

dr hab. inż. Waław Brachaczek, prof. UBB¹⁾

ORCID: 0000-0002-4782-8409

dr inż. Adam Chleboś^{2*)}

ORCID: 0000-0003-3429-8098

The influence of recycled micronized rubber powders on the properties of deformable tile adhesives

Wpływ recyklowanych mikronizowanych proszków gumowych na właściwości odkształcalnych klejów do płytek

DOI: 10.15199/33.2025.06.11

Abstract. The publication examines the possibility of using waste from used car tires – Micronized Rubber Powders of various fractions – in a deformable cement tile adhesive mortar. It was checked how replacing part of the aggregate with an additive affects the key properties of deformable tile adhesive – initial adhesion, adhesion after water immersion, adhesion after thermal ageing, adhesion after freeze-thaw cycles, deformability, water demand and working properties. A very beneficial effect of the analyzed powders on the deformability of mortars was demonstrated. All analyzed powders were characterized by uniform distribution in the mortar structure. A small share of additives with a small fraction had a beneficial effect on the adhesion of adhesive mortars to the substrate.

Keywords: micronized rubber powders; deformable tile adhesives; deformability; adhesion to the substrate.

Streszczenie. W artykule sprawdzono możliwość zastosowania mikronizowanych proszków gumowych o różnych frakcjach, pochodzących z recyklingu zużytych opon samochodowych w odkształcalnej zaprawie klejowej do płytek. W tym celu część piasku zamieniano na badany materiał. Zbadano wpływ modyfikacji na kluczowe właściwości odkształcalnych zapraw klejowych – przyczepność początkową, przyczepność po zanurzeniu w wodzie, przyczepność po starzeniu termicznym, przyczepność po cyklach zamrażania-rozmrażania, odkształcalność oraz właściwości robocze. Wykazano bardzo korzystny wpływ analizowanych proszków na odkształcalność zapraw – wszystkie charakteryzowały się równomiernym rozmieszczeniem w strukturze zaprawy. Niewielki udział dodatków o małej frakcji miał korzystny wpływ na przyczepność zapraw klejowych do podłoża.

Słowa kluczowe: mikronizowane proszki gumowe; odkształcalne kleje do płytek; odkształcalność; przyczepność do podłoża.

The largest group of rubber waste are used car tires, which due to their composite structure (containing fiber and steel bars) pose a major challenge for their reuse [1]. Recognizing the problem of the significant amount of waste generated, the current policy of European authorities aims to reduce the amount of landfilled waste and its recycling. An example of such actions in the aspect of car tires is Directive 1999/31/EC of the European Parliament of 26 April 1999 (Landfill Directive) prohibiting the landfilling of whole used tires and shredded tires [2]. One of the attempts to reuse waste from the vulcanization industry was a study in which steel from tires was used as a dispersed reinforcement of lightweight concrete. This allowed to improve the strength of the material [3]. Another direction of actions aimed at adapting to the applicable regulations are attempts to use purified crushed rubber from tires withdrawn from use in the cement industry. The micronized rubber powders (MRP) obtained in this way are defined by the manufacturer as dry, powdered elastomeric mixtures that are easy to disperse and are easy to apply in many systems and applications [4, 5]. According to the manufacturer, MRP allows for eliminates scrat-

zużyte opony samochodowe stanowią dużą grupę odpadów gumowych. Ze względu na budowę kompozytową (włókno i pręty stalowe) są dużym wyzwaniem w przypadku ponownego wykorzystania [1]. Widoczne jest dążenie do redukcji ilości składowanych odpadów i ich recyklingu, czego przykładem jest dyrektywa 1999/31/EC Parlamentu Europejskiego zakazująca składowania całych zużytych opon oraz opon rozdrobnionych [2]. Jedną z prób ponownego zastosowania odpadów z przemysłu wulkanizacyjnego było wykorzystanie stali z opon, jako rozproszanego zbrojenia betonu lekkiego, co pozwoliło na poprawę wytrzymałości wyrobu [3]. Innym kierunkiem są próby użycia oczyszczonej rozdrobnionej gumy z opon w przemyśle cementowym. Otrzymane w ten sposób mikronizowane proszki gumowe (ang. *Micronized rubber powders* – MRP) zostały określone przez producenta jako sproszkowane mieszanki elastomerowe, które łatwo dyspergują i są łatwo aplikowalne w wielu zastosowaniach [4, 5]. Zgodnie z danymi producenta MRP eliminują zarysowania i pęknięcia, tłumią drgania i dźwięki oraz zapewniają właściwości antypoślizgowe [5]. MRP otrzymywane są z wykorzystaniem metody kriogenicznej, dzięki której charakteryzują się najmniejszą powierzchnią właściwą spośród uzyskiwanych wszystkimi znanymi metodami. Metoda kriogeniczna pole-

¹⁾ Uniwersytet Bielsko-Bialski, Wydział Inżynierii Materiałów, Budownictwa i Środowiska

²⁾ Sempre Farby Sp. z o.o.

*) Correspondence address: a.chlebos@semprefarby.pl

ches and cracks, dampens vibrations and sounds and provides anti-slip properties [5]. MRP is obtained using the cryogenic method, thanks to which the obtained material is characterized by the least developed specific surface area among all known methods of crushing rubber waste. It consists in rapid freezing of pre-frozen rubber waste in liquid nitrogen. Then it is mechanically broken down into small particles [6].

E. Ołdakowska, in her work demonstrated the effect of the additive on improving the water resistance, deformability and fatigue strength of concrete and reducing its density. However, this additive had an unfavorable effect on the compressive strength of concrete [7, 8]. The analysis of microstructure of concrete with the addition of MRP shows an increase in the transition zone between the cement paste and the rubber powder [9]. Authors associated the deterioration of the mechanical strength of the cement product with the deterioration of the adhesion of the cement paste to the MRP particles.

Taking into account the effect of micronized powders on the properties of cement products, the use of the MRP additive in mortars, in which deformability is of great importance, was considered. Such a material is deformable tile adhesives, used especially on difficult, vibrating substrates and in the case of gluing large-format tiles. Despite the thin layer spread over a large surface, they are much less susceptible to cracking [10]. Similar tests conducted by the authors of this publication have shown a beneficial effect of a small share of additives on the adhesion of mortars [11].

According to the EN 12004-1 standard [12], adhesive mortars can be classified as deformable if the conditions of the standard deformability test are met:

- for S1 type mortars: transverse deformation in three-point bending of $2.5 \div 5.0$ mm
- for S2 type mortars: transverse deformation in three-point bending of at least 5.0 mm.

