

Ochrona betonu przed korozją wywołaną reakcją wodorotlenków sodu i potasu z krzemionką

Protection of concrete against corrosion caused by the reaction of sodium and potassium hydroxides with silica

Tomasz Baran^{1,*}, Mikołaj Ostrowski¹, Paweł Pichniarczyk¹, Lothar Kroll²

¹ Łukasiewicz Research Network - Institute of Ceramics and Building Materials in Cracow

² Technische Universität Chemnitz, Fraunhofer IWU

*Corresponding author: T. Baran, e-mail: tomasz.baran@icimb.lukasiewicz.gov.pl

Streszczenie

Zapobieganie reakcji wodorotlenków sodu i potasu z krzemionką [reakcja alkaliów z krzemionką – RAK] w betonie można kształtować poprzez: stosowanie niereaktywnego kruszywa, zapewnienie małej zawartości tlenków sodu i potasu w mieszance betonowej lub stosowanie dodatków mineralnych. W niniejszym artykule przedstawiono wyniki badań zapobiegania reakcji RAK w betonie poprzez stosowanie dodatków mineralnych: pucolanowych i o utajonych właściwościach hydraulicznych. Zakres badań uwzględnił dużą grupę kruszyw krajowych o zróżnicowanym stopniu reaktywności alkalicznej. Wyniki badań pomiarów ekspansji alkalicznej zapraw, według przyspieszonej metody ASTM C 1260-14, pozwoliły ustalić minimalny dodatek popiołu lotnego krzemionkowego i granulowanego żużla wielkopieczowego, który skutecznie niweluje ekspansję zapraw wywołaną reakcją ASR do wymaganego poziomu poniżej 0,1%. Dla kruszywa o stopniu reaktywności R1, o ekspansji 0,1-0,2% dodatek 20% popiołu wprowadzany z cementem portlandzkim popiołowym CEM II/A-V, skutecznie niweluje reakcję ASR. Dla kruszywa R1 o ekspansji 0,2-0,3% należy stosować cement portlandzki popiołowy CEM II/B-V, zawierający minimum 25% popiołu V. W przypadku granulowanego żużla wielkopieczowego, dla kruszywa R1 o ekspansji 0,1- 0,2% minimalna ilość dodatku, która skutecznie niweluje ekspansję zapraw wywołaną reakcją ASR powinna wynosić 30%, a dla kruszywa R1 o ekspansji 0,2-0,3% minimalna ilość to 50%. Te ilości granulowanego żużla wielkopieczowego można wprowadzać odpowiednio z cementem portlandzkim żużlowym CEM II/B-S i cementem hutniczym CEM III/A.

Słowa kluczowe: reakcja alkalia-krzemionka, cement portlandzki, dodatki mineralne, ograniczanie ASR

Summary

Prevention of the reaction of sodium and potassium hydroxides with silica [alkali-silica reaction – ASR] in concrete can be shaped by: using non-reactive aggregate, ensuring a low content of sodium and potassium oxides in the concrete mix, or using mineral additives. This article presents the results of research on preventing the ASR reaction in concrete by using mineral additives: pozzolanic and with latent hydraulic properties. The scope of the research included a large group of domestic aggregates with varying degrees of alkaline reactivity. The results of the tests of alkaline expansion of mortars, according to the accelerated method ASTM C 1260-14, allowed us to determine the minimum addition of siliceous fly ash and granulated blast furnace slag, which effectively reduces the expansion of mortars caused by the ASR reaction to the required level below 0.1%. For aggregate with a degree of reactivity R1, with an expansion of 0.1-0.2 %, the addition of 20 % fly ash introduced with Portland ash cement CEM II/A-V effectively eliminates the ASR reaction. For aggregate R1 with an expansion of 0.2-0.3 %, CEM II / B-V Portland ash cement should be used, which contains at least 25 % fly ash. In the case of granulated blast furnace slag, for aggregate R1 with an expansion of 0.1-0.2 %, the minimum amount of additive that effectively eliminates the expansion of mortars caused by the ASR reaction should be 30 %, and for aggregate R1 with an expansion of 0.2-0.3 %, the minimum amount is 50 %. These quantities of granulated blast furnace slag can be fed with CEM II/B-S Portland slag cement and CEM III/A blast furnace cement, respectively.

Keywords: alkali-silica reaction, Portland cement, supplementary cementitious materials, ASR mitigation.

1. Wprowadzenie

Mechanizm reakcji wodorotlenków sodu i potasu z krzemionką [reakcja alkaliów z krzemionką – RAK] w betonie, pomimo wieloletnich badań nie jest jeszcze do końca wyjaśniony. Na początku uważano, że kruszywo reagując zwiększa swoją objętość i prowadzi do ekspansji betonu. Obecnie decydujące znaczenie w procesach ekspansji alkalicznej przypisuje się powstawaniu ekspansywnych produktów reakcji RAK, tj. żelu krzemianów sodu i potasu z udziałem jonów wapnia (1-6). Na przebieg niszczącej wewnętrznej korozji alkalicznej, jako wynik reakcji RAK mogą wpływać i powinny być analizowane czynniki zewnętrzne, odnoszone do środowiskowych klas ekspozycji, szczególnie znakozmiennej temperatury z oddziaływaniem środków odładzających (1-6).

Wyróżnikiem kruszyw mineralnych wykazujących skłonność do reagowania z wodorotlenkami NaOH i KOH w betonie jest przede wszystkim obecność reaktywnych form krzemionki: opalu, trydymitu, krystobalitu, kwaśnego szkła wulkanicznego, chalcedonu i kwarcu krypto-krystalicznego. Reaktywność może wykazywać również kwarc w stanie naprężeń w skałach metamorficznych. Zawartość reaktywnej krzemionki decyduje o wartości ekspansji betonu (1-6). Taka zależność jest wykorzystywana w szybkich metodach oceny potencjalnej reaktywności kruszywa; metoda petrograficzna ASTM C 295-12 (7) oznaczanie reaktywnych form krzemionki w kruszywie oraz metoda chemiczna ASTM C289-07 (8) pomiar zawartości rozpuszczalnej krzemionki. Rozpoznanie podstawowych mechanizmów destrukcji betonu spowodowanych ekspansyjnymi właściwościami produktów reakcji RAK pozwoliło na opracowanie metod badawczych stosowanych w celu badania reaktywności kruszyw, opartych na pomiarach ekspansji zapraw i betonów. Są to: metoda przyspieszona pomiarów ekspansji zapraw zgodnie z normą ASTM C 1260 (9) oraz długoterminowa metoda pomiaru ekspansji próbek betonu zgodnie z ASTM C 1293 (10). Ocenę zjawiska występowania symptomów reakcji RAK w betonie uwzględnia również metoda mikroskopowa, poprzez obserwację produktów reakcji.

W normie betonowej PN-EN 206+A1:2016-12 (11) brakuje jednoznacznych kryteriów reaktywności w projektowaniu i wykonawstwie betonów odpornych na reakcję RAK. Według tej normy, w przypadku gdy kruszywo zawiera odmiany krzemionki podatne na reakcje z NaOH i KOH pochodzących z cementu, a beton narażony jest na działanie środowiska wilgotnego, należy podjąć działania w celu zapobiegania szkodliwej reakcji alkalia - krzemionka, stosując postępowanie o sprawdzonej przydatności. Odpowiednio badania i ocena reaktywności kruszyw są podstawowym problemem projektowania trwałych betonów, dla zakładanego okresu eksploatacji obiektu i oddziaływań środowiska; znakozmienne temperatury, wahania wilgotności, obciążenia i stosowanie środków odładzających dla nawierzchni betonowych i obiektów infrastruktury drogowej. W chwili obecnej, w kraju praktycznie nie funkcjonuje prawidłowy system oceny reaktywności alkalicznej kruszyw. W normie PN-EN 12620+A1:2010 (12) podane są wymagania odnoszące się do wycofanej normy badania ekspansji zapraw oraz wymagania

1. Introduction

The mechanism of the reaction of sodium and potassium hydroxides with silica [alkali-silica reaction – ASR] in concrete, despite many years of research, is not yet fully explained. At first, it was believed that the reacting aggregate increases its volume and leads to the expansion of concrete. Currently, the decisive significance in the alkaline expansion processes is attributed to the formation of expansive products of the ASR reaction, i.e. sodium and potassium silicate gel with the participation of calcium ions (1-6). On the course of destructive internal alkaline corrosion, as a result of the ASR reaction, can be influenced and should be analyzed by external factors related to environmental exposure classes, especially significantly variable temperature with the impact of de-icing agents (1-6).

The characteristic feature of mineral aggregates showing a tendency to react with NaOH and KOH hydroxides in concrete is primarily the presence of reactive forms of silica: opal, tridymite, cristobalite, acidic volcanic glass, chalcedony and cryptocrystalline quartz. Quartz in a state of stress in metamorphic rocks may also show reactivity. The content of reactive silica determines the value of concrete expansion (1-6). This relationship is used in quick methods to assess the potential reactivity of aggregates; petrographic method ASTM C 295-12 (7) to determine reactive forms of silica in aggregates and chemical method ASTM C289-07 (8) to measure the content of soluble silica. Recognition of the basic mechanisms of concrete destruction caused by the expansion properties of the ASR reaction products allowed the development of research methods used to test the reactivity of aggregates, based on measurements of the expansion of mortars and concretes. These are the accelerated method of measuring mortar expansion according to the ASTM C 1260 standard (9) and the long-term method of measuring concrete expansion according to ASTM C 1293 (10). The assessment of the phenomenon of the occurrence of symptoms of the ASR reaction in concrete is also taken into account by the microscopic method, through observation of the reaction products.

