

dr inż. Bogdan Langier¹⁾

ORCID: 0000-0001-5143-6013

dr inż. Jacek Halbiniak¹⁾

ORCID: 0000-0002-2299-5913

dr hab. inż. Izabela Major, prof. PCz^{1)*}

ORCID: 0000-0003-1234-9317

Analysis of the use of recycled limestone flour for cement-lime binders and mortars

Analiza zastosowania recyklingowej mączki wapiennej do spoiw i zapraw cementowo-wapiennych

DOI: 10.15199/33.2024.11.06

Abstract. The article analyzes the possibility of using limestone flour obtained from post-demolition limestone for cement-lime binders and mortars. The CEM I 52.5R cement binder was used for the tests, which was replaced with recycled limestone flour in amounts from 6 to 50% in accordance with the adopted research program. Based on selected cement binders modified with the addition of flour in the amount of 25, 40 and 50%, cement-lime mortars (CW) were prepared, on which, among others, strength tests were carried out. The obtained test results allowed for the design of the quantitative composition of CW mortars in classes M10, M5 and M2.5.

Keywords: limestone flour; cement-lime mortar; recycling.

Streszczenie. W artykule poddano analizie możliwość zastosowania mączki wapiennej, uzyskanej z porzbiórkowego kamienia wapiennego, do spoiw i zapraw cementowo-wapiennych. Do badań użyto spoiwa cementowego CEM I 52,5R, które zastępowano recyklingową mączką wapienną w ilości 6 – 50% zgodnie z przyjętym programem badań. Na bazie wytypowanych spoiw cementowych modyfikowanych dodatkiem mączki w ilości 25, 40 oraz 50% przygotowano zaprawy cementowo-wapienne (CW), na których przeprowadzono m.in. badania wytrzymałościowe. Uzyskane wyniki badań pozwoliły na zaprojektowanie ilościowego składu zapraw CW w klasach M10, M5 oraz M2,5.

Słowa kluczowe: mączka wapienna; zaprawa cementowo-wapienna; recykling.

Demolition work is a significant part of industrial construction activities. More than 34% of the waste generated in Europe comes from the construction sector, each year generating more than 900 million tonnes of waste, diverse in terms of materials. This is associated with major problems with their management and recycling. [1]. The depletion of natural resources is another major problem in the construction sector. According to [2], sand is the second most sought-after natural resource after water. It should be noted that all natural minerals from which Portland clinker is produced are drastically dwindling. Producing 1 tonne of Portland clinker is an average of 870 kg of carbon dioxide released, and the cement industry is responsible for around 5 to 8% of greenhouse gas emissions. According to the International Energy Agency (IEA), approximately 4,000 million tonnes of cement are produced annually and production is expected to increase by 12 – 23% over the next 25 years [3, 4].

Additives in the form of blast furnace slag, siliceous and lime fly ash, silica dust, burnt shale and limestone are commonly used in cements, leading to cements with additional properties that CEM I Portland cement does not have. This leads to a reduction in the carbon footprint and costs of cement production, as well as a reduction in energy and fuel

Prace rozbiórkowe to znaczna część przemysłowej działalności budowlanej. W Europie ponad 34% wytwarzanych odpadów pochodzi z sektora budowlanego, co powoduje powstawanie rocznie ponad 900 mln ton odpadów różnorodnych pod względem materiałowym. Wiąże się z tym duże problemy z ich zagospodarowaniem oraz recyklingiem [1]. Kończące się zasoby naturalne to kolejny poważny problem w sektorze budowlanym. Z [2] wynika, że piasek jest drugim po wodzie najbardziej poszukiwanym zasobem naturalnym. Należy także zwrócić uwagę, że wszelkie kopaliny naturalne, z których produkuje się klinkier portlandzki, drastycznie się kurczą. Wyprodukowanie tony klinkieru portlandzkiego to średnio 870 kg uwolnionego dwutlenku węgla, a przemysł cementowy odpowiada za 5 – 8% emisji gazów cieplarnianych. Zgodnie z Międzynarodową Agencją Energetyczną (IEA) rocznie produkuje się ok. 4000 mln ton cementu, a przez następne 25 lat produkcja ma się zwiększyć o 12 – 23% [3, 4].

Powszechnie do cementów stosuje się dodatki w postaci żuźla wielkopiecowego, popiołów lotnych krzemionkowych i wapiennych, pyłów krzemionkowych, łupków palonych, wapienia, co prowadzi do uzyskiwania cementów o dodatkowych właściwościach, których nie ma cement portlandzki CEM I. Prowadzi to do obniżenia emisyjności i kosztów produkcji cementu oraz zmniejszenia zużycia energii i paliw oraz wpisuje się w zrównoważony rozwój. Konieczne jest zatem połączenie niskoemisyjnej produkcji cementu z wykorzystaniem odpadów poprodukcyjnych. W literaturze znajduje się różnego

¹⁾ Politechnika Częstochowska, Wydział Budownictwa

* Correspondence address: izabela.major@pcz.pl

consumption, and is in line with sustainable development. It is therefore necessary to combine low-carbon cement production with the use of production waste. Various types of additives derived from production waste, which can be successfully used as partial replacements for Portland clinker, can be found in the literature. Such additives include, for example, ceramic waste, glass cullet, etc. [5, 6].

Among others, limestone in the form of limestone powders or limestone slurry produced by the paper industry, which is a by-product consisting mainly of calcium carbonate, is used as an additive in multi-component cements. Limestone is the raw material that is most commonly used to grind Portland clinker with gypsum and possibly other additives. In [7], it was shown that joint grinding of Portland clinker with limestone and a small amount (up to 10%) of fly ash significantly shortens grinding time, thus reducing costs. The authors of paper [8] replaced Portland cement with limestone powder in the analysed concretes. Based on the results, they concluded, i.a., that replacing up to 10% of cement with limestone powder had a positive effect on the characteristics of the concrete – leading to satisfactory results in terms of compressive strength and a small depth of penetration of water under pressure. The positive effect of limestone on the performance of cements was demonstrated in [9], where the properties of a cement made by jointly grinding Portland clinker with limestone and calcined clay were evaluated, resulting in a 40% reduction in carbon dioxide emissions.

A different approach to the use of limestone was presented in some studies, where limestone was used for hydraulic lime mortars and concretes as a fine-grained material of up to 100 μm . It follows from [10], that fine particles of limestone filler seal the matrix and further accelerate the hydration of cement by becoming a nucleation site for hydration products. In [11], a study was carried out on the effect of different contents of fine-grained limestone on the properties of hydraulic lime mortars. It was found that the addition of limestone had a positive effect on compressive strength; moreover, it did not adversely affect the plasticity of the mortar.

The studies, which have been carried out on a large scale all over the world, show the diverse and rich applications of limestone in the cement and concrete industry. The high suitability of limestone and the need to recycle waste materials inspired us to undertake research into the influence of ground limestone from demolition on the parameters of cements and mortars containing it.

