieszankach BSZ (11, 12).

1. Introduction

Recently, cement-based materials incorporating calcined clays and limestone become a promising approach to produce cement with lower environmental impact and fabricate more sustainable concrete (1, 2). Calcined clay and marble powder can be considered as potential cementitious materials than common pozzolanic materials such as fly ash, blast furnace slag and silica fume that are becoming more and more insufficient to satisfy the wide increased demand in cement fabrication. Moreover, energy consumption and carbon dioxide emission of calcined clay and limestone cement based materials are much lower compared to traditional clinker (3, 4).

In this perspective, an ecofriendly cement, known in literature as LC3, consisting of clinker, limestone, calcined clay [rich in kaolinite] and gypsum has been proposed as a solution for more environmentally cement with low cost production (5). The most common composition is LC3-50. It consists of 50% of clinker, 30% of calcined clay, 15% of limestone and 5% of gypsum. It can help to reduce CO₂ emission about 30% of cement production (5, 6) while keeping comparable mechanical properties to traditional cement produced with 90% clinker content (7). LC3 compositions have been produced and optimized as pre-blended cements for direct use. For many regions, however, it may be preferable adding the calcined clay separately at the ready-mixed plant with a Portland cement, which can provide flexibility in tailoring some properties while assuring sustainability benefits of LC3 systems (8).

Self-compacting-concrete [SCC] has been considered as one of the most significant advance in concrete technology due to its technical advantages such as flow ability, passing ability and stability. SCC has also an excellent mechanical properties and durability compared to conventional concretes. However, large powder content is needed to achieve high deformability while ensuring good stability of SCC (9). The use of high volume Portland cement in SCC increases production cost and negatively affects its properties. In addition, SCC will have high environmental impact compared to traditional concrete. In this context, designing SCC with low Portland cement can be of great importance since it represents the advantages of both environmental concerns and reducing SCC cost (10). Replacement of Portland cement with supplementary materials such as calcined clay and marble powder in high dosages can be considered as an effective solution to achieve these advantages. Many studies have shown potentials of using limestone and calcined clay blend in concrete production to report the insufficiency of common widely-used supplementary materials such as fly ash and blast furnace slag (1). Moreover, the effects of calcined clay have been investigated in many studies and are considered to be the most interesting mineralogical properties and the low cost materials to be used in SCC mixtures (11, 12).

Depending on clay mineralogy, calcination leads to the formation of amorphous metastable phases with high pozzolanic activity. The pozzolanic activity is typically high for kaolinite, and then it decre-

W zależności od mineralogii gliny, kalcynacja prowadzi do powstania amorficznych faz metastabilnych o dużej aktywności pucolanowej. Aktywność pucolanowa jest zazwyczaj duża dla kaolinitu, a następnie maleje odpowiednio dla illitu i smektytu. Z drugiej strony, w niewielu pracach omówiono badania na zwykłych glinach zawierających znaczne ilości węgla wapnia. Ostatnie badania wykazały, że gliny o dużej zawartości węgla wapnia w surowcu, takie jak smektyt i illit, mogą posiadać akceptowalną aktywność pucolanową (13, 14).

Kalcynowane gliny reagują jako materiał pucolanowy z wodorotlenkiem wapnia, powstałym w procesie hydratacji cementu (15, 16). Kalcyt występujący w wapieniu reaguje z C_3A tworząc uwodnione karbogliniany wapnia. Ponadto ziarna wapienia mogą zwiększyć gęstość upakowania spoiwa, a tym samym zwiększyć wytrzymałość na ściskanie. Jedną z głównych różnic pomiędzy cementem z kalcynowaną gliną i wapieniem, a zwykłym cementem portlandzkim są właściwości reologiczne. Stąd też stworzenie odpowiedniego do praktycznego zastosowania cementu z prażonej gliny i wapienia wymaga dokładnego poznania jego właściwości reologicznych (17).

Ze względu na to, że BSZ zawiera większą zawartość pyłów i drobnego kruszywa niż beton tradycyjny, bardziej praktyczne jest wykonywanie w laboratorium badań zaprawy samozagęszczalnej [ZSZ] niż BSZ (18).

W niniejszych badaniach zostanie określona zdolność kalcynowanej gliny i proszku marmurowego lokalnie dostępnych w Algierii do produkcji ZSZ. Pozwoli to na poznanie właściwości reologicznych i wytrzymałości na ściskanie, które mogą wytwarzać i wspierać zrównoważoną produkcję ZSZ. Celem niniejszej pracy jest również ocena możliwości zaprojektowania zrównoważonego ZSZ z dużą ilością kalcynowanej gliny i proszku marmurowego w mieszance dwu- i trójskładnikowej z cementem portlandzkim [50% masowy całkowitej spoiwa].

2. Badania doświadczalne

2.1. Materiały

W pracy zastosowano cement portlandzki [C] o zawartości 95% klinkieru oraz proszek marmurowy wapienny [PMW]. Właściwości chemiczne i fizyczne cementu i proszku marmurowego przedstawiono w tabelicy 1. Zastosowano trzy gliny pochodzące z różnych regionów Algierii: KT1 z El-Milia z północnej Algierii, GC z El-Ghicha i BC z El-Beidha w południowej Algierii. Gliny kalcynowano w $800^{\circ}C$ przez 3 godziny. Składy chemiczne i właściwości fizyczne stosowanych glin przedstawiono w tabelicy 2. Obrazy mikrostruktury ziaren kalcynowanych glin [CC] i MP, uzyskane przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego TESCAN VEGA3 przedstawiono na rys. 1. Dyfraktogramy kalcynowanych glin KG, BC i KT1 przedstawiono na rys. 2. Do przygotowania BSZ użyto piasku rzeczno- (0/5). Ciężar właściwy, moduł uziarnienia i współczynnik absorpcji użytego piasku wynoszą odpowiednio 2,56, 3,65 i 1,5%. Zastosowano superplastyfikator typu polikarboksylianowego.

ases for illite and smectite respectively. On the other hand, few studies discussed investigations on usual clays having important amounts of calcium carbonate. Recent studies showed that clays with high calcium carbonate in the raw material, such as smectite and illite, can develop acceptable pozzolanic activity (13, 14).

Calcined clays react as a pozzolanic material with calcium hydroxide, issued from cement hydration, water and sulfate to form ettringite and AFm phases (15, 16). The calcite presented in limestone reacts with C_3A to form hydrated carboaluminate phases. Besides, limestone grains can enhance packing density of the binder and therefore enhancing compressive strength. One of the main differences between calcined clay – limestone based cement and ordinary Portland cement is rheological behavior. Hence, making clay – limestone based cement appropriate for practical application necessitates a thorough understanding of its rheological properties (17).

Since SCC contains high powder and fine aggregates content than traditional concrete, it is more practical performing tests for self-compacting mortar [SCMo]) in the laboratory than SCC (18).

The present research will investigate the ability of calcined clay and marble powder locally available in Algeria to produce SCMo. This will help to get an idea of the rheological properties and compressive strength that can produce and promote sustainable production of SCMo. This paper intends also to assess the feasibility of designing sustainable SCMo with high-volume of calcined clay and marble powder in binary and ternary blend with Portland cement [50% by mass of total binder].

2. Experimental

2.1. Materials

The Portland cement [C] with 95% of clinker content and a limestone-type marble powder [MP] were used in this work. The chemical and physical properties of cement and marble powder are presented in Table 1. Three clays issued from different region of Algeria were used, KT1 from El-Milia [north Algeria], GC from El-Ghicha and BC from El-Beidha [south Algeria]. The clays are calcined by heating to $800^{\circ}C$ for 3 hours. The chemical compositions and physical properties of used clays are shown in Table 2. The SEM images of calcined clays [CC] and MP, obtained using TESCAN VEGA3, namely that it is a multi-tungsten SEM thermal emission system dedicated to low and high emission processes, are shown in Fig. 1. The X-ray diffraction patterns of CC [GC, BC and KT1] are plotted in Fig. 2. A river sand 0/5 was used to formulate SCMo. The specific gravity, fineness modulus and absorption coefficient of used sand are 2.56, 3.65 and 1.5% respectively. A polycarboxylate type high range water reducing superplasticizer has been used. The solids content, pH and density of the superplasticizer are 30%, 6 and 1.07 respectively.

Tablica 1 / Table 1

SKŁADY CHEMICZNE I WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNE CEMENTU I PROSZKU MARMUROWEGO

CHEMICAL COMPOSITIONS AND PHYSICAL PROPERTIES OF CEMENT AND MARBLE POWDER

Składnik / Compound	Cement	Pył marmurowy Marble powder
CaO	64.2	55.6
SiO ₂	19.43	0.6
Al ₂ O ₃	5.04	0.06
Fe ₂ O ₃	6.57	0.4
MgO	1.49	0.2
K ₂ O	0.46	0.01
SO ₃	2.35	0.01
CaCO ₃	-	90
Na ₂ O	0.17	0.43
Cl	0.028	0.1
Straty prażenia / Loss ignition, %	2.75	42.78
Gęstość właściwa / Density, g/cm ³	3.1	2.7
Powierzchnia właściwa wg. Blaine'a Blaine specific surface, cm ² /g	2830	3600

Zawartość substancji stałych, pH i gęstość superplastyfikatora wynoszą odpowiednio 30%, 6 i 1,07 g/cm³.

2.2. Metody

Dla każdego rodzaju gliny przygotowano łącznie 21 mieszanek BSZ - rys. 3. Do ustalenia modeli statystycznych wykorzystano siatkowo-sympleksowy projekt mieszanki. Te podejścia do modelowania mogą opisywać wpływ różnych proporcji spoiwa, jak również wszystkich ich możliwych interakcji w układach dwu- i trójskładnikowych, na zmienność każdej mierzonej odpowiedzi (19). Model powierzchni odpowiedzi zastosowany w tym badaniu jest wyrażony w postaci równania [1]:

$$Y = b_1C + b_2CMP + b_3CC + b_4(C \cdot MP) + b_5(C \cdot KG) + b_6(CPM \cdot KG) \quad [1]$$

gdzie Y jest zmierzoną odpowiedzią, a b_i są współczynnikami modelu.

Proponowany model uwzględnia fakt, że wszystkie czynniki sumują się do stałej, pomija wyraz wolny, uwzględnia wszystkie wyrazy liniowego efektu głównego, wyklucza wszystkie wyrazy kwadratowe, takie jak KG, i uwzględnia wszystkie wyrazy krzyżowe, takie jak CMP.

We wszystkich mieszankach ilości wody, superplastyfikatora, piasku i 50% składu cementu były utrzymywane na stałym poziomie, natomiast pozostałe 50% składu cementu podlegało zmianom w trójskładnikowej mieszaninie z pozostałymi dwoma składnikami - MP i CC.

