

Analiza rozwoju skurczu autogenicznego zaczynów cementowych z CEM I 42,5R i CEM III/A 42,5N o różnym wskaźniku wodno/cementowym

Analysis of the development of autogenous shrinkage of CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N cement pastes with different water to cement ratios

Adam Zieliński^{1*}, Ewa Kapeluszna²

¹West Pomeranian University of Technology in Szczecin, al. Piastów 50a, 70-311 Szczecin, Poland

²AGH University of Science and Technology, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Poland

*Corresponding author: A. Zieliński, e-mail: adam.zielinski@zut.edu.pl

Streszczenie

W technologii betonu cementy o dużej zawartości klinkieru portlandzkiego są coraz częściej zastępowane przez spoiwa wieloskładnikowe o mniejszym śladzie węglowym. Takimi spoiwami są m. in. cementy hutnicze, które z powodzeniem stosuje się w składzie betonów przeznaczonych do elementów masywnych, betonów samozagęszczalnych, jak również betonów dedykowanych elementom prefabrykowanym. Cementy hutnicze posiadają mniejszą dynamikę przyrostu wytrzymałości w stosunku do cementów portlandzkich oraz mniejsze ciepło hydratacji. Kompozyty z ich udziałem są bardziej odporne na występowanie naprężeń termicznych we wczesnym etapie dojrzewania betonu. W pracy przeprowadzono badania porównawcze rozwoju skurczu autogenicznego zaczynów cementowych wykonanych z CEM I 42,5R i CEM III/A 42,5N o zmiennym stosunku w/c wykorzystując metodę dylatometryczną na autorskim urządzeniu objętym patentem PL241667. Wykonano również badania konsystencji, czasów wiązania oraz wytrzymałości na ściskanie po 2, 7 i 28 dniach dojrzewania. Na podstawie przeprowadzonych analiz stwierdzono, że zaczyny cementowe z cementem hutniczym mają większy skurcz autogeniczny w okresie 28 dni w porównaniu do zaczynów z cementem portlandzkim. Reakcja pucolanowa granulowanego żużla wielopieczowego ma wpływ na wzrost rejestrowanego skurczu autogenicznego. Zwiększanie wskaźnika wodno-cementowego wpływa na spowolnienie dynamiki rozwoju i wielkość skurczu autogenicznego. Wyniki badań wskazują na konieczność uwzględnienia skurczu autogenicznego podczas projektowania betonów wysokowartościowych zawierających cement hutniczy ze względu na zwiększoną podatność na mikrozarzysowania skurczowe oraz dla zachowania trwałości materiału.

Summary

In concrete technology, cements with a high content of Portland clinker are increasingly being replaced by blended binders with a lower carbon footprint. Such binders include blastfurnace cements, which are successfully used in concretes designed for large-scale elements, self-compacting concretes, as well as for the precast concrete industry. Blast furnace cements exhibit lower strength gain relative to Portland cements and a lower heat of hydration. Composites that incorporate them are significantly more resistant to the occurrence of thermal stresses at the early stages of curing of concrete. This paper provides a comparative study of the development of autogenous shrinkage of cement pastes made from CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N with a variable w/c ratio using the dilatometric method on a proprietary instrument covered by the patent PL241667. Furthermore, tests on consistency, setting times and compressive strength were performed after 2, 7 and 28 days of curing. From the analyses carried out, it was found that cement pastes containing blast furnace cement show greater autogenous shrinkage over a period of 28 days compared to pastes containing Portland cement. The pozzolanic reaction of granulated blast furnace slag contributes to the increase in recorded autogenous shrinkage. An increase in the water-cement ratio has an impact on the decreased strength gain, and the value of autogenous shrinkage. The research results indicate the need to take autogenous shrinkage into account when designing high-performance concretes containing blast furnace cement due to the increased susceptibility to shrinkage microcracks and for the durability of the material.

Słowa kluczowe: skurcz autogeniczny, wczesne odkształcenia skurczowe, granulowany żużel wielkopiecowy, cement portlandzki

Keywords: autogenous shrinkage, early shrinkage deformation, granulated blast furnace slag, Portland cement

1. Wprowadzenie

Beton to obecnie jednym z najczęściej badanych materiałów budowlany na świecie. Produkcja cementu, głównego składnika betonu w 2018 roku wyniosła 3,99 mld ton (1) i była odpowiedzialna za ok. 8% światowej emisji antropogenicznego CO₂ (2). Coraz większa świadomość ochrony klimatu oraz redukcja śladu węglowego przyczynia się do rozwoju tzw. spoiw niskoemisyjnych. Wciąż poszukuje się alternatywnych, przyjaznych środowisku spoiw mineralnych, które mogłyby stać się konkurencyjne w stosunku do cementów portlandzkich. Takimi spoiwami są m. in. cementy siarczanoglinianowe (3), wysokobelitowe (4) jak również geopolimery aktywowane alkaliami (5). Nanomateriały również znalazły swoje zastosowanie w kompozytach cementowych (6). W technologii betonu często wykorzystuje się reaktywne dodatki mineralne, które są produktami odpadowymi w różnych procesach przemysłowych. Zmiany klimatyczne wymuszają odchodzenie od energetyki węglowej, co wiąże się z deficytem popiołu lotnego krzemionkowego, który przez ostatnie lata zdominował rynek dodatków mineralnych wykorzystywanych jako składniki cementów i betonów. Ze względu na rosnące zużycie cementu hutniczego, granulowany żużel wielkopiecowy również staje się materiałem deficytowym. Jest to dodatek mineralny o tzw. utajonych właściwościach hydraulicznych, a jego aktywność zależy od zasadowości, która wzrasta wraz ze zwiększającą się zawartością tlenku wapnia. Cementy zawierające żużel wielkopiecowy, jako składnik główny, mają mniejsze ciepło hydratacji oraz mniejszą dynamikę wzrostu wytrzymałości w porównaniu do cementów portlandzkich, szczególnie we wczesnym okresie hydratacji. Mimo to, długoterminowe wytrzymałości kompozytów z cementem żużlowym są zbliżone lub większe w porównaniu do kompozytów zawierających cement portlandzki. Dynamika procesu hydratacji cementu hutniczego zależy od aktywności hydraulicznej żużla, która z kolei zależy od składu chemicznego i zawartości fazy szklistej. W skład żużla wielkopiecowego wchodzi faza szklista składająca się z CaO, SiO₂, Al₂O₃ i MgO. Zawartość fazy szklistej w żużlu powinna wynosić minimum 67% masy żużla. Suma wymienionych, podstawowych tlenków powinna stanowić również minimum 2/3 masy, a stosunek tlenków (CaO+MgO)/SiO₂, określanej jako współczynnik aktywności powinien wynosić nie mniej niż 1,0 (7).

Dynamika rozwoju skurczu autogenicznego zwłaszcza we wczesnym okresie dojrzewania kompozytu betonowego wpływa na powstawanie mikrozarysowań wewnętrznych wokół sztywnych ośrodków, do których należą: kruszywo naturalne czy stal zbrojeniowa. Niekontrolowany rozwój odkształceń może prowadzić do propagacji zarysowań wewnętrznych. Skutkiem są powierzchniowe zarysowania, które powstają nawet bez wpływu oddziaływania obciążenia eksploatacyjnego. Zjawisko powoduje utratę trwałości elementów konstrukcyjnych.

1. Introduction

Concrete is currently one of the most intensively researched building materials in the world. Cement production, a major component of concrete at 2018, amounted to 3.99 billion tons (1) and was responsible for approximately 8% of global anthropogenic CO₂ emissions (2). The increasing awareness of climate protection and the reduction of the carbon footprint are driving the development of so-called low-carbon binders. Alternative, environmentally friendly mineral binders are still being sought to compete with Portland cements. Among others, such binders are sulfoaluminate cements (3), high-belite cements (4) and alkali-activated geopolymers (5). Nanomaterials have also been used in cementitious composites (6). Concrete technologies often make use of reactive mineral additives, which are waste products from various industrial processes. Climate change necessitates a shift away from coal-fired power generation, involving a scarcity of silica fly ash, which has dominated the market for mineral additives used as ingredients in cements and concretes in recent years. Given the increasing consumption of blast furnace cement, granulated blast furnace slag is also becoming a scarce material. This is a supplementary cementitious material having so-called latent hydraulic properties, and its activity depends on the alkalinity, which increases with increasing calcium oxide content. Cements incorporating blast furnace slag as the main ingredient have the lower heat of hydration and a lower rate of strength increase compared to Portland cements, especially in the early stages of hydration. Nevertheless, the long-term strength of composites with slag cement is close to or higher compared to composites containing Portland cement. The dynamics of the hydration process of blast furnace cement depends on the hydraulic activity of the slag, which in turn depends on the chemical composition and content of the glassy phase. Blast furnace slag is composed of the glass phase consisting of CaO, SiO₂, Al₂O₃, and MgO. The glass phase content of the slag should amount to a minimum of 67% by the mass of the slag. The total of the listed basic oxides should also make up a minimum of 2/3 by mass, and the oxide ratio (CaO+MgO)/SiO₂, referred to as the activity coefficient should be no less than 1.0 (7).

The dynamics of the development of autogenous shrinkage, especially in the early stage of concrete curing, influences the formation of internal microcracks around rigid media such as natural aggregate or reinforcing steel. Uncontrolled development of deformation can lead to the propagation of internal cracking. This results in surface cracks, which are formed even without the influence of the operating load. The phenomenon results in a loss of durability of structural components.

Tazawa and Miyazawa (8) described the impact of the water-cement [w/c] ratio and granulated blast furnace slag on the autogenous shrinkage of cement pastes. Decreasing the w/c ratio of

Tazawa i Miyazawa (8) opisali wpływ wskaźnika woda/cement [w/c] oraz granulowanego żużla wielkopieczowego na skurcz autogeniczny zaczynów cementowych. Zmniejszenie stosunku w/c zaczynów z cementów portlandzkich spowodowało zwiększenie wartości skurczu autogenicznego. Zawartość granulowanego żużla wielkopieczowego w zakresie od 0 do 90% masy cementu portlandzkiego proporcjonalnie zwiększyła wartość skurczu autogenicznego w całym procesie dojrzewania. Badania Liu i Hansena (9) potwierdziły zwiększenie skurczu autogenicznego zapraw cementowych z cementem hutniczym o stałym w/c = 0,35. Po 28 dniach badania, największy skurcz wykazała zaprawa z 25% zawartością cementu hutniczego, następnie CEM III z 50% zawartością żużla, a najmniejszą zaprawa z cementem portlandzkim. Lura (10) przedstawił rozwój odkształceń autogenicznych betonów z cementem portlandzkim i hutniczym o w/c = 0,37 w różnych temperaturach dojrzewania. Badania potwierdziły zwiększenie skurczu dla betonów z cementem hutniczym w stosunku do cementu portlandzkiego. Dla obu cementów, największy skurcz autogeniczny betonów zarejestrowano w temperaturze 30°C. Wzrost i spadek temperatury otoczenia powodował odpowiednio przyspieszenie i spowolnienie dynamiki rozwoju odkształceń. Natomiast w obu przypadkach odkształcenie było mniejsze od zaprawy dojrzewającej w 30°C. Kumarappa i in. (11) opisali mechanizm oddziaływania granulowanego żużla wielkopieczowego na odkształcenia autogeniczne i przeprowadzili badania odkształceń autogenicznych zapraw monitorując temperaturę reakcji oraz zmiany wilgotności względnej. Badania wykazały wzrost skurczu autogenicznego, szybszy spadek wilgotności względnej oraz wzrost napięcia powierzchniowego roztworu w porach w zaprawach z dodatkiem żużla wielkopieczowego. Zjawiska są spowodowane zwiększonym skurczem chemicznym cementu hutniczego. W jego wyniku, między cząstkami żużla tworzy się rozbudowana sieć drobnych porów kapilarnych. Ich opróżnienie w wyniku postępu hydratacji wywołuje wewnętrzne naprężenia kapilarne, które powodują zwiększony skurcz autogeniczny. Natomiast Fang i in. (12) przedstawili mechanizm skurczu autogenicznego alkalicznie aktywowanych alkaliów zaczynów zawierających popiół lotny z granulowanym żużlem w pierwszych 24 h. Badania potwierdziły zwiększenie skurczu autogenicznego i chemicznego wraz ze wzrostem zawartości granulowanego żużla wielkopieczowego.