The aim of the study was to check the effect of micronized rubber powders with different maximum fractions declared by the manufacturer (105, 180 and 830 micrometers) on the deformable properties of cementitious tile adhesives. Initial adhesion, adhesion after immersion in water, thermal ageing, after freeze-thaw cycles and deformability were tested. The effect of additives on the working properties of the samples was determined. The studies were carried out in accordance with the PN-EN 12004-1 [12] and PN-EN 12004-2 [13] standards. Additionally, using microscopic methods, the structure of mortars with the analyzed additives and their distribution were analyzed.

Materials

Portland cement CEM I 42.5 R was used as a binder. The aggregate was quartz sand with a fraction of 0.0 – 0.5 mm. A cellulose thickener – hydroxymethylpropylcellulose, EVA redispersible powder (polyvinyl acetate modified with ethylene), metakaolin and superplasticizer SMF were used. Micronized rubber powder with maximum fractions declared by the manufacturer was used to replace part of the quartz sand: 105 μ m, 180 μ m and 830 μ m. The sieving curves of each of the powders used in the tests are shown in Fig. 1.

ga na szybkim zamrożeniu wstępnie zmrożonych odpadów gumowych w ciekłym azocie. Następnie materiał jest mechanicznie rozdrabniany [6].

Ołdakowska, w swojej pracy nad MRP, wykazała wpływ dodatku na poprawę wodoodporności, odkształcalności i wytrzymałości zmęczeniowej betonu oraz zmniejszenie jego gęstości. Dodatek ten miał jednak niekorzystny wpływ na wytrzymałość betonu na ściskanie [7, 8]. Z analizy mikrostruktury betonu z dodatkiem MRP wynika zwiększenie strefy przejściowej między zaczynem cementowym a proszkiem gumowym [9]. Pogorszenie wytrzymałości produktu powiązane ze zmniejszeniem przyczepności zaczynu do cząstek MRP.

Mając na uwadze wpływ analizowanych proszków na właściwości wyrobów, rozważono zastosowanie dodatku MRP w zaprawach, w których elastyczność ma duże znaczenie, m.in. w odkształcalnych klejach do płytek, które stosowane są przede wszystkim na trudnych, wibrujących podłożach, często do przyklejania płytek wielkoformatowych. Pomimo cienkiej warstwy rozłożonej na dużej powierzchni, kleje odkształcalne są mało podatne na pękanie [10]. Podobne przeprowadzone przez nas próby wykazały korzystny wpływ niewielkiego udziału MRP na przyczepność zapraw [11].

Zgodnie z normą PN-EN 12004-1 [12], zaprawy klejowe można sklasyfikować jako odkształcalne w przypadku spełnienia warunków normowego badania odkształcalności:

- w przypadku zapraw typu S1 odkształcenie poprzeczne $2,5 \div 5,0$ mm;
- w przypadku typu S2 odkształcenie poprzeczne co najmniej 5,0 mm.

Celem badań było sprawdzenie wpływu mikronizowanych proszków gumowych o różnej frakcji deklarowanej przez producenta (do 105, 180 i 830 μ m) na właściwości odkształcalnych klejów cementowych do płytek. Oznaczono przyczepność początkową po zanurzeniu w wodzie, starzeniu termicznym, cyklach zamrażania i rozmrażania oraz odkształcalność. Określono wpływ dodatków na właściwości robocze zapraw. Badania prowadzono zgodnie z PN-EN 12004-1 [12] i PN-EN 12004-2 [13]. Przy użyciu metod mikroskopowych analizowano strukturę zapraw z omawianymi dodatkami i ich rozmieszczenie.

Materiały do badań

Jako spoiwo zastosowano cement portlandzki CEM I 42,5 R, a kruszywem był piasek kwarcowy o frakcji 0,0 – 0,5 mm. Zastosowano też zagęstnik hydroksymetylopropylcelulozę, proszek redyspersyjny EVA (polioctan winylu modyfikowany etylenem), metakaolin oraz superplastyfikator SMF. Do zastąpienia części piasku kwarcowego użyto MRP o maksymalnej frakcji: 105, 180 i 830 μ m. Krzywe przesiewu przedstawiono na rysunku 1.

Zgodnie z deklaracją producenta, materiał składa się z utwardzonej naturalnej gumy, styrenu-butadienu (SBR) i sadzy (30%). Jego masa właściwa wynosi 1,14 g/cm³, a temperatura zeszklenia (T_g) -70°C. Surowcami tymi zastąpiono

According to the manufacturer's declaration, this material consists of hardened natural rubber, styrene-butadiene (SBR) and carbon black (30%). Its specific gravity is 1.14 g/cm^3 and the glass transition temperature (T_g) is -70°C . These raw materials were used to replace 1%, 3%, 5% and 10% of the sand mass, respectively. The compositions of the tested samples are given in Table 1, as well as the composition of the reference sample (sample "0"). In addition, the share of superplasticizer needed to obtain a solid consistency is given.

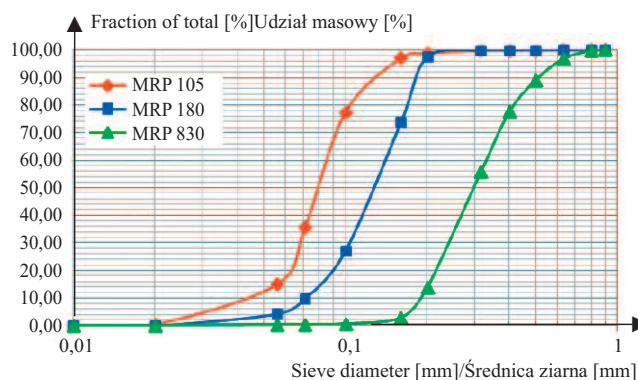


Fig. 1. Sieve analysis of powders used in the tests

Rys. 1. Analiza sitowa proszków zastosowanych w badaniach

odpowiednio 1, 3, 5 i 10% masy piasku. Skład badanych próbek oraz próbki referencyjnej (próbka „0”) podano w tabeli 1. Ponadto określono udział superplastyzatora potrzebny do uzyskania stałej konsystencji.

