

---

**PRACE**

**Instytutu Ceramiki  
i Materiałów Budowlanych**

---

***Scientific Works***  
of Institute of Ceramics  
and Building Materials

---

**Nr 19**  
(październik–grudzień)

Prace są indeksowane w BazTech i Index Copernicus

ISSN 1899-3230

Rok VII

Warszawa–Opole 2014

---

GRZEGORZ ROLKA\*  
MAREK SZOTA\*\*

# Wpływ metody przygotowania i przechowywania próbek na ocenę aktywności pucolanowej i hydraulicznej popiołów lotnych

**Słowa kluczowe:** popiół lotny, aktywność hydrauliczna, aktywność pucolanowa, mieszanki związane spoiwem hydraulicznym.

W artykule przedstawiono wyniki badań aktywności hydraulicznej popiołów lotnych wapniowych oraz aktywności pucolanowej popiołów lotnych krzemionkowych, stosowanych do spoiw drogowych i mieszanek związanych spoiwem hydraulicznym, określonych w normie PN-EN 14227-4. Badaniom poddane były wybrane popioły reprezentujące konwencjonalne popioły lotne ze spalania węgla kamiennego i brunatnego. Określony został wpływ sposobu przygotowania i przechowywania prób na urabialność mieszanki oraz na uzyskane wartości wytrzymałości na ścislenie (aktywność hydrauliczna lub pucolanowa).

## 1. Wprowadzenie

W Polsce produkcja energii elektrycznej oparta jest głównie na węglu. Produkty spalania węgla kamiennego lub brunatnego, w szczególności popioły lotne, w zależności od procesu spalania (rodzaju kotła) mają zróżnicowane właściwości i mogą mieć zastosowanie w różnych dziedzinach gospodarki, takich jak: budownictwo, drogownictwo czy rolnictwo.

Uboczne produkty spalania w postaci popiołów lotnych krzemionkowych znalazły zastosowanie w produkcji cementu i betonu. Większy problem stanowią popioły gorszej jakości niespełniające wymagań określonych w normach PN-EN 197-1:2012 – Cement. Część 1 – Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku lub PN-EN 450-1:2012 – Popiół lotny

---

\* Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, Oddział Inżynierii Procesowej Materiałów Budowlanych w Opolu, g.rolka@icimb.pl

\*\* Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, Oddział Inżynierii Procesowej Materiałów Budowlanych w Opolu, m.szota@icimb.pl

do betonu. Część 1 – Definicje, specyfikacje i kryteria zgodności. Chodzi tutaj o popioły lotne ze spalania węgla brunatnego w kotłach konwencjonalnych oraz popioły lotne ze spalania węgla kamiennego i brunatnego w kotłach fluidalnych. Popioły te znalazły zastosowanie w mieszankach związanych spoiwem hydraulicznym przeznaczonym dla drogownictwa.

Popioły lotne w drogownictwie, niezależnie od ich wykorzystania jako integralnych składników cementów i betonów, mogą być użyte do tworzenia podbudów drogowych oraz stabilizacji podłoża, gdzie pełnią rolę składników aktywnych hydraulicznie oraz mikrokruszywa. Przekrój poprzeczny warstw konstrukcji drogowej przedstawiono schematycznie na rycinie 1.

<b>Nawierzchnia</b>	<b>Warstwa ścieralna</b>	
	<b>warstwa wiążąca</b>	
	<b>podbudowa</b>	<b>podbudowa zasadnicza</b>
<b>podbudowa pomocnicza</b>		
<b>Podłoże</b>	<b>podłoże ulepszone</b>	
	<b>podłoże gruntowe</b>	

Ź r ó d ł o: Opracowanie własne.