Przebieg mieszania polegał na homogenizacji piasku, cementu, gliny kalcynowanej i pyłu marmurowego przez 30 sekund, a następnie dodawano 70% wymaganej wody. Po 1 minucie wprowadzono superplastyfikator z pozostałą wodą. Mieszanie kontynuowano

Tablica 2 / Table 2

SKŁADY CHEMICZNE I WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNE STOSOWANYCH GLIN

CHEMICAL COMPOSITIONS AND PHYSICAL PROPERTIES OF USED CLAYS

Składnik / Compound	KT1	GC	BC
SiO ₂	43.48	54.45	67.90
Al ₂ O ₃	8.10	5.65	18.60
Fe ₂ O ₃	3.33	3.03	1.22
CaO	20.97	8.75	0.07
MgO	2.15	2.56	0.22
SO ₃	0.01	3.12	3.92
K ₂ O	1.27	4.74	0.82
Na ₂ O	0.03	0.23	0.39
Straty prażenia / Loss on ignition, %	15.65	12.83	5.76
Gęstość właściwa / Density, g/cm ³	2.65	2.7	2.67
Powierzchnia właściwa wg. Blaine'a Blaine specific surface, cm ² /g	3230	3580	3970

2.2. Methods

A total of 21 SCMo mixtures were prepared for each clay type [Fig.3]. A simplex-lattice mixture design was used to establish statistical models. These modelling approaches can describe the influence of different binder proportions as well as all their possible interactions in binary and ternary systems, on the variation of each measured response (19). The response surface model used in this study is expressed in Eq. [1]:

$$Y = b_1C + b_2MP + b_3CC + b_4(C \cdot MP) + b_5(C \cdot CC) + b_6(CC) \quad [1]$$

where Y is the measured response and b_i are the model coefficients.

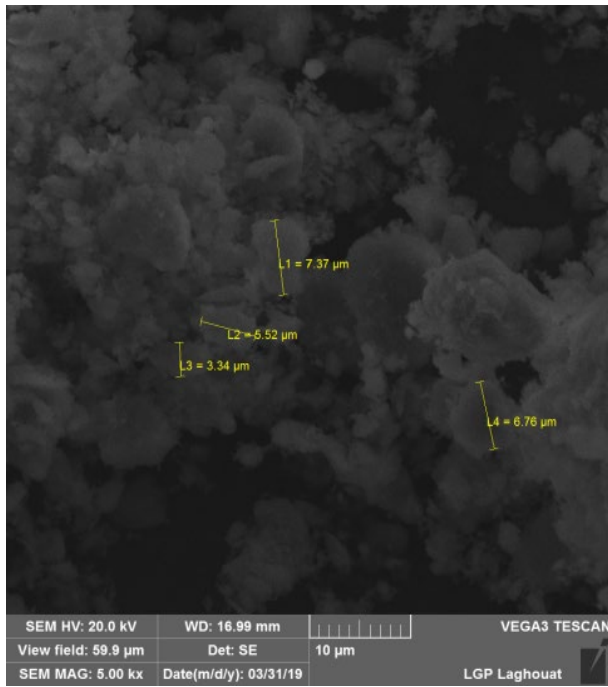
The proposed model take into account that all the factors add up to a constant, suppresses the intercept, includes all the linear main-effect terms, excludes all the square terms, such as KG, and includes all the cross terms, such as CMP.

In all mixtures, the amounts of water, superplasticizer, sand and 50% by the mass of cement were kept constant, while the remaining 50% of the cement was subject to variation in a ternary mixture with the other two components: MP and CC.

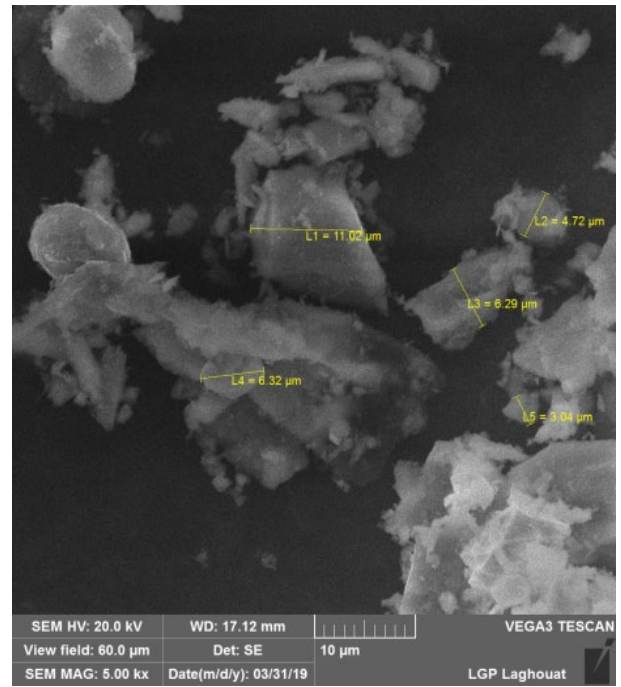
The mixing procedure consisted to homogenizing sand, cement, calcined clay and MP for 30 seconds then 70% of required water was added. After 1 min, the superplasticiser with the remaining water were introduced. The mixing procedure continued for 5 min, after that the prepared mix was kept settling for 2 min before continue remixing for 30 seconds.

Immediately after mixing, fresh properties were determined by slump and v-funnel flow tests carried out according to EFNARC recommendations (20).

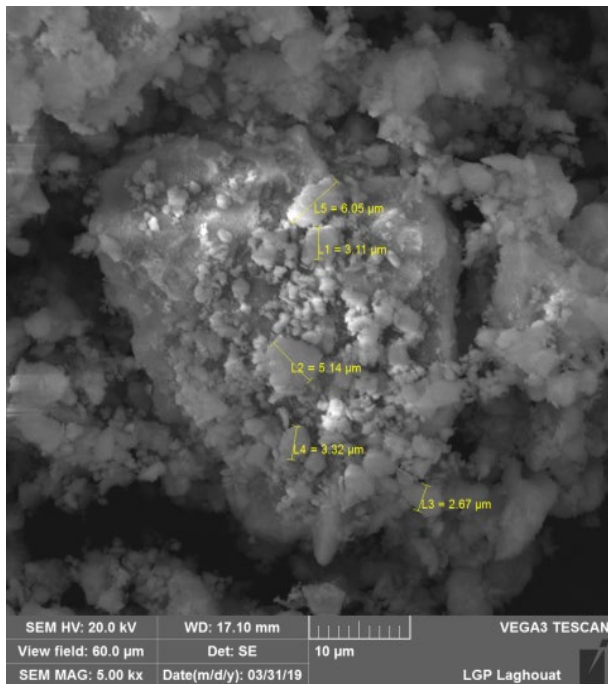
Rheological parameters – yield stress and plastic viscosity, were measured using a Heidolph stirrer type RZR 2102 assisted by



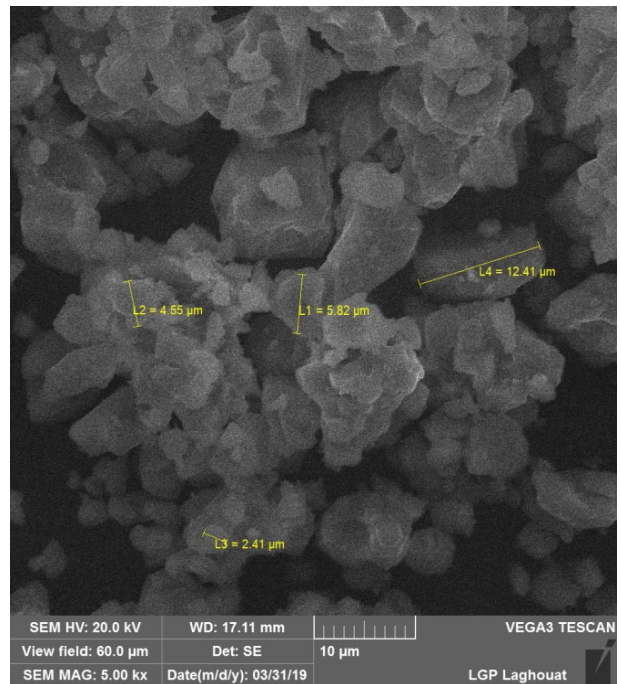
a) KT1



b) GC



c) BC



d) Proszek marmurowy / Marble powder

Rys. 1. Obrazy mikrostruktury KG i MP przy powiększeniu 5000

Fig. 1. SEM images of CC and MP at a magnification of 5000

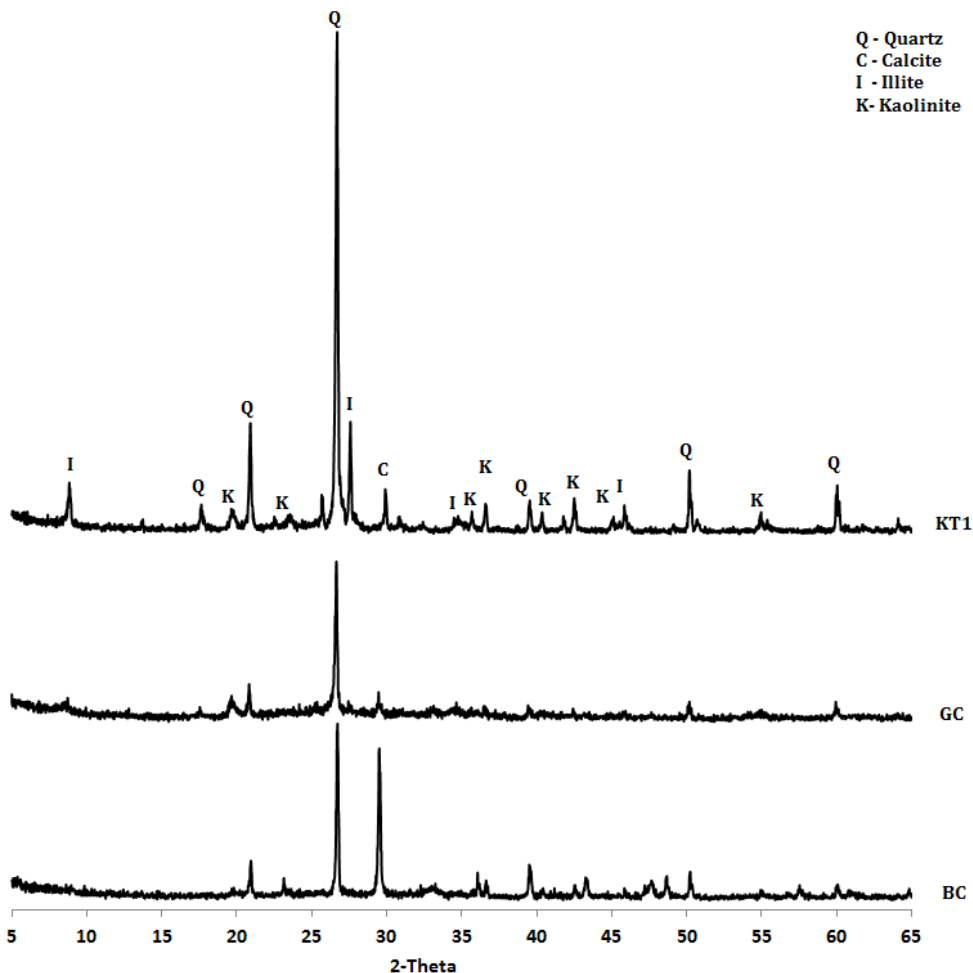
przez 5 minut, po czym przygotowaną mieszaninę pozostawiono na 2 minuty, a następnie kontynuowano mieszanie przez 30 sekund.

