

## Badanie możliwości wykorzystania drobnej frakcji z recyklingu gruzu betonowego jako dodatku do cementu

### Study of the possibility of using modified fine fraction obtained from recycled concrete rubble as cement additive

#### 1. Wprowadzenie

Spośród odpadów budowlanych i z rozbiórki zniszczonych budynków, które stanowią jeden z większych strumieni odpadów powstających w krajach UE, beton jest od wielu lat poddawany recyklingowi. Wzrastająca w ostatnich latach ilość odpadowego gruzu budowlanego związana jest z burzeniem wielu budowli powstałych w dawnych latach, a jednocześnie z rozwojem budownictwa, któremu towarzyszy powstawanie odpadów z betonu.

Recykling odpadowego betonu pozwala na odzyskanie i wykorzystanie cennych materiałów, co ogranicza zużycie surowców naturalnych. Jedną z możliwości zastosowania gruzu betonowego z recyklingu jest wykorzystanie go jako kruszywa w zamian za część kruszywa grubego, podczas produkcji nowego betonu. Dotychczas opublikowano wiele prac (1-5), w których przedstawiono wyniki badań właściwości betonu z kruszywem z recyklingu.

Norma PN-EN 206+A1:2016-12 (6) przedstawia wymagania i warunki stosowania kruszyw z recyklingu do produkcji betonu, jednak wymagania te dotyczą wyłącznie grubych frakcji z recyklingu, o uziarnieniu większym od 4 mm (6-7). Drobne frakcje gruzu betonowego są trudne do wykorzystania z uwagi na dużą zawartość pyłów oraz innych zanieczyszczeń, a także dużej ilości stwardniałego zaczynu cementowego. Podstawowym założeniem metod pozyskiwania kruszywa z recyklingu o dobrej jakości jest wstępna segregacja odpadów z rozbiórki obiektów budowlanych. Selektywna rozbiórka stwarza możliwość zagospodarowania większej ilości odpadów, co ma korzystny wpływ na środowisko (8). W literaturze naukowej opisano wiele metod pozyskiwania kruszywa z recyklingu (9-10). Pomimo, że recykling kruszywa z rozbiórki stosuje się w kraju i na świecie od wielu lat, przy wykorzystaniu coraz doskonalszych maszyn i urządzeń, pozwalających oddzielić kruszywo od przylegającego do niego stwardniałego zaczynu cementowego, jest to proces bardzo trudny. Do takich metod należą między innymi metoda termiczna, która jest najbardziej efektywną metodą oczyszczania kruszywa z recyklingu, z zaczynu cementowego (10). Przy zastosowaniu tej technologii otrzymuje się przeważnie około 35% kruszywa grubego, 21%

#### 1. Introduction

Of all the construction and of building demolition waste, which constitutes one of the largest waste streams in the EU, concrete is one that has been recycled for many years. The increase in construction rubble which has been observed in the last few years is a result of demolishing a great number of structures erected many years before as well as of the advancement of construction as a whole, which is accompanied by increasing concrete waste.

Concrete recycling allows to recover and utilise valuable materials, which is translating into decreased use of raw materials. One of the ways in which recycled concrete rubble can be utilised is using it as an aggregate instead of some of the coarse aggregate during the production of new concrete. Many papers (1-5) have been published that contain results of studies of the properties of concrete with added recycled aggregate.

The PN-EN 206+A1:2016-12 standard (6) includes the requirements and conditions for using recycled aggregate in the production of concrete, however, these requirements concern only recycled coarse fractions with particle sizes greater than 4 mm (6-7). Fine fractions of concrete rubble are hard to utilise due to a high content of dust and other pollutants, as well as of cement paste. The basic premise of obtaining high-quality aggregate from recycling is pre-segregation of demolition waste. Selective demolition creates an opportunity to utilise more waste, which has a positive effect on the environment (8). The scientific literature abounds in descriptions of the methods of obtaining aggregate from recycling (9-10). Even though demolition aggregate has been recycled in the country and around the world for many years with the use of more and more advanced machinery and devices, allowing the separation of aggregate from hardened cement paste, the process is still very difficult. These methods include the thermal treatment, which is the most effective method of cleaning recycled aggregate, from cement paste (10). This technology usually allows us to obtain ca. 35% of coarse aggregate, 21% of fine aggregate and 44% of dust, with a high content of hardened cement paste (9-10). The drawback of this method is that it consumes a lot of energy (11). Out

kruszywa drobnego i 44% pyłu, o dużej zawartości stwardniałego zaczynu cementowego (9-10). Metoda ta zużywa jednak dużo energii (11). Z pośród metod mechanicznych najbardziej wydajną w oddzieleniu kruszywa grubego od drobnych frakcji jest metoda znana pod angielską nazwą Concrete to Cement and Aggregate [C2CA] (11-12). Do odzysku dobrej jakości kruszyw stosowane są również inne metody na przykład przy zastosowaniu metod mikrofalowych (14) lub impulsów dźwiękowych (15).

Podstawowym problemem jest jednak zagospodarowanie drobnych frakcji z recyklingu gruzu betonowego. Przedstawione dane liczbowe wykazują, że ważnym problemem staje się zagospodarowanie drobnych frakcji z recyklingu, bowiem dotychczasowe zainteresowanie wykorzystaniem oddzielonych drobnych frakcji jest niewielkie. Odpad ten najczęściej wraca na składowisko. Właściwości kruszywa z recyklingu zależą w głównej mierze od zawartości zhydratowanego zaczynu cementowego, którym są pokryte ziarna kruszywa. Safiuddin i in. (16) podają, że kruszywo z recyklingu może zawierać 30-60% zaczynu cementowego, co zależy od wielkości ziarn kruszywa i stopnia ich pokruszenia. Ziarna kruszywa o wielkości 20-30 mm mogą zawierać około 20% zaczynu cementowego podczas gdy frakcja do 0,3 mm zawiera nawet 65% zaczynu cementowego (17). Ze względu na znaczny spadek wytrzymałości betonów zawierających drobną frakcję kruszywa z recyklingu, w szczególności po dłuższym okresie dojrzewania tego betonu (18), stosowanie drobnego kruszywa o ziarnach mniejszych od 2 mm nie jest zalecane (19-21). Groźny dla trwałości betonu może być również wzrost autogenicznego skurczu, nawet o 40% (18). Potwierdzają to wyniki badań Khoshkenari i in. (22). Zmniejszenie wytrzymałości jest w głównej mierze spowodowane większą wodożądnością mieszanki kruszywa i spoiwa. Stosunek w/c w betonach zawierających drobna frakcję z recyklingu może być większy nawet o 16% w porównaniu z betonem o takim samym składzie, zawierającym tylko kruszywo naturalne (23). W pracach Khatiba (24) oraz Evangelista i de Brito (25) wykazano ponadto, że wraz ze wzrostem udziału drobnej frakcji kruszywa z recyklingu, trwałość betonu ulega obniżeniu. Zastosowanie pyłów krzemionkowych może jednak korzystnie wpłynąć na wytrzymałość betonu zawierającego drobne frakcje kruszywa z recyklingu (22).

Oprócz kruszywa z recyklingu ogromnym problemem jest również zagospodarowanie starego zaczynu cementowego pozostałego po oczyszczaniu kruszywa z recyklingu (26-28). Jest niewiele prac na temat ponownego wykorzystania tego odpadu. Skład chemiczny i fazowy zaczynu cementowego stwarza potencjalną możliwość jego ponownego wykorzystania (29). Badania laboratoryjne, polegające na ponownym wykorzystaniu do produkcji klinkierów i cementów, specjalnie w tym celu przygotowanych zaczynów cementowych, wykazały możliwość uzyskania podobnych wytrzymałości cementów z ich dodatkiem do cementów pucolanowych (29). Shui i in. (30-31) wykazali, że w zaczynie cementowym poddanym dehydratacji mogą ponownie powstawać hydraty. Właściwości nowego spoiwa ściśle zależą od temperatury, w której przeprowadzono proces dehydratacji matrycy cementowej (27). Proces rehydratacji przebiega podobnie do procesu hydratacji cementu (27). Florea i in. (28) wykazali, że przeprowadzenie

of all mechanical methods, the most efficient one when it comes to separating coarse aggregate from fine fractions, is a method known as Concrete to Cement and Aggregate [C2CA] (11-12). Other methods used to recover good-quality aggregate include the use of microwaves (14) or sound impulses (15).

The undermining problem, however, is utilising fine fractions obtained from concrete recycling. Numerical data indicates that utilising the recycled fine fractions remains a serious problem, as the interest in using separated fine fractions is still very low, resulting in the waste's return to the landfill. The properties of recycled aggregate largely depend on the content of hydrated cement paste which covers aggregate particles. Safiuddin et al. (16) state that recycled aggregates may contain 30-60% of cement paste, depending on the size of the aggregate grains and their crushing level. Aggregate grains sized 20-30 mm may contain ca. 20% of cement paste, whereas fraction 0/0.3 mm is containing up to 65% of cement paste (17). Due to a pronounced decrease in the strength of concretes containing fine recycled aggregate fractions, especially after a long concrete curing period (18), utilising fine aggregate with particles smaller than 2 mm is not advised (19-21). The durability of concrete may also be weakened by increased autogenous shrinkage, even by 40% (18). These results are shown in the studies of Khoshkenari et al. (22). Decreased durability is caused mostly by greater water demand of an aggregate and binder mix. The water/cement ratio in concrete containing recycled fine fractions may be even 16% higher, compared to concrete of the same composition but containing only natural aggregate (23). Moreover, studies conducted by Khatib (24) and Evangelista and de Brito (25) show that increased content of fine recycled aggregate fraction is accompanied by decreased concrete durability. However, using silica fumes might have a positive influence on the durability of concrete containing fine fractions of recycled aggregate (22).