Celem badań było wykazanie różnic w wielkości i dynamice narastania skurczu autogenicznego w zaczynach cementowych zawierających dwa różne cementy powszechnego użytku: CEM I 42,5R i CEM III/A 42,5N. Przedstawiono wyniki badań skurczu autogenicznego od momentu zaformowania zaczynu do 28 dnia dojrzewania w warunkach zapobiegających odparowaniu wody oraz badania właściwości takich jak konsystencja, czas wiązania oraz wytrzymałość na ściskanie.

2. Doświadczenia

2.1. Materiały i zakres badań

Wykonano zaczyny cementowe zawierających dwa rodzaje cementów zgodnych z normą PN-EN 197-1: cement portlandzki

pastes with Portland cement increased the value of autogenous shrinkage. The content of granulated blast furnace slag in the range of 0 to 90% by the mass of Portland cement proportionally increased the value of autogenous shrinkage throughout the maturation process. The research by Liu and Hansen (9) proved an increase of the autogenous shrinkage of cement mortars containing blast furnace cement with a constant w/c = 0.35. After 28 days of testing, mortar with a 25% content of blast furnace cement showed the highest shrinkage value, followed by CEM III with a 50% content of slag, and the lowest mortar with Portland cement. Lura (10) reported the development of autogenous deformation of concretes with Portland and blast furnace cements with w/c = 0.37 at different curing temperatures. The study confirmed an increase in shrinkage of concretes with blast furnace cement compared to Portland cement. With both cements, the highest autogenous shrinkage of the concretes was recorded at 30°C. An increase and decrease in ambient temperature resulted in an acceleration and deceleration, respectively, of the dynamics of deformation development. Whereas in both cases the value was lower than that of the mortar maturing at 30°C. Kumarappa et al. (11) described the mechanism of how granulated blast furnace slag affects autogenous deformation and performed autogenous deformation tests on mortars by monitoring the reaction temperature and changes in relative humidity. The research showed an increase in autogenous shrinkage, a faster decrease in relative humidity and an increase in surface tension of the pore solution in mortars containing blast furnace slag. The phenomena are caused by increased chemical shrinkage of blast furnace cement. Its result is the formation of an extensive network of fine capillary pores between the slag particles. However, the emptying of these as a result of hydration progress results in internal capillary stresses that cause increased autogenous shrinkage. Whereas Fang et al. (12) described the mechanism of autogenous shrinkage of alkali-activated pastes containing fly ash with granulated slag in the first 24 hours. The research documented an increase in autogenous and chemical shrinkage with an increase in granulated blast furnace slag content.

The objective of the study was to demonstrate differences in the magnitude and dynamics of autogenous shrinkage build-up in cement pastes incorporating two different common cements: CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N. The results are presented of autogenous shrinkage testing from the time the paste is formed until the 28th day of curing under conditions preventing water evaporation and testing of properties such as consistency, setting time and compressive strength.

2. Experimental

2.1. Research materials and scope

Cement pastes were prepared with two types of cements complying with PN-EN 197-1: Portland cement CEM I 42.5R and blast furnace cement CEM III 42.5N. Table 1 shows the chemical composition of the cements used.

Rodzaj cementu / Cement type	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	SO ₃	Na ₂ O	Na ₂ O _{eq}	str.praż. / LOI
	%									
CEM I 42.5R	64.06	19.37	5.40	2.76	0.78	1.34	2.97	0.11	0.62	2.59
CEM III/A 42.5N	53.14	29.33	6.46	2.13	0.59	3.73	2.53	0.26	0.64	1.19

CEM I 42,5R oraz cement hutniczy - CEM III 42,5N. Tablica 1 przedstawia skład chemiczny zastosowanych cementów.

Cement CEM I 42,5R miał powierzchnię właściwą 3710 cm²/g, a cement CEM III/A 42,5N 4660 cm²/g. Zaczyny wykonano stosując następujące stosunki woda/cement równych: 0,25; 0,30; 0,40; 0,50.

Zakres badań obejmował oznaczenie konsystencji zaczynów cementowych metodą stolika rozpliwowego wykorzystywaną w technologii zapraw, w oparciu o EN 1015-3. Czas wiązania oznaczono z wykorzystaniem automatycznego aparatu Vicata, w oparciu o EN 196-3. Odstępstwo od normy stanowił dobór ilości wody w zaczynie. Wykonano zaczyny zgodnie z założonymi stosunkami w/c, a nie według w/c wynikającego z wodożądności i konsystencji normowej. Pomiar odkształceń autogenicznych oznaczono metodą dylatometryczną w czasie od zakończenia wiązania do 28 dnia dojrzewania. Wytrzymałość na ściskanie oznaczono dla zaczynów cementowych o w/c = 0,25 po 2, 7 i 28 dniach dojrzewania. Wyniki przedstawiono jako średnia z 3 próbek sześciennych o wymiarach 40x40x40 mm.

2.2. Metody

Jedyną znormalizowaną metodą pomiarową umożliwiającą pomiar odkształceń autogenicznych materiałów cementowych jest metoda dylatometryczna z formowaniem zaczynu lub zaprawy cementowej w rurkach karbowanych wg ASTM C1698. Metoda ta wykorzystywana była także do pomiaru odkształceń autogenicznych betonów (13), ale posiada wady wynikające z braku pełnej kontroli zagęszczenia materiału o różnej konsystencji (14). Przedstawione w artykule wyniki badań powstały z wykorzystaniem metody dylatometrycznej z formowaniem próbek w przestrzeni prostopadłościennych, w której ściany formy były pokryte talkiem a próbka formowana była w folii. Takie rozwiązanie pozwoliło zabezpieczyć próbkę przed wysychaniem i wyeliminować siły tarcia między powierzchnią próbki a powierzchnią formy. Rozwój sił tarcia mógłby wpłynąć na ograniczenie skurczu i spowodować błąd pomiarowy. Zaletą takiego rozwiązania jest możliwość formowania materiału w próbki o dowolnej geometrii, o zróżnicowanej wielkości uziarnienia składników i konsystencji. Rejestracja odkształceń odbywa się z dwóch przeciwległych końców próbki lub jednego końca, kiedy drugi koniec jest usztywniony. Formowanie próbek prostopadłościennych z dwoma swobodnymi końcami do badań skurczu autogenicznego materiału cementowego zostało opisane, m.in. w badaniach japońskich (15) oraz skandynawskich (16). W badaniach skurczu autogenicznego zaczynów i zapraw wyko-

The CEM I 42.5R cement had a specific surface area of 3700 cm²/g, and the CEM III/A 42.5N cement – 4660 cm²/g. The pastes were made with 4 different water-cement ratios that were equal to: 0.25; 0.30; 0.40; 0.50.

The scope of the study included the determination of the consistency of cement pastes by the flow table method employed in mortar technology, based on EN 1015-3. The setting time was determined using an automatic Vicat's instrument, based on EN 196-3. A deviation from the standard was the choice of the amount of water in the paste. The pastes were made according to the assumed w/c ratios, rather than according to the w/c derived from the standard water demand and consistency. The measurement of autogenous deformation was determined by dilatometry from the end of setting to the 28th day of maturation. Compressive strength was determined for the cement pastes with w/c = 0.25 after 2, 7 and 28 days of maturation. The values are presented as an average of 3 40x40x40 mm cubic samples.

2.2. Methods

The only standardized measurement method to measure the deformation of autogenous cement materials is the dilatometer method with the formation of paste or cement mortar in corrugated tubes according to ASTM C1698. This method has also been used to measure the deformation of autogenous concretes (13), yet it suffers from disadvantages due to the lack of complete control of the compaction of material of different consistencies (14). The results presented in the paper were produced using the dilatometric method with the molding of samples in a cuboidal space, in which the walls of the mold were covered with talc and the sample was molded in foil. Such a solution allowed the sample to be protected from drying out and eliminated frictional forces between the sample surface and the mold surface. The development of frictional forces could affect shrinkage restriction and result in measurement error. The benefit of this solution is that the material can be formed into samples of any geometry, with varying grain sizes of ingredients and consistency. Deformation recording is carried out from two opposite ends of the sample, or one end when the other end is braced. The formation of rectangular samples with two free ends for shrinkage testing of autogenous cementitious material has been described, e.g. in Japanese (15), and Scandinavian studies (16). Autogenous shrinkage testing of paste and mortar uses 40x40x160 mm rectangular samples, and 100x100x500 mm samples are used in the case of concrete. The method has been used in testing the autogenous shrinkage of high-performance

rzystuje się próbki prostokątne 40x40x160 mm, a betonów 100x100x500 mm. Metoda była wykorzystywana podczas badań skurczu autogenicznego m.in. betonów wysokowartościowych (17), lub fibrobetonów (18). W pracy przedstawiono modyfikację metody polegającą na zastąpieniu tradycyjnej geometrii próbek belkami 50x50x1150 mm. Zwiększenie długości próbek umożliwiło zwiększenie precyzji pomiarowej i zdolności do rejestracji lokalnych zmian przebiegu deformacji autogenicznych, nierejestrowanych przy użyciu krótkich próbek, zwłaszcza weryfikację okresu przejścia materiału cementowego ze stanu plastycznego w stan stwardniały.

2.3. Autorskie stanowisko badawcze

Podczas badań dylatometrycznych wykorzystano autorskie stanowisko badawcze, które w 2022 r. zostało objęte zastrzeżeniem patentowym PL241667 1 (19). Rozwiązanie pomiarowe umożliwia formowanie dowolnej geometrii belek w przedziale: długości $L_{max} = 115$ cm, szerokości $B_{max} = 15$ cm i wysokości $H_{max} = 15$ cm. Badania zaprezentowane w artykule przeprowadzono na 3 próbkach prostokątnych o wymiarach 50x50x1150 mm, zgodnie ze schematem przedstawionym na rys. 1.

Widok stanowiska pomiarowego w trakcie rejestracji pomiarów przedstawia rys. 2.

Zaczyny mieszano w mieszarce przez 10 minut i niezwłocznie układano i zagęszczano w formach. Czas od momentu zmieszania cementu z wodą do momentu rozpoczęcia rejestracji wyników wynosił średnio 30 min. Pomiar przemieszczeń odbywał się na obu końcach każdej z próbek, zgodnie ze schematem z rys. 1. Punkty pomiarowe rejestracji przemieszczeń w postaci stalowych trzpieni były centralnie osadzone w silikonowych blokach umiejscowionych na końcach próbki. Takie osadzenie punktów pomiarowych umożliwiło ich stabilizację w czasie formowania materiału i eliminowało ewentualne błędy pomiarowe w trakcie rejestracji przemieszczeń. Długością pomiarową każdej próbki była odległość między końcami trzpieni punktów pomiarowych osadzonych w betonie. Rejestracja przemieszczeń odbywała się automatycznie z interwałem czasowym równym 300 s, z wykorzystaniem indukcyjnych czujników zegarowych z dokładnością $\pm 0,001$ mm. Rejestrowane przemieszczenia były automatycznie zapisywane w bazie danych. Wartości

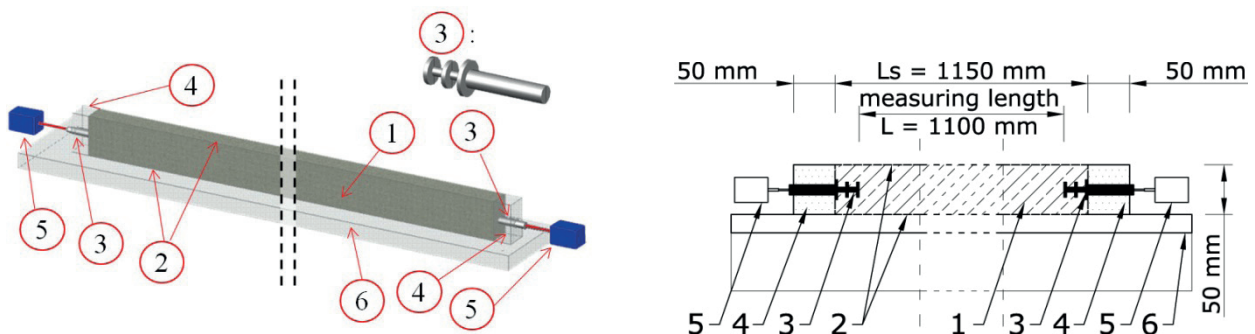
concretes (17), or fiber-reinforced concretes, among others (18). The paper describes a modification of the method by replacing the traditional geometry of the samples with 50x50x1150 mm beams. Increasing the length of the samples allowed the increased measurement precision and the ability to record local changes in the waveform of autogenous deformation, not recorded when using short samples. Especially the verification of the transition period of the cementitious material from the plastic state to the hardened state.