Bezpośrednio po wymieszaniu określono właściwości mieszanek za pomocą badania rozptyłu i czasu wypływu mieszanki z V-lejka przeprowadzonych zgodnie z zaleceniami EFNARC (20).

Pomiary właściwości reologicznych - granicy plastyczności i lepkości plastycznej przeprowadzono przy użyciu mieszadła firmy Heidolph typ RZR 2102 wspomaganego oprogramowaniem komputerowym Hei-Control V2.01. Zastosowano geometrię łopatkową

computer software Hei-Control V2.01. Vane geometry of 5 cm in diameter and 10 cm in height and a cylindrical mortar container of 12 cm in diameter and 15 cm in height were used.

Figure 4 presents the flow test protocol applied during rheological tests. At first, a break-down period of 60 seconds was performed. The response torque curve was obtained in the second phase by varying the vane speed from the peak value of 245 rpm to 35 rpm. This phase was divided in seven steps with a decreased speed, 35 rpm at each step, and maintained constant for a period of 60 seconds (19).



Rys. 2. Analiza dyfrakcyjna rentgenowska kalcynowanych glin KT1, KG i BC

Fig. 2. X-Ray diffraction analysis of calcined clays KT1, KG and BC

o średnicy 5 cm i wysokości 10 cm oraz cylindryczny pojemnik na zaprawę o średnicy 12 cm i wysokości 15 cm.

Na rys. 4 przedstawiono krzywą przebiegu badania płynięcia zapraw. Na początku przeprowadzono okres przerwy w pracy wynoszący 60 sekund. W drugiej fazie uzyskano krzywą płynięcia przy zmianie prędkości obrotowej łopatek od wartości szczytowej 245 obr./min do 35 obr./min. Fazę tę podzielono na siedem etapów ze zmniejszającą się prędkością, 35 obr./min na każdym etapie, i utrzymywano na stałym poziomie przez 60 sekund (19).

Do wyznaczenia właściwości reologicznych świeżych mieszanek zapraw samozagęszczalnych wykorzystano zmodyfikowany model Bingham, przedstawiony w równaniu (2):

$$\tau = \tau_{BM} + \mu_{BM} \cdot \dot{\gamma} + c \cdot \dot{\gamma}^2 \quad [2]$$

gdzie τ jest naprężeniem ścinającym [Pa], τ_{BM} jest granicą plastyczności [Pa], μ_{BM} jest lepkością plastyczną [Pa·s], $\dot{\gamma}$ jest szybkością ścinania [s^{-1}], a c jest parametrem drugiego rzędu zmodyfikowanego modelu Bingham [Pa·s²].

Badanie wytrzymałości na ściskanie przeprowadzono dla stwardniałych zapraw po 28, 90 i 365 dniach dojrzewania. Dla każdej

The modified Bingham model, shown in Eq. [2], was used to determine rheological parameters of fresh SCM mixes:

$$\tau = \tau_{BM} + \mu_{BM} \cdot \dot{\gamma} + c \cdot \dot{\gamma}^2 \quad [2]$$

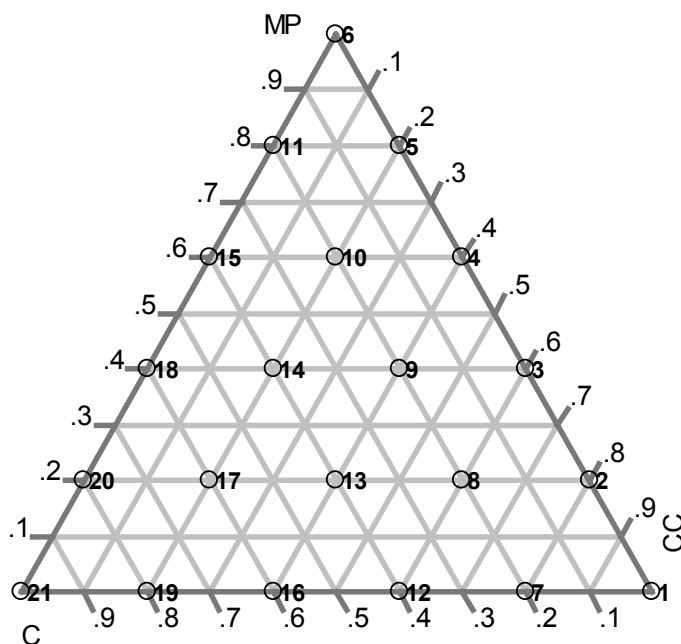
where τ is the shear stress [Pa], τ_{BM} is the yield stress [Pa], μ_{BM} is the plastic viscosity [Pa·s], $\dot{\gamma}$ is the shear rate [s^{-1}] and c is the second order parameter of modified Bingham model [Pa·s²].

Compressive strength test was carried out for hardened SCMo at 28, 90 and 365 days. At least six half prismatic samples measuring 40 mm x 40 mm x 80 mm were tested for each mixture with a loading rate of 0.5 MPa/s.

3. Results

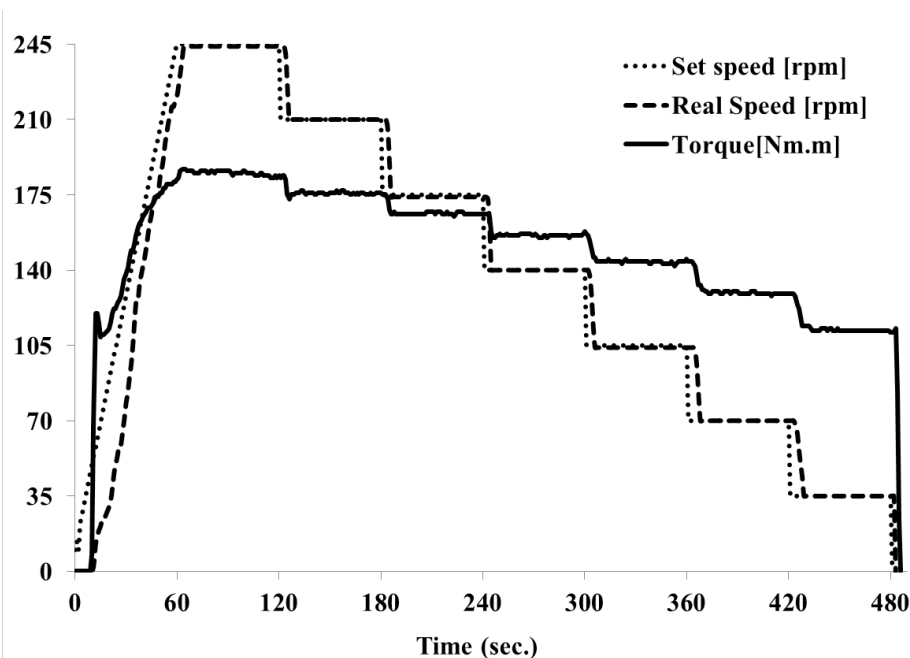
The test results for the 21 mixes in terms of fresh properties, rheological parameters and compressive strengths are recapitulated in Tables 3, 4 and 5 respectively.

The obtained results are used to establish statistical models that can describe the effects of the proportions of C, CC and MP as well as all possible effects interactions in the binary and



Rys. 3. Układ trójskładnikowy z 21 składami badanych mieszanin z trzema czynnikami: C, MP i KG

Fig. 3. Ternary illustration of 21 studied mixtures with three factors: C, MP and CC



Rys. 4. Profil prędkości zastosowanego protokołu badań reologicznych.

Fig. 4 Speed profile of used rheological test protocol.

Tablica 3 / Table 3

WYNIKI BADAŃ ŚREDNICY ROZPŁYWU MIESZANKI, CZASU WYPŁYWU MIESZANKI Z V-LEJKA

TEST RESULTS OF SLUMP DIAMETER AND V-FUNNEL FLOW TIME

Nr mieszanki Mix N°	Skład mieszanki / Mix proportions			Właściwości mieszanki / Fresh mix properties					
	C	MP	CC	Rozpływ / Slump, cm			V-lejek / V-funnel, s		
				GC	BC	KT1	GC	BC	KT1
1	0	0	1	10	10	10	.	.	.
2	0	0.2	0.8	10.8	12.6	10.2	.	.	.
3	0	0.4	0.6	11.3	10.8	10.9	.	.	.
4	0	0.6	0.4	11.9	13	25.8	.	.	2.9
5	0	0.8	0.2	24.8	34.5	26.6	2	1.8	2.6
6	0	1	0	36	36	36	1.1	1.1	1.1
7	0.2	0	0.8	10	10.2	10.2	.	.	.
8	0.2	0.2	0.6	10.2	10.4	10.4	.	.	.
9	0.2	0.4	0.4	10.5	10.4	10.3	.	.	.
10	0.2	0.6	0.2	26.2	24	19.5	3.3	3.5	3.9
11	0.2	0.8	0	35.8	35.8	35.8	1.2	1.2	1.2
12	0.4	0	0.6	11.6	11.2	10.2	.	.	.
13	0.4	0.2	0.4	12	12.7	24	.	.	2.8
14	0.4	0.4	0.2	26.6	11.5	18	3.9	.	4.7
15	0.4	0.6	0	35.5	35.5	35.5	1.3	1.3	1.3
16	0.6	0	0.4	10.5	10	10	.	.	.
17	0.6	0.2	0.2	15.4	15	26	9.8	7.3	3.4
18	0.6	0.4	0	34.5	34.4	34.4	1.4	1.4	1.4
19	0.8	0	0.2	14.2	30	27	.	3.9	3.7
20	0.8	0.2	0	33	33	33	1.6	1.6	1.6
21	1	0	0	30.4	30.4	30.4	2.8	2.8	2.8

mieszanki przebadano co najmniej sześć próbek o wymiarach 40 mm x 40 mm x 40 mm przy szybkości obciążenia 0,5 MPa/s.

more statistically significant that those of the interactions C.MP, C.CC and MP.CC.

The analysis of variance [Table 9] shows the model sources of variation [model, error and corrected total] for all the modeled

ternary systems, on the variation of each studied response. In the proposed model - Eq. (1), the coefficients of the linear terms represent the response to the limit points where the mixture is composed of a single factor. The coefficients of the crossed terms indicate the curvature of the factors.