The concrete standard PN-EN 206+A1:2016-12 (11) lacks clear reactivity criteria in the design and construction of concretes resistant to ASR reaction. According to this standard, in the case when the aggregate contains varieties of silica varieties susceptible to reactions with NaOH and KOH from cement, and the concrete is exposed to the action of a humid environment, measures should be taken to prevent the harmful alkali - silica reaction, using a procedure with proven suitability. Accordingly, testing and assessment of aggregate reactivity are the basic problem of designing durable concretes, for the assumed period of operation of the facility and environmental impacts; significant temperature changes, humidity fluctuations, loads and the use of de-icing agents for concrete surfaces and road infrastructure. Currently, there is practically no proper system for assessing the alkaline reactivity of aggregates in Poland. The PN-EN 12620+A1:2010 (12) standard provides requirements for the withdrawn standard for testing the expansion of mortars and requirements for determining the loss

Opis środowiska Description of the environment		Warunki ryzyka reakcji RAK z uwagi na działanie środowiska Risk conditions for ASR reactions due to environmental influences
E1	Środowisko suche, chronione przed wilgocią zewnętrzną / Dry environment, protected from external humidity	<ul style="list-style-type: none"> • beton wewnątrz w budynków, w suchym środowisku operacyjnym / indoor concrete in buildings, in a dry operating environment, • okres eksploatacji < 5 lat / period of operation < 5 years
E2	Środowisko wilgotne bez oddziaływania agresywnego czynników zewnętrznych Humid environment without aggressive external factors	<ul style="list-style-type: none"> • beton wewnątrz w budynków o wysokiej wilgotności; tj. pralnie, zbiorniki, baseny pływackie / indoor concrete in buildings, with high humidity; i.e. laundries, tanks, swimming pools, • beton wystawiony na działanie wilgoci z powietrza, nieagresywnych wód podziemnych, zanurzony w wodzie słodkiej lub stale zanurzony w wodzie morskiej / concrete exposed to air moisture, non-aggressive groundwater, immersed in fresh water or permanently immersed in seawater, • okres eksploatacji < 45 lat / period of operation < 45 years
E3	Środowisko wilgotne z agresywnym oddziaływaniem czynników zewnętrznych Humid environment with aggressive external factors	<ul style="list-style-type: none"> • beton wystawiony na działanie soli rozmrażających / concrete exposed to de-icing salts, • beton wystawiony na działanie wody morskiej (zanurzenie i suszenie) lub słony oprysk / concrete exposed to seawater (immersion and drying) or salt spray, • wilgotny beton wystawiony na naprzemienne działanie zamarzania i rozmrażania / damp concrete exposed to alternating freezing and thawing, • wilgotny beton wystawiony na długotrwałe działanie wysokich temperatur / damp concrete exposed to high temperatures for long periods of time, • betonowe jezdnie poddane nierównomiernemu obciążeniu / concrete roadways subjected to uneven loads • okres eksploatacji > 75 lat / period of operation > 75 years

określające ubytek masy kruszywa w roztworze NaOH. Metodologia obydwu procedur jest kwestionowana i normy te są wycofane w systemie norm ASTM i RILIEM (13). Do oceny reaktywności kruszyw wskazane są wstępne badania petrograficzne oraz bezpośrednie metody pomiarów ekspansji alkalicznej prowadzone dla zapraw, wg przyspieszonej metody ASTM C 1260 (9) i wg metody długoterminowej pomiarów ekspansji betonów ASTM C 1293 (10).

Określając przydatność kruszywa do betonowych elementów konstrukcji należy uwzględnić warunki eksploatacyjne środowiska, takie jak: zmiany wilgotności i temperatury, środki odladzające i zmienne obciążenia mechaniczne. W tablicy 1 przedstawiono kategorie obciążeń agresywnego działania środowiska na beton oraz obciążeń mechanicznych betonu w okresie eksploatacji wg Raportu Technicznego CEN/TR 16349 (14).

W przypadku kruszyw reaktywnych, zawierających składniki szkodliwe, głównie w formie reaktywnej krzemionki, możliwości zapobiegania reakcji RAK w betonie stwarza stosowanie cementów o niskiej zawartości K_2O i Na_2O , kształtujących niską alkaliczność cieczy porowej betonu oraz stosowanie dodatków mineralnych pucolanowych i hydraulicznych (15-19).

Zgodnie z założeniami i programem projektu badawczego ASR-RID „Reaktywność alkaliczna krajowych kruszyw” (20) realizowane prace związane z zapobieganiem reakcji RAK w betonie dotyczą szerokiej grupy kruszyw z obszaru całego kraju. Badania wykazały, że większość kruszyw uzyskanych z przekruszenia skał piaskowo-żwirowych, grysów kruszyw polodowcowych i pochodzenia rzeczno-głazowego jest umiarkowanie reaktywna (21). Odpowiednio dla tej grupy kruszyw realizowany był obszerny program zapobiegania

of aggregate mass in NaOH solution. The methodology of both procedures is questioned and these standards are withdrawn in the ASTM and RILIEM (13) system of standards. To assess the reactivity of aggregates, preliminary petrographic tests and direct methods of measuring alkaline expansion for mortars, according to the accelerated method ASTM C 1260 (9) and the long-term method for measuring the expansion of concrete ASTM C 1293 (10), are recommended.

When determining the suitability of aggregates for concrete construction elements, environmental operating conditions should be taken into account, such as changes in humidity and temperature, de-icing agents and variable mechanical loads. Table 1 presents the categories of loads of aggressive environmental impact on concrete and mechanical loads of concrete during the period of operation according to the Technical Report CEN/TR 16349 (14).

In the case of reactive aggregates containing harmful components, mainly in the form of reactive silica, the possibility of preventing the ASR reaction in concrete is created by using cements with low K_2O and Na_2O content, which shape the low alkalinity of the concrete pore liquid and by using mineral pozzolanic and hydraulic additives (15-19).

In accordance with the assumptions and program of the ASR-RID research project “Alkaline reactivity of domestic aggregates” (20), the work carried out related to preventing the ASR reaction in concrete concerns a wide group of aggregates from the entire country. The studies have shown that most aggregates obtained from crushing sand-gravel rocks, grits of glacial aggregates and river origin are moderately reactive (21). Accordingly, for this group

reakcji alkalicznej w betonie. W pracy stosowane były cementy portlandzkie CEM I i cementy wieloskładnikowe z ustalonym dodatkiem popiołu lotnego lub granulowanego żużla wielkopiecowego. Wyniki pomiarów potwierdziły skuteczność dodatków pucolanowo-hydraulicznych popiołu i żużla na obniżenie wartości ekspansji zapraw. Stopień redukcji ekspansji zależy od ilości dodatku. Badania pozwoliły na określenie ilości dodatku mineralnego, popiołu lub żużla, które pozwalają na ograniczenie wartości ekspansji do poziomu poniżej 0,1% dla zaprawy wg normy ASTM C 1260 (9) stosując kruszywa reaktywne, stanowiące większość eksploatowanych w Polsce z przekruszonych skał okruchowych (21). Program badań projektu badawczego ASR-RID zapobiegania reakcji RAK został ukierunkowany na kruszywa o umiarkowanej reaktywności R1 i poziom ryzyka E3, odpowiadający oddziaływaniu środowiska wilgotnego z agresywnym oddziaływaniem czynników zewnętrznych, według Raportu Technicznego CEN/TR 16349 (14).

2. Zakres i metody badań

Zgodnie z programem Projektu ASR-RID (20) realizowane prace związane były z zapobieganiem reakcji RAK w betonie i dotyczyły szerokiej grupy kruszyw wytypowanych na podstawie badań. Badania wykazały, że większość kruszyw uzyskanych z przekruszenia kruszyw skał okruchowych polodowcowych i pochodzenia rzeczno-g wykazuje umiarkowany stopień reaktywności R1 [tab.2] (20, 21) Odpowiednio dla tej grupy kruszyw realizowany był obszerny program zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie z kruszywem R1 poprzez stosowanie dodatków mineralnych (20, 21). Prowadzone były badania pomiaru ekspansji zapraw i betonu z wykorzystaniem składnika pucolanowego - popiołu lotnego krzemionkowego oraz składnika o utajonych właściwościach hydraulicznych - granulowanego żużla wielkopiecowego [w skrócie popiół lotny V i żużel S]. Do pomiarów ekspansji zapraw stosowana jest przyspieszona metoda wg ASTM C 1260 (9). Do pomiarów ekspansji betonów stosowana jest metoda długoterminowa wg ASTM C1293 (10). Wg zaleceń systemu AASHTO (21) i RILIEM (13) postęp reakcji RAK badano analizując produkty reakcji RAK, pod kątem zawartości ekspansywnego żelu krzemionkowo-sodowo-wapniowego, przy wykorzystaniu elektronowej mikroskopii skaningowej SEM/EDS. Obserwacje mikrostruktury przy użyciu mikroskopu Quatro S firmy Thermoscientific w warunkach wysokiej próżni, przy użyciu detektora BSE [backscattered electrons] prowadzono po badaniach ekspansji alkalicznej wg metody ASTM C 1260 (9). Do badań przygotowano próbki zapraw w formie polerowanych zglądów. Analizę pierwiastkową EDS wykonano w mikroobszarach z zastosowaniem detektora SDD Apollo X firmy EDAX.

3. Materiały do badań

Ocenę reaktywności kruszyw oraz efektywność zapobiegania reakcji RAK poprzez dodatki mineralne: popiół lotny V i żużel S, odniesiono do kryteriów z wytycznych AASHTO R 80-17 (22), podanych w tablicy 2. Uwzględniano warunki zastosowania naturalnego kruszywa do betonu dla poziomu ryzyka E1, E2 i E3,

of aggregates, an extensive program was carried out to prevent the alkaline reaction in concrete. Portland cements CEM I and multi-component cements with a fixed addition of siliceous fly ash or granulated blast furnace slag were used in the work. The measurement results confirmed the effectiveness of pozzolanic-hydraulic additives of fly ash and slag in reducing the expansion value of mortars. The degree of expansion reduction depends on the amount of additive. The tests allowed to determine the amount of mineral additive, fly ash or granulated blast furnace slag, which allows to limit the expansion value to the level below 0.1% for mortar according to the ASTM C 1260 standard (9) using reactive aggregates, which constitute the majority of those exploited in Poland from crushed crumbling rocks (21). The research program of the ASR-RID research project on preventing the ASR reaction was focused on aggregates of moderate reactivity R1 and risk level E3, corresponding to the impact of a humid environment with aggressive impact of external factors, according to the CEN/TR 16349 Technical Report (14).

