

Przyspieszona metoda oceny reaktywności kruszywa zawierającego wapien według ASTM C1260

Application of accelerated test ASTM C1260 to aggregate containing calcium carbonate

1. Wprowadzenie

Reakcje kruszyw z alkaliami postępują powoli, a ekspansja betonu może pojawić się nawet dopiero po kilku latach. Z tego względu stosuje się wiele przyspieszonych metod badania reaktywności kruszyw. W naszych wcześniejszych pracach zastosowaliśmy przyspieszoną metodę opisaną w normie amerykańskiej ASTM C1260 (1). Metodę tę zastosowaliśmy przede wszystkim w celu wyjaśnienia przyczyn braku ekspansji w przypadku cementów zawierających dodatek popiołu lub żużla.

Uzyskane wyniki wykazują, że w zaprawach z cementu zawierającego dodatek popiołu lub żużla faza C-S-H zawiera dużo sodu pochodzącego z roztworu NaOH, w którym zanurzone są próbki. Natomiast w zaprawach z CEM I faza C-S-H zawiera dużo potasu, pochodzącego z cementu. Z kolei ziarna krzemionkowego kruszywa w pierwszym przypadku wykazują wzrastającą sorpcję jonów potasowych z cementu, a w drugim, to jest w zaprawie z CEM I, przede wszystkim jony sodowe. Na tej podstawie można wysunąć przypuszczenie, że matryca cementowa z cementów zawierających popiół lotny lub żużel ma mniejszą przepuszczalność co utrudnia dyfuzję jonów sodowych z roztworu otaczającego próbki zapraw do kruszywa. Z tego względu ziarna kruszywa w zaprawie z CEM I wykazują sorpcję sodu z roztworu otaczającego próbki, a zaprawy z cementów zawierających popiół lotny lub żużel potasu z fazy ciekłej zaczynu. Jest to więc potwierdzenie hipotezy Bakкера (2), który uważał, że zmniejszenie przepuszczalności matrycy cementowej jest główną przyczyną korzystnego wpływu pucolan zmniejszających radykalnie ekspansję betonu.

Opisane wyniki badań (1) dotyczyły dodatku opalu, którym zastąpiono 5% piasku frakcji 0,6 do 1,2 mm, w związku z czym zawartość opalu w zaprawie wynosiła około 1%. Niniejszy artykuł dotyczy natomiast badania kruszyw z północnych regionów Polski.

2. Materiały

2.1. Kruszywa

Badano cztery naturalne kruszywa rzeczne z północnych rejonów Polski, które mają opinię kruszyw reaktywnych. Są to kruszywa

1. Introduction

The reactions of alkali with aggregate are developing slowly and expansion of concrete may appear even after several years. From this reason several accelerated tests for aggregate reactivity verification were developed. In our earlier studies we applied accelerated test described in American standard ASTM C1260 (1). We applied this method principally to clear up the elimination of expansion in case of cements containing fly ash or granulated slag.