The significance of established model coefficients was determined by Student's t-test which illustrates the interaction between C, MP and CC on slump flow, v-funnel time, yield stress, plastic viscosity and compressive strength at 28, 90 and 365 days. The models terms and p-values for the linear and interactive terms were illustrated in the Tables 6, 7 and 8. The smaller the p-value indicates the high significance of the corresponding model coefficient. It can be seen from that for slump flow, yield stress and compressive strengths at 28, 90 and 365 days the linear effect of the parameters C, MP and CC were

Tablica 4 / Table 4

WYNIKI BADAŃ GRANICY PLASTYCZNOŚCI I LEPKOŚCI PLASTYCZNEJ

TEST RESULTS OF YIELD STRESS AND PLASTIC VISCOSITY

Nr mieszanki Mix N°	Właściwości reologiczne / Rheological properties					
	Granica płynięcia / Yield stress, Pa			Lepkość plastyczna / Plastic viscosity, Pa·s		
	GC	BC	KT1	GC	BC	KT1
1	.	.	83.78	.	.	1.733
2	.	87.75	83.39	.	1.114	1.490
3	28.74	71.64	62.62	1.081	1.150	1.440
4	26.92	49.77	29.79	1.065	1.052	0.67
5	67.98	39.13	28.79	0.614	0.509	0.403
6	91.13	91.13	91.13	0.384	0.384	0.384
7	55.57	95.57	.	1.201	1.201	.
8	29.33	71.16	71.80	1.028	1.383	1.302
9	26.90	56.47	50.68	1.097	1.092	1.424
10	70.23	36.50	33.15	0.709	0.639	0.747
11	57.42	57.42	57.42	0.421	0.421	0.421
12	30.11	62.01	79.87	1.11	1.151	1.321
13	25.91	42.59	27.61	1.2021	1.342	0.669
14	56.25	45.08	35.85	0.591	1.02	0.851
15	43.77	43.77	43.77	0.778	0.778	0.778
16	26.11	67.86	59.00	1.102	1.815	1.236
17	50.49	43.70	30.32	0.951	0.863	0.752
18	27.98	27.98	27.98	0.763	0.763	0.763
19	50.26	49.74	31.57	1.111	0.516	0.737
20	64.48	64.48	64.28	0.428	0.428	0.428
21	71.48	70	71.48	0.402	0.402	0.402

responses. For each source of variation, an associated degree of freedom DF, a sum of squared distances, a mean square, which is the sum of squares divided by its associated DF, an F ratio, which is the model mean square divided by the error mean square, and Prob>F which represents the probability of obtaining an F-value greater than the one. From Table 9, it can be seen that the probability associated with the calculated F-ratio for each response is small, and then the established models demonstrate good significance.

Using their prediction formulas, the effect of each CC [GC, BC and KT1] and MP on slump flow, V-funnel, yield value, plastic viscosity and compressive strength at 28, 90 and 365 days were given in ternary contour plots in Figs. 5, 6, 7, 8, 9, 10 and 11, respectively.

Ternary contour plot presented in Fig. 5, shows the effect of C, MP and CC proportions for the three used CC [GC, BC and KT1] on slump flow of SCM. From this figure, it can be seen that the increase of CC proportion in binary system with cement decreased significantly the slump flow values, whatever the type of used CC [GC, BC or KT1]. Fig. 5 revealed that the slump flow diameter decreased in the binary mixes 5%GC,

Tablica 5 / Table 5

WYNIKI BADAŃ WYTRZYMAŁOŚCI NA ŚCISKANIE PO 28, 90 I 365 DNIACH

TEST RESULTS OF 28, 90 AND 365 DAYS COMPRESSIVE STRENGTHS

Nr mieszanki Mix N°	Wytrzymałość na ściskanie / Compressive Strength, MPa								
	28 dni / days			90 dni / days			365 dni / days		
	GC	BC	KT1	GC	BC	KT1	GC	BC	KT1
1	12.7	14.23	21.13	22.66	35.58	31.88	23.78	35.02	32.46
2	14.7	14.51	28.35	23.77	35.81	33.05	23.74	35.11	33.36
3	14.89	14.6	27.32	25.89	34.06	34.78	25.9	34.3	34.78
4	14.93	16.06	34.96	33.46	32.86	38.43	31.7	32.61	36.26
5	14.35	16.92	27.98	24.53	29.52	34.53	28.1	30.01	33.72
6	20.28	20.28	20.28	20.19	20.19	20.19	20.31	20.31	20.31
7	13.38	14.43	27.63	34.49	35.18	38.54	33.92	34.52	39.11
8	14.35	15.02	28.83	35.42	34.2	46.43	35.63	34.85	46.96
9	16.62	16.31	25.25	39.45	26.10	44.55	39.82	37.6	44.2
10	16.75	16.83	33.39	34.36	19.55	41.02	40.05	31.28	46.02
11	25.36	25.36	25.36	25.72	25.72	25.72	26.06	26.06	26.06
12	29.64	27.24	31.38	37.41	32.79	37.69	37.3	46.35	37.63
13	34.35	35.30	29.62	40.33	36.53	39.76	41.02	50.86	39.98
14	34.44	37.18	28.78	35.21	20.6	32.1	35.52	41.23	35.52
15	29.01	29.01	29.01	29.31	29.31	29.31	29.96	29.96	29.96
16	33.22	35.68	37.5	31.57	41.05	39.69	32.81	40.7	40.2
17	35.35	37.29	46.22	30.35	40.12	49.45	34.22	48.07	49.52
18	38.76	38.76	38.76	38.15	38.15	38.15	37.98	37.98	37.98
19	44.08	46.02	44.22	46.22	48.68	46.38	46.53	48.21	48.63
20	52.42	52.42	52.42	52.73	52.73	52.73	52.61	52.61	52.61
21	47.38	47.38	47.38	49.08	49.08	49.08	48.63	48.63	48.63

Tablica 6 / Table 6

WARUNKI MODELI I p-WARTOŚCI ODPOWIEDZI NA ROZPŁYW MIESZANKI I CZAS WYPŁYNIĘCIA MIESZANKI Z V-LEJKA

MODELS TERMS AND p-VALUES OF SLUMP FLOW AND V-FUNNEL FLOW TIME RESPONSES

Człon / Term	Rozpływ mieszanki / Slump flow					
	GC		BC		KT1	
	R ² =0.94		R ² =0.85		R ² =0.86	
	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value
b ₁	28.15	<.0001	34.38	<.0001	33.30	<.0001
b ₂	36.35	<.0001	40.75	<.0001	36.82	<.0001
b ₃	12.85	<.0001	12.74	0.0052	10.15	0.0124
b ₄	12.17	0.2275	-25.1	0.1424	-7.3	0.6310
b ₅	-46.7	0.0002	-51.4	0.0064	-36.8	0.0260
b ₆	-51.4	<.0001	-54.7	0.0042	-32.8	0.0435
Człon / Term	V-lejek / V-funnel					
	GC		BC		KT1	
	R ² =0.99		R ² =0.99		R ² =0.87	
	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value
b ₁	2.73	0.0030	2.61	0.0002	2.48	0.0063
b ₂	1.33	0.0348	1.21	0.0035	1.08	0.0839
b ₃	2.47	0.3819	4.311	0.0205	11.15	0.0166
b ₄	-3.51	0.1348	-2.571	0.0408	-1.63	0.4789
b ₅	63.33	0.0006	41.271	0.0001	-0.78	0.9180
b ₆	/	/	/	/	/	/

Tablica 7 / Table 7

CZŁONY MODELI I WARTOŚCI p REAKCJI NA GRANICĘ PLASTYCZNOŚCI I LEPKOŚĆ PLASTYCZNA

MODELS TERMS AND p-VALUES OF YIELD STRESS AND PLASTIC VISCOSITY RESPONSES

Człon / Term	Granica płynięcia / Yield stress					
	GC		BC		KT1	
	R ² =0.69		R ² =0.66		R ² =0.76	
	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value
b ₁	69.2	<.0001	71.32	<.0001	67.3	<.0001
b ₂	86.9	<.0001	79.35	<.0001	81.71	<.0001
b ₃	-4.14	0.9179	158.3	0.0004	228	<.0001
b ₄	-122	0.0182	-128	0.0046	-118	0.0107
b ₅	-1.42	0.9871	-201	0.0159	-333	0.0009
b ₆	-21.1	0.8116	-243	0.0053	-434	<.0001
Człon / Term	Lepkość plastyczna / Plastic viscosity					
	GC		BC		KT1	
	R ² =0.77		R ² =0.74		R ² =0.77	
	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value
b ₁	0.4945	0.0032	0.2988	0.1609	0.3891	0.0451
b ₂	0.3506	0.0229	0.2864	0.1776	0.2932	0.1177
b ₃	0.7966	0.1272	1.3687	0.0827	2.3948	0.0025
b ₄	0.6850	0.2374	1.4595	0.1001	1.3888	0.0751
b ₅	2.0710	0.0767	2.1838	0.1948	-0.767	0.5893
b ₆	1.6590	0.1468	0.7695	0.6372	-1.163	0.4169

3. Wyniki

Wyniki badań 21 zapraw w zakresie właściwości mieszanki, parametrów reologicznych i wytrzymałości na ściskanie zestawiono odpowiednio w tablicach 3, 4 i 5.

10%BC, 13%KT1 and 10% MP from 26 cm to 10 cm for binary mixes 50% GC, 50% BC, 70% KT1 and 10% MP. The observed decrease in slump flow is mainly due to the high water demand of calcined clays compared to cement (21, 22). It is also reported that, with same w/c ratio, the decrease of fresh SCMo fluidity with

Tablica 8 / Table 8

CZŁONY MODELI I WARTOŚCI p DLA ODPOWIEDZI NA WYTRZYMAŁOŚĆ NA ŚCISKANIE PO 28, 90 I 365 DNIACH

MODELS TERMS AND p-VALUES FOR 28, 90 AND 365DAYS COMPRESSIVE STRENGTHS RESPONSES

Człon / Term	28 dni / days					
	GC		GC		GC	
	R ² =0.91		R ² =0.91		R ² =0.91	
	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value
b ₁	52.23	<.0001	53.02	<.0001	53	<.0001
b ₂	17.58	0.0002	18.20	0.0002	21.05	<.0001
b ₃	11.71	0.0047	11.87	0.0058	21.9	<.0001
b ₄	3.885	0.7955	2.489	0.8737	-8.092	0.5860
b ₅	-7.251	0.6295	-5.313	0.7349	-15.69	0.2975
b ₆	-6.461	0.6671	-4.979	0.7509	33.81	0.0345
Człon / Term	90 dni / days					
	GC		GC		GC	
	R ² =0.72		R ² =0.77		R ² =0.73	
	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value
b ₁	49.49	<.0001	56.59	<.0001	51.17	<.0001
b ₂	19.55	0.0003	21.45	<.0001	20.45	<.0001
b ₃	23.62	<.0001	37.14	<.0001	30.72	<.0001
b ₄	5.440	0.7630	-29.01	0.1085	3.183	0.8475
b ₅	2.077	0.9082	-41.19	0.0285	2.419	0.8837
b ₆	36.47	0.0573	6.979	0.6872	56.52	0.0034
Człon / Term	365 dni / days					
	GC		BC		KT1	
	R ² =0.74		R ² =0.83		R ² =0.72	
	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value	Wsp. / Coeff.	Wartość p / p-value
b ₁	49.09	<.0001	51.26	<.0001	50.68	<.0001
b ₂	20.67	0.0001	18.99	<.0001	20.44	0.0001
b ₃	23.17	<.0001	32.41	<.0001	30.80	<.0001
b ₄	8.431	0.6222	9.236	0.5141	9.191	0.5909
b ₅	7.153	0.6756	10.80	0.4466	7.056	0.6792
b ₆	37.96	0.0387	35.34	0.0219	55.43	0.0047

Uzyskane wyniki posłużyły do wyznaczenia modeli statystycznych, które mogą opisać wpływ proporcji C, KG i CPM oraz wszystkich możliwych interakcji w układach dwu- i trójskładnikowych, na zmienność każdej badanej odpowiedzi. W proponowanym modelu [równanie [1]] współczynniki członów liniowych reprezentują odpowiedź na punkty graniczne, w których mieszanina składa się z jednego czynnika. Współczynniki członów krzyżowych wskazują na krzyżową płaszczyznę odpowiedzi.