2.3. Proprietary test bench

During dilatometer testing, a proprietary test bench was used, which was claimed under patent PL241667 in 2022 (19). The measurement solution allows the formation of any beam geometry in the range: length $L_{max} = 115$ cm, width $B_{max} = 15$ cm and height $H_{max} = 15$ cm. The tests presented in the paper were carried out on 3 rectangular samples with dimensions of 50x50x1150 mm, according to the diagram shown in Figure 1.

A view of the test bench during measurement recording is shown in Figure 2.

The pastes were homogenized in a mixer for 10 minutes and immediately put and compacted in molds. The time from the moment of mixing cement and water to the start of the recording of results was an average of 30 minutes. Measurements of displacement were taken at both ends of each sample, according to the diagram in Fig. 1. Displacement registration measurement points comprised of steel pins were centrally embedded in silicone blocks located at the ends of the sample. Such embedding of the measurement points enabled their stabilization during material formation and eliminated possible measurement errors during the registration of displacements. The measurement length of each sample was the distance between the ends of the pins of the measurement points embedded in concrete. The recording of displacements was carried out automatically with a time interval of 300 s, using inductive dial sensors with an accuracy of ± 0.001 mm. The recorded displacements were automatically saved to a database. Linear autogenous shrinkage were calculated according to equation [1] and the diagram in Fig. 3.



Rys. 1. Wizualizacja i geometria próbek badawczych: 1 – próbka; 2 – uszczelnienie zapobiegające utracie wilgoci z folii; 3 – czopik pomiarowy; 4 – elastyczny blok zamykający próbkę; 5 – cyfrowy czujnik indukcyjny; 6 – płaska, śliska podstawa

Fig. 1. Visualization and geometry of tested samples: 1 - sample; 2 – sealing against moisture loss with plastic foil; 3 – measuring pin; 4 – flexible block closing the sample; 5 - digital inductive sensor; 6 – flat, slippery base

liniowego skurczu autogenicznego obliczono wg równania [1] i schematu z rys. 3.

$$\epsilon_{au,i,t} = \frac{\Delta l_{i,1,t} + \Delta l_{i,2,t}}{L_i} \left[\frac{\mu\text{m}}{\text{m}} \right] \quad [1]$$

gdzie:

$\epsilon_{au,i,t}$ – wartość liniowego skurczu autogenicznego *i-tej* próbki liniowej w funkcji czasu *t*, $\mu\text{m}/\text{m}$,

$\Delta l_{i,1,t}$, $\Delta l_{i,2,t}$ – przyrost przemieszczenia *i-tej* próbki w 1 i 2 swobodnym końcu, po upływie czasu *t* względem pierwszego pomiaru, μm ,

L_i – długość pomiarowa *i-tej* próbki prostokątnej, m.

Stanowisko pomiarowe znajdowało się w pomieszczeniu klimatyzowanym o stałej temperaturze otoczenia $21 \pm 2^\circ\text{C}$ i stałej wilgotności względnej powietrza $50 \pm 3\%$.



Rys. 2. Stanowisko pomiarowe podczas testów

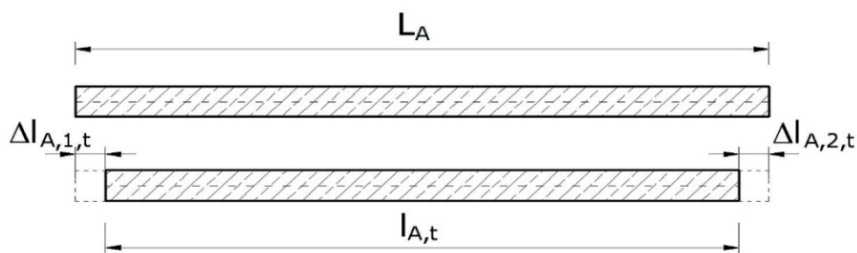
Fig. 2. Measuring stand during tests

3. Wyniki badań

W celu zbadania wpływu rodzaju cementu na odkształcenia autogeniczne w szerokim przedziale stosunku woda/cement, przeprowadzono szereg badań towarzyszących zwiększających potencjał interpretacji wyników. Na rys. 4 przedstawiono wyniki badania konsystencji zaczynów cementowych po 20 min od momentu zmieszania cementu z wodą, natomiast na rys. 5 przedstawiono wyniki czasu wiązania zaczynów cementowych.

Na podstawie wyników badań konsystencji zaczynów można stwierdzić, że zaczyny z cementu hutniczego mają mniejszy rozplływ w przypadku wszystkich badanych stosunków w/c, w porównaniu do zaczynów z cementu portlandzkiego. Mniejszy rozplływ wynika z większej powierzchni właściwej cementu hutniczego, co powoduje jego większą wodozadržność. Rozplływ zaczynów z cementem CEM III/A był mniejszy o ok. 20% dla $w/c = 0,25$ oraz o 37% dla $w/c = 0,5$ w porównaniu do zaczynu z CEM I 42,5R.

Wykonano także badania czasów wiązania w oparciu o metodę PN-EN 196-3, przy zdefiniowanych stosunkach wodno-cementowych. Cement hutniczy miał krótszy początek czasu wiązania w porównaniu do cementu portlandzkiego dla wszystkich badanych



Rys. 3. Model liniowej deformacji próbki betonowej w wyniku skurczu autogenicznego

Fig. 3. Model of linear deformation of a concrete sample as a result of autogenous shrinkage

$$\epsilon_{au,i,t} = \frac{\Delta l_{i,1,t} + \Delta l_{i,2,t}}{L_i} \left[\frac{\mu\text{m}}{\text{m}} \right] \quad [1]$$

where:

$\epsilon_{au,i,t}$ – value of the linear autogenous shrinkage of the *i-th* linear sample as a function of time *t*, $\mu\text{m}/\text{m}$,

$\Delta l_{i,1,t}$, $\Delta l_{i,2,t}$ – increment of the displacement of the *i-th* sample at the 1st and 2nd free ends, after time *t* relative to the first measurement, μm ,

L_i – measuring length of the *i-th* rectangular sample, m.

The test bench was located in an air-conditioned room with a constant ambient temperature of $21 \pm 2^\circ\text{C}$ and a constant relative humidity of $50 \pm 3\%$.

3. Test results

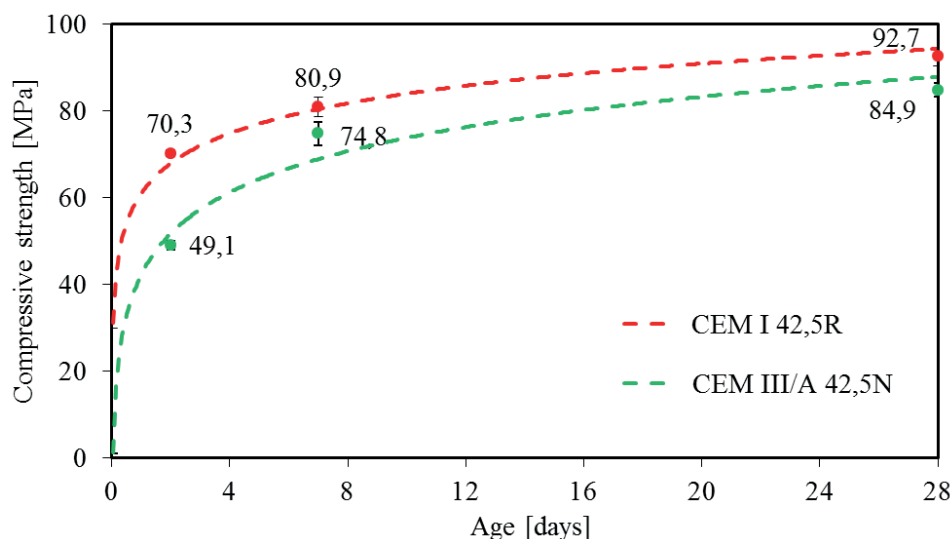
In order to examine the effect of cement type on autogenous deformation over a wide range of water-cement ratio values, a number of accompanying tests were conducted to increase the potential for interpreting the results. Fig. 4 shows the results of testing the consistency of cement pastes 20 min after mixing the cement and water, while Fig. 5 shows the setting time of cement pastes.

Based on the results of the paste consistency tests, it can be concluded that blast furnace cement pastes have a lower slump for all tested w/c ratios, compared to Portland cement pastes. The lower slump is due to the greater specific surface area of blast furnace cement,

stosunków wodno-cementowych. Jest to prawdopodobnie związane z efektem fizycznym, czyli większą powierzchnią właściwą materiału, która wpływa na konsystencję zaczynu, a zatem ma wpływ na zwiększenie oporu stawianego igle aparatu Vicata. Przekłada się to na odczyt wysokości zagłębienia igły, a tym samym na weryfikację czasu wiązania. O faktycznym postępie hydratacji w obu badanych rodzajach zaczynów świadczy czas między końcem a początkiem wiązania, który był dłuższy dla cementu hutniczego w porównaniu do cementu portlandzkiego. Świadczy to o wolniejszym procesie hydratacji spoiwa zawierającego w swoim składzie żużel wielkopieczowy. Jest to związane z efektem rozcieńczenia klinkieru portlandzkiego. Udział klinkieru w CEM I to ok. 90%, natomiast w CEM III/A to maksymalnie 64% - wg PN-EN 197-1. Jeśli część aktywnego klinkieru zostaje zastąpiona mniej aktywnym składnikiem, jakim jest żużel wielkopieczowy to postęp hydratacji jest wolniejszy w początkowym etapie reakcji. Całkowity czas wiązania, między końcem a początkiem, był o ok. 8÷42% dłuższy w przypadku cementu hutniczego. Różnice zależały od wielkości stosunku woda/cement. Zestawienie przebiegu czasu wiązania badanych zaczynów cementowych przedstawia rys. 5

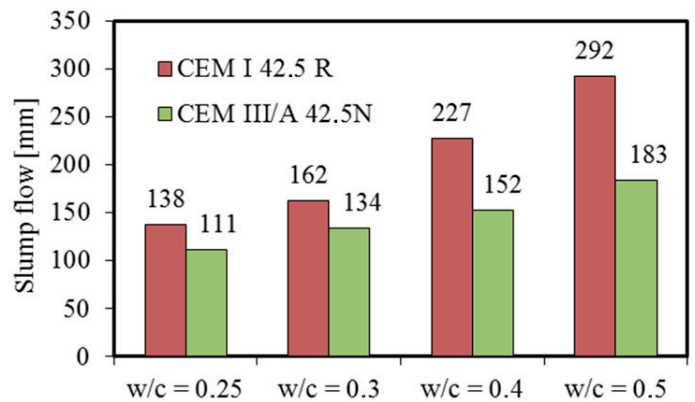
W celu znalezienia korelacji między wielkością skurczu autogenicznego a właściwościami mechanicznymi zaczynów cementowych wykonano badania wytrzymałości na ściskanie zaczynów cementowych o $w/c = 0,25$. Wyniki przedstawiono na rys. 6.

