

## Wpływ pyłów z kaolinu i z bocznikowania gazów z pieców cementowych na właściwości betonu do prefabrykatów

### Effect of kaolin and cement kiln bypass dusts on the performance of precast concrete

#### 1. Wprowadzenie

Nowe projekty budowlane uległy zwiększeniu w Egipcie w ostatnim czasie. Planuje się budowę nowych osiedli poza obszarem Nilu w celu rozwiązania przeludnienia głównych miast. Realizacja tych projektów będzie wymagała zastosowania konstrukcyjnych elementów betonowych gotowych do zastosowania, w celu skrócenia okresu budowy. W takich przypadkach zastosowanie betonowych elementów prefabrykowanych jest najlepszym rozwiązaniem ze względu na ekonomiczne, środowiskowe i logistyczne zalety (1).

W produkcji prefabrykowanych elementów betonowych stosuje się zwykle przyspieszone warunki obróbki w podwyższonej temperaturze i w wilgotnym środowisku, w celu przyspieszenia twardnienia betonu. Natomiast producenci prefabrykatów dążą do uproszczenia procesu produkcyjnego i zmniejszenia zużycia energii, jednak przy zachowaniu dużych wczesnych wytrzymałości. Można to uzyskać za pomocą szybkotwardniejących cementów, stosując równocześnie dodatki mineralne i domieszki oraz dobrze zaprojektowane mieszanki betonowe. Warunki dojrzewania betonu mogą polegać na zanurzeniu w wodzie, stosowaniu osłon utrzymujących odpowiednią wilgotność elementów betonowych, w miejsce pary.

Większość dodatków mineralnych, zastępujących cement w betonach prefabrykowanych są odpadami przemysłowymi o właściwościach pucolanowych, a mianowicie pył krzemionkowy, popioły lotne i granulowany żużel wielkopiecowy (2-8). Te produkty uboczne nie są dostępne w Egipcie albo ze względów ilościowych albo z braku zasobów. Jest więc celowe zbadanie wpływu innych odpadów, pospolitych w Egipcie, na właściwości prefabrykowanego betonu, co jest celem niniejszej pracy. Wybranymi odpadami jest pył z kaolinu, będący odpadem z procesu jego prażenia dostępny w dużych ilościach oraz pył z bocznikowania gazów z pieców cementowych, które stanowią problem z uwagi na powstawanie dużych ilości w przemyśle cementowym. W pracy sprawdzono także przydatność cementu CEM I 42,5 N do produkcji elementów prefabrykowanych, zamiast cementu szybkotwardniejącego. Równocześnie lepkość mieszanki betonowej powinna być utrzy-

#### 1. Introduction

The construction projects in Egypt are presently intensified. New settlements are planned to be erected outside the Nile area to solve the problem of population density in the capital towns. The realization of these projects requires the availability of construction units ready to use in order to reduce the building time. In this case, precast concrete is suitable because of its economic, environmental and logistic advantages (1).

The preparation of precast concrete elements is commonly carried out through accelerated curing at increasing temperature in moist environments to accelerate hardening. Precast manufacturers tend, however, to simplify the manufacture procedure to save energy, while realizing the target of early strength. This can be achieved through using rapid hardening cement, by adding mineral and organic admixtures, and/or by applying convenient mix designs. The curing conditions are realized by simple immersion in water or by using curing membrane to preserve the humidity of concretes elements instead of steam.

Most mineral additions used as cement replacement in the precast concrete are industrial wastes of latent pozzolanic properties available in the mother countries such as silica fumes, fly ashes and granulated blast furnace slag (2-8). These by-products are not available in Egypt either quantity wise or due to the absence of the respective sources.

It is therefore worth to study the effect of other wastes, common in the country, on the properties of precast concrete which is the subject of this study. The chosen wastes are kaolin dust collected from the calcination process of kaolin abundant in the country and the cement kiln bypass dust which represents a significant problem because of the quantity generated in the cement industry. The present study aims as well to verify the suitability of CEM I 42.5 N available in the market to manufacture precast units instead of using rapid hardening cement. The slump of concrete has to be retained as the mix is transported to construction sites. The effect of the curing methods on the properties of end product is studied.

Tablica 1 / Table 1

## SKŁAD CHEMICZNY CEMENTU I PYŁÓW Z KAOLINU ORAZ Z BOCZNIKOWANIA GAZÓW

## THE CHEMICAL COMPOSITION OF CEMENT, KAOLIN DUST AND CEMENT KILN BYPASS DUST

	SiO <sub>2</sub> %	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	CaO %	MgO %	Na <sub>2</sub> O %	K <sub>2</sub> O %	SO <sub>3</sub> %	LOI %	TiO <sub>2</sub> %	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	Cl %	FI %
<b>CEM I</b>	19.98	4.31	3.70	63.10	2.45	0.71	0.30	2.83	3.88	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
KaD	54.71	32.89	1.25	0.85	0.22	0.10	0.06	0.15	5.20	3.86	0.14	0.06	n.d.
<b>CKBD</b>	6.47	1.62	4.37	57.46	1.50	1.31	2.23	4.03	16.30	0.31	0.07	3.36	18.2

mywana w trakcie jej transportu do miejsca stosowania. Badano także warunki dojrzewania na właściwości elementów betonowych.

## 2. Doświadczenia

Pył z kaolinu [KaD] pochodził z Wytwórni Asfour Refractories Companies w Kairze. CEM I 42,5 N i pył z bocznikowania gazów [CKBD] dostarczyła Grupa Suez Cement z Kairu. Skład chemiczny tych materiałów podano w tablicy 1.

Skład fazowy cementu obliczono z wzorów Bogue'a (9) i wyniósł on 58%, 13%, 5% oraz 11% odpowiednio C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A i C<sub>4</sub>AF. Powierzchnia właściwa Blaine'a i gęstości cementu, pyłów z kaolinu i z bocznikowania gazów wynosiły odpowiednio 3240, 2620, 3160 cm<sup>2</sup>/g oraz 3.15, 2.60 i 2.98 g/cm<sup>3</sup>. Skład fazowy pyłów oznaczono rentgenograficznie. Domieszką był poli(sulfonian nadtalenowy) [PNS], zgodny z rodzajem F według ASTM C 494 (10), o pH 7,23; zawartości części stałych 36,03%, gęstość 1,19 g/cm<sup>3</sup>. Grupy funkcyjne w tej domieszce oznaczono, po jej wysuszeniu w 110°C za pomocą spektroskopii w podczerwieni.

Obok cementu portlandzkiego stosowano w doświadczeniach dwa spoiwa, w których zastąpiono 10% cementu pyłem z kaolinu (CEM I/KaD) i pyłem z bocznikowania gazów (CEM I/CKBD). Zbadano chemiczne i fizyczne właściwości cementów w celu stwierdzenia ich zgodności z normami egipskimi, dotyczącymi betonu. Wyniki tych badań podano w tablicy 2, z których wynika, że CEM I/CKBD nie spełnia wymagań norm w zakresie strat prażenia, inne wymagania są spełnione w przypadku obu spoiw.