Apart from recycled aggregate, another important problem also consists in utilising the old cement paste remaining after cleaning of recycled aggregate (26-28). There are many studies of reusing this by-product. The chemical and phase composition of cement paste makes its reusability potentially possible (29). Laboratory testing consisting of reusing specially prepared cement pastes in the production of clinkers and cements were showing that it is possible to obtain durability properties of cements with cement pastes addition similar to those of pozzolanic cements (29). Shui et al. (30-31) proved that the hydrates can reappear in dehydrated cement paste. The properties of a new binder are closely correlated with the temperature at which the process of dehydrating cement matrix was conducted (27). The rehydration process is carried out in a similar manner to the process of cement hydration (27). Florea et al. (28) proved that dehydration at 800°C leads to the material production which can substitute 20% of Portland cement, without a considerable decrease in the durability of the obtained mortar. Heat-treating of the old cement paste in a lower temperature, e.g. 500°C, leads to obtaining a material whose properties resemble those of granulated blast furnace slag. The compressive strength of mortars, in which 10% of cement was substituted with recycled

dehydratacji w temperaturze 800°C prowadzi do uzyskania materiału, którym można zastąpić aż 20% cementu portlandzkiego, bez znacznego spadku wytrzymałości otrzymanej zaprawy. Obróbka cieplna starego zaczynu cementowego w niższej temperaturze na przykład w 500°C, prowadzi do uzyskania materiału, który swoimi właściwościami przypomina granulowany żużel wielkopiecowy. Wytrzymałość na ściskanie zapraw przy zastąpieniu 10% cementu drobną frakcją z recyklingu, poddaną obróbce w temperaturze 500°C, powoduje wzrost wytrzymałości zapraw na ściskanie po 28 dniach nawet o około 15% (28).

Na podstawie dostępnej literatury nie można stwierdzić jaki wpływ na właściwości betonu ma zastosowanie drobnych frakcji, pochodzących z kruszywa z recyklingu. W niniejszej pracy podjęto badania mające na celu określenie właściwości fizykochemicznych drobnej frakcji z recyklingu betonu, poddanej dehydratacji. Następnie przeprowadzono segregację odpadów w celu uzyskania starego zaczynu cementowego bez kruszywa grubego, aby można go było ponownie zastosować do wykonania zapraw cementowych, jako dodatku zastępującego część cementu. Wpływ stosowania drobnej frakcji z recyklingu zastępującego część cementu zbadano oznaczając wytrzymałość na ściskanie zapraw z tego spoiwa.

## 2. Materiały

W pracy wykorzystano gruz betonowy z recyklingu. Frakcję drobną uzyskano po skruszeniu brył betonu i odsianiu frakcji większej od 16 mm, przeznaczonej do dalszego recyklingu kruszywa. Wizualna obserwacja próbek gruzu betonowego wskazuje na dużą porowatość betonu. Rozmieszczenie ziaren kruszywa jest równomierne. Widoczne są liczne mikro-spękania zaprawy cementowej otaczającej ziarna kruszywa, przebiegające również po powierzchni kruszywa. Na rysunku 1 pokazano powierzchnię próbki gruzu betonowego, z którego wydzielono drobne frakcje.

W celu przygotowania materiału do badań został on wstępnie rozdrobniony za pomocą laboratoryjnej kruszarki. Aby uzyskać

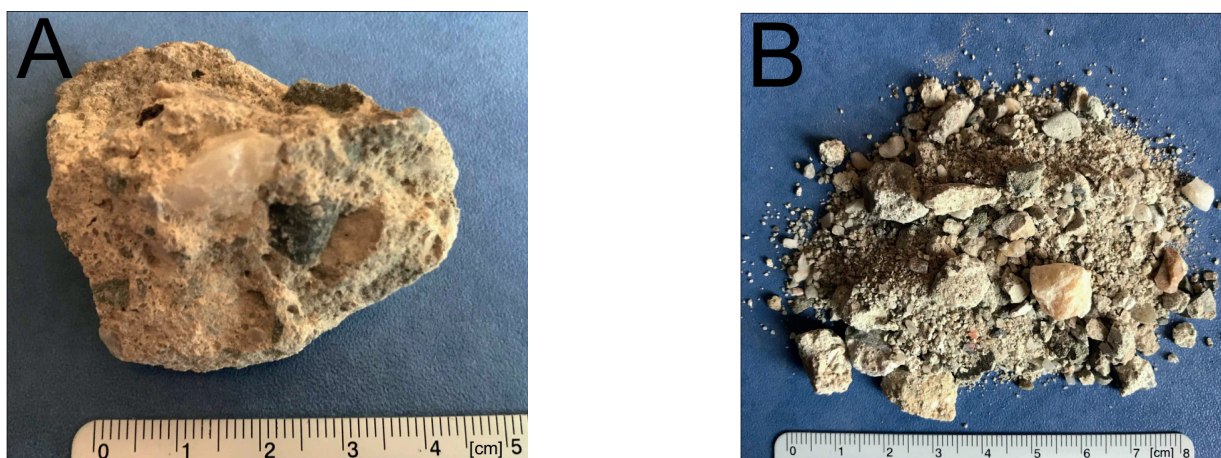
fine fraction treated at 500°C, results in a 15% increase in the compressive strength of mortars after 28 days (28).

It cannot be surmised, based on the available literature, how the utilisation of fine fractions from recycled aggregate influences the properties of concrete. This paper contains studies whose aim was to determine physical and chemical properties of dehydrated fine fractions from concrete recycling. This was followed by waste segregation aimed at obtaining the old cement paste without coarse aggregate, in order of reusing this product in the production of cementitious mortars as an addition substituting partially cement. The effects of substituting part of cement with recycled fine fracture was studied by determining the compressive strength of mortars made from this binder.

## 2. Materials

The study was carried out with the use of recycled concrete rubble. The fine fraction was obtained by crushing lumps of concrete and sifting out fractions measuring more than 16 mm, which were intended for further recycling of the aggregate. The visual observation of concrete rubble samples indicates the high porosity of concrete. The aggregate particles were evenly distributed. There are visible multiple micro-cracks in the cementitious mortar surrounding the aggregate particles, which were also running along the aggregate surfaces. Fig. 1 shows the surface of sample of the concrete rubble, from which fine fractions were extracted.

Prior to the examination, the material was pre-crushed in a laboratory crusher. In order to obtain the highest possible amount of recycled aggregate, while creating the opportunity to utilise fine fraction composed of hardened cement paste and fine sand fraction, the crushed material underwent heat treatment. Its goal was to dehydrate the hardened cement paste and separate it from the surface of the aggregates. The heat treatment lasted for 3 hours and was conducted at the temperature of 180°C, 300°C, 500°C, and additionally at 700°C for 1 hour in order to decompose



Rys. 1. Makroskopowe badania próbek gruzu budowlanego: a) powierzchnia próbki gruzu budowlanego, b) wyselekcjonowana z gruzu budowlanego drobna frakcja stwardniałej zaprawy cementowej.

Fig. 1. Macroscopic examination of construction rubble: a) the surface of a concrete rubble sample, b) fine fraction of hardened cementitious mortar selected from construction rubble

jak największą ilość kruszywa z recyklingu, a jednocześnie stworzyć możliwość wykorzystania drobnej frakcji składającej się ze stwardniałego zaczynu cementowego i frakcji piasku o drobnym uziarnieniu, rozkruszony materiał poddano obróbce termicznej. Jej celem była dehydratacja stwardniałego zaczynu cementowego i oddzielenia go od powierzchni kruszywa. Obróbkę cieplną prowadzono przez 3 h w temperaturach 180°C, 300°C i 500°C, a także dodatkowo w temperaturze 700°C przez 1 h, w celu rozkładu węglanów, powstałych w wyniku karbonatyzacji betonu. Uzyskany materiał jeszcze raz rozdrobniono, a następnie odseparowano frakcje kruszywowe od frakcji drobnych, w celu oddzielenia stwardniałego zaczynu cementowego. Obróbka termiczna ułatwiła w znacznym stopniu oddzielenie kruszywa od stwardniałego zaczynu cementowego. W miarę wzrastania temperatury tej obróbki, oddzielenie frakcji drobnych i zaczynu cementowego od kruszywa było coraz bardziej skuteczne. Ponieważ celem podjętych badań było zagospodarowanie drobnych frakcji kruszywa z recyklingu, przeprowadzono badania mające na celu ustalenie wpływu termicznej obróbki drobnej frakcji powstałej po oddzieleniu kruszywa z recyklingu betonu na właściwości zapraw cementowych oraz określenie możliwości wykorzystania drobnej frakcji jako dodatku do cementów.

Otrzymany po termicznej obróbce materiał rozmielono do powierzchni właściwej około 450 m<sup>2</sup>/kg. W tablicy 1 podano opis próbek.

### 3. Wyniki badań

#### 3.1. Stopień rozdrobnienia

W celu określenia stopnia rozdrobnienia odseparowanych frakcji kruszywa z recyklingu oznaczono powierzchnię właściwą metodą Blaine'a. Wyniki przedstawiono w tablicy 2.

Próbki po obróbce termicznej miały większy stopień rozdrobnienia od wyjściowych, pomimo że czas mielenia był jednakowy dla

carbonates, formed as a result of the concrete carbonation. The obtained material was crushed once more, and then aggregate fractions were separated from fine fractions in order to separate the hardened cement paste. The heat treatment considerably facilitated the separation of the aggregate from the hardened cement paste. As the temperature of the treatment was rising, the separation of the fine fractions and the cement paste from the aggregate became more and more effective. Since the aim of this study was the utilisation of recycled fine fractions, the purpose of the conducted examinations was to determine the effect of the heat treatment of the fine fraction resulted from the separation of the recycled concrete aggregate on the properties of cementitious mortars and to determine the possibility of utilising fine fraction as a cement additive.