Odształcenia uszczelnionego - bez utraty wilgotności i przechowywanego w stałej temperaturze materiału o matrycy cementowej można opisać za pomocą skurczu chemicznego i skurczu autogenicznego. Skurcz chemiczny to absolutny spadek objętości wynikający z reakcji hydratacji i reakcji pucolanowych w zaczynie. Obejmuje deformację oraz pustki powietrzne w strukturze materiału. Skurcz autogeniczny to pozorny spadek objętości materiału, niepoddanego siłom zewnętrznym. Obejmuje deformację objętości materiału. Przebieg odształceń autogenicznych zaczynów cementowych oparto na modelu przedstawionym na rys. 7 i krzywą z rys. 8. W początkowej fazie hydratacji cementu tzw. fazie plastycznej,



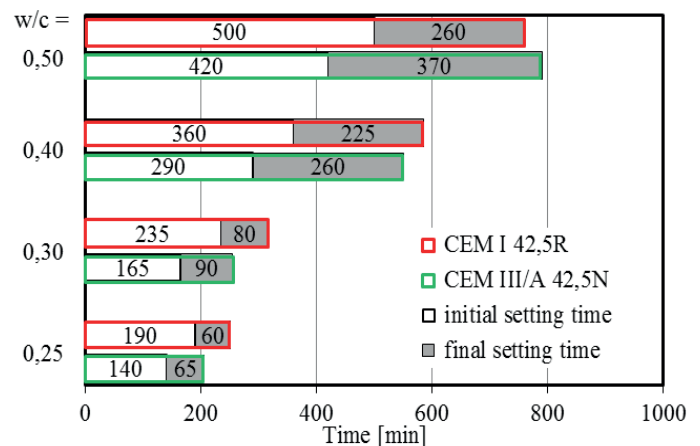
Rys. 6. Przebieg rozwoju wytrzymałości na ściskanie zaczynów cementowych o $w/c = 0,25$

Fig. 6. Development of the compressive strength of cement pastes of $w/c = 0,25$



Rys. 4. Badanie średnicy rozprylu zaczynów za pomocą stolika rozprylu

Fig. 4. Examination of flow diameter of pastes using flow table

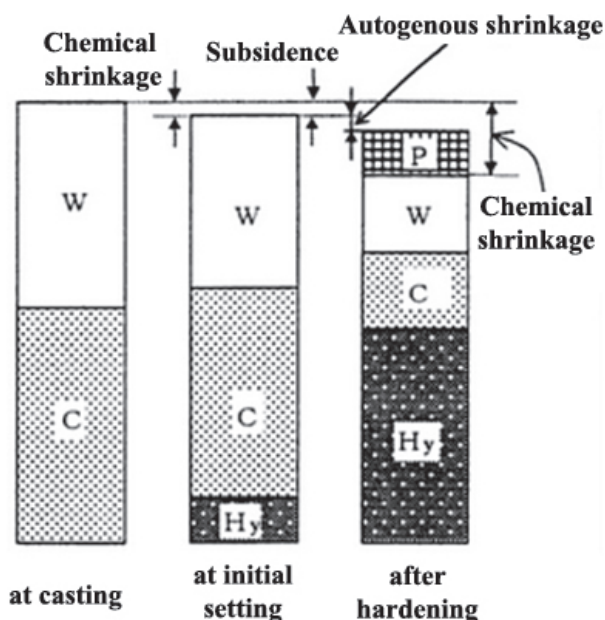


Rys. 5. Czas wiązania zaczynów cementowych dla różnych w/c

Fig. 5. Setting time of cement pastes with different w/c

which increases its water demand. The slump of the paste with CEM III/A cement was about 20% lower for $w/c = 0,25$ and 37% lower for $w/c = 0,5$ compared to the paste with CEM I 42.5R.

Also, setting time tests were performed based on the PN-EN 196-3 method, with defined water-cement ratios. The blast furnace cement exhibited a shorter initial setting time compared to the Portland cement for all water-cement ratios tested. This is presumably due to a physical effect, i.e. the greater specific surface area of the material, which affects the consistency of the paste and thus has the effect of increasing the resistance to the Vicat needle. This translates into a reading of the height of the needle's plunge, and thus a verification of the setting time measurement. The actual progress of hydration in the two types of paste tested is reflected in the time between the initial and final setting time, which was longer for the blast furnace cement compared to the Portland cement. This



Rys. 7. Model rozwoju skurczu chemicznego i autogenicznego w zaczynie cementowym; oznaczenia: W – woda, C – niezhydratyzowany cement, Hy – produkty hydratacji, P – puste przestrzenie powstałe w wyniku hydratacji (15)

Fig. 7. Model of development of chemical and autogenous shrinkage in cement paste; W - water, C - non-hydrated cement, Hy - hydration products, P - voids resulting from hydration (15)

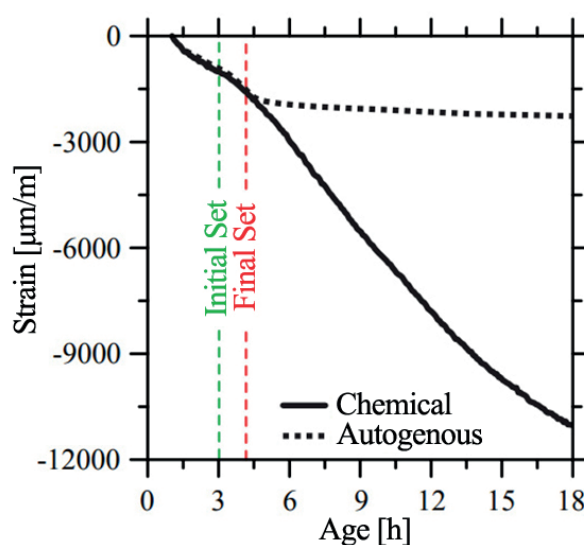
zaczyn nie ma rosnącej wytrzymałości mechanicznej. Charakterystyczne „osiadanie” wynika z faktu, że materiał jest plastyczny i podatny na zmiany objętości. Ponadto ma zmienną porowatość w stanie świeżym bez określonego kształtu porów. W tym okresie mierzony skurcz jest wypadkową skurczu chemicznego i autogenicznego, których nie da się rozróżnić. Przyspieszenie przyrostu odkształceń następuje w fazie semi-plastycznej wraz z postępem wiązania spoiwa. Przebieg oraz szybkość wzrostu odkształceń są związane z rystalizacją produktów hydratacji takich jak faza C-S-H, wodorotlenku wapnia oraz uwodnionych siarczanoglinianów wapnia, w tym ettringit i monosulfat o zróżnicowanym ciśnieniu krystalizacji - strącania. Postęp reakcji układu i tworzenie się matrycy cementowej, która jest w stanie przetranszować naprężenia, powoduje, że skurcz chemiczny zaczyna przeważać nad skurczem autogenicznym. Wynika to z tworzenia się pustek w układzie, czyli zachodzeniem zjawiska samoosuszania. W tym momencie obserwowane jest znaczne zróżnicowanie rozwoju skurczu chemicznego i autogenicznego, co jest charakterystyczne dla zakończenia procesu wiązania spoiwa, oznaczonego za pomocą aparatu Vicata. Od tego momentu następuje rozwój deformacji materiału posiadającego sztywną matrycę o określonych właściwościach mechanicznych.

Na rys. 9 przedstawiono zarejestrowany przebieg odkształceń zaczynu cementowego z CEM I 42,5R o $w/c = 0,25$, od momentu zaformowania do 28 dnia dojrzewania. Zestawienie odkształceń wykonano dla 3 próbek wraz z przebiegiem wypadkowym - linia przerywana. Słupki błędów opisano maksymalnym i minimalnym odkształceniem uzyskanym dla 3 próbek badawczych. Słupki

indicating a slower hydration process of the binder which contains blast furnace slag in its composition. This is related to the dilution effect of Portland clinker. The proportion of clinker in CEM I is about 90%, while in CEM III/A it is a maximum of 64% - acc. to PN-EN 197-1. If part of the active clinker is replaced with a less active component such as blast furnace slag then hydration progress is slower in the initial stage of the reaction. The total setting time, between initial and final setting time, was about 8+42% longer for the blast furnace cement. The differences were dependent on the value of the water-cement ratio. A summary of the course of the setting time of the tested cement pastes is shown in Figure 5.

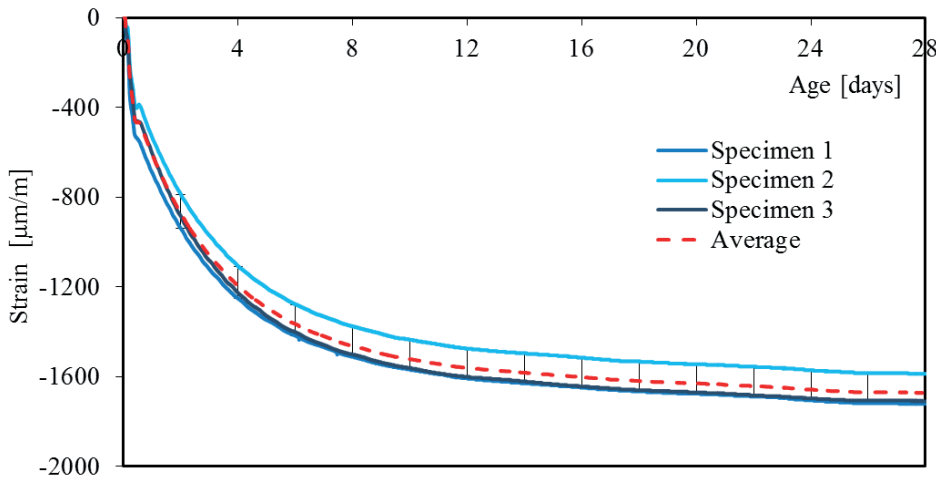
Compressive strength tests were performed for the cement pastes with $w/c = 0.25$ to find a correlation between the amount of autogenous shrinkage and the mechanical properties of the cement pastes. The results are presented in Fig. 6.