Table 1. Composition of the test samples

Tabela 1. Skład próbek przeznaczonych do badań

Compositions/Składniki	"0"	K 105/1	K 105/3	K 105/5	K 105/10	K 180/1	K 180/3	K 180/5	K 180/10	K 830/1	K 830/3	K 830/5	K 830/10
Cement CEM I 42,5 R [%mas]	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Quartz sand 0,0 – 0,5 mm [%mas]/Piasek kwarcowy 0,0 – 0,5 mm [%mas]	54,7	53,7	51,7	49,7	44,7	53,7	51,7	49,7	44,7	53,7	51,7	49,7	44,7
Cellulose ether [%mas]/Eter celulozy [%mas]	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Redispersible powder [%mas]/Proszek redyspersg. [%mas]	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Metakaoline [%mas]/Metakaolin [%mas]	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
MRP 105 [%mas]	0	1	3	5	10	0	0	0	0	0	0	0	0
MRP 180 [%mas]	0	0	0	0	0	1	3	5	10	0	0	0	0
MRP 830 [%mas]	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	3	5	10
Superplastyzikator [%mas]	0	0	0	0,2	1,2	0	0	0	1	0	0	0	0

Experimental part

The adhesive mortar with a formulation determined during preliminary tests, meeting the requirements of class C2TES1 according to PN-EN 12004-1 [12], with a composition determined on the basis of preliminary tests, was used for the tests. The tests were conducted under standard conditions. The adhesive mortar was mixed with water in accordance with EN 1015-2: 200 [14]. Based on preliminary tests, it was determined that the mortar achieves the most advantageous application properties with a water content of 230 g per 1 kg of dry mortar. Consistency tests were carried out using a flow table in accordance with PN-EN 1015-3 [15]. The consistency of the samples was regulated by using a superplasticizer. Its appropriate amount was determined on the flow table until the desired consistency was obtained. With the use of MRP, the mass fraction of sand was reduced so that the mass of the sum of the components was constant. The maximum MRP fraction was 10% by mass. After performing consistency tests and determining the required amount of superplasticizer, the adhesion of the tested cement adhesives was determined according to PN-EN 12004-2 [13]. The transverse deformation of the adhesives was also determined according to PN-EN 12004-2 [13] using a testing machine subjecting the sample to three-point bending, enabling reading of the sample deformation at destruction.

In order to assess the microstructure of mortars, samples of materials containing 10% MRP mass of each fraction were cut and ground, and then microscopic photos were taken of the top

Część eksperymentalna

Do badań została zastosowana zaprawa klejowa o recepturze ustalonej w ramach badań wstępnych, spełniająca wymagania klasy C2TES1 zgodnie z PN-EN 12004-1 [12]. Badania prowadzono w warunkach normowych. Mieszanie zaprawy klejowej z wodą prowadzono zgodnie z EN 1015-2:200 [14]. Na podstawie badań wstępnych ustalono, że zaprawa uzyskuje najkorzystniejsze właściwości aplikacyjne przy ilości wody wynoszącej 230 g/l kg suchej zaprawy. Przeprowadzono badania konsystencji za pomocą stolika rozprylu zgodnie z PN-EN 1015-3 [15]. Konsystencję próbek regulowano przez użycie superplastyzatora. Jego odpowiednia ilość była określana na stoliku rozprylu do momentu uzyskania żądanej konsystencji. Wraz ze stosowaniem MRP zmniejszono udział masowy piasku, aby masa sumy składników była stała. Maksymalny udział MRP wynosił 10%mas. Po wykonaniu badania konsystencji oraz określeniu wymaganej ilości superplastyzatora oznaczono przyczepność badanych klejów cementowych wg PN-EN 12004-2 [13] oraz odkształcenie poprzeczne zgodnie z PN-EN 12004-2 [13] przy użyciu maszyny wytrzymałościowej, poddającej próbkę trójpunktowemu zginaniu, umożliwiającej odczyt odkształcenia próbki przy zniszczeniu.

W celu oceny mikrostruktury zapraw, próbki materiałów zawierających 10%mas. MRP każdej frakcji przycinano i szlifowano, a następnie wykonywano zdjęcia mikroskopowe powierzchni wierzchniej w środku przekroju oraz powierzchni spodniej od stro-

surface, in the middle of the cross-section and the bottom surface, from the side of contact with the concrete substrate. In order to obtain an image with real colors, an optical microscope was used. Black MRP particles were the only ingredient in the recipe of the analyzed dark samples. Photos were taken with the same lighting, contrast and 200x magnification. In order to sharpen the image of the photo, it was folded in the Z axis. The photo was analyzed using software analyzing the surface of black inclusions – places where MRP particles occur. Photo 1 shows a microscopic photo of the sample (a) and the same image with places marked in red interpreted as MRP particles (b).

The total area of black areas was then calculated using software to determine whether the material was evenly distributed throughout the material. At least 3 images were taken for each sample in each analyzed area.

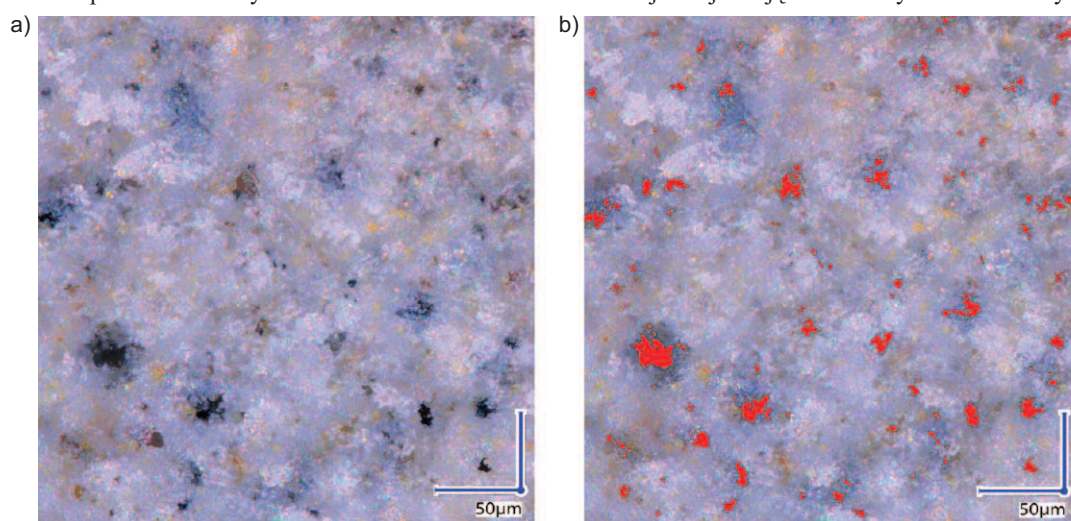


Photo 1. Microscopic image of a cross-section of the sample (a); MRP particles marked in red (b)
Fot. 1. Zdjęcie mikroskopowe: a) przekroju próbki; b) zaznaczone na czerwono cząstki MRP

Results and discussion

Adhesion to the substrate. The first study was to determine the effect of the additives used on the working properties of the mortar. For this purpose, the consistency of each analyzed mortar was determined at a constant proportion of mixing water using the flow table according to EN 1015-3:2000 [15]. Three consistency measurements were performed for each mortar. The average test results are presented in Fig. 2.