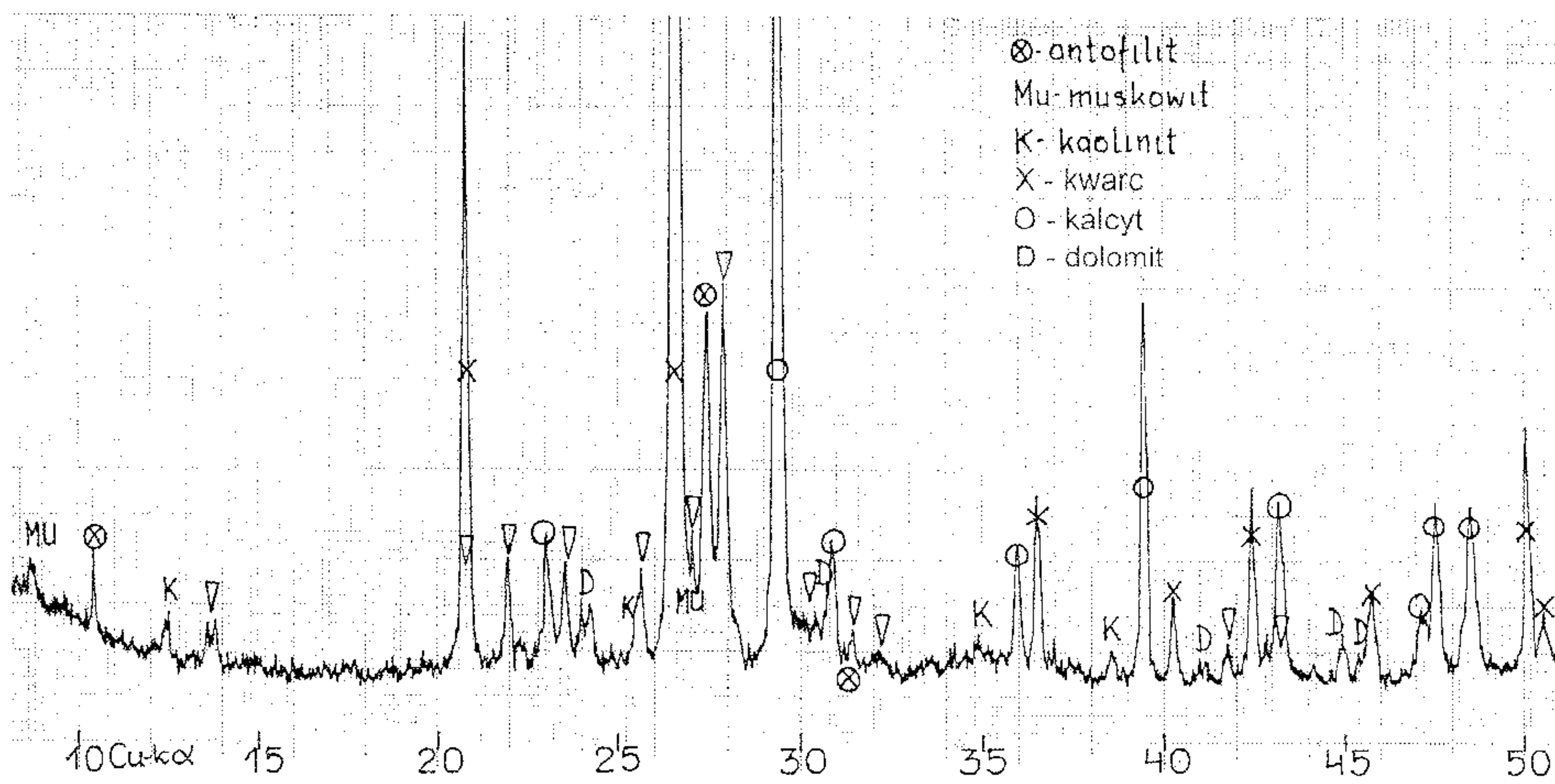
The obtained results show that in mortars of cement with addition of fly ash or slag C-S-H phase has high sodium content coming from NaOH solution, in which the samples are immersed. However, in mortars of CEM I C-S-H phase contains in majority potassium from cement. In turn the silica grains in aggregate in the first case show increasing adsorption of potassium ions from cement, in second, i.e. in mortar of CEM I, chiefly sodium ions. On this basis one can conclude, that cement matrix of cements with addition of fly ash or slag has lower permeability which hampers the diffusion of sodium ions from surrounding solution to the mortar samples. For this reason the aggregate grains in mortar of CEM I show sorption of sodium ions from solution in which the samples are immersed, and mortars of cements containing fly ash or slag potassium ions from cement paste liquid phase. It is the confirmation of Bakker hypothesis (2), which stated that the decrease of permeability of cement matrix is the main cause of pozzolans favourable influence which practically eliminates concrete expansion.

The earlier paper (1) described the mortar in which 5% sand was replaced by opal and mortars contained about 1% of opal. This paper presents the studies of aggregates of the north of Poland.

2. Materials

2.1. Aggregates

Four natural aggregates from northern regions of Poland were investigated, which have the opinion of being reactive. There are aggregates carbonate-siliceous with outstanding diverse charac-