The deformation of a cementitious matrix material that is sealed - without moisture loss and stored at a constant temperature can be described by chemical and autogenous shrinkage. Chemical shrinkage is the absolute drop in volume resulting from hydration and pozzolanic reactions in the paste. It involves deformation and air voids in the structure of the material. Autogenous shrinkage is the apparent drop in volume of a material not subjected to external forces. It involves deformation of the material volume. The waveform of autogenous deformation of the cement pastes was based on the model presented in Fig. 7 and the curve in Fig. 8. In the initial phase of cement hydration, the so-called plastic phase, the paste has no significant mechanical strength. The characteristic “settling” is a result of the fact that the material is deformable plastically and susceptible to changes in volume. In addition, it has variable porosity in the fresh state without a defined pore shape. At this stage, the observed shrinkage is the resultant of chemical and autogenous shrinkage, which cannot be distinguished. Acceleration of deformation growth occurs in the semi-plastic phase along



Rys. 8. Przebieg skurczu chemicznego i autogenicznego w zaczynie cementowym o $w/c = 0,3$ (20)

Fig. 8. The course of chemical and autogenous shrinkage in cement paste of $w/c = 0.3$ (20)



Rys. 9. Charakter zbieżności pomiarowej odkształceń 3 próbek zaczynu cementowego CEM I 42,5R o $w/c = 0,25$

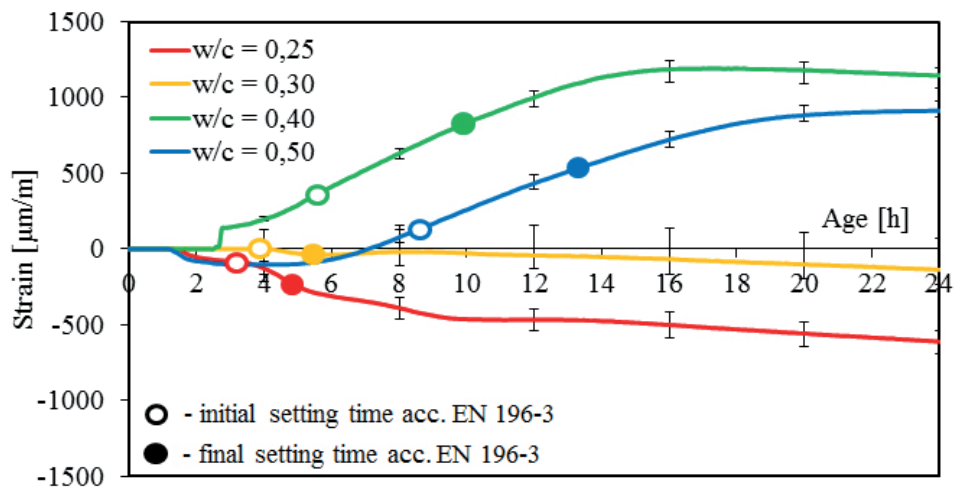
Fig. 9. The nature of the measurement convergence of deformations of 3 samples of cement paste made of CEM I 42.5R with $w/c = 0.25$

przedstawiono dla pomiarów w dniach parzystych. Wyniki wskazują na dobrą powtarzalność zastosowanej metody pomiarowej i mały współczynnik zmienności, który w 28 dniu wyniósł 4,45%.

Wszystkie zbadane odkształcenia są średnimi wartościami z 3 próbek zaczynów o tym samym składzie. Na rys. 10 i 11, przedstawiono przebieg odkształceń wraz z zaznaczonymi początkiem i końcem czasu wiązania zaczynów z cementów CEM I 42,5R i CEM III/A 42,5N. Analiza obejmuje rozwój odkształceń od momentu zmieszania cementu z wodą do 24 godzin hydratacji.

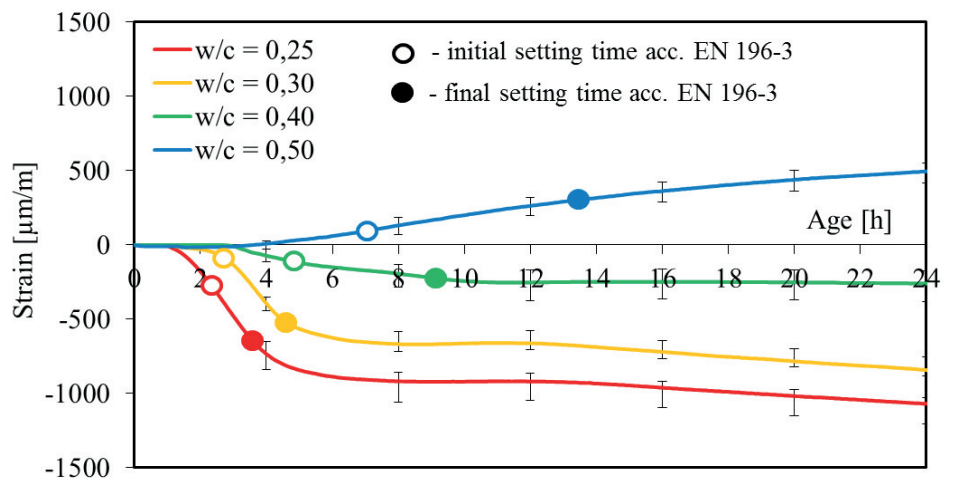
Zestawienie mierzonych przebiegów odkształceń wraz z początkiem i końcem wiązania pokazuje pewne tendencje. Ekspansja, zwana też pęcznieniem, rejestrowana dla zaczynów z CEM I 42,5R o $w/c = 0,4$ i $0,5$ oraz zaczynu z CEM III/A 42,5N o $w/c = 0,5$ prawdopodobnie jest związana z dwoma czynnikami. Pierwszy z nich wynika ze zwiększenia objętości na skutek absorbowania wody przez żel cementowy - fazę C-S-H. Większa dostępność wody dla stosunków $w/c = 0,4$ i $0,5$ powodowała większe pęcznienie żelu. Dodatkowym czynnikiem wpływającym na pęcznienie może być deformacja próbki związana z sedymentacją ziaren cementu oraz zjawiskiem bleedingu. Czyli wypływaniem wody o niższej gęstości na powierzchnię. Skutkiem opisanego zjawiska było więc oddziaływanie fizyczne (16). W związku

with the progress of binder setting. The course and the rate of increase in deformation are related to the precipitation of hydration products such as C-S-H phase, calcium hydroxide and hydrated calcium sulfoaluminates, including ettringite and monosulfate with varying crystallization - precipitation pressures. The progress of the system reaction and the formation of a cementitious matrix that is able to transmit stresses causes the chemical shrinkage to begin to outweigh autogenous shrinkage. This is due to the formation of pore spaces in the system, namely the occurrence of the phenomenon of self-drying. Significant variation in the development of chemical and autogenous shrinkage is observed at this point, which is typical



Rys. 10. Rozwój odkształceń zaczynów cementowych z CEM I 42,5R w okresie pierwszych 24 godzin hydratacji

Fig. 10. Development of deformation of CEM I 42.5R pastes during the first 24 hours of hydration



Rys. 11. Rozwój odkształceń w zaczynach cementowych z CEM III/A 42,5N w okresie pierwszych 24 godzin hydratacji

Fig. 11. Development of deformation in CEM III/A 42.5N cement pastes during the first 24 hours of hydration

z zabezpieczeniem próbek przed odparowaniem, wody była ona dostępna dla reakcji w całym czasie hydratacji. Dlatego rozwój skurczu w badanych materiałach był efektem hydratacji cementów dla założonych stosunków woda/cement. Dla pozostałych próbek o niższym w/c, początek czasu wiązania pokrywa się z rozpoczęciem bardziej dynamicznego rozwoju skurczu materiału. Koniec czasu wiązania pokrywa się z zahamowaniem dynamicznego rozwoju deformacji wewnętrznych, ze względu na zmianę stanu skupienia materiału, tj. przejście ze stanu plastycznego w stan stały. Odształcenia stabilizują się po zakończeniu wiązania z powodu powstawania stabilnej mikrostruktury, wynikającej z powstawania hydraulicznych produktów hydratacji, głównie fazy C-S-H i innych produktów hydratacji [Ca(OH)₂, ettringit, monosiarczan]. Od tego momentu może wystąpić stabilizacja odształceń autogenicznych dla materiału nasyconego wodą lub rozwój skurczu autogenicznego w wyniku deficytu wody związanego ze zmianą ciśnienia kapilarnego w porach. W przypadku zaczynu CEM I 42,5R i w/c = 0,3, nie notowano zmian typowych dla deficytu wody zarobowej w czasie wiązania. Z kolei zaczynu o w/c = 0,25, z najszybszym i najkrótszym czasem wiązania, wykazuje deficyt wody co powoduje dynamiczny rozwój skurczu autogenicznego w fazie stałej. Zaczyny wykazują większy skurcz autogenicznym wraz z obniżeniem stosunku w/c. O przebiegu odształceń zaczynów z CEM III/A decydują zarówno większa powierzchnia właściwa jak również występowanie w żuźlu fazy szklistej, która ma bezpośredni wpływ na jego aktywność. Stopień przereagowania CEM III/A w porównaniu z CEM I jest mniejszy w początkowym stadium hydratacji, co wynika z efektu rozcieńczenia klinkieru. Ziarna żuźla wielkopieczowego reagują wolniej w porównaniu do ziaren klinkieru portlandzkiego, co oznacza, że szybkość tworzenia produktów hydratacji w cemencie hutniczym jest mniejsza. W początkowym okresie hydratacji cementów CEM III/A udział wody niezwiązanej chemicznie jest większy co przekłada się na większą porowatość kapilarną. Występowanie większej ilości porów kapilarnych powoduje większy rozwój odształceń skurczowych przy stałym ciśnieniu kapilarnym.

Wypadkowy skurcz we wczesnym okresie hydratacji zależy również od hydratacji glinianu trójwapniowego w obecności jonów siarczanowych. Reakcja przebiega z powstawaniem ettringitu, którego ciśnienie krystalizacji powoduje zwiększenie objętości o 132%. Ekspansja wywołana powstawaniem ettringitu może być nieregulowana lub powodować częściowo kompensację skurczu rejestrowanego w trakcie badania. W cementach ekspansywnych - np. cementy wapniowo siarczanoglinianowe CSA o dużej zawartości siarczanu wapnia] przy większych ilościach może doprowadzić do występowania zjawiska pęcznienia. Większa zawartość C₃A wiąże się z powstaniem większej ilości ettringitu, który może powodować zmniejszenie skurczu. Zjawisko minimalnej kompensacji skurczu może być również związane z krystalizacją i wzrostem dużych kryształów portlandytu – produktu hydratacji krzemianów wapnia wchodzących w skład klinkieru portlandzkiego. Krótkotrwałe ograniczenie rozwoju skurczu lub minimalne pęcznienie jest obserwowane blisko zakończenia czasu wiązania dla zaczynu z CEM I 42,5R o w/c = 0,25 [9-14h] - rys. 10 i dla zaczynu z CEM III/A 42,5N o w/c = 0,25 i 0,3 [7-12h] – rys. 11.

for termination of the binder setting process - determined with the Vicat's instrument. Since this period the development of deformation of the material having a rigid matrix with certain mechanical properties takes place.

Fig. 9 illustrates the recorded course of deformation of the cement paste made of CEM I 42.5R with w/c = 0.25, from the time of molding to the 28th day of maturation. A summary of deformation was made for 3 samples along with the resultant wave form - dashed line. The error bars are defined by the maximum and minimum strain values obtained from 3 test samples. The bars are shown for measurements on even days. The results indicate a good repeatability of the measurement method used and a low coefficient of variation, which on the 28th day amounted to 4.45%.

All deformation tested are averages of 3 paste samples of the same composition. The course of deformation is shown in Figs. 10 and 11, with the initial and final setting times of the pastes with CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N cements marked. The analysis involves the development of deformation from the moment the cement is mixed with water until 24 hours of hydration.

The juxtaposition of the measured deformation courses along with the initial and final setting times shows certain tendencies. Expansion, also called swelling, recorded for the CEM I 42.5R pastes with w/c = 0.4 and 0.5 and CEM III/A 42.5N pastes with w/c = 0.5 is probably related to two factors. The first is due to the increase in volume due to the absorption of water by the cement gel - C-S-H phase. Greater water availability for w/c = 0.4 and 0.5 ratios resulted in greater swelling of the gel. An additional factor influencing of the swelling may be the deformation of the sample related to the sedimentation of cement grains and the phenomenon of bleeding, i.e. the flow of water with a lower density to the surface. The effect of the described phenomenon was therefore a physical impact (16). Due to the protection of the samples against evaporation, water was available for the reaction throughout the hydration time, therefore the development of shrinkage in the tested materials was the effect of cement hydration for the assumed water/cement ratios. For other samples with lower w/c, the initial setting time coincides with the start of the more dynamic development of shrinkage. The final setting time is coincident with the inhibition of the dynamic development of internal deformation, given the change in the state of aggregation of the material, i.e. the transition from the plastic to the solid state. The deformation stabilizes after setting is finished due to the building of a stable microstructure resulting from the presence of hydraulic hydration products, mainly the C-S-H phase and other hydration products - Ca(OH)₂, ettringite, monosulfate. From this point on, autogenous deformation may stabilize for the water-saturated material or autogenous shrinkage may develop as a result of the water deficit associated with the change in capillary pressure in the pores. In the case of the CEM I 42.5R and w/c = 0.3 paste, no changes typical of a deficit of mixing water were recorded during setting. On the other hand, the paste having w/c = 0.25, with the fastest and shortest setting time, shows a deficit of water which causes a dynamic development of autogenous shrinkage in the solid phase. The pastes have the increased au-

Kolejnym czynnikiem mogącym wpłynąć na skurcz autogeniczny jest rozszerzalność termiczna, która wynika z egzotermicznej reakcji cementu z wodą. Ciepło hydratacji cementu CEM I jest większe w porównaniu do CEM III/A.