Research objective and plan

The aim was to design a cement-lime mortar that incorporates recycled limestone flour. The Kraków – Częstochowa Jurassic Upland was and still remains a rich source of limestone, which is why using it as a construction material was a natural choice. Many fortresses, churches, manor houses, townhouses or residents' homes were built using natural limestone. The progressive deterioration of the old buildings necessitates their demolition, and limestone becomes a troublesome demolition material.

rodzaju dodatki pochodzące z odpadów poprodukcyjnych, które można z powodzeniem stosować jako częściowe zamienniki klinkieru portlandzkiego. Takimi dodatkami są np. odpady ceramiczne, stłuczka szklana itp. [5, 6].

Jako dodatki do cementów wieloskładnikowych wykorzystuje się m.in. wapienie w postaci proszków wapiennych czy szlamu wapiennego wytwarzanego przez przemysł papierniczy, który jest produktem ubocznym, składającym się głównie z węglanu wapnia. Wapień to surowiec najczęściej stosowany do mielenia klinkieru portlandzkiego z gipsem i ewentualnie innymi dodatkami. W [7] wykazano, że wspólne mielenie klinkieru portlandzkiego z wapieniem i niewielką ilością popiołów lotnych (do 10%) znacznie skraca czas mielenia, co redukuje koszty. Autorzy pracy [8] zastępowali w badanych betonach cement portlandzki proszkiem wapiennym. Na podstawie uzyskanych wyników badań stwierdzili m.in., że zastąpienie cementu proszkiem wapiennym w ilości do 10% pozytywnie wpływa na cechy betonu – uzyskano zadowalające wyniki wytrzymałości na ściskanie oraz małą głębokość penetracji wody pod ciśnieniem. Pozytywny wpływ wapienia na parametry cementów wykazano w [9], gdzie dokonano oceny właściwości cementu wykonanego przez wspólne zmielenie klinkieru portlandzkiego z wapieniem i kalcynowaną gliną, co umożliwiło zmniejszenie emisji dwutlenku węgla na poziomie 40%.

Inne podejście do wykorzystania wapienia przedstawiono w niektórych pracach, w których wapień stosowano do hydraulicznych zapraw wapiennych oraz betonów jako drobnoziarnisty materiał o wielkości do 100 μm . Z [10] wynika, że drobne cząstki wypełniają wapiennego uszczelniają matrycę, a także dodatkowo przyspieszają hydratację cementu, stając się miejscem zarodkowania produktów hydratacji. W pracy [11] przeprowadzono badania dotyczące wpływu różnej zawartości drobnoziarnistego wapienia na właściwości hydraulicznych zapraw wapiennych. Stwierdzono, że dodatek wapienia ma pozytywny wpływ na wytrzymałość na ściskanie, a ponadto nie wpłynął negatywnie na plastyczność zaprawy.

Badania prowadzone na szeroką skalę na całym świecie wskazują na różnorodne i bogate zastosowanie wapienia w przemyśle cementowym i betoniarskim. Duża przydatność wapienia oraz konieczność recyklingu materiałów odpadowych zainspirowała nas do podjęcia badań nad wpływem rozdrobnionego kamienia wapiennego, pochodzącego z rozbiórki, na parametry cementów oraz zapraw murarskich z jego udziałem.

Cel i plan badań

Celem było zaprojektowanie murarskiej zaprawy cementowo-wapiennej, w której składzie znajdzie się mączka wapienna pozyskana z recyklingu. Jura Krakowsko-Częstochowska była i jest bogatym źródłem kamienia wapiennego, tym samym wykorzystanie go jako materiału budowlanego stało się naturalnym sposobem na zagospodarowanie. Powstało wiele twierdz, kościołów, dworów, kamienic czy domów mieszkańców, do wznoszenia których wykorzystano naturalny kamień wapienny. Postępująca destrukcja starych obiektów powoduje konieczność ich rozbiórki, a kamień wapienny staje się uciążliwym materiałem rozbiórkowym.

The study was conducted according to the scheme shown in Figure 1. The study protocol involved obtaining recycled limestone, which was then subjected to crushing. In the first phase of the study, ground limestone flour was used as a replacement for part of the cement. Portland cement CEM I 52.5R was used as a replacement in quantities of 6, 10, 20, 25, 30, 35, 40 and 50%, with the aim of identifying the effect of the amount of limestone flour on the characteristics of the cement binder and, consequently, its practical application, taking advantage of the abundant availability of recycled limestone in Kraków-Częstochowa Jurassic Upland, according to the adopted study protocol (Figure 1). The effects of using

Badania przeprowadzone zostały zgodnie ze schematem pokazanym na rysunku 1. Program badań zakładał pozyskanie kamienia wapiennego pochodzącego z recyklingu, który następnie podlegał rozdrobnieniu. W pierwszej fazie badań zastosowano rozdrobnioną mączkę wapienną jako zamiennik części cementu. Do badań użyto cementu portlandzkiego CEM I 52,5R, który zastępowano w ilości 6, 10, 20, 25, 30, 35, 40 i 50%, w celu rozpoznania wpływu ilości mączki na cechy spoiwa cementowego, a w konsekwencji jego praktycznego zastosowania, z wykorzystaniem dużej dostępności recyklingowego kamienia wapiennego w Jurze Krakowsko-Częstochowskiej, zgodnie z przyjętym programem badań (rysunek 1).