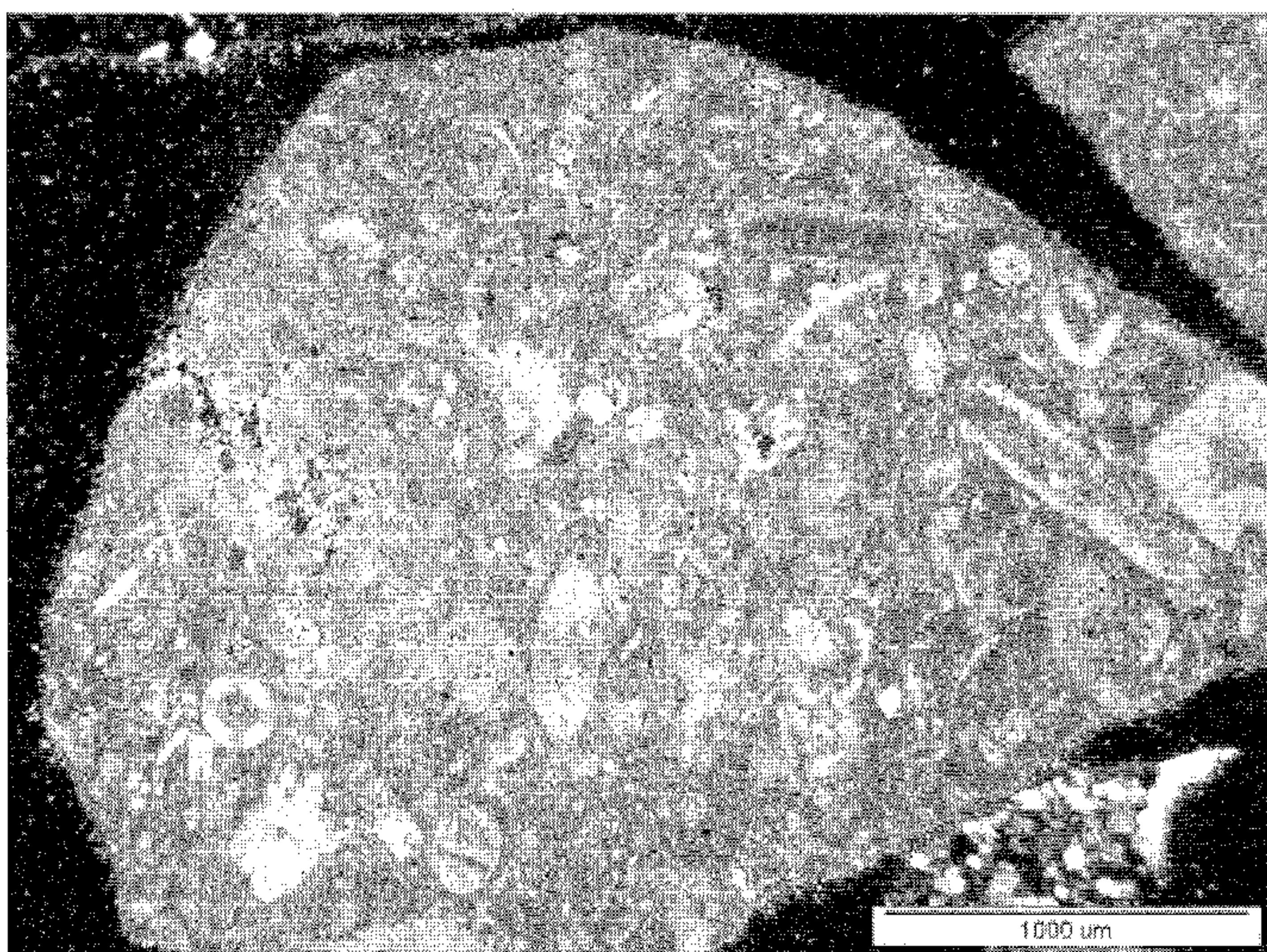


Rys. 1. Dyfraktogram kruszywa 2, nie opisano odwróconego trójkąta, który odpowiada plagioklazom

Fig. 1. X-ray pattern of aggregate 2

ter. The observations under mineralogical microscope had shown that these aggregate contain pieces of rocks: siliceous - sandstone, carbonate - limestone and feldspar. Two aggregates contain chalcedony, probably from opal recrystallization.

On figure 1 the example of X-ray pattern of aggregate 2 is shown. This aggregate was used in our researches. As can be seen this aggregate contains high quantity of quartz, calcite and plagioclases with dominating sodium feldspar, and also amphiboles. A good deal of caolinite shows that the process of chemical weathering is also advanced. On consecutive microscopic pictures (Fig. 2-3) there are: grain of micrinite limestone and grain