Ryc. 1. Schemat przekroju poprzecznego konstrukcji drogowej

W latach 2005–2006 Polski Komitet Normalizacyjny wprowadził normy serii PN-EN 14227 – cz. 1–5. Są to normy dotyczące mieszank związanych spoiwami hydraulicznymi do wykorzystania w warstwach drogowych. Dopuszczają one stosowanie większej liczby spoiw niż dotychczas oraz zawierają propozycje (nie obowiązek) wymagań pewnych cech mieszank, jeżeli zostaną one uznane za obowiązkowe w miejscu stosowania (w kraju). Tak jest np. w przypadku aktywności pucolanowej i hydraulicznej, gdzie norma PN-EN 14227-4:2005 – Mieszanki związane spoiwem hydraulicznym. Specyfikacje. Część 4 – Popioły lotne do mieszank związanych spoiwem hydraulicznym – podaje szcątkowe informacje dotyczące metodyki badania tych właściwości.

Wprowadzenie postanowień norm PN-EN 14227 – 1–5 do stosowania wymaga przygotowania odpowiednich dokumentów technicznych, aplikujących o ich postanowienia do przepisów krajowych. Dlatego kraje członkowskie UE opracowują krajowe dokumenty aplikacyjne DA (WT – wymagania techniczne, NA – załącznik krajowy do normy EN). Dla mieszank związanych hydraulicznie opracowano w Instytucie Badawczym Dróg i Mostów (IBDiM) projekt wymagań technicznych. Dokument ten w formie „Wymagań technicznych WT-5 – Mieszanki związane spoiwem hydraulicznym do dróg publicznych” został zatwierdzony przez generalnego dyrektora Generalnej Dyrekcji Dróg Krajowych i Autostrad (GDDKiA) i jest dostępny na stronie internetowej GDDKiA [3–4].

## 2. Popiół lotny w świetle wymagań zawartych w normie PN-EN 14227-4:2005

Norma PN-EN 14227-4:2005 podaje zakres badań dla każdej odmiany popiołu oddzielnie.

Dla krzemionkowych popiołów lotnych jest to:

- uziarnienie,
- zawartość straty przy prażeniu,
- zawartość bezwodnika siarkowego (trójtlenek siarki),
- zawartość wolnego tlenku wapnia i stałości objętości,
- zawartość wody,
- aktywność pucolanowa popiołu lotnego krzemionkowego.

Dla wapniowych popiołów lotnych jest to:

- uziarnienie,
- stałość objętości,
- zawartość reaktywnego tlenku wapnia,
- zawartość wody,
- aktywność hydrauliczna popiołu lotnego krzemionkowego.

Zgodnie z wytycznymi normy PN-EN 14227-4:2005 – Mieszanki związane spoiwem hydraulicznym. Specyfikacje. Część 4 – Popioły lotne do mieszanek związanych spoiwem hydraulicznym – aktywność pucolanową lub hydrauliczną określa się w zależności od wymagań konkretnego zastosowania (miejsca użycia), a wynik powinien być deklarowany.

Zgodnie z dokumentem WT-5 do momentu określenia metody badania deklarowanie tych właściwości popiołu lotnego nie jest w Polsce wymagane. Aktywność pucolanową określa się na podstawie pomiarów wytrzymałości na ściskanie mieszanek wapna, popiołu lotnego i standardowego kruszywa w funkcji czasu. Natomiast aktywność hydrauliczna jest określana poprzez pomiar wytrzymałości na ściskanie mieszaniny popiołu lotnego i piasku normowego w funkcji czasu.

W trakcie przeprowadzania badań, zawartych w tym opracowaniu, Polski Komitet Normalizacyjny wprowadził nową wersję normy, tj. PN-EN 14227-4:2013-10E. Zmiany w nowej normie odnoszą się do badania uziarnienia, aktywności hydraulicznej popiołów wapniowych oraz aktywności pucolanowej popiołów krzemionkowych. W przeciwieństwie do poprzedniej wersji normy popioły wapniowe należy przesiewać na mokro zgodnie z PN-EN 451-2 (poprzednio na sucho według PN-EN 196-6). Natomiast badanie aktywności hydraulicznej popiołów

wapniowych powinno być przeprowadzone zgodnie z PN-EN 196-1, z tym że próbka powinna być rozformowana po 7 dniach. Aktywność pucolanowa jest charakteryzowana poprzez wytrzymałość na ściskanie (nie w funkcji czasu).