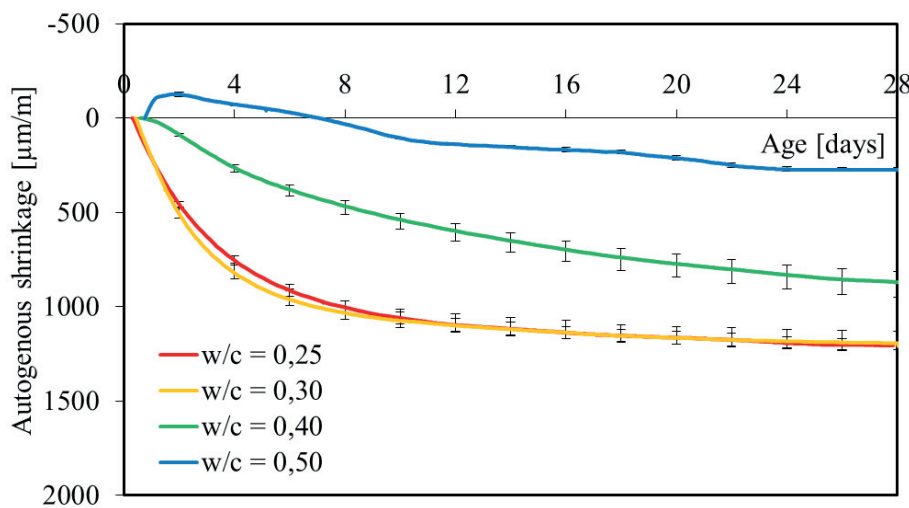
W związku z kontrowersjami dotyczącymi rozróżnienia rodzaju skurczu, jego rejestracji w początkowym czasie hydratacji, jak również w celu oceny trwałości i podatności na pękanie kompozytu cementowego, analiza rozwoju skurczu autogenicznego powinna obejmować okres od zakończenia czasu wiązania do min. 28-go dnia dojrzewania. Zalecenie to, jest zgodne z wytycznymi ACI Committee 236 (20) i Technical Committee of the Japanese Concrete Institute (21). Odształcenia rejestrowane w okresie od zaformowania próbek do zakończenia wiązania spoiwa powinny zostać zignorowane (22). Zakończenie procesu wiązania było oznaczone z wykorzystaniem automatycznego aparatu Vicata i pokryło się z punktem przegięcia [ang. knee-point] rozwoju odształceń w okresie początkowych 24h (23). Taka analiza jest

togenous shrinkage with a decrease in the w/c ratio. The course of deformation of the pastes with CEM III/A is determined by both the larger specific surface area and the presence of the glass phase in the slag, which has a direct effect on its activity. The degree of reaction of CEM III/A compared to CEM I is lower at the initial stage of the hydration, which is due to the „dilution effect” of the clinker. The grains of blast furnace slag react at a slower rate compared to the grains of Portland clinker, which means that the rate of formation of hydration products in blast furnace cement is lower. In the initial stage of the hydration of the CEM III/A cements, the share of chemically unbound water is higher, which translates into higher capillary porosity. The existence of a larger number of capillary pores results in greater development of shrinkage deformation at constant capillary pressure.

The resultant shrinkage in the early stage of hydration also depends on the hydration of tricalcium aluminate in the presence of sulfate ions. The reaction takes place with the formation of ettringite,

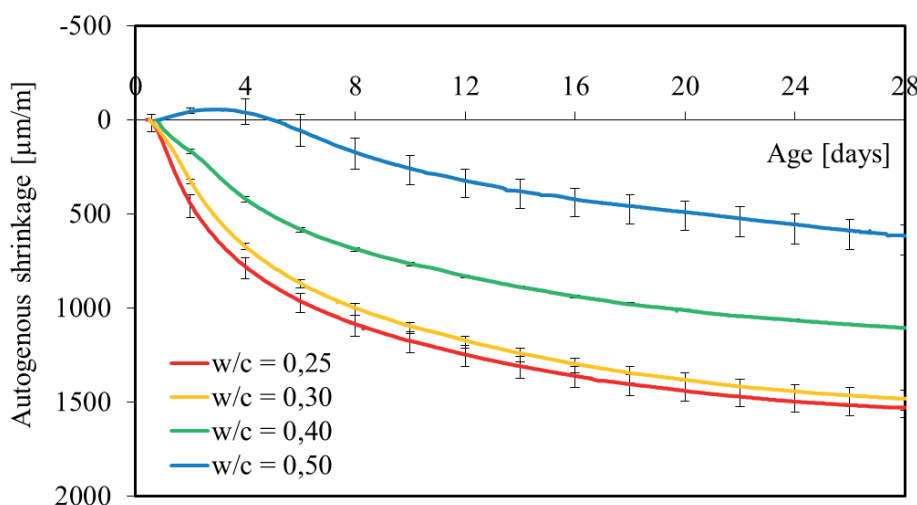
whose crystallization pressure causes an increase of volume of 132%. Expansion induced by the formation of ettringite may be unrecordable or results in the partial compensation of the shrinkage recorded during the test. In expansive cements, e.g., calcium sulfoaluminate CSA cements with a high calcium sulfate content, it can lead to the occurrence of swelling phenomenon. Higher content of C_3A are associated with the formation of higher quantity of ettringite, which can cause reduced shrinkage. The phenomenon of minimal shrinkage compensation may also be related to the formation and growth of large crystals of portlandite – a hydration product of calcium silicates from Portland clinker. A brief reduction in the development of shrinkage or minimal swelling can be appeared near the end of the setting time for the paste of CEM I 42.5R having w/c = 0.25 [9-14h] – Fig. 10 and for the paste with CEM III/A 42.5N having w/c = 0.25 and 0.3 [7-12h] – Fig. 11. Another factor that can influence autogenous shrinkage is the thermal expansion, which is caused by the exothermic reaction of cement with water. The hydration heat of the CEM I cement is higher compared to CEM III/A.

With regard to the controversy over the distinguishing of the type of shrinkage, its recording at the initial time of the hydration, as well as to assess the durability and susceptibility to cracking of the cement composite, the analysis of the development of the autogenous shrinkage should



Rys. 12. Rozwój skurczu autogenicznego w zaczynach cementowych z CEM I 42,5R w okresie do 28 dni

Fig. 12. Development of autogenous shrinkage of cement pastes made of CEM I 42.5R for up to 28 days



Rys. 13. Rozwój skurczu autogenicznego w zaczynach cementowych z CEM III/A 42,5N w okresie 28 dni

Fig. 13. Development of autogenous shrinkage in cement pastes with CEM III/A 42.5N over 28 days

wykorzystywany w mechanice pęknięcia w celu interpretacji podatności na mikrozarzysowania sztywnego szkieletu materiałowego pod wpływem ograniczenia skurczu autogenicznego przez sztywne ośrodki materiałowe (16, 20).

Odpowiednio na rys. 12 i 13 przedstawiono analizę rozwoju skurczu autogenicznego dla zaczynów z cementów CEM I 42,5 R i CEM III/A 42,5N pod wpływem zmiany stosunku w/c, w okresie od zakończenia czasu wiązania do 28 dnia dojrzewania. W tablicy 2 porównano procentowy przyrost skurczu autogenicznego badanych zaczynów względem wartości 28-dniowej.

Najbardziej dynamiczny rozwój skurczu autogenicznego występuje w momencie, gdy zaczyna brakować wody w układzie. Do mechanizmów generujących skurcz autogeniczny, w matrycy cementowej można zaliczyć: napięcie powierzchniowe roztworu cieczy w porach i napięcie powstające na granicy faz ciecz-ciało stałe. Jednakże dominującym mechanizmem wpływającym na skurcz autogeniczny jest rozwój napięcia kapilarnego na granicy ciecz-gaz w porach. W mikrostrukturze stwardniałego zaczynu cementowego, kiedy zaczyna ubywać wody w kapilarach następuje spadek wilgotności względnej na skutek zachodzenia reakcji chemicznych, skutkujący tym, że w układzie powstają pory wypełnione parą wodną. Aby utrzymać stan równowagi wilgotnościowej w kontakcie z wodą, w wyniku działania napięcia powierzchniowego tworzą się meniski wodne, co prowadzi do powstania ciśnienia kapilarnego (16). Zjawisko prowadzi do wzrostu napięcia kapilarnego wraz ze zmniejszaniem się promieni menisków zgodnie z prawem Younga-Laplace'a i z równaniem Kelvina związanym ze spadkiem wilgotności względnej pary nasyconej. W wyniku oddziaływania ciśnienia kapilarnego powstają naprężenia rozciągające, które są równoważone przez naprężenia ściskające ciał stałych. Naprężenia ściskające występujące w porach kapilarnych powodują zmniejszenie ich przekroju i zbliżenie się do siebie składników zaczynu. Prowadzi to do mikrostrukturalnego spadku objętości zaczynu cementowego, czyli skurczu autogenicznego. Skurcz autogeniczny głównie zależy od stosunku wody do cementu ze względu na wpływ zmniejszenia wilgotności względnej w matrycy. W kompozytach cementowych o małym stosunku w/c skurcz rozwija się szybciej i może osiągnąć ostateczną wartość już we

cover the period from the end of the setting time until at least 28 days of maturation. This recommendation is in line with ACI Committee 236 (20) and Technical Committee of the Japanese Concrete Institute (21). The deformation recorded during the period from the molding of the samples to the end of the binder setting should be ignored (22). The ending of the setting process was determined using an automatic Vicat's instrument and coincided with the knee-point of deformation development during the first 24 hours (23). This type of analysis is employed in fracture mechanics to interpret the susceptibility to microcracking of a rigid material frame as influenced by the reduction of autogenous shrinkage by rigid material media (16, 24).

Figs 12 and 13, respectively, illustrate the analysis of the development of autogenous shrinkage for the CEM I 42.5 R and CEM III/A 42.5N pastes as influenced by the change in the w/c ratio, during the period from the final setting time to the 28th day of curing. Table 2 benchmarks the percentage increase in autogenous shrinkage of the tested pastes as regards of the 28-day value.

