

Effect of Particle Size and Shape of Fly Ash on Pore Structure and Permeability
of Blended Cement Paste

Mr. Theerawat Sinsiri M.Eng. (Structural Engineering)

A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment
of the Requirements for
the Degree of Doctor of Philosophy (Civil Engineering)
Faculty of Engineering
King Mongkut's University of Technology Thonburi
2005

Dissertation Committees

..... (Assoc. Prof. Chai Jaturapitakkul, Ph.D.)	Chairman
..... (Assoc. Prof. Prinya Chindaprasirt, Ph.D.)	Co-Chairman
..... (Prof. Somchai Chucheepsakul, Ph.D.)	Member
..... (Assoc. Prof. Kraiwood Kiattikomol, Ph.D.)	Member
..... (Assoc. Prof. Pichai Nimityongskul, D.Eng.)	Member
..... (Assoc. Prof. Suvimol Sujjavanich, Ph.D.)	Member

Dissertation Title	Effect of Particle Size and Shape of Fly Ash on Pore Structure and Permeability of Blended Cement Paste
Dissertation Credits	36
Candidate	Mr. Theerawat Sinsiri
Dissertation Advisors	Assoc. Prof. Dr. Chai Jaturapitakkul Assoc. Prof. Dr. Prinya Chindaprasirt
Program	Doctor of Philosophy
Field of Study	Civil Engineering
Department	Civil Engineering
Faculty	Engineering
B.E.	2548

Abstract

The aims of this dissertation are to investigate the effect of particle size and shape of fly ash and insoluble material on pore structure and air permeability of hardened blended cement paste. The mix proportions of paste used in this study were designed in 2 series. In series 1, a constant water to binder ratio (w/b) of 0.35 was used. Fly ash from Mae Moh power plant was classified in two different finenesses. Ashes at the original fineness and at 0-45 microns fineness were used to replace Portland cement at the rate of 0, 20, and 40 percent by weight of binder. The compressive strength, pore structure, and microstructure of hardened pastes were tested at the ages of 7, 28, 60 and 90 days. In series 2, two types of pastes were used; pastes with a constant water to binder ratio (w/b) of 0.35 and pastes kept at a constant normal consistency by adjusting the quantity of mixing water. Fly ashes from 2 sources (Mae Moh and COCO power plants) were classified in three different finenesses, original, 0-45, and 0-10 microns. An insoluble material (river sand) was ground with a ball mill to have particle size distributions close to those of the fly ash. The ground sand was used to replace Portland cement at the rate of 0, 20, and 40 percent by weight of binder. Air permeability and porosity by helium of hardened pastes containing fly ash and insoluble material (ground river sand) were determined at the ages of 28 and 90 days.

The test results in series 1 indicated that classified fly ash produced paste with higher compressive strength than original fly ash. The replacement of Portland cement by original fly ash increased the porosity but decreased the average pore size of the paste. The measured gel porosity (5.7-10 nm) increased with an increase in the fly ash content. The incorporation of classified fly ash decreased the porosity and average pore size of the paste as compared to original fly ash. The total porosity and capillary porosity decreased while the gel porosity increased as a result of the addition of finer fly ash, at all replacement levels. The cement paste blended with classified fly ash was more effective in reducing the intensity of Ca(OH)_2 than that blended with the original fly ash.

In series 2, the porosity of fly ash pastes increased with an increase in the replacement of fly ash and the porosity of paste containing finer fly ash was significantly lower than that with coarser fly ash, at all replacements and ages. The air permeability of fly ash pastes decreased as the percentage replacement and the fineness of fly ash increased. The porosity and air permeability of COCO fly ash pastes were higher than those of Mae Moh fly ash paste. This is because COCO fly ash has irregular shape, high porosity, and higher content of crystalline phase than Mae Moh fly ash. This results in

lower pozzolanic reaction of COCO fly ash as compared to Mae Moh fly ash with the same particle size.

The paste with finer ground river sand showed lower porosity than that with the coarser sand. Comparing ground river sand and Mae Moh fly ash at the same size and same replacement, it was found that the porosity of ground river sand paste was higher than that of Mae Moh fly ash paste. The explanation for this is that Mae Moh fly ash can decrease porosity from both pozzolanic reaction and the packing effect, while ground river sand can decrease porosity only through the packing effect of small particle size. This leads to the air permeability of Mae Moh fly ash pastes being lower than that of ground river sand pastes.