### 3. Zakres i metodyka badań

Dla przeprowadzenia badań aktywności pucolanowej i aktywności hydraulicznej konieczne jest ustalenie parametrów, których norma PN-EN 14227-4:2005 – Mieszanki związane spoiwem hydraulicznym. Specyfikacje. Część 4 – Popioły lotne do mieszanek związanych spoiwem hydraulicznym – nie określa.

Prace obejmowały następujące zagadnienia: dobór odpowiedniej konsystencji mieszanki (odpowiedni współczynnik wodno-spoiwowy), w przypadku popiołów krzemionkowych określenie optymalnej ilości wapna dodawanego do mieszanki, sposób zagęszczenia i formowania prób oraz warunków przechowywania. Analiza wyników pozwoliła ocenić wybrane metody badawcze pod kątem ich wykorzystania w laboratoriach badawczych.

Materiałami wyjściowymi użytymi do przygotowania mieszanek spoiwowych, stanowiących przedmiot badań, były: popiół lotny wapniowy ze spalania węgla brunatnego oraz konwencjonalny popiół lotny z węgla kamiennego.

Założono, że przy wykonaniu próbek do badań aktywności pucolanowej i hydraulicznej możliwe będzie zastosowanie procedur badawczych opisanych normami PN-EN 196-1:2006 – Metody badania cementu. Część 1 – Oznaczanie wytrzymałości lub PN-EN 13286-2:2010 – Mieszanki niezwiązane i związane hydraulicznie. Część 2 – Metody badań laboratoryjnych gęstości na sucho i zawartości wody – Zagęszczanie metodą Proctora.

#### 3.1. Próbki wykonane w oparciu o normę PN-EN 196-1:2006

Zaprawy wykonane zostały w ten sposób, że mieszano badane spoiwa z piaskiem normowym w stosunku masowym 1:3 (PN-EN 196-1:2006). Popiół lotny wapienny stanowił 100% masy spoiwa, natomiast popiół lotny krzemionkowy został zmieszany z wapnem hydratyzowanym w stosunku 90/10% lub 80/20% masy spoiwa.

Obserwacje badań analizowanych zapraw prowadzą do wniosku, że użycie w nich popiołów lotnych wapniowych zdecydowanie zwiększa wodoodporność spoiw. Zmiany te są tak znaczne, że praktycznie uniemożliwiają przygotowanie zapraw normowych, przy zachowaniu wymaganego przez odnośną normę stosunku wodno-spoiwowego  $w/s = 0,5$ . Aby uzyskać zaprawę o urabialności pozwalającej na uformowanie beleczek normowych, niezbędne jest zwiększenie wskaźnika wodno-spoiwowego do  $w/s = 0,7$  lub więcej.

Za właściwą ilość wody zarobowej w zaprawie przyjmowano wskaźnik wodno-spoiwowy: dla popiołu wapiennego  $w/s = 0,7$ ; dla popiołu krzemionkowego z dodatkiem wapna  $w/s = 0,5$ .

Po ustaleniu właściwych stosunków wodno-spoiwowych, ze wszystkich zapraw uformowano belecзки o wymiarach  $40 \times 40 \times 160$  mm, przeznaczając je do wykonania badań wytrzymałościowych. Oznaczono wytrzymałość na ściskanie po 7, 28, 56 i 90 dniach przechowywania próbek w wodzie (temperatura  $20^{\circ}\text{C}$ ), w warunkach podwyższonej wilgotności w komorze klimatycznej ( $> 90\%$  wilgotności, temperatura  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) oraz na powietrzu (ok.  $60\%$  wilgotności, temperatura  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ). Badanie przeprowadzono w oparciu o zalecenia normy PN-EN 196-1:2006 – Cz. 1: Oznaczenie wytrzymałości [6]. Ze względu na bardzo małą wytrzymałość wczesną próbek, rozformowano je dopiero po 48 godzinach od zarobienia spoiwa wodą. Próbki przygotowane z popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna po umieszczeniu w wodzie, zgodnie z przewidywaniami, uległy zniszczeniu. W związku z tym zrezygnowano z przechowywania próbek popiołu krzemionkowego w takich warunkach dla określenia aktywności pucolanowej popiołów.

