

## Wpływ struktury porowatości na odporność na korozję betonu wysokowartościowego zawierającego metakaolin

## Influence of pore structure on corrosion resistance of high performance concrete containing metakaolin

Nivin Philip<sup>1</sup>, Agnieszka Jędrzejewska<sup>2\*</sup>, Abynoah E. Varughese<sup>1</sup>, Jomy James<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Dept. of Civil Engineering, Saintgits College of Engineering (Autonomous), Kerala, India

<sup>2</sup>Dept. of Structural Engineering, Silesian University of Technology, Gliwice, Poland

\*Corresponding author: A. Jędrzejewska, e-mail: Agnieszka.Jedrzejewska@polsl.pl

### Streszczenie

Chociaż beton jest uważany za trwały materiał, środowisko, na które jest narażony, ma duży wpływ na jego trwałość. Trwałość betonu może być zagrożona ze względu na jego porowatość, szczególnie w trudnych warunkach ekspozycji, którymi jest na przykład środowisko morskie. Żelbetowe elementy konstrukcji morskich, do których należą między innymi mosty, nabrzeża i dokи, są poddawane różnego rodzaju oddziaływaniom. Należą do nich cykliczne nawilżanie i suszenie, stan pełnego zanurzenia oraz kontakt z chlorkami. Aby poprawić strukturę porów w betonie i wytrzymałość takich konstrukcji, niezbędne jest stosowanie betonu wysokowartościowego. W badaniach przedstawionych w niniejszej pracy, do produkcji betonu wysokowartościowego zastosowano metakaolin [MK], jako częściowy zamiennik cementu. Wyniki tych badań pokazały, że zastosowanie metakaolinu zmniejsza porowatość betonu, a wraz ze spadkiem porowatości znacznie zmniejsza się szybkość procesu korozji. Beton wysokowartościowy zawierający metakaolin badano przez 365 dni, w celu określenia zmian struktury porowatości po długim okresie ekspozycji, z wykorzystaniem metody iCOR® NDT. Metoda ta służy do określania odporności na korozję i rezystywności betonu bogatego w metakaolin, o dużej wytrzymałości, w warunkach symulowanego nawilżania i suszenia, w środowisku wody morskiej, w kilku okresach. Efekt pogorszenia właściwości betonu, spowodowany symulowanym nawilżaniem i suszeniem w środowisku wody morskiej, był również badany dla przyczepności próbek poddanych normalnym i korozyjnym warunkom ekspozycji.

**Słowa kluczowe:** beton wysokowartościowy, metakaolin, korozja, struktura porów, trwałość, środowisko korozyjne

### Summary

Even though concrete is considered to be durable, the environment to which the concrete is exposed plays an important role in its durability. The durability of concrete is challenged due to its porous nature, which is especially important in harsh exposure conditions such as marine environment. The reinforced concrete elements of marine structures such as bridges, wharves, docks, etc. are subjected to various types of exposures such as wetting and drying action [WDA], fully submerged condition, and in contact with chlorides. To refine the pore structure of concrete and to improve the durability characteristics of such structures, it is essential to use high performance concrete [HPC]. In this study, metakaolin [MK] is used as partial replacement of cement to produce HPC. The use of metakaolin is found to be very effective in reducing the porosity of concrete. As the porosity of concrete decreases, the corrosion rate can be reduced considerably. The durability characteristics of metakaolin-incorporated HPC is studied for 365 days to investigate the changes in its pore structure in long term. The iCOR® NDT method is used to find the corrosion performance and concrete resistivity of high performance metakaolin concrete under a simulated wetting and drying action [WDA] of seawater over several periods. The deterioration effect caused by the simulated WDA of seawater is also studied by considering the bond strength of specimens subjected to normal and corrosive exposure conditions.

**Keywords:** high performance concrete, metakaolin, corrosion, pore structure, durability, corrosive environment

## 1. Wprowadzenie

Jakość betonu odgrywa ważną rolę w zapewnieniu dobrych właściwości konstrukcjom żelbetowym przez cały okres eksploatacji. Konstrukcje pracujące w korozyjnych środowiskach, do których zaliczyć trzeba przykładowo mosty znajdujące się w pobliżu obszarów przybrzeżnych, doki w portach i wieżowce w pobliżu pasa nadmorskiego, są stale narażone na naprzemienne nawilżanie i suszenie, na skutek oddziaływania wody morskiej. Jest to warunkiem sprzyjającym korozji betonu w środowisku wody morskiej. Takie konstrukcje wymagają dużej wytrzymałości i trwałości, co z kolei wymaga stosowania betonu wysokowartościowego zamiast zwykłego betonu (1). Trwałość i duża wytrzymałość idą w parze, ponieważ beton o dobrej wytrzymałości ma mniejszą porowatość, co zapewnia jego mniejszą przepuszczalność, która z kolei może być uważana jako miara jego trwałości (2).

Stosowanie dodatków jako częściowych zamienników cementu, może poprawić właściwości użytkowe betonu przez zwiększenie jego trwałości. Metakaolin, wytwarzany z naturalnej glinki kaoliniowej, a nie jako produkt uboczny, pozwala na spełnienie tych wymagań. Metakaolin ma zarówno właściwości pucolanowe jak i jest mikro-wypełniaczem (3) i ma znaczy wpływ na rozwój struktury porowatości w betonie (4). Dzięki tym właściwościom dodatek metakaolinu zmniejsza przepuszczalność betonu.

Z kompleksowych badań czynników, które wpływają na właściwości mechaniczne betonu z dodatkiem metakaolinu, przeprowadzonych przez autorów (5) wynika, że na właściwości te mają wpływ głównie: wiek betonu, procentowy udział tego dodatku i stosunek wodno-spojowy. Korzystna zawartość metakaolinu może różnić się znacznie, w zależności od jego składu chemicznego. Przeprowadzone doświadczenia wykazują, że na efekt działania metakaolinitu wpływa zawartość  $\text{SiO}_2$  i  $\text{CaO}$ . Przeważnie dobry udział metakaolinu waha się od 7% (6), do 20% (7) masy spojwa. Metakaolin zawiera reaktywną, amorficzną krzemionkę, która w obecności wody łączy się z wodorotlenkiem wapnia, tworząc uwodniony krzemian wapnia, czyli fazę C-S-H, co powoduje wzrost wytrzymałości spojwa na ściskanie (7). Z przeglądu literatury można jednak zauważyć, że dla tej samej zawartości metakaolinu różne prace wykazały różnice w wytrzymałości na ściskanie. Jest to związane z różnymi stosunkami wodno-cementowymi i zawartością  $\text{SiO}_2$  w cementie portlandzkim oraz w metakaolinie.

Korzystny dodatek metakaolinu poprawia strukturę porowatości i właściwości mechaniczne, ale doświadczenie w stosowaniu metakaolinu pokazuje, że uzyskanie dobrego betonu wymaga stosowania superplastyfikatorów. Ponadto, konsystencja mieszanki jest bardziej sztywna, ponieważ po dodaniu metakaolinu staje się ona bardziej zwarty. Dlatego układanie i zagęszczanie betonu zawierającego metakaolin, musi odbywać się jak najszybciej.

Celem niniejszej pracy było zbadanie wpływu dodatku metakaolinu na strukturę porowatości w betonie i jego odporność korozyjną w warunkach środowiska morskiego. Badania przeprowadzono na płytach żelbetowych, o wymiarach 1200 mm × 1200 mm ×

## 1. Introduction

The quality of concrete plays an important role in ensuring the performance of the reinforced concrete structure throughout its service life. Structures that operate in extremely corrosive marine environments, such as bridges near the coastal area, docks of the ports, high-rise buildings near the coastal belt, etc., are constantly exposed to alternate wetting and drying action of seawater, which is the most favourable condition to promote corrosion in concrete in the marine environment. Such structures require high strength and durability, which in turn requires the use of high performance concrete rather than normal concrete (1). Durability and high strength go hand in hand as high-strength concrete has less porosity, leading to lower permeability, and permeability can be taken as a measure of durability (2).

The use of supplementary cementitious materials [SCM] as partial replacement of cement can help the concrete to achieve high performance characteristics by increasing its durability. Metakaolin, being produced from natural kaolin clay rather than as a by-product of industrial products, can ensure meeting this demand. Metakaolin possesses both pozzolanic and micro filler characteristics (3), and as such has a significant impact on the evolution of the pore structure of concrete (4). Due to these characteristics, the addition of metakaolin makes the concrete more impermeable.

From the comprehensive study of the major dependent factors that affect the mechanical properties of a metakaolin incorporated concrete as a partial replacement of cement performed by the authors (5) are age of concrete, admixture percentage and water to binder ratio. The optimum dosage of metakaolin varies significantly with its chemical composition. Various researches show a notable variation in the optimum percentage of metakaolin with the variation in the  $\text{SiO}_2$  and  $\text{CaO}$  content present in metakaolin. Usually, the optimum percentage of metakaolin varies from 7% (6) to 20% (7) by total mass of the binder. Metakaolin contains amorphous reactive silica, which in the presence of water combines with calcium hydroxide to form calcium silicate hydrate [C-S-H] which explains the increase in compressive strength (7). From the literature survey, it is notable, however, that for the same dosage of metakaolin addition different works showed a variation in compressive strength. This is related to the varying water-to-cement ratios and  $\text{SiO}_2$  content in OPC and metakaolin.

The optimum addition of metakaolin improves the pore structure and mechanical properties, but the in-hand experience of metakaolin shows that it requires superplasticizers to ensure that the concrete has an adequate slump. Furthermore, the compaction of concrete becomes more challenging as the concrete gets tighter with the addition of metakaolin. Hence, the placing and compaction of metakaolin concrete have to be done without any delay.

The aim of this study was to investigate the influence of metakaolin addition on the pore structure of concrete and its corrosion resistance in marine environment conditions. The research was performed on the reinforced concrete slab specimens of size

110 mm, wykonanych z betonu klasy M60 wg. IS 456 (8), co odpowiada C50/60 wg. EN 1992-1-1. Zostały one poddane wpływowi bardzo surowych warunków środowiska, zgodnie z IS 456 (8), symulujących cykliczne nawilżanie i suszenie próbek za pomocą okresowego spryskiwania wodą morską pod ciśnieniem. Skład mieszanek był zgodny z normą IS 10262 (10), w której kruszywo drobne przypadało w strefie II, a grube miało uziarnienie mniejsze od 20 mm, zgodnie z normą IS 383 (11). Zastosowano cement klasy OPC 53 wg. IS 269 (12), co odpowiada CEM I 52,5 zgodnie z EN 197-1 (13). Metakaolin był zgodny z normą IS 16354 (14), natomiast zastosowany superplastyfikator to eter polikarboksylowy, zgodny z IS 9103 (15).

W pierwszej kolejności przeprowadzono badanie wytrzymałości betonu na ściskanie, zgodnie z normą IS 516 (16), aby znaleźć odpowiedni dodatek metakaoliny jako częściowego zamiennika cementu portlandzkiego. Strukturę porów betonu metakaolinowego badano za pomocą metody Rapid Chloride Penetration Test [RCPT], zgodnie z ASTM C1202 (17), a nasiąkliwość zgodnie z normą DIN 1048 [część 5] (18).