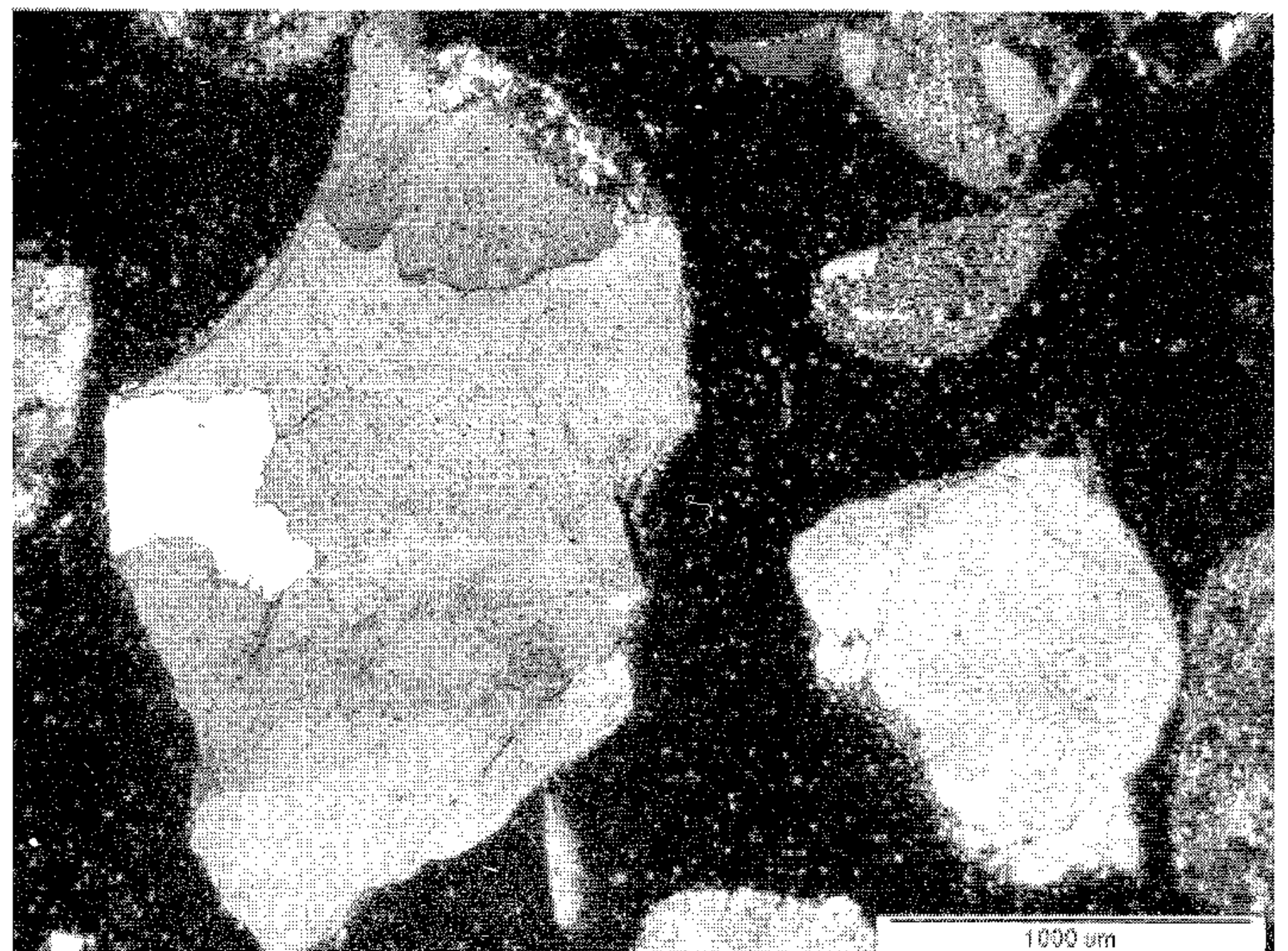


Rys. 2. Wapień mikrytowy o charakterze organogenicznym w kruszywie 2
Fig. 2. Micrinite limestone of organogenic aggregate 2

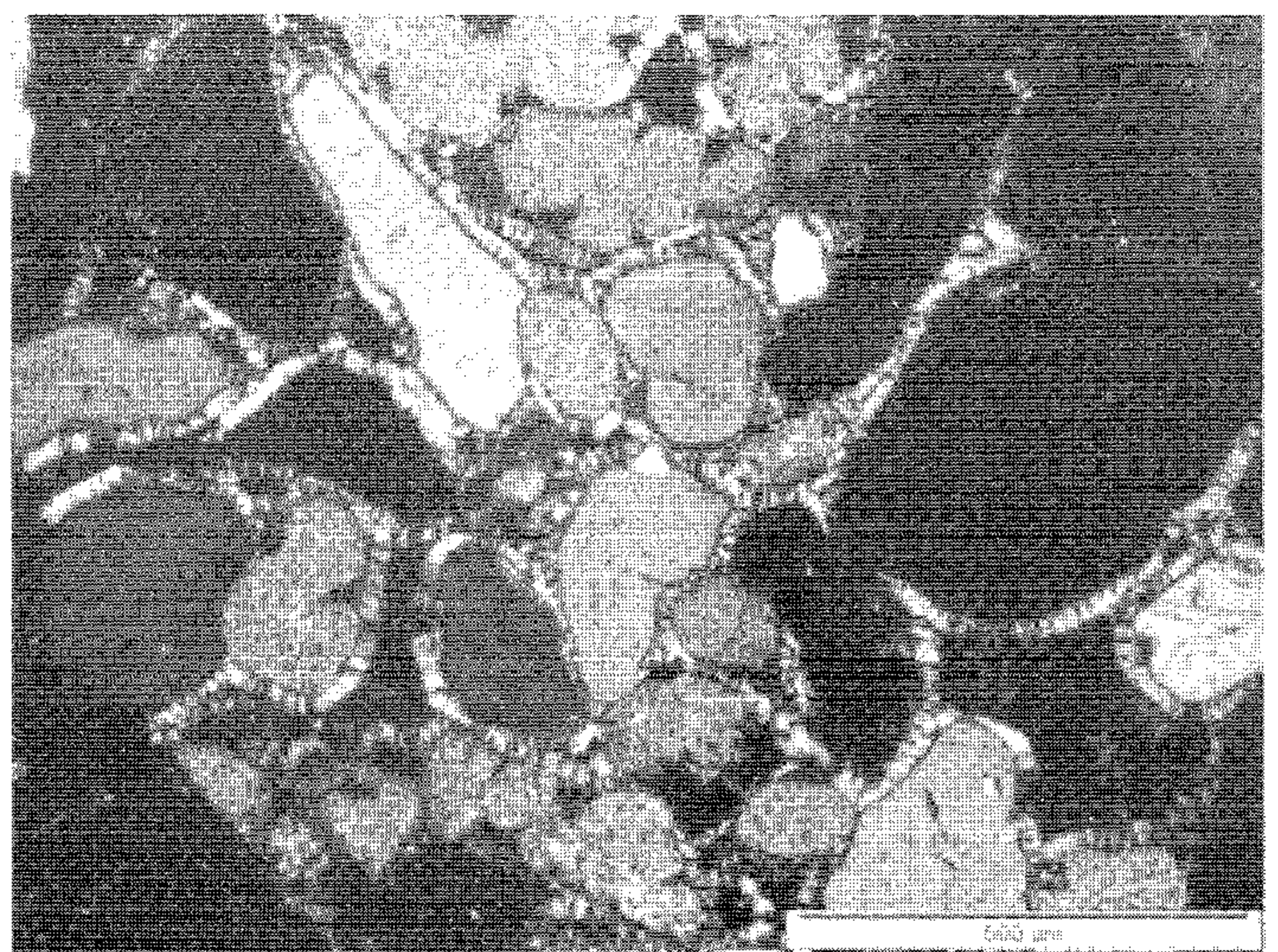
węglanowo-krzemionkowe o wybitnie zróżnicowanym charakterze. Obserwacje pod mikroskopem optycznym wykazały, że kruszywa zawierają okruchy skał: krzemionkowej - piaskowca, węglanowej - wapienia i skaleniowej. W dwóch kruszywach stwierdzono występowanie chalcedonu, prawdopodobnie z rekrytalizacji opalu.