W związku z tym, że mieszanka betonowa musi być transportowana na budowę ważne znaczenie ma utrzymanie rozplwy w czasie.

Tablica 2 / Table 2

## CHEMICZNE I FIZYCZNE WŁAŚCIWOŚCI CEMENTÓW, ZGODNIE Z NORMAMI EGIPSKIMI

## CHEMICAL, PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE CEMENTS ACCORDING TO THE EGYPTIAN SPECIFICATIONS

	LOI	IR	SO <sub>3</sub>	Cl	Water Cons.	Set. time In. Fin.	Compressive strength	
							2d	28d
	%				ml	min.	N/mm <sup>2</sup>	
CEM I	3.88	2.04	2.83	0.042	122	160 220	20	47.0
CEM I/ KaD	4.53	2.83	2.53	0.051	130	170 230	17.7	44.4
CEM I/ CKBD	6.5	0.66	3.47	0.048	135	165 225	18.3	45.8
E.S 5325/2006	≤ 5	≤ 5	≤ 3.5	≤ 0.1				
ES 2421-1/2005						≤ 60 min.		
ES 2421-7/2006							≤ 10	≥ 62.5

## 2. Experimental

Kaolin dust (KaD) was provided from Asfour Refractories Companies in Cairo. CEM I 42.5 N and cement kiln bypass (CKBD) dust were supplied from Suez Cement Group, Cairo, Egypt. The oxide composition of the materials was determined by X-ray fluorescence spectrometer AXIOS, WD-XRF Sequential Spectrometer PANalytical. The results are given in Table 1.

The phase composition of CEM I as calculated according to Bogue equations (9) was found to be 58, 13, 5 and 11 for the C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A and C<sub>4</sub>AF phases respectively. The Blaine surface areas and densities of the cement, kaolin dust and cement kiln bypass dust were 3240, 2620, 3160 cm<sup>2</sup>/g and 3.15, 2.60 and 2.98 g/cc respectively.

The phases composing the dusts were identified by means of X-ray diffraction analysis using a Bruker Axs-D8 diffractometer with Cu-K-α radiation (λ=1.542Å) at 40 KV, 30 MA.

A commercial polynaphthalene sulfonate superplasticizers (PNS) conforming to Type F of ASTM C 494 (10) was supplied from the market. Its pH was 7.23, had a solid content of 36.03% and a density of 1.19 g/cc. The functional groups of the admixture were identified on a solid sample obtained from drying the liquid admixtures 24 hours at 110°C then analyzed on Jasco FTIR-4100 instrument in the frequency range of 4000–400 cm<sup>-1</sup>.

The cements used to study the slump behavior and strength performance was CEM I 42.5 N, and two others binders prepared by replacement of 10% of CEM I by kaolin dust (CEM I/KaD) and cement kiln bypass dust (CEM I/CKBD). The chemical, physical and mechanical properties of the cements were tested to specify

Rozpływ zaczynu cementowego mierzono za pomocą ministożka (11), która to metoda okazała się dobrą oceną zachowania rozptywu mieszanki betonowej (12). Stosowano w tym celu miniaturowy stożek z górną wewnętrzną średnicą 19 mm i dolną 38 mm o wysokości 57 mm. Do każdej próby zużywano 400 g cementu, a dodatek superplastifikatora wynosił od 0,1% do 1% masowych cementu, który dodawano do wody zarobowej. Stosunek tej cieczy do cementu wynosił we wszystkich mieszankach 0,35. Stosowano mieszadło mechaniczne o obrotach wynoszących 5000/min. Ciecz dodawano do cementu w 1 litrowej zlewce i od razu mieszano zaczyn mieszadłem o 1000 obrotów/min. Tok mieszania był następujący: 2 minuty mieszania/3 minuty w stanie spoczynku/2 minuty mieszania. Bezpośrednio po zakończeniu mieszania oznaczano początkowy rozpływ; w tym celu wypełniano zaczynem stożek i w ciągu co najwyżej jednej minuty stożek szybko opróżniano, a zaczyn wylewał się na szklaną płytę. Średnicę uzyskanego placka mierzono linijką. Po określeniu wyjściowego rozptywu pozostały zaczyn pozostawał w spoczynku przez 30, 60, i 90 minut w celu stwierdzenia zmian rozptywu w funkcji czasu. Na końcu każdego z tych okresów zaczyn mieszano przez 2 minuty i napełniano nim stożek i powtórnie mierzono średnicę placka.

Kruszywem stosowanym w betonie był piasek krzemionkowy oraz łamany dolomit, o maksymalnej średnicy 20 mm, dostarczony z kamieniołomu Attaqa. Spełniały one egipską normę No. 203-2009. Gęstość kruszywa wynosiła 2,6 g/cm<sup>3</sup>, a nasiąkliwość 1,5% i około 1,8%, odpowiednio piasku i dolomitu. Zawartość siarczanów i chlorków oznaczono stosując ekstrakcję kwasową i stwierdzono, że mieściły się one w dopuszczalnych granicach; <0,4% siarczanów oraz <0,6% i <0,4% chlorków. Skład betonu odniesienia był następujący [w kg/m<sup>3</sup>]: CEM I 500, piasek 780, kruszywo grube 960; stosunek w/c 0,34. Dodatek superplastifikatora wynosił 1,8% w stosunku do masy cementu, aby uzyskać rozpływ 26 cm. Dwie następne mieszanki betonowe przygotowano ze spoiw CEM I/ KaD i CEM I/ CKBD, zachowując ten sam rozpływ, dzięki dodatkowi domieszki wynoszącej odpowiednio 1,8% i 2,6%. Rozpływ utrzymywał się na poziomie 23 cm przez 90 minut.

Z betonu zaformowano kostki o wymiarach 15x15x15 cm z trzech betonów zgodnie z normą egipską (13). Kostki utrzymywano w wilgotnych warunkach przez 12 godzin po czym je rozformowano i podzielono na trzy grupy i przechowywano w następujących warunkach: a) pierwszą grupę w wodzie wodociągowej przez 90 dni, b) drugą grupę w wilgotnych warunkach, pokrywając próbki szczelnie folią plastikową przez 90 dni, c) trzecią grupę poddano działaniu pary niskoprężnej przez 10 godzin, w warunkach pokazanych na rysunku 1. Wytrzymałość na ścislenie próbek z pierwszych dwóch grup zmierzono po różnym czasie, poczynając od 1 dnia do 90 dni; pomiary próbek poddanych działaniu pary wykonano po 2,4,6,8 i 10 godzinach.

Próbki, dojrzewające w wodzie i w wilgotnych warunkach, pokruszone w trakcie oznaczania wytrzymałości po 90 dniach, poddano działaniu mieszaniny acetonu oraz alkoholu metylowego, a następnie przemyto eterem etylowym i wysuszono w 100°C. Przechowywano je w szczelnych pojemnikach i stosowano do badań

their conformity to the Egyptian Specifications needed for concrete (ES 5325/2006, ES 2421-1/2005 and ES 2421-7/2006). The results obtained are shown in Table 2 and indicate that the loss on ignition of CEM I/ CKBD exceeds the permissible value, otherwise all data lay within the specifications.