Keywords : Fineness / Fly Ash / Compressive Strength / Porosity / Air Permeability / Blended Cement Paste

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลกระทบของขนาดอนุภาคและรูปร่างของเถ้านหินต่อ โครงสร้างโพรง และการซึมผ่านของเพสต์
หน่วยกิต	36
ผู้เขียน	นายธีรวัฒน์ สันศิริ
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.ชัย จาตุรพิทักษ์กุล รศ.ดร.ปริญญา จินดาประเสริฐ
หลักสูตร	ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมโยธา
ภาควิชา	วิศวกรรมโยธา
คณะ	วิศวกรรมศาสตร์
พ.ศ.	2548

บทคัดย่อ

จุดประสงค์ของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ เพื่อศึกษาผลกระทบของความละเอียด รูปร่างของเถ้านหิน และวัสดุเนื้อย ต่อกำลังอัด ขนาดโพรง การกระจายขนาดโพรง และการซึมผ่านอากาศในเพสต์ที่แข็งตัวแล้ว การศึกษาแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ ส่วนที่ 1 นำเถ้านหินจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ คือเถ้านหินที่ไม่ได้แยกขนาด และเถ้านหินที่ผ่านการแยกขนาด แทนที่ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภทที่ 1 ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 20, และ 40 โดยน้ำหนักของวัสดุประสาน ควบคุมอัตราส่วนน้ำต่อวัสดุประสานให้มีค่าเท่ากับ 0.35 ทดสอบกำลังอัด ขนาดโพรง การกระจายขนาดโพรง และโครงสร้างระดับจุลภาคของเพสต์โดยทดสอบที่อายุการบ่ม 7, 28, 60, และ 90 วัน ส่วนที่ 2 ศึกษาเพสต์ 2 ชุด ชุดแรกควบคุมเพสต์ให้มีค่าอัตราส่วนน้ำต่อวัสดุประสานเท่ากับ 0.35 และชุดที่สองควบคุมเพสต์ให้มีปริมาณน้ำที่ความชื้นเหลวปกติ นำเถ้านหินจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ และ โรงไฟฟ้า COCO มาแยกให้มี 3 ขนาด คือ เถ้านหินที่ไม่ได้แยกขนาด และเถ้านหินที่ผ่านการแยกขนาดมีอนุภาคตั้งแต่ 0-45 และ 0-10 ไมโครเมตร ตามลำดับ นำทรายแม่น้ำมาบดด้วยเครื่องบดลูกเหล็กให้มีขนาดใกล้เคียงกับเถ้านหิน โดยนำเถ้านหินหรือทรายแม่น้ำมาบดมาแทนที่ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภทที่ 1 ในอัตราส่วนร้อยละ 0, 20, และ 40 โดยน้ำหนักของวัสดุประสาน ทดสอบปริมาณโพรงโดยใช้ก๊าซฮีเลียมและการซึมผ่านอากาศของเพสต์ผสมเถ้านหินและวัสดุเนื้อย (ทรายแม่น้ำบด) ที่อายุการบ่ม 28 และ 90 วัน

ผลการทดสอบในส่วนที่ 1 พบว่าเพสต์ผสมเถ้านหินแยกขนาดให้กำลังอัดสูงกว่าเพสต์ผสมเถ้านหินที่ไม่ได้แยกขนาด การแทนที่ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภทที่ 1 ด้วยเถ้านหินที่ไม่ได้แยก

ขนาดในอัตราการแทนที่ที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณโพรงทั้งหมดของเพสต์เพิ่มขึ้นแต่ขนาดเฉลี่ยของโพรงลดลง ขณะที่การแทนที่เถ้านหินที่มีขนาดเล็กในเพสต์ ทำให้ขนาดเฉลี่ยของโพรงและปริมาณโพรงทั้งหมดของเพสต์ลดลง ผลการทดสอบเคลเซียมไฮดรอกไซด์พบว่าการแทนที่เถ้านหินที่มีขนาดเล็กในเพสต์ ทำให้เคลเซียมไฮดรอกไซด์ของเพสต์ลดลงมากกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับเพสต์ที่ผสมเถ้านหินที่หยาบกว่า