The material obtained after the first heat treatment was ground to a specific surface area of ca. 450 m<sup>2</sup>/kg, values listed in Table 1.

### 3. Experimental results

#### 3.1. Fineness level

In order to determine the fineness level of the separated recycled aggregate fractions, the specific surface area was determined according to Blaine. The results are shown in Table 2.

The heat-treated samples exhibited a higher fineness level than the output samples, even though the grinding time was the same for all of the studied specimens. This is probably due to the micro-cracks formation of the cement paste, resulting from dehydration of the C-S-H phase.

#### 3.2. Examination of the phase composition

The microstructure of recycled fine fraction was examined with the Scanning Electron Microscopy. The microscope used was NOVA NANO SEM 200. Selected microareas of samples were also subjected to X-ray microanalyses. Fig. 2. shows the results

Tablica 1./ Table 1

OPIS PRÓBEK DO BADAŃ

THE TESTED SAMPLES

Nazwa próbki/Sample designing	Rodzaj próbki/Kind of sample
FRA	Odseparowane frakcje kruszywowe od frakcji drobnych, a następnie zmielone/Aggregate fractions were separated and then fine fractions were ground
FRA 180°C	Odseparowane frakcje kruszywowe od frakcji drobnych, poddanych obróbce termicznej w temperaturze 180°C przez 3 godziny i zmielone / Aggregate fractions were separated and then fine fractions were heat treated at 180°C for 3 h and ground
FRA 300°C	Odseparowane frakcje kruszywowe od frakcji drobnych, poddanych obróbce termicznej w temperaturze 300°C przez 3 godziny i zmielone / Aggregate fractions were separated and then fine fractions were heat treated at 300°C for 3 h and ground
FRA 500°C	Odseparowane frakcje kruszywowe od frakcji drobnych, poddanych obróbce termicznej w temperaturze 500°C przez 3 godziny i zmielone / Aggregate fractions were separated and then fine fractions were heat treated at 500°C for 3 h and ground
FRA 700°C	Odseparowane frakcje kruszywowe od frakcji drobnych, poddanych obróbce termicznej w temperaturze 700°C przez 1 godzinę i zmielone / Aggregate fractions were separated and then fine fractions were heat treated at 700°C for one h and ground

Specific surface area Powierzchnia właściwa, m <sup>2</sup> /kg	Heat treatment temperature / Temperatura obróbki cieplnej				
	None/bez	180°C	300°C	500°C	700°C
	400	500	500	500	400

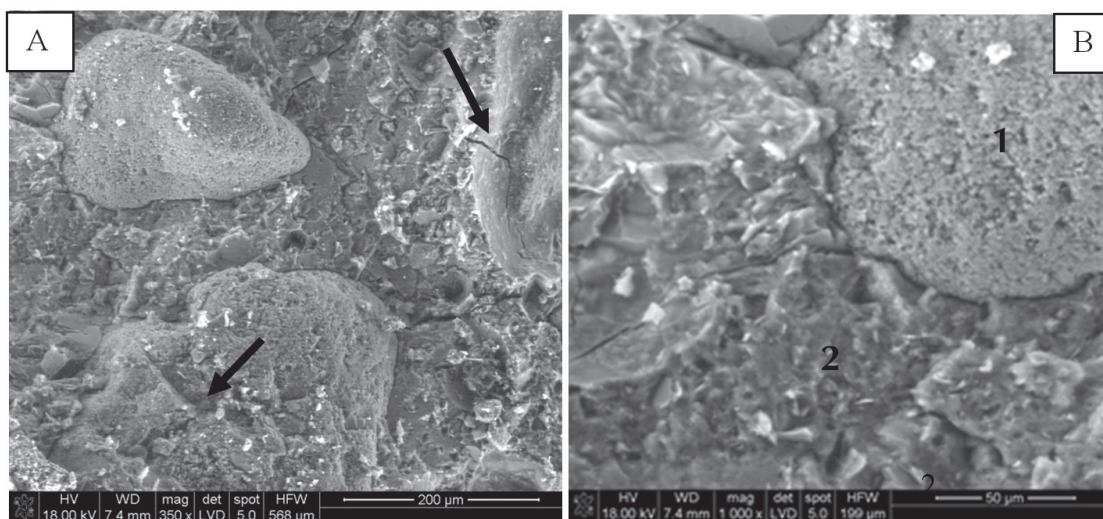
wszystkich badanych materiałów. Jest to związane prawdopodobnie z powstałymi mikro-spękaniami zaczynu cementowego w wyniku dehydratacji fazy C-S-H.

### 3.2. Badania składu fazowego

Badania mikrostruktury drobnej frakcji z recyklingu wykonano za pomocą elektronowej mikroskopowej skaningowej. Stosowano mikroskop NOVA NANO SEM 200. Wykonano również mikroanalizy rentgenowskie, dla wybranych mikroobszarów próbek. Na rysunku 2 pokazano wyniki badań mikroskopowych próbek gruzu budowlanego przed obróbką termiczną.

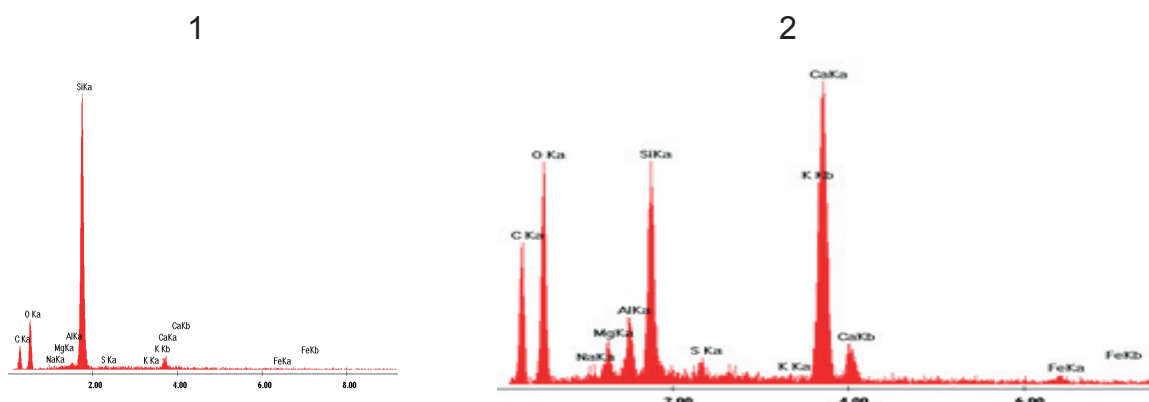
of microscopic examinations of the samples of concrete rubble, prior to heat treatment.

The microstructure of the sample seen at small magnifications under an electronic microscope is shown in Figs. 2A and 2B, with multiple micro-cracks visible in the cement paste. They are also present in the layers of the cement paste surrounding sand particles. The C-S-H phase creates mainly compact forms. The microstructure of the hardened cement paste contains individual belite crystals which did not undergo hydration. Clusters of ettringite needles in some micro-areas, e.g. in figure 4B, as well as characteristic large portlandite crystals, e.g. in figure 6A, are visible.



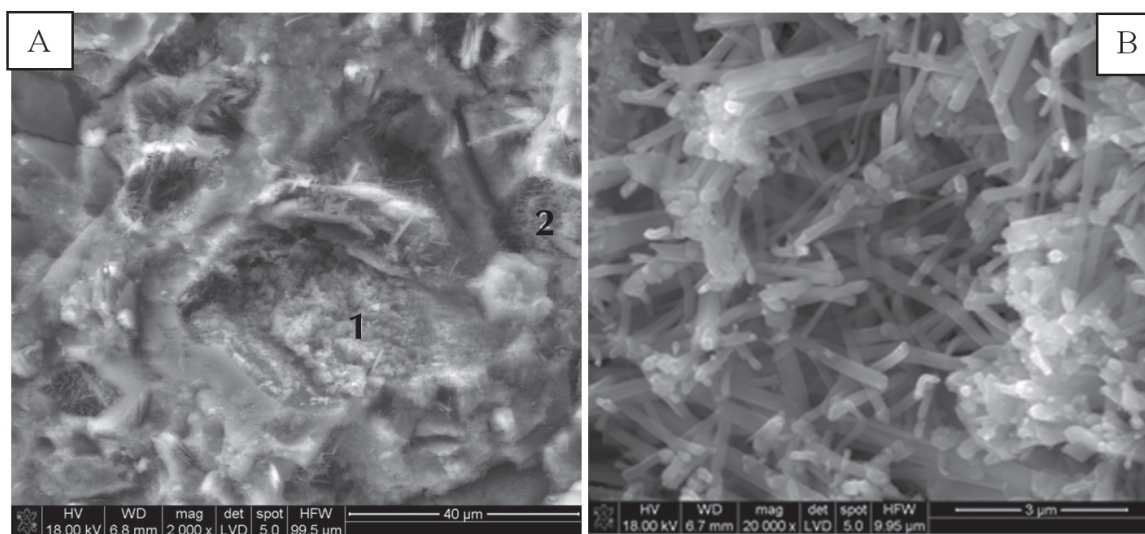
Rys. 2. A – mikro-pęknięcia ziaren kruszywa kwarcowego [strzałki], B – widoczne mikro-pęknięcia w stwardniałym zaczynie cementowym otaczającym ziarno kruszywa

Fig. 2. A – microcracks [arrows] of quartz aggregate particles, B – microcracks in the area around hardened cement paste surrounding an aggregate particle.