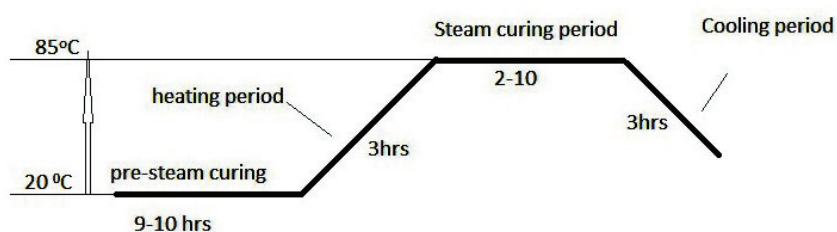
Because the concrete mix has to be transported to the construction site, the slump retention is important. The slump behavior of the cement paste is measured by means of the minislump test (11) which method proved to be a successful indication for the slump retention of concrete (12). A miniature slump cone with an upper inner diameter of 19 mm, a bottom inner diameter of 38 mm, and a height of 57 mm was utilized for this purpose. 400 g of cement was used in each test. 0.1 to 1% by mass of cement of the superplasticizers was added to the mixing water. A liquid/cement ratio of 0.35 was kept constant all over the investigation. A heavy duty mechanical agitator with a maximum rotating capacity of 5000 RPM and glass sheets was used. The mixing liquid was directly added to the cement in 1000 ml beaker and the paste was instantaneously mixed using a rotation capacity of the mixer of 1000 RPM. The mixing regime was as follows: 2 minutes mix/3 minutes stand/2 minutes mix. Directly after the end of mixing, the initial slump was measured by filling the cone with the cement paste and during less than a minute, the cone was quickly emptied through pouring the paste on a glass sheet. The average pat diameter (in mm) was measured by a ruler. After measuring the initial slump, the remaining pastes were left to stand for 30, 60 and 90 minutes to investigate the slump loss with time. At the end of each measuring time, the paste was remixed for 2 minutes, poured in the cone and the average pat diameters were recorded.

The aggregates used in concrete were siliceous sand and crushed dolomite stones, with a maximum nominal size of 20 mm supplied from Attaqa quarry. They complied with the Egyptian code for Materials No. 203-2009. The density of the aggregates was 2.6 g/cc. The water absorption capacity was 1.5, ~1.8 % for the sand and dolomite respectively. The sulfate and chloride contents were determined using the acid extraction methods and were found to be within the permissible values (<0.4% for sulfates and <0.6 and 0.4% for chloride).

The mix concrete composition of the reference concrete made of CEM I was 500 kg cement/m<sup>3</sup> concrete, 780 kg sand and 960 kg coarse aggregates, and a w/c ratio of 0.34. 1.8% by mass of cement of the superplasticizer was added to the mix in order to attain a slump of 26 cm. Two other concrete mixes were prepared using CEM I/ KaD and CEM I/ CKBD keeping the same slump of the reference mix by adding 1.8 and 2.6% of the admixture respectively. The slump was well retained to 23 cm after 90 minutes.

15x15x15 cm cubes were cast from the three mixes according to the specifications (13). The concrete cubes were kept humid, demolded after 12 hours then divided into three sets to apply the following curing conditions: a) the first set was immersed in tap water for 90 days b) the second set was cured humid through covering the samples tightly with a plastic sheet for the same pe-





Rys.1. Warunki obróbki próbek betonowych parą

Fig. 1. The regime followed in steam curing the concrete cubes

rentgenowskich oraz obserwacji pod skaningowym mikroskopem elektronowym.

### 3. Wyniki

Na rysunku 2 pokazano rentgenogram pyłu kaolinowego [KaD], którego głównym składnikiem był kwarc [Q], w małej ilości kaolinit [K] i ślady hematytu [He]. Małe podniesienie tła w zakresie kąta  $2\theta$  20° do 30° wskazuje na obecność bezpostaciowej fazy w próbce. Na rentgenogramie pyłu z bocznikowania gazów piecowych [CKBD] występują refleksy kalcytu [Cc] jako głównego składnika, a następnie portlandytu [CH] [rysunek 3]. Słabe refleksy dają skażeń [F], anhydryt [An], halit [Ha], kwarc [Q] oraz fazy klinkierowe.

Na rysunku 4 pokazano widmo w podczerwieni poli (sulfonianu naftalenowego). Pasma w 3428 i 1599  $\text{cm}^{-1}$  odpowiadają wibracjom rozciągającym i zginającym cząsteczek wody. Pierścienie aromatyczne dają wibracje w zakresie częstotliwości 1599-1444  $\text{cm}^{-1}$ . Grupa alkiolosulfonowa daje pasma przy  $\sim 1357$   $\text{cm}^{-1}$  i  $\sim 1184$   $\text{cm}^{-1}$ . Jony siarczanowe oraz grupa S=O dają pasma przy  $\sim 1117$  i 1034  $\text{cm}^{-1}$ , natomiast pasmo  $\sim 617$   $\text{cm}^{-1}$  jest związane z podstawieniem pierścieniowym.

Wyniki badań rozplywu metodą ministożka zaczynów CEM I, CEM I/ KaD and CEM I/ CKBD pokazano na rysunku 5(a-c). Z rysunku 5a wynika, że płynność zaczynu z CEM I pojawia się już przy dodatku domieszki wynoszącej 0,3%, który daje rozplyw około 90 mm. Rozplyw ten ulega zwiększeniu w przypadku większego dodatku domieszki do około 180 mm przy dodatku 1%, a ulega zmniejszeniu o 15% po 90 minutach.

CEM I/KaD wykazuje lepszą płynność początkową i to z mniejszym dodatkiem domieszki [rysunek 5b]: przy dodatku 1% początkowy rozplyw wynosi 150 mm i spada do 120 mm, po 90 minutach. Zaczyn ze spoiwa CEM I/CKBD wymaga większego dodatku domieszki do osiągnięcia początku

riod of time c) the third set was steam cured for 10 hours according to the regime shown in Fig. 1. The compressive strength of the first two sets of cubes was measured at different time intervals starting from 1 day and up to 90 days; testing of the steam cured specimens were performed after 2, 4, 6, 8 and 10 hours.

After crushing the 90-days samples during the compressive strength test, chosen specimens cured in water and under humid conditions were treated with a mixture of acetone and methyl alcohol to stop the hydration. They were washed with diethyl ether, dried at 100°C, kept in well stored bottles then analyzed by X-ray diffraction and examined on a Quanta 250 FEG scanning electron microscope.

### 3. Results

Fig. 2 illustrates the mineral composition of the kaolin dust (KaD), which contains quartz (Q) as a main component beside a low amount of kaolinite (K) and traces of hematite (He). A small halo is seen in the region of two theta 20 to 30° and indicates low content of an amorphous phase in the sample.