### **3.2. Próbki zagęszczone metodą Proctora w oparciu o normę 13286-2:2010**

Zaprawy przygotowano analogicznie jak dla próbek formowanych zgodnie z normą PN-EN 196-1, z tym że przyjęto inne stosunki wodno-spoiwowe:

- dla popiołu lotnego wapiennego  $w/s = 0,5$ ,
- dla popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna  $w/s = 0,25$ .

Ze wszystkich trzech zapraw uformowano walce, przeznaczając je do wykonania badań wytrzymałościowych. Próbki zostały zagęszczone metodą Proctora, zgodnie z normą PN-EN 13286-2:2010 [7]. Oznaczono wytrzymałość na ściskanie po 7, 28, 56 i 90 dniach przechowywania próbek w wodzie (temperatura  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ), w warunkach podwyższonej wilgotności w komorze klimatycznej ( $> 90\%$  wilgotności, temperatura  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) oraz na powietrzu (ok.  $60\%$  wilgotności, temperatura  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ).



## 4. Wyniki badań

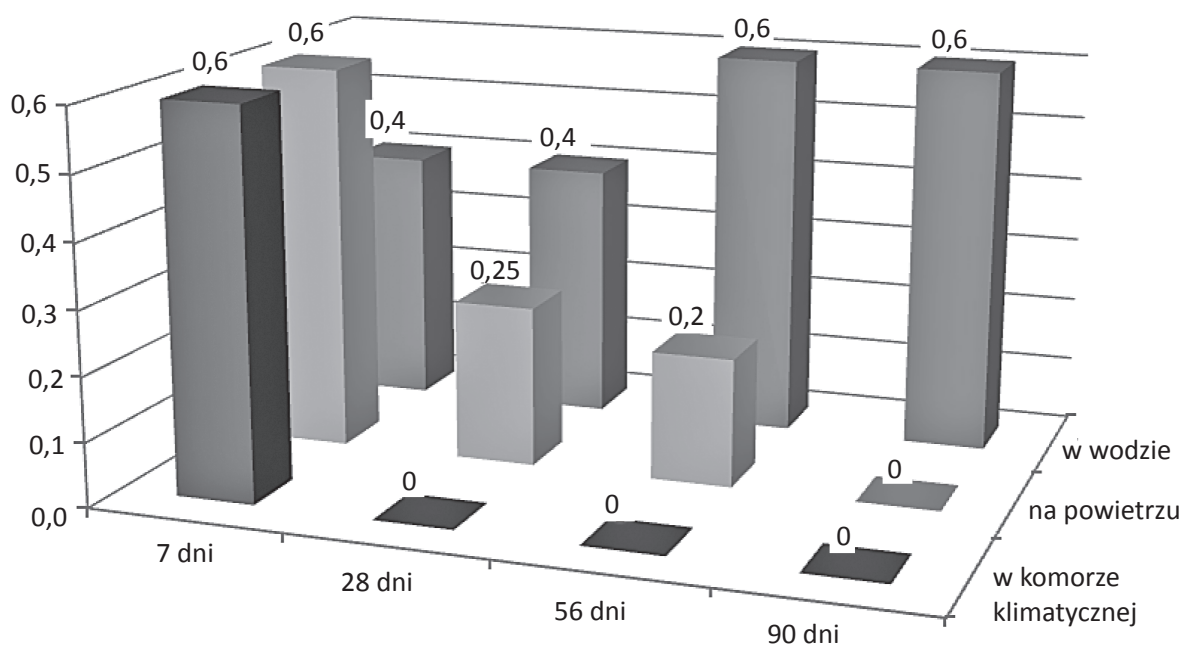
Tabela 1

Wytrzymałość na ściskanie próbek popiołu lotnego wapiennego wykonanych w oparciu o normę PN-EN 196-1:2006 [MPa]\*

Sposób przechowywania	Czas dojrzewania			
	7 dni	28 dni	56 dni	90 dni
W wodzie	0,4	0,40	0,6	0,6
Na powietrzu	0,6	0,25	0,2	–
W komorze klimatycznej	0,6	–	–	–

\* Próbki, które uległy zniszczeniu podczas dojrzewania nie zostały przebadane (w tabeli oznaczone myślnikami, na wykresie oznaczone wartościami „0”).