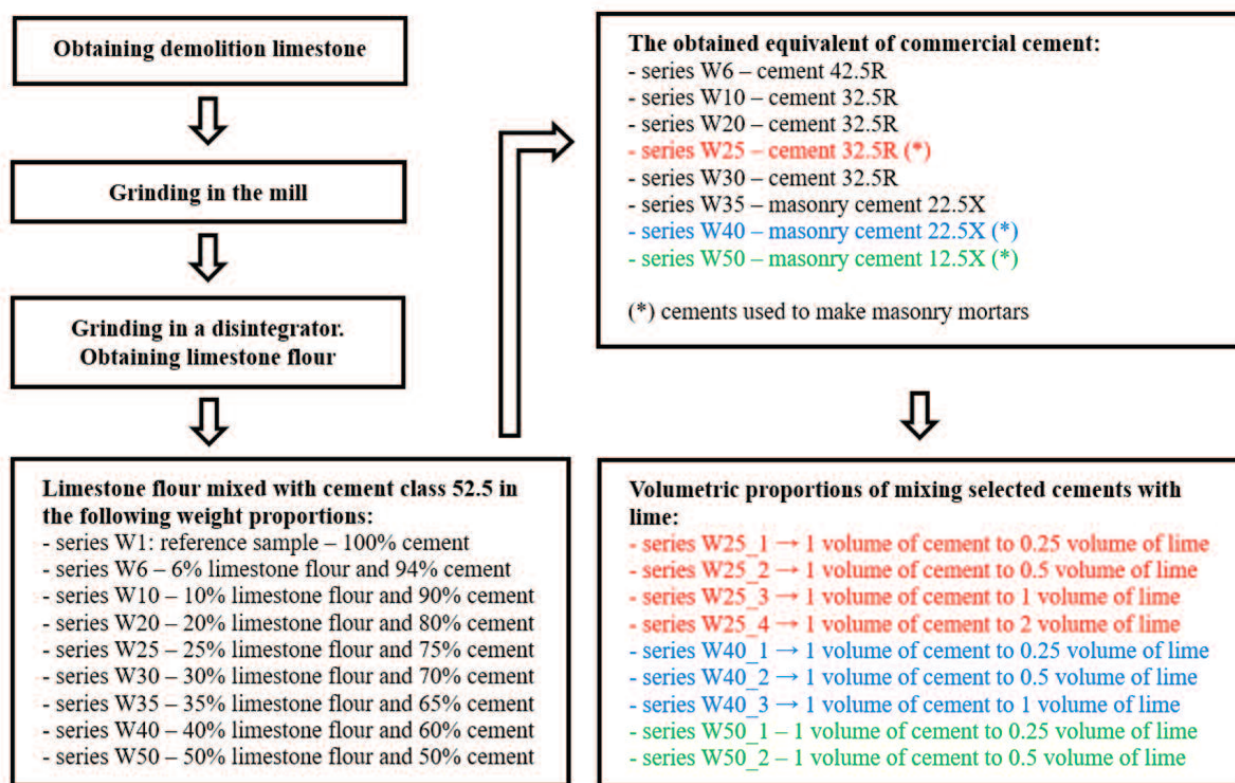


Fig. 1. Scheme of research implementation
Rys. 1. Schemat realizacji badań

recycled limestone flour in the quantities indicated in the study protocol are presented in the conclusions.

In the next stage, testing of CW cement-lime mortars with different contents of hydrated lime was carried out for the limestone-flour-modified binders obtained, which would meet the strength requirements for cements of class 32.5 [12] and masonry cements.

Characteristics of the limestone flour obtained

In the study, limestone rubble from the demolition of a tenement building in Częstochowa was used (photography), which was then pre-grounded in an M-400 impact mill with a pneumatic circuit and a motor power of 10 kW. In a further stage, the material was ground by milling in a DEZI 16 double-

Efekty zastosowania recyklingowej mączki wapiennej w ilości wskazanej w programie badawczym przedstawiono we wnioskach.

W kolejnym etapie na bazie uzyskanych spoiw modyfikowanych mączką, które spełnią wymagania wytrzymałościowe dotyczące cementów klasy 32,5 [12] oraz cementów murarskich, przeprowadzono badania zapraw cementowo-wapiennych CW o różnej zawartości wapna hydratyzowanego.

Charakterystyka uzyskanej mączki wapiennej

W badaniach wykorzystany został gruz kamienia wapiennego pochodzący z rozbiórki kamienicy w Częstochowie (fotografia), który następnie został poddany rozdrobniению wstęp-

-rotor disintegrator with four rows of impact elements. The resulting ground material was analysed using a laser particle size analyser to determine the grain size of the limestone flour obtained. The grain size distribution showed that 90% of the limestone flour had a grain size below 88 µm (Figure 2, Table 1). The specific density of the limestone flour is 2.71 g/cm³. The ground material was analysed for chemical composition using the SPECTRO XEPOS XRF spectrometer, an energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometer (ED-XRF). The chemical composition obtained in the study is shown in Table 2.

Research method

Preliminary tests of cement binder with the addition of obtained limestone flour. In the first stage of the study, the effect of replacing part of the cement in the standard cement mortar with limestone flour was analysed.

The limestone flour obtained was mixed with Portland cement CEM I 52.5R, using it as a cement substitute in amounts of 6, 10, 20, 25, 30, 35, 40, and 50%. Table 3 shows the composition of the tested batches of standard cement mortar with limestone flour as a cement replacement for CEM I 52.5R.

The strength of the cements is determined by testing the standard mortars, based on the tested cement with the standardised composition. Bending and compressive strength tests were carried out for 40 × 40 × 160 mm beams. The tests were carried out on 9 batches of standard cement mortar. Strength tests were performed for all proportions according to the standard [13]. Portland cement CEM I class 52.5 (series W1) was used for the tests. From each series, 9 beams were prepared for bending and



The place where limestone samples were taken (Częstochowa)
Miejsce pobrania próbek wapienia (Częstochowa)

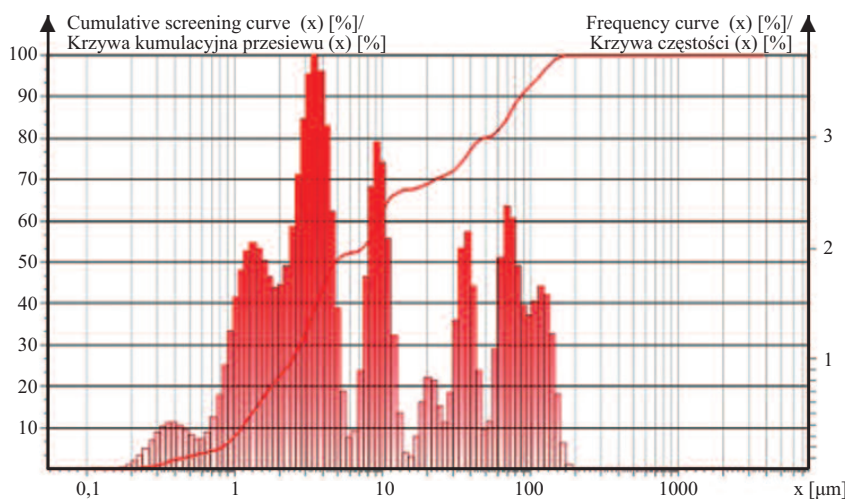


Fig. 2. The grain size of distribution limestone flour
Rys. 2. Rozkład wielkości ziaren mączki wapiennej

Table 1. The grain size of limestone flour
Tabela 1. Wielkość ziaren mączki wapiennej