The X-ray diffraction patterns of the cement kiln bypass dust (CKBD) show peaks of calcite (Cc) as main constituent, then

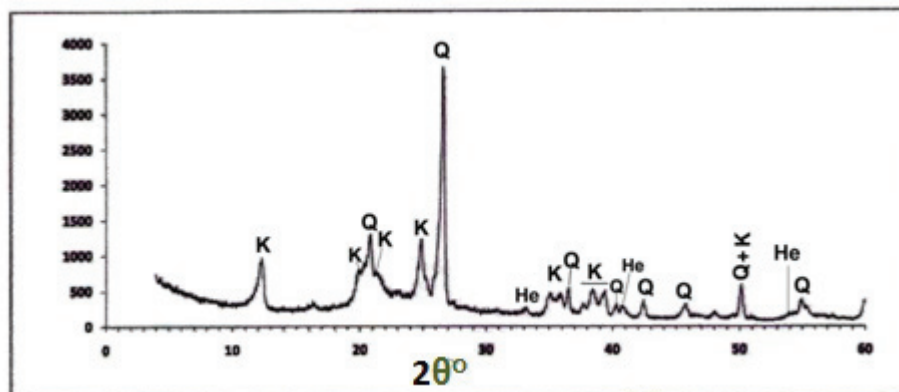


Fig. 2. The X-ray diffraction patterns of kaolin dust [KaD]

Rys. 2. Rentgenogram pyłu kaolinitowego [KaD]

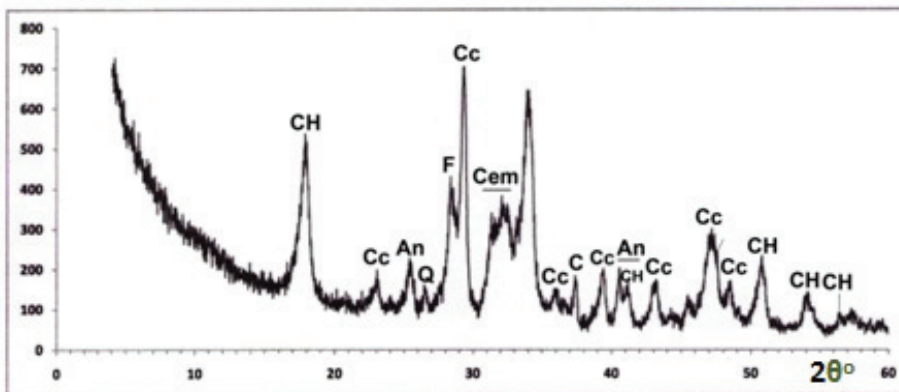


Fig. 3. The X-ray diffraction patterns of the cement kiln bypass dust [CKBD]

Rys. 3. Rentgenogram pyłu z bocznikowania gazów z pieca cementowego [CKBD]

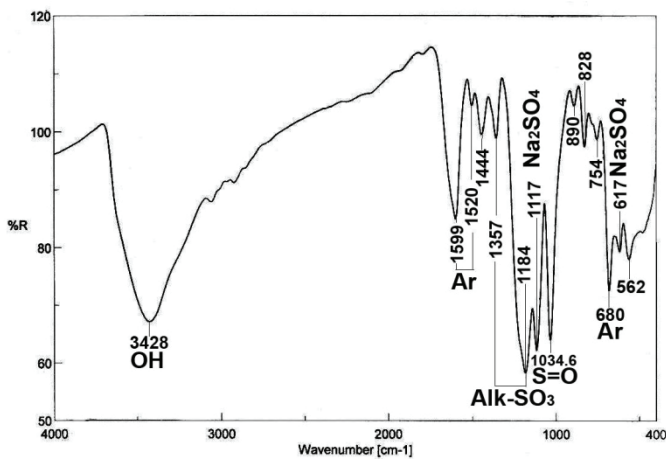


Fig. 4. The infrared spectra of the polynaphthalene sulfonate superplasticizer

Rys. 4. Widmo w podczerwieni poli(sulfonianu naftalenowego)

rozplywu, a mianowicie 0,4% i rośnie ze zwiększeniem ilości domieszki [rysunek 5c]. Zmniejsza on się jednak szybko z czasem, o 25% przy dodatku 2%.

Wytrzymałość na ściskanie kostek dojrzewających w różnych warunkach zamieszczono na rysunku 6a-6c. Wyniki te pokazują, że dojrzewanie w wodzie zapewnia największą wytrzymałość betonowych próbek odniesienia, mianowicie 52, 66 i 76 MPa odpowiednio po 2, 28 i 90 dniach [rysunek 6a]. Próbki ze spoiwa CEM I/KaD osiągnęły 45, 63 i 71 MPa po tych samych okresach twardnienia, a beton ze spoiwa CEM I/CKBD miał 46 MPa po 2 dniach, jednak przyrost wytrzymałości był mniejszy od próbek odniesienia i po 28 oraz 90 dniach wyniósł odpowiednio 60 i 67 MPa.

Próbki odniesienia dojrzewające w wilgotnych warunkach osiągnęły 49 MPa, a więc założoną wielkość. Wytrzymałość tych próbek wzrosła do 63,5 i 70 MPa po 28 oraz 90 dniach [rysunek 6b]. Wytrzymałość próbek z kaolinem była mniejsza o około 10% i wyniosła 44,5; 60 i 67 MPa. Próbki z pyłem z bocznikowania gazów piecowych, dojrzewające w wilgotnych warunkach osiągnęły wytrzymałość zbliżoną do tych z pyłem kaolinowym, mianowicie 47, 60 i 65 MPa, po tych samych okresach twardnienia.

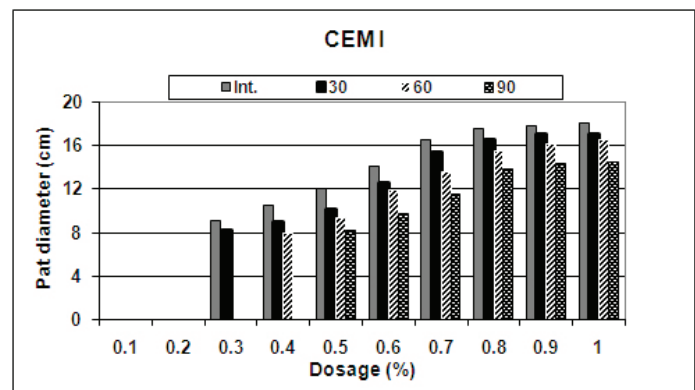
Dojrzewanie w parze próbek odniesienia i z pyłem kaolinowym zapewniło wytrzymałość zakładaną, wynoszącą 45 MPa po 10 godzinach [rysunek 6c]. Jednak w przypadku próbek z pyłem z bocznikowania gazów wystąpił znaczny spadek wytrzymałości, o około 33%.