The most dynamic development of autogenous shrinkage is when water is missing in the system. The mechanisms producing autogenous shrinkage, in a cementitious matrix, would include: the surface tension of the pore solution and the tension arising at the liquid-solid interface. Nevertheless, the dominant mechanism influencing the value of autogenous shrinkage is the development of capillary tension at the liquid-gas interface in the pores. In the microstructure of hardened cement paste, as the amount of water in the capillaries begins to decrease, there is a drop in relative humidity due to the occurrence of chemical reactions, resulting in gas-filled pores in the system. In order to maintain a state of moisture equilibrium at the water-gas interface, water menisci are developing as a result of surface tension, leading to the capillary pressure (16). The phenomenon results in an increase in capillary tension with decreasing meniscus radii according to the Young-Laplace equation and the Kelvin equation related to the decrease in the relative humidity of saturated vapor. Tensile stresses are generated as a result of capillary pressure, and these are balanced by the compressive stresses of the solids. Compressive stresses present in capillary pores reduce their cross-sectional area and

Tablica 2 / Table 2

ROZWÓJ ODKSZTAŁCEŃ AUTOGENICZNYCH WZGLĘDEM WARTOŚCI 28-DNIOWEJ DANEGO ZACZYNU

DEVELOPMENT OF AUTOGENOUS DEFORMATIONS IN RELATION TO THE 28-DAY VALUE OF A GIVEN PASTE

Wiek. dni Age. days	CEM I 42.5R				CEM III/A 42.5N			
	w/c=0.25	w/c=0.30	w/c=0.40	w/c=0.50	w/c=0.25	w/c=0.30	w/c=0.40	w/c=0.50
1	17.5%	17.2%	1.5%	-28.2%	7.9%	5.6%	4.3%	-0.9%
2	37.7%	42.2%	10.0%	-46.2%	29.2%	21.9%	15.0%	-7.2%
3	51.7%	57.8%	20.9%	-34.8%	42.1%	35.7%	26.9%	-8.9%
5	69.5%	75.1%	37.5%	-19.2%	57.6%	52.9%	46.2%	-3.2%
7	79.4%	83.2%	48.9%	-0.4%	67.3%	63.4%	57.8%	19.2%
14	92.0%	92.5%	74.8%	56.0%	85.6%	83.8%	80.5%	61.5%
28	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%	100.0%

wczesnym okresie hydratacji. W przypadku kompozytów o dużym współczynniku w/c rozwój skurczu autogenicznego następuje później ze względu na wydłużenie stanu nasycenia wodą w układzie.

W przypadku cementu hutniczego wpływ skurczu chemicznego na wartość rejestrowanego skurczu może być przesunięty w czasie, ze względu na wolniejszą hydratację żuźla. Żużel wielkopieczowy zaliczany jest do materiałów o utajonych właściwościach hydraulicznych ze względu na zawartość w jego składzie CaO. Głównym składnikiem żuźla są również aktywne tlenki krzemu i glinu w postaci szklistej, które reagują z jonami wapniowymi z powstawaniem dodatkowych ilości fazy C-S-H i C-A-S-H, co można zaliczyć do tzw. reakcji pozołanowej, której postęp jest widoczny w późniejszym okresie hydratacji cementów hutniczych. Z tego powodu po długim czasie dojrzewania kompozyty z CEM III mogą osiągać większe wytrzymałości niż kompozyty z CEM I.

Analizy przedstawione na rys. 12, 13 i w tablicy 2 pozwalają zauważyć, że w początkowym etapie hydratacji, do 3 dni, dynamika rozwoju skurczu autogenicznego jest największa dla zaczynów o $w/c \leq 0,30$ zarówno dla CEM I 42,5R jak i dla CEM III/A 42,5N. Zastosowanie dużego stosunku $w/c = 0,5$ w zaczynach powoduje segregację z powodu zbyt ciekłej konsystencji i wystąpienie zjawiska bleedingu. Ilość wody do hydratacji jest tak duża, że stopień przereagowania układu jest większy, dlatego najmniejszą dynamikę i końcową wartość skurczu obserwowano dla $w/c = 0,5$. W zaczynach z cementem hutniczym skurcz jest pochodną wzrostu ciśnienia kapilarnego spowodowanego brakiem wody w porach, mniejszą wielkością porów oraz reakcją żuźla (10). Z kolei w zaczynach z cementu portlandzkiego, zwiększanie się skurczu jest wynikiem wzrostu ciśnienia kapilarnego od deficytu cieczy w porach wywołanego ciągłą i bardziej dynamiczną w początkowym stadium hydratacją cementu (25). Dlatego w początkowym okresie twardnienia w ciągu 1-3 dni, można stwierdzić większą dynamikę rozwoju skurczu autogenicznego w zaczynach z cementem portlandzkim. W późniejszym okresie twardnienia zaczynu, między 7 a 28 dniem hydratacji występuje stabilizacja odkształceń. Zachodzi ona szybciej w zaczynach z CEM I 42,5R, powodując finalnie mniejszy skurcz autogeniczny w porównaniu do zaczynów z CEM III/A. Większy rozwój rejestrowanego skurczu autogenicznego w zaczynach z cementu hutniczego jest spowodowany rozpoczęciem hydratacji żuźla oraz drobniejszą mikrostrukturą porów kapilarnych. Z tego powodu odkształcenia skurczowe rejestrowane po 28 dniach są większe dla CEM III/A w porównaniu do CEM I. Przyrost skurczu autogenicznego zaczynów z cementu hutniczego do zaczynów z cementem portlandzkim przedstawia Tablica 3.

Na podstawie analizy danych na rys. 12, 13, można stwierdzić, że wzrost zawartości wody powoduje zmniejszenie skurczu autogenicznego w okresie twardnienia bez względu na zastosowany rodzaj cementu. Zgodnie z tablicą 3, zastosowanie cementu hutniczego odpowiada za zwiększenie wartości skurczu autogenicznego o ponad 20% przy określonym stosunku w/c po dłuższym czasie hydratacji - po 28 dniach dojrzewania. Dla wszystkich analizowanych zaczynów cementowych współczynnik zmienności mieścił się

bring the components of the paste closer together. This results in a microstructural decrease in the volume of the cement paste, that is, autogenous shrinkage. Autogenous shrinkage is strongly dependent of the ratio of water to cement as a result of the effect of lowering the relative humidity in the matrix. In cementitious composites with a low w/c ratio, shrinkage unfolds more rapidly and can reach its final value at an early stage of hydration. In the case of the composites with a high w/c ratio, the development of autogenous shrinkage takes place later due to the extension of the water-saturated state within the system.

In the case of the blast furnace cement, the effect of chemical shrinkage on the value of recorded shrinkage may be time-shifted, due to the slower hydration of the slag. The blast furnace slag is classified as a material with latent hydraulic properties due to the relatively high content of CaO. The main components of the slag are also the active silicon and aluminum oxides in a glass form, which react with calcium ions to form additional amounts of C-S-H and C-A-S-H phases, which is characteristic of the so-called pozzolanic reaction, the progress of which is visible at a later time of hydration of blast furnace cements. For this reason, after a long curing time, composites with CEM III can achieve higher strengths than composites made of CEM I cement.

The analyses presented in Figs. 12, 13 and Table 2 reveal that in the initial stage of hydration, up to 3 days, the dynamics of autogenous shrinkage development is greatest for the pastes with $w/c \leq 0.30$ for both CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N. The use of the high $w/c = 0.5$ ratio in the pastes results in the segregation of the paste, and the occurrence of bleeding. The amount of water for hydration is so large that the degree of reaction of the system is even greater, so the lowest dynamics and final shrinkage value were observed for $w/c = 0.5$. In the blast furnace cement pastes, shrinkage is derived from an increase in capillary pressure resulting from pore solution deficit, finer pore structure, and slag hydration (10).

In the Portland cement pastes, on the other hand, the increase in shrinkage is a result of the increase in capillary pressure from the fluid deficit in the pores caused by the continuous and more dynamic hydration of the cement at the initial stage (25). Thus, in the initial stage of hardening over a period of 1-3 days, a greater dynamics of the development of autogenous shrinkage can be observed in the pastes of Portland cement. In the later stage of paste hardening, between 7 and 28 days of hydration, stabilization of deformation is observed. It is more rapid in the pastes of CEM I 42.5R, ultimately resulting in a lower autogenous shrinkage value compared to the pastes with CEM III/A. The larger development of the recorded autogenous shrinkage in the pastes with blast furnace cement is due to the onset of the slag reaction and the finer structure of the capillary pores. This is why the shrinkage deformation recorded after 28 days is greater for CEM III/A compared to CEM I. The increase in the value of autogenous shrinkage of blast furnace cement pastes compared to pastes made of Portland cement is shown in Table 3.

Tablica 3 / Table 3

PRZYROST SKURCZU AUTOGENICZNEGO ZACZYNU Z CEMENTU HUTNICZEGO DO ZACZYNU Z CEMENTU PORTLANDZKIEGO W DANYM MOMENCIE DOJRZEWANIA.

THE INCREASE OF THE VALUE OF AUTOGENOUS SHRINKAGE OF BLAST FURNACE CEMENT PASTES COMPARED TO THE PASTES MADE OF PORTLAND CEMENT

Wiek, dni Age, days	w/c=0.25	w/c=0.30	w/c=0.40	w/c=0.50
1	-42.9%	-60.0%	271.9%	-92.8%
2	-2.6%	-36.3%	90.3%	-64.7%
3	2.6%	-24.1%	63.5%	-42.6%
5	4.3%	-13.4%	56.4%	-99.8%
7	6.7%	-6.3%	50.3%	>300%
14	17.2%	11.5%	36.7%	147.4%
28	25.9%	22.9%	27.1%	125.4%

w zakresie od 0,9% dla zaczynu CEM III/A o w/c = 0,4 do 16,1% dla zaczynu CEM III/A o w/c = 0,50 w 28 dniu badania.

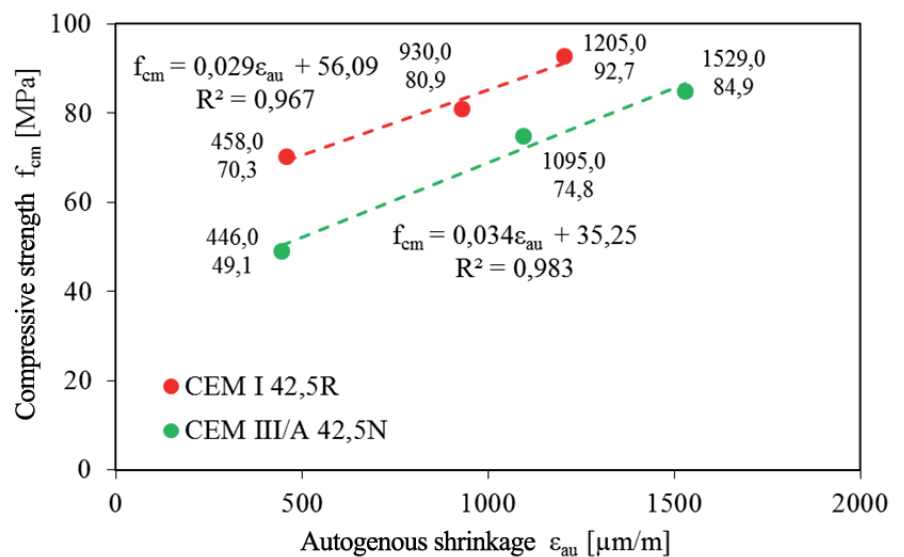
Badania Roy i Idorna (26) potwierdziły, że zaczyn cementowy z dodatkiem żużla wielkopieczowego ma większy udział drobniejszych porów i mniejszy udział porów o większych wymiarach, co ma korzystny wpływ na szczelność matrycy i strefy kontaktowej zaczyn-kruszywo. Wykazano, że przepuszczalność zaczynu z żużlem wielkopieczowym jest mniejsza w porównaniu do zaczynu z cementem portlandzkim, szczególnie w późnym czasie dojrzewania. Natomiast badania Lury (10) udowodniły, że objętość porów żelowych wzrasta wraz ze wzrostem udziału fazy C-S-H i C-A-S-H, natomiast objętość porów kapilarnych jest niższa w zaczynach z cementu hutniczego. Dlatego poza skurczem chemicznym w trakcie rejestracji zmian liniowych w późniejszym czasie duże znaczenie ma skurcz autogeniczny.

Zbadano zależność wytrzymałości na ściskanie od wartości skurczu autogenicznego po 2, 7 i 28 dniach dojrzewania dla zaczynów cementowych z CEM I 42,5R i CEM III/A 42,5N o stosunku w/c = 0,25 i największym skurczu. Na rys. 14 pokazano średnią wytrzymałość na ściskanie z odpowiadającymi w tych dniach średnimi wartościami rejestrowanych odkształceń. Wykresy przedstawiają liniową zależność skurczu od wytrzymałości na ściskanie. Analizując funkcje liniowe regresji z punktów pomiarowych można stwierdzić, że współczynniki kierunkowe funkcji $f(\epsilon_{au}/f_{cm})$ obu zaczynów są zbliżone. Na tej podstawie stwierdzono, że zaczyny mają zbliżoną dynamiką rozwoju zależności obu parametrów. Natomiast zaczyn z cementem portlandzkim osiąga większą wytrzymałość przy mniejszym skurczu autogenicznym, a zaczyn z cementu hutniczego mniejszą wytrzymałość przy większym skurczu autogenicznym.