< µm	Test 1/ Próba 1	Test 2/ Próba 2	Test 3/ Próba 3	Average/ Średnia
0,01	0,0	0,0	0,0	0,0
0,10	0,0	0,0	0,0	0,0
0,30	0,8	0,9	0,8	0,8
1,00	7,6	7,8	7,8	7,7
3,00	32,1	32,7	32,8	32,5
5,00	50,2	50,7	50,7	50,5
10,00	61,4	62,0	61,9	61,8
30,00	71,1	71,8	71,8	71,6
50,00	79,5	80,2	80,1	79,9
100,00	91,9	92,5	92,2	92,1
300,00	100,0	100,0	100,0	100,0
%	Test 1/ Próba 1	Test 2/ Próba 2	Test 3/ Próba 3	Average/ Średnia
	< µm			
10,0	1,12	1,13	1,14	1,13
50,0	4,78	4,79	4,95	4,84
90,0	87,86	86,04	89,07	87,66

nemu w młynie udarowym M-400 z obiegiem pneumatycznym o mocy silnika 10 kW. W dalszym etapie materiał rozdrobniono przez przemielenie w dwuwirnikowym dezintegratorze DEZI 16 z czterema rzędami elementów udarowych. Uzyskany rozdrobniony materiał zbadano za pomocą laserowego analizatora wielkości cząstek, ustalając uziarnienie uzyskanej mączki wapiennej. Zbadany rozkład uziarnienia wykazał, że 90% mączki wapiennej ma

uziarnienie poniżej 88 µm (rysunek 2, tabela 1). Gęstość właściwa mączki wynosi 2,71 g/cm³. Rozdrobniony materiał poddano analizie składu chemicznego, z wykorzystaniem spektrometru XRF SPECTRO XEPOS, spektrometru fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją energii (ED-XRF). Uzyskany w badaniu skład chemiczny przedstawiono w tabeli 2.

Metoda badań

Badania wstępne spoiwa cementowego z dodatkiem uzyskanej mączki wapiennej. W pierwszym etapie badań poddano analizie wpływ zastąpienia części cementu w normowej zaprawie cementowej mączką wapienną. Uzyskaną mączkę wapienną wymieszano z cementem portlandzkim CEM I 52,5R, stosując ją jako zamiennik cementu w ilości 6, 10, 20, 25, 30, 35, 40, 50%. W tabeli 3 przedstawiono skład badanych serii normowej zaprawy cementowej z mączką wapienną jako zamiennikiem cementu CEM I 52,5R.

Wytrzymałość cementu określa się na podstawie badania zapraw normowych na bazie badanego cementu o znormalizowanym składzie. Na belczkach o wymiarach 40 × 40 × 160 mm przeprowadzono badanie wytrzymałości na zginanie i ściskanie. Do badań zastosowano 9 serii cementowej zaprawy normowej. W przypadku

Table 2. Basic percentage elemental composition of the obtained limestone flour
Tabela 2. Podstawowy procentowy skład pierwiastkowy uzyskanej mączki wapiennej

Calcium Ca/ Wapń Ca	Silicon Si/ Krzem Si	Soda Na/ Soda Na	Aluminum Al/ Aluminium Al	Magnesium Mg/ Magnez Mg	Iron Fe/ Żelazo Fe	Potassium K/ Potas K	Chlorine Cl/ Chlor Cl
44,75	5,096	2,11	1,901	0,5	0,3291	0,1299	0,0035

compressive strength tests after 2, 7 and 28 days of curing. The results obtained for the strength of the standard mortars in the case of the modified binders are shown in Table 4 and Figure 3.

Compressive strength testing allows cement to be assigned to a specific compressive strength class, understood as the average minimum compressive strength of the standard mortar, prepared and stored until tested according to standardised methods. The strength test results obtained for the series in question allowed them to be assigned to the respective strength classes of cements. The W6 series meets the requirements of the 42.5 class cement for general use, the W25 series of the 32.5 class cement, while the W40 and W50 series have strength equivalents in masonry cements of the 22.5X and 12.5X classes, respectively. The compositions of the series W6, W25, W40 and W50 were selected for further testing (Table 5). In the case of these binders, tests were carried out on the standard consistency of the cement grout, and then the initial

wszystkich proporcji wykonano badania wytrzymałościowe zgodnie z normą [13]. Do badań użyto cementu portlandzkiego CEM I klasy 52,5 (seria W1). Z każdej serii przygotowano 9 beleczek do badania wytrzymałości na zginanie i ściskanie po 2, 7, 28 dniach dojrzewania. Uzyskane wyniki badań wytrzymałości zapraw normowych w przypadku modyfikowanych spoiw przedstawiono w tabeli 4 oraz na rysunku 3.

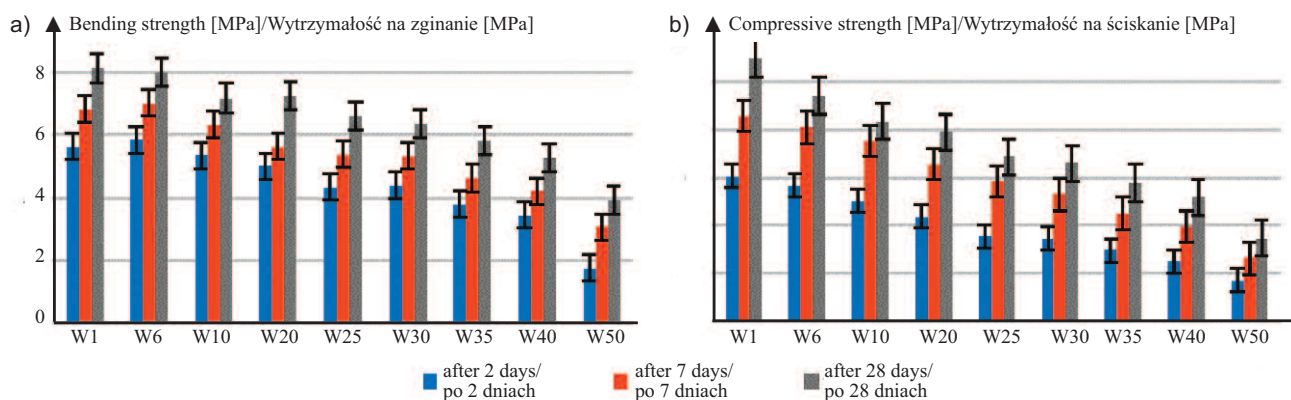
Badanie wytrzymałości na ściskanie pozwala na przypisanie cementu do określonej klasy wytrzymałości na ściskanie, rozumianej jako średnia minimalna wytrzymałość na ściskanie zaprawy normowej, przygotowanej oraz przechowywanej do momentu badania wg metod znormalizowanych. Uzyskane wyniki badań wytrzymałościowych rozpatrywanych serii pozwoliły przypisać im odpowiednie klasy wytrzymałości cementów. Seria W6 spełnia wymagania cementu powszechnego użytku klasy 42,5, seria W25 cementu klasy 32,5, natomiast serie W40 oraz W50 mają odpowiedniki wytrzymałościowe w cementach murarskich klas 22,5X oraz

Table 3. Composition of cement mortars modified with flour
Tabela 3. Skład zapraw cementowych modyfikowanych mączką

Series/ Seria	Quantity of ingredient [g]/Ilość składnika [g]			
	CEM I 52,5R	Limestone flour M _w / Mączka wapienna M _w	Standard sand/ Piasek normowy	Tap water/ Woda wodociągowa
W1	450	–	1350	225
W6	423	27		
W10	405	45		
W20	360	90		
W25	337,5	112,5		
W30	315	135		
W35	292,5	157,5		
W40	270	180		
W50	225	225		