Źródło: Opracowanie własne.



Źródło: Opracowanie własne.

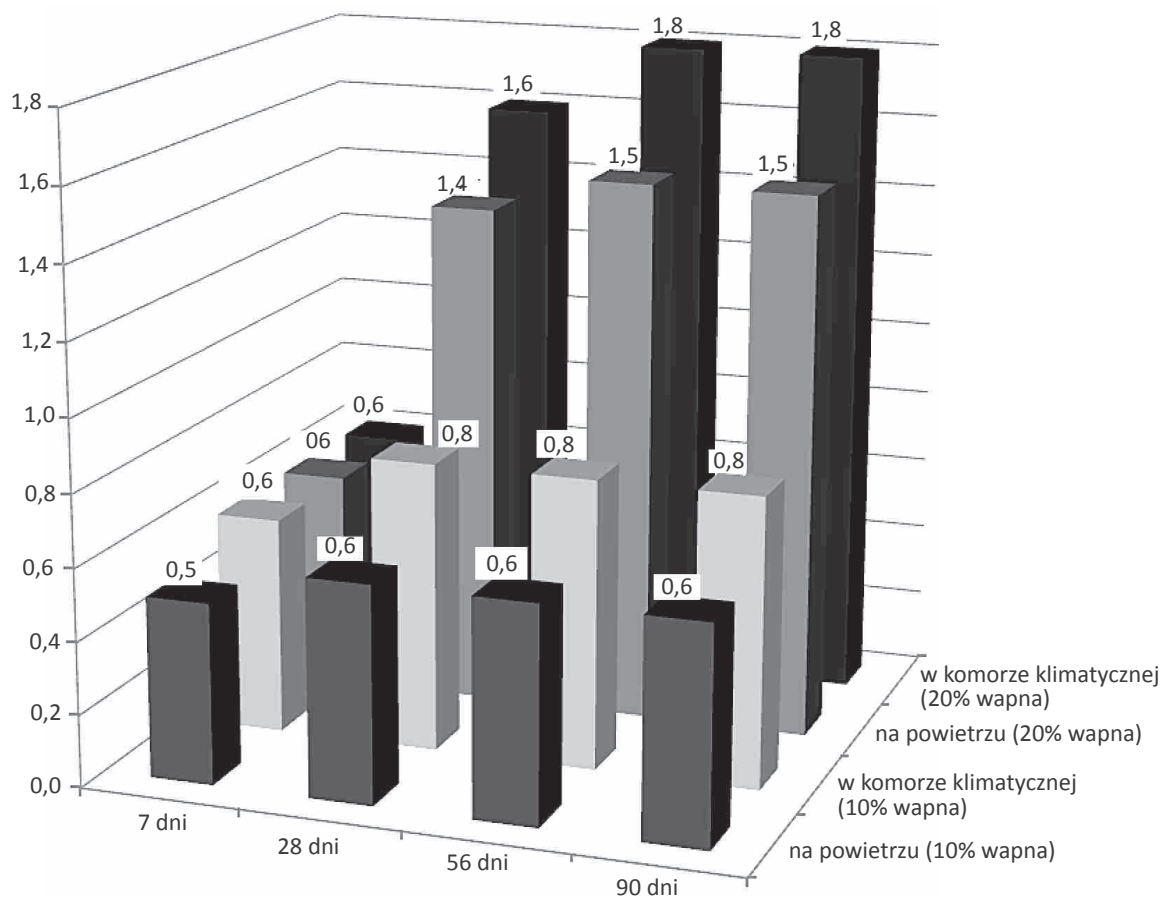
Ryc. 1. Wytrzymałość na ściskanie próbek popiołu lotnego wapiennego wykonanych w oparciu o normę PN-EN 196-1:2006 [MPa]