Zbadano szybkość korozji i rezystywność betonu z podanych mieszanek. Badania przeprowadzono przy użyciu aparatury Giatec iCOR® NDT, która jest oparta na technice CERPA. Choć impedancja niskoczęstotliwościowa jest często używana do analizy szybkości korozji prętów zbrojeniowych, biorąc pod uwagę praktyczne zastosowanie w terenie, jest czasochłonna i ma duży poziom zakłóceń. CEPRA [Connectionless Electrical Pulse Response Analysis] jest metodą, która eliminuje ten problem, przepuszczając prąd AC/DC lub napięcie krokowe przez beton i jednocześnie rejestrując napięcie układu. Wykorzystując to zarejestrowane napięcie i przyłożony prąd, wyznacza się szybkość korozji prętów zbrojeniowych w betonie (19).

Wytrzymałość na odrywanie próbek badano metodą pull-off zgodnie z ASTM C1583 (20). Nośność próbki płytowej, poddanej cyklicznemu nawilżaniu i suszeniu wodą morską w różnym wieku, określono za pomocą próby obciążeniowej, przeprowadzonej na ramie obciążeniowej, zgodnie z zaleceniami normy IS 456 (8). Badano utratę wytrzymałości na odrywanie i nośność próbek w środowisku korozyjnym, w zależności od szybkości reakcji jonów zawartych w wodzie morskiej.

Artykuł podsumowuje propozycję wzorów do oszacowania właściwości betonów metakaolinowych, uzyskanych na podstawie wyników doświadczeń, przeprowadzonych metodą Taguchiego. Metoda Taguchiego jest narzędziem matematycznym, służącym do formułowania zależności między zależnymi od siebie parametrami, co pozwala ograniczyć liczbę przeprowadzanych doświadczeń. Wykorzystanie metody Taguchiego w doświadczeniach pozwala przewidzieć wynik dla wybranych parametrów. Przy pomocy tej metody możliwa jest także optymalizacja wyników (21).

1200 mm × 1200 mm × 110 mm made of M60 grade of high performance concrete as per IS 456 (8), equivalent to C50/60 as per EN 1992-1-1 (9), which were subjected to very severe environmental exposure conditions as per IS 456 (8), by simulating WDA with help of pressurized spraying of seawater periodically. The mix design was done as per IS 10262 (10), where the fine aggregates confine to zone II and coarse aggregates of size less than 20 mm as per IS 383 (11), OPC 53 grade cement confining to IS 269 (12), equivalent of CEM I 52.5 as per EN 197-1 (13), metakaolin confining to IS 16354 (14), a poly carboxylic ether based superplasticizer confining to IS 9103 (15) were used.

First, the compressive strength of concrete confining to IS 516 (16) was carried out to find the optimum addition of metakaolin by partial cement replacement. The pore structure of metakaolin concrete was analysed using Rapid Chloride Penetration Test [RCPT] confining to ASTM C1202 (17) and water permeability test as per DIN 1048 part-5 (18).

The corrosion rate and concrete resistivity of these specimens were analysed. The investigation was performed using the Giatec iCOR® NDT equipment which is based on the CERPA technique. Even though low-frequency impedance is often used to analyse the corrosion rate of rebars, on consideration of the practical application in field, it is time-consuming and noise interruption is high. CEPRA [Connectionless Electrical Pulse Response Analysis] is a method which eliminates this issue by passing narrow AC/ DC current or step voltage into the concrete and simultaneously recording the voltage of the system. Using this recorded voltage and applied current, the corrosion rate of rebars within the concrete is identified (19).

Bond strength and covercrete strength of the specimens were tested using the pull-off test method confining to ASTM C1583 (20). The load-bearing capacity of the slab specimen subjected to periodic wetting and drying action of seawater at different ages was determined with the help of a load test carried out on a loading frame following recommendations of IS 456 (8). The loss in covercrete strength and the load-bearing capacity of the metakaolin concrete samples in corrosive environment could be observed as dependent on the rate of deterioration action by the ions present in the sea water.

The paper is concluded with a proposal of the formulas to estimate the properties of metakaolin high performance concrete derived from the results of the experiments with the use of the Taguchi method. The Taguchi method is a very robust mathematical tool, used to formulate relationships between dependent parameters, which allows to limit the number of performed experiments. Using the Taguchi method in an experiment helps to predict the response characteristics for selected factors. The result optimization is easily possible with the help of this method (21).

## 2. Badania doświadczalne

### 2.1. Materiały

Badania doświadczalne dotyczyły oznaczenia właściwości betonu metakaolinowego. Ich celem było określenie zawartości metakaolenu jako substytutu cementu portlandzkiego, dla którego uzyskano najkorzystniejsze właściwości z uwagi na trwałość betonu w warunkach oddziaływania wody morskiej. W tablicy 1 przedstawiono stosowane w badaniach zawartości cementu portlandzkiego i metakaolenu w spoiwie. W tablicy 2 natomiast podano skład chemiczny metakaolenu stosowanego w badaniach.

### 2.2. Przygotowanie próbek

Badania rozpoczęto od określenia optymalnej zawartości metakaolenu w spoiwie. Optymalizacji zawartości metakaolenu dokonano na podstawie 28-dniowej wytrzymałości betonu na ściskanie. Do optymalizacji wykorzystano po trzy próbki sześciennie o wymiarach 150 mm × 150 mm × 150 mm, wykonane dla każdej zawartości metakaolenu, tj. dla MK-5, MK-10, MK-15 i MK-20.

Zasadniczy plan badań doświadczalnych obejmował uzyskanie łącznie 12 betonowych próbek płytowych z betonów MK-5, MK-10 i MK-15, które dojrzewały przez: 28, 90, 180 i 365 dni, w środowisku wody morskiej. Rysunek 1a przedstawia betonowe próbki płytowe. Wszystkie próbki miały wymiary 1200 mm × 1200 mm × 110 mm. Szczegóły próbek płytowych, do których zaliczano geometrię i zbrojenie, pokazano na rysunku 1b.

Płyty poddano 28-dniowej pielęgnacji w wodzie. Próbki MK-5, MK-10 i MK-15, poddano 90, 180 i 365 dniom ekspozycji w wodzie morskiej, w celu symulacji bardzo trudnych warunków środowiskowych. Stężenie jonów w próbce wody morskiej podano w tablicy 3.

Do zbadania struktury porowatości w betonie wykonano cylindryczne próbki o średnicy 100 mm i wysokości 50 mm. Łącznie wykonano 36 próbek, po 3 próbki dla mieszank betonowych MK-5, MK-10 i MK-15 dla czasu ekspozycji 28, 90, 180 i 365 dni.

Tablica 1 / Table 1

ZAWARTOŚCI METAKAOLINU I CEMENTU W MIESZANKACH BETONOWYCH

METAKAOLIN CONTENTS IN THE CONCRETE MIX COMPOSITION

Materiał / Material	Masowy udział cementu i metakaolenu w spoiwie, % / OPC and MK blend, % by mass				
	MK-0	MK-5	MK-10	MK-15	MK-20
Cement / OPC	100	95	90	85	80
Metakaolin	0	5	10	15	20

Tablica 2 / Table 2

SKŁAD CHEMICZNY METAKAOLINU

CHEMICAL COMPOSITION OF METAKAOLIN

Składnik / Compound	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	L.O.I	TiO <sub>2</sub>
Zawartość / Content, %	0.62	49.00	34.50	0.50	0.14	0.54	0.14	15.33	Ślady / Traces

## 2. Experimental studies

### 2.1. Materials

The experimental study involved a performance study on the metakaolin concrete. The aim of the research program was to indicate the metakaolin content as a replacement of Portland cement for which the most advantageous characteristic are obtained regarding durability of concrete in marine environment. Table 1 shows the percentage variations in ordinary Portland cement [OPC] and metakaolin blend considered for the study. Table 2 shows the chemical properties of the metakaolin used for the study.

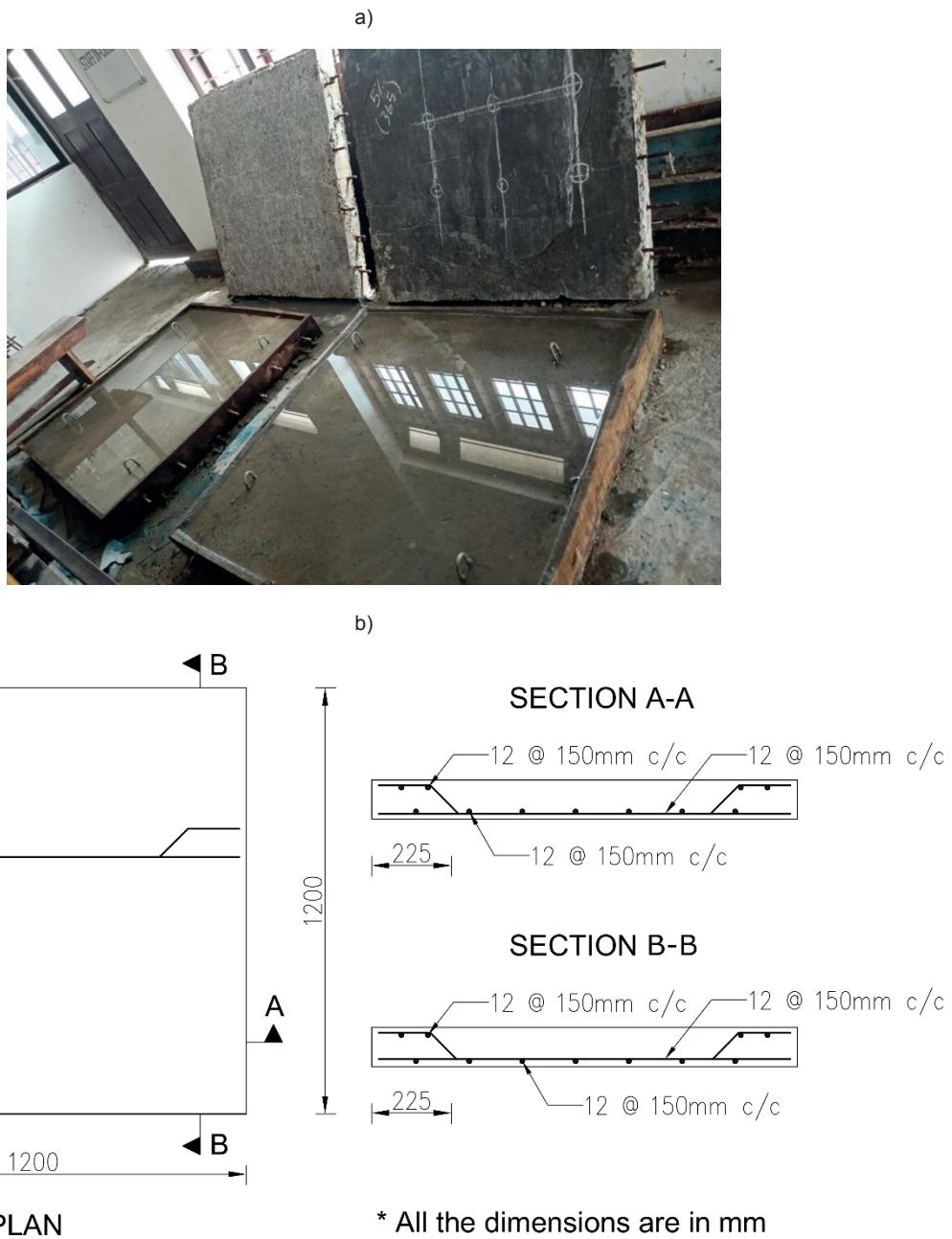
### 2.2. Preparation of samples

The research program begun with indication of the optimum dosage of metakaolin in the binder. The optimization of the metakaolin content was done based on the 28-day compressive strength of concrete. Three cube specimens of dimension 150 mm × 150 mm × 150 mm cast for each variation in the metakaolin content i.e., MK-5, MK-10, MK-15, and MK-20, were used for the optimization study.