The optimum mortar consistency determined on the basis of preliminary tests gave a flow of 130 mm. It was considered that the mortar with a consistency in the range of 130 ± 5 mm has adequate working properties. As shown in Fig. 2, adding powder with the highest fraction had the least effect on the working properties of the mortar and did not exceed the specified requirements. With the decrease of the MRP fraction, the consistency determined by means of the flow table decreased. For small fractions up to 105 μm and 180 μm , increasing their share resulted in a decrease in the mortar flow. For fractions up to 105 μm with a mass fraction of these additives exceeding 3 and for fractions up to 180 μm with a share of 10% by mass, it was necessary to correct the consistency. The observed regularity resulted from the

ny styku z podłożem betonowym. Mając na celu uzyskanie obrazu o rzeczywistych kolorach, wykorzystano mikroskop optyczny. Czarne cząstki MRP były jedynym składnikiem receptury analizowanych próbek w kolorze ciemnym. Zdjęcia wykonywano przy tym samym oświetleniu, kontraście i powiększeniu 200x. W celu wyostrenia obrazu zdjęcia, było ono składane w osi Z. Zdjęcie poddawano analizie przy użyciu oprogramowania analizującego powierzchnię czarnych wtrąceń – miejsc występowania cząsteczek MRP. Na fotografii 1 przedstawiono zdjęcie mikroskopowe próbki (a) oraz ten sam obraz z zaznaczonymi na czerwono miejscami zinterpretowanymi jako cząsteczki MRP (b).

Przy użyciu oprogramowania obliczono sumaryczną powierzchnię czarnych obszarów w celu określenia, czy materiał ten wykazuje się równomiernym rozmieszczeniem w całej objętości materiału. W przypadku każdej próbki wykonano co najmniej 3 zdjęcia w każdym analizowanym obszarze.

Omówienie wyników

Przyczepność do podłoża. Pierwszym badaniem było określenie wpływu zastosowanych dodatków na właściwości robocze zaprawy. W tym celu określono konsystencję każdej analizowanej zaprawy przy stałym udziale wody zarobowej, stosując stół rozplwy wg PN-EN 1015-3:2000 [15]. Wykonano 3 pomiary konsystencji każdej zaprawy. Średnie wyniki badań przedstawiono na rysunku 2.

Optymalny rozplwy zaprawy ustalony na podstawie wstępnych badań wyniósł 130 mm. Uznano, że zaprawa o konsystencji 130 ± 5 mm ma odpowiednie właściwości robocze. Jak wynika z rysunku 2, dodatek MRP o największej frakcji miał najmniejszy wpływ na właściwości robocze zaprawy. Wraz ze zmniejszaniem się frakcji MRP rozplwy malał. W przypadku frakcji do 105 μm i 180 μm zwiększenie ich udziału skutkowało zmniejszeniem rozplwy zaprawy, natomiast w przypadku frakcji do 105 μm przy udziale dodatków przekraczającym 3%mas. oraz frakcji do 180 μm , przy udziale dodatków 10%mas., konieczne było skorygowanie konsystencji. Obserwowana prawidłowość wynikała ze znacznej powierzchni drobnych proszków MRP niezbędnej do zwilżania. Do zapraw, których rozplwy był mniejszy od wymaganego minimum, dodawano superplasty-

significant surface area of fine MRP powders necessary for wetting. In the case of mortars whose flow was lower than the required minimum, superplasticizer was added to maintain the same working properties with a constant proportion of mixing water. The proportion of superplasticizer was determined based on consistency tests according to EN 1015-3:2000 [15] in such a way that the mortar obtained an optimal consistency (130 ± 5 mm). The proportions of superplasticizer necessary to obtain a constant consistency for each recipe determined on this basis are shown in Fig. 3.

Since all mortars containing MRP with a fraction of up to $830 \mu\text{m}$ showed a flow in the range of 130 ± 5 mm, there was no need to correct the consistency. With the increase in the share of MRP with fractions up to $105 \mu\text{m}$ and $180 \mu\text{m}$, the demand for superplasticizer increased. The adhesion of the adhesive mortar to the substrate was measured using a pull-off device. For each adhesion test, at least 5 measurements were performed for each recipe. The average initial adhesion results are shown in Figure 4. As shown in Fig. 4, partial replacement of sand with MRP of small fraction (up to $105 \mu\text{m}$ and $180 \mu\text{m}$) had a beneficial effect on the initial adhesion with a small share of the additive. The most favorable properties were achieved by the mortar in which 1% by mass was MRP with a maximum fraction of up to $105 \mu\text{m}$ – this allowed for a slight improvement in the initial adhesion compared to the reference sample. After increasing the share of MRP with fractions of up to $105 \mu\text{m}$ and $180 \mu\text{m}$ to over 3% by mass, the initial adhesion deteriorated significantly. Increasing the share of MRP additive with a fraction of up to $830 \mu\text{m}$ caused a significant deterioration in the initial adhesion. The average test results of the effect of MRP additives of different fractions on the adhesion of the adhesive mortar after immersion in water are presented in Fig. 5.

The most favorable adhesion test results after water immersion were obtained for samples containing up to 3% by mass of MRP additives with

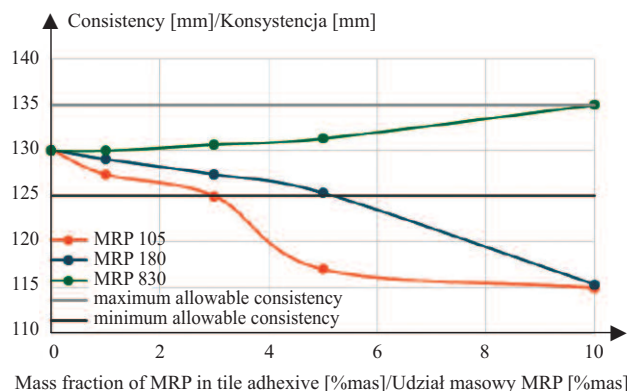


Fig. 2. The influence of MRP of different fractions on the consistency of the adhesive mortar expressed with a flow table in accordance with EN 1015-3:2000 [15]

Rys. 2. Wpływ dodatku MRP o różnej frakcji na konsystencję zaprawy wyrażony jako średnica rozprzysy określona zgodnie z EN 1015-3: 2000 [15]

do $830 \mu\text{m}$ wykazywały się rozprzysy 130 ± 5 mm. Nie było zatem potrzeby korygowania konsystencji. Wraz ze wzrostem udziału MRP o frakcjach do $105 \mu\text{m}$ i $180 \mu\text{m}$ zwiększało się zapotrzebowanie na superplastifikator. Przyczepność zapraw klejowych do podłoża mierzono za pomocą urządzenia pull-off.