Na rysunku 1 pokazano przykładowy rentgenogram kruszywa 2, które zastało wykorzystane w dalszych badaniach. Jak widać kruszywo to zawiera dużo kwarcu i kalcytu oraz plagioklazów z przewagą skalenia sodowego, a także amfiboli. Spora zawartość kaolinitu wskazuje na intensywne przejawy wietrzenia chemicznego.

Na kolejnych zdjęciach mikroskopowych (rysunki 2-3) pokazano ziarno wapienia mikrytowego oraz ziarno skały kwarcowo-chalcedonowej. Natomiast na rysunku 4 pokazano jako ciekawostkę ziarna kwarcu w otoczce apatyty.



Rys. 3. Ziarno skały kwarcowo-chalcedonowej z mikroklinem w kruszywie 2
Fig. 3. Grain of quartz-chalcedony rock with microcline in aggregate 2



Rys. 4. Ziarna kwarcu w otoczce apatyty
Fig. 4. Quartz in apatite envelope

2.2. Cement

Zastosowano przemysłowy cement portlandzki CEM I, zawierający 1,09% K₂O i 0,22% Na₂O, co odpowiada wartości ekwiwalentu sodowego 0,97%. Natomiast zawartość rozpuszczalnych alkaliów w tym cemencie według ASTM C114 wynosiła 0,72% ekwiwalentu sodowego. Zawartość alkaliów uzupełniono do wartości ekwiwalentu 1,25%, przez dodatek siarczanu potasowego, co zawartość alkaliów rozpuszczalnych zwiększyło do 1,08% ekwiwalentu sodowego.

Tablica 1 / Table 1

SKŁAD CHEMICZNY CEMENTU I DODATKÓW MINERALNYCH
CHEMICAL COMPOSITION OF CEMENT AND MINERAL ADDITIONS

Składnik Component	CEM I 32,5 R	Popiół lotny krzemionkowy V Siliceous fly ash V	Żużel wielkopiecowy Blastfurnace slag
Strata prażenia Loss of ignition.	2,60	1,50	+0,81
Części nierozpuszcz. Non soluble	0,30	81,1	0,36
Faza szklista Glass	-	61	94,2
SiO ₂	19,46	52,1	38,24
Al ₂ O ₃	5,20	29,2	5,99
Fe ₂ O ₃	2,32	6,83	1,01
CaO	64,30	3,98	45,99
MgO	1,61	1,14	6,02
SO ₃	2,74	0,22	-
S ²⁻	-	-	0,42
Na ₂ O	0,22	0,92	0,51
K ₂ O	1,09	3,31	0,55
Na ₂ O _e	0,94	3,1	0,87
Cl	0,007	0,006	0,074
Na ₂ O rozpuszczalne Na ₂ O soluble	0,14	0,044	0,037
K ₂ O rozpuszczalne K ₂ O soluble	0,85	0,067	0,015

*ASTM C289-94. Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Aggregates (Chemical Method).