Mikrostrukturę próbek betonowych po 90 dniach twardnienia pokazano na rysunkach 7a – 7d. Mikrostruktura próbki odniesienia była bardzo zwarta [rysunek 7a]; próbka ze spoiwa z pyłem kaolinowym zawierała niezhidratyzowane cząstki [rysunek 7b]. Próbki uzyskane ze spoiwa z pyłem z bocznikowania gazów i dojrzewające w wodzie zawierają kryształy portlandytu i igły ettringitu [rysunek 7c]. Dojrzewanie tych próbek w wilgotnych warunkach daje zwartą mikrostrukturę, bez widocznych kryształów, która zapowiada większą wytrzymałość [rysunek 7d]. Trzeba podkreślić, że rentgenogramy tych próbek nie wykazały znaczniejszych różnic w ich składzie fazowym.

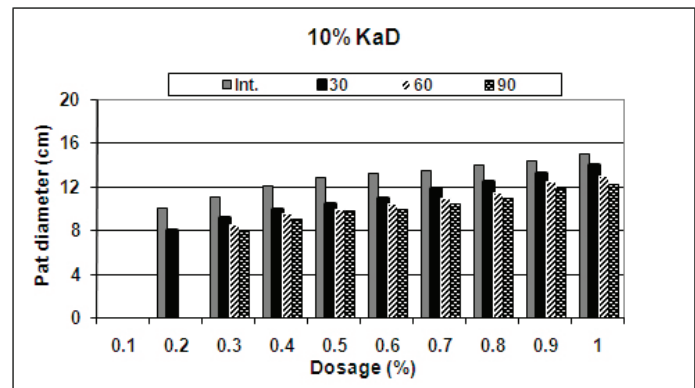
portlandite (CH) (Fig. 3). Some feldspar (F), anhydrite (An), halite (Ha), quartz (Q) and clinker phases are detected in the sample.

Fig. 4 presents the infrared spectrogram of the polynaphthalene sulfonate admixture. The bands seen at 3428 and 1599  $\text{cm}^{-1}$  correspond to the stretching and bending vibrations of molecular water. The aromatic rings are indicated by vibrations in the frequency range of 1599-1444  $\text{cm}^{-1}$ . The alkyl sulfonate appears at  $\sim 1357 \text{ cm}^{-1}$  and  $\sim 1184 \text{ cm}^{-1}$ . The sulfate ions / S=O group are observed at  $\sim 1117$  and  $1034 \text{ cm}^{-1}$ . The band appearing at  $\sim 617 \text{ cm}^{-1}$  is assigned to a substituted ring system.

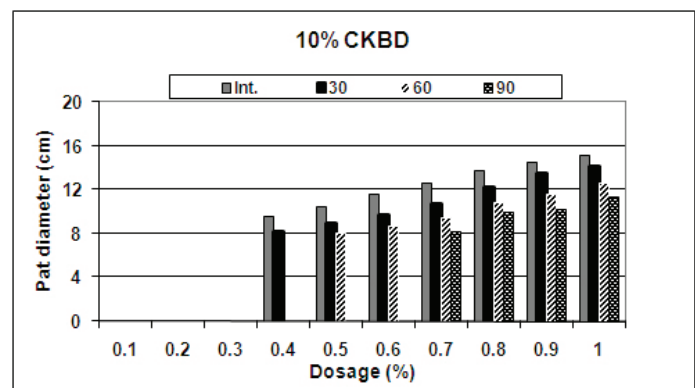
The results of the minislump test of CEM I, CEM I/ KaD and CEM I/ CKBD are shown in Fig. 5 (a – c). It is clear from Fig. 5 a, that



a



b



c

Fig. 5. The minislump behavior of a) CEM I 42.5 N, b) CEM I 42.5 N with 10% KaD c) CEM I 42.5 N with 10% CKBD

Rys. 5. Rozplyw zaczynów mierzony ministożkiem: a) CEM I 42.5 N, b) CEM I 42.5 N z 10% KaD c) CEM I 42.5 N z 10% CKBD

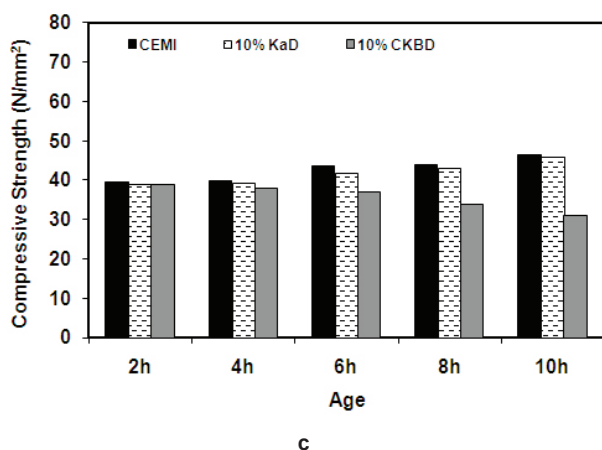
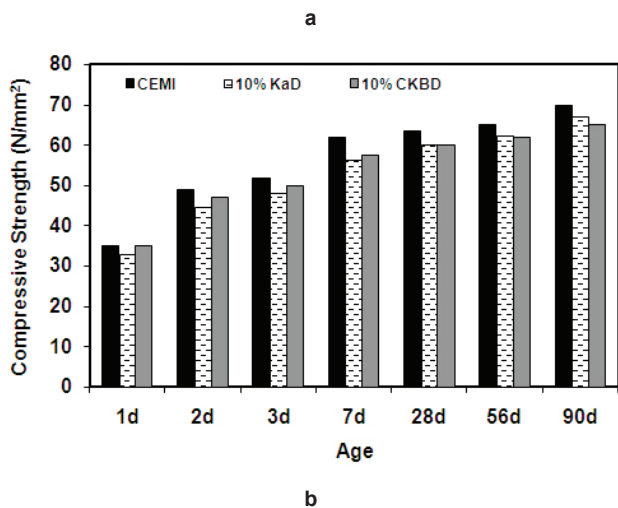
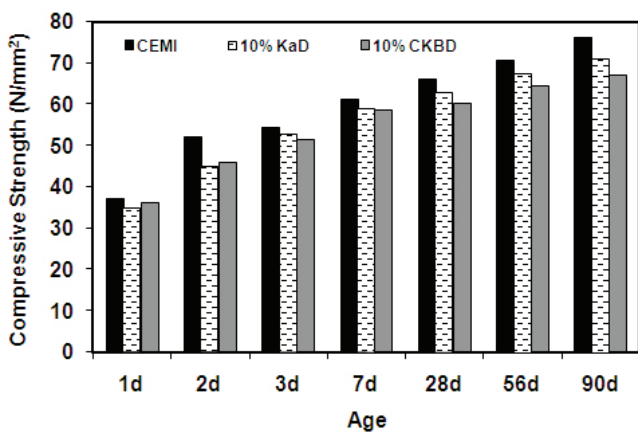


Fig. 6. The compressive strength of concrete samples a) cured in water, b) cured in humid conditions c) steam cured.