Istotność ustalonych współczynników modelu określono za pomocą testu t-Studenta, który ilustruje interakcję pomiędzy C, CPM i KG na rozptyw mieszanki, czas wypływu mieszanki z V-lejka, granicę plastyczności, lepkość plastyczną i wytrzymałość na ściskanie po 28, 90 i 365 dniach dojrzewania. Człony modeli i wartości p dla członów liniowych i interakcyjnych podano w tablicach 6, 7 i 8. Mniejsza wartość p wskazuje na większe znaczenie odpowiedniego współczynnika modelu. Wynika z tego, że dla rozptywu mieszanki, granicy plastyczności i wytrzymałości na ściskanie w 28,

the increase of CC may be due to their high specific surface area and irregular grains morphology (23). However, an increasing proportion of MP in the binary system with cement increases slump flow. As can be seen from Fig. 5, the slump flow diameter increased from 10 cm for the ternary mixes with MP proportions less than 40% to 34 cm for the ternary mixes with 80% MP. The increase in slump flow diameter can be explained by the higher surface area and the filling effect of fine MP particles (24).

The results of V-funnel time for SCMo mixes made with ternary blend of C, MP and CC are presented in Fig. 6. V-funnel time values were found to be in the range of 2 - 17 seconds for all SCMo mixes. The results reveal that for all used CC, the use of MP in the SCMo mixes enhanced flowability by decreasing V-funnel time. The perusal of the results in Fig. 6 indicates a gradual reduction in the V-funnel flow time values with the increase replacement proportion of all used CC and/or C.

Tablica 9 / Table 9

ANALIZA WARIANCJI

ANALYSIS OF VARIANCE

Rozpływ mieszanki / Slump flow				
Źródło / Source	Stopnie swobody / DF	Suma kwadratów Sum of squares	Średnia kwadratowa / Mean square	Współczynnik F / F ratio
Model	5	2104.3660	420.873	50.2054
Błąd / Error	15	125.7455	8.383	Prawd. / Prob. > F
Suma / Total	20	2230.1114		<.0001
V-lejek / V-funnel				
Źródło / Source	Stopnie swobody / DF	Suma kwadratów / Sum of squares	Średnia kwadratowa / Mean square	Współczynnik F / F ratio
Model	4	60.035002	15.0088	66.6645
Błąd / Error	4	0.900554	0.2251	Prawd. / Prob. > F
Suma / Total	8	60.935556		0.0006
Granica płynięcia / Yield stress				
Źródło / Source	Stopnie swobody / DF	Suma kwadratów Sum of squares	Średnia kwadratowa / Mean square	Współczynnik F / F ratio
Model	5	4901.9836	980.397	5.5013
Błąd / Error	12	2138.5381	178.212	Prawd. / Prob. > F
Suma / Total	17	7040.5217		0.0073
Lepkość plastyczna / Plastic viscosity				
Źródło / Source	Stopnie swobody / DF	Suma kwadratów / Sum of squares	Średnia kwadratowa / Mean square	Współczynnik F / F ratio
Model	5	1.1228699	0.224574	8.2589
Błąd / Error	12	0.3263012	0.027192	Prawd. / Prob. > F
Suma / Total	17	1.4491712		0.0014
28-dniowa wytrzymałość na ściskanie / 28 days compressive strength				
Źródło / Source	Stopnie swobody / DF	Suma kwadratów Sum of squares	Średnia kwadratowa / Mean square	Współczynnik F / F ratio
Model	5	2838.4072	567.681	29.2162
Błąd / Error	15	291.4555	19.430	Prawd. / Prob. > F
Suma / Total	20	3129.8627		<.0001
90-dniowa wytrzymałość na ściskanie / 90 days compressive strength				
Źródło / Source	Stopnie swobody / DF	Suma kwadratów Sum of squares	Średnia kwadratowa / Mean square	Współczynnik F / F ratio
Model	5	1097.0374	219.407	7.8021
Błąd / Error	15	421.8217	28.121	Prawd. / Prob. > F
Suma / Total	20	1518.8591		0.0009
365-dniowa wytrzymałość na ściskanie / 365 days compressive strength				
Źródło / Source	Stopnie swobody / DF	Suma kwadratów Sum of squares	Średnia kwadratowa / Mean square	Współczynnik F / F ratio
Model	5	987.1544	197.431	7.8686
Błąd / Error	15	376.3625	25.091	Prawd. / Prob. > F
Suma / Total	20	1363.5168		0.0008

90 i 365 dniu liniowy wpływ parametrów C, CPM i KG był bardziej istotny statystycznie niż wpływ interakcji C.CPM, C.KG i CPM.KG.

Analiza wariancji, pokazana w tablicy 9, przedstawia modelowe źródła zmienności [model, błąd i skorygowana suma] dla wszystkich modelowanych odpowiedzi. Dla każdego źródła zmienności przypisany stopień swobody DF, suma kwadratów odległości, wartość średnia kwadratowa, która jest sumą kwadratów podzieloną przez jej przypisany DF, współczynnik F, który jest średnią kwadratową modelu podzieloną przez średnią kwadratową błędów oraz Prob>F, który reprezentuje prawdopodobieństwo uzyska-

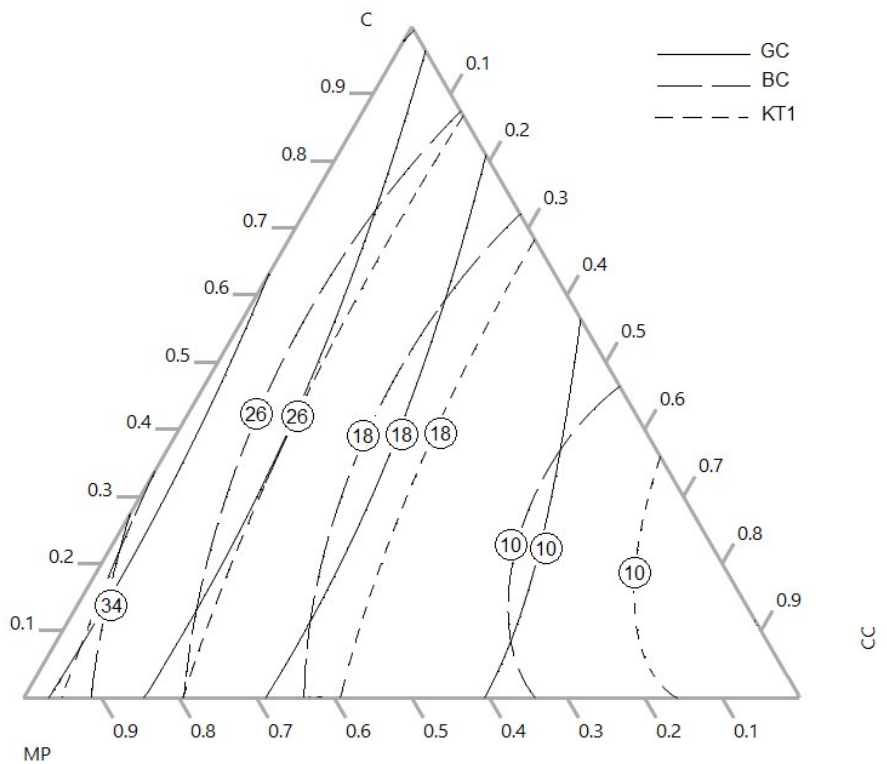
The influence of increasing the combined substitution of MP and CC [for GC, BC and KT1 types] on the yield stress and plastic viscosity can be seen in ternary contour plots in Figs. 7 and 8, respectively. Results show that yield stress and plastic viscosity both increase with increase in MP and/or CC contents. CC are well known for their flocculation effect (25), as a result an increase in CC content in SCM is expected to increase both yield stress and plastic viscosity. However, the increase in both yield stress and plastic viscosity is more pronounced with increase of CC than MP content. Consequently MP can act as a filler to decrease viscosity

nia wartości F większej od jedynki. Z tablicy 9 wynika, że prawdopodobieństwo związane z obliczonym współczynnikiem F dla każdej odpowiedzi jest niewielkie, a wówczas ustalone modele wykazują dobrą istotność.

Wykorzystując ich formuły prognostyczne, wpływ poszczególnych CC [KG, BC i KT1] i CPM na rozptyw mieszanki i czas wypływu mieszanki z V-lejka, wartość plastyczności, lepkość plastyczną i wytrzymałość na ściskanie w 28, 90 i 365 dniu podano w trójskładniowych wykresach konturowych odpowiednio na rys. 5-11.