Tabela 2

Wytrzymałość na ściskanie próbek popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna wykonanych w oparciu o normę PN-EN 196-1:2006 [MPa]

Sposób przechowywania	Czas dojrzewania			
	7 dni	28 dni	56 dni	90 dni
Na powietrzu (10% wapna)	0,5	0,6	0,6	0,6
W komorze klimatycznej (10% wapna)	0,6	0,8	0,8	0,8
Na powietrzu (20% wapna)	0,6	1,4	1,5	1,5
W komorze klimatycznej (20% wapna)	0,6	1,6	1,8	1,8

Źródło: Opracowanie własne.



Źródło: Opracowanie własne.

Ryc. 2. Wytrzymałość na ściskanie próbek popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna wykonanych w oparciu o normę PN-EN 196-1 [MPa]

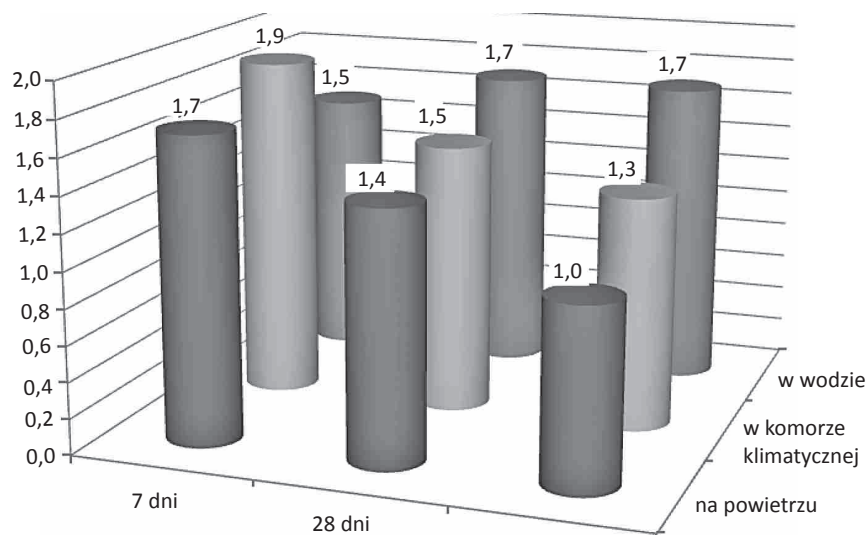
Tabela 3

Wytrzymałość na ściskanie próbek popiołu lotnego wapiennego zagęszczonych przy pomocy aparatu Proctora [MPa]

Sposób przechowywania	Czas dojrzewania			
	7 dni	28 dni	56 dni	90 dni
Na powietrzu	1,7	1,4	1,0	0,6
W komorze klimatycznej	1,9	1,5	1,3	1,0
W wodzie	1,5	1,7	1,7	1,7

Źródło: Opracowanie własne.





Źródło: Opracowanie własne.