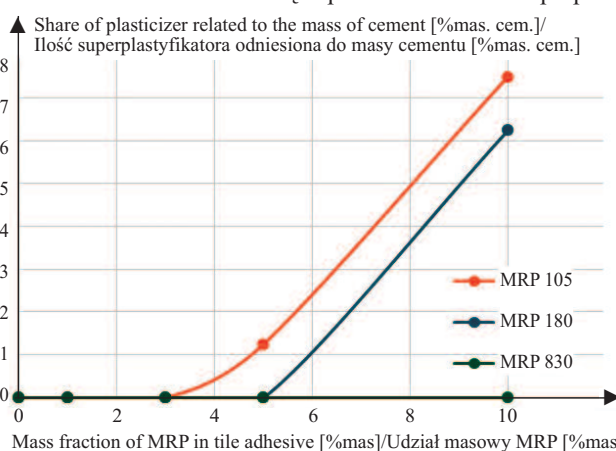


Fig. 3. The amount of superplasticizer related to the mass of cement required to obtain a constant consistency of the adhesive mortar determined in accordance with PN-EN 1015-3:2000 [15]

Rys. 3. Ilość superplastifikatora odniesiona do masy cementu konieczna do zachowania stałej konsystencji zaprawy określonej zgodnie z PN-EN 1015-3:2000 [15]

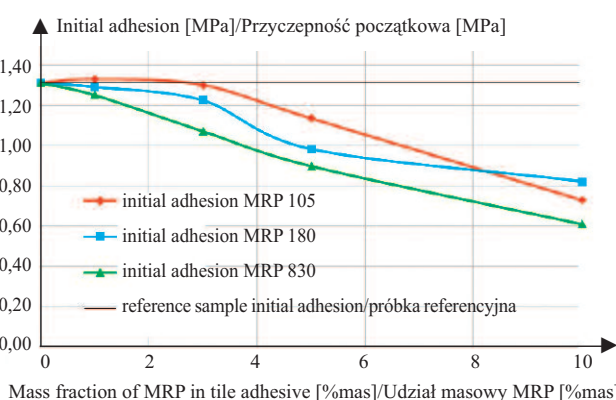


Fig. 4. The influence of MRP of different fractions on the initial adhesion of the adhesive mortar in accordance with PN-EN 12004-2 [13]

Rys. 4. Wpływ dodatku MRP o różnej frakcji na przyczepność początkową zaprawy zgodnie z PN-EN 12004-2 [13]

fikator w celu utrzymania ustalonych właściwości roboczych przy stałym udziale wody zarobowej.

Udział superplastifikatora określono w taki sposób, aby zaprawa uzyskiwała optymalny rozprzysy (130 ± 5 mm). Ilość superplastifikatora niezbędną do uzyskania stałej konsystencji każdej receptury, wyznaczoną na tej podstawie, przedstawiono na rysunku 3.

Wszystkie zaprawy zawierające MRP o frakcji do $830 \mu\text{m}$ wykazywały się rozprzysy 130 ± 5 mm. Nie było zatem potrzeby korygowania konsystencji. Wraz ze wzrostem udziału MRP o frakcjach do $105 \mu\text{m}$ i $180 \mu\text{m}$ zwiększało się zapotrzebowanie na superplastifikator. Przyczepność zapraw klejowych do podłoża mierzono za pomocą urządzenia pull-off. Wykonano co najmniej 5 pomiarów w przypadku każdej receptury. Uśrednione wyniki badania przyczepności początkowej przedstawiono na rysunku 4. Jak wynika z rysunku 4, częściowe zastąpienie piasku MRP o małej frakcji (do $105 \mu\text{m}$ i $180 \mu\text{m}$) miało korzystny wpływ na początkową przyczepność przy niewielkim udziale dodatku. Najkorzystniejsze właściwości osiągnęła zaprawa, w której 1% masy stanowił MRP frakcji do $105 \mu\text{m}$. Pozwoliło to na niewielką poprawę początkowej przyczepności w porównaniu z próbką referencyjną. Po zwiększeniu udziału MRP o frakcjach do $105 \mu\text{m}$ i $180 \mu\text{m}$ do ponad 3% masowych, przyczepność uległa znacznemu pogorszeniu. Zwiększenie udziału dodatku MRP do $830 \mu\text{m}$ spowodowało znaczne pogorszenie przyczepności początkowej. Uśrednione

fine fractions. The highest adhesion was observed for the adhesive mortar containing 1% by mass of MRP fractions up to 105 μm . It was 6% higher than the adhesion after immersion of the reference sample. Increasing the share of MRP additives with fine fractions to over 3% by mass resulted in a decrease in adhesion after water immersion.

Fig. 6 presents the results of the test of the influence of MRP additives with different fractions on adhesion after thermal ageing of the adhesive mortar.

Fig. 6 shows a beneficial effect of MRP with the lowest analyzed fraction in the case of low dosage. There is also a clear tendency for adhesion to decrease with increasing grain size of the MRP additive. Increasing the mass fraction of MRP additives above 1 wt.% caused a significant deterioration in the bond strength. In the case of MRP with fractions up to 105 μm and up to 180 μm , mortars containing 3 wt.% of additives still met the standard requirements for adhesion after heat ageing.

The effect of MRP additives of different grain sizes on the adhesion of the adhesive mortar to the substrate after freeze-thaw cycles was also tested. The test results are presented in Fig. 7.