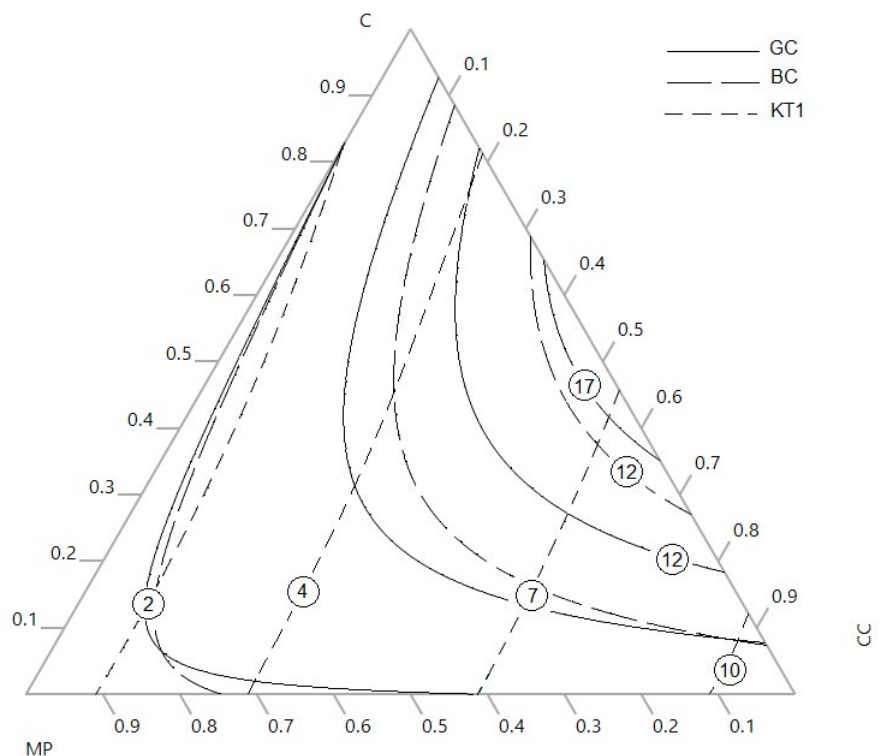
Przedstawiony na rys. 5 wykres konturowy pokazuje wpływ proporcji C, CPM i KG dla trzech zastosowanych KG [KG, BC i KT1] na rozptyw zapraw samozagęszczalnych. Z rysunku tego wynika, że zwiększenie udziału CC w układzie dwuskładnikowym z cementem powodował znaczne zmniejszenie wartości rozptywu mieszanki, niezależnie od rodzaju zastosowanego CC [KG, BC lub KT1]. Na rysunku 5 stwierdzono, że średnica rozptywu mieszanki zmniejszyła się w mieszankach dwuskładnikowych 5%GC, 10%BC, 13%KT1 i 10%MP z 26 cm do 10 cm dla mieszanek dwuskładnikowych 50% KG, 50% BC, 70% KT1 i 10% CPM. Spadek rozptywu mieszanki wynika głównie z dużego zapotrzebowania na wodę glin kalcynowanych w porównaniu z cementem (21, 22). Podano również, że przy tym samym stosunku w/c, zmniejszenie płynności mieszanek zapraw ze wzrostem CC może być spowodowany ich dużą powierzchnią właściwą i nieregularną morfologią ziaren (23). Jednak zwiększający się udział CPM w układzie dwuskładnikowym z cementem powoduje wzrost rozptywu mieszanki. Jak wynika z rys. 5, średnica rozptywu mieszanki wzrosła od 10 cm dla mieszanek trójskładnikowych o udziałach CPM mniejszych niż 40% do 34 cm dla mieszanek trójskładnikowych o proporcjach 80% CPM. Wzrost średnicy rozptywu mieszanki można wytłumaczyć większą powierzchnią i efektem wypełnienia przez drobne cząstki CPM (24).

Wyniki czasu wypłynięcia mieszanki z V-lejka dla mieszanin samozagęszczalnych wykonanych z trójskładnikową mieszanką C, CPM i CC przedstawiono na rys. 6. Stwierdzono, że czasy wypływu mieszanki z V-lejka dla wszystkich mieszanek samozagęszczalnych zawierały się w przedziale 2 - 17 sekund. Wyniki badań wskazują, że dla wszystkich stosowanych CC, użycie CPM w mieszankach samozagęszczalnych poprawiło płynność przez zmniejszenie



Rys. 5. Wykres konturowy dla średnicy rozptywu mieszanki [cm]

Fig. 5. Ternary contour plot for slump diameter [cm]



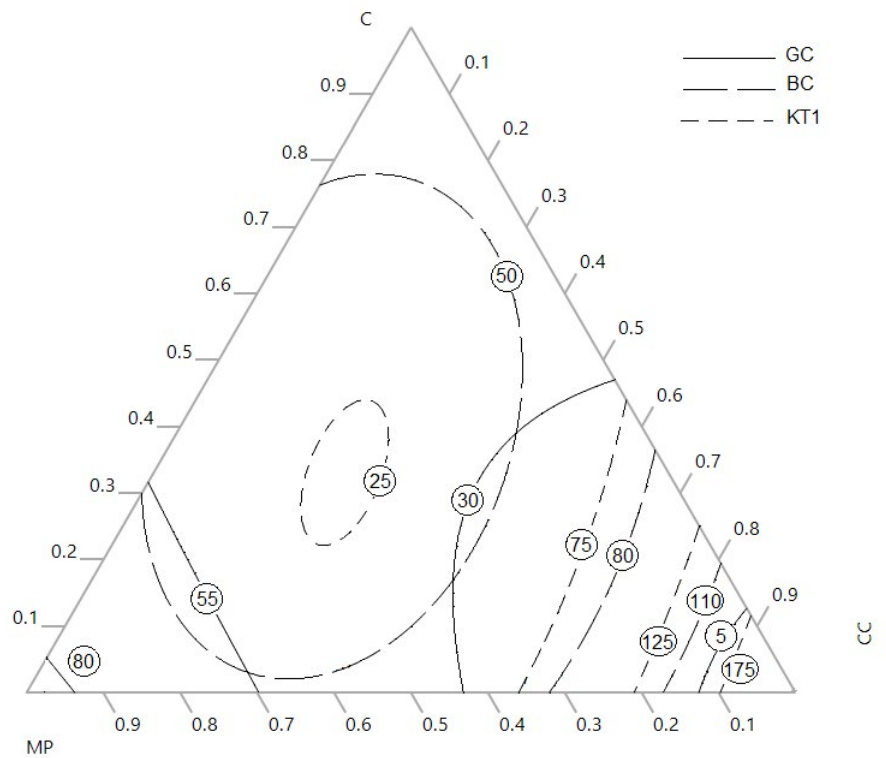
Rys. 6. Wykres konturowy dla czasu wypłynięcia mieszanki z V-lejka [s]

Fig. 6. Ternary contour plot for V-funnel flow time [s]

czasu wypłynięcia mieszanki z V-lejka. Wnikliwa analiza wyników na rys. 6 wskazuje na stopniowe zmniejszanie się czasu wypływu mieszanki z V-lejka wraz ze wzrostem udziału zastępczego wszystkich użytych CC i/lub C.

Wpływ zwiększenia kombinacji podstawienia MP i CC dla typów KG, BC i KT1 na granicę plastyczności i lepkość plastyczną pokazują wykresy konturowe odpowiednio na rys. 7 i 8. Wyniki pokazują, że granica plastyczności i lepkość plastyczna wzrastają wraz ze wzrostem zawartości CPM i/lub CC. CC są znane ze swojego efektu flokulacji (25). W związku z tym oczekuje się, że wzrost zawartości CC w zaprawie zwiększy zarówno granicę plastyczności jak i lepkość plastyczną. Jednak wzrost zarówno granicy plastyczności jak i lepkości plastycznej jest wyraźniejszy ze wzrostem zawartości CC niż CPM. W związku z tym CPM może działać jako wypełniacz w celu zmniejszenia lepkości przy wysokich proporcjach CC. Dlatego też łączony efekt CC i CPM jest bardziej odpowiedni dla zapraw samozagęszczalnych, aby zwiększyć płynność przy jednoczesnym zachowaniu pewnej lepkości dla celów świeżej stabilności. W kilku badaniach wykazano, że efekt synergiczny CC i CPM na hydratację cementu przewyższa efekt CC i CPM stosowanych oddzielnie (26, 27).

Na rysunkach 9, 10 i 11 przedstawiono wykresy konturowe wytrzymałości na ściskanie stwardniałych zapraw zawierających C, CPM i CC odpowiednio po 28, 90 i 365 dniach. Rys. 9 pokazuje, że wytrzymałość na ściskanie zapraw w 28 dniu wykazuje stopniową tendencję wzrostową wraz ze wzrostem ilości CPM w proporcji dwuskładnikowej z różnymi użytymi CC. Wiadomo, że CPM wpływa na właściwości zapraw samozagęszczalnych na dwa sposoby. Po pierwsze, ma działanie wypełniacza, który przyspiesza wytrącanie produktów hydratacji we wczesnym etapie hydratacji (28-30). Po drugie, CPM ma również działanie chemiczne z obecnością węgla wapnia, który hamuje konwersję ettringitu do monosiarczanu (26). Ponadto, obecność CPM może wytwarzać pewną ilość uwodnionych karboglinitów wapnia, które poprawiają wczesną wytrzymałość (31,32). W celu dalszej oceny wpływu GC, BC i KT1 porównano wytrzymałości na ściskanie zapraw z równą zawartością CPM. Z rys. 9 wynika również, że wytrzymałość na ściskanie po 28 dniach dojrzewania zaprawy trójskładnikowej o zawartości 25% KT1, 10% CPM i 65% C wynosiła 40 MPa, czyli była podobna do



Rys. 7. Wykres konturowy dla granicy plastyczności [Pa]

Fig. 7. Ternary contour plot for yield stress [Pa]

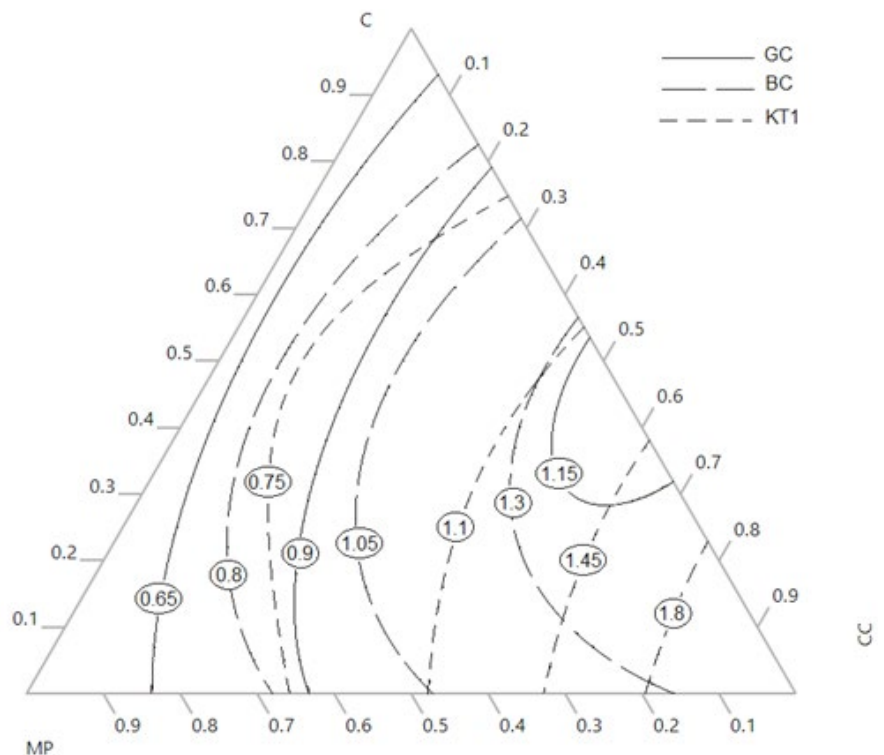


Fig. 8. Ternary contour plot for plastic viscosity [Pa·s]