The experimental setup of the main research program covered casting of altogether 12 slab specimens corresponding to 28 days, 90 days, 180 days, and 365 days of exposure to seawater environment for MK-5, MK-10, and MK-15 concretes. Figure 1a shows the cast slab specimens. All the slab specimens were cast with the dimension of 1200 mm × 1200 mm × 110 mm. Detailing of the slab specimens is shown in Figure 1b.

The slabs were subjected to 28-day water curing by the ponding method. The specimens MK-5, MK-10 and MK-15 corresponding to 90, 180, and 365 days of exposure were subjected to seawater curing to simulate very severe environmental exposure conditions. The concentration of ions in seawater samples is shown in Table 3.

For the study of the pore structure of concrete, cylinder specimens of the dimensions 100 mm dia. and 50 mm height were cast. A total of 36 specimens were cast, 3 specimens each for MK-5, MK-10 and MK-15 for a period of 28, 90, 180, and 365 days of exposure.



Rys. 1. Badane próbki płytowe: (a) próbka wykonana w laboratorium; (b) szczegóły geometrii i zbrojenia

Fig. 1. Tested slab specimens: (a) specimen cast in the laboratory; (b) details of geometry and reinforcement

Dodatkowo wykonano próbki sześciennne o wymiarach 150 mm × 150 mm × 150 mm do badań nasiąkliwości dla 28 i 90 dni ekspozycji. Łącznie wykonano 18 próbek odpowiednio dla betonów MK-5, MK-10 i MK-15.

### 2.3. Metody badań

Szybkość korozji i rezystywność elektryczną betonu w próbkach płytowych, odpowiadających 90, 180 i 365 dniom ekspozycji, określono za pomocą badania nieniszczącego iCOR®. Rysunek 2 pokazuje linie siatki do badania korozji, tuż nad pretami zbrojeniowymi. Na płycie zaznaczono siatkę o rozstawie 300 mm, wyznaczając punkty umieszczenia urządzenia iCOR®.

Próbki płytowe były nasączane w wodzie przed badaniem właściwej przewodności elektrycznej. Wysyłane impulsy elektrycz-

Tablica 3 / Table 3

### STĘŻENIE JONÓW W PRÓBKACH WODY MORSKIEJ

### ION CONCENTRATION IN SEAWATER SAMPLES

Nr próbki S. No.	Składnik / Compound	Stężenie / Concentration, mg/l
1	Chlorki / Chloride	22493
2	Siarczany / Sulphate	2500
3	Fluorki / Fluoride	1.04

Cube specimens of the dimensions 150 mm × 150 mm × 150 mm were also cast for water permeability tests for a period of 28 and 90 days of exposure. A total of 18 specimens corresponding to MK-5, MK-10, and MK-15 concrete were cast.



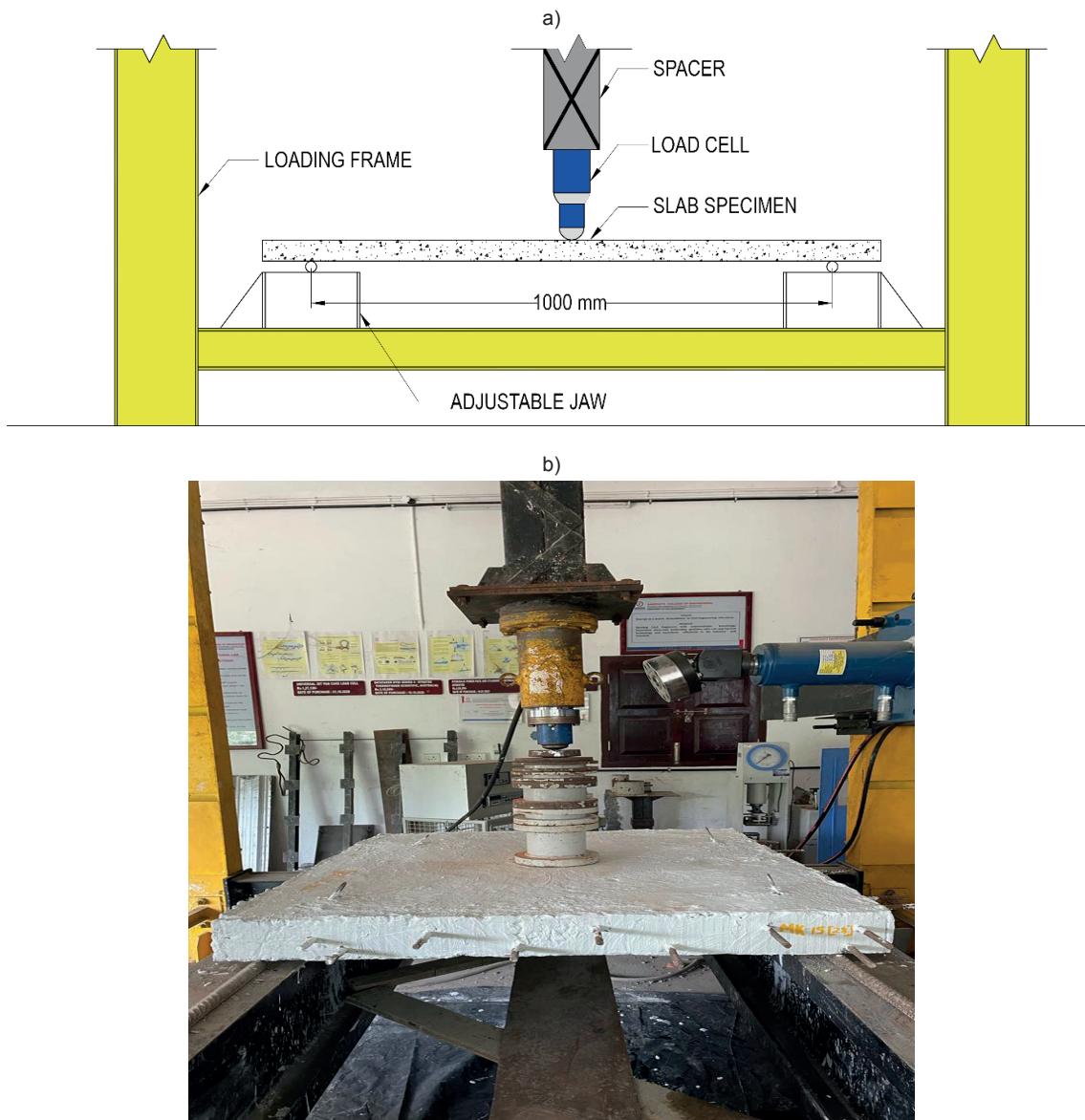
Rys. 2. Siatka do pomiarów szybkości korozji i rezystywności, na próbkach płytowych, za pomocą techniki iCOR®.

Fig. 2. The gridline setup for measurements of corrosion rate and resistivity of reinforcement in slab specimens with iCOR® equipment.

### 2.3. Methodology of testing

The corrosion rate and electrical resistivity of concrete in the slab specimens corresponding to 90, 180 and 365 days of exposure were done using iCOR® non-destructive test. Figure 2 shows the grid lines for testing the corrosion just above reinforcement bars. Grid of 300 mm spacing were marked on the slab for the placing points of iCOR® equipment.

The slab specimens were soaked in water prior to the testing for proper conductivity of the electrical current. The transmitted current impulse struck on the rebar were collected back by the instrument to analyse the corrosion and resistivity by connectionless electrical pulse response analysis [CEPRA] technique.



Rys. 3. Stanowisko badawcze w próbie obciążeniowej: (a) schemat stanowiska badawczego; (b) próbka podczas badania.

Fig. 3. Load test setup: (a) scheme of the test-stand; (b) sample during testing.

ne uderzając w preł zbrojeniowy były odbijane z powrotem do urządzenia, które umożliwiało analizę korozji i rezystywności za pomocą techniki tzw. bezprzewodowej analizy odpowiedzi impulsu elektrycznego – ang. *connectionless electrical pulse response analysis*, CEPRA.

Obciążenie próbek płytowych wykonano w ramie obciążającej. Płyty ustawiiono w schemacie swobodnego podparcia, jak to pokazano na rys. 3, a do środka płyty przyłożono punktowe obciążenie, z przyrostem tego obciążenia wynoszącym 0,5 kN/s. Ugięcie mierzone czujnikiem zegarowym, umieszczonym na dolnej powierzchni płyty. Rysunek 3 przedstawia stanowisko badawcze.

Wytrzymałość na odrywanie próbek płytowych z betonu, dla różnych poziomów degradacji, spowodowanej po 28, 90, 180 i 365 dniach ekspozycji, badano za pomocą metody pull-off. W płycie wykonano odwerty inspekcyjne za pomocą otwornicy z diamentowym wiertłem. Powierzchnia betonu została oczyszczona acetatem, aby żywica epoksydowa dobrze związała się z betonem. Do tak przygotowanej powierzchni przyklejano następnie dysk. Po 24-godzinnym okresie twardnienia żywicy, przeprowadzono próbę odrywania metodą pull-off, za pomocą urządzenia hydraulicznego.

Strukturę porowatości betonu metakaolinowego badano za pomocą metody Rapid Chloride Penetration [RCPT] i badania przepuszczalności. Szybkość przepływu ładunku przez próbkę określono za pomocą urządzenia RCPT. Zestaw badawczy RCPT obejmował dwie komory, przyłączone na przeciwnieległych końcach próbki, z jedną komorą wypełnioną 2,4 M roztworem NaCl, a drugą komorą z 0,3 M roztworem NaOH. Ta konfiguracja była połączona z urządzeniem RCPT za pomocą kabli. Napięcie w urządzeniu utrzymywano na stałym poziomie 60 V. Szybkość przepływu jonów chloru przez próbkę w mA mierzono co 30 minut, przez całkowity czas 6 godzin. Tak zmierzone wartości wykorzystano następnie do obliczenia całkowitego, przeniesionego ładunku / w C.

### 3. Wyniki i dyskusja

#### 3.1. Wytrzymałość na ściskanie

Wyniki uzyskane dla 28-dniowej wytrzymałości na ściskanie – wartości uśrednione, przedstawiono w tablicy 4.