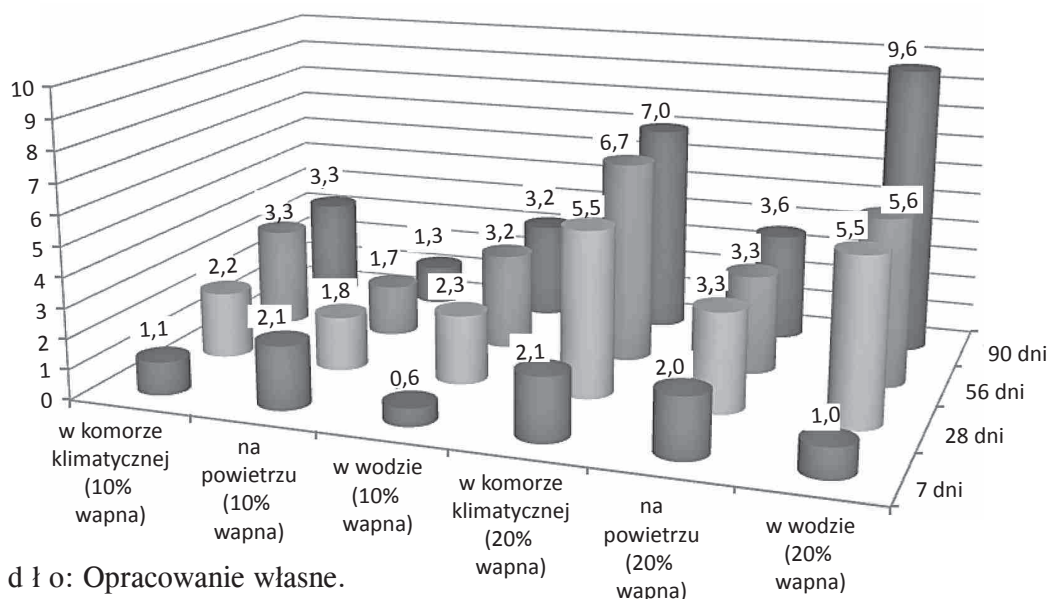
Ryc. 3. Wytrzymałość na ściskanie próbek popiołu lotnego wapiennego zagęszczonych przy pomocy aparatu Proctora [MPa]

Tabela 4

Wytrzymałość na ściskanie próbek walcowych z popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna [MPa]

Sposób przechowywania	Czas dojrzewania			
	7 dni	28 dni	56 dni	90 dni
Na powietrzu (10% wapna)	2,1	1,8	1,7	1,3
W komorze klimatycznej (10% wapna)	1,1	2,2	3,3	3,3
W wodzie (10% wapna)	0,6	2,3	3,2	3,2
Na powietrzu (20% wapna)	2,0	3,3	3,3	3,4
W szafie klimatycznej (20% wapna)	2,1	5,5	6,7	7,0
W wodzie (20% wapna)	1,0	5,5	5,6	9,6

Źródło: Opracowanie własne.



Źródło: Opracowanie własne.

Ryc. 4. Wytrzymałość na ściskanie próbek walcowych z popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna [MPa]

## 5. Posumowanie i wnioski

Norma PN-EN 14227-4 – Mieszanki związane spoiwem hydraulicznym – Specyfikacja. Część 4 – Popioły lotne do mieszanek – podaje w sposób zbyt ogólny metody badania aktywności pucolanowej i hydraulicznej popiołów lotnych. Nie określa sposobu przygotowania i przechowywania próbki, jak również nie podaje po jakim czasie należy zbadać wytrzymałość na ściskanie i jaki poziom powinna ona osiągnąć. W przypadku badania aktywności pucolanowej nie jest podany stosunek masowy popiołu do wapna.

Otrzymane wartości wytrzymałości na ściskanie są stosunkowo niewielkie względem wytrzymałości na ściskanie, jakie osiągają np. zaprawy sporządzone z cementu i popiołu (wskaźnik aktywności pucolanowej), jak również różnice wytrzymałości na ściskanie pomiędzy poszczególnymi terminami badań w kilku przypadkach są nieznaczne. Na podstawie otrzymanych wyników można jednak zauważyć pewne tendencje.

Próbki popiołu lotnego wapniowego przygotowane w postaci beleczek, według procedury opisanej w normie PN-EN 196-1:2006, wykazują najwyższe wytrzymałości po przechowywaniu w wodzie. Natomiast przechowywane w komorze klimatycznej lub na powietrzu ulegają zniszczeniu w dłuższym okresie.

Próbki popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna, przygotowane w oparciu o normę PN-EN 196-1:2006, wykazują najwyższe wytrzymałości po przechowywaniu w komorze klimatycznej. Natomiast przechowywane w wodzie ulegają zniszczeniu (ryc. 1).

Próbki z większą ilością wapna (20%) posiadają wyższą wytrzymałość. Żadna z tych próbek nie wykazała spadku wytrzymałości w czasie. Próbki po rozformowaniu były bardzo plastyczne, konieczne było pozostawienie ich na 24 godzin na powietrzu (ryc. 2).