From analyzing the data in Figures 12, 13 and Table 3, it can be noted that an increase in water content results in a decrease in autogenous shrinkage during the hardening phase regardless of the type of cement used. The use of blast furnace cement is responsible for increasing the value of autogenous shrinkage by about 20% at a certain w/c ratio after longer period of hydration – 28 days.. For all the cement pastes analyzed, the coefficient of variation ranged from 0.9% for the CEM III/A paste with w/c = 0.4 to 16.1% for the CEM III/A paste with w/c = 0.50 in the 28th day of testing.

Research by Roy and Idorn (26) confirmed that cement paste with the addition of blast furnace slag has a higher share of finer pores and a lower share of larger pores, which has a beneficial effect on the tightness of the matrix and the paste-aggregate contact zone. Permeability was found to be lower for the pastes made of cement with blast furnace slag compared to the Portland cement paste, especially at late maturation time. On the other hand, the study by Lura (10) proved that the volume of gel pores increases with higher proportions of the C-S-H and C-A-S-H phase, while the volume of capillary pores is lower in the pastes made of blast furnace cement. Hence, in addition to chemical shrinkage, autogenous shrinkage is essential during the recording of linear changes at a later time.

The dependence of compressive strength on the value of autogenous shrinkage after 2, 7 and 28 days of hydration was studied for the CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N cement pastes having w/c ratio = 0.25 and the greatest shrinkage. Figure 14 shows a comparison between the average compressive strength and the corresponding average values of recorded deformation. The graph shows the linear dependence of shrinkage on compressive strength. Analyzing the linear regression functions, it can be seen that the slope of the functions $f(\epsilon_{au}/f_{cm})$ of the two pastes are similar. It was concluded that the pastes are typical by similar dynamics



Rys. 14. Zależność wytrzymałości na ściskanie od skurczu autogenicznego zaczynów cementowych o w/c = 0,25 po 2, 7 i 28 dniach dojrzewania

Fig. 14. Dependence of compressive strength on autogenous shrinkage of cement pastes of w/c = 0.25 after 2, 7 and 28 days of hydration

4. Podsumowanie

Przeprowadzone badania wykazały, że zaczyny cementowe z cementu hutniczego wykazują większy skurcz autogeniczny od zaczynów z cementu portlandzkiego. Dla oceny trwałości materiału i jego podatności na pękanie należy wziąć pod uwagę zarówno rozwój skurczu chemicznego i autogenicznego w fazie twardnienia jak i w późniejszym okresie hydratacji.

Najważniejsze wnioski wynikające z przeprowadzonych badań są następujące.

- Zmniejszenie stosunku woda/cement wpływa na zwiększenie rozwoju skurczu autogenicznego w zaczynach cementowych z CEM I 42,5R i CEM III/A 42,5N.
- Odształcenia autogeniczne zaczynów o małym stosunku woda/cement [0,25 i 0,3] rejestrowane w czasie wiązania są większe w zaczynach z CEM III niż w zaczynach z CEM I.
- Zaczyny z CEM I względem CEM III są bardziej podatne na bleeding, powodując większy rozwój ekspansji dla większych stosunków woda/cement - 0,4 i 0,5.
- Zaczyn z CEM I ma większy skurcz w początkowym etapie hydratacji do ok. 7 dni w porównaniu do CEM III, natomiast zaczyn z CEM III ma większą dynamikę wzrostu rejestrowanego skurczu w późniejszym okresie hydratacji. Końcowy rejestrowany skurcz dla $w/c = 0,25$ i $w/c = 0,30$ jest o ok. 20% większy dla cementu hutniczego.
- W zaczynach cementowych z CEM I 42,5R i CEM III/A 42,5N wykazują większą dynamikę rozwoju odształceń w okresie wiązania niż w procesie twardnienia.
- Hydratacja granulowanego żużla wielkopieczowego ma wpływ na wzrost rejestrowanego skurczu autogenicznego w późniejszym okresie dojrzewania zaczynu.

Planowane jest rozszerzenie badań rozwoju skurczu autogenicznego zaczynów cementowych z cementu hutniczego z zastosowaniem różnego dodatku tlenku sodu jako aktywatora.

Literatura / References

1. The European Cement Association. Activity Report 2020, Belgium (2021).
2. P. Friedlingstein, et al. Global Carbon Budget 2019. *Earth Syst. Sci.* **11**(4), 1783–838 (2019). <https://doi.org/10.5194/essd-11-1783-2019>.
3. X. Liu, B. Ma, H. Tan, B. Gu, T. Zhang, P. Chen, H. Li, J. Mei, Effect of aluminum sulfate on the hydration of Portland cement, tricalcium silicate and tricalcium aluminate. *Constr. Build. Mater.* **232**(2), 117179 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117179>.
4. L. Coppola, T. Bellezze, A. Belli, M.C. Bignozzi, F. Bolzoni, A. Brenna et al., Binders alternative to Portland cement and waste management for sustainable construction-part 1. *J. Appl. Biomater. Funct. Mater.* **16**(3), 186–202 (2018). <https://doi.org/10.1177/2280800018782845>.

of the development of the relationship of the two parameters. Meanwhile, the Portland cement paste achieves higher strength with lower autogenous shrinkage, and the blast furnace cement paste achieves lower strength with higher autogenous shrinkage.

4. Conclusions

The conducted studies have shown that blast furnace cement pastes demonstrate greater autogenous shrinkage than Portland cement pastes. For assessing the durability of the material and its susceptibility to cracking, it is necessary to analyze the development of chemical and autogenous shrinkage during the hardening phase but also later during hydration.

Major findings of the study are as follows.

- Lowering of the water-cement ratio results in increased development of autogenous shrinkage in cement pastes made of CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N,
- The autogenous deformation of the pastes with low water to cement ratios - 0.25 and 0.3 recorded during setting is greater in CEM III pastes than in CEM I pastes.
- Pastes made of CEM I at higher water-cement ratios of 0.4 and 0.5 are more susceptible to the bleeding phenomenon than CEM III pastes what results in the greater expansion development.
- CEM I pastes have a higher recorded shrinkage value in the initial stage of hydration up to about 7 days compared to CEM III pastes, while the CEM III paste shows a greater shrinkage in the later stage of hydration. The final recorded shrinkage value for $w/c = 0.25$ and $w/c = 0.30$ is about 20% greater for blast furnace cement.
- In cement pastes made of CEM I 42.5R and CEM III/A 42.5N, a greater dynamics of deformation development is noted at the setting stage than at the hardening stage.
- Hydration of granulated blast furnace slag contributes to the increase in recorded autogenous shrinkage at a later stage of paste hydration.

It is planned to extend the research on the development of autogenous shrinkage in the cement pastes with blast furnace cement using different variations in the percentage addition of sodium oxide as an activator.

5. J.L. Provis, S.A. Bernal, Geopolymers and Related Alkali-Activated Materials. *Annu. Rev. Mater. Res.* **44**(1), 299–327 (2014). <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070813-113515>.
6. G. Bastos, F. Patiño-Barbeito, F. Patiño-Cambeiro, J. Armesto, Nano-Inclusions Applied in Cement-Matrix Composites: A Review. *Materials*, **9**(12), 1015 (2016). <https://doi.org/10.3390/ma9121015>.
7. A. Fiok, Sposoby produkcji wielkopieczowego żużla krystalicznego ze szczególnym uwzględnieniem warunków krajowych. *Prace Komisji Żużlowej* nr 15.
8. E. Tazawa, S. Miyazawa, Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste. *Cem. Concr. Res.* **25**(2), 281–7 (1995). [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00010-0](https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00010-0).
9. Z. Liu, W. Hansen, Aggregate and slag cement effects on autogenous shrinkage in cementitious materials. *Constr. Build. Mater.* **121**(1), 429–36 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.06.012>.
10. P. Lura, Autogenous Deformation and Internal Curing of Concrete [doctoral thesis]: Delft, 2003.
11. D. Ballekere Kumarappa, S. Peethamparan, M. Ngami, Autogenous shrinkage of alkali activated slag mortars: Basic mechanisms and mitigation methods. *Cem. Concr. Res.* **109**, 1–9 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.04.004>.
12. G. Fang, H. Bahrami, M. Zhang, Mechanisms of autogenous shrinkage of alkali-activated fly ash-slag pastes cured at ambient temperature within 24 h. *Constr. Build. Mater.* **171**, 377–87 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.155>.
13. T. Shi, N. Deng, X. Guo, W. Xu, S. Wang, Experimental Study on Deformation Behavior and Compressive Strength of Concrete Cast in Steel Tube Arches under Low-Temperature Conditions. *Adv. Mater. Sci. Eng.* **2020**(6), 1–10 (2020). <https://doi.org/10.1155/2020/8016282>.
14. A. Zieliński, Ulepszenie normowych metod pomiarowych do rejestracji skurczu autogenicznego materiałów o matrycy cementowej. *MATERIAŁY BUDOWLANE*, **1**(10), 89–92 (2018). <https://doi.org/10.15199/33.2018.10.27>.
15. E. Tazawa, Autogenous shrinkage of concrete proceedings of the international workshop organised by JCI. London: E & FN Spon; 1999.
16. E. Holt, Early age autogenous shrinkage of concrete: Dissertation 2001.
17. D. Saje, Reduction of the Early Autogenous Shrinkage of High Strength Concrete. *Adv. Mater. Sci. Eng.* **2015**(4), 1–8 (2015). <https://doi.org/10.1155/2015/310641>.
18. D. Saje, B. Bandelj, J. Šušteršič, J. Lopatič, F. Saje, Shrinkage of Polypropylene Fiber-Reinforced High-Performance Concrete. *J. Mater. Civil Eng.* **23**(7), 941–52 (2011). [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0000258](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000258).
19. A. Zieliński, Stanowisko do pomiaru odkształcalności materiałów o matrycy na bazie spoiwa mineralnego lub organicznego, patent PL241667 (2022).
20. G. Sant, M. Dehadrai, D. Bentz, P. Lura, C. Ferraris, J. Bullard, J. Weiss, Detecting the Fluid-to-Solid Transition in Cement Pastes: ACI Committee 236 (2009).
21. E. Tazawa, Japanese Concrete Institute Committee Report. Technical committee on autogenous shrinkage of concrete section 4 testing methods. *Autoshrink* (1998).
22. A.B. Hossain, J. Weiss, Assessing residual stress development and stress relaxation in restrained concrete ring specimens. *Cem. Concr. Comp.* **26**(5), 531–40 (2004). [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(03\)00069-6](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(03)00069-6).
23. J.R. Tenório Filho, M.A. Pereira Gomes de Araújo, D. Snoeck, N. de Belie, Discussing Different Approaches for the Time-Zero as Start for Autogenous Shrinkage in Cement Pastes Containing Superabsorbent Polymers. *Materials*, **12**(18), 2962 (2019). <https://doi.org/10.3390/ma12182962>.
24. B. Persson, G. Fagerlund. Self-desiccation and its importance in concrete technology: *Proc. Int. Res. Seminar in Lund*, 1997.
25. P. Lura, O.M. Jensen, K. van Breugel, Autogenous shrinkage in high-performance cement paste: An evaluation of basic mechanisms. *Cem. Concr. Res.* **33**(2), 223–32 (2003). [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00890-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00890-6).
26. D. M. Roy, G. M. Idorn. Hydration, Structure, and Properties of Blast Furnace Slag Cements, Mortars, and Concrete. *ACI J. Proc.* **79**(6), 444–57 (1982). <https://doi.org/10.14359/10919>.