Rys. 6. Wytrzymałość na ściskanie betonowych próbek dojrzewających: a) w wodzie, b) w wilgotnych warunkach, c) w parze.

#### 4. Omówienie wyników

Otrzymane wyniki wykazują, że CEM I 42,5 N o powierzchni właściwej 325 m<sup>2</sup>/kg, pospolity na rynku egipskim, nadaje się do wytwarzania prefabrykowanych elementów betonowych o dużej wczesnej wytrzymałości, wynoszącej co najmniej 45 MPa po 2 dniach. Wytrzymałość na ściskanie próbek twardniejących w wodzie wyniosła 52 MPa, a wzrosła do 66 MPa po 28 dniach. Ten poziom wytrzymałości uzyskano przez dobór odpowiedniego składu betonu i zastosowanie skutecznego superplastyfikatora,

the fluidity of CEM I start at an early dosage of 0.3% with an initial diameter of ~90 mm. This value increases with admixture addition to reach ~180 mm at 1%, and then drops by around 15% after 90 minutes. CEM I/ KaD exhibits a better initial fluidity with lower admixture dosage (Fig. 5 b): At 1% addition the initial value is 150 mm and falls to 120 mm (by ~19%) after 90 minutes. The fluidity of CEM I/ CKBD need a higher dosage of 0.4% to be initiated; but increases with admixture addition (Fig. 5 c). In this case the slump is weakly retained with time and decreases by~ 25% (~110 mm) at a dosage of 1%.

The compressive strength of the cubes cured in water, under humid conditions and in steam environment is illustrated in Fig. 6 (a – c). The results show that curing in water leads to the highest strength of the reference samples namely 52, 66 and 76 N/mm<sup>2</sup> after 2, 28 and 90 days respectively (Fig. 6 a). The specimens made of CEM I/ 10% KaD have lower strength of 45, 63 and 71 N/mm<sup>2</sup> after the same curing period. The strength after 2 days of the cubes with CEM I/ 10% CKBD cured in water is equal to 46 N/mm<sup>2</sup>; the strength development is, however, lower than the references by ~10% and shows values of 60 and 67 N/mm<sup>2</sup> at 28 and 90 days respectively.

Curing in humid conditions is assuring an early strength of 49 N/mm<sup>2</sup> for the reference concrete and realizes the target value. The strength increases to 63.5 and 70 N/mm<sup>2</sup> after 28 and 90 days (Fig. 6 b). The values of the specimens with kaolin dust is lower by ~10% than the corresponding reference and are equal to 44.5, 60 and 67 N/mm<sup>2</sup>. Humid curing of the samples made of cement dust leads to values near to those of the kaolin mix (47, 60 and 65 N/mm<sup>2</sup> at the same hardening period).

The target strength of 45 N/mm<sup>2</sup> was obtained after 10 hours steam curing of the reference concrete specimens and the samples with kaolin dust (Fig. 6 c). In the presence of bypass dust, however, significant drop of ~33% is observed relative to the reference samples.

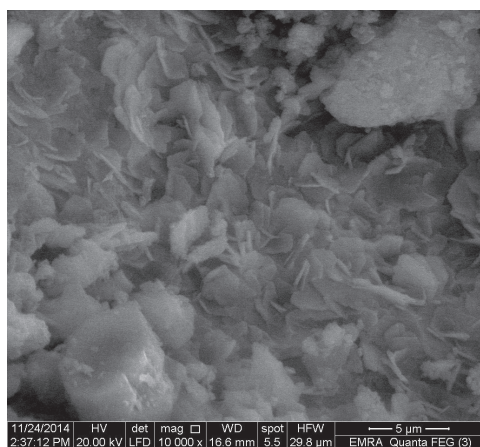
The scanning electron micrographs of the concrete samples after 90 days of hardening are shown in Fig. 7 (a – d). The microstructure of the reference sample is very dense (Fig. 7 a); that made with kaolin dust shows the presence unreacted particles in the microstructure (Fig. 7 b). The sample prepared with bypass dust and cured in water is rich in hexagonal portlandite crystals and needles of ettringite (Fig. 7 c). Curing the concrete with bypass dust under humid conditions leads to a tight surface without visible crystals but with dense microstructure which assures higher strength (Fig. 7 d).

It should be mentioned that the X-ray diffraction patterns of the respective samples did not show any significant differences in the phase composition.

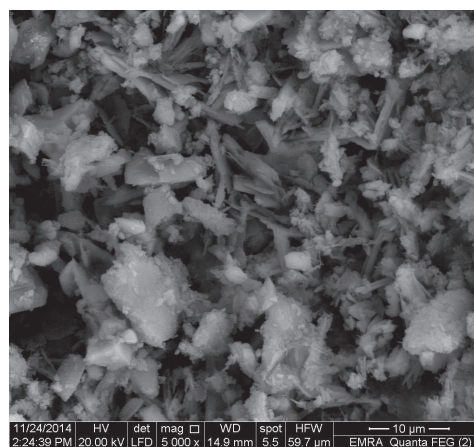
#### 4. Discussion

The experimental results obtained indicate that CEM I 42.5 N with a Blaine surface area of 3250 cm<sup>2</sup>/g, commonly available in the

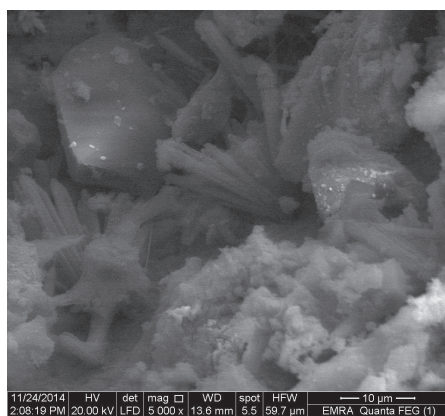




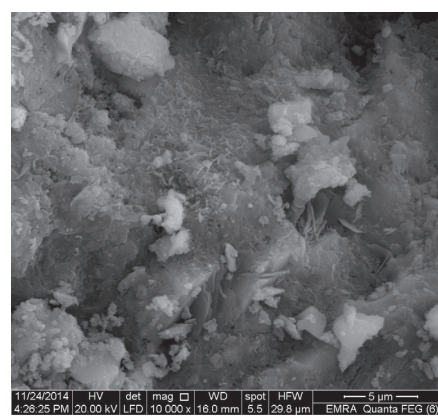
a) SEM of a 90-day concrete specimen made of CEM I cured in water



b) SEM of a 90-day concrete specimen made of CEM I/KaD cured in water



c) SEM of a 90-day concrete specimen made of CEM I/CKBD cured in water



d) SEM of a 90-day concrete specimen made of CEM I/CKBD cured humid

Fig. 7. The scanning electron micrographs of the concrete samples after 90 days of hardening in water: a) CEM I, b) CEM I/KaD, c) CEM I/CKBD and d) cured under humid conditions.