Próbki popiołu lotnego wapniowego, przygotowane w oparciu o metodę Proctora, przechowywane w wodzie, wykazują przyrost wytrzymałości w czasie. Natomiast próbki przechowywane w komorze klimatycznej oraz na powietrzu charakteryzują się spadkiem wytrzymałości w czasie (ryc. 3).

Próbki z dodatkiem 10% wapna, przechowywane na powietrzu, mimo dobrych (w odniesieniu do pozostałych próbek) wyników wytrzymałości na ściskanie, po 7 dniach dojrzewania wykazały nieznaczny spadek wytrzymałości w kolejnych terminach badań. Pozostałe próbki popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna, przygotowanych w oparciu o metodę Proctora, wykazały wzrost wytrzymałości w czasie (ryc. 4).

Biorąc pod uwagę wodożądność popiołu lotnego wapniowego, skutkującą niską urabialnością zaprawy przy  $w/s = 0,5$  oraz problematyczne zagęszczanie zaprawy w formie trójdzielnej, a także uzyskane wyniki wytrzymałości, wydaje się,

że bardziej odpowiednią metodą przygotowania próbki do badań jest metoda Proctora. Również dla popiołu lotnego krzemionkowego z dodatkiem wapna, ze względu na trudności w rozformowaniu próbek (plastyczność), metoda Proctora wydaje się bardziej odpowiednia (ryc. 2).

Uwzględniając zastosowanie popiołów lotnych krzemionkowych i wapniowych w drogownictwie oraz rzeczywiste warunki panujące w miejscu użycia mieszanek drogowych, preferowaną metodą zagęszczania i przechowywania próbek zapraw wydaje się być metoda Proctora z przechowywaniem w warunkach podwyższonej wilgotności w komorze klimatycznej ( $> 90\%$  wilgotności, temperatura  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ ).

## Literatura

- [1] G a w l i c k i M., W o n s W., *Popioły lotne z kotłów fluidalnych jako składniki popiołowo-cementowych spoiw drogowych*, „Prace Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych” 2011, nr 8, s. 69–78.
- [2] R o s z c z y n i a l s k i W. (jr), S t ę p i e ń P., B o g u s z K., R o s z c z y n i a l s k i W., *Uboczne produkty spalania jako podstawowe składniki spoiw hydraulicznych dla drogownictwa*, „Prace Instytutu Ceramiki i Materiałów Budowlanych” 2012, nr 11, s. 101–111.
- [3] K r a s z e w s k i C., *Kruszywa związane hydraulicznie w nawierzchniach drogowych*, „Drogownictwo” 2009, nr 3, s. 45–52.
- [4] Wymagania techniczne WT-5 2010 – Mieszanki związane spoiwem hydraulicznym do dróg krajowych.
- [5] PN-EN 14227-4:2005 – Mieszanki związane spoiwem hydraulicznym – Specyfikacja. Część 4 – Popioły lotne do mieszanek.
- [6] PN-EN 196-1:2006 – Metody badania cementu. Część 1 – Oznaczanie wytrzymałości.
- [7] PN-EN 13286-2:2010E – Mieszanki niezwiązane i związane hydraulicznie. Część 2 – Metody badań laboratoryjnych gęstości na sucho i zawartości wody – zagęszczanie metodą Proctora.

GRZEGORZ ROLKA  
MAREK SZOTA

### INFLUENCE OF PREPARATION METHOD AND STORAGE OF SAMPLES FOR EVALUATION OF POZZOLANIC AND HYDRAULIC ACTIVITY OF FLY ASH

**Keywords:** fly ash, hydraulic activity, pozzolanic activity, hydraulically bound mixtures.

Article describe research result of hydraulic activity of calcareous fly ash and pozzolanic activity of siliceous fly ash used for hydraulically bound mixtures specified in norm PN-EN 14227-4. The conventional fly ashes from the

combustion of coal and lignite were tested. The impact of the methods of preparation and storage of the samples, on the workability of the mixture and the resulting compressive strength values (hydraulic activity or pozzolanic activity) were determined.