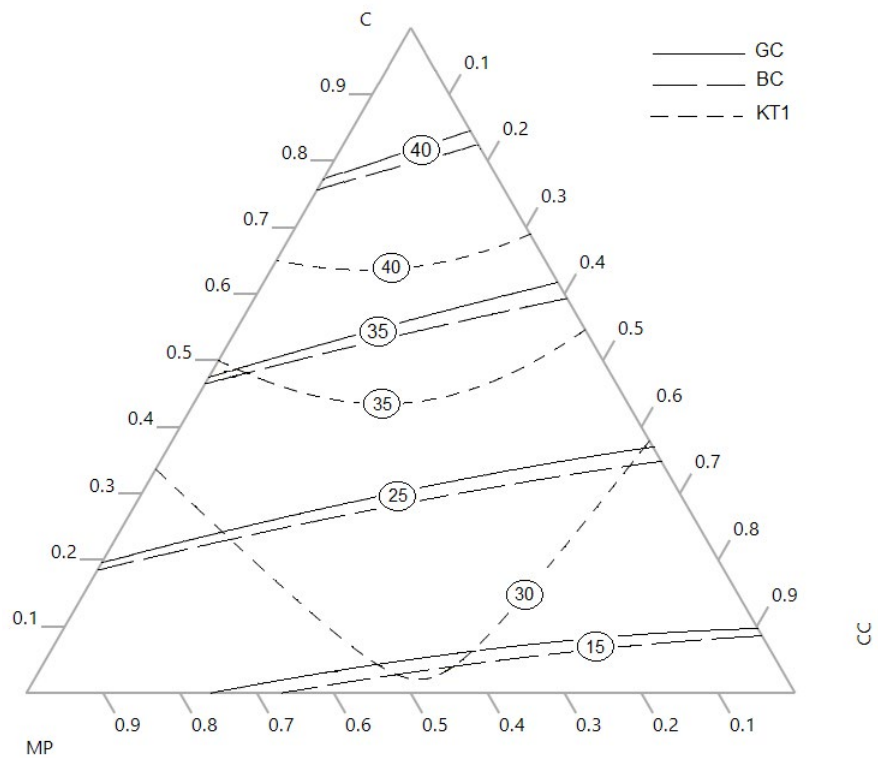
Rys. 8. Wykres konturowy dla lepkości plastycznej [Pa·s]

trójskładnikowych mieszanek o zawartości 10% (KG lub BC), 10% MP i 80% C, co jest możliwe, ponieważ reaktywność KG i BC jest znacznie niższa niż glin KT1. Tendencja ta jest podobna do tej, jaką wykazywał później KT1 dla wytrzymałości na ściskanie po 90 i 365 dniach. Wzrost wytrzymałości na ściskanie zapraw z gliną KT1 może być spowodowany zarówno efektem wypełnienia, jak i rozcieńczenia; pozytywnym czynnikiem może być również reakcja pucolano-wa KT1 z portlandytem w wieku 90 i 365 dni. Tak więc, trójskładnikowy cement z CC i CPM może pozytywnie wpływać na reakcję cementu i ma znaczący pozytywny wpływ na długoterminową trwałość zapraw (33).

4. Wnioski

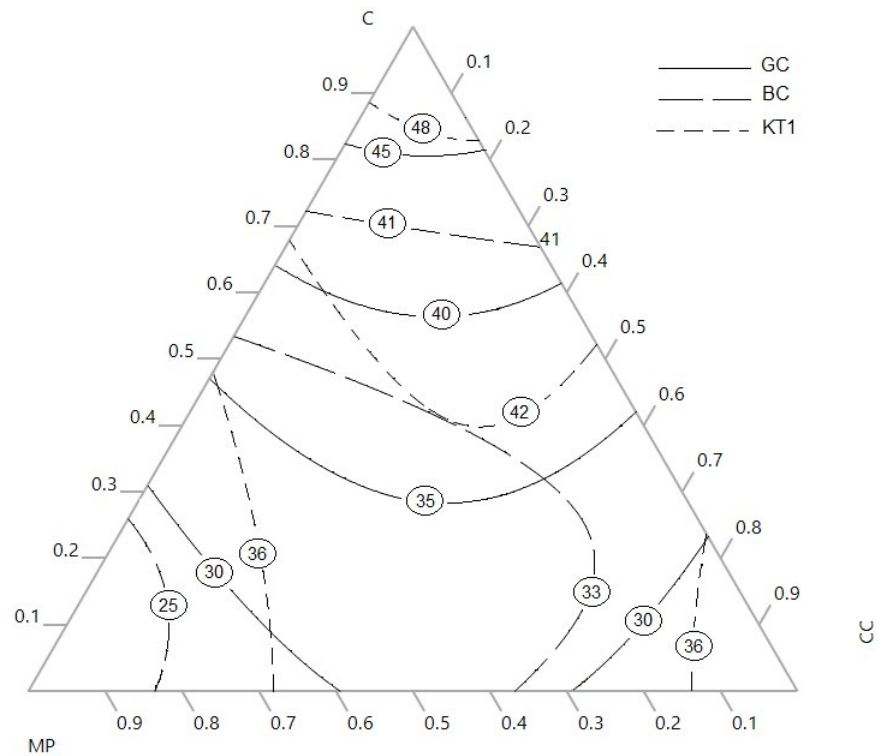
Celem pracy było porównanie właściwości reologicznych i wytrzymałości trójskładnikowych zapraw samozagęszczalnych z cementu [C], pyłu marmurowego [CPM] i kalcynowanych glin CC [KG, BC i KT1] przy zastosowaniu siatkowo-sympleksowej metody projektowania mieszanin. Wyznaczono modele statystyczne do prognozowania wpływu C, MP oraz trzech zastosowanych prażonych glin: KG, BC i KT1 na właściwości mieszanki jak i wytrzymałość trójskładnikowych zapraw samozagęszczalnych. Uzyskane wyniki oceniono, formułując następujące wnioski:

- W mieszankach trójskładnikowych zapraw wraz ze wzrostem udziału CC dla wszystkich zastosowanych CC maleje średnica rozplywu mieszanki i rośnie czas wypływu mieszanki z V-lejka. Zwiększenie udziału CPM poprawia właściwości mieszanki poprzez zwiększenie średnicy jej rozplywu i skrócenie czasu wypływu z V-lejka.
- Granica plastyczności i lepkość plastyczna wzrastały przy zwiększaniu udziału CPM i/lub CC w trój- i/lub dwuskładnikowych mieszankach, przy czym wpływ CC był wyraźniejszy niż MP. Efekt synergii CPM i CC jest bardziej odpowiedni dla mieszanek samozagęszczalnych, aby zachować równowagę pomiędzy dobrą płynnością a wystarczającą lepkością.
- Wytrzymałość na ściskanie zapraw w 28 dniu wykazuje stopniowo rosnącą tendencję wraz ze wzrostem udziału CPM i CC w proporcjach dwuskładnikowych. Wyższą 28-, 90- i 365-dniową wytrzymałość na ściskanie mogą osiągnąć mieszanki z KT1 niż proporcje KG i BC w trójskładnikowych mieszankach.



Rys. 9. Wykres konturowy dla wytrzymałości na ściskanie w 28 dniu [MPa]

Fig. 9. Ternary contour plot for compressive strength at 28 days [MPa]



Rys. 10. Wykres konturowy dla wytrzymałości na ściskanie w 90 dniu [MPa]

Fig. 10. Ternary contour plot for compressive strength at 90 days [MPa]

kach z CPM i C. Poprawę jakości mieszanek dwuskładnikowych i/lub trójskładnikowych z kalcynowaną gliną KT1 można tłumaczyć efektem wypełnienia i reakcją pucolanową KT1 z portlandytem, szczególnie w 90 i 365 dniu.

Podziękowania

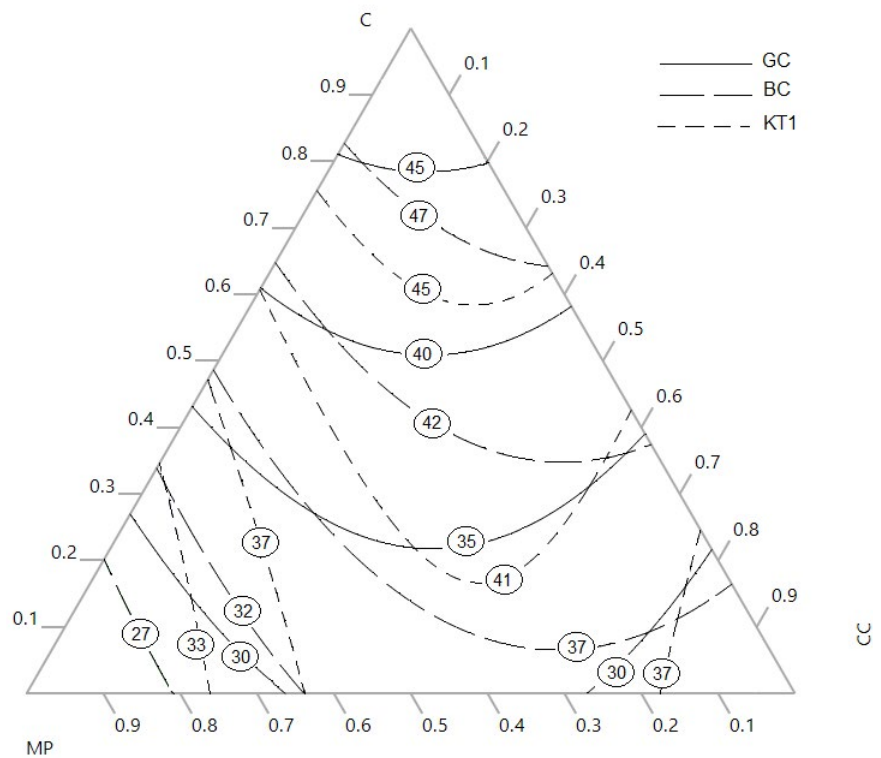
Ten projekt badawczy był wspierany przez Generalną Dyрекcję Badań Naukowych i Rozwoju Technologicznego [DGRRSDT] w ramach Projektu PRFU. Doświadczenia przeprowadzono w laboratoriach SREML, LRGC i LGP na Uniwersytecie Amar Telidji w Laghouat w Algierii. W tym miejscu docenia się pomoc pracowników laboratoriów.

Oświadczenie o konflikcie interesów

W imieniu wszystkich autorów autor korespondujący oświadcza, że nie ma konfliktu interesów.