Table 4. Average strength values of the mortars after 2, 7 and 28 days of maturation
Tabela 4. Średnie wartości wytrzymałości zapraw po 2, 7 i 28 dniach dojrzewania

Series/ Seria	Bending strength [MPa] after/ Wytrzymałość na zginanie [MPa] po			Compressive strength [MPa] after/ Wytrzymałość na ściskanie [MPa] po		
	2 days/ 2 dniach	7 days/ 7 dniach	28 days/ 28 dniach	2 days/ 2 dniach	7 days/ 7 dniach	28 days/ 28 dniach
	W1	5,63	6,82	8,13	30,25	42,73
W6	5,84	7,02	8,01	28,24	40,43	47,07
W10	5,35	6,32	7,18	25,13	37,60	41,66
W20	5,00	5,63	7,26	21,83	32,85	39,41
W25	4,33	5,38	6,63	17,77	29,14	34,30
W30	4,39	5,34	6,37	17,31	26,46	32,96
W35	3,79	4,62	5,80	14,87	22,55	28,88
W40	3,44	4,20	5,25	12,58	19,87	25,85
W50	1,76	3,07	3,93	8,51	13,21	17,35


Fig. 3. Average strength values: a) bending; b) compressive of the mortars after 2, 7 and 28 days maturation
Rys. 3. Średnie wartości wytrzymałości zapraw: a) na zginanie; b) na ściskanie po 2, 7 i 28 dniach dojrzewania

setting time was determined with the requirements of [14]. The results obtained from testing the water demand of the resulting binder and the initial setting time are presented in Table 6.

Based on the obtained results, it was found that the **selected series meet the requirements for the strength and physical properties of cement** according to standards [12] and [15].

Table 5. Series selected for further research

Tabela 5. Serie wytypowane do dalszych badań

Series/ Seria	Proportion CEMI52,5/M _w [g]/ Proporcja CEMI 52,5/M _w [g]	Equivalent to commercial cement/ Odpowiednik cementu handlowego
W6	423/27	CEM 42,5
W25	337,5/112,5	CEM 32,5
W40	270/180	Mc 22,5X
W50	225/225	Mc 12,5X

Tests of the obtained cement-lime mortars. In the next stage, three series of modified binders were tested: W25 – equivalent to cement class 32.5; W40 – equivalent to masonry cement Mc 22.5X and W50 – equivalent to masonry cement Mc 12.5X. CW cement-lime mortars were prepared on their basis, according to [16] with hydrated lime content CLS–90–S. Four batches of CW mortar with different lime content were made in the case of W25 series binder, three batches for the W40 binder and two batches of CW mortar for the W50 binder. No further tests were carried out on the W6 binder because strength parameters were obtained corresponding to cement grade 42.5, the use of which in construction mortars is not economically viable. The mass proportions of the components of the cement-lime construction mortars indicated in Figure 1 are shown in Table 7.

The amount of water in the tested batches was selected experimentally to obtain a comparable consistency of the mortars tested at 170 mm ±10 on a flow table. Consistency tests were carried out using two methods, using a flow table according to [17] and a penetrometer according to [18]. The results obtained from the consistency tests of the cement-lime mortars are shown in Table 8.

The prepared mixtures of the mortars tested were subjected to an assessment of the air content in fresh mortar according to [19]. The workable life for the mortar was also determined according to [20]. The results obtained for the determination of the air content and the workable life of the cement-lime mortar are shown in Table 9. **The lowest air content in the mortar** was found in series W25_1 and was 3.9%, while the other series showed a higher air content related to the increased amount of recycled limestone flour (series W40_1 and W50_1) and the higher lime binder

12,5X. Do dalszych badań wytypowano skład serii W6, W25, W40, W50 (tabela 5). W przypadku tych spoiw przeprowadzono badania normowej konsystencji zaczynu cementowego, a następnie wyznaczono początek czasu wiązania zgodnie z wymaganiami [14]. Uzyskane wyniki badania wodoodporności uzyskanego spoiwa oraz początku czasu wiązania przedstawia tabela 6.

Table 6. The results of the initial setting time study for selected modified mortars

Tabela 6. Wyniki badania początku czasu wiązania wybranych, zmodyfikowanych zapraw

Series/ Seria	Proportion CEMI52,5/M _c [g]/ Proporcja CEMI 52,5/M _c [g]	Standard consistency (water quantity) [g]/ Normowa konsys- tencja (ilość wody) [g]	Pin recess [mm]/ Zagłębienie bolca [mm]	Initial setting time [min]/ Początek czasu wiązania [min]
W6	423/27	161	6	136
W25	337,5/112,5	155,5	5	136
W40	270/180	146,5	7	142
W50	225/225	143	6	146

Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono, że **wytypowane serie spełniają wymagania dotyczące właściwości wytrzymałościowych i fizycznych cementu** wg norm [12] oraz [15].

Badania uzyskanych zapraw cementowo-wapiennych.

W następnym etapie zbadano 3 serie modyfikowanych spoiw: W25 – odpowiednik cementu klasy 32,5; W40 – odpowiednik cementu murarskiego Mc 22,5X oraz W50 – odpowiednik cementu murarskiego Mc 12,5X. Na ich bazie zostały przygotowane zaprawy cementowo-wapienne CW wg [16] z zawartością wapna hydratyzowanego CLS-90-S. W przypadku spoiwa W25 wykonano 4 serie zaprawy CW o różnej zawartości wapna, w przypadku spoiwa serii W40 – 3 serie, a spoiwa W50 – 2 serie zaprawy CW. Nie przeprowadzono dalszych badań spoiwa W6, ponieważ uzyskano parametry wytrzymałościowe odpowiadające cementowi klasy 42,5, którego stosowanie w zaprawach budowlanych nie jest ekonomicznie uzasadnione. Proporcje masowe składników cementowo-wapiennych zapraw budowlanych wskazanych na rysunku 1 przedstawiono w tabeli 7.

Ilość wody w badanych seriach została dobrana doświadczalnie, aby uzyskać porównywalną konsystencję zapraw badaną na stoliku rozplwowym na poziomie 170 mm ±10. Badania konsystencji zrealizowano dwiema metodami – za pomocą stolika rozplwowego wg [17] oraz penetrometru wg [18]. Uzyskane wyniki badania konsystencji zapraw cementowo-wapiennych przedstawiono w tabeli 8.