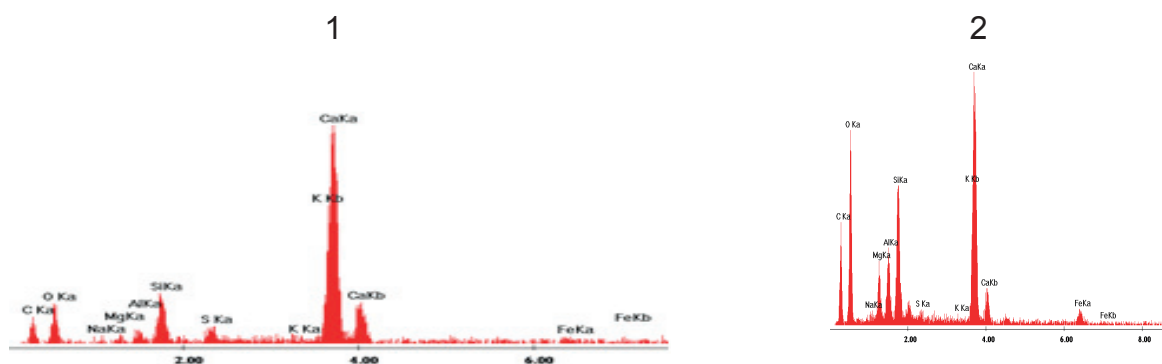
Rys. 3. Mikroanalizy rentgenowskie pokazujące w punkcie 1 ziarno kwarcu oraz w punkcie 2 typową fazę C-S-H; punkty zaznaczone na rysunku 2B

Fig. 3. X-ray microanalyses showing a quartz particle in point 1 and the typical C-S-H phase in point 2; points marked in Fig. 2B.



Rys. 4. A – Mikrostruktura zaczynu cementowego w próbce betonu z recyklingu z widocznym obszarem zawierającym produkty karbonatyzacji – punkt 1 i B – skupienie kryształów etringitu

Fig. 4. A – Microstructure of cement paste in a sample of recycled concrete with a visible area containing products of carbonation – point 1 and B – agglomeration of ettringite crystals



Rys. 5. Mikroanalizy rentgenowskie w punktach zaznaczonych na rysunku 4A; punkt 1 –  $\text{CaCO}_3$  powstały w wyniku karbonatyzacji zaczynu oraz punkt 2 – faza C-S-H w zaczynie cementowym

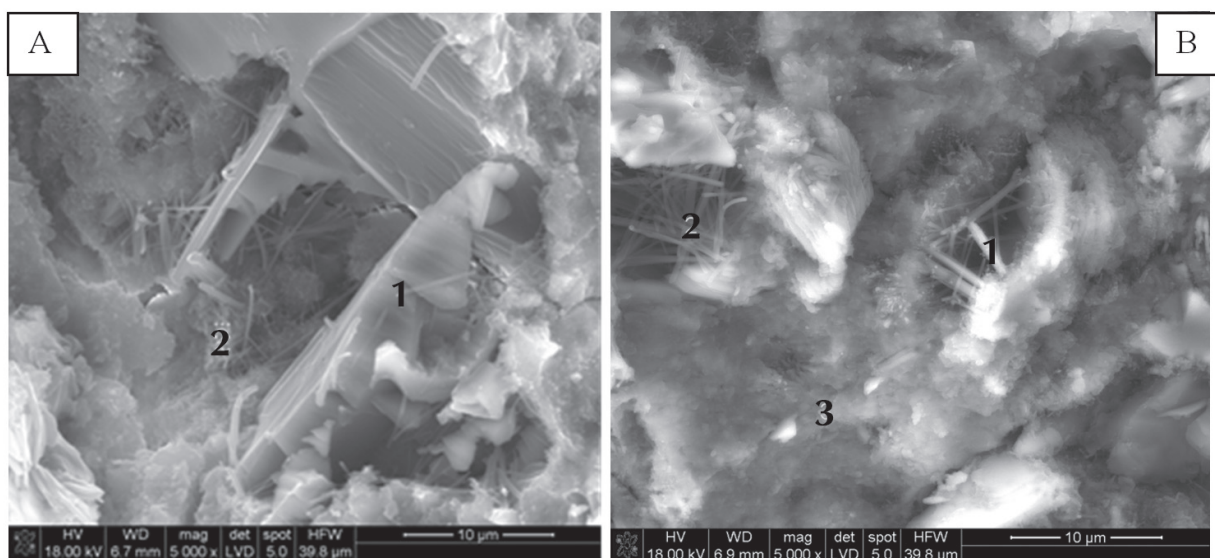
Fig. 5. X-ray microanalyses of marked points in Figure 4A; point 2 C-S-H phases in cement paste and point 1  $\text{CaCO}_3$  formed as a result of cement paste carbonation

Mikrostrukturę próbki pod mikroskopem elektronowym przy niewielkich powiększeniach pokazano na rysunkach 2A i 2B, na których widoczne są liczne mikro-spękania, w stwardniałym zaczynie cementowym. Występują one również w warstewkach zaczynu, otaczających ziarenka piasku. Faza C-S-H tworzy głównie formy zbite. W mikrostrukturze stwardniałego zaczynu cementowego występują pojedyncze kryształy belitu, które nie uległy hydratacji. W niektórych mikroobszarach występują skupienia pręcików etringitu, pokazane przykładowo na rysunku 4B oraz charakterystyczne duże kryształy portlandytu, na przykład na rysunku 6A.

Ze względu na łatwość oddzielenia frakcji kruszywowych za pomocą obróbki termicznej, która jest jednak kosztowna bowiem zużywa dużo energii, założono że najlepszym rozwiązaniem byłoby wykorzystanie frakcji stwardniałego zaczynu cementowego, po obróbce w temperaturze  $180^\circ\text{C}$ . W tej temperaturze zachodzi dehydratacja fazy C-S-H i uwodnionych glinianów wapnia. W związku z tym do badań mikroskopowych wytypowano gruz betonowy poddany obróbce termicznej w  $180^\circ\text{C}$ . W polu obrazu pokazanego na ry-

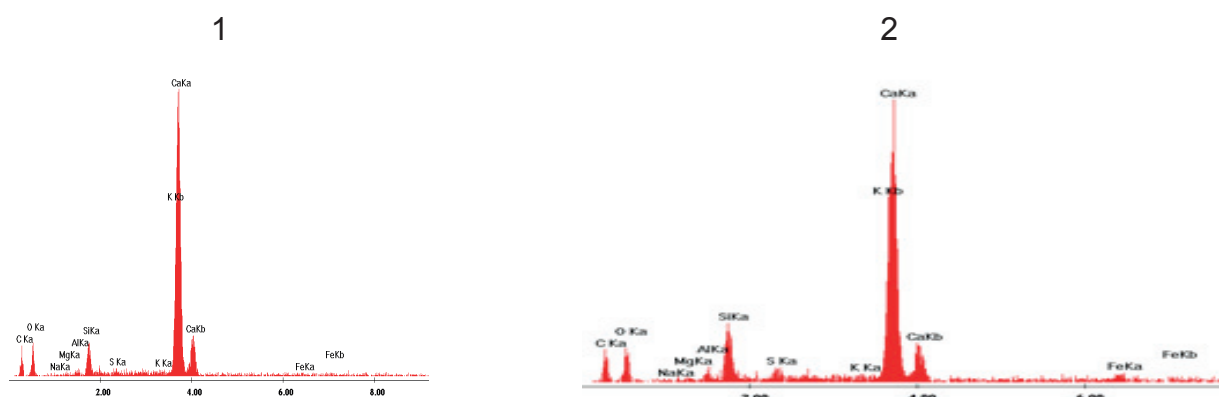
Given the ease with which aggregate fractions are separated under heat treatment, whose reliance on large amounts of energy makes it a costly method, it was established that the best solution would be to use fractions of hardened cement paste after heat treatment at  $180^\circ\text{C}$ , as this temperature causes dehydration of the C-S-H phase and hydrated calcium aluminate. Given the above, concrete rubble after heat treatment at  $180^\circ\text{C}$  was selected for microscopic examination. On Fig. 9A. the tiny particles of hardened cement paste are shown. On Fig. 9B after higher magnification, a large number of particles measuring ca.  $1\ \mu\text{m}$  in diameter can be seen on the surface of large particles measuring ca.  $30\ \mu\text{m}$ . Low agglomerations of particles, composed of very small, round particles are shown in Fig. 9C; they are mainly composed of dehydrated C-S-H phase.

Examinations with the use of thermal analysis constituted an additional study that allowed us to determine phase components of the cement paste obtained from concrete rubble. Selected samples of fine fractions of concrete rubble were subjected to DTA/TG



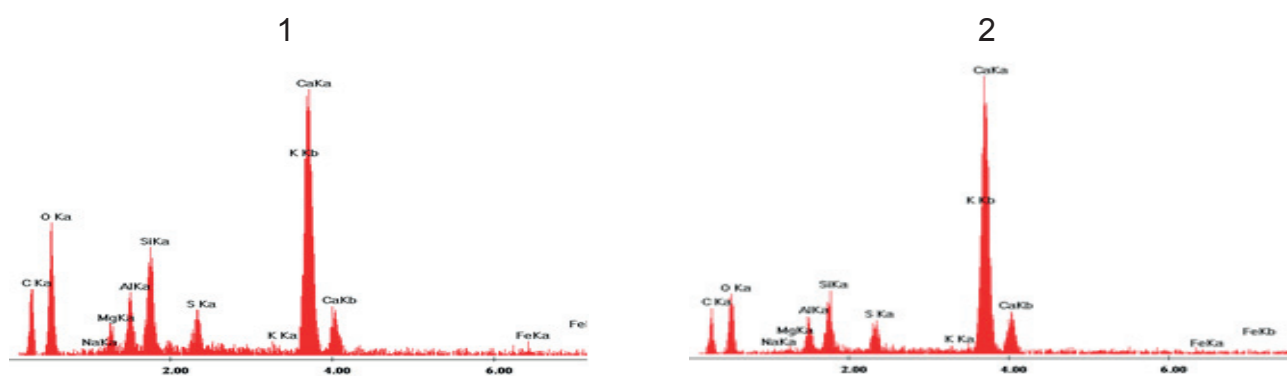
Rys. 6. A – liczne kryształy portlandytu, B – kryształy ettringitu w porach zaczynu otoczone zbitą fazą C-S-H.