Tablica 4 / Table 4

#### WYNIKI BADAŃ WYTRZYMAŁOŚCI NA ŚCISKANIE

#### COMPRESSIVE STRENGTH TEST RESULTS

Zawartość metakaolinu w spoiwie Cement replacement level, %	Średnia wytrzymałość na ściskanie, po 28 dniach Average 28-day compressive strength, MPa
0%	37.7
5%	41.2
10%	49.4
15%	68.0
20%	58.2

The load test of the slab specimens was done in a loading frame. The slabs were set up in a simply supported condition and a concentrated load was applied to the centre of the slab with a load increment of 0.5 kN/sec and deflection was measured from dial gauge at bottom face. Figure 3 shows the experimental setup for the testing of the specimens.

The bond strength of concrete of the slab specimens for various levels of deterioration caused at 28, 90, 180, and 365 days of exposure were studied using the pull-off test. A look was made into the slab by means of a diamond core drill bit. The concrete surface was cleaned with acetone so that epoxy can bond well with concrete. The disk was stick to the prepared surface. After an epoxy curing period of 24 hours, the pull-off test was carried out with the help of the hydraulic pull-off equipment.

The pore structure of high performance metakaolin concrete was studied with the Rapid Chloride Penetration Test [RCPT] and water permeability test. The rate of charge passed through the specimen was found with the RCPT apparatus. The RCPT test setup included two chambers connected on the opposite ends of the specimen, with one chamber filled with the concentration of 2.4 M of NaCl solution and the other chamber with 0.3 M NaOH solution. This set-up was connected to the RCPT apparatus via plugin cables. The voltage of the apparatus was kept constant at 60V. The rate of chloride ion passing through the specimen was given in mA, taken at every 30 minutes interval for a total duration of 6 hours. These measured values were then used to compute the total charge passed in C.

### 3. Results and discussion

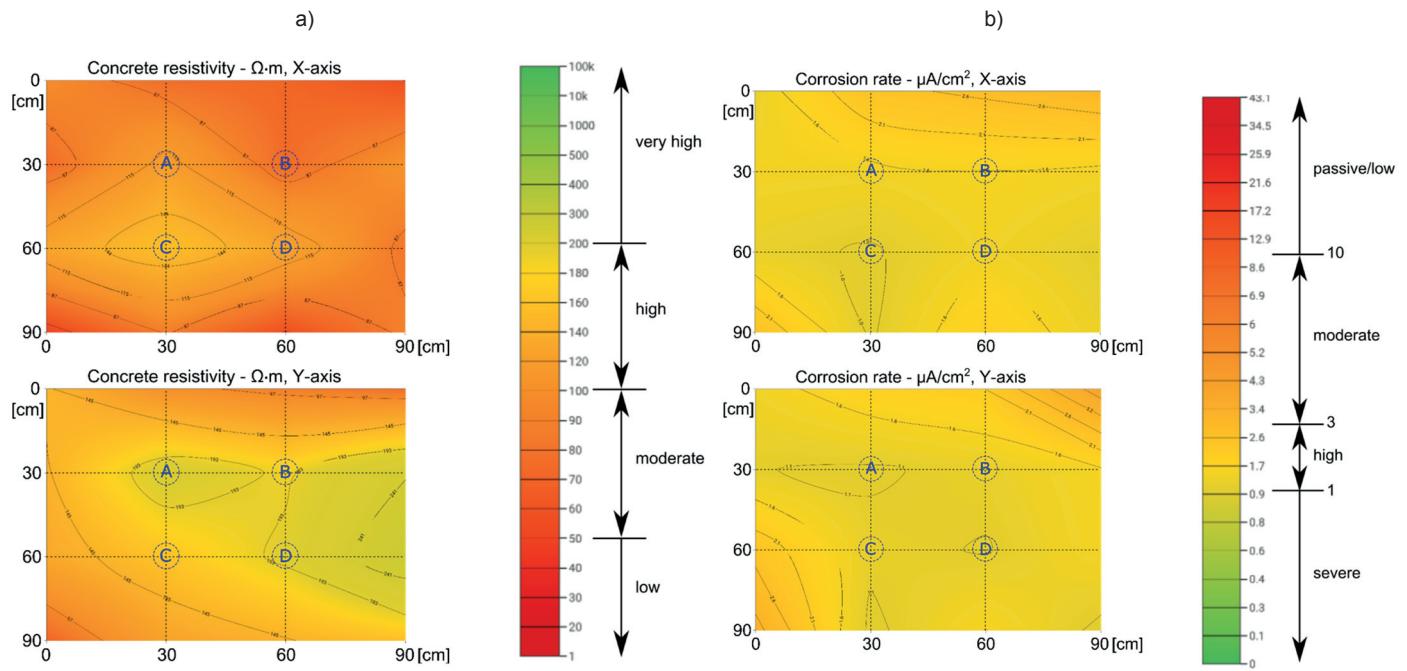
#### 3.1. Compressive strength

The results obtained for 28-day compressive strength – averaged values are shown in Table 4.

From the results, it is understood that the compressive strength of HPC increases with the percentage addition of metakaolin up to the optimum dosage. MK-15 showed the maximum compressive strength with 68.0 MPa and further addition of metakaolin showed a considerable decrease in the compressive strength for MK-20 with 58.2 MPa due to the excesses replacement of cement which reduced C-S-H formation. Therefore, the MK-15 mix was chosen as an optimum one from the point of view of strength. MK-20 concrete mix was excluded from further testing.

#### 3.2. Corrosion study

The concrete resistivity and corrosion rate contour plots for an example of MK-15 180d specimen are shown in Fig. 4. The peak corrosion rate values and the least concrete resistivity values for all the slab specimens were collectively presented in Table 6 and in Fig. 6. Centre points in the slab, marked as A, B, C and D in Fig. 5, were chosen for averaging which provide the most reliable results; the points near the edges are influenced by side face exposure and



Rys. 4. (a) rezystywność betonu (b) szybkość korozji zbrojenia próbek płytowych z betonu MK-15, po 180 dniach ekspozycji w wodzie morskiej  
Fig. 4. (a) Concrete resistivity (b) Corrosion rate of reinforcement in slab specimens of MK-15 concrete after 180 days of exposure to seawater

Analizując wyniki można podać, że wytrzymałość betonu na ściskanie wzrasta wraz z zawartością metakaolinu, aż do osiągnięcia jego optymalnej zawartości. Beton MK-15 uzyskał maksymalną wytrzymałość na ściskanie 68,0 MPa, a dalsze zwiększenie zawartości metakaolinu spowodowało znaczny spadek tej wytrzymałości, w przypadku MK-20, do 58,2 MPa. Bowiem zastąpienie dużej ilości cementu portlandzkiego metakaolinem spowodowało zmniejszenie udziału fazy C-S-H. Dlatego jako najlepszą, ze względu na wytrzymałość, wybrano mieszankę MK-15. Z dalszych badań usunięto także mieszankę betonową MK-20.

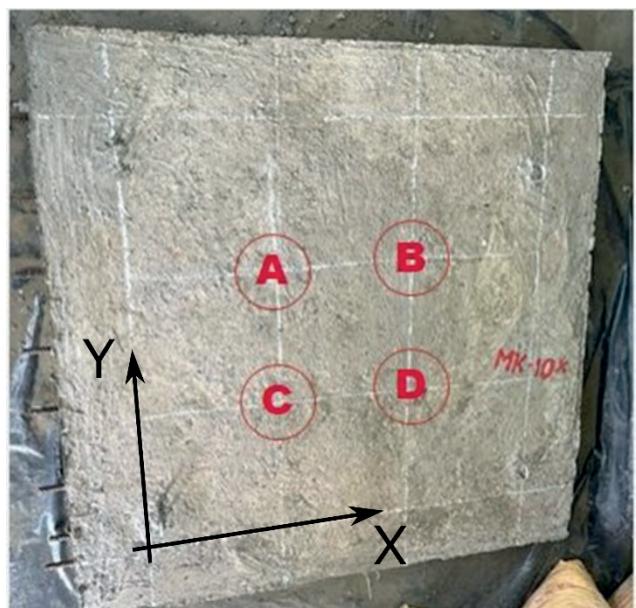
### 3.2. Badanie korozji

Rysunek 4 przedstawia mapy rozkładu szybkości korozji oraz rezystywności betonu na przykładzie próbki MK-15 po 180 dniach. Wartości maksymalnej szybkości korozji i najmniejszej rezystywności betonu dla wszystkich próbek płytowych przedstawione natomiast zbiorczo w tablicy 5 i na rys. 6. Do uśrednienia wybrano punkty środkowe płyt, oznaczone jako odpowiednio A, B, C i D na rys. 5, które dają najbardziej wiarygodne wyniki; na punkty w pobliżu krawędzi ma wpływ ekspozycja powierzchni bocznej i mocowanie prętów zbrojeniowych. Pomiary przeprowadzono w kierunku wzduż i w poprzek płyty, co oznaczono jako kierunki X i Y [por. rys. 5].

Można stwierdzić, że dla wszystkich trzech mieszanek betonowych szybkość korozji wzrosła wraz z postępującym czasem ekspozycji w wodzie morskiej. Należy również podkreślić, że szybkość korozji ogólnie mała wraz ze wzrostem zawartości metakaolinu. Szybkość korozji zmierzona w próbkach wykonanych z betonu MK-10 była około 1,5 razy mniejsza niż w próbkach z betonu MK-5, natomiast w przypadku próbek wykonanych z betonu MK-15 była około 3-krotnie mniejsza.

hooking rebars. Measurements were performed along and across the slab, which directions were marked as X and Y [see Fig. 5].

It can be noted that the corrosion rate was increasing with the progressing time of exposure to seawater for all three concrete mixes. It should be also emphasised that the corrosion rate was in general getting slower with the increasing content of metakaolin: the corrosion rate measured in the specimens made of MK-10 concrete was about 1.5 times slower than the rate measured in the samples made of MK-5 concrete, while in case of the samples made of MK-15 it was about 3 times slower.