Przygotowane mieszanki badanych zapraw zostały poddane ocenie zawartości powietrza w świeżej zaprawie wg [19]. Określono również czas zachowania właściwości roboczych zaprawy zgodnie z [20]. Uzyskane wyniki oznaczania zawartości powietrza oraz czasu zachowania właściwości roboczych zaprawy cementowo-wapiennej przedstawiono w tabeli 9. **Najmniejszą zawartość powietrza w zaprawie** ustalono w serii W25_1 i wyniosła ona 3,9%, natomiast w pozostałych seriach stwierdzono

Table 7. Composition of the tested cement-lime building mortars in g per 1 dm³ of mortar

Tabela 7. Skład badanych zapraw budowlanych cementowo-wapiennych w g/1 dm³ zaprawy

Series/ Seria	Binder /Spoiwo		Sand [g]/ Piasek [g]	Water [g]/ Woda [g]
	cement [g]/ cementowe [g]	lime [g]/ wapienne [g]		
W25_1	318,2	34,4	1515,2	318,2
W25_2	258,4	55,9	1538,2	311,2
W25_3	175,7	76,2	1568,7	308,4
W25_4	121,2	29,5	1622,2	328,2
W40_1	319,3	34,3	1510,4	319,3
W40_2	256,8	55,5	1528,3	309,1
W40_3	178,0	77,2	1589,7	313,4
W50_1	317,2	34,3	1510,4	319,3
W50_2	253,5	54,8	1508,9	305,2

content in the mortar (series W20_2 and W20_3, and W40_2 and W40_3).

In an analysis of the **workable life for the mortars tested**, the shortest workable life was observed for series W25_1 mortar. The increased amount of limestone flour in the cement (series W40_1 and W50_1) resulted in a longer initial setting time, as did the increased amount of lime binder (series W20_2 and W20_3, and W40_2 and W40_3). In order to meet the requirements of the standard [16] concerning workable life of fresh masonry mortars, which for cement-lime mortars should be 5h, an additional set retarding admixture should be introduced into the composition.

The **bending and compressive strengths of the hardened mortar** were determined for the prepared samples according to [21]. The tests were carried out on $40 \times 40 \times 60$ mm beams after 28 days of storage under standard conditions [13]. For the first seven days, the samples were in sealed polyethene bags, of which five days in moulds and another two days without moulds. Then for a further 21 days the samples were stored in a room with a humidity of about 65%. After 28 days, strength tests were carried out on the prepared mortars. The bending strength was determined for three specimens of mortar beams of $40 \times 40 \times 160$ mm in a three-point bend test until destruction, while the compressive strength was tested on six half beams obtained after the bending strength test. The test results obtained are shown in Table 10 and Figure 4. The strength requirements of the cement-lime (CW) mortars are summarised in Table 11.

Discussion of results

The limestone flour was mixed with CEM I 52.5R cement at the weight proportions indicated earlier, producing cement binders W1 ÷ W50. The conducted bending and compressive strength tests (Table 4 and Figure 3) allowed the modi-

Table 8. Results of testing the consistency of cement-lime mortar

Tabela 8. Wyniki badania konsystencji zaprawy cementowo-wapiennej

Series/Seria	Flow [mm]/ Rozpływ [mm]	Penetration [mm]/ Penetracja [mm]
W25_1	180	18
W25_2	173	18
W25_3	170	15
W25_4	160	15
W40_1	175	16
W40_2	170	14
W40_3	170	15
W50_1	180	18
W50_2	175	17

Table 9. Results of testing the air content in fresh mortar and the time of maintaining the working properties of the cement-lime mortar

Tabela 9. Wyniki badania zawartości powietrza w świeżej zaprawie oraz czasu zachowania właściwości roboczych zaprawy cementowo-wapiennej

Series/Seria	Air content [%]/ Zawartość powietrza [%]	Time of maintaining working properties [min]/ Czas zachowania właściwości roboczych [min]
W25_1	3,9	171
W25_2	4,5	207
W25_3	5,2	233
W40_1	4,2	190
W40_2	4,8	222
W40_3	5,4	248
W50_1	4,5	243
W50_2	5,0	266

Table 10. Strength test results

Tabela 10. Wyniki badania wytrzymałości

Series/Seria	Strength		Standard deviation/ Odchylenie standardowe	Mortar strength class/Klasa wytrzymałości zaprawy
	bending [MPa]/ zginanie [MPa]	compressive [MPa]/ ściskanie [MPa]		
W25_1	4,59	13,93	0,33	M10
W25_2	1,84	7,56	0,20	M5
W25_3	0,88	3,98	0,20	M2,5
W25_4	0,34	0,00	0,00	–
W40_1	2,80	9,86	0,10	M5
W40_2	1,46	6,23	0,23	M2,5
W40_3	0,81	3,31	0,32	M2,5
W50_1	1,86	6,74	0,40	M5
W50_2	0,84	3,55	0,23	M2,5

większą ilość powietrza związaną ze zwiększoną ilością recyklingowej mączki wapiennej (serie W40_1 i W50_1) oraz z większą zawartością spoiwa wapiennego w zaprawie (odpowiednio serie W20_2 i W20_3 oraz W40_2 i W40_3).

Analizując **czas zachowania właściwości roboczych badanych zapraw** stwierdzono, że najkrótszy czas uzyskała zaprawa serii W25_1. Zwiększona ilość mączki wapiennej w cemencie (serie W40_1 i W50_1) skutkowała wydłużeniem początku czasu wiązania, podobnie jak zwiększenie ilości spoiwa wapiennego (serie W20_2 i W20_3 oraz W40_2 i W40_3). W celu spełnienia wymagań normy [16] dotyczących czasu zachowania właściwości roboczych świeżych zapraw murarskich, który w przypadku zapraw cementowo-wapiennych powinien wynosić 5 h, należy do składu wprowadzić dodatkowo domieszkę opóźniającą wiązanie.

Na przygotowanych próbkach oznaczono **wytrzymałość na zginanie i ściskanie stwardniałej zaprawy** wg [21]. Badania zrealizowano na beleczkach $40 \times 40 \times 60$ mm po 28 dniach przechowywania ich w warunkach normowych [13]. Przez pierwsze 7 dni próbki znajdowały się w szczelnych workach polietylenowych, z czego 5 dni w formach, a kolejne 2 dni bez formy. Następnie kolejne 21 dni próbki przechowywane były w pomieszczeniu o wilgotności ok. 65%. Po 28 dniach przeprowadzono badania wytrzymałości przygotowanych zapraw. Wytrzymałość na zginanie określono na trzech próbkach zaprawy o wymiarach $40 \times 40 \times 160$ mm w próbie trójpunktowego zginania do momentu ich zniszczenia, natomiast wytrzymałość na ściskanie badano na sześciu połówkach beleczek uzyskanych po badaniu wytrzymałości na zginanie. Uzyskane wyniki badań przedstawiają tabela 10 oraz rysunek 4. Wymagania dotyczące wytrzymałości zapraw cementowo-wapiennych (CW) zestawiono w tabeli 11.