2. Scope and methods of research

According to the ASR-RID Project program (20), the works carried out were related to the prevention of the RAK reaction in concrete and concerned a wide group of aggregates selected on the basis of tests. The tests showed that most aggregates obtained from crushing aggregates of glacial and river origin rocks show a moderate degree of R1 reactivity [Table 2] (20, 21). Accordingly, for this group of aggregates, an extensive program was carried out to prevent the alkaline reaction in concrete with R1 aggregate by using mineral additives (20, 21). Studies were conducted to measure the expansion of mortars and concrete using a pozzolanic component - siliceous fly ash and a component with latent hydraulic properties - granulated blast furnace slag [in short fly ash V and slag S]. The accelerated method according to ASTM C 1260 (9) is used for measuring the expansion of mortars. The long-term method according to ASTM C1293 (10) is used for measuring the expansion of concretes. According to the recommendations of the AASHTO (21) and RILIEM (13) systems, the progress of the ASR reaction was examined by analyzing the ASR reaction products, in terms of the content of expansive silica-soda-lime gel, using scanning electron microscopy SEM/EDS. Microstructure observations using a Thermoscientific Quatro S microscope in high vacuum conditions, using a BSE [backscattered electrons] detector, were carried out after alkaline expansion tests according to the ASTM C 1260 method (9). Mortar samples were prepared for the tests in the form of polished microsections. EDS elemental analysis was performed in micro-areas using an EDAX Apollo X SDD detector.

3. Materials for testing

The assessment of aggregate reactivity and the effectiveness of preventing the ASR reaction by mineral additives: fly ash V and slag S, was referred to the criteria from the AASHTO R 80-17 (22) guidelines, given in Table 2. The conditions of using natural

Tablica 2 / Table 2

KRYTERIA OCENY REAKTYWNOŚCI KRUSZYW KRZEMIONKOWYCH Z UWAGI NA WARTOŚĆ EKSPANSJI ZAPRAW I BETONU OZNACZONEJ WG METODY PRZYSPIESZONEJ ASTM C 1260 (9) I ASTM C 1293 (10)

CRITERIA FOR ASSESSING THE REACTIVITY OF SILICA AGGREGATES WITH RESPECT TO THE EXPANSION VALUE OF MORTARS AND CONCRETE DETERMINED ACCORDING TO THE ACCELERATED METHOD ASTM C 1260 (9) AND ASTM C 1293 (10)

Stopień reaktywności kruszywa / Degree of aggregate reactivity	Stopień reaktywności kruszywa Degree of aggregate reactivity	Ekspansja po 14 dniach według ASTM C1260 Expansion after 14 days according to ASTM C1260. %	Ekspansja po 1 roku według ASTM C 1293 Expansion after 1 year according to ASTM C1293. %
R0	Niereaktywne / Non-reactive	≤0.10	≤0.04
R1	Umiarkowanie reaktywne / Moderately reactive	>0.10≤0.30	>0.04≤0.12
R2	Silnie reaktywne / Strongly reactive	>0.30≤0.45	>0.12≤0.24
R3	Bardzo silnie reaktywne / Very strongly reactive	>0.45	>0.24

z uwagi na reaktywność kruszywa i całkowitą zawartości alkaliów w betonie - tablica 3.

Program badań realizowany był z użyciem komercyjnych cementów: portlandzkiego CEM I 42,5R bez udziału składnika drugorzędowego oraz specjalnego, niskoalkalicznego cementu portlandzkiego popiołowego CEM II/A-V NA zawierającego 18% popiołu lotnego krzemionkowego.

Do badań modelowych wpływu ilości popiołu V i żużla S w cementzie na poziom ekspansji zapraw wg metody ASTM C1260 (9) stosowano cementy laboratoryjne, uzyskane w wyniku mieszania handlowego cementu portlandzkiego CEM I 42,5R z odpowiednim udziałem popiołu V i/lub żużla S. Cementy z udziałem popiołu uzyskano przez mieszanie CEM I 42,5R z popiołem lotnym krzemionkowym o różnej mianości: popiół kategorii N i popiół kategorii S, w ilości 15, 20 i 25%, odpowiadające cementom handlowym CEM II/A-V i CEM II/B-V. Popiół lotny krzemionkowy spełniał wymagania normy PN-EN 450-1 (23).

aggregate for concrete for risk levels E1, E2 and E3 were taken into account, due to the aggregate reactivity and the total alkali content in concrete - Table 3.

The research program was carried out using commercial cements: Portland CEM I 42.5R with no secondary component, and a special low-alkaline Portland fly ash cement CEM II/A-V NA containing 18% siliceous fly ash.

For model tests of the effect of the amount of fly ash V and slag S in the cement on the level of expansion of mortars according to ASTM Method C1260 (9), laboratory cements obtained by mixing commercial Portland cement CEM I 42.5R with an appropriate proportion of fly ash V and/or slag S were used. Cements with a share of fly ash were obtained by mixing CEM I 42.5R with siliceous fly ash of different fineness: category N fly ash and category S fly ash, in amounts of 15, 20 and 25 %, corresponding to commercial cements CEM II/A-V and CEM II/B-V. The siliceous fly ash met the requirements of EN 450-1 (23).

Slag cements containing 30% and 50% slag, corresponding to the

Tablica 3 / Table 3

WARUNKI ZASTOSOWANIA NATURALNEGO KRUSZYWA DO BETONU W ZALEŻNOŚCI OD POZIOMU RYZYKA E, REAKTYWNOŚCI KRUSZYWA R I ZAWARTOŚCI ALKALIÓW [Na₂O_{eq}] W BETONIE (21).

CONDITIONS OF USE OF NATURAL AGGREGATE FOR CONCRETE DEPENDING ON THE RISK LEVEL E, AGGREGATE REACTIVITY R AND ALKALI CONTENT [Na₂O_{eq}] IN CONCRETE (21).

Poziom ryzyka Risk Level		Niereaktywne R0 Non-reactive R0	Umiarkowanie reaktywne R1 Moderately reactive R1	Silnie reaktywne R2 Strongly reactive R2	Bardzo silnie reaktywne R3 Very strongly reactive R3
Zawartość Na ₂ O _{eq} na 1 m ³ betonu / Na ₂ O _{eq} content per 1 m ³ of concrete					
Przydatność w środowisku Suitability in the environment	E1	bez ograniczeń without limits	bez ograniczeń without limits	bez ograniczeń without limits	bez ograniczeń without limits
	E2	maks. 3,0 kg/m ³ max. 3.0 kg/m ³	maks. 2,4 kg/m ³ / max. 2.4 kg/m ³	Nie ma zastosowania / Does not apply	
	E3	maks. 3,0 kg/m ³ max. 3.0 kg/m ³	maks. 1,8 kg/m ³ + Popiół lotny V i/lub żużel S kg/m ³ maks. 1.8 kg/m ³ + Fly ash V and/or slag S kg/m ³	Nie ma zastosowania / Does not apply	

Tablica 4 / Table 4

SKŁAD CHEMICZNY MATERIAŁÓW DO BADAŃ REAKCJI RAK

CHEMICAL COMPOSITION OF MATERIALS FOR ASR REACTION TESTS

Składnik / Component	Materiał / Material			
	CEM I 42,5R	CEM II/A-V 42,5 N NA	Popiół lotny krzemionkowy Siliceous fly ash	Granulowany żużel wielkopieczowy Blast furnace slag
	Udział składnika, % masowy / Share of the component, % by mass			
Straty prażenia / LOI	3.70	2.33	2.63	+0.17
Faza szklista / Glassy phase	-	-	-	98.6
SiO ₂	20.16	26.25	51.37	38.40
Al ₂ O ₃	4.33	8.68	27.80	7.77
Fe ₂ O ₃	3.43	3.01	6.55	0.99
CaO	64.07	54.21	2.97	43.69
MgO	0.88	1.23	2.51	5.77
SO ₃	2.93	2.36	0.23	1.12
Na ₂ O	0.27	0.35	0.68	0.53
K ₂ O	0.54	0.92	3.54	0.54
P ₂ O ₅	0.32	0.16	-	-
TiO ₂	0.27	0.36	-	-
Mn ₂ O ₃	0.06	0.06	-	-
SrO	0.17	0.04	-	-
ZnO	0.18	0.05	-	-
Na ₂ O _{eq} całkowite / Na ₂ O _{eq} Total	0.60	0.96	3.01	0.88
Na ₂ O _{eq} wymywalne / Na ₂ O _{eq} leachable	0.34	0.22	0.03	0.01
NR – Części nierozpuszczalne NR – Insoluble parts	-	14.0	79.8	-
Zawartość popiołu w cemencie CEM II/A-V 42,5N-NA równa się: NRx1,28 = 17,9 % / The ash content of CEM II/A-V 42,5N-NA cement equals: NRx1.28 = 17.9 %				

Cementy żużlowe zawierający 30% i 50% żużla, odpowiadające cementom powszechnego użytku CEM II/B-S i CEM III/A (18), przygotowano poprzez mieszanie CEM I 42,5R ze zmielonym granulowanym żużlem wielkopieczowym o uziarnieniu 3800 cm²/g lub 6000 cm²/g wg Blaine'a.

Charakterystykę chemiczną materiałów zastosowanych do badań zestawiono w tablicy 4. Uwzględniając wymagania zawartości alkaliów, podane w tablicy 3 dla poszczególnych poziomów ryzyka i reaktywności kruszy należy brać pod uwagę bardzo niską wymywalność alkaliów z popiołu i żużla, nie przekraczającą 3% [tablica 5], co praktycznie nie ma istotnego wpływu na bilans zawartości alkaliów biorących udział w reakcji RAK. Przy obliczaniu zawartości alkaliów wprowadzanych z popiołem i żużlem do betonu, dla granicy bezpieczeństwa należy przyjmować, jak podają wytyczne zagraniczne (13,14,21,25-27), zdecydowanie wyższe poziomy wymywalności. W Projekcie wytycznych krajowych przyjęto dla popiołu i żużla wymywalność 10% całkowitej zawartości alkaliów z tych dodatków (28). Wymywalność alkaliów z komercyjnych cementów portlandzkich CEM I wynosi przeciętnie 40-60% całkowitej zawartości Na₂O_{eq} w cemencie [tablica 6]. Przy obliczaniu bilansu zawartości alkaliów w betonie należy przyjmować 100% ilości alkaliów wprowadzanych z cementem, pomimo niższej do-

common cements CEM II/B-S and CEM III/A (18), were prepared by mixing CEM I 42.5R with ground granulated blast furnace slag with a grain size of 3800 cm²/g or 6000 cm²/g according to Blaine.

