



DARIA JÓZWIAK-NIEDŹWIEDZKA<sup>1)</sup>

KAROLINA GIBAS<sup>2)</sup>

MICHAŁ A. GLINICKI<sup>3)</sup>

## PETROGRAPHIC IDENTIFICATION OF REACTIVE MINERALS IN DOMESTIC AGGREGATES AND THEIR CLASSIFICATION ACCORDING TO RILEM AND ASTM RECOMMENDATIONS

## ROZPOZNANIE PETROGRAFICZNE MINERAŁÓW REAKTYWNYCH W KRUSZYWACH KRAJOWYCH I ICH KLASYFIKACJA ZGODNIE Z ZASADAMI RILEM I ASTM

**STRESZCZENIE.** Z uwagi na projektowaną wieloletnią trwałość betonu w obiektach inżynierskich należy odpowiednio minimalizować zagrożenie wystąpieniem ekspansywnej reakcji między wodorotlenkami sodu i potasu w cieczy porowej betonu, a reaktywnymi minerałami w kruszywie. Analiza petrograficzna kruszywa stanowi podstawę kwalifikacji kruszyw do odpowiedniej kategorii reaktywności, zgodnie z zaleceniami normowymi ASTM C1778 oraz RILEM. W artykule przedstawiono wyniki analizy petrograficznej 20 krajowych kruszyw, przeprowadzonej na cienkich szlifach. Badania objęły kruszywa łamane, zarówno ze skał litych, jak też ze złóż polodowcowych. Ocena składu mineralnego kruszyw dotyczyła rozpoznania składników szkodliwych i określenia zawartości reaktywnych minerałów krzemionkowych. Pozwoliło to na wstępną kwalifikację kruszywa do jednej z trzech kategorii reaktywności według RILEM. Uzyskane wyniki badań stanowią pierwszy etap oszacowania potencjalnej reaktywności kruszyw, wspomagając podejmowanie decyzji o przeprowadzeniu dalszych przyspieszonych lub długotrwałych badań laboratoryjnych lub o koniecznej modyfikacji składu betonu.

**SŁOWA KLUCZOWE:** analiza petrograficzna, cienkie szlify, kruszywo, minerały reaktywne, reaktywność alkaliczna.

**ABSTRACT.** Considering the long-time durability of concrete in road infrastructure it is important to control the threat of expansive reaction between sodium and potassium hydroxides in the pore solution and the reactive minerals present in the aggregate. Petrographic analysis is the basis for the qualification of aggregates to appropriate classes of reactivity according to ASTM C1778 and RILEM recommendations. This paper presents the results of petrographic analyses of thin sections made from twenty different domestic aggregates. The tested crushed aggregates were obtained from bedrock and glacial deposits. The evaluation of the mineral composition of aggregates included identification of deleterious components and determination of the content of reactive forms of silica. This enabled preliminary classification of aggregate in one of the three classes of reactivity according to RILEM. Obtained results provide an initial assessment of potential reactivity of aggregates and can assist in making decisions to undertake further accelerated or long-term laboratory testing or to modify the concrete mix design.

**KEYWORDS:** aggregate, alkali-aggregate reaction (AAR), petrographic analysis, reactive minerals, thin sections.

DOI: 10.7409/rabdim.017.015

<sup>1)</sup> Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5b, 02-106 Warszawa; djozwiak@ippt.pan.pl (✉)

<sup>2)</sup> Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5b, 02-106 Warszawa; kgibas@ippt.pan.pl

<sup>3)</sup> Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5b, 02-106 Warszawa; mglinic@ippt.pan.pl

## 1. WPROWADZENIE

Trwałość betonowych obiektów infrastruktury drogowej, takich jak nawierzchnie, mosty, wiadukty i inne konstrukcje inżynierskie może znacznie się pogorszyć w wyniku działania reakcji alkalia-kruszywo (ang. *Alkali Aggregate Reaction*, AAR). Reakcja alkalia-krzemionka (ang. *Alkali-Silica Reaction*, ASR) jest reakcją między wodorotlenkami sodu i potasu w cieczy porowej betonu a reaktywną krzemionką w kruszywie. Może prowadzić do destrukcji betonu, ponieważ generuje powstawanie i silną ekspansję żelu ASR, a w konsekwencji może spowodować poważne uszkodzenie nawierzchni lub konstrukcji [1]. Reakcja alkaliów z węglanami (ang. *Alkali-Carbonate Reaction*, ACR) dotyczy kruszyw ze skał węglanowych i związana jest przede wszystkim z dedolomityzacją. Należy ją odróżnić od reakcji ASR w wapieniach krzemionkowych, w których występuje widoczny żel ASR i pęknięcia powstałe w wyniku reakcji z krzemionkowymi minerałami w skale. Reakcja ACR występuje w wapieniach dolomitycznych [1].