Rys. 7. Mikrostruktura próbek betonowych dojrzewających 90 dni w wodzie: a) CEM I, b) CEM I/KaD, c) CEM I/CKBD i d) dojrzewających w wilgotnych warunkach.

poli(sulfonianu naftalenowego). Uplynnijacy wpływ tej domieszki pozwala na uzyskanie rozplwy wynoszącego 26 cm, przy stosunku w/c równym 0,34, i utrzymanie rozplwy na poziomie 23 cm po 90 minutach. Ten rozplw zapewnia wystarczający okres do transportu mieszanki betonowej i jej ułożenia. To utrzymywanie rozplwy przez superplastyfikator przewidziano wcześniej, w oparciu o pomiary płynności zaczynu za pomocą ministożka. Wcześniejsze oznaczenia pokazały poprawność pomiarów ministożkiem do przewidywania zachowania dobrej lepkości przez mieszankę betonową, w przypadku wybrania określonej domieszki (12, 14-16).

Dojrzewanie próbek w wilgotnych warunkach daje mniejszą wytrzymałość na ściskanie o około 6% od próbek przechowywanych w wodzie, wynoszącą 46 MPa w przypadku próbek odniesienia. Mniejsza wytrzymałość próbek przechowywanych w wilgotnych warunkach [rysunek 8a] jest prawdopodobnie spowodowana przez powstawanie mikropęknięć. Obróbka parą próbki odniesienia daje wytrzymałość 46 MPa po 10 godzinach, jednak po krótszym czasie uzyskuje się znacznie mniejszą wytrzymałość. Są wzmianki o mniejszej wytrzymałości elementów prefabrykowanych po obróbce parą (15). Wysoka temperatura dojrzewania próbek wyno-

Egyptian market, is suitable to manufacture high early strength precast concrete with the compressive strength of 45 N/mm<sup>2</sup> after 2 days. A compressive strength of the samples cured in water was 52 N/mm<sup>2</sup> with a development to 66 N/mm<sup>2</sup> after 28 days. This strength level is obtained by adjusting the mix design and using an efficient superplasticizer of polynaphthalene sulfonate base. The fluidizing effect of this admixture assured reaching a slump of 26 cm at a w/c ratio of 0.34 and fluidity retention of 23 cm after 90 minutes. The slump behavior allows enough time for the concrete mix transport and casting process of concrete. The slump retention capability of the superplasticizer is correctly predicted by the minislump test. Previous results showed the accuracy of the minislump test in indicating the concrete slump retention capability in the case of particular admixture application (12, 14-16).

Humid curing leads to ~6% lower compressive strength of the reference sample compared to those cured in water; it shows a value of 46 N/mm<sup>2</sup> after 2 days. The reason is provided in both curing media. The decrease of the samples strength [Fig. 8a] cured under humid conditions is probably due to microcracks formation. Steam curing of the reference sample leads to the strength of

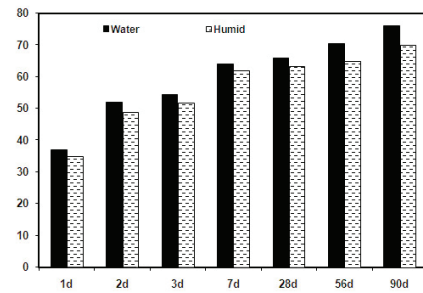
sząca 85°C, zastosowana w tych doświadczeniach może wpływać na właściwości żelu C-S-H, a także prowadzić do opóźnionego powstawania ettringitu (17,18). Przy obróbce cieplnej elementów prefabrykowanych zaleca się nie przekraczać 75°C (19).

Wytrzymałość próbek z pyłem kaolinowym zgadza się dobrze z wytrzymałością próbek odniesienia dojrzewających w wodzie i poddanych obróbce parą. Brak wzrostu wytrzymałości próbek z kaolinem po 90 dniach jest dowodem na słabe właściwości pułolanowe tego dodatku. Równocześnie jednak pył kaolinowy nie zawierał składników, które mogłyby wykazywać szkodliwy wpływ na wytrzymałość. Ich właściwości podane w tabelicy 2 są zgodne z egipskimi przepisami dotyczącymi cementów stosowanych do produkcji betonów. Mikrostruktura badana pod skaningowym mikroskopem elektronowym wykazała niewodnione cząstki w matrycy cementowej. Ten rodzaj dodatków odgrywa rolę wypełniaczy. Jest więc celowe zastępowanie cementu CEM I 42,5N pyłem kaolinowym w betonie do produkcji prefabrykowanych elementów. Spadek wytrzymałości próbek dojrzewających w wodzie i w wilgotnym środowisku pokazano na rysunku 8b.

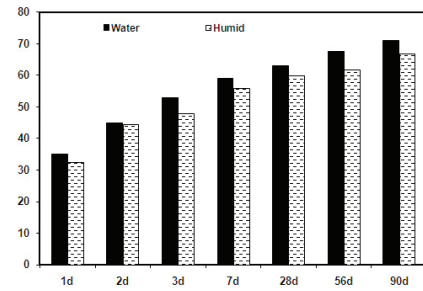
Zastąpienie CEM I pyłem z bocznikowania gazów piecowych ma niekorzystny wpływ na beton poddawany obróbce parą. Cement z tym pyłem nie spełnia wymagań spoiwa stosowanego do produkcji betonu ze względu na straty prażenia [tabela 2]. Mikrostruktura zaczynu wykazuje dużą zawartość ettringitu, w próbce dojrzewającej w wodzie. Jak już wspomniano wcześniej opóźnione powstawanie ettringitu może występować w próbkach betonu poddanych obróbce cieplnej w 85°C. Z drugiej jednak strony obecność jonów chlorkowych w pyłe z bocznikowania gazów wpływa na przyspieszenie hydratacji cementu i na wczesną wytrzymałość betonu. Obserwacje pod skaningowym mikroskopem elektronowym wykazały zwartą mikrostrukturę próbek dojrzewających w wilgotnym środowisku [rysunek 7d]. Wytrzymałość próbek dojrzewających w wodzie i w wilgotnych warunkach pokazano na rysunku 8c.

## 5. Wnioski

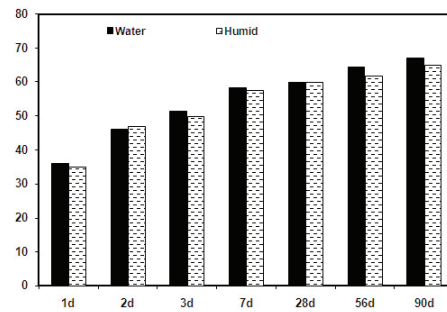
1. CEM I 42.5 N pozwala na uzyskanie po 2 dniach wytrzymałości w zakresie 46-52 MPa prefabrykowanych elementów betonowych, pod warunkiem dobrania odpowiedniego składu mieszanki betonowej i zastosowania skutecznego plastyfikatora.
2. Dużą wczesną wytrzymałość można uzyskać tak w przypadku zastosowania dojrzewania w wodzie jak i w wilgotnym środowisku, lub obróbki cieplnej, trwającej 10 godzin.
3. Zastąpienie 10% CEM I 42,5N pyłem kaolinowym stwarza możliwość uzyskania potrzebnych wytrzymałości, przy maksymalnym ich obniżeniu o 10%, w różnych warunkach dojrzewania. Pył kaolinowy spełnia głównie rolę wypełniacza.
4. Zastąpienie 10% CEM I 42,5N pyłem z bocznikowania gazów z pieca cementowego zmniejsza wytrzymałość betonu o 33% w przypadku obróbki parą, lecz daje dobry wynik gdy stosuje się wilgotne warunki dojrzewania betonu.



a



b



c

Fig. 6. The compressive strength of concrete cured in water and under humid conditions: a) concrete of CEM I 42.5 N, b) of CEM I/KaD, c) of CEM I/CKBD.