The chemical characteristics of the materials used in the tests are summarized in Table 4. Taking into account the alkali content requirements given in Table 3 for the different levels of risk and reactivity of aggregates, it is necessary to take into account the very low leachability of alkali from fly ash and slag, not exceeding 3 % [Table 5], which practically does not significantly affect the balance of alkali content involved in the ASR reaction. When calculating the content of alkali introduced with fly ash and slag into concrete, much higher leachability levels should be adopted for the safety limit, according to foreign guidelines (13,14,21,25-27). The Draft National Guidelines adopt for fly ash and slag a leachability of 10 % of the total alkali content from these additives (28).

The leachability of alkali from commercial Portland cements CEM I is on average 40-60 % of the total Na₂O_{eq} content in the cement [Table 6]. When calculating the balance of alkali content in concrete, 100 % of the amount of alkali introduced with cement should be assumed, despite the lower documented leachability. The leachability of alkali from cements and mineral additives was determined by the water leaching method according to ASTM C114-15 (29).

Tablica 5 / Table 5

WYMYWALNOŚĆ ALKALIÓW ZE SKŁADNIKÓW MINERALNYCH STOSOWANYCH W PROGRAMIE BADAŃ ASR-RID

LEACHABILITY OF ALKALI FROM MINERALS USED IN ASR-RID TESTING PROGRAM

Opis próbki	Całkowita zawartość alkaliów, % Total alkali content, %		Wymywalna zawartość alkaliów, % Leachable alkali content, %	
	Na ₂ O	K ₂ O	Na ₂ O	K ₂ O
Popiół lotny krzemionkowy kategorii N / Siliceous fly ash N category	Na ₂ O eq	0.86	Na ₂ O eq	0.04
	K ₂ O	3.21	K ₂ O	0.01
	Na ₂ O eq	2.97	Na ₂ O eq	0.05
Popiół lotny krzemionkowy kategorii S / Siliceous fly ash S category	Na ₂ O	0.60	Na ₂ O	0.05
	K ₂ O	2.60	K ₂ O	0.02
	Na ₂ O eq	2.31	Na ₂ O eq	0.06
Granulowany żużel wielkopiecowy, powierzchnia wł. 3800 cm ² /g Blast furnace slag, specific surface 3800 cm ² /g	Na ₂ O	0.57	Na ₂ O	0.04
	K ₂ O	0.44	K ₂ O	0.00
	Na ₂ O eq	0.86	Na ₂ O eq	0.04
Granulowany żużel wielkopiecowy, powierzchnia wł. 6000 cm ² /g Blast furnace slag, specific surface 6000 cm ² /g	Na ₂ O	0.59	Na ₂ O	0.01
	K ₂ O	0.47	K ₂ O	0.00
	Na ₂ O eq	0.90	Na ₂ O eq	0.01

kumentowanej wymywalności. Wymywalność alkaliów z cementów i dodatków mineralnych oznaczono metodą ługowania wodą wg ASTM C114-15 (29).

Do badań zapobiegania reakcji RAK wytypowano próbki kruszyw umiarkowanie reaktywne R1 o wartości ekspansji wg ASTM C 1260 (9) w granicach 0,1-0,3%. Badano wybrane próbki przekruszonych kruszyw polodowcowych oraz ze skał litych. Próbki grysów uzyskano z przekruszenia głównie polodowcowych otoczków skandynawskich. (20,21). Głównym składnikiem grysów był kwarc kalcyt i dolomit oraz w mniejszych ilościach występowały mikroklin i albit. Kwarcyt do badań uzyskano z przekruszenia skały litej kwarcytowej (20,21). Głównymi składnikami kwarcytu był kwarc. Dla wszystkich zbadanych kruszyw ilość alkaliów wymywalnych była bardzo mała w przedziale 0,00-0,03 % masy i nie została wliczona do bilansu zawartości alkaliów, biorących udział w reakcji RAK.

For the tests of preventing the ASR reaction, moderately reactive aggregate samples R1 were selected with the expansion value according to ASTM C 1260 (9) in the range of 0.1-0.3 %. Selected samples of crushed glacial aggregates and solid rocks were tested. The grit samples were obtained from crushing mainly glacial Scandinavian cobbles. (20,21). The main component of the grits was quartz, calcite and dolomite, and microcline and albite were present in smaller amounts. Quartzite for the tests was obtained from crushing solid quartzite rock (20,21). The main component of quartzite was quartz. For all tested aggregates, the amount of leachable alkali was very low in the range of 0.00-0.03 % by mass and was not included in the balance of the alkali content taking part in the ASR reaction.

Tablica 6 / Table 6

CAŁKOWITA ZAWARTOŚĆ ALKALIÓW I ALKALIA ROZPUSZCZALNE W KRAJOWYCH CEMENTACH PORTLANDZKICH CEM I

TOTAL ALKALI CONTENT AND SOLUBLE ALKALI IN DOMESTIC CEM I PORTLAND CEMENTS

Rodzaj cementu Type of cement	Zawartość alkaliów w cementach CEM I, % masy / Alkali content in CEM I cements, % by weight								
	Całkowita / Total				Alkalia rozpuszczalne / Available alkali				
		Procent masy cementu, % Percentage by weight of cement, %			Stopień wymywalności, % / Degree of leachability, %				
	Na ₂ O	K ₂ O	Na ₂ O _{eq}	Na ₂ O	K ₂ O	Na ₂ O _{eq}	Na ₂ O	K ₂ O	Na ₂ O _{eq}
CEM I 42,5N LH/NA	0.19	0.47	0.50	0.04	0.35	0.27	21	75	54
CEM I 42,5N LH/NA	0.18	0.21	0.32	0.05	0.12	0.13	28	57	43
CEM I 42,5R	0.21	0.86	0.78	0.06	0.62	0.47	29	72	60
CEM I 42,5R	0.21	0.59	0.60	0.07	0.37	0.31	33	63	52
CEM I 42,5N	0.24	0.54	0.57	0.05	0.54	0.41	29	63	55
CEM I 52,5R NA	0.34	0.29	0.53	0.05	0.10	0.12	15	34	23
CEM I 42,5N LH/SR3/NA	0.26	0.38	0.51	0.04	0.21	0.18	15	55	35

Tablica 7 / Table 7

WPŁYW POPIOŁU LOTNEGO KRZEMIONKOWEGO NA WARTOŚĆ EKSPANSJI ZAPRAW Z KRUSZYWA POŁODOWCOWEGO (GRYSÓW).

THE INFLUENCE OF SILICEOUS FLY ASH ON THE EXPANSION VALUE OF GLACIAL AGGREGATE (GRIT) MORTARS.

Kruszywo/Aggregate		Cement	Ekspansja zaprawy po upływie 14 dni, % Mortar expansion after 14 days, %
Zakład A / Plant A	Grys 2/8 / Grit 2/8	CEM I 42,5 R	0.080
		CEM II/A-V	0.055
	Grys 8/16 / Grit 8/16 /	CEM I 42,5 R	0.096
		CEM II/A-V	0.045
Zakład B / Plant B	Grys 11,2/31,5 / Grit 11,2/31,5	CEM I 42,5 R	0.200
		CEM II/A-V	0.018
	Grys 5,6/11,2 / Grit 5,6/11,2	CEM I 42,5 R	0.136
		CEM II/A-V	0.021
	Grys 2/5,6 / Grit 2/5,6	CEM I 42,5 R	0.136
		CEM II/A-V	0.060
Zakład C / Plant C	Grys 2/5,6 / Grit 2/5,6	CEM I 42,5 R	0.08
		CEM II/A-V	0.065
Zakład D / Plant D	Grys 11,2/16 / Grit 11,2/16	CEM I 42,5 R	0.172
		CEM II/A-V	0.076
	Grys 4/8 / Grit 4/8	CEM I 42,5 R	0.209
		CEM II/A-V	0.095
Zakład E / Plant E	Grys 2/5,6 / Grit 2/5,6	CEM I 42,5 R	0.162
		CEM II/A-V	0.014
Zakład F / Plant F	Kwarcyt 2/5,6 Quartzite 2/5,6	CEM I 42,5 R	0.284
		CEM II/A-V	0.099
Zakład G / Plant G	Grys 8/11,2 / Grit 8/11,2	CEM I 42,5 R	0.218
		CEM II/A-V	0.081
Zakład H / Plant H	Grys 8/12,5 / Grit 8/12,5	CEM I 42,5 R	0.382
		CEM II/A-V	0.078

4. Wyniki badań

4.1. Wpływ popiołu lotnego na ekspansję zapraw wg metody ASTM C1260 (9) dla cementów handlowych

Wyniki pomiarów ekspansji zapraw wg metody ASTM C 1260 (9) dla przekruszonych kruszyw polodowcowych, przy stosowaniu cementu portlandzkiego CEM I 42,5R oraz cementu portlandzkiego popiołowego CEM II/A-V 42,5N-NA zawierającego 18% popiołu lotnego krzemionkowego zestawiono w tablicy 7 oraz przedstawiono na rysunku 1. Kruszywa do badań przygotowano zgodnie z wytycznymi podanymi w normie ASTM C 1260.