As with other adhesion tests, the most beneficial effect on adhesion after freeze-thaw cycles was observed for a small proportion of the lowest MRP fraction. The addition of MRP with a fraction of up to 105 μm not exceeding 3% of the mortar mass improved the strength compared to the reference sample by 4.5%. Similarly, the addition of 1% of the MRP mass with a fraction of up to 180 μm also improved adhesion. Further increasing the proportion of

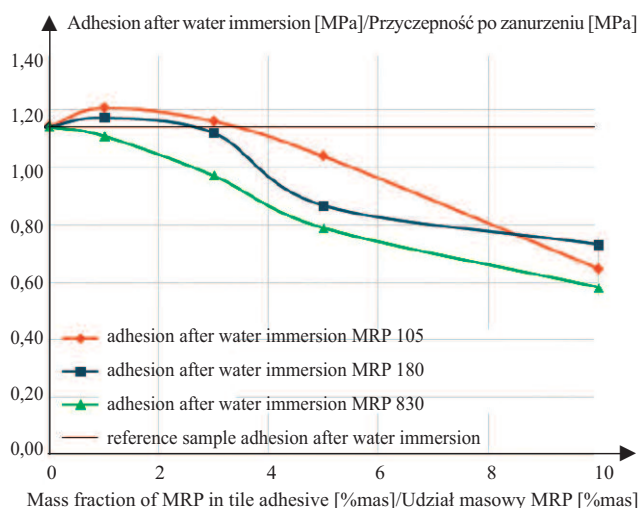


Fig. 5. The influence of MRP of different fractions on the adhesion of the adhesive mortar after water immersion in accordance with PN-EN 12004-2 [13]

Rys. 5. Wpływ dodatku MRP o różnej frakcji na przyczepność po zanurzeniu zaprawy w wodzie zgodnie z EN 12004-2 [13]

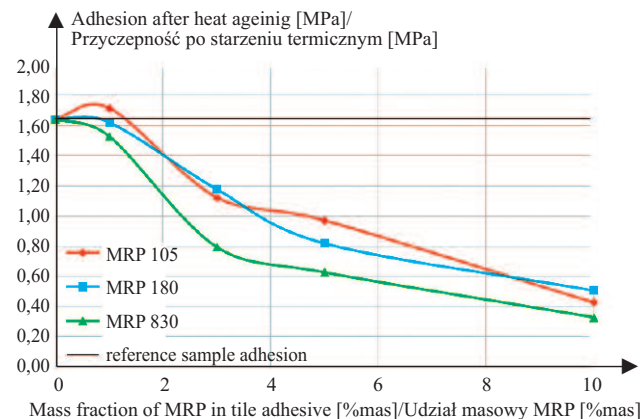


Fig. 6. The influence of MRP of different fractions on the adhesion of the adhesive mortar after thermal ageing in accordance with PN-EN 12004-2 [13]

Rys. 6. Wpływ dodatku MRP o różnej frakcji na przyczepność zaprawy po starzeniu termicznym zgodnie z PN-EN 12004-2 [13]

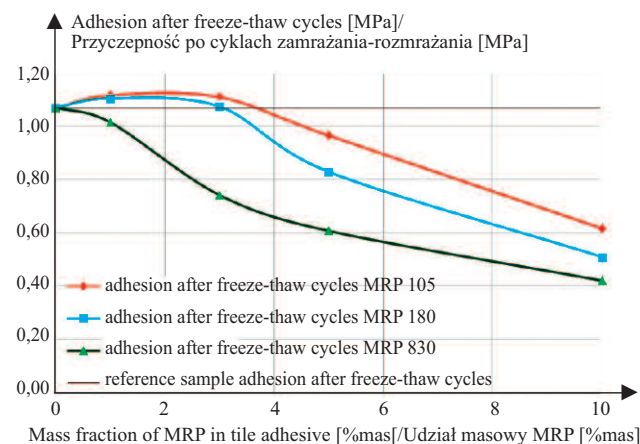


Fig. 7. The influence of MRP of different fractions on the adhesion of the adhesive mortar after freeze-thaw cycles in accordance with PN-EN 12004-2 [13]

Rys. 7. Wpływ dodatku MRP o różnej frakcji na przyczepność zaprawy po cyklach zamrażania-rozmrażania zgodnie z PN-EN 12004-2 [13]

wyniki badania wpływu dodatku MRP na przyczepność zaprawy klejowej po zanurzeniu w wodzie przedstawiono na rysunku 5.

Najkorzystniejszą przyczepność po zanurzeniu w wodzie wykazały próbki zawierające do 3%mas. dodatków MRP z drobnymi frakcjami, a największą stwierdzono w przypadku zaprawy klejowej zawierającej 1%mas. MRP frakcji do 105 μm . Była ona o 6% większa od przyczepności próbki referencyjnej po zanurzeniu w wodzie. Zwiększenie udziału dodatków MRP z drobnymi frakcjami do ponad 3% mas. spowodowało zmniejszenie przyczepności po zanurzeniu w wodzie.

Na rysunku 6 przedstawiono wyniki badania wpływu dodatków MRP na przyczepność po starzeniu termicznym. Stwierdzono korzystny wpływ MRP o najmniejszej analizowanej frakcji w przypadku niewielkiego dozowania. Istnieje wyraźna tendencja do zmniejszenia przyczepności wraz ze wzrostem wielkości ziarna MRP. Zwiększenie ilości dodatków MRP powyżej 1% mas. spowodowało znaczne pogorszenie wytrzymałości. W przypadku MRP o frakcjach do 105 μm i 180 μm , zaprawy zawierające 3% mas. dodatków nadal spełniały wymagania normowe dotyczące przyczepności po starzeniu termicznym.

Rysunek 7 przedstawia wpływ dodatków MRP na przyczepność zaprawy klejowej po cyklach zamrażania i rozmrażania. Podobnie jak w przypadku innych testów przyczepności, najbardziej korzystny wpływ po cyklach zamrażania i rozmrażania odnotowano w przypadku dodatku MRP do 105 μm w ilości nieprzekraczającej 3% masy zaprawy. Nastąpiło bowiem

additives was associated with a significant deterioration of adhesion after freeze-thaw cycles.

The influence of micronized rubber powders on the deformability of the mortar. A standard test of the deformability of tile adhesives containing MRP of different fractions was carried out. The test results are shown in Fig. 8. The most beneficial effect on deformability was exerted by the addition of MRP with a fraction of up to 180 μm . The highest result was recorded for the sample containing 3% by mass of this additive – this sample demonstrated twice as much deformability as the reference sample. It was the only one that met the requirements of the standard for mortar with an increased deformability class S2 (deformation ≥ 5.0 mm). Similar values of deformability were demonstrated by mortars containing MRP with a fraction of up to 105 μm . Adhesive mortars with the addition of MRP with a fraction of up to 830 μm also demonstrated greater deformability than the reference sample. For all fractions analyzed, the most beneficial deformability properties were achieved by mortars with 3÷5% by mass of MRP.