Cement portlandzki wykorzystano do wytworzenia w laboratorium dwóch cementów; jednego poprzez zmieszanie z krzemionkowym popiołem lotnym w ilości 25%, co odpowiadało cementowi CEM II/B-V, drugiego przez zmieszanie z dodatkiem 50% granulowanego żużla wielkopiecowego, co odpowiadało cementowi CEM III/A. Zawartość alkaliów rozpuszczalnych w wodzie wynosiła w tych dodatkach mineralnych: w popiele 0,09% Na₂O_e, a w żużlu 0,05%. I w tych cementach uzupełniono zawartość alkaliów do 1,25% Na₂O_e dodając siarczan potasowy. Zawartość alkaliów rozpuszczalnych w tych cementach wynosiła: w przypadku dodatku popiołu 0,91%, a w przypadku żużla 0,55% ekwiwalentu sodowego.

Składy chemiczne cementu przemysłowego oraz dodatków mineralnych podano w tablicy 1.

2.3. Zaprawy

Z cementów sporządzono zaprawy do badań ekspansji, zgodnie z normą amerykańską ASTM C1260. Kruszywo do

of quartz – chalcedony rock. On Fig. 4 there are grains of quartz in apatite envelope.

2.2. Cement

An industrial Portland cement CEM I was used which contained 1.09% K₂O and 0.22% Na₂O with corresponds to sodium equivalent equal 0.97. However, the content of soluble alkalis in this cement according ASTM C114 was 0.72% of Na₂O_e. The content of alkalis was completed to the sodium equivalent equal 1.25% adding potassium sulphate which increased the content of soluble alkali to 1.08% of Na₂O_e.

Portland cement was used to prepare in laboratory two cements: one by mixing with 25% of siliceous fly ash which corresponds to CEM II/B-V, the second by mixing with blastfurnace granulated slag which corresponds to CEM III/A. Soluble alkali content was in these additions was the following: in fly ash 0.09% Na₂O_e and in slag 0.05%. Also in this cements the alkali content was completed by adding potassium sulphate. The content of soluble alkali in these cements was equal: in case of fly ash addition 0.91 and in case of slag 0.55% sodium equivalent.

The chemical composition of industrial cement and mineral additions was presented in Table 1.

2.3. Mortars

From three cements the mortars were made of the composition given in American standard ASTM C1260. The aggregate was prepared according to the above standard and its granulometry is given in Table 2.

Tablica 2 / Table 2

SKŁAD ZAPRAWY
MORTAR COMPOSITION

Metoda badania Test method	Skład zaprawy Mortar composition	Uziarnienie kruszywa, mm Aggregate granulometry, mm Udział frakcji, % masy Fraction content, % mass
Zaprawa ¹⁾ Mortar ¹⁾ ASTM C1260	Cement - 1 część Cement - 1 part Kruszywo - 2,25 części Aggregate - 2,25 parts W/C - 0,47	2,36 - 4,75 - 10% 1,18 - 2,36 - 25% 0,60 - 1,18 - 25% 0,30 - 0,60 - 25% 0,15 - 0,30 - 15%

1. ASTM C 1260. Standard Test Method for Potential Reactivity of Aggregates (Mortar Bar Method) Annual Book of ASTM Standards, Section 4, vol. 04.02 Concrete and Aggregate, 1993.

zapraw przygotowano zgodnie z cytowaną normą, a jego uziarnienie podano w tablicy 2.

Tablica 3 / Table 3

REAKTYWNOŚĆ KRUSZYW WEDŁUG METODY CHEMICZNEJ ASTM C289
AGGREGATE REACTIVITY ACCORDING ASTM C289

Kruszywo Aggregate	Czas ługowania, h Time of leaching, h	S_C mmol SiO_2/l	R_C mmol NaOH /l	SiO_2/Na_2O mol/mol
2	24	240,8	98,3	4,88
	48	414,8	102,5	8,09
	72	488,5	150,0	6,51

3. Badania

3.1. Reaktywność kruszywa oznaczona na podstawie ługowalności krzemionki

Badania przeprowadzono ługując krzemionkę w roztworach NaOH o różnym stężeniu, zgodnie z metodą opisaną w normie amerykańskiej ASTM C289. Wyniki podano w tablicy 3. W tej tablicy podano także stosunek molowy SiO_2/Na_2O w roztworze po ługowaniu. Wartość ta jest podstawą do oceny reaktywności kruszywa na podstawie zmodyfikowanego przez Sorrentino (3) podejścia do interpretacji wyników uzyskiwanych normową metodą amerykańską.