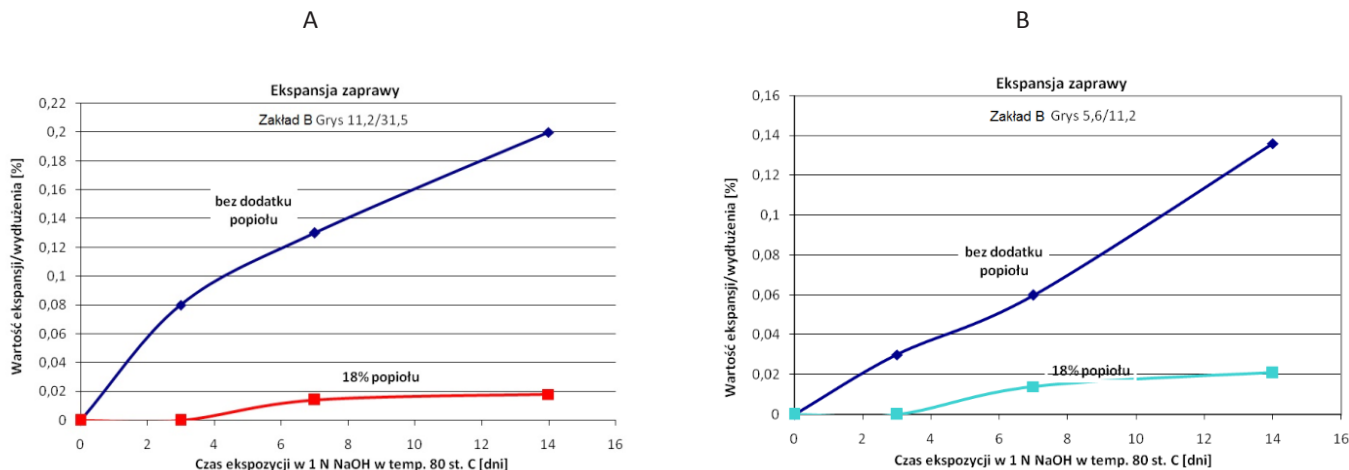
Dane zebrane w tablicy 7 potwierdzają zróżnicowaną reaktywność przekruszonych krajowych kruszyw polodowcowych. Zakres wahań reaktywności kruszyw pomiędzy zakładami wynosi od wartości poniżej 0,1%, tj. dla kruszywa niereaktywnych R0, poprzez największą grupę kruszyw umiarkowanie reaktywnych R1 o ekspansji $>0,1\% \leq 0,3\%$, do kruszyw silnie reaktywne R2 o ekspansji powyżej 0,3%. Zebrane w tablicy 7 pomiary ekspansji zapraw potwierdzają dużą efektywność popiołu lotnego krzemionkowego jako czynnika zmniejszającego ekspansję. W każdym przypadku kruszywa, przy

4. Research results

4.1. Influence of fly ash on the expansion of mortars according to the ASTM C1260 (9) method for commercial cements.

The results of mortar expansion measurements according to the ASTM C 1260 (9) method for crushed glacial aggregates using CEM I 42.5R Portland cement and CEM II/A-V 42.5N-NA Portland ash cement containing 18 % of silica fly ash are presented in Table 7 and Figure 1. The aggregates for testing were prepared in accordance with the guidelines given in the ASTM C 1260 standard.

The data collected in Table 7 confirm the varied reactivity of crushed domestic glacial aggregates. The range of aggregate reactivity fluctuations between plants is from values below 0.1 %, i.e. for non-reactive aggregates R0, through the largest group of moderately reactive aggregates R1 with expansion $>0.1\% \leq 0.3\%$, to highly reactive aggregates R2 with expansion above 0.3 %. The measurements of mortar expansion collected in Table 7 confirm the high effectiveness of siliceous fly ash as a factor reducing expansion. In each case of aggregate, when using Portland ash cement



Rys. 1. Ekspansja zapraw wg ASTM C 1260 (9) z cementem CEM I 42,5R bez dodatku popiołu [kolor niebieski] i z cementem CEM II/A-V 42,5N-NA z dodatkiem 18 % popiołu [kolor czerwony] z przekruszonym kruszywem polodowcowym z Zakładu B o różnym uziarnieniu: A) gryś 11,2/31,5 i B) gryś 5,6/11,2.

Fig. 1. Expansion of mortars according to ASTM C 1260 (9) with CEM I 42.5R cement without fly ash addition [blue color] and with CEM II/A-V 42.5N-NA cement with 18 % fly ash addition [red color] with crushed glacial aggregate from Plant B of different grain sizes: A) grit 11.2/31.5 and B) grit 5.6/11.2.

stosowaniu cementu portlandzkiego popiołowego CEM II/A-V zawierającego 18% popiołu lotnego uzyskuje się redukcję ekspansji do wartości <0,1% po upływie 14 dni wg metody ASTM C 1260 (9).

4.2. Badania modelowe wpływu popiołu lotnego krzemionkowego i granulowanego żużla wielkopieczowego na reakcję RAK

Wyniki badań modelowych wpływu popiołu lotnego krzemionkowego na ograniczenie reakcji RAK i ekspansji alkalicznej wybranych kruszyw z zakładów A i E przedstawiono w tabelicy 8. Zestawiono wyniki ekspansji zapraw z dodatkiem 15, 20, 25% popiołu lotnego o mianości kategorii N oraz z dodatkiem 20% popiołu o mianości kategorii S. Na rysunku 2 dla kruszywa z Zakładu E o umiarkowanej reaktywności R1 przedstawiono wartość ekspansji zaprawy w funkcji zawartości popiołu o mianości kategorii N. W tabelicy 9 zestawiono wyniki ekspansji zapraw z dodatkiem 30 i 50% żużla o powierzchni właściwej 3800 lub 6000 cm²/g.

Przeprowadzone badania modelowe pozwoliły ustalić minimalny dodatek popiołu lotnego krzemionkowego i granulowanego żużla wielkopieczowego, który skutecznie niweluje ekspansję zapraw wywołaną reakcją RAK do wartości poniżej 0,1%. Z uwagi na wytyczne niektórych krajów, które zalecają przedłużanie badań wg ASTM C 1260, wyniki odniesiono do ekspansji po 28 dnach. Dla kruszywa R1 o ekspansji 0,1-0,2% dodatek 20% popiołu wprowadzany na przykład z cementem portlandzkim popiołowym CEM II/A-V, skutecznie niweluje RAK. Dla kruszyw R1 o ekspansji 0,2-0,3% należy stosować minimum 25% popiołu, na przykład poprzez cement CEM II/B-V. Należy podkreślić, że wyniki te odnoszą się do popiołu o mianości kategorii N. Popiół lotny krzemionkowy o mianości kategorii S zdecydowanie bardziej niweluje RAK. Dodatek 20% tego popiołu praktycznie zatrzymuje ekspansję wywołaną RAK [tab. 8].

CEM II/A-V containing 18 % fly ash, the expansion is reduced to <0.1 % after 14 days according to the ASTM C 1260 method (9).

4.2. Model studies of the influence of silica fly ash and granulated blast furnace slag on the ASR reaction

The results of model tests of the effect of silica fly ash on the reduction of ASR reaction and alkaline expansion of selected aggregates from plants A and E are shown in Table 8. The results of the expansion of mortars with the addition of 15, 20, 25 % fly ash with category N fineness Figure 2 for aggregate from Plant E with moderate reactivity R1 shows the value of mortar expansion as a function of fly ash content with category N fineness. Table 9 summarizes the results of mortar expansion with the addition of 30 and 50% slag with a specific surface area of 3800 or 6000 cm²/g.

The model tests carried out allowed to determine the minimum addition of siliceous fly ash and granulated blast furnace slag, which effectively reduces the expansion of mortars caused by the ASR reaction to a value below 0.1 %. Due to the guidelines of some countries, which recommend extending the tests according to ASTM C 1260, the results were referred to the expansion after 28 days. For R1 aggregate with an expansion of 0.1-0.2 %, the addition of 20 % fly ash introduced, for example, with Portland ash cement CEM II/A-V, effectively eliminates ASR reaction. For R1 aggregates with an expansion of 0.2-0.3 %, a minimum of 25 % fly ash should be used, for example through cement CEM II/B-V. It should be emphasized that these results refer to fly ash with a fineness of category N. Siliceous fly ash with a fineness of category S definitely eliminates ASR reaction to a greater extent. Addition of 20 % of this fly ash practically stops the expansion caused by ASR [Table 8]. In the case of granulated slag, for R1 aggregate with expansion of 0.1-0.2 % the minimum amount of additive should be 30 %, and for R1 aggregate with expansion of

Tablica 8 / Table 8

EKSPANSJA WG ASTM C 1260 (9), ZAPRAW Z CEMENTU CEM I 42,5R Z DODATKIEM POPIOŁU LOTNEGO KRZEMIONKOWEGO O MIAŁKOŚCI KATEGORII N I S.

EXPANSION ACCORDING TO ASTM C 1260 (9), CEM I 42.5R CEMENT MORTARS WITH THE ADDITION OF SILICEOUS FLY ASH OF FINENESS CATEGORIES N AND S.