Distribution of micronized rubber powders in the mortar microstructure. In order to check whether the additives used do not show a tendency to accumulate in individual zones of the sample cross-section, their distribution was analyzed using microscopic image analysis. The share of MRP additives on the surface of photos taken on the sample surface, in its cross-section and on the contact surface with the substrate was compared. The average results are presented in Table 2.

It can be noticed that the values of the mass fractions of the additive of all fractions are similar. No relationship was observed between the share of the additive in the top zone, cross-section and at the bottom of the sample. On this basis, it should be assumed that the analyzed additives were characterized by an even distribution of particles in the entire volume of the material. This is also proven by the analysis of an example photo of a cross-section of a sample containing 10% wt. MRP with a fraction of up to 830 μm , presented in photo 2. It can be seen that there are no clear agglomerates and that the MRP particles are evenly distributed.

Summary

Among the additives analyzed, MRP with a fraction of up to 105 μm had the greatest effect on consistency, due to the largest surface area needed for wetting. A slightly smaller

zwiększenie przyczepności o 4,5% w porównaniu z próbką referencyjną. Podobnie dodatek stanowiący 1% masy MRP o frakcji do 180 μm spowodował poprawę przyczepności. Dalsze zwiększanie udziału dodatków wiązało się ze znacznym pogorszeniem przyczepności po cyklach zamrażania i rozmrażania.

Odkształcalność zaprawy. Przeprowadzono normowe badanie odkształcalności klejów do płytek, którego wyniki przedstawiono na rysunku 8. Najkorzystniejszy wpływ na odkształcalność miał dodatek MRP frakcji do 180 μm . Najlepszy wynik odnotowano w przypadku próbki zawierającej 3% mas. tego dodatku, która charakteryzowała się dwukrotnie większą odkształcalnością niż próbka referencyjna. Była ona jedyną próbką, która spełniła wymagania normy dotyczące zaprawy o podwyższonej klasie odkształcalności S2 (odkształcenie $\geq 5,0$ mm). Podobne wartości odkształcalności uzyskiwały zaprawy zawierające MRP o frakcji do 105 μm . Ponadto zaprawy klejowe z dodatkiem MRP frakcji do 830 μm wykazały większą odkształcalność niż próbka referencyjna. W przypadku wszystkich frakcji najkorzystniejsze wyniki uzyskiwały zaprawy zawierające 3 ÷ 5% masowych MRP.

Rozmieszczenie MRP w mikrostrukturze zaprawy. W celu sprawdzenia, czy stosowane dodatki nie wykazują tendencji do kumulacji w poszczególnych strefach przekroju próbki, sprawdzano ich rozmieszczenie przy użyciu analizy zdjęć mikroskopowych. Porównano udział dodatków MRP na powierzchni próbki, w jej przekroju i na powierzchni styku z podłożem. Uśrednione wyniki zestawiono w tabeli 2. Stwierdzono zbliżone wartości udziałów masowych dodatku wszystkich frakcji. Nie dostrzeżono żadnej zależności pomiędzy udziałem dodatku w strefie wierzchniej, przekroju i na spodzie próbki. Należy zatem uznać, że analizowane dodatki charakteryzowały się równomiernym rozłożeniem cząsteczek w całej objętości materiału. Dowodzi tego również przykładowe zdjęcie przekroju próbki zawierającej 10%mas. MRP frakcji do 830 μm (fotografia 2). Nie ma na nim wyraźnych aglomeratów, natomiast widać równomierne rozłożenie cząsteczek MRP.

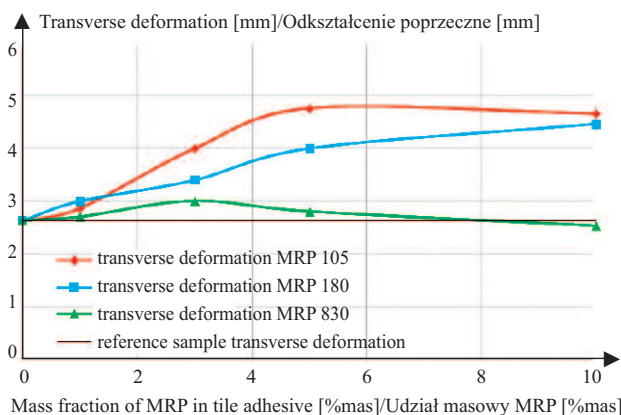


Fig. 8. The influence of MRP additives of different fractions on the deformability of the adhesive according to PN-EN 12004-2 [13]
Rys. 8. Wpływ dodatku MRP o różnej frakcji na odkształcalność zaprawy zgodnie z PN-EN 12004-2 [13]

Table 2. Summary of the total shares of the MRP particle surface in the total surface of the analyzed microscopic images of samples containing 10 mas.% of the additive

Tabela 2. Udział sumaryczny powierzchni cząsteczek MRP w całkowitej powierzchni analizowanych zdjęć mikroskopowych próbek zawierających 10%mas. dodatku

Surface MRP/Powierzchnia MRP	MRP105	MRP180	MRP830
MRP surface area on the top of sample [%]/Na wierzchu próbki [%]	14,29	15,30	14,55
MRP surface area on the sample cross-section [%]/W przekroju próbki [%]	14,14	14,97	16,72
MRP surface area on the bottom of sample [%]/Na spodzie próbki [%]	13,84	17,23	16,49

Podsumowanie

Spośród analizowanych dodatków, mikronizowane proszki gumowe (MRP) frakcji do 105 μm miały największy wpływ na konsystencję, ze względu na największą powierzchnię po-

amount of superplasticizer was needed to obtain the optimal consistency of mortars with the addition of MRP fractions of up to 180 μm . MRP up to 830 μm was characterized by a very similar water demand to 0.0 – 0.5 mm sand, which it replaced.

The studies showed a beneficial effect of the MRP additive on the deformable properties of tile adhesives. In the case of adhesion tests, the most beneficial effect was noted for samples containing 1% wt. MRP with a fraction of up to 105 μm . This additive was of particular importance in the case of tests in which the sample was in contact with water – in adhesion tests after immersion in water and after freeze-thaw cycles. The adhesion of mortars decreased with the increase in the fraction size of the MRP powder used.

The addition of micronized rubber powders had the most beneficial effect on the study of the deformability of mortars. Significant improvements were noted in the case of MRP powders with all analysed fractions. Micronized rubber powders of all the analyzed fractions were characterized by a uniform distribution in the structure of the material – both on the top, in the middle of the thickness and at the contact with the substrate, their share was almost identical.