Fig. 6. A – numerous portlandite crystals, B – needles of ettringite crystals surrounded by compact C-S-H phase.



Rys. 7. Mikroanalizy rentgenowskie: rysunek 6A, punkt 1 portlandyt, punkt 2 faza C-S-H o bardzo dużym stosunku CaO/SiO<sub>2</sub>

Fig. 7. X-ray microanalyses: figure 6A, point 1 portlandite, point 2 C-S-H phase with a very high CaO/SiO<sub>2</sub> ratio.

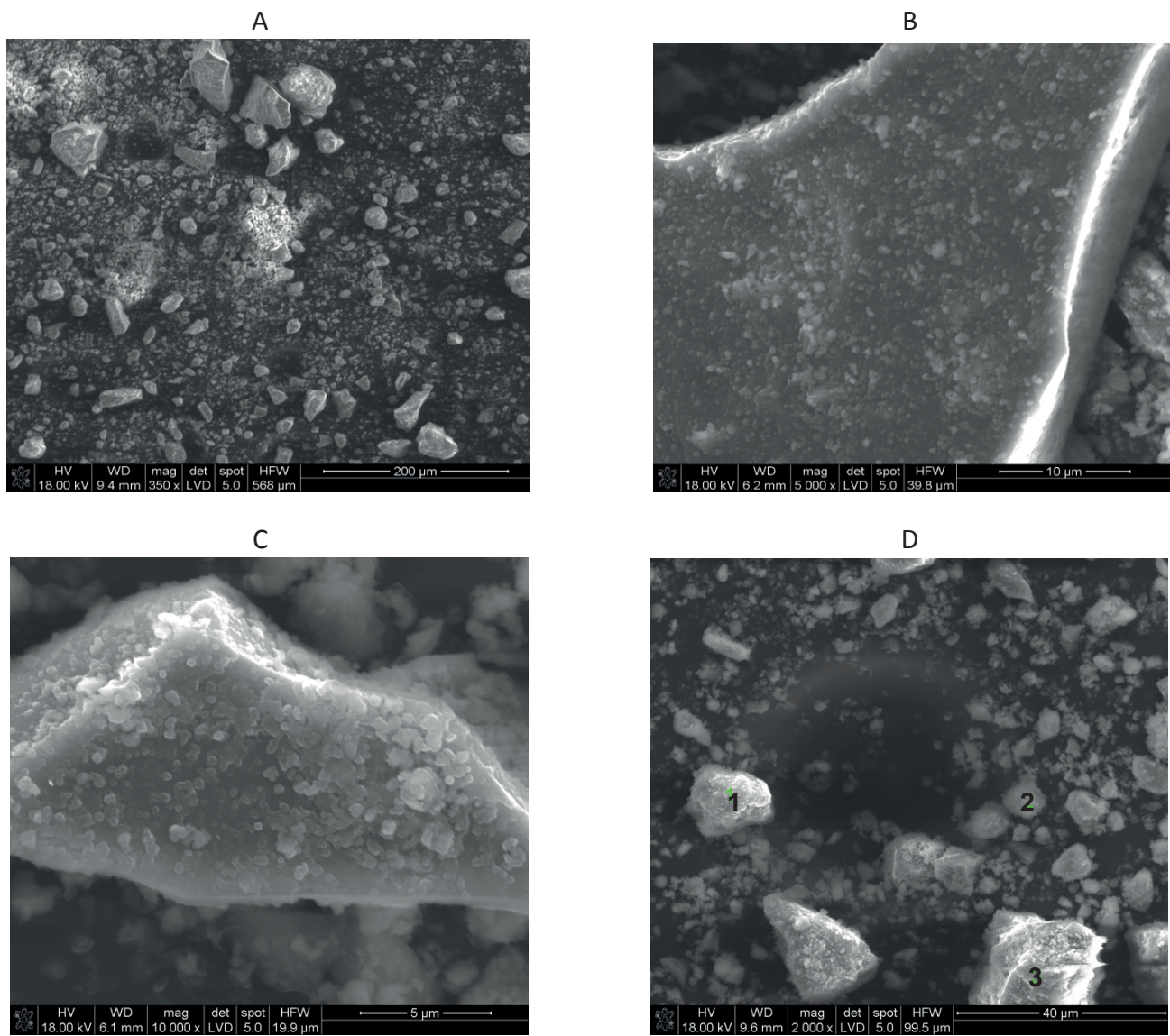


Rys. 8. Mikroanalizy rentgenowskie: rysunek 6B, punkt 1 typowa faza C-S-H; punkt 2 faza C-S-H o dużym stosunku CaO/SiO<sub>2</sub>, widoczne w mikrostrukturze nieliczne pręciki ettringitu

Fig. 8. X-ray microanalyses: Fig. 6B, point 1 typical C-S-H phase; point 2 C-S-H phase with a very high CaO/SiO<sub>2</sub> ratio, sparse needles of ettringite visible in the microstructure

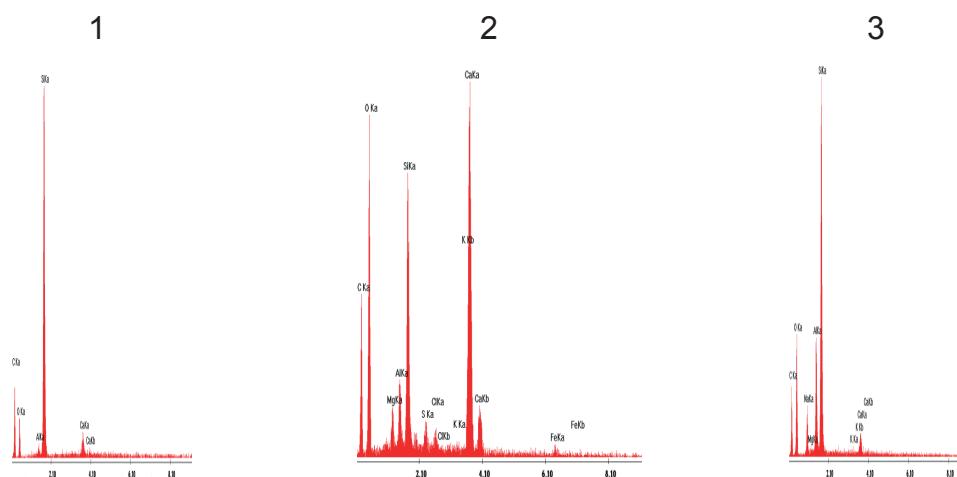
sunku 9A widoczne są maleńkie cząstki stwardniałego zaczynu cementowego. Przy większym powiększeniu widać na powierzchni dużych ziaren, o wymiarach około 30 μm, dużo maleńkich cząstek

analyses. Figs. 11-12 show thermal curves of the samples before and after heat treatment at 500°C.



Rys. 9. Mikrostruktura próbek po prażeniu w temperaturze 180°C drobnej frakcji zaczynu cementowego

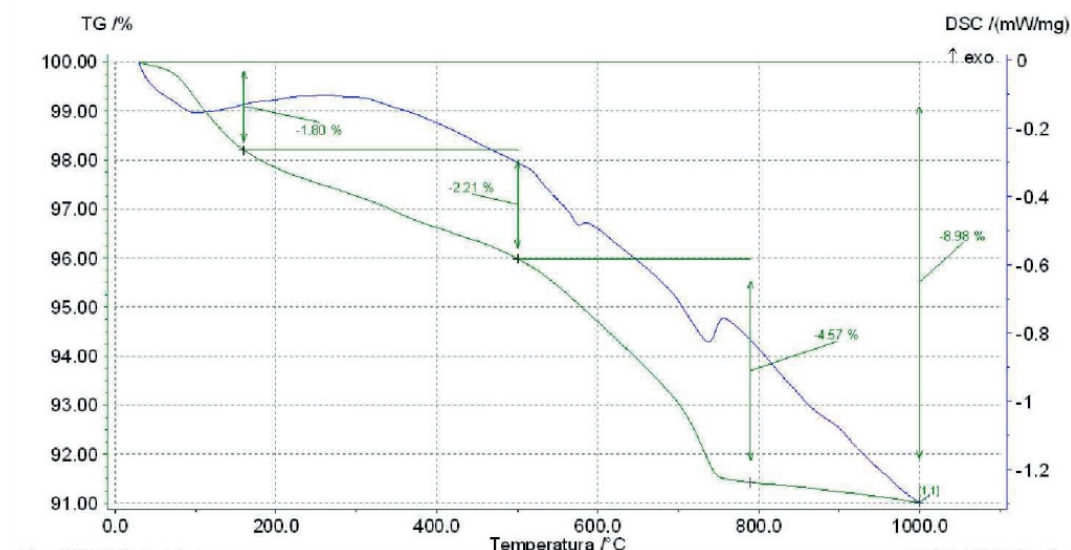
Fig. 9. Microstructure of samples of fine fraction of cement paste after heat treatment at 180°C



Rys. 10. Mikroanalizy rentgenowskie cząstek pokazanych na rysunku 9D, złożonych z kryształów kwarcu z piasku – punkt 1, a w punkcie 2 pozostałości fazy C-S-H z zaczynu cementowego; w punkcie 3 albit z kruszywa