Producent Producer	Opis kruszywa Aggregate description	Ilość dodatku popiołu kategorii N* i S**, % masy cementu Amount of fly ash added in N* and S** categories, % of cement mass									
		0 %		15% kat. N		20% kat. N		25% kat. N		20% kat. S	
		Wartość ekspansji po dniach, % / Expansion value after days, %									
		14	28	14	28	14	28	14	28	14	28
Zakład A / Plant A	Grys 2/8 / Grit 2/8	0.08	0.13	0.07	0.15	0.05	0.10	0.03	0.08	0.02	0.02
Zakład E Plant E	Grys 2/5,6 / Grit 2/5,6	0.21	0.39	0.06	0.12	0.03	0.08	0.01	0.05	0.01	0.02

* pozostałość na sicie 45 µm nie większa niż 40% masy / residue on the 45 µm sieve not more than 40% by mass

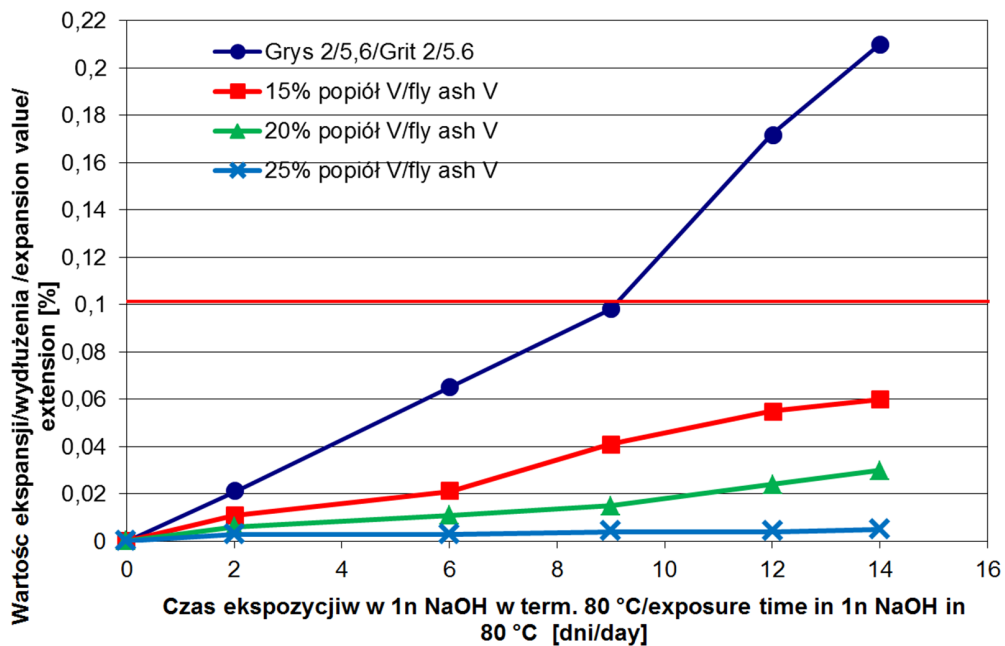
** pozostałość na sicie 45 µm nie większa niż 12% masy / residue on the 45 µm sieve not more than 12% by mass

Tablica 9 / Table 9

EKSPANSJA WG ASTM C 1260 (9), ZAPRAW Z CEMENTÓW CEM I 42,5R Z DODATKIEM GRANULOWANEGO ŻUŻLA WIELKOPIECOWEGO O POWIERZCHNI WŁAŚCIWEJ 3800 LUB 6000 cm²/g WG BLAINE'A.

EXPANSION ACCORDING TO ASTM C 1260 (9), MORTARS MADE OF CEM I 42.5R CEMENTS WITH THE ADDITION OF GRANULATED BLAST FURNACE SLAG WITH A SPECIFIC SURFACE AREA OF 3800 OR 6000 cm²/g ACCORDING TO BLAINE.

Producent Producer	Opis kruszywa Aggregate description	Ilość dodatku żużla o różnym rozdrobnieniu, % masy cementu Amount of slag added with different fineness, % of cement mass									
		0 %		30% S = 3800		30% S = 6000		50% S = 3800		50% S = 6000	
		Wartość ekspansji po dniach, % / Expansion value after days, %									
		14	28	14	28	14	28	14	28	14	28
Zakład A / Plant A	Grys 2/8 / Grit 2/8	0.08	0.13	0.06	0.10	0.03	0.08	0.04	0.07	0.03	0.05
Zakład E Plant E	Grys 2/5,6 / Grit 2/5,6	0.21	0.39	0.05	0.13	0.04	0.08	0.02	0.05	0.02	0.04



Rys. 2. Wpływ ilości dodatku popiołu lotnego krzemionkowego kategorii N na wartość ekspansji zapraw wg ASTM C 1260 (9) z kruszywem umiarkowanie reaktywnym R1 z Zakładu E.

Fig. 2. Effect of the amount of siliceous fly ash addition category N on the expansion value of mortars according to ASTM C 1260 (9) with R1 moderately reactive aggregate from E Plant.

W przypadku żużla granulowanego, dla kruszywa R1 o ekspansji 0,1-0,2% minimalna ilość dodatku powinna wynosić 30%, a dla kruszywa R1 o ekspansji 0,2-0,3% minimalna ilość to 50% [tab. 9]. Te dodatki żużla granulowanego można wprowadzać odpowiednio z cementem portlandzkim żuźlowym CEM II/B-S i cementem hutniczym CEM III/A.

4.3. Obserwacje mikrostruktury i badania składu chemicznego w mikroobszarach produktów hydratacji zapraw po badaniach ekspansji RAK wg ASTM C 1260

Obserwacje SEM z analizą w mikroobszarach EDS próbki zaprawy z niereaktywnym kruszywem R0 [rys. 3] porównano z obserwacjami próbek zapraw z kruszywem reaktywnym R1 [rys. 4] i kruszywem silnie reaktywnym R2 [rys. 5]. Rysunki 3-5 przedstawiają mikrostrukturę i skład chemiczny w mikroobszarach próbek zapraw z w/w kruszywami z cementem portlandzkim CEM I 42,5R bez dodatków mineralnych. Na rysunku 6 zamieszczono obserwacje próbki zaprawy z kruszywem umiarkowanie reaktywnym R1 i z cementem CEM II/A-V 42,5 N z dodatkiem 18% popiołu lotnego krzemionkowego. Wszystkie obserwowane próbki zapraw były po badaniach ekspansji RAK wg ASTM C 1260 (9).

Ekspansja zaprawy z kruszywa niereaktywnego R0 wyniosła 0,009% po 14 dniach ekspozycji w roztworze NaOH. W produktach hydratacji nie stwierdzono oznak reaktywności alkalicznej. Kruszywo stanowi krzemian magnezowo-wapniowy z wtrąceniami kwarcu i biotyty. Warstwę kontaktową stanowi faza C-S-H. Zwraca uwagę poprawna strefa kontaktowa kruszywo-matryca cementowa, szczelna mikrostruktura, brak makroporów i spękań [rys. 3].

W próbce zaprawy z kruszywa umiarkowanie reaktywnego R1 o ekspansji 0,136%, identyfikuje się wyraźne oznaki destrukcyjnego oddziaływania ekspansyjnego żelu krzemiano-sodowego z udziałem wapnia [pkt. 1]. Przy stosunkowo szczelnej mikrostrukturze pojawiają się obszary spękań matrycy i kruszywa.

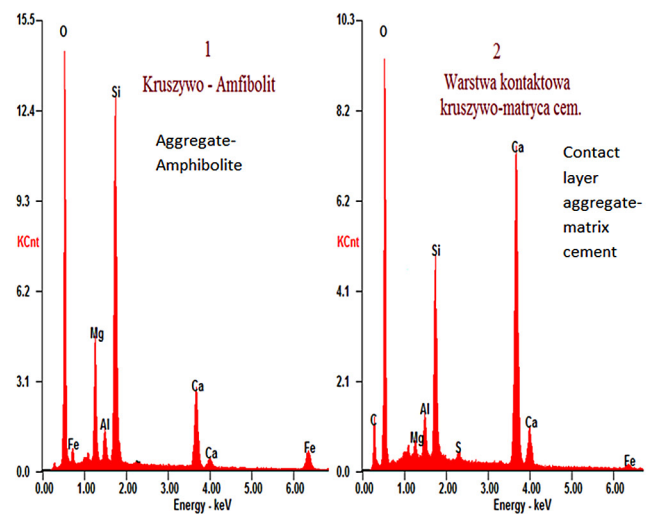
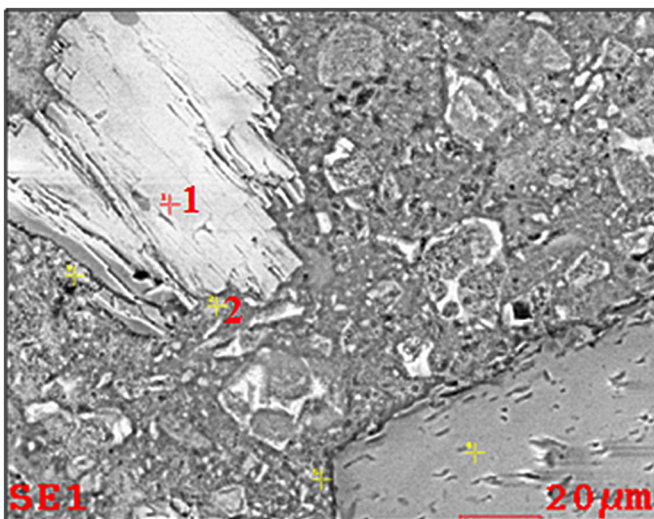
0.2-0.3% the minimum amount is 50% [Table 9]. These granulated slag additives can be introduced with Portland slag cement CEM II/B-S and blast furnace cement CEM III/A, respectively.

4.3. Microstructure observations and chemical composition studies in micro-areas of mortar hydration products after ASR expansion tests according to ASTM C 1260

SEM observations with EDS micro-area analysis of the mortar sample with non-reactive aggregate R0 [Fig. 3] were compared with observations of mortar samples with reactive aggregate R1 [Fig. 4] and highly reactive aggregate R2 [Fig. 5]. Figures 3-5 show the microstructure and chemical composition in micro-areas of mortar samples with the above-mentioned aggregates and Portland cement CEM I 42.5R without mineral additives. Figure 6 shows observations of the mortar sample with moderately reactive aggregate R1 and with cement CEM II/A-V 42.5 N with 18 % siliceous fly ash. All observed mortar samples were after ASR expansion tests according to ASTM C 1260 (9).