The obtained research results confirm the possibility of using micronized rubber powders in deformable tile adhesive mortars. MRP with the smallest fraction (up to 105 μm) had the most beneficial effect on the key properties of adhesive mortars. The optimal dosage that allows for the improvement of all the most important properties of mortars is 3% of the mortar mass. The use of the analysed additives has a beneficial effect on the properties of mortars and also allows for the management of unwanted waste, which contributes to improving the environment.

Artykuł wpłynął do redakcji: 02.01.2025 r.
Otrzymano poprawiony po recenzjach: 18.03.2025 r.
Opublikowano: 24.06.2025 r.

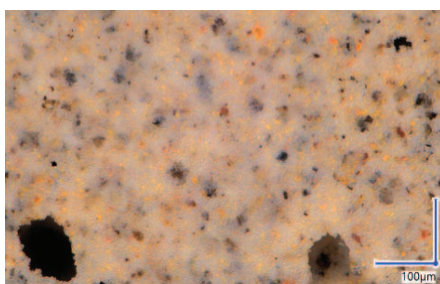


Photo 2. Microscopic image of a cross-section of a sample containing 10%mas. MRP with a fraction up to 180 μm

Fot. 2. Zdjęcie mikroskopowe przekroju próbki zawierającej 10%mas. MRP frakcji do 180 μm

trzebną do zwilżania. Nieco mniejsza ilość superplastyfikatora była potrzebna do uzyskania optymalnej konsystencji zapraw z dodatkiem MRP frakcji do 180 μm . MRP do 830 μm charakteryzowały się bardzo podobnym zapotrzebowaniem na wodę do piasku 0,0 – 0,5 mm, który zastąpiły.

Wykazano korzystny wpływ dodatku MRP na właściwości odkształcalnych klejów do płytek. W przypadku testów przyczepności najbardziej korzystny efekt odnotowano w przypadku próbek zawierających 1%mas. MRP o frakcji

do 105 μm . Dodatek ten miał szczególne znaczenie w badaniach przyczepności po zanurzeniu w wodzie i po cyklach zamrażania-rozmrażania. Przyczepność zapraw zmniejszyła się wraz ze wzrostem frakcji użytego MRP.

Spośród wszystkich przeprowadzonych badań, najkorzystniejszy wpływ dodatku MRP miał miejsce w przypadku oznaczania odkształcalności zapraw. Znaczną poprawę odnotowano w przypadku MRP wszystkich frakcji. Wszystkie MRP charakteryzowały się również jednorodnym rozmieszczeniem w strukturze materiału – zarówno na wierzchu, w połowie grubości, jak i na styku z podłożem ich udział był niemal identyczny.

Uzyskane wyniki potwierdzają możliwość zastosowania MRP w odkształcalnych zaprawach klejowych do płytek. Najkorzystniejszy wpływ na kluczowe ich właściwości miał dodatek MRP o najdrobniejszej frakcji (do 105 μm). Optymalne dozowanie, pozwalające na poprawę najważniejszych właściwości zapraw, wynosi 3% masy zaprawy. Stosowanie analizowanych dodatków ma korzystny wpływ na właściwości zapraw, a także pozwala na zagospodarowanie odpadów, co przyczynia się do poprawy jakości środowiska naturalnego.

Artykuł wpłynął do redakcji: 02.01.2025 r.
Otrzymano poprawiony po recenzjach: 18.03.2025 r.
Opublikowano: 24.06.2025 r.

Literature

- [1] Ołdakowska E. Beton cementowy modyfikowany rozdrobnionymi odpadami gumowymi. Zeszyty Naukowe. Budownictwo/Politechnika Śląska. 2006; 109: 241-246.
- [2] Council Directive 1999/31/EC of 26 April 1999 on the landfill of waste.
- [3] Kadela M, Małek M, Jackowski M, Kunikowski M, Klimek A, Dudek D, Rośkowicz M. Recycling of tire-derived fiber: The contribution of steel cord on the properties of lightweight concrete based on perlite aggregate. Materials. 2023; <https://doi.org/10.3390/ma16052124>.
- [4] Rosenmayer T, Ayer, R, Papp F. Characterization Of Micronized Rubber Powders With Cost. Annual Technical Conference-ANTEC. Conference Proceedings. 2012.
- [5] <https://kongresdrogowy.pl/wp-content/uploads/2023/09/02-Lehigh-Technologies-Mikronizowane-proszki-gumowe-do-budowy-nawierzchni-drogowych.pptx.pdf> (dostęp: 4.4.2025).
- [6] Lo Presti D. Recycled tyre rubber modified bitumens for road asphalt mixtures: A literature review. Construction and Building Materials. 2013; <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.09.007>.
- [7] Ołdakowska E. Ocena przydatności gumy ze zużytych opon samochodowych do modyfikacji chudych betonów przeznaczonych do podbudów drogowych. Materiały Budowlane. 2014; 4: 34-36.

- [8] Ołdakowska E. Ocena wybranych właściwości betonów zwykłych z rozdrobnioną gumą ze zużytych opon samochodowych. Inżynieria Ekologiczna. 2015. DOI: 10.12912/23920629/58902.
- [9] Silva FM, Miranda EJP, Dos Santos JMC, Gachet-Barbosa LA, Gomes AE, Lintz RCC. The use of tire rubber in the production of high-performance concrete. Cerâmica. 2019; <https://doi.org/10.1590/0366-6913201965S12598>.
- [10] Kulesza M, Dębski D, Fangrat J, Michalak J. Wpływ redyspersyjnych proszków polimerowych na wybrane właściwości mechaniczne cienkowarstwowych zapraw cementowych. Cement Wapno Beton. 2020; <https://doi.org/10.32047/CWB.2020.25.3.1>.
- [11] Brachaczek W, Chleboś A, Pałuch R, Prymula M. The influence of micronized rubber powder on the properties of deformable tile adhesives. Budownictwo o Z optymalizowanym Potencjale Energetycznym. 2024; <https://doi.org/10.17512/bzope.2024.13.19>.
- [12] PN-EN 12004-1 Kleje do płytek ceramicznych – Część 1: Wymagania, ocena i weryfikacja stałości właściwości użytkowych, klasyfikacja i znakowanie.
- [13] PN-EN 12004-2 Kleje do płytek ceramicznych – Część 2: Metody badań.
- [14] EN 1015-2:2000 Metody badań zapraw do murów. Pobieranie i przygotowanie.
- [15] PN-EN 1015-3:2000 Metody badań zapraw do murów. Określenie konsystencji świeżej zaprawy (za pomocą stolika rozprywu).
- [16] PN-EN 1323:2008 Kleje do płytek. Płyty betonowe do badań.