Zapobieganie uszkodzeniom spowodowanym reakcją AAR wymaga odpowiedniego rozpoznania minerałów w kruszywie. Aktualnie stosowane metody badawcze i kryteria oceny, o ile zostały uzgodnione, przedstawione są w normach przewodnikach ASTM C1778 [2] oraz RILEM [3]. W obu podejściach analiza petrograficzna kruszywa stanowi podstawę wstępnej kwalifikacji kruszyw do odpowiedniej kategorii reaktywności. Główne wymagania stawiane kruszywom stosowanym do betonu dotyczą właściwości fizycznych i chemicznych. Norma polska odnosząca się do kruszyw do betonu [4] zawiera jedynie odniesienie do zjawiska reaktywności alkalicznej. Według znacznie bardziej szczegółowej normy ASTM C33 [5] zarówno drobne, jak i grube kruszywo stosowane do betonu, który będzie narażony na długotrwały kontakt z wodą, na przedłużone działanie wysokiej wilgotności powietrza lub kontakt z wilgotnym podłożem, nie może zawierać składników, które sprzyjają wystąpieniu destrukcyjnej reakcji z alkaliom w cemencie. Zaleca się badanie potencjału reaktywności kruszyw na podstawie norm ASTM C1260 i C1293, [6-7]. Nie zaleca się stosowania metod wg norm ASTM C227 [8] i ASTM C289 [9], ponieważ wolno reagujące kruszywa, jak na przykład gnejsy granityczne i kwarcyty oraz kruszywa zawierające węglany lub krzemiany magnezu mogą wykazywać błędne wyniki. W opracowaniach [10-11] zamieszczone są wytyczne dotyczące zapobieganiu AAR, ale ostateczna decyzja o klasyfikacji danego kruszywa jako niereaktywnego z alkaliom lub potencjalnie reaktywnego odnosi się do regionalnych doświadczeń i krajowych norm. Według PN EN-12620 [4] kombinację materiałową kru-

## 1. INTRODUCTION

The durability of concrete in road infrastructure including pavements, bridges, viaducts and other major structures can be considerably affected by occurrence of alkali-aggregate reaction (AAR). Alkali-silica reaction (ASR) is one type of such reactions in which sodium and potassium hydroxides in the pore solution react with reactive silica from the aggregate. It can have a deteriorating effect on the concrete by creating strongly expansive ASR gel and cause severe damage to the concrete pavement or structure affected in this way [1]. Concretes containing carbonate aggregates have a potential to develop alkali-carbonate reaction (ACR) which is associated primarily with the process of dedolomitization. ACR differs from alkali-silica reaction, it is occurring in siliceous limestone aggregates which includes formation of a visible ASR gel and development of cracking caused by reactions with siliceous minerals contained in the aggregate. Alkali-carbonate reaction occurs in dolomitic limestone [1].

In order to prevent damage caused by alkali-aggregate reaction it is indispensable to properly identify the minerals in the aggregate. The currently used methods of investigation and the evaluation criteria, if established, are presented in ASTM C1778 [2] and RILEM [3] standards/recommendations. In both approaches petrographic analysis is used for preliminary classification of aggregates depending on their level of reactivity. The main requirements defined for concrete aggregates concern the physical and chemical properties. The Polish standard defining the requirements for aggregates for concrete [4] includes only a general reference to the issue of alkali-aggregate reaction. ASTM C33 [5], a much more detailed standard, requires that both fine and coarse aggregates used in concrete technology that during service will be subjected to prolonged wetting, extensively exposed to high humidity conditions or will be in contact with a moist ground must not contain materials enhancing deleterious reactions with the alkalis contained in the cement. It is recommended to investigate aggregate reactivity potential on the basis of ASTM C1260 and 1293, [6-7]. It is not recommended to use methods according to ASTM C227 [8] and ASTM C289 [9] because slowly reacting aggregates like granite gneisses and quartzites, as well as for aggregates containing magnesium carbonates or silicates may exhibit erroneous results. Guidelines for the