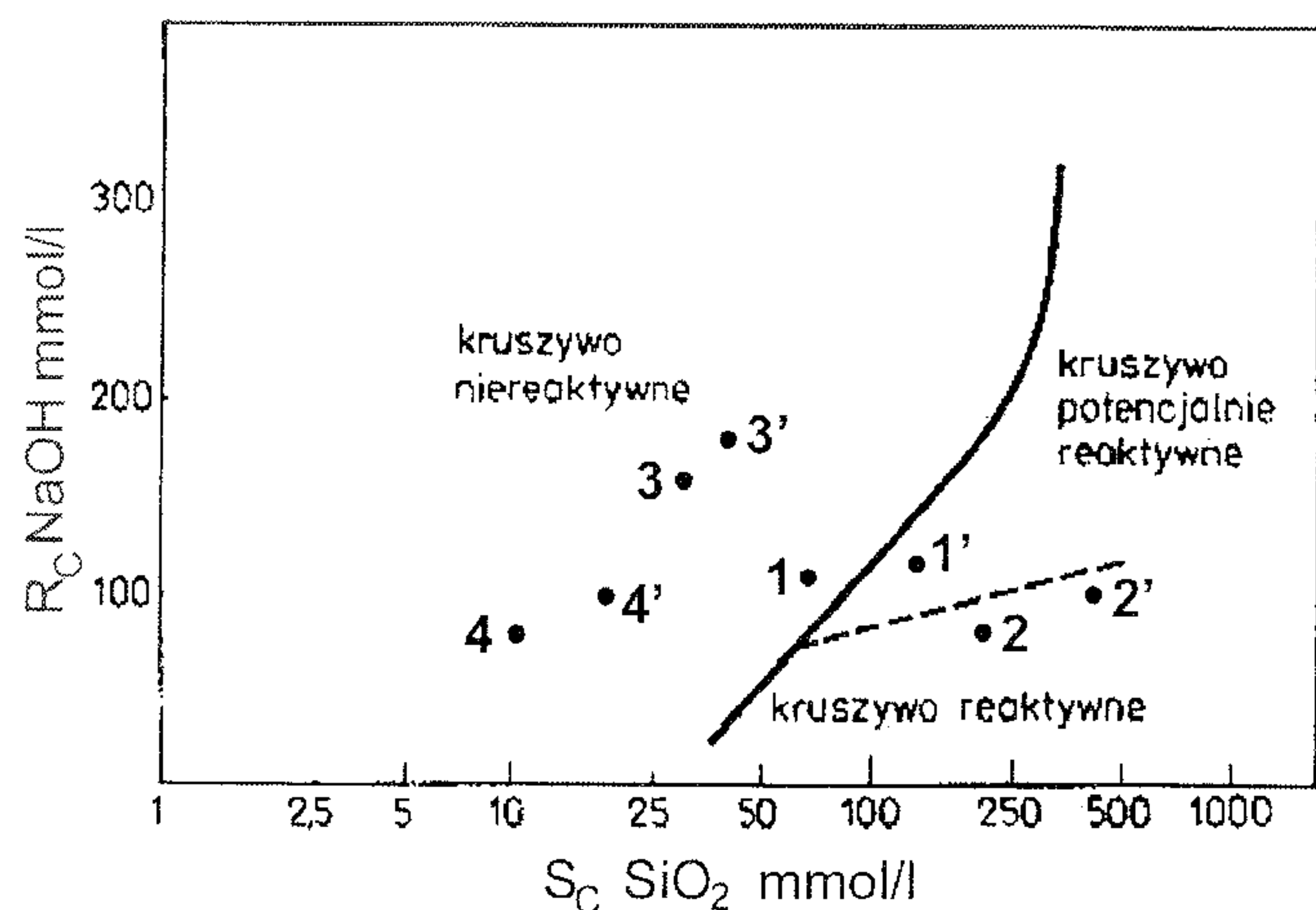
Interpretację wyników zgodnie z normą amerykańską pokazano na rysunku 5. Na podstawie wyników badań kruszywo 2 trzeba zaliczyć do reaktywnych. Taką samą ocenę daje zmodyfikowany sposób postępowania zaproponowany przez Sorrentino (3), który pokazano na rysunku 6. W tym przypadku ocena jest znacznie wyraźniejsza.

3.2. Badania ekspansji zapraw

Do badań ekspansji wybrano kruszywo 2, które jest kruszywem reaktywnym według metody amerykańskiej ASTM C289.

Wyniki badań ekspansji zapraw według normowej metody amerykańskiej ASTM C1260 pokazano w tablicy 4 i na rysunku 7. Wyniki te wykazują, że kruszywo 2 jest reaktywne, gdyż ekspansja zaprawy z cementu CEM I przekracza 0,1% po 14 dniach. Natomiast w przypadku cementów zawierających dodatek popiołu lub żużla ekspansja zaprawy jest mniejsza prawie o rząd wielkości.

Zwrócić należy uwagę, że w przypadku cementu zawierającego dodatek popiołu ekspansja jest mniejsza niż w przypadku żużla,



Rys. 5. Ocena reaktywności kruszywa według metody chemicznej ASTM C289. Cyfry bez indeksu – czas ługowania 24h, cyfry z indeksem – czas ługowania 48h