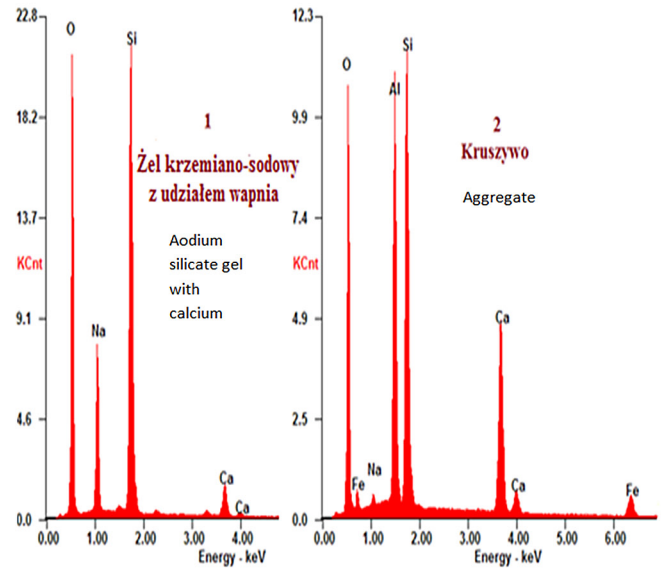
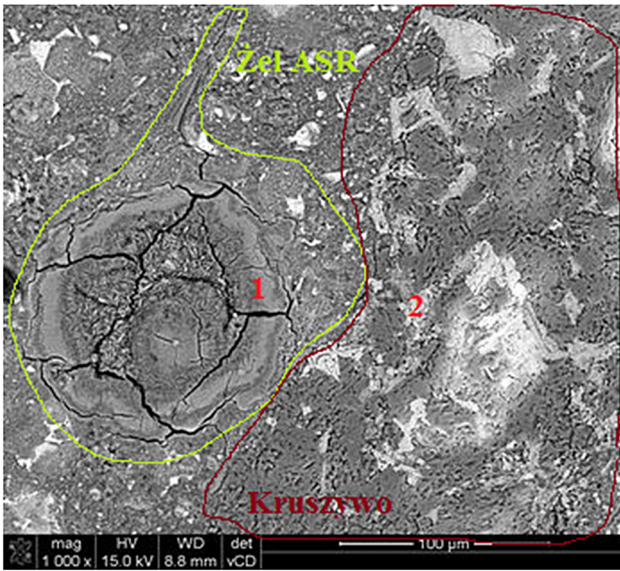
The expansion of the mortar made of non-reactive aggregate R0 was 0.009 % after 14 days of exposure in NaOH solution. No signs of alkaline reactivity were found in the hydration products. The aggregate is magnesium-calcium silicate with quartz and biotite inclusions. The contact layer is the C-S-H phase. What is noteworthy is the correct contact zone between the aggregate and the cement matrix, tight microstructure, and the absence of macropores and cracks [Fig. 3].

In a sample of mortar made of moderately reactive aggregate R1 with an expansion of 0.136 %, clear signs of destructive impact of expansive sodium silicate gel with calcium are identified [point 1]. With a relatively tight microstructure, areas of cracks in the matrix and aggregate appear.



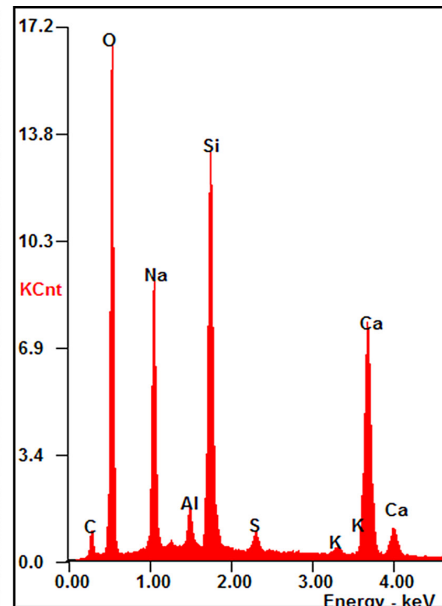
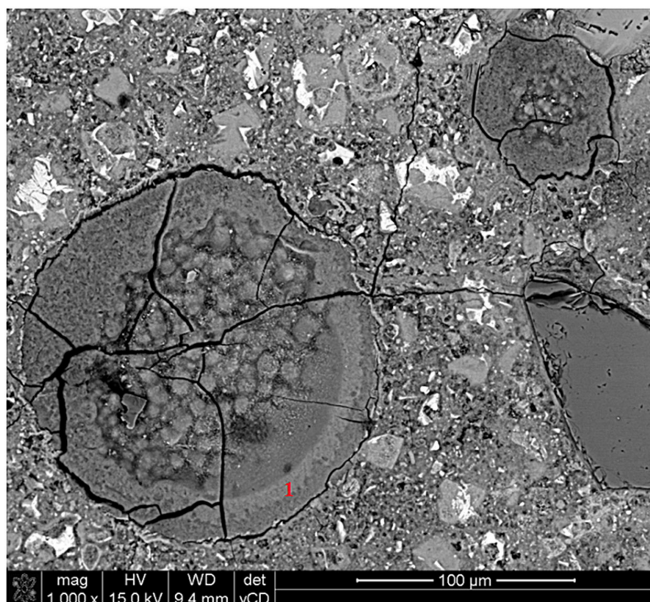
Rys. 3. Mikrostruktura zaprawy z niereaktywnym kruszywem R0 i cementem CEM I 42,5R bez dodatku mineralnego.

Fig. 3. Microstructure of mortar with non-reactive R0 aggregate and cement CEM I 42.5R without mineral addition.



Rys. 4. Mikrostruktura zaprawy z umiarkowanie reaktywnym kruszywem polodowcowym R1 i cementem CEM I 42,5R bez dodatku mineralnego.

Fig. 4. Microstructure of the mortar with moderately reactive glacial aggregate R1 and CEM I 42.5R cement without mineral additive.



Rys. 5. Mikrostruktura zaprawy z silnie reaktywnym kruszywem polodowcowym R2 i cementem CEM I 42,5R bez dodatku mineralnego.

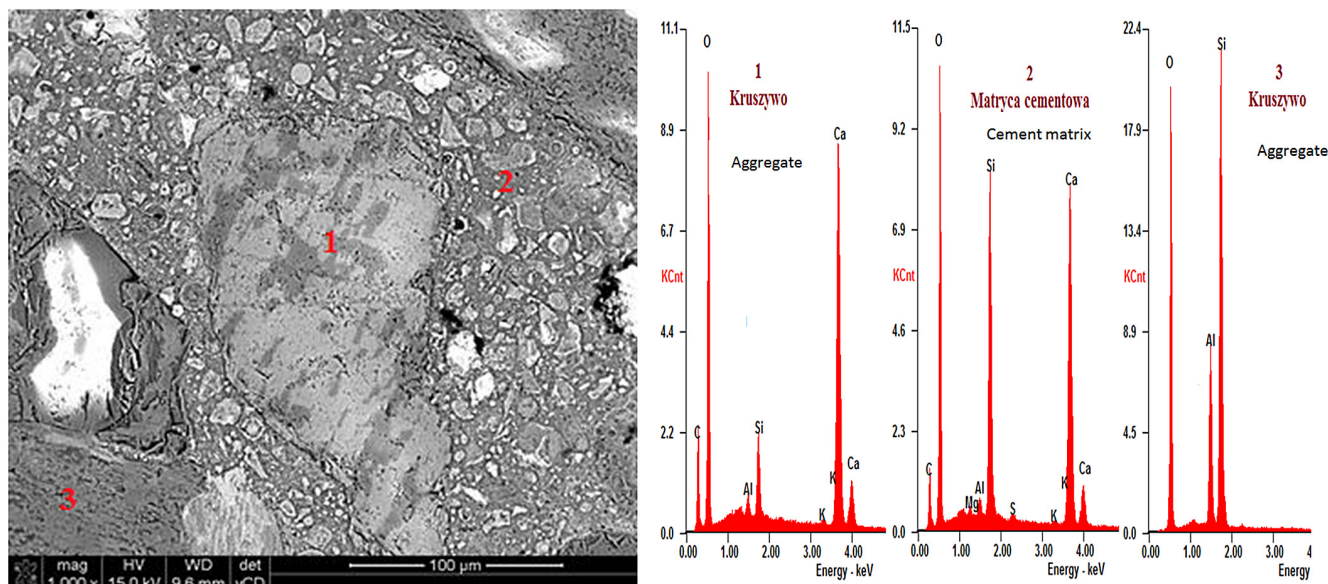
Fig. 5. Microstructure of mortar with highly reactive glacial aggregate R2 and CEM I 42.5R cement without mineral additive.

Na rysunku 5 przedstawiono wyniki analizy SEM i EDS zaprawy z kruszywa silnie reaktywnego R2 o wartości ekspansji 0,382%. Zdjęcie pokazuje liczne obszary destrukcji zaprawy w wyniku powstawania pęczniącego żelu, który tworzy sferyczne koncentracje działające niszcząco na matrycę i kruszywo.

Ekspansja zaprawy z kruszywem umiarkowanie reaktywnym R1 i cementem portlandzkim popiołowym CEM II/A-V 42,5R NA z poziomu 0,136% obniża się do poziomu 0,021%, tj. ponad sześciokrotnie niższego od zaprawy z tym samym kruszywem i cementem portlandzkim CEM I 42,5R bez dodatku popiołu [rys. 6, tab. 7 - zakład B]. Analiza SEM/EDS nie wykazuje oznak destrukcji zaprawy w wyniku RAK. Nie identyfikuje się pęczniącego żelu

Figure 5 shows the results of SEM and EDS analysis of the mortar made of highly reactive aggregate R2 with an expansion value of 0.382 %. The photo shows numerous areas of mortar destruction as a result of the formation of a swelling gel, which creates spherical concentrations that have a destructive effect on the matrix and aggregate.

The expansion of the mortar with moderately reactive aggregate R1 and Portland ash cement CEM II/A-V 42.5R NA from 0.136 % decreases to 0.021 %, i.e. more than six times lower than the mortar with the same aggregate and Portland cement CEM I 42.5R without fly ash addition [Fig. 6, Table 7 - Plant B]. The SEM/EDS analysis does not show any signs of mortar destruction due to ASR



Rys. 6. Mikrostruktura zaprawy z umiarkowanie reaktywnym kruszywem polodowcowym R1 i cementem CEM II/A-V z 18% dodatkiem popiołu lotnego krzemionkowego.

Fig. 6. Microstructure of mortar with moderately reactive glacial aggregate R1 and CEM II/A-V cement with 18% addition of siliceous fly ash.

krzemiano-sodowo wapniowego, jak na rysunku 4. W przypadku zapraw z cementem bez dodatku popiołu tworząca się faza C-S-H wykazuje wysoki stosunek C/S 1,8-2, a dla zapraw z kruszywem umiarkowanie reaktywnym i cementem z dodatkiem popiołu stosunek ten jest wyraźnie niższy i wynosi 1-1,4. Dane literaturowe dowodzą, że taka zmiana proporcji C/S prowadzi do szczelniejszej mikrostruktury i ograniczenia dyfuzji sodu w hydratych zaczynu cementowego (30).