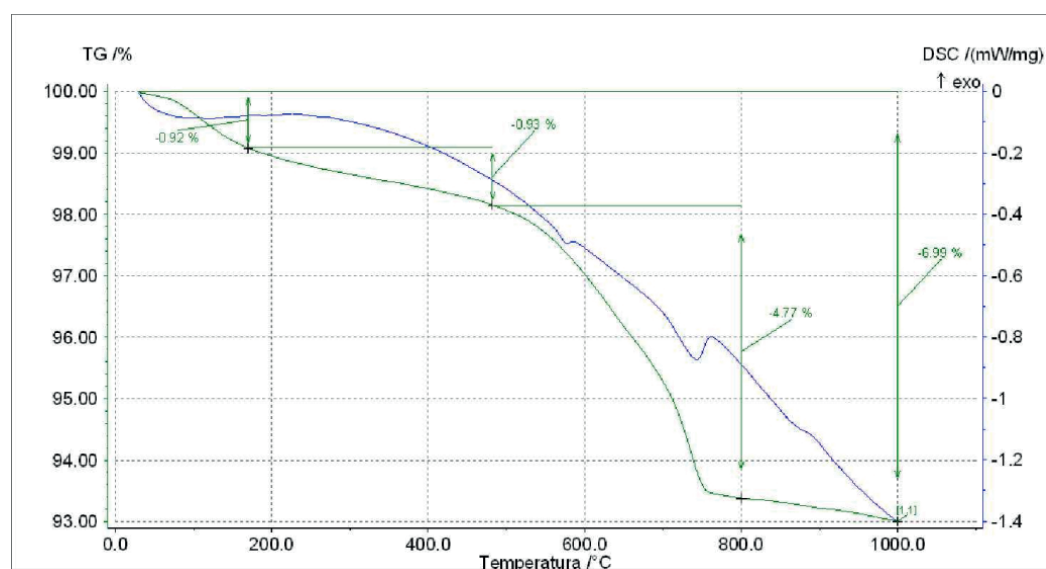
Fig. 10. X-ray microanalyses of particles shown in Fig. 9D, composed of quartz crystals from sand – point 1, point 2 – remnants of the C-S-H phase from cement paste, and point 3 – albite in aggregate





Rys. 11. Krzywe TG i DSC odseparowanej drobnej frakcji betonu z recyklingu

Fig. 11. TG and DSC curves of separated fine fraction of recycled concrete



Rys. 12. Krzywe TG i DSC odseparowanej drobnej frakcji betonu z recyklingu po prażeniu w temperaturze 500°C

Fig. 12. TG and DSC curves of separated fine fraction of recycled concrete after heat treatment at 500°C

o średnicy około 1  $\mu\text{m}$ . Drobne konglomeraty ziaren składają się z bardzo małych, okrągłych cząstek, które pokazano na rysunku 9C; są one głównie złożone z odwodnionej fazy C-S-H.

Badania za pomocą analizy termicznej stanowiły uzupełnienie umożliwiające oznaczenie składników fazowych zaczynu cementowego, uzyskanego z betonowego gruzu budowlanego. Badania metodą analizy termicznej DTA/TG objęły wybrane próbki drobnej frakcji gruzu betonowego. Na rysunkach 11 i 12 pokazano termogramy próbek przed obróbką termiczną i po tej obróbce, w temperaturze 500°C.

W próbce odseparowanej drobnej frakcji betonu z recyklingu na krzywych TG/ DSC występują ubytki masy i związane z nimi efekty endotermiczne:

In the sample of separated fine fraction of recycled concrete, the TG/DSC show the mass losses and corresponding endothermic effects:

- combined endothermic effect in the temperature range of ca. 50°C to ca. 450°C, which may be related to decomposition of hydrated C-S-H phase, hydrated aluminates and calcium aluminosulfates,
- based on the assumption that the whole content of carbonates in the cement paste undergoes decomposition at the temperature range of 580°C to 800°C it may be assumed that the small endothermic effect occurring within the temperature range of ca. 600°C to 800°C, with its maximum at 750°C, is a result of the decomposition of calcium carbonate and magnesium carbonate. The carbonates in the waste concrete sample are

- złożony efekt endotermiczny w zakresie temperatury od około 50°C do około 450°C, który może być związany z rozkładem uwodnionej fazy C-S-H, uwodnionych glinianów i glinianosiarczanów wapnia,
- opierając się na założeniu, że cała zawartość węglanów w zaczynie cementowym ulega rozkładowi w zakresie temperatur od 580°C do 800°C można przyjąć, że występujący w zakresie temperatury od około 600°C do 800°C z maximum w temperaturze około 700°C niewielki efekt endotermiczny pochodzi od rozkładu węglanu wapnia i węglanu magnezu. Węglany w próbce odpadowego betonu z budowy są wynikiem karbonatyzacji zaczynu, który występuje w drobnej frakcji tego odpadu,
- niewielki efekt endotermiczny w temperaturze 570°C wiąże się z przemianą polimorficzną  $\beta \rightarrow \alpha$  kwarcu.

Obok analizy termicznej podstawową metodą do oznaczenia składu fazowego drobnej frakcji gruzu budowlanego oraz próbek gruzu budowlanego poddanych prażeniu w temperaturach 180°C, 300°C, 500°C i 700°C była rentgenografia. Badania te wykonano za pomocą aparatu Philips X'PertSystem. Pomiar przeprowadzono w zakresie kątowym  $2\theta = 5-60$ .

Na uzyskanych rentgenogramach występują następujące refleksy: w przypadku próbki nie poddawanej obróbce termicznej: tobermoritu kwarcu, gehlenitu, ettringitu, monosiarczanu AFm, ortoklaz, albitu, kalcytu i dolomitu. W próbce prażonej w temperaturze 180°C kwarcu, gehlenitu, ortoklaz, albitu, kalcytu i dolomitu, a prażonej w 500°C pojawia się dodatkowo anhydryt. Na rentgenogramie próbki prażonej w 700°C występują te same refleksy.

### 3.4. Wyniki badań wytrzymałości

Zaprawy cementowe do badań wytrzymałości wykonano zgodnie z normą PN-EN196-1:2016:07, zastępując 3% i 6% cementu drobną frakcją kruszywa z recyklingu, po obróbce termicznej i odseparowaniu frakcji kruszywowych. Po 24 godzinach przechowywania próbek w formach, w szafie klimatycznej w temperaturze  $20\pm 2^\circ\text{C}$

a result of the carbonation of the cement paste present in the fine fraction of that waste,

- the small endothermic effect occurring at 570°C is related to the polymorphic transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  of quartz.

Apart from the thermal analysis, another basic method used to determine the phase composition of the fine fraction of construction rubble and samples of construction rubble subjected to heat treatment at 180°C, 300°C, 500°C and 700°C was XRD. These tests were carried out with the use of Philips X'PertSystem. The measurement was made at an angle range of  $2\theta = 5^\circ - 60^\circ$ .

The obtained diffractions patterns show the following peaks:

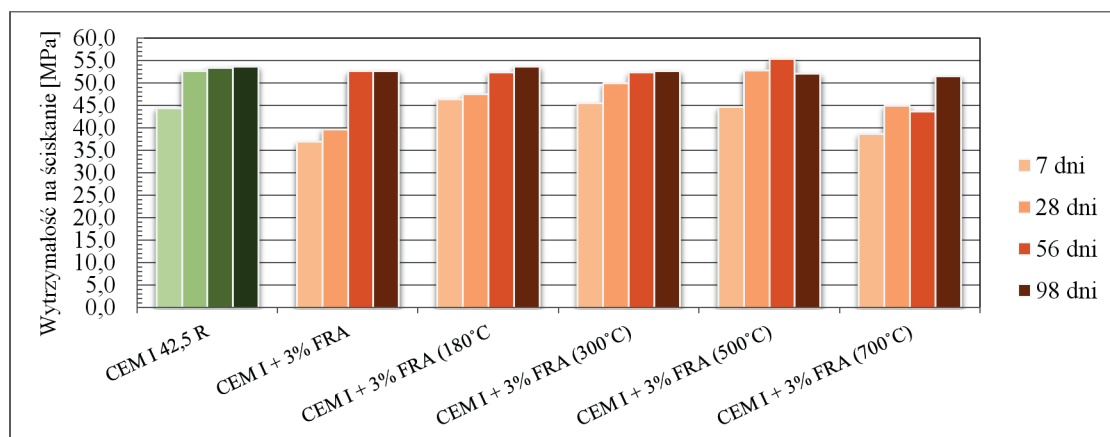
- in the case of the untreated sample there are: tobermorite, quartz, gehlenite, ettringite and monosulfate,
- in the case of the sample after heat retreatment at 180°C there are: quartz, orthoclase, albite, calcite and dolomite,
- in the case of the sample after heat retreatment at 500°C and 700°C, additionally anhydrite appeared.

### 3.4. Strength test results

The cement pastes used in strength tests were prepared according to the PN-EN 196-1:2016:07 standard, by replacing 3% and 6% of cement with fine fraction from recycling, after heat treatment and separation of aggregate fractions. The samples were stored in moulds in laboratory at  $20\pm 2^\circ\text{C}$  and  $90\pm 2\%$  relative humidity for 24 hours, after which they were demoulded and placed in a tank under water at  $21\pm 2^\circ\text{C}$ . The mortars were made from CEM I 42.5R Portland cement, with a constant water to binder ratio of  $w/b=0.5$ . The compressive strength was tested after 7, 28, 56 and 98 days of curing, and the results are shown in Figs. 13 and 14.