Rys. 6. Wytrzymałość na ściskanie próbek betonowych dojrzewających w wodzie i w wilgotnych warunkach: a) beton z CEM I 42,5 N, b) z CEM I/KaD, c) CEM I/CKBD.

46 N/mm<sup>2</sup> after 10 hours hardening but at shorter treatment time, significant lower values are obtained. Steam curing is reported to lead to lower strength values of precast concrete (15). The high temperature curing of 85°C used in the present investigation might have affected the type of C-S-H gel and would tend to DEF phenomena (17-18). The maximum heat treatment of precast concrete is advised to be 75°C (19).

The strength presented by the specimens with kaolin dust accords well with those of the reference samples cured in water and under steam. The lack of strength development in the concrete samples with kaolin dust after 90 days is the proof of the weak pozzolanic properties of this additive. However, the kaolin dust particles do not consist of harmful elements which would affect the strength adversely. The testing procedures show its compliance with the specifications of cement needed to be used in concrete (Table 2). The SEM micrograph of the water cured sample illustrates the



## Literatura / References

1. B. Vollenweider, Various Methods of Accelerated Curing for Precast Concrete Applications, and Their Impact on Short and Long Term Compressive Strength : Concrete Technology. CE 241, Paper 1, 2004.
3. S. Fathollah, Effect of curing regime and temperature on the compressive strength of cement-slag mortars. *Concr. Build. Mat.* **36**, 549-556 (2012).
4. D. Ho, C. Chua, C. Tam, Steam-cured concrete incorporating mineral admixtures. *Cem. Concr. Res.*, **31**, 4, 519–27 (2003).
5. L. Baoju, X. Youjun, L. Jian, Influence of steam curing on the compressive strength of concrete containing supplementary cementing materials. *Cem. Concr. Res.*, **35**, 994–998 (2005).
6. N. Yazdani, F. ASCE, M. Filsaime, T. Manzur, Effect of steam curing on concrete piles with silica fume. *Inter. J. Concr. Struct. Mat.*, **4**, 1, 9-15 (2010).
7. H. B. Toutanji, Z. Bayasi, Effect of curing procedures on properties of silica fume concrete . *Cem. Concr. Res.*, **29**, 497–501 (1999).
8. H. Yazici, S. Aydin, H. Yigiter, B. Baradan, Effect of steam curing on class C high-volume fly ash concrete mixtures *Cem. Concr. Res.*, **35**, 1122–1127 (2005).
9. R. H. Bogue, Calculation of the compounds in Portland cement. *Industrial and Engineering Chemistry Analytical Edition*, **1**, 4, 192-197 (1929).
10. ASTM C494. Standard Specification for Chemical Admixtures for Concrete. ASTM International West Conshohocken, PA; 2004.
11. D. L. Kantro, Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste: A miniature slump test: Skokie, Ill. Portland Cement Association, 1982.
12. H. Y. Ghorab, A. M. Sharaky, A. S. Meawad, H. Salah, The minislump of the cement pastes with polynaphthalene sulfonate as indicator for the slump behavior of concrete. *Cement Wapno Beton*, **82**, 3, 162 (2015).
13. BS EN 12390:2000, Testing hardened concrete. Compressive strength. Specification for testing machines.
14. Z. G. Abdel All, Chemical and applied studies on the compatibility of inorganic cements with superplasticizers. M.Sc. Thesis, Cairo University 2009.
15. H. Y. Ghorab, I. M. Kenawi, Z. G. Abdel All, The compatibility between the superplasticizers and Portland cements. *Superplasticizer - Cement Interaction*. Monograph. LAP LAMBERT Academic Publishing 2011.
16. H. Y. Ghorab, I. M. Kenawi, Z. G. Abdel All, Interaction between cements and superplasticizers. *Materiales de Construcción*, **62**, 307, 359-380 (2012).
17. M. D. A. Thomas, T. Ramlochan, Field cases of delayed ettringite formation, 85-97, Proceedings PRO 35 of the International RILEM TC 186- ISA Workshop, Switzerland 2002.
18. L. Divet, A. Pavoine: Delayed ettringite formation in massive concrete structures and account of some studies of degraded bridges, 98-126, Proceedings PRO 35 of the International RILEM TC 186- ISA Workshop, Switzerland 2002.
19. D. Heinz, U. Ludwig, Mechanisms of secondary ettringite formation in mortars and concretes subjected to heat treatment, *Concr. Durab. Dig. ACI SP-100*, 2059– 2065, 1987.

presence of anhydrous particles, filling the matrix. This type of dust acts successfully as filler. Replacement of CEM I 42.5N by kaolin dust is therefore suitable for use in precast concrete element. The decrease in the strength of the samples cured under humid conditions in comparison to water curing is shown in Fig. 8 b.

Replacement of CEM I by cement kiln bypass dust is harmful in concrete subjected to steam curing. The cement with bypass dust does not fulfill the specification of the binder used in concrete with respect to its loss on ignition (Table 2). The SEM micrograph shows crystalline products particularly rich in ettringite in the water cured sample. As previously mentioned, the DEF phenomena is expected to occur in concrete specimens heat treated at 85°C. However, on the other side the content of chlorine in the bypass dust shows a positive effect on the acceleration of the hydration process leading to early strength values. The SEM micrograph of the humid cured sample proves a tight microstructure (Fig. 7 d). The decrease in the strength of the samples cured in water and under humid conditions is illustrated in Fig. 8 c.

## 5. Conclusions

1. CEM I 42.5 N can assure the early strength of 46-52 N/mm<sup>2</sup> after 2 days in the case of precast concrete elements production by adjusting the mix design and using an effective superplastizer.
2. The high early strength can be obtained by traditional curing in water, also under humid conditions or after 10 hours maturing in steam.
3. Replacement of 10% of CEM I 42.5 N by kaolin dust gives the possibility to obtain the required strength with a maximum of its 10% reduction, under the different curing conditions. Kaolin dust acts mainly as filler.
4. Replacement of 10% of CEM I 42.5 N by cement kiln bypass dust lowers the strength of concrete by ~33% in the case of steam curing but performs well when the humid curing of the samples is applied.