5. Wnioski

Wyniki pomiarów ekspansji alkalicznej zapraw wg metody ASTM C 1260 (9), prowadzone w ramach Projektu ASR-RID, wykazują możliwość skutecznego zapobiegania destrukcji konstrukcji betonowych w wyniku reakcji alkalia-krzemionka poprzez stosowanie popiołu lotnego krzemionkowego lub granulowanego żużla wielkopieczowego jako składnika spoiwa.

Badania pozwoliły na określenie ilości aktywnych dodatków mineralnych: popiołu lotnego krzemionkowego lub granulowanego żużla wielkopieczowego, wprowadzanych do betonu z cementem wieloskładnikowym, gwarantujących pełną odporność betonu na reakcję alkalia-krzemionka, dla grup ryzyka E2 i E3.

Dodatek do betonu 25% popiołu lotnego o mianości kategorii N lub 50% granulowanego żużla wielkopieczowego skutecznie niweluje reakcję alkalia-krzemionka dla badanych kruszyw. Natomiast dodatek 20% popiołu lotnego o mianości kategorii S praktycznie zatrzymuje ekspansję wywołaną tą reakcją.

Badania SEM potwierdzają wpływ popiołu na zmniejszenie ekspansji, z uwagi na brak pęczniącego żelu; produktu reakcji RAK prowadzącej do destrukcji betonu. Korzystny wpływ popiołu na reakcję RAK można tłumaczyć powstawaniem zmodyfikowanej

reaction. The swelling sodium-calcium silicate gel is not identified, as in Figure 4. In the case of mortars with cement without the addition of fly ash, the C-S-H phase being formed has a high C/S ratio of 1.8-2, and for mortars with moderately reactive aggregate and cement with the addition of fly ash, this ratio is clearly lower and amounts to 1-1.4. Literature data prove that such a change in the C/S proportion leads to a tighter microstructure and a limitation of sodium diffusion in the hydrates of cement paste (30)

5. Conclusions

The results of the measurements of the alkaline expansion of mortars according to the ASTM C 1260 (9) method, conducted within the ASR-RID Project, show the possibility of effectively preventing the destruction of concrete structures as a result of the alkali-silica reaction by using silica fly ash or granulated blast furnace slag as a binder component.

The studies allowed determining the amount of active mineral additives: siliceous fly ash or granulated blast furnace slag, introduced into concrete with multi-component cement, guaranteeing full resistance of concrete to the alkali-silica reaction, for risk groups E2 and E3.

The addition of 25 % fly ash with a fineness of category N or 50 % granulated blast furnace slag to concrete effectively eliminates the alkali-silica reaction for the tested aggregates. On the other hand, the addition of 20 % fly ash with a fineness of category S practically stops the expansion caused by this reaction.

SEM studies confirm the effect of fly ash on the reduction of expansion, due to the lack of swelling gel; a product of the ASR reaction leading to the destruction of concrete. The beneficial effect of fly ash on the ASR reaction can be explained by the formation of a

fazy C-S-H o niskim stosunku Ca/Si, doszczelniającej mikrostrukturę betonu.

modified C-S-H phase with a low Ca/Si ratio, sealing the microstructure of concrete.

Podziękowania

Referat przygotowano w ramach Projektu RID „Reaktywność alkaliczna krajowych kruszyw” [nr DZP/RID-1-37/6NCBR/2016], finansowanego przez GDDKiA oraz Narodowe Centrum Badań i Rozwoju.

Acknowledgements

The paper was prepared as part of the RID Project “Alkaline reactivity of domestic aggregates” [no. DZP/RID-1-37/6NCBR/2016], financed by GDDKiA and the National Centre for Research and Development.

Literatura / References

1. T. Katayama, The so-called alkali-carbonate reaction (ACR) - Its mineralogical and geochemical details, with special reference to ASR. *Cem. Concr. Res.* **40**(4), 643-675 (2010). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.09.020>
2. F. Ulm, O. Coussy, L. Kefei, C. Larive, Thermo-Chemo-Mechanics of ASR Expansion in Concrete Structures. *J. Eng. Mech.* **126**(3), 233-242 (2000). [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9399\(2000\)126:3\(233\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9399(2000)126:3(233))
3. M. Kawamura, K. Iwahori, ASR gel composition and expansive pressure in mortars under restraint, *Cem. Concr. Comp.* **26**(1), 47-56 (2004).
4. S. Diamond, A review of alkali-silica reaction and expansion mechanisms. *Reactive aggregates. Cem. Concr. Res.* **6**(4), 549-60 (1976). [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(76\)90083-1](https://doi.org/10.1016/0008-8846(76)90083-1)
5. M.D.A. Thomas, The effect of supplementary cementing materials on alkali-silica reaction: a review. *Cem. Concr. Res.* **41**(12), 209-16, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.11.003>
6. J. Lindgard, O. Andic-Cakir, I. Fernandes, TF Ronning, MDA Thomas, Alkali-silica reactions (ASR): literature review on parameters influencing laboratory performance testing. *Cem. Concr. Res.* **42**(2), 223-43, (2012). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.10.004>
7. ASTM C 295-12: Standard Guide for Petrographic Examination of Aggregates for Concrete.
8. ASTM C 289-07: Standard Test Method for Potential Alkali-Silica Reactivity of Aggregates (Chemical Method).
9. ASTM C 1260 -14 Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Aggregates (Mortar - Bar Method).
10. ASTM C 1293-08b (2015) Standard Test Method for Determination of Length Change of Concrete Due to Alkali-Silica Reaction.
11. PN-EN 206+A1:2016-12. Beton -- Wymagania, właściwości, produkcja i zgodność.
12. PN-EN 12620+A1:2010. Kruszywa do betonu.
13. RILEM Recommendations for the Prevention of Damage by Alkali-Aggregate Reactions in New Concrete Structures, State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 219-ACS, vol. 17, Springer Netherlands, 2016.
14. CEN/TR 16349 Framework for a specification on the avoidance of a damaging Alkali-Silica Reaction (ASR) in concrete.
15. B. Fournier, R. Chevrier, A. Bilodeau, PC Nkinamubanzi, N. Bouzoubaa, Comparative field and laboratory investigations on the use of supplementary cementing materials (SCMS) to control alkali-silica reaction (ASR) in concrete. 15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Sao Paulo-Brasil, 2016.
16. K. Torii, T. Kubo, C. Sannoh, M. Kanitani., The alkali-silica reactivity of andesitic river aggregates and ASR mitigation effect by using fine fly ash.

15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Sao Paulo-Brasil, 2016.

17. J. Custódio, F. RÍo Iglesias, Ó. Herrero Domínguez, AS Silva, AB Ribeiro, D. Costa, Fly ash to prevent ASR with slowly-reactive aggregates in Portugal. 15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Sao Paulo-Brasil, 2016.

18. M. Shehata, S. Jagdat, M. Lachemi, Ch. Rogers, Alkali-carbonate reaction: Mechanism and effects of cement alkali and supplementary cementing materials. 15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Sao Paulo-Brasil, 2016.

19. S. Iguchi, Y. Matsuda, D. Tsukishima, An examination of AAR mitigation measures using fly ash. 15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Sao Paulo-Brasil, 2016.

20. Projekt badawczy realizowany w ramach Wspólnego Przedsięwzięcia RID „Rozwój Innowacji Drogowych” w obszarze zagadnienia. pt.: „Reaktywność alkaliczna krajowych kruszyw”. Projekt realizowany w ramach konsorcjum: Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych. Oddział Szkła i Materiałów Budowlanych w Krakowie. Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN. finansowany przez: Narodowe Centrum Badań i Rozwoju oraz Generalną Dyrekcję Dróg Krajowych i Autostrad w latach 2016–2018.

21. Wytyczne techniczne klasyfikacji kruszyw krajowych i zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie stosowanym w nawierzchniach dróg i drogowych obiektach inżynierskich, nowelizacja v2, marzec 2022 cz. I; Wytyczne techniczne klasyfikacji kruszyw krajowych i zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie stosowanym w nawierzchniach dróg i drogowych obiektach inżynierskich, nowelizacja v2, marzec 2022 cz. II- załączniki (procedury badawcze).

22. AASHTO R 80-17 “Standard Practice for Determining the Reactivity of Concrete Aggregates and Selecting Appropriate Measures for Preventing Deleterious Expansion in New Concrete Construction”, American Association of State and Highway Transportation Officials, Washington, DC, 2011.

23. PN-EN 450-1:2012 Popiół lotny do betonu - Część 1: Definicje, specyfikacje i kryteria zgodności.

24. PN-EN 197-1:2012 Cement. Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku.

25. DAFStB - Richtlinien, orbeugen de Maßnahmen gegen schädigen de Alkali reaction im Beton (Alkali-Richtlinie), BeuthVerlag, Berlin, 43 str., Ausgabe October 2013.

26. ÖNORM B 3100:2006-07, Beurteilung der Alkali- Kieselsäure - Reaktivität im Beton, Österreichisches Normungs Institut, Wien 2008.

27. STN 72 1179, Stanovenie a hodnotenie alkalickej rozpínavos tika-meniva (alkalicko-kremičitáreakcia), Úrad pre normalizáciu, metrológiu a skúšobníctvo SR, 2014.

28. Projekt wytycznych technicznych GDDKiA- Zapobiegania reakcji alkalicznej kruszywa w betonie nawierzchni drogowych i infrastruktury drogowej w tym dróg szybkiego ruchu i autostrad, 2018.

29. ASTM C114-15 Standard Test Methods for Chemical Analysis of Hydraulic Cement.

30. M. Ostrowski, Role of fly ash and granulated blast furnace slag in affect on properties of concrete mix and hardened concrete with low portland clinker content. PhD. Thesis, Silesian University of Technology, 2017 (in Polish).