Dyskusja wyników

Mączkę wapienną wymieszano z cementem CEM I 52,5R we wskazanych wcześniej proporcjach wagowych, uzyskując spoiwa cementowe W1 ÷ W50. Przeprowadzone badania wytrzymałości na zginanie i ściskanie (tabela 4 i rysunek 3) pozwoliły na przypisanie modyfikowanego cementu do okre-

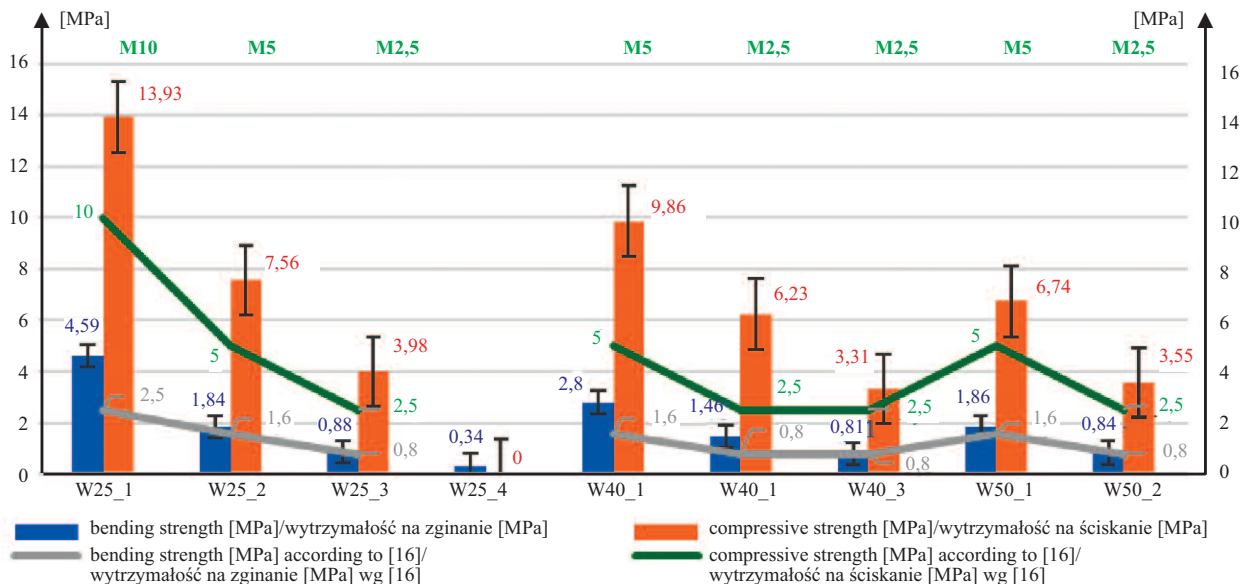


Fig. 4. Strength test results

Rys. 4. Wyniki badania wytrzymałości

fied cement to be assigned to a specific class. Based on the results obtained, four binder series were selected for which the initial setting time and water demand were determined (Table 6), confirming that they met the standard conditions. Further tests were carried out on the W25, W40 and W50 series, on the basis of which cement-lime construction mortars were prepared. Consistency (Table 8), air content (Table 9) and strength (Table 10 and Figure 4) tests were carried out for nine series of mortars. The results obtained from the compression tests did not confirm the conclusions of study [11]. No increase in strength was observed with the increasing content of limestone flour. At the same time, the obtained test results allow for the tested series W25_1 to be included in the mortar strength class M10, which corresponds to the cement-lime mortar of the E variety. The tested bending strength was 4.59 MPa, which also meets the requirements of M10 strength class. A CW/E/M10 mortar was obtained. In the case of the W25_2 series, a compressive strength was 7.5 MPa, which allows it to be classified as the M5 strength class. The bending strength of 1.8 MPa meets the requirements of cement-lime mortar of the F variety. A CW/F/M5 cement-lime mortar was therefore obtained. The W25_3 series has achieved a compressive strength of 3.98 MPa, corresponding to the M2.5 strength class. The bending strength of 0.81 MPa meets the requirements of cement-lime mortar of the G variety. Then a CW/G/M2.5 cement-lime mortar was obtained.

Series W25_4 failed the compressive strength test by becoming damaged outside the test press range. Then the

Table 11. Requirements for mechanical properties for CW mortar (classes) according to [16]

Tabela 11. Wymagania dotyczące cech mechanicznych (klas) zapraw CW wg [16]

Type of mortar/ Rodzaj zaprawy	Strength class/ Klasa wytrzymałości	Strength	
		compressive [MPa]/ ściskanie [MPa]	bending [MPa]/ zginanie [MPa]
Cement-lime CW/ Cementowo-wapienna CW	M15	15	3,5
	M10	10	2,5
	M5	5	1,6
	M2,5	2,5	0,8

ślonej klasy. Na podstawie otrzymanych wyników wybrano 4 serie spoiwa, w przypadku których oznaczono początek czasu wiązania oraz wodozadržność (tabela 6), potwierdzając tym spełnienie przez nie warunków normowych. Dalsze badania dotyczyły serii W25, W40 oraz W50, na ba-

zbie których przygotowano cementowo-wapienne zaprawy budowlane. W przypadku dziewięciu serii zapraw przeprowadzono badania konsystencji (tabela 8), zawartości powietrza (tabela 9) oraz wytrzymałości (tabela 10 i rysunek 4). Otrzymane wyniki badań na ściskanie nie potwierdziły wniosków zawartych w pracy [11]. Nie zaobserwowano zwiększenia wytrzymałości wraz ze zwiększającą się zawartością mączki wapiennej. Jednocześnie uzyskane wyniki badań pozwalają zaliczyć badaną serię W25_1 do klasy wytrzymałości zapraw M10, co odpowiada zaprawie cementowo-wapiennej odmiany E. Zbadana wytrzymałość na zginanie wyniosła 4,59 MPa, co również spełnia wymagania klasy wytrzymałości M10. Uzyskano zaprawę CW/E/M10. W przypadku serii W25_2 wytrzymałość na ściskanie wyniosła 7,5 MPa, co pozwala zaliczyć ją do klasy wytrzymałości M5. Wytrzymałość na zginanie 1,8 MPa spełnia wymagania zaprawy cementowo-wapiennej odmiany F. Uzyskano zatem zaprawę cementowo-wapienną CW/F/M5. Seria W25_3 uzyskała wytrzymałość na ściskanie 3,98 MPa, co odpowiada klasie wytrzymałości M2,5. Wytrzymałość na zginanie 0,81 MPa spełnia wymagania zaprawy cementowo-wapiennej odmiany G. Uzyskano zatem zaprawę cementowo-wapienną CW/G/M2,5.

Seria W25_4 nie uzyskała pozytywnego wyniku badania wytrzymałości na ściskanie, ulegając zniszczeniu poza zakresem prasy do badania. Natomiast wytrzymałość serii W40_1 pozwala za-

strength of the W40_1 series allowed it to be included in the M5 strength class, and W40_2 and W40_3 series as the M2.5 strength class. The W50_1 series achieved a compressive strength of 6.74 MPa in the tests and was classified as the M5, while the W50_2 as the M2.5 strength class.