ผลการทดสอบในส่วนที่ 2 พบว่าปริมาณโพรงของเพสต์ผสมเถ้านหินมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อแทนที่เถ้านหินในอัตราการแทนที่ที่เพิ่มขึ้น และเมื่อแทนที่เถ้านหินที่มีขนาดเล็กในเพสต์ พบว่าทำให้ปริมาณโพรงลดลง ในขณะที่การซึมผ่านอากาศในเพสต์ลดลงเมื่อแทนที่เถ้านหินในปริมาณที่เพิ่มขึ้นและเถ้านหินมีความละเอียดขึ้น ปริมาณโพรงและการซึมผ่านอากาศของเพสต์ผสมเถ้านหิน COCO สูงกว่าเพสต์ที่ผสมเถ้านหินแม่เมาะ เพราะเถ้านหิน COCO มีรูปร่างเป็นเหลี่ยม มีความพรุนสูง และมีความเป็นผลึกสูงกว่าเถ้านหินแม่เมาะ ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาปอซโซลานต่ำกว่าเถ้านหินแม่เมาะ

เพสต์ผสมวัสดุเนื้อที่มีขนาดเล็ก พบว่าปริมาณโพรงลดลงมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเพสต์ที่ผสมวัสดุเนื้อที่หยาบกว่า เมื่อเปรียบเทียบระหว่างวัสดุเนื้อและเถ้านหินแม่เมาะที่มีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกันและการแทนที่ที่เท่ากัน พบว่าปริมาณโพรงและการซึมผ่านอากาศของเพสต์ผสมวัสดุเนื้อสูงกว่าเพสต์ที่ผสมเถ้านหินแม่เมาะ เนื่องจากเถ้านหินแม่เมาะเป็นวัสดุปอซโซลานจึงสามารถลดขนาดโพรงจากปฏิกิริยาปอซโซลานและผลจากการอัดตัวของอนุภาคที่มีขนาดเล็กใน ขณะที่วัสดุเนื้อสามารถลดปริมาณโพรงจากการอัดตัวของอนุภาคที่เล็กเท่านั้น ทำให้การซึมผ่านอากาศของเพสต์ผสมเถ้านหินแม่เมาะต่ำกว่าเพสต์ผสมวัสดุเนื้อ

คำสำคัญ : ความละเอียด / เถ้านหิน / กำลังอัด / โพรง / การซึมผ่านของอากาศ / เพสต์

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to thank my advisor Assoc. Prof. Dr. Chai Jaturapitakkul and co-advisor Assoc. Prof. Dr. Prinya Chindapasirt for their kind advice and many suggestions. I am grateful to my committee members, Prof. Dr. Somchai Chucheeprasit, Assoc. Prof. Dr. Kraiwood Kaattikomol, Assoc. Prof. Dr. Pichai Nimityongskul, and Assoc. Prof. Dr. Suvimol Sujjavanich for their advice. I would also like to thank the Department of Civil Engineering, King Mongkut's University of Technology Thonburi, and Suranaree University of Technology, Nakorn Ratchasima, Thailand for providing facilities and equipment. This research was supported by the Thailand Research Fund (TRF) under the Royal Golden Jubilee Ph.D. program, and by the Ministry of Education of Thailand under the Ministry Staff Development Project.