Literatura/ References

1. J. Yu, H. Wu, L. C. K. Leung, Feasibility of using ultrahigh-volume limestone-calcined clay blend to develop sustainable medium-strength Engineered Cementitious Composites (ECC). *J. Clean. Prod.*, 262, 121343, (2020). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121343>
2. S. Krishnan, S. Bishnoi, A numerical approach for designing composite cements with calcined clay and limestone. *Cem. Concr. Res.*, 138, 106232, (2020). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106232>
3. Y. C. Díaz, S. S. Berriel, U. Heierli, et al., Limestone calcined clay cement as a low-carbon solution to meet expanding cement demand in emerging economies. *Dev. Eng.*, 2, 82-91, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.deveng.2017.06.001>
4. J. Yu, H. Wu, L. D. K., Mishra, G. Li, C. K. Leung, Compressive strength and environmental impact of sustainable blended cement with high-dosage Limestone and Calcined Clay (LC2). *J. Clean. Prod.*, 278, 123616, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123616>
5. K. Scrivener, F. Martirena, S. Bishnoi, S. Maity, Calcined clay limestone cements (LC3). *Cem. Concr. Res.*, 114, 49-56, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.08.017>
6. S. S. Berriel, A. Favier, E. R. Domínguez, I. S. Machado, U. Heierli, K. Scrivener, F. Martirena Hernández, G. Habert, Assessing the environmental and economic potential of Limestone Calcined Clay Cement in Cuba. *J. Clean. Prod.*, 124, 361-369, (2016). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.02.125>
7. Y. Dhandapani, T. Sakthivel, M. Santhanam, R. Gettu, R. G. Pillai, Mechanical properties and durability performance of concretes with Limestone Calcined Clay Cement (LC3). *Cem. Concr. Res.*, 107, 136-151, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.005>
8. B. Lorentz, H. Zhu, D. Mapa, K. A. Riding, A. Zayed, Effect of clay mineralogy, particle size, and chemical admixtures on the rheological properties of CCIL and CCI/II Systems. In *Calcined Clays for Sustain-*



Rys. 11. Wykres konturowy dla wytrzymałości na ściskanie w 365 dniu [MPa]

Fig. 11. Ternary contour plot for compressive strength at 365 days [MPa]

at high CC proportions. Therefore, the combined effect of CC and MP is more suitable for SCM to enhance flowability while keeping certain viscosity for fresh stability purpose. It has been reported in several studies that the synergy effect of CC and MP on cement hydration supersedes that of CC and MP when employed separately (26, 27).

Ternary contour plots in Figs. 9, 10 and 11 show the compressive strengths of hardened SCMo mixtures containing C, MP, and CC at 28, 90, and 365 days, respectively. Fig. 9 shows that compressive strength of SCMo at 28 days exhibit the gradually increasing trend with the increase in MP as binary proportion with different used CC [GC, BC and KT1]. It's well known that MP has two major effects on SCMo mixes. First, it has a filler effect, which accelerates the precipitation of early stage hydration products (28, 29, 30). Second, MP has also a chemical effect with the presence of calcium carbonate which inhibits the conversion of AFt to AFm (26). Moreover, the presence of MP can produce the certain amount of monocarboaluminate, which improve the early strength of SCMo (31, 32). To further evaluate the effect of GC, BC and KT1, the compressive strengths of SCM were compared with equal MP content. It can be also seen from Fig. 9 that the compressive strength at 28 days of ternary SCMo with 25% KT1, 10% MP and 65% C was 40 MPa, which is similar to ternary mixes with 10% [GC or BC], 10% MP and 80% C, that is possibly because the reactivity of GC and BC is much lower than that of KT1 clays. This trend is similar to that exhibited later by KT1 for compressive strengths at 90 and 365 days. The enhancement of compressive strength of SCM with KT1

able Concrete (pp. 211-218). Springer, Singapore. (2020). https://doi.org/10.1007/978-981-15-2806-4_24

9. H. Okamura, M. Ouchi, Self-compacting concrete. *J. of Advanced Concrete Technology*, 1(1), 5-15, (2003).

10. B. Esmailkhanian, K. H. Khayat, O. H. Wallevik, Mix design approach for low-powder self-consolidating concrete: Eco-BSZ—Content optimization and performance. *Mater. Struct.* **50**(2), 1-18, 2017. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-0993-y>

11. M. Karatas, A. Benli, F. Arslan. The effects of kaolin and calcined kaolin on the durability and mechanical properties of self-compacting mortars subjected to high temperatures. *Constr. Build. Mater.* **265**, 120300, (2020). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120300>

12. Z. E. A. Laidani, B. Benabed, R. Abousnina, M. K. Gueddouda, E. H. Kadri, Experimental investigation on effects of calcined bentonite on fresh, strength and durability properties of sustainable self-compacting concrete. *Constr. Build. Mater.* **230**, 117062, (2020). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117062>

13. R. Z. Rakhimov, N. R. Rakhimova, A. R. Gaifullin, V. P. Morozov, Properties of Portland cement pastes enriched with addition of calcined marl. *J. Build. Eng.*, **11**, 30-36, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.job.2017.03.007>

14. T. Danner, G. Norden, H. Justnes, The effect of calcite in the raw clay on the pozzolanic activity of calcined illite and smectite. In *Calcined clays for sustainable concrete* (pp. 131-138). Springer, Singapore, (2020). https://doi.org/10.1007/978-981-15-2806-4_15

15. A. Tironi, M. A. Trezza, A. N. Scian, E. F. Irassar, Assessment of pozzolanic activity of different calcined clays. *Cem. Concr. Comp.* **37**, 319-327, (2013). <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.01.002>

16. A. S. Silva, A. Gameiro, J. Grilo, R. Veiga, A. Velosa, Long-term behavior of lime–metakaolin pastes at ambient temperature and humid curing condition. *Appl. Clay Sci.* **88**, 49-55, (2014). <https://doi.org/10.1016/j.clay.2013.12.016>

17. T. R. Muzenda, P. Hou, S. Kawashima, T. Sui, X. Cheng, , The role of limestone and calcined clay on the rheological properties of LC3. *Cem. Concr. Compos.* **107**, 103516, (2020). <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2020.103516>

18. A. Benli, K. Turk, C. Kina, Influence of silica fume and class F fly ash on mechanical and rheological properties and freeze-thaw durability of self-compacting mortars. *J. Cold Reg. Eng.* **32**(3), 04018009 (2018). [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)CR.1943-5495.000016](https://doi.org/10.1061/(ASCE)CR.1943-5495.000016)

19. M. Sahraoui, T. Bouziani, Effects of fine aggregates types and contents on rheological and fresh properties of BSZ. *J. Build. Eng.* **26**, 100890, (2019). <https://doi.org/10.1016/j.job.2019.100890>

20. EFNARC, Specification and Guidelines for self-compacting concrete, The European Federation of Specialist Construction Chemicals and Concrete Systems, 32p, (2002).

21. Q. D. Nguyen, M. S. H. Khan, A. Castel, Engineering properties of limestone calcined clay concrete. *J. Adv. Concr. Technol.* **16**(8), 343-357, (2018). <https://doi.org/10.3151/jact.16.343>

22. S. M. Mansour, Behavior of self-compacting concrete incorporating calcined pyrophyllite as supplementary cementitious material". *J. Build. Mater. Struct.* **7**(1), 119, (2020). <https://doi.org/10.5281/zenodo.4005645>

23. Y. Cao, Y. Wang, Z. Zhang, Y. Ma, H. Wang, Recent progress of utilization of activated kaolinitic clay in cementitious construction materials. *Comp. B* **211**, 108636, (2021). <https://doi.org/10.1002/adma.202007344>

24. P. Danish, G. M. Ganesh, Study on influence of Metakaolin and waste marble powder on self-compacting concrete—A state of the art review.

clay may be due to the both filling and dilution effects; pozzolanic reaction of KT1 with Portlandite in 90 and 365 days ages may also be a positive factor. Thus, ternary cement with CC and MP can effectively promote the cement reaction and has a significant positive effect on the long-term durability SCM (33).

4. Conclusions

The objective of this study was to comparatively explore the rheological properties and mechanical strength of ternary blended self-compacting mortars with C, MP and CC [GC, BC and KT1] using a simplex-lattice mixture design approach. Statistical models have been established to predict the effect of C, MP and the three used CC [GC, BC and KT1] on fresh and mechanical properties of ternary blended self-compacting mortars mixes. The obtained results were assessed with following conclusions:

- In self-compacting mortars ternary blended mixes, slump flow diameter decreases and V-funnel time increases with the increase of CC proportion for all used CC. While, the increase in MP proportion improve the fresh properties of self-compacting mortars ternary blended mixes by increasing slump flow diameter and decreasing V-funnel flow time.
- Yield stress and plastic viscosity increased when increasing MP and/or CC proportions in self-compacting mortars ternary/ or binary mixes, with more pronounced effect of CC than MP. The synergy effect of MP and CC is more suitable for self-compacting mortars mixes to keep the balance between a good flowability and a sufficient viscosity.
- Compressive strength of self-compacting mortars at 28 days shows a gradually increasing tendency with the increase in MP and CC in binary proportions. Higher 28, 90 and 365 days compressive strength can be reached for self-compacting mortars mixes with KT1 than GC and BC proportions in ternary mixes with MP and C. The improvement of self-compacting mortars binary and/or ternary mixes with KT1 calcined clay can be explained by the filling effect and pozzolanic reaction of KT1 with portlandite, particularly in 90 and 365 days.

Acknowledgements

This research project was supported by the General Directorate of Scientific Research and Technological Development (DGRSDT) through PRFU Project. The experiments were conducted in the SREML, LRGC and LGP laboratories at the University Amar Telidji of Laghouat, Algeria. The assistance of the laboratories staffs is acknowledged here.

Conflict of interest statement

On behalf of all authors, the corresponding author states that there is no conflict of interest.

Mater. Today: Proc. **44**, 1428-1436, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.11.629>

25. Y. Qian, S. Ma, S. Kawashima, De G. Schutter, Rheological characterization of the viscoelastic solid-like properties of fresh cement pastes with nanoclay addition. *Theor. Appl. Fract. Mech.* **103**, 102262, (2019). <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2019.102262>

26. M. Antoni, J. Rossen, F. Martirena, K. Scrivener, "Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone. *Cem. Concr. Res.* **42**(12), 1579-1589, (2012). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.09.006>

27. L. Valentini, L. Mascarin, H. Ez-zaki, M. Bediako, J. M. Marangu, M. Bellotto, Use of waste calcium carbonate in sustainable cement. In *RILEM Spring Convention and Conference* (pp. 11-19). Springer, Cham (2020, March).

28. V. Rahhal, V. Bonavetti, L. Trusilewicz, C. Pedrajas, R. Talero, Role of the filler on Portland cement hydration at early ages. *Constr. Build. Mater.* **27**(1), 82-90, (2012). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.07.021>

29. R. S. Lin, X. Y. Wang, G. Y. Zhang, Effects of quartz powder on the microstructure and key properties of cement paste. *Sustainability* **10**(10), 3369, (2018). <https://doi.org/10.3390/su10103369>

30. A. Barkat, S. Kenai, B. Menadi, E. Kadri, H. Soualhi, Effects of local metakaolin addition on rheological and mechanical performance of self-compacting limestone cement concrete. *J. Adhes. Sci. Technol.* **33**(9), 963-985, (2019). <https://doi.org/10.1080/01694243.2019.1571737>

31. T. Matschei, B. Lothenbach, F. P. Glasser, "The role of calcium carbonate in cement hydration". *Cem. Concr. Res.* **37**(4), 551-558. (2007). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.10.013>

32. F. Avet, R. Snellings, A. A. Diaz, M. B. Haha, K. Scrivener, Development of a new rapid, relevant and reliable (R3) test method to evaluate the pozzolanic reactivity of calcined kaolinitic clays. *Cem. Concr. Res.* **85**, 1-11, (2016). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.10.013>

33. Y. Han, R. Lin, X. Y. Wang, Performance and sustainability of quaternary composite paste comprising limestone, calcined Hwangtoh clay, and granulated blast furnace slag. *J. Build. Eng.* **43**, 102655, (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2021.102655>