Conclusions

The implemented study protocol demonstrated the possibility of utilising recycled limestone flour for cement-lime binders and mortars. The obtained strength test results were in line with the requirements for cements of strength class 42.5 with 6% limestone flour and for cements of strength class 32.5 with 25% limestone flour. With 40% limestone flour, binder parameters meeting the strength requirements of masonry cement Mc 22.5X were obtained, while 50% limestone flour allowed strengths corresponding to masonry cement Mc 12.5X to be obtained [15].

A binder of class 32.5 (with 25% limestone flour content) made it possible to obtain a cement-lime mortars of strength classes M2.5; M5 and M10 to be obtained [16], depending on the proportion of lime binder in the mortar composition. A binder containing 40% and 50% of limestone flour allowed to obtain the composition of cement-lime mortars of strength classes M2.5 and M5 [16].

Received: 02.10.2024
Revised: 30.10.2024
Published: 25.11.2024

liczyć ją do klasy wytrzymałości M5, a serii W40_2 oraz W40_3 do klasy wytrzymałości M2,5. Seria W50_1 uzyskała w badaniach wytrzymałość na ściskanie 6,74 MPa i znalazła się w klasie M5, natomiast seria W50_2 w klasie wytrzymałości M2,5.

Wnioski

Zrealizowany program badawczy wykazał możliwość zagospodarowania recyklingowej mączki wapiennej do spoiw i zapraw cementowo-wapiennych. Uzyskane wyniki badania wytrzymałości były zgodne z wymaganiami dotyczącymi cementów klasy 42,5 przy zawartości 6% mączki oraz cementów 32,5 przy zastosowaniu 25% mączki wapiennej. Dodając 40% mączki wapiennej, uzyskano parametry spoiwa spełniające wymagania wytrzymałościowe cementu murarskiego Mc 22,5X, natomiast udział mączki wapiennej 50% pozwalał uzyskać wytrzymałość odpowiadającą cementowi murarskiemu Mc 12,5X [15].

Spoivo klasy 32,5 (o zawartości 25% mączki wapiennej) umożliwiło uzyskanie zapraw cementowo-wapiennych klas wytrzymałości M2,5, M5 oraz M10 [16] w zależności od udziału spoiwa wapiennego w składzie zaprawy. Spoiwo zawierające 40% i 50% mączki wapiennej pozwoliło na uzyskanie zapraw cementowo-wapiennych klasy M2,5 oraz M5 [16].

Artykuł wpłynął do redakcji: 02.10.2024 r.
Otrzymano poprawiony po recenzjach: 30.10.2024 r.
Opublikowano: 25.11.2024 r.

Literature

- [1] Coronado M, Dosal E, Coz A, Viguri JR. Estimation of construction and demolition waste generation and multicriteria analysis of C&DW management alternatives: a case study Spain, Waste Biomass Valori. 2011; DOI: 10.1007/s12649-011-9064-8.
- [2] Lam PTI, Yu ATW, Wu Z, Poon CS. Methodology for upstream estimation of construction waste for new building projects. J Clean Prod. 2019; DOI: 10.1016/j.jclepro. 2019.04.183.
- [3] Yang HM, Zhang SM, Wang L, Chen P, Shao DK, Tang SW, Li JZ. High – ferrite Portland cement with slag: hydration, microstructure, and resistance to sulphate attack at elevated temperature. Cement Concrete Comp. 2022; DOI: 10.1016/j.cemconcomp. 2022.104560.
- [4] Wang L, Luo R, Zhang W, Jin M, Tang S. Effects of fineness and content of phosphorus slag on cement hydration, permeability, pore and fractal dimension of concrete. Fractals. 2021; DOI: 10.1142/S0218348X21400041.
- [5] Halbiniak J, Katzer J, Major M, Major I. A Proposition of an in situ production a blended cement. Materials. 2020; DOI: 10.3390/ma13102289.
- [6] Puertas F, Garcia-Diaz I, Barba A, Gazulla MF, Palacios M, Gomez MP, Martinez-Ramirez S. Ceramic wastes as alternative raw materials for Portland cement clinker production. Cement Concrete Comp. 2008; DOI: 10.1016/j.cemconcomp. 2008.06.003.
- [7] El Fami N, Ez-Zaki H, Boukhari A, Khachani N, Diouri A. Investigation on physical and mechanical properties of Moroccan composite cement based on fly ash and limestone. Materials Today-Proc. 2022; DOI: 10.1016/j.matpr. 2022.02.321.
- [8] Ramezani-pour Ali A, Ghiasvand E, Nickseresh I, Mahdikhani M, Moudi F. Influence of various amounts of limestone powder on performance of Portland limestone cement concretes. Cement Concrete Comp. 2009; DOI: 10.1016/j.cemconcomp. 2009.08.003.
- [9] Barbhuiya A, Nepal J, Das BB. Properties, compatibility, environmental benefits and future directions of limestone calcined clay cement (LC3) con-

crete: A review. Journal of Building Engineering 2023; DOI: 10.1016/j.job. 2023.107794.

- [10] Wang D, Shi C, Farzadnia N, Shi Z, Jia H, Ou Z. A review on use of limestone powder in cement – based materials: mechanism hydration and microstructures. Constr Build Mater. 2018; DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2018.06.075.
- [11] Segura J, Aponte D, Pela L, Roca P. Influence of recycled limestone filler additions on the mechanical behaviour of commercial premixed hydraulic lime based mortars. Constr Build Mater. 2020; DOI: 10.1016/j.conbuildmat. 2019.117722.
- [12] PN-EN 197-1:2012 Cement – Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku.
- [13] PN-EN 196-1 Metody badania cementu. Część 1: Oznaczanie wytrzymałości.
- [14] PN-EN 196-3 Metody badania cementu. Część 3: Oznaczanie czasów wiązania i stałości objętości.
- [15] PN-EN 413-1:2011 Cement murarski – Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności.
- [16] PN-B-10104:2014-03 Wymagania dotyczące zapraw murarskich ogólnego przeznaczenia – Zaprawy murarskie według przepisu, wytwarzane na miejscu budowy.
- [17] PN-EN 1015-3 Metody badań zapraw do murów – Określenie konsystencji świeżej zaprawy (za pomocą stolika rozpląwy).
- [18] PN-EN 1015-4 Metody badań zapraw do murów – Określenie konsystencji świeżej zaprawy (za pomocą penetrometru).
- [19] PN-EN 1015-7:2000 Metody badań zapraw do murów – Część 7: Określenie zawartości powietrza w świeżej zaprawie.
- [20] PN-EN 1015-9:2000 Metody badań zapraw do murów – Część 9: Określenie czasu zachowania właściwości roboczych i czasu korekty świeżej zaprawy.
- [21] PN-EN 1015-11:2020-04 Metody badań zapraw do murów – Część 11: Określenie wytrzymałości na zginanie i ściskanie stwardniałej zaprawy.