Rys. 5. Punkty pokazanych danych iCOR® w próbках płytowych  
Fig. 5. Points of iCOR® data interpretation in slab specimens

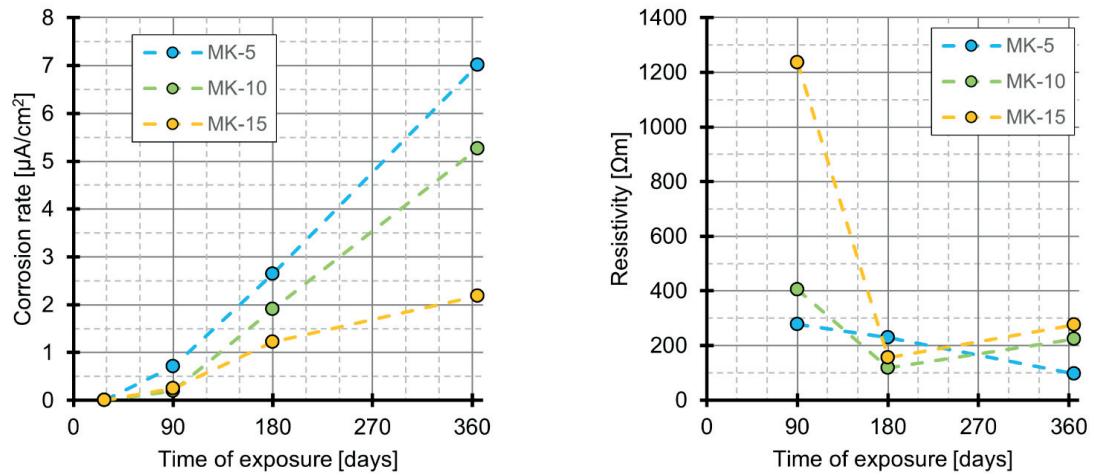
Tablica 5 / Table 5

SZYBKOŚĆ KOROZJI –  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  I REZYSTYWNOŚĆ –  $\Omega \cdot \text{m}$ , PRÓBEK PŁYTOWYCHCORROSION RATE –  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ , AND RESISTIVITY -  $\Omega \cdot \text{m}$ , IN SLAB SPECIMENS

Nr próbki / S. No.		1		2		3		
Próbka / Specimen		MK-5		MK-10		MK-15		
Właściwość / Property		Szybkość korozji Corrosion rate	Rezystywność Resistivity	Szybkość korozji Corrosion rate	Rezystywność Resistivity	Szybkość korozji Corrosion rate	Rezystywność Resistivity	
90 dni / days	X	A	0.76	422	0.07	684	0.01	1796
		B	0.36	114	0.32	309	0.05	555
		C	0.34	520	0.01	739	0.01	2261
		D	0.17	89	0.42	143	0.02	2395
	Y	A	0.30	314	0.25	185	0.18	499
		B	2.33	76	0.43	324	0.47	53
		C	0.17	585	0	280	0.16	2151
		D	1.24	102	0.12	577	1.09	175
	Śr. / Avg.		<b>0.71</b>	<b>278</b>	<b>0.20</b>	<b>405</b>	<b>0.25</b>	<b>1235</b>
180 dni / days	X	A	0.79	437	1.48	96	1.43	122
		B	6.79	14	1.07	104	1.00	159
		C	1.28	353	1.48	17	1.56	76
		D	1.17	282	1.14	98	1.41	129
	Y	A	2.00	207	0.64	164	1.00	213
		B	5.93	66	6.94	168	1.16	163
		C	1.56	333	1.49	131	1.18	188
		D	1.57	140	1.00	154	1.03	199
	Śr. / Avg.		<b>2.64</b>	<b>229</b>	<b>1.91</b>	<b>117</b>	<b>1.22</b>	<b>156</b>
365 dni / days	X	A	5.62	121	4.64	235	2.65	275
		B	7.45	56	5.48	185	1.95	356
		C	6.28	85	5.25	213	2.45	258
		D	7.82	89	6.28	189	2.36	251
	Y	A	6.25	124	4.36	190	1.28	185
		B	7.85	125	5.23	235	2.12	356
		C	8.52	86	4.28	301	1.89	251
		D	6.25	89	6.52	232	2.74	275
	Śr. / Avg.		<b>7.01</b>	<b>97</b>	<b>5.26</b>	<b>223</b>	<b>2.18</b>	<b>276</b>

Rezystywność, w przypadku próbek wykonanych z betonu MK-5 wraz z postępującym czasem ekspozycji, wykazała tendencję spadkową. Ze wzrostem zawartości metakaolinu rezystywność początkowa – zmierzona po 90 dniach ekspozycji, była większa i zmniejszała się wraz z tym czasem, do 180 dni. Spadek był większy w przypadku próbek wykonanych z betonu o większej zawartości metakaolinu. Po 180 dniach nastąpił prawie dwukrotny wzrost oporności, najprawdopodobniej w wyniku dalszego powstawania żelu C-S-H, zmieniającego mikrostrukturę porów, a tym samym rezystywność betonu. Rezystywność zmierzona po 365 dniach ekspozycji w próbkach wykonanych z betonu MK-10 i MK-15 była większa niż dla próbek wykonanych z betonu MK-5.

Regarding the resistivity, in case of the samples made of the MK-5 concrete there was a decreasing tendency with the progressing time of exposure. With an increase in the metakaolin content the initial resistivity, measured after 90 days of exposure, was higher and it decreased with the increase in the exposure time to 180 days. The decrease was more considerable for the samples made of the concrete with higher metakaolin content. After 180 days there was an almost doubled increase in the resistivity, most probably due to the further formation of C-S-H gel which improved porosity, and thus resistivity of concrete. The resistivity measured after 365 days of exposure in the samples made of MK-10 and MK-15 concrete was higher than the resistivity of samples made of MK-5 concrete.



Rys. 6. Szybkość korozji i rezystywność próbek płytowych, wykonanych z betonu wysokowartościowego, z różną zawartością metakaolinu, wraz ze wzrostem czasu ekspozycji w wodzie morskiej

Fig. 6. Corrosion rate and resistivity of slab samples made of HPC with different dosages of metakaolin with an increasing time of exposure to seawater

### 3.3. Badanie obciążenia na próbkach poddanych działaniu wody morskiej

Próbę obciążenia płyt przeprowadzono w przygotowanej ramie. Badano wytrzymałość płyt w fazie przed korozją oraz w tej fazie. Obciążenie, przy którym w płytach pojawiła się pierwsza rysa oraz odnotowane dla tego obciążenia ugięcie w środku i w pobliżu podpór, podano w tablicy 6. Wykresy ugięcia odpowiadające pierwszemu zarysowaniu w środku i przy podporach dla wszystkich próbek przedstawiono na rys. 7. W tablicy 6 podano również siłę obciążenia niszczącego, które spowodowało zniszczenie płyt, oraz ugięcie w środku płyty przy tym obciążeniu.

Z wykresu obciążenie–ugięcie wynika, że odkształcenie było największe w płytach po 28 dniach ekspozycji, a wielkość ta malała wraz ze wzrostem czasu ekspozycji w wodzie morskiej. Wiąże się

### 3.3. Load test on seawater exposed specimens

The load test for the slab specimens was performed in the loading frame. The strength of the slab at the pre-corrosion stage and during the corrosive stage were studied. The load at which the initial crack occurred for the slab specimens and the deflection noted for that load in the centre and near the supports are shown in Table 6. The combined diagrams for deflection corresponding to initial crack formation at the centre and at the supports for all the specimens are shown in Fig. 7. Table 6 contains also the value of the ultimate load – the value of the force which caused fracture of the slabs – and the value of the deflection in the centre of the slab at the ultimate load.

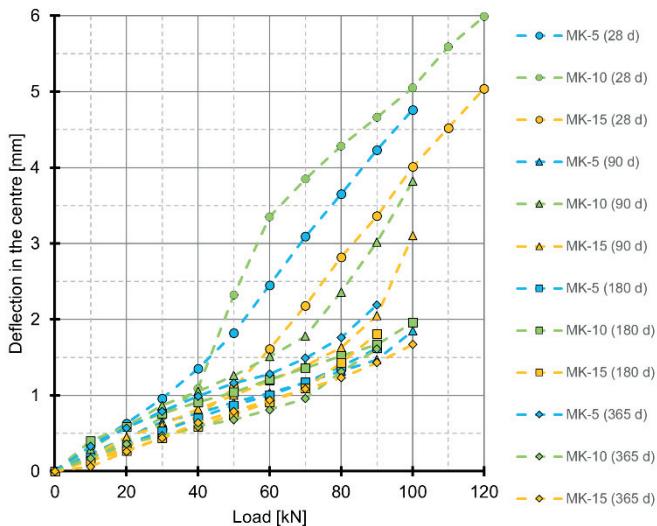
From the load–deflection graph it is observed that deflection of the slab is the highest for specimens after 28 days of exposure and

Tablica 6 / Table 6

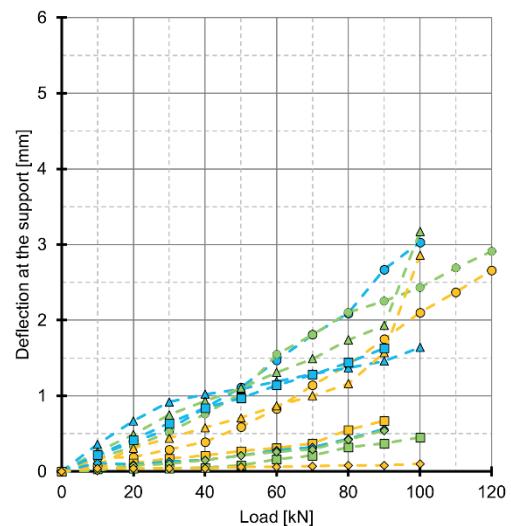
ZALEŻNOŚĆ OBCIĄŻENIE–UGIĘCIE PRÓBEK PŁYTOWYCH  
LOAD V/S DEFLECTION RELATIONSHIP OF SLAB SPECIMENS

Próbka / Specimen		Siła rysująca Cracking force at first crack, kN near support	Ugięcie w mm, w chwili pojawienia się pierwszej rysy Deflection in mm at the moment of the first crack occurrence		Obciążenie niszczące Ultimate load, kN
			in the centre	near supports	
28 dni / days	MK-5	108.97	3.01	5.25	233.40
	MK-10	120.85	2.90	6.01	259.88
	MK-15	121.60	2.67	5.11	280.47
90 dni / days	MK-5	100.66	1.70	1.95	239.80
	MK-10	102.16	3.23	3.96	265.48
	MK-15	103.99	2.94	3.32	279.56
180 dni / days	MK-5	95.96	1.78	1.84	230.09
	MK-10	110.85	0.58	1.97	243.29
	MK-15	96.14	0.79	2.10	242.31
365 dni / days	MK-5	98.10	0.66	2.56	230.35
	MK-10	96.14	0.67	1.81	235.44
	MK-15	109.87	0.24	2.04	242.31

a)



b)



Rys. 7. Zależność obciążenie–ugięcie płyt, a) w środku; b) przy podporze.

Fig. 7. Load v/s deflection in the slab specimens: (a) in the centre; (b) near supports.

to z dalszym powstawaniem żelu C-S-H w wyniku reakcji z metakaolinem, co staje się wyraźniejsze wraz ze wzrostem zawartości metakaolinu. W płycie wykonanej z betonu MK-15, po 365 dniach ekspozycji stwierdzono najmniejsze ugięcie w środku i przy podporze. Płyty poddane działaniu wody morskiej, które wykazały najmniejsze ugięcie, mają rozsądne obciążenie rysujące w porównaniu z próbami nie poddanymi temu działaniu. Z krzywych na wykresach wynika również, że próbka MK-15 ma najmniejsze ugięcie, w porównaniu z próbami MK-5 i MK-10, w odpowiednich okresach ekspozycji.

Przebiegi zarysowań, powstałe we wszystkich badanych próbkach płyt, pokazano na rys. 8. Większość próbek wykazała podobny obraz, z rysami rozciągającymi się równolegle do podpory, z wyjątkiem MK-10 28d, w którym pęknięcia przebiegały w stronę podpory. Żadna z próbek nie wykazała odprysków betonu, nawet po zarysowaniu.

### 3.4. Badanie wytrzymałości na odrywanie metodą „pull-off”

Degradację betonu, na skutek poddania ekspozycji na działanie wody morskiej, można stwierdzić śledząc zmiany wytrzymałości próbek na odrywanie w czasie tej ekspozycji. Tablica 7 przedstawia wyniki odrywania metodą „pull-off”. Próbka 28-dniowa nie była poddawana działaniu wody morskiej i służyła jako referencyjna. Spadek wytrzymałości na odrywanie w próbkach poddanych działaniu wody morskiej jest wyraźnie widoczny i zwiększa się wraz z wydłużeniem czasu ekspozycji, a także ze wzrostem zawartości metakaolinu.