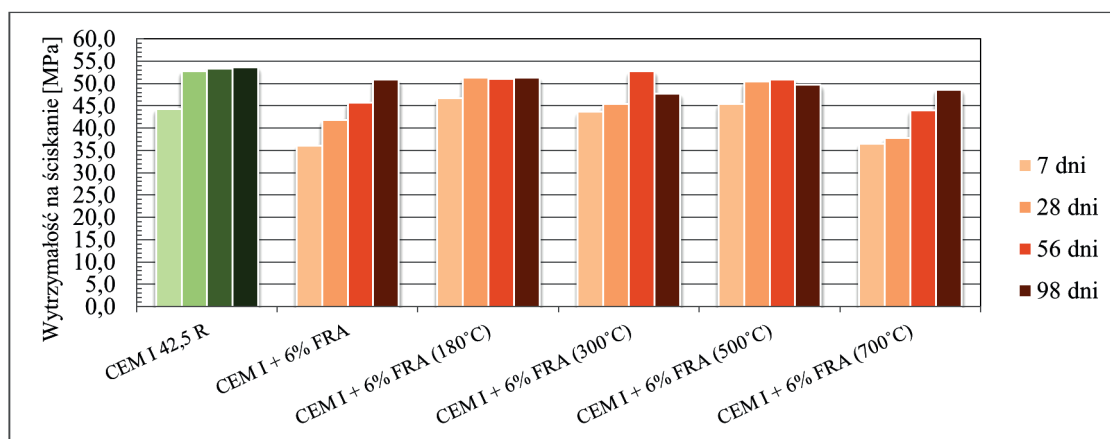
The microstructure of mortars containing 6% of the fine fraction of concrete rubble addition was examined under SEM, after 28 days.

The addition of separated ground fraction of concrete rubble decreased the compressive strength of the mortars in relation to



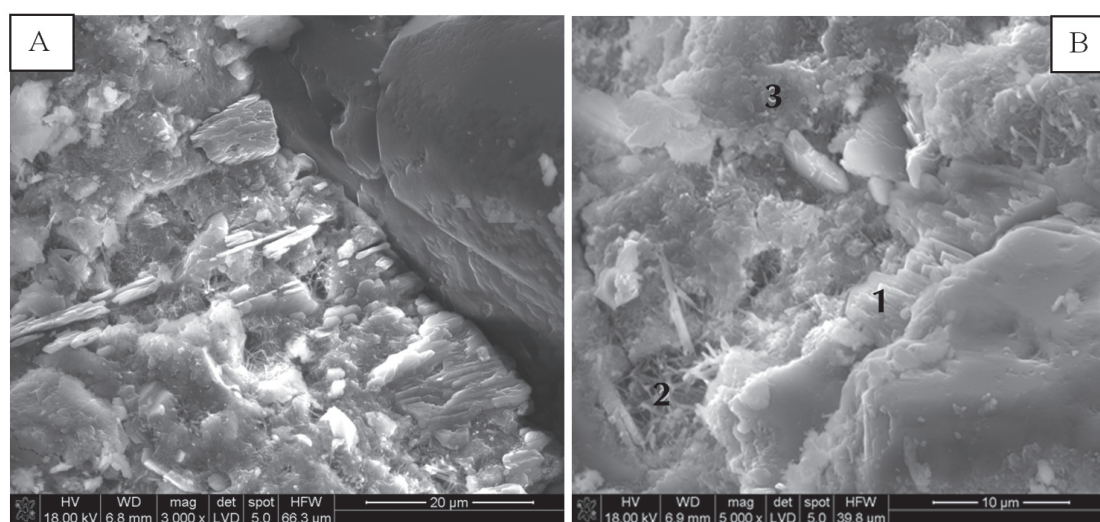
Rys.13. Wytrzymałość na ściskanie zapraw [MPa] z 3% dodatkiem gruzu betonowego z recyklingu po obróbce termicznej i odseparowaniu frakcji kruszywowej

Fig. 13. Compressive strength [MPa] of mortars with 3% of added recycled concrete rubble after heat treatment and separation of aggregate fraction after 7, 28, 56 and 98 days



Rys.14. Wytrzymałość na ściskanie [MPa] zapraw z 6% dodatkiem gruzu betonowego z recyklingu po obróbce termicznej i odseparowaniu frakcji kruszywowej

Fig. 14. Compressive strength [MPa] of mortars with 6% of added recycled concrete rubble after heat treatment and separation of aggregate fraction after 7, 28, 56 and 98 days



Rys. 15. Mikrostruktura zapraw z dodatkiem 6% drobnej frakcji kruszywa z recyklingu, po obróbce termicznej w temperaturze 180°C.

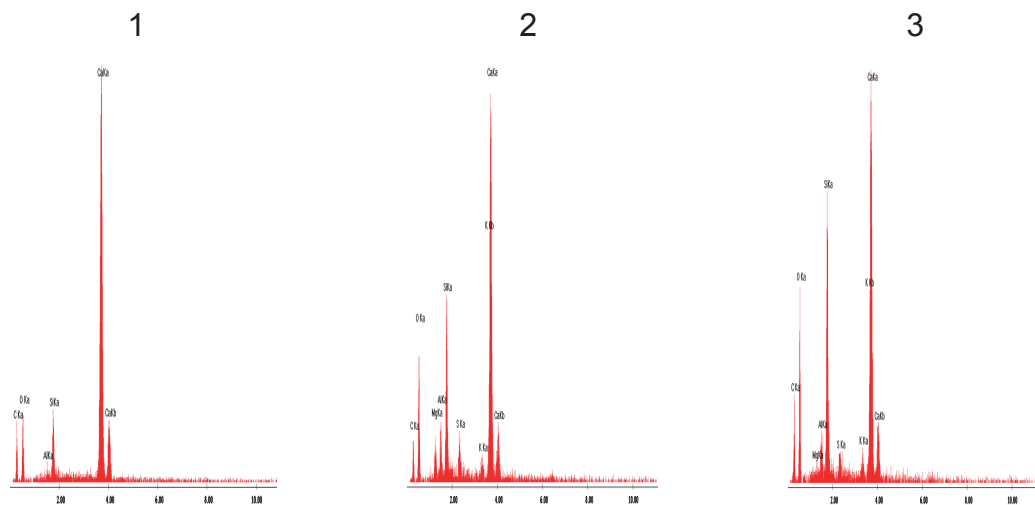
Fig. 15. Microstructure of mortars with 6% of fine fraction of recycled aggregate after heat treatment at 180°C

i wilgotności względnej  $90 \pm 2\%$ , próbki rozformowano i umieszczono w wannie z wodą w temperaturze  $20 \pm 2$ . Zaprawy wykonano z cementu portlandzkiego CEM I 42,5 R, przy zachowaniu stałego stosunku wody do spoiwa, który wynosił  $w/s = 0,5$ . Wytrzymałość na ściskanie zbadano po 7, 28, 56 i 98 dniach dojrzewania, a uzyskane wyniki pokazano na rysunkach 13 i 14.

Dodatek odseparowanej, zmielonej frakcji gruzu betonowego spowodował spadek wytrzymałości na ściskanie zapraw, w porównaniu do zaprawy normowej. Zaprawy z dodatkiem 3% i 6% drobnej frakcji gruzu budowlanego, poddanej obróbce termicznej w temperaturach 180°C, 300°C i 500°C mają wytrzymałość porównywalną z zaprawą z cementu bez dodatków. Natomiast zaprawy, z dodatkiem drobnej frakcji gruzu budowlanego, prażonej w temperaturze 700°C mają znowu mniejszą wytrzymałość. Spadek wytrzymałości na ściskanie prawdopodobnie może być spowodowany zmianami mikrostruktury drobnej frakcji gruzu budowlanego, spowodowanymi rozkładem węglanów.

standard mortar. The strength of mortars with the addition of 3% and 6% of fine fraction of construction rubble subjected to heat treatment at 180°C, 300°C and 500°C is comparable to the strength of a cementitious mortar without these additions. On the other hand, mortars with the addition of fine fraction of construction rubble that was roasted at 700°C exhibit lower compressive strength. The decrease in compressive strength is probably the result of changes in the microstructure of the fine fraction of construction rubble, caused by decomposition of carbonates.

The heat treatment of recycled fine fraction which caused dehydration of hydrated cement paste components allowed us to eliminate the decrease in the compressive strength of the mortars. The most positive strength results were obtained with the samples of mortars made with the addition of fine fraction processed at 180°C. The strength of mortars with the addition of fine fraction of construction rubble in the amount of 3% and 6% subjected to heat treatment at 180°C, 300°C and 500°C is comparable to the strength of cementitious mortar without these additions. The mortars with the share of



Rys.16. Mikroanaliza rentgenowska zaprawy z rysunku 15 B; punkt 1 wodorotlenek wapnia, punkty 2 skupienie pręcików ettringitu – bez mikroanalizy, punkt 3 i bez zaznaczonego punktu zbita faza C-S-H, ta ostatnia o znacznie mniejszym stosunku  $\text{CaO/SiO}_2$

Fig. 16. X-ray microanalysis of the mortar from Figure 17B; point 1 calcium hydroxide, point 2 agglomeration of ettringite needles, point 3 compact C-S-H phase with a much lower  $\text{CaO/SiO}_2$  ratio

#### 4. Podsumowanie

Przedmiotem pracy było wykorzystanie drobnej frakcji pochodzącej z recyklingu gruzu betonowego, składającej się głównie ze stwardniałego zaczynu cementowego. W celu zwiększenia efektywności oddzielenia, kruszywa od stwardniałego zaczynu cementowego, gruz betonowy poddano obróbce termicznej w następujących temperaturach: 180°C, 300°C, 500°C i 700°C. Stopień rozdrobnienia zmielonych próbek drobnej frakcji gruzu betonowego po obróbce termicznej był większy od próbki nie prażonej, pomimo że warunki mielenia były dla wszystkich próbek jednakowe. Prawdopodobnie obróbka termiczna spowodowała powstanie mikrospękań w stwardniałym zaczynie cementowym w wyniku dehydratacji faz zaczynu cementowego. Potwierdziła ten proces analiza termiczna.

Pomiary wytrzymałości zapraw, w których zmielone próbki drobnego kruszywa po obróbce do powierzchni około 4500  $\text{cm}^2/\text{g}$  stosowano jako dodatek, zastępujący 3% lub 6% cementu, potwierdziły dane literaturowe, według których drobna frakcja betonu z recyklingu ma niekorzystny wpływ na właściwości zapraw i betonów. Dodatek tej drobnej frakcji do cementu spowodował zmniejszenie wytrzymałości w całym okresie dojrzewania w porównaniu do cementu wzorcowego.