CONTENTS

	PAGE
ENGLISH ABSTRACT	ii
THAI ABSTRACT	iv
ACKNOWLEDGEMENTS	vi
CONTENTS	vii
LIST OF TABLES	ix
LIST OF FIGURES	x
CHAPTER	
1. INTRODUCTION	1
1.1 Statement of Problem	1
1.2 Objectives	2
1.3 Scope of Study	2
1.4 Details of Dissertation	2
2. LITERATURE REVIEW	4
2.1 Pore Structure by Mercury-Intrusion Porosimetry (MIP)	4
2.2 Air Permeability	7
2.3 Calcium Hydroxide (Ca(OH) ₂) in Fly Ash Concrete	9
2.4 Empirical Models of Compressive Strength, Pore Structure and Permeability	11
2.5 Utilization of Fly Ash Concrete in Thailand	14
3. EXPERIMENTAL INVESTIGATION	17
3.1 Materials	17
3.2 Equipment and Apparatus	17
3.3 Experimental Program	18
3.4 Test Programs	19
4. RESULTS AND DISCUSSIONS	28
Series 1	
4.1 Properties of Materials	28
4.2 Compressive Strength of Paste	31
4.3 Pore Size Distribution of Portland Cement Paste	33
4.4 Effect of Fly Ash Fineness on Pore Size Distribution of Blended Cement Paste	35
4.5 Porosity and Average Pore Diameter of Blended Cement Pastes	40
4.6 XRD Analysis	43
4.7 SEM Observations	47
4.8 Calcium Hydroxide in Blended Cement Paste	51
Series 2	
4.9 Properties of Materials	54
4.10 Porosity Determination by Helium of Paste	60
4.11 Air Permeability of Paste	63
4.12 Relationships between Compressive Strength, Porosity and Air permeability	67

4.13 Experimental Model	70
5. CONCLUSIONS AND SUGGESTIONS	81
5.1 Compressive Strength, Porosity, and Microstructure of Pastes	81
5.2 Air Permeability of Pastes	81
5.3 Suggestions for Future Work	82
REFERENCES	83
APPENDIX	
A Compressive Strength of Pastes	93
B Mercury Intrusion Porosimetry of Pastes	96
C Porosity by Helium of Pastes	107
D Air Permeability of Pastes	116
E Theory and Instrument Operation	125
CURRICULUM VITAE	164

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
2.1 Classification of pore size in hydrated cement paste	5
2.2 Temperature in chemical reaction	10
4.1 Chemical composition of Portland cement type I and fly ashes	29
4.2 Physical properties of Portland cement type I and fly ashes	29
4.3 Compressive strength and percentage of compressive strength of pastes	32
4.4 Weight loss during the TGA of pastes	52
4.5 Chemical composition of cementitious materials	54
4.6 Median particle size and surface area of materials	55
4.7 Normal consistency of pastes	60
4.8 Comparison of compressive strength of fly ash pastes obtained from Eq.(4.6) and Experiment	72
4.9 Comparison of capillary porosity of fly ash pastes obtained from Eq.(4.7) and Experiment	75
4.10 Comparison of air permeability of fly ash pastes obtained from Eq.(4.11) and experiment	80

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1 Mercury in contact with a porous solid	6
3.1 Experimental procedure	19
3.2 Mercury intrusion porosimetry (MIP)	20
3.3 Freeze drying apparatus	21
3.4 Desiccator with silica gel	21
3.5 The pressurization procedure to sample cell by mercury intrusion porosimetry	22
3.6 Scanning electron microscope (SEM)	22
3.7 X-ray diffraction (XRD)	23
3.8 Apparatus set for powder XRD sample preparation	23
3.9 Thermal gravimetry analysis (TGA)	24
3.10 Air permeameter instrument	25
3.11 Cell and specimen holder	25
3.12 Relationship between permeability and reciprocal mean pressure	26
3.13 The porosimetry instrument	27
4.1 X-ray diffraction patterns of original and classified fly ashes	30
4.2 Particle size distribution of Portland cement type I and fly ashes	30
4.3 SEM of Portland cement type I and fly ashes	31
4.4 Compressive strength of pastes	32
4.5 Pore diameter and cumulative pore volume of Portland cement paste	34
4.6 Pore diameter and incremental pore volume of Portland cement paste	34
4.7 Total porosity of Portland cement paste	35
4.8 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of OFM paste at 7 days	36
4.9 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of OFM paste at 28 days	37
4.10 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of OFM paste at 60 days	37
4.11 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of OFM paste at 90 days	38
4.12 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of CFM paste at 7 days	38
4.13 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of CFM paste at 28 days	39
4.14 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of CFM paste at 60 days	39
4.15 Relationship between pore diameter and incremental pore volume of CFM paste at 90 days	40
4.16 Total porosity of pastes at 7, 28, 60 and 90 days	41
4.17 Capillary porosity of pastes at 7, 28, 60 and 90 days	42
4.18 Gel porosity of pastes at 7, 28, 60 and 90 days	42
4.19 Average pore diameters of pastes at 7, 28, 60 and 90 days	43
4.20 XRD patterns of Portland cement, OFM20 and CFM20 pastes at 7 days	44
4.21 XRD patterns of Portland cement, OFM40 and CFM40 pastes at 7 days	44
4.22 XRD patterns of Portland cement, OFM20 and CFM40 pastes at 28 days	45
4.23 XRD patterns of Portland cement, OFM40 and CFM40 pastes at 28 days	45