Można stwierdzić, że wytrzymałość betonu na odrywanie dla próbek nieskorodowanych oraz próbek, które nie są poddane działaniu wody morskiej, jest większa. Stwierdzono, że wytrzymałość betonu na odrywanie zmniejsza się wraz z wydłużeniem czasu nawilżania wodą morską. Jest to spowodowane niszcze-

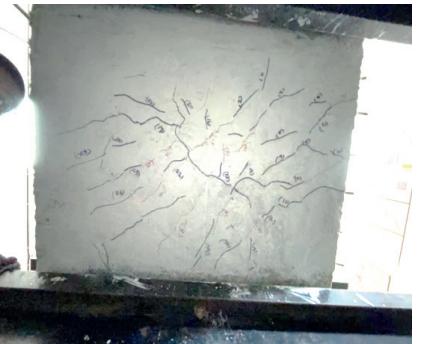
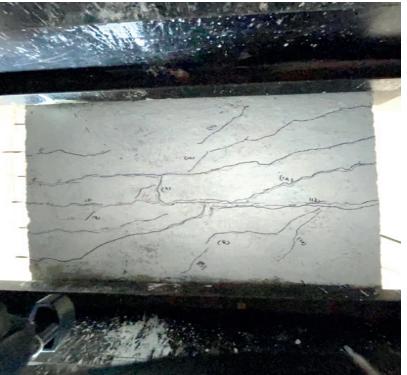
decreases with an increase in the seawater exposure time. This is connected with further formation of C-S-H gel in the reactions of metakaolin which is more pronounced with an increasing metakaolin content. MK-15 after 365 days has the least deflection in the centre and near the support. The deteriorated slabs with the least deflection have reasonable cracking loads compared to the specimens not exposed to the seawater. It is also observed from the graphs that the MK-15 sample has the least deflection compared to MK-5 and MK-10 samples of their respective age exposure period.

The cracking patterns formed in all the tested slab specimens are shown in Fig. 8. Most of the specimens showed a similar pattern with cracks spanning parallel to the support, with MK-10 28d being the only exception where the cracks propagated to the support. None of the specimens showed spalling of concrete even after the fracture.

### 3.2. Pull-off test

The deterioration of concrete due to the exposure to seawater can be observed with the covercrete strength pattern of specimens at various periods. Table 7 shows the results of the pull-off test. The “28-day” sample was not subjected to seawater spraying and served as a reference sample. The loss of bond strength in the samples subjected to seawater exposure is clearly visible, and it increases with the increase in the exposure time but also with an increase in the metakaolin content.

The covercrete strength of concrete for non-corroded specimens or specimens which are not subjected to seawater is seen to be higher. The covercrete strength of concrete is found to be decreasing as the duration of seawater spraying increases. This is due to the deterioration of concrete caused by seawater. For MK-5 specimens the covercrete strength decreased from 2.16 MPa for a non-corroded sample to 1.82 MPa - MK-5 90d, with a slight increase to 1.94 MPa, but after another 90 days of WDA the co-

	MK-5	MK-10	MK-15
28			
90			
180			
365			

Rys. 8. Zarysowania w płytach wykonanych z betonu z różną zawartością metakaolinu, po różnym czasie ekspozycji, poddanych działaniu wody morskiej  
Fig. 8. Crack patterns in slabs made of concrete with different metakaolin dosage and after different period of exposure to seawater conditions

Tablica 7 / Table 7

## WYNIKI BADANIA METODĄ „PULL-OFF”

## PULL-OFF TEST RESULTS

Czas ekspozycji Exposure time, days	28			90			180			365		
Próbka / Specimen	MK-5	MK-10	MK-15									
Wytrzymałość na odrywanie Pull-off strength, MPa	2.16	2.81	3.45	1.82	2.18	2.66	1.94	2.14	2.28	1.76	1.99	2.06
Strata przyczepności Bond strength percentage loss, %	-	-	-	16	22	23	10	24	34	19	29	40

niem betonu pod wpływem wody morskiej. Dla próbek MK-5 wytrzymałość betonu na odrywanie zmniejszyła się z 2,16 MPa dla próbki nieskorodowanej, do 1,82 MPa – MK-5 90d, z niewielkim wzrostem do 1,94 MPa, jednak po kolejnych 90 dniach ekspozycji, wytrzymałość betonu na odrywanie spadła do 1,76 MPa. W przypadku próbek MK-10, nieskorodowana próbka miała wytrzymałość 2,81 MPa, która uległa zmniejszeniu z 2,18 MPa – MK-10 90d, do 2,14 MPa – MK-10 180d, do 1,99 MPa – MK-10 365d. Próbka MK-10 wykazała tendencję spadkową wraz z wydłużeniem okresu ekspozycji w wodzie morskiej. W przypadku próbki MK-15 wytrzymałość betonu na odrywanie była duża w porównaniu z próbami MK-5 i MK-10. Wytrzymałość ta dla nieskorodowanej próbki MK-15 wynosiła 3,45 MPa i malała wraz z wydłużaniem się okresu ekspozycji w wodzie morskiej. Wytrzymałość betonu na odrywanie zmniejszyła się z 3,45 MPa dla próbki nieskorodowanej, do 2,66 MPa – MK-15 90d, do 2,28 MPa – MK-15 180d, do 2,06 MPa – MK-15 365d.

Jak można było się spodziewać, wraz z postępującym czasem ekspozycji w wodzie morskiej, wytrzymałość na odrywanie próbek malała. Godne uwagi jest jednak, że wraz ze wzrostem zawartości metakaolinu, początkowa wytrzymałość wzrastała, jednak również jej zmniejszenie było coraz większe.

### 3.5. Badanie zawartości jonów chlorkowych metodą „Rapid Chloride Penetration Test”

Strukturę porowatości w betonie wysokowartościowym określono za pomocą metody RCPT. Badanie to pozwoliło również ocenić trwałość betonu.

Struktura porowatości w betonie uległa poprawie, w wyniku zmniejszenia ich udziału, w miarę upływu czasu. Pomiary przepływającego prądu – w mA, dla próbek MK-5, MK-10, MK-15 po 28, 90, 180 i 365 dniach, przedstawiono na rys. 9. Z kolei w tablicy 8 przedstawiono wynik próby RCP – uśredniona wartość ładunku dla każdego rodzaju betonu, po 365 dniach ekspozycji.

Średni prąd przepływający przez próbkę MK-5 28d, wyniósł 1608 kulomba, po czym dla próbki MK-5 90d zmalał do 1303 C, dla próbki MK-5 180d zmalał dalej do 1219 C, a następnie miał nieznaczny wzrost do 1267 C dla próbki MK-5 365d. Zgodnie z normą ASTM C1202-19 (17) stwierdzono, że całkowita przepuszczalność chlorków serii próbek MK-5 jest mała. Stwierdzono, że porowatość

vercrete strength decreased to 1.76 MPa. For MK-10 specimens, the non-corroded specimen had a covercrete strength of 2.81 MPa and decreased from 2.18 MPa - MK-10 90d to 2.14 MPa - MK-10 180d to 1.99 MPa - MK-10 365d. The MK-10 specimen had a decreasing trend as the sea water exposure period increased. For the MK-15 sample, the covercrete strength was high compared to MK-5 and MK-10 specimens. The covercrete strength of concrete for MK-15 non-corroded specimen was 3.45 MPa and was found to be decreasing as the seawater exposure period increased. The covercrete strength decreased from 3.45 MPa for non-corroded specimen to 2.66 MPa - MK-15 90d to 2.28 MPa - MK-15 180d to 2.06 MPa - MK-15 365d specimen.

As it could be expected, with a progressing time of exposure to the seawater conditions, the bond strength of the samples was decreasing. What is notable, however, is that with an increasing content of the metakaolin the initial bond strength was increasing, but the loss rate was also higher and higher.

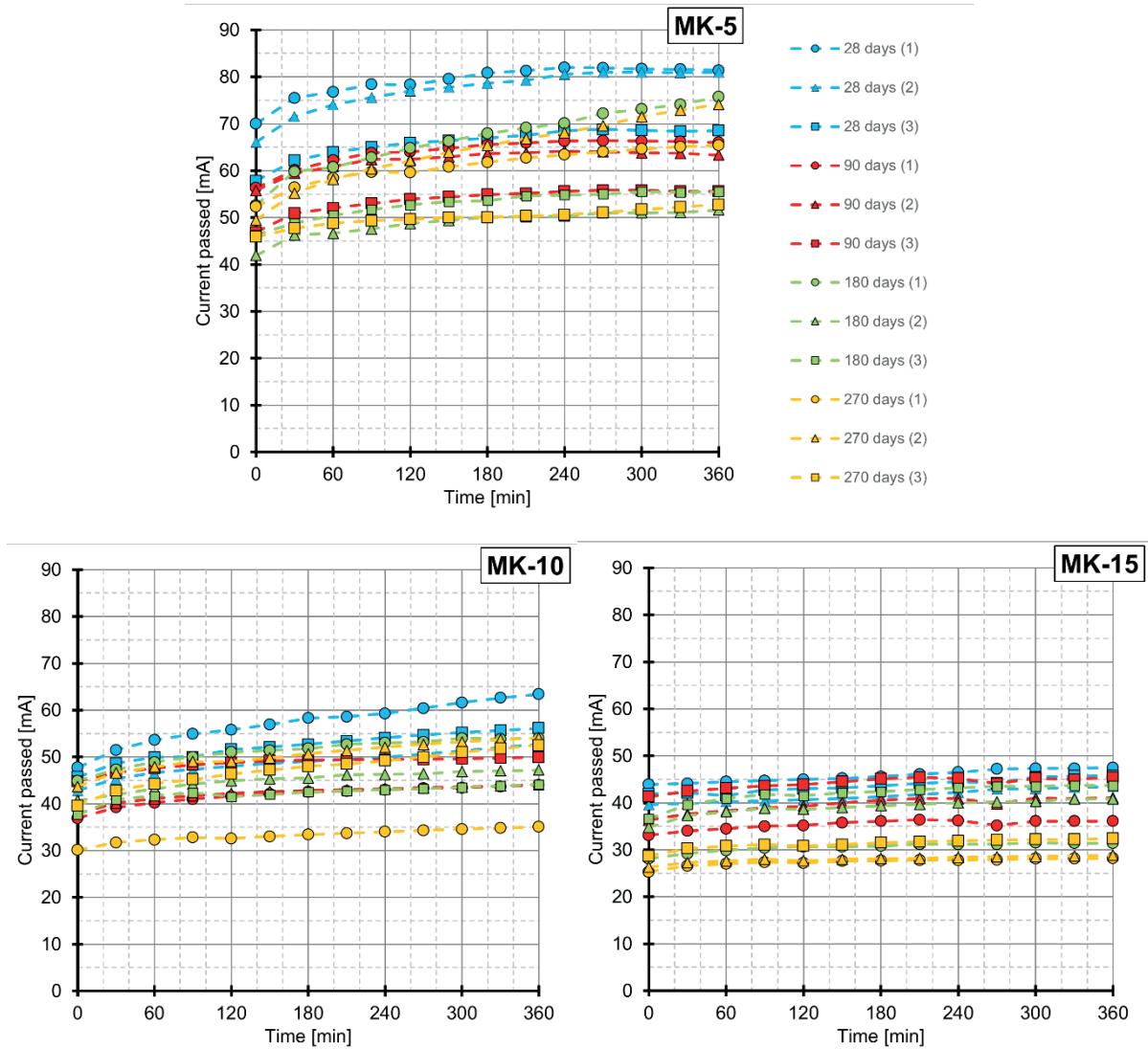
### 3.5. Rapid Chloride Penetration Test

The pore structure characteristics of HPC were determined using RCPT. It also portrayed the durability of the concrete.