Fig. 5. Reactivity of aggregate according ASTM C1260

3. Experiments

3.1. Reactivity of aggregate determined by leaching of silica

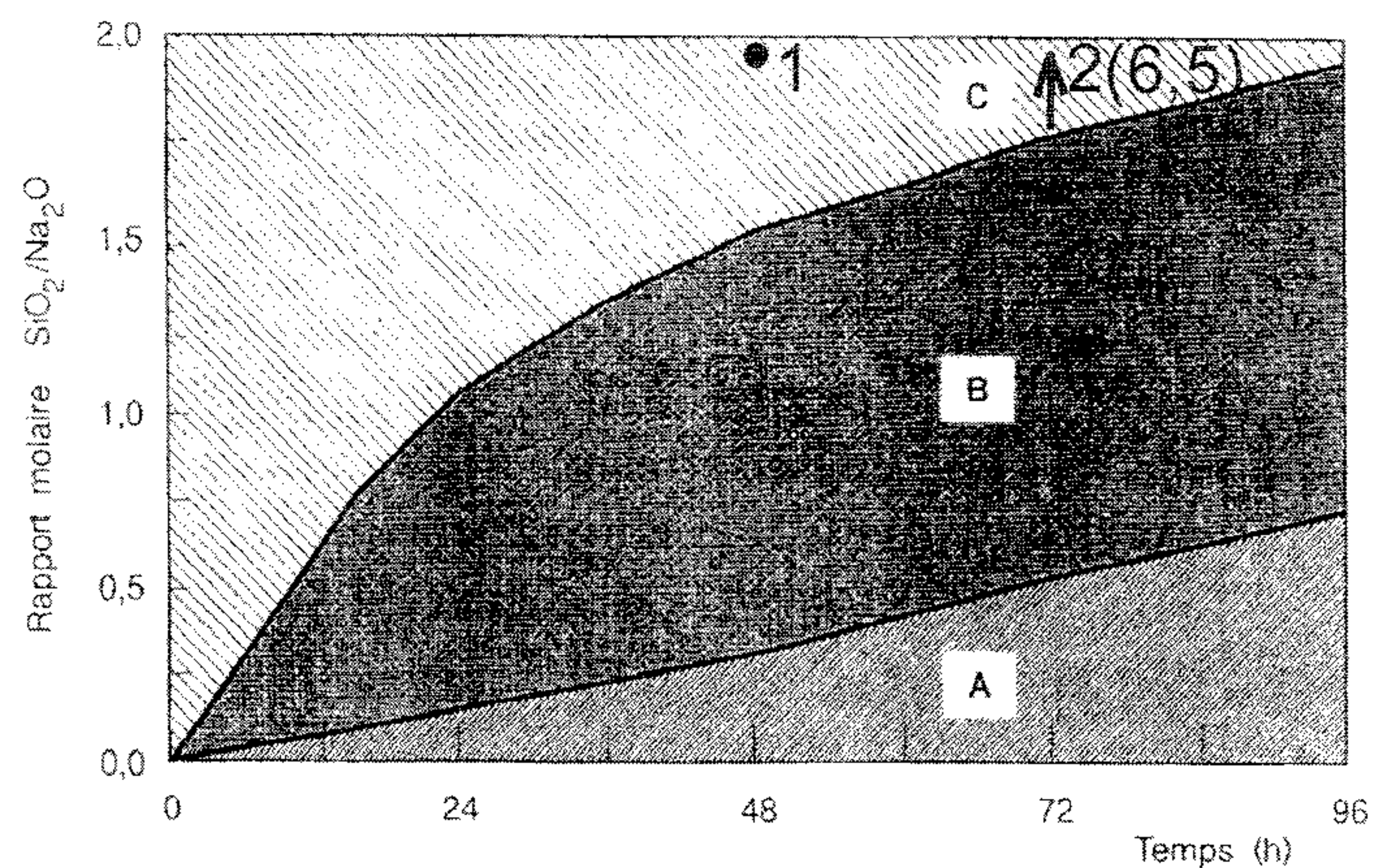
The principle of test is the determination of solubility of silica in NaOH solutions of different concentration according to the conditions described in American standard ASTM C289. The results are presented in Table 3. In this table also the molar ratio SiO_2/Na_2O in solution after leaching is given. This ratio is the basis for evaluation of aggregate reactivity according to the method given by Sorrentino (3) for interpretation of results obtained by American standard method.

The interpretation of results according to American standard is shown in Fig. 5. On the basis of this results the aggregate 2 must be rate among reactive. The same evaluation gives the approach proposed by Sorrentino (3) and the result is shown on Fig. 6. In this case the evaluation is much more clear.

3.2. Expansion of mortars

For expansion test the aggregate 2 was chosen which is reactive according to ASTM C289.

The results of mortars expansion measurement according to ASTM C1260 are shown in Table 4 and in Fig. 7. These results show that the aggregate 2 is reactive because the expansion of the mortar of cement CEM I exceeds 0.1% after 14 days. However, in case of



Rys. 6. Ocena reaktywności kruszywa według metody chemicznej francuskiej (3); A - kruszywa niereaktywne, B - kruszywa potencjalnie reaktywne, C - kruszywa reaktywne

Fig. 6. Reactivity of aggregate according French method; A non reactive, B potentially reactive, C reactive