4.24	XRD patterns of Portland cement, OFM20 and CFM20 pastes at 60 days	46
4.25	XRD patterns of Portland cement, OFM40 and CFM40 pastes at 60 days	46
4.26	XRD patterns of Portland cement, OFM20 and CFM20 pastes at 90 days	47
4.27	XRD patterns of Portland cement, OFM40 and CFM40 pastes at 90 days	47
4.28	Fractured surface of OFM20 paste by SEM	49
4.29	Fractured surface of OFM40 paste by SEM	49
4.30	Fractured surface of CFM20 paste by SEM	50
4.31	Fractured surface of CFM40 paste by SEM	50
4.32	Relationship between $\text{Ca}(\text{OH})_2$ of pastes with curing time	53
4.33	XRD patterns of Portland cement type I, fly ash and ground river sand when classified by type of the material	56
4.34	Particle size distribution of Portland cement type I, fly ash and ground river sand when classified by type of the material	57
4.35	Particle shapes of Mae Moh fly ash	58
4.36	Particle shapes of COCO fly ash	58
4.37	Particle shapes of ground river sand	59
4.38	Porosity by helium of PC pastes and Mae Moh fly ash pastes at 28 and 90 days with w/b ratio of 0.35	61
4.39	Porosity by helium of PC pastes and Mae Moh fly ash pastes at 28 and 90 days with constant normal consistency	61
4.40	Porosity by helium of PC pastes and COCO fly ash pastes at 28 and 90 days with w/b ratio of 0.35	62
4.41	Porosity by helium of PC pastes and COCO fly ash pastes at 28 and 90 days with constant normal consistency	62
4.42	Porosity by helium of PC pastes and ground river sand pastes at 28 and 90 days with w/b ratio of 0.35	63
4.43	Permeability of PC pastes and Mae Moh fly ash pastes at 28 and 90 days with w/b ratio of 0.35	65
4.44	Permeability of PC paste and Mae Moh fly ash pastes at 28 and 90 days with constant normal consistency	65
4.45	Permeability of PC pastes and COCO fly ash pastes at 28 and 90 days with w/b ratio of 0.35	65
4.46	Permeability of PC pastes and COCO fly ash pastes at 28 and 90 days with constant normal consistency	66
4.47	Permeability of PC pastes and ground river sand pastes at 28 and 90 days with w/b ratio of 0.35	66
4.48	The relationship between compressive strength and pore volume of pastes	68
4.49	Comparison between predicted and experimental of compressive strength of pastes	68
4.50	Relationship between porosity and permeability of Mae Moh fly ash pastes at w/b ratio of 0.35	69
4.51	Relationship between porosity by helium and permeability of pastes at w/b ratio of 0.35	70
4.52	Relationship between compressive strength and ages of pastes	71
4.53	Relationship between compressive strength of pastes and percent replacement of Mae Moh fly ash	71
4.54	Comparison of predicted and experimental of compressive strength of pastes at w/b ratio of 0.35	72

4.55	Relationship between capillary porosity and compressive strength of pastes at w/b ratio of 0.35	73
4.56	Relationship between capillary porosity and ages of pastes at w/b ratio of 0.35	74
4.57	Relationship between capillary porosity and percent replacement of Mae Moh at w/b ratio of 0.35	74
4.58	Comparison of predicted and experimental of capillary porosity of pastes at w/b ratio of 0.35	75
4.59	Relationship between air permeability of pastes and median particle size of fly ash	77
4.60	Relationship between air permeability of pastes and percent replacement of fly ash at w/b ratio of 0.35	78
4.61	Relationship between air permeability of pastes and percent replacement of fly ash at constant normal consistency	79
4.62	Comparison of predicted and experimental of air permeability of pastes	80