The pore structure of concrete was enhanced by decrease in the percentage of pores as the period increased. The measurements of the current passed – mA, for sample MK-5, MK-10, MK-15 at 28, 90, 180, and 365 days is shown in Fig. 9. Table 8 in turn presents the result of the RCPT – averaged rate of charge for each type of concrete, for 365 days of exposure.

The average current passed through the sample MK-5 28d was obtained as 1608 Coulomb and the current passed decreased for MK-5 90d to 1303 C, MK-5 180d further to 1219 C, and then had a slight increase to 1267 C for MK-5 365d. According to ASTM C1202-19 (17), the entire chloride permeability of MK-5 samples was found to be low. The porosity of MK-5 samples was seen to reduce and stayed within the category of low permeable HPC.

The average charge passed through the sample MK-10 28d was obtained as 1142 Coulomb and the current passed decreased further for MK-10 90d to 1000 C, MK-10 180d to 958 C, and to 945 C for MK-10 365d. The chloride permeability of the MK-10 28d samples was found to be low and the chloride permeability for all other MK-10 samples was found to be very low (17). The



Rys. 9. Przepływ prądu w funkcji czasu ekspozycji, w płytach wykonanych z betonu: (a) MK-5; (b) MK-10; (c) MK-15

Fig. 9. Current passed vs. time of exposure in slabs made of concrete: a) MK-5; b) MK-10; c) MK-15

próbek MK-5 zmniejszyła się i zakwalifikowała beton próbki MK-5 do klasy betonów o małej przepuszczalności.

Średni ładunek przepływający przez próbkę MK-10 – 28 dni, wyniósł 1142 kulomba, po czym dla próbki MK-10 90d, zmalał do 1000 C, dla próbki MK-10 180d do 958 C, i ostatecznie do 945 C, dla próbki MK-10 365d. Przepuszczalność chlorków dla próbek MK-10 28d była mała, a przepuszczalność chlorków dla wszystkich innych próbek MK-10 była bardzo mała (17). Stwierdzono, że porowatość próbek MK-10 zmniejsza się wraz ze wzrostem okresu ekspozycji.

Ostatecznie, średni prąd przepływający przez próbkę MK-15 28d, wyniósł 943 kulomby, po czym dla tej samej próbki MK-15 90d, zmalał do 847 C, dla próbki MK-15 180d do 806 C, a następnie do 626 C dla próbki MK-15 365d. Całkowita przepuszczalność chlorków dla próbek MK-15 była bardzo mała. Stwierdzono, że porowatość próbek MK-15 zmniejszyła się i kwalifikowała beton MK-5 do klasy betonów o bardzo niskiej przepuszczalności (17). Próbki MK-15 miały mniejsze wielkości porów w porównaniu z próbками

porowniały MK-10 samples was seen to reduce as the exposure period increased.

The average current passed through the sample MK-15 28d was obtained as 943 Coulomb and the current passed decreased further for MK-15 90d to 847 C, MK-15 180d to 806 C, and to 626 C for MK-15 365d. The entire chloride permeability of MK-15 samples was found to be very low. The porosity of the MK-15 samples was seen to reduce and stayed within the category of very low permeable HPC (17). The MK-15 sample had higher pore refinement compared to the MK-10 and MK-5 samples. The MK-15 samples had superior pore refinement and all the samples are very low permeable.

#### 4. Taguchi regression analysis of test results

Regression analysis on the test data was carried out to predict the behaviour of corrosion rate, ultimate load-bearing capacity, and bond strength of high performance concrete containing metakaolin.

Tablica 10 / Table 10

ANALIZA WARIANCJI W OBLCZENIACH REGRESJI WYTRZYMAŁOŚCI BETONU METAKAOLINOWEGO, PODDANEGO DZIAŁANIU WODY MORSKIEJ

ANALYSIS OF VARIANCE IN REGRESSION CALCULATIONS OF DURABILITY PROPERTIES OF METAKAOLIN CONCRETE SUBJECTED TO SWEATER EXPOSURE

Źródło / Source	Seq SS	Udział / Contribution	Adj SS	P-Value
Szybkość korozji / Corrosion rate, $\mu\text{A}/\text{cm}^2$				
Czas ekspozycji, dni / Exposure time, days	29.393	67.72%	29.393	0.002
Zawartość metakaolinu, % / Metakaolin content, %	7.482	17.24%	7.482	0.040
Błąd / Error	6.532	15.05%	6.532	-
$R^2 = 84.95\%$			$S = 1.04339$	
Nośność / Load-bearing capacity, kN				
Czas ekspozycji, dni / Exposure time, days	981.5	44.92%	133.94	0.053
Zawartość metakaolinu, % / Metakaolin content, %	681.4	31.18%	168.45	0.042
Szybkość korozji / Corrosion rate, $\mu\text{A}/\text{cm}^2$	210.9	9.65%	41.28	0.123
Rezystywność betonu / Concrete resistivity, $\Omega \cdot \text{m}$	108.3	4.96%	103.92	0.218
Błąd / Error	203.0	9.29%	202.99	-
$R^2 = 90.71\%$			$S = 7.12375$	
Przyczepność / Bond strength, MPa				
Czas ekspozycji, dni / Exposure time, days	0.36125	20.52%	0.29212	0.000
Zawartość metakaolinu, % / Metakaolin content, %	1.09520	62.22%	0.35417	0.000
Prąd / Current passed, mA	0.00608	0.35%	0.00608	0.050
Błąd / Error	0.29773	16.91%	0.29773	-
$R^2 = 83.09\%$			$S = 0.113776$	

MK-10 i MK-5. Próbki MK-15 miały najlepsze rozdrobnienie porów i wszystkie próbki były bardzo słabo przepuszczalne.

#### 4. Analiza wyników badań doświadczalnych metodą Taguchiego

Przeprowadzono analizę regresji wyników badań doświadczalnych w celu przewidywania szybkości korozji, nośności oraz wytrzymałości na odrywanie metodą pull-off wysokowartościowego betonu zawierającego metakaolin.

##### 4.1. Szybkość korozji

Analizę regresji szybkości korozji  $k_{\text{corr}} - \mu\text{A}/\text{cm}^2$ , w stosunku do czasu ekspozycji  $t_{\text{exp}} - \text{dni}$ , oraz zawartości metakaolinu  $p_{\text{MK}} - \%$ , przeprowadzono dla średnich wartości danych przedstawionych w tablicy 5. Otrzymano następującą zależność:

$$k_{\text{corr}} = 0.1803 + 0.02459 t_{\text{exp}} - 0.2233 p_{\text{MK}} \quad [1]$$

Wyniki analizy wariancji szybkości korozji podano w tablicy 10. Otrzymany współczynnik determinacji wynosił  $R^2 = 84.95\%$ , podczas gdy poziom istotności czasu ekspozycji oraz zawartości metakaolinu był mniejszy od 0,05, co oznacza, że równanie [1] ma wysoki poziom akceptowalności.

##### 4.1. Corrosion rate

Regression analysis of the corrosion rate  $k_{\text{corr}} - \mu\text{A}/\text{cm}^2$ , versus exposure time  $t_{\text{exp}} - \text{days}$ , and metakaolin content  $p_{\text{MK}} - \%$ , was calculated from the averaged data given in Table 5. The following equation has been obtained:

$$k_{\text{corr}} = 0.1803 + 0.02459 t_{\text{exp}} - 0.2233 p_{\text{MK}} \quad [1]$$

Analysis of variance for corrosion rate is given in Table 10. The obtained value of  $R^2 = 84.95\%$ , and the significance value of the exposure time and metakaolin content was less than 0.05, which shows that the predicted Eq. [1] has a high level of acceptability.

##### 4.2. Load-bearing capacity

The load-bearing capacity of the slabs expressed with the ultimate load  $F_u - \text{kN}$ , was defined as a function of the exposure time  $t_{\text{exp}} - \text{days}$ , metakaolin content  $p_{\text{MK}} - \%$ , corrosion rate  $k_{\text{corr}} - \mu\text{A}/\text{cm}^2$  and resistivity  $\rho - \Omega \cdot \text{m}$ . The average values of the corrosion rate and resistivity were taken from Table 5, while the values of the ultimate load from Table 6. The following equation has been obtained:

$$F_u = 241.84 - 0.174 t_{\text{exp}} + 2.19 p_{\text{MK}} + 3.02 k_{\text{corr}} + 0.0173\rho \quad [2]$$

## 4.2. Nośność

Nośność płyt, wyrażoną za pomocą siły niszczącej  $F_u$  – kN, zdefiniowano jako funkcję czasu ekspozycji  $t_{exp}$  – dni, zawartości metakaolinu  $p_{MK}$  – %, szybkości korozji  $k_{corr}$  –  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$  oraz rezystywności  $\rho$  –  $\Omega \cdot \text{m}$ . Uśrednione szybkości korozji oraz rezystywności, zostały zaczerpnięte z tablicy 5, a siła niszcząca z tablicy 6. Otrzymano zależność w następującej postaci:

$$F_u = 241.84 - 0.174 t_{exp} + 2.19 p_{MK} + 3.02 k_{corr} + 0.0173\rho \quad [2]$$

Wyniki analizy wariancji nośności płyt, podano w tablicy 10. Otrzymany współczynnik determinacji  $R^2 = 90.71\%$  oznacza, że nośność płyt wyznaczona za pomocą równania [2], ma wysoki poziom akceptacji. Poziom istotności czasu ekspozycji oraz zawartości metakaolinu był mniejszy od 0,05, podczas gdy dla szybkości korozji oraz rezystywności betonu wynosił odpowiednio 0,123 i 0,238. Oznacza to, że czas ekspozycji i zawartość metakaolinu mają większy wpływ na szacowaną nośność płyt betonowych niż szybkość korozji i rezystywność betonu.

## 4.3. Wytrzymałość na odrywanie

Wytrzymałość betonu na odrywanie  $S$  – MPa, obliczono jako zależną od czasu ekspozycji  $t_{exp}$  – dni, zawartości metakaolinu  $p_{MK}$  – % oraz przepłyniętego prądu  $I$  – mA, zmierzonego w oznaczeniu RCP. Wytrzymałość na odrywanie zaczerpnięto z tablicy 7, natomiast pomiary prądu w oznaczeniu RCP, z tablicy 8. Uzyskano następującą zależność:

$$S = 1.682 - 0.001502 t_{exp} + 0.0556 p_{MK} + 0.000125 I \quad [3]$$

Współczynnik determinacji wyniósł  $R^2 = 83.09\%$ , a poziom istotności czasu ekspozycji, zawartości metakaolinu i prądu był mniejszy niż 0,05. Wytrzymałość na odrywanie, określona za pomocą równania [3], ma więc wysoki poziom akceptowalności.