Badania wykazują duży wpływ obróbki termicznej drobnej frakcji gruzu betonowego, na osiągniętą wytrzymałość zapraw zawierających ten dodatek badanego. Nie wyjaśniono jednak przyczyny tych różnic. Zwiększenie temperatury prażenia do 700°C spowodowało dużą zmianę składu fazowego próbek, poprzez rozkład dolomitu i węglanu wapnia, zawartego w wyjściowym materiale. 6% dodatek tej próbki spowodował znaczne zmniejszenie wytrzymałości.

W ustaleniu korzystnej temperatury prażenia drobnej frakcji w przeprowadzaniu recyklingu gruzu betonowego należy również uwzględnić jego koszty. Z tego punktu widzenia, opierając się rów-

recycled fine fraction subjected to heat treatment at 700°C exhibit lower strengths. The decrease in compressive strength may be related to changes in the microstructure of the additive caused by decomposition of carbonates.

#### 4. Summary

The subject of this paper was the utilisation of fine fraction obtained from recycled concrete rubble composed mainly of hardened cement paste. In order to increase the effectiveness of separating the aggregate from hardened cement paste, the concrete rubble was treated at the following temperatures: 180°C, 300°C, 500°C and 700°C. The level of fineness of ground samples of fine fraction of concrete rubble after heat treatment was higher than that of the untreated sample, even though the grinding conditions were the same for all of the samples. The heat treatment probably caused micro-cracks in the hardened cement paste as a result of dehydration of cement paste phases, which was confirmed by thermal analysis.

The measurement of the strength of the mortars in which untreated samples of fine aggregate ground to ca. 4000  $\text{cm}^2/\text{g}$  were used as an additive substituting 3% or 6% of cement confirmed literature data according to which fine recycled concrete fraction has a negative effect on the properties of mortars and concretes. The addition of fine fraction to cement decreased its strength in the whole curing period compared to reference cement.

The study shows a great influence of heat treatment of fine fraction of concrete rubble on the strength of the mortars containing that additive. However, the reason for these differences was not explained. Increasing the heat treatment temperature to 700°C caused a great change in the phase composition of the samples due to decomposition of dolomite and calcium carbonate included

nocześniej na uzyskanych wynikach doświadczeń, za najkorzystniejszą temperaturę wygrzewania można uznać 180°C, która powoduje dehydratację fazy C-S-H. Wskazane jest jednak prowadzenie dalszych badań dla znalezienia najkorzystniejszej temperatury prażenia drobnej frakcji, biorąc pod uwagę zakres od 180°C do 500°C. Ważne byłoby również określenie właściwości cementu z dodatkiem przetworzonej termicznie drobnej frakcji z recyklingu gruzu betonowego.

Doświadczenia te stanowiąc będą przedmiot dalszych badań.

## 5. Literatura / References

1. K. McNeil, T. H-K. Kang, Recycled concrete aggregates: A review, *Int. J. Concr. Struct. Mater.*, 7, 61-69 (2013).
2. E. Pawluczuk, Kształtowanie strefy kontaktowej kruszywo-zaczyn w betonach recyklingowych, *Budownictwo i Inżynieria Środowiska*, 2, 369-376 (2011).
3. R.V. Silva, J de Brito, R.K. Dhir, Properties and composition of recycled from construction and demolition waste suitable for concrete production, *Constr. Build. Mater.*, 65201-217 (2014).
4. D. Pedro, J. de Brito, L. Evangelista, Influence of the use of recycled concrete aggregates from different sources on structural concrete, *Constr. Build. Mater.*, 71, 141-151 (2014).
5. J. de Brito, J. Ferreira, J. Pacheco, D. Soares, M. Guerreiro, Structural, material, mechanical and durability properties and behavior of recycled aggregates concrete, *J. Build. Eng.* 6, 1-16 (2016).
6. PN-EN 206+A1:2016-12 Beton -- Wymagania, właściwości, produkcja i zgodność
7. E. Pawluczuk, K. Kozak, Wpływ stosowania drobnego kruszywa z recyklingu na wybrane właściwości kompozytów cementowych, *Budownictwo i Inżynieria Środowiska*, 7, 39-45 (2016).
8. L. Evangelista, J. de Brito, Concrete with fine recycled aggregates: a review, *Europ. J Environ Civil Eng.*, 18 (2), 129-175 (2014).
9. K. Kalinowska-Wichrowska, recycling betonu krokiem w stronę ochrony środowiska- przegląd i ocean metod recyklingu betonu, *Inżynieria Środowiska*, 19, 91-98 (2018).
10. M. Bołtryk, K. Kalinowska-Wichrowska, The cement composites with modified recycled addition, *Civil and Environmental Engineering* 7, 7-10 (2016).
11. H. Shima, H. Tateyashiki, R. Matushashi, Y. Yoshida, An advanced concrete recycling technology and its applicability assessment through input-output analysis, *J J. Adv. Concr. Technol*, 3(1), 53-67, (2005).
12. S. Lofti, P. Rem, Recycling of end of life concrete fines into hardened cement and clean sand, *J. Environ. Protection* 7, 934-950 (2016).
13. F. DiMaio, P. Rem, S. Lofti, S. Serranti, G. Bonifazi, M. Hu, N. Burganos, E. Skouras, F. Cucchiatti, M. Vázquez, Cement and clean aggregates from CDW: The C2CA project. March 11-14, 2012.
14. H. Choi, R. Kitagaki, T. Noguchi, Effective recycling of surface modification aggregate using microwave *J. Adv. Concr. Technol.* 12, 34-45 (2014).
15. E. Linß A. Mueller, High-performance sonic impulses—an alternative method for processing of concrete, *International Journal of Mineral Processing*, 74(10), 199-208 (2004).
16. Md. Safiuddin, U. J. Alengaram, Md. M. Rahman, Md. A. Salam, M. Z. Jumaat, Use of recycled concrete aggregate in concrete: a review, *J. Civil Eng. Manage.*, 19(6), 796-810 (2013).

in the output material. The 6% addition to that sample caused a substantial decrease in strength.

In order to determine a beneficial temperature of fine fraction heat treating in the process of recycling concrete rubble, we also need to account for the costs of this treatment. From this point of view, and based on the results of experiments, the most beneficial temperature of heat treatment may be assumed to be 180°C, at which dehydration of the C-S-H phase occurs. However, it is advisable to conduct further examinations aimed at arriving at the most beneficial temperature for fine fraction, taking into account the range between 180°C and 500°C.

It would also be important to determine the properties of cement with added thermally processed fine fraction from recycled concrete rubble. These examinations will be the subject of a further study.

17. Bhikshma V, Kishore R. Development of stress - strain curves for recycled aggregate concrete. *Asian J Civ Eng* 2010;11(2):253-61.
18. R. S. Ravindarajah, C.T. Tam, Recycling concrete as fine aggregate in concrete, *Int. J. Cem. Compos. Lightweight Concrete*, 9(4), 235-241 (1987).
19. K. Anderson, W. Uhlmeier, M. Russell Use of recycled concrete aggregate in PCCP: Literature Search, Washington State Development of Transportation (WSDOT), WSDOT Office of Research – Library Services, Washington (2009).
20. M. Malešev, V. Radonjanin, S. Marinkovic Recycled concrete as aggregate for structural concrete production, *Sustainability*, 2 (5), 1204-1225 (2010).
21. C. Meyer The greening of the concrete industry, *Cem. Concr. Compos.*, 31 (8), 601-605 (2009).
22. A. G. Khoshkenari, P. Shafigh, M. Moghimi, H. B. Mahmud, The role of 0-2 mm fine recycled concrete aggregate on the compressive and splitting tensile strengths of recycled concrete aggregate concrete, *Mater. Des.*, 64, 345-354 (2014).
23. F. Cartuxo, J. de Brito, L. Evangelista, J. R. Jimenez, E. F. Ledesma, Increased durability of concrete made with fine recycled concrete aggregates using superplasticizers, *Materials*, 9 (98), (2016).
24. J.M. Khatib, Properties of concrete incorporating fine recycled aggregate, *Cem. Concr. Res.*, 35, 763-769 (2005).
25. L. Evangelista, J de Brito, Mechanical behavior of concrete made with fine recycled concrete aggregates, *Cem. Concr. Compos*, 29(5), 397-401 (2010).
26. E. Pawluczuk, K. Kalinowska-Wichrowska, Ocena zastosowania spoiwa z recyklingu do betonów drobnoziarnistych, *Budownictwo i Inżynieria Środowiska*, 6, 193-199, (2015).
27. J. Topič, Z. Prošek, Properties and microstructure of cement paste including recycled concrete powder, *Acta Polytechnica*, 57 (1), 49-57, (2017).
28. M.V.A. Florea, Z. Ning, H.J.H. Brouwers, Activation of liberated concrete fines and their application in mortars, *Constr. Build. Mater.*, 50, 1-12 (2014).
29. D. Gastaldi, F. Canonico, L. Capelli, L. Buzzi, E. Boccaleri, S. Irco, An investigation on the recycling of hydrated cement from concrete demolition waste, *Cem. Concr. Compos*, 61, 29-35 (2015).
30. Z. Shui, D. Xuan, H. Wan, B. Cao, Rehydration reactivity of recycled mortar from concrete waste experienced to thermal treatment, *Constr. Build. Mater*, 22(8), 1723-1729 (2008).
31. Z. Shui, D. Xuan, W. Chen, R. Yu, R. Zhang, Cementitious characteristics of hydrated cement paste subjected to various dehydration temperatures, *Constr. Build. Mater*, 23(1), 531-537 (2009).