## 5. Wnioski

W artykule przedstawiono wyniki badań doświadczalnych wpływu dodatku metakaolinu jako częściowego zamiennika cementu w produkcji betonu przeznaczonego do stosowania w trudnych środowiskach morskich. Program badań miał na celu określenie optymalnej dawki metakaolinu, zapewniającej najlepszą trwałość takiego betonu. Badania przeprowadzono na elementach płytowych, o wymiarach 1200 mm × 1200 mm × 110 mm, zbrojonych prętami Ø12,  $I = 150$  mm, poddanych symulowanemu działaniu wody morskiej, przez okres 365 dni. Analizowane betony zawierały 5%, 10% i 15% masowej zawartości metakaolinu w spoiwie. Badane właściwości obejmowały szybkość korozji i rezystywność, odporność na zarysowanie, odkształcalność, nośność i wytrzymałość płyt na odrywanie, wraz ze wzrostem czasu ekspozycji. Z badań tych wyciągnięto następujące wnioski:

- Wykazano, że metakaolin jest doskonałym dodatkiem do produkcji betonu stosowanego w konstrukcjach poddanych trudnym warunkom, między innymi w środowisku morskim,

Analysis of variance for the ultimate load is given in Table 10. The obtained value of  $R^2 = 90.71\%$  means that the load-bearing capacity of slabs predicted from Eq. [2] has a high level of acceptability. The significance value of the exposure time and metakaolin content was less than 0.05, while the corrosion rate and concrete resistivity were 0.123 and 0.238, respectively. This means that in predicting the load-bearing capacity of slabs the time of exposure and metakaolin content contribute more than corrosion rate and resistivity of concrete.

## 4.3. Bond strength

The bond strength  $S$  – MPa was calculated as dependent on the exposure time  $t_{exp}$  – days, metakaolin content  $p_{MK}$  – % and the current passed  $I$  – mA measured in the RCPT. The values of the bond strength were taken from Table 7 while the measured current passed in the RCPT from Table 8. The following equation has been obtained:

$$S = 1.682 - 0.001502 t_{exp} + 0.0556 p_{MK} + 0.000125 I \quad [3]$$

The obtained value of  $R^2 = 83.09\%$ , and the significance value of the exposure time, metakaolin content and current pass content was less than 0.05. The bond strength can be predicted from the Eq. [3] and has a high level of acceptability.

## 5. Conclusions

The paper presents an experimental study on the influence of metakaolin addition as partial replacement of cement to produce high performance concrete for harsh marine environments. The research program aimed at indicating an optimum dosage of metakaolin which provides the best properties to ensure durability of such concrete. The tests were performed on the 1200 mm × 1200 mm × 110 mm slab elements reinforced with Ø12 bars,  $I = 150$  mm, subjected to simulated exposure to seawater for the duration of up to 365 days. The analysed concretes contained 5%, 10% and 15% of metakaolin of the total binder by mass. The investigated properties included corrosion rate and resistivity of reinforcement, cracking potential, deformability, load-bearing capacity and bond strength of slabs with increasing time of exposure. The following conclusions were drawn from this research study:

- Metakaolin was proved to be an excellent supplementary cementitious material to produce high-performance concrete for structures subjected to harsh conditions such as marine environment, as the pore structure refinement of such concrete was enhanced with an increasing time of exposure.
- The optimum dosage of metakaolin was chosen based on its influence on the refinement of the pore structure of the concrete. The specimen with the optimum dosage, which was found to be 15% of the total binder content by mass, showed the highest corrosion resistance and load-bearing capacity.
- The deterioration effect on the specimens was observed as the covercrete strength as well as the load-bearing capacity were reduced with an increasing period of seawater exposure.

- ponieważ wraz z wydłużeniem czasu ekspozycji w tych warunkach struktura porowatości takiego betonu uległa poprawie.
- Optymalna zawartość metakaolinu, dobrana została na podstawie jego wpływu na rozdrobnienie porowatości w betonie. Próbka o optymalnej zawartości metakaolinu, która wyniosła 15% masowych udziału metakaolinu w spoiwie, wykazała największą odporność korozyjną i nośność.
  - Stwierdzono efekt degradacji próbek, ponieważ wytrzymałość betonu na odrywanie oraz nośność zmniejszały się wraz z wydłużaniem się czasu ekspozycji w wodzie morskiej. Odnotowano łączny spadek wytrzymałości betonu o 18,5%, dla próbek MK-5, w czasie ekspozycji w wodzie morskiej wynoszącym 365 dni, w porównaniu z próbką nie poddaną ekspozycji, podczas gdy spadek nośności wyniósł 13,6% na skutek degradacji spowodowanej przez wodę morską.
  - Próba obciążenia próbek nie wykazałaauważalnego odpryskiwania betonu, nawet po osiągnięciu obciążenia niszczącego, co wskazuje na dobrą przyczepność betonu metakaolinowego.
  - Stwierdzono, że w wyniku stosowania metakaolinu jako dodatku do spoiwa, poziom rozdrobnienia porów wzrasta wraz ze wzrostem wieku betonu. Niemniej jednak, stwierdzono również, że ekspozycja na działanie wody morskiej zahamowała powstawanie żelu C-S-H w tym okresie, co wyjaśnia mniejszą wytrzymałość betonu na odrywanie w przypadku próbek wystawionych na działanie wody morskiej.

Jako podsumowanie, na podstawie otrzymanych wyników badań doświadczalnych, za pomocą analizy regresji metodą Taguchiego, opracowano równania pozwalające na określenie szybkości korozji, nośności i przyczepności betonu. Opracowane równania mają odpowiednią dokładność i dlatego są ważne w prowadzeniu przyszłych badań, o ile można będzie oczekiwać, że badany beton metakaolinowy będzie zachowywał się w podobny sposób.

## **Podziękowania**

Autorzy są wdzięczni Saintgits College of Engineering (Autonomous), Kottayam, za udostępnienie Structural Engineering Laboratory, do przeprowadzenia tych badań.

## **Deklaracje**

Autorzy nie mają żadnych odnośnych korzyści finansowych ani niefinansowych do ujawnienia. Autorzy nie mają konfliktów interesów, które mogliby zadeklarować jako odnoszące się do treści tego artykułu.

## **Literatura / References**

1. M. Z. Y. Ting, K.S. Wong, M. E. Rahman, S. J. Meheron, Deterioration of marine concrete exposed to wetting-drying action. *J. Clean. Prod.* **278**(1), 123383 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123383>
2. M. Z. Y. Ting, K. S. Wong, M. E. Rahman, S. J. Meheron, Deterioration of marine concrete exposed to wetting-drying action. *J. Clean. Prod.* **278**, 123383 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123383>

A total decrease in the covercrete strength of 18.5% for MK-5 specimens over a seawater exposure time of 365 days was recorded in comparison to the non-exposed specimen while the decrease in load-bearing capacity was by 13.6% due to the deterioration caused by the seawater.

- The load test on the specimens did not exhibit any appreciable spalling even after reaching the ultimate load showing good bonding properties of metakaolin concrete.
- The pore refinement was found to be increasing as the age of concrete increased due to the use of metakaolin as a supplementary cementitious material. Nevertheless, it was observed that the seawater exposure did stunt the development of C-S-H gel progress over the period hence explaining the lower covercrete strength for seawater exposed specimens.

To conclude the study, equations were formulated to determine the corrosion rate, load-bearing capacity, and bond strength with the experimentally available data using Taguchi regression analysis. The formulated equations have adequate accuracy and hence are pertinent for future study, provided the metakaolin concrete is expected to behave in a similar manner.

## **Acknowledgements**

The authors are thankful to Saintgits College of Engineering (Autonomous), Kottayam for providing Structural Engineering Laboratory for conducting this research.

## **Declarations**

The authors have no relevant financial or non-financial interests to disclose. The authors have no competing interests to declare that are relevant to the content of this paper.

3. M. Frías, M. I. Sánchez de Rojas, J. G. Cabrera, The effect that the pozzolanic reaction of metakaolin has on the heat evolution in metakaolin-cement mortars. *Cem. Concr. Res.* **30**(2), 209-216 (2000). [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00231-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00231-8)
4. R. Cai , Z. Tian, H. Ye, Z. He, S. Tang, The role of metakaolin in pore structure evolution of Portland cement pastes revealed by an impedance approach. *Cem. Concr. Comp.* **119**, 103999 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2021.103999>
5. N. Philip, A. E. Varughese, J. James, Correlation of mechanical properties of concrete with partial metakaolin replacement with various depended factors. *IJST-T Civ. Eng.* (2022), <https://doi.org/10.1007/s40996-022-00965-z>
6. E. Potapova, E. Dmitrieva, The effect of metakaolin on the processes of hydration and hardening of cement. *Mater. Today Proc.* **19**(5), 2193-2196 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.373>
7. A. Al Menhosh, Y. Wang, Y. Wang, L. Augustus-Nelson, Long term durability properties of concrete modified with metakaolin and polymer admixture. *Constr. Build. Mater.* **172**, 41-51 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.215>
8. IS 456:2000 – Plain and reinforced concrete – Code of practice (fourth revision). Bureau of Indian Standards, New Delhi, India.
9. EN 1992-1-1:2004 – Eurocode 2: Design of concrete structures – Part 1-1: General rules and rules for buildings.
10. IS 10262:2019 – Concrete mix proportioning – Guidelines (second revision). Bureau of Indian Standards, New Delhi, India.
11. IS 383:1970 – Specification for coarse and fine aggregates from natural sources for concrete. Bureau of Indian Standards, New Delhi, India.
12. IS 269:2015 – Ordinary Portland cement – specification (sixth revision). Bureau of Indian Standards, New Delhi, India.
13. EN 197-1: Cement – Part 1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements
14. IS 16354:2015 (reaffirmed 2020) – Metakaolin for use in cement, cement mortar and concrete – specification. Bureau of Indian Standards, New Delhi, India.
15. IS 9103:1999 (reaffirmed 2004) – Concrete Admixtures – Specification (first revision). Bureau of Indian Standards, New Delhi, India.
16. IS 516:1959 (reaffirmed 2004) – Methods of tests for strength of concrete. Bureau of Indian Standards, New Delhi, India.
17. ASTM C1202-19 – Standard test method for electrical indication of concrete ability to resist chloride ion penetration.
18. DIN 1048 – Part 5 (1991) – Testing concrete: Testing of hardened concrete.
19. A. Fahim, P. Ghods, R. Alizadeh, M. Salehi, S. Decarufel, CEPRA: A new test method for rebar corrosion rate measurement. STP1609-EB:59–80, ASTM International (2019).
20. ASTM C1583/C1583M-13. Standard test method for tensile strength of concrete surfaces and the bond strength or tensile strength of concrete repair and overlay materials by direct tension (pull-off method).
21. B. Varghese, N. Philip, A Review: Taguchi experiment design for investigation of properties of concrete. *Int. J. Civ. Eng.* **5**(6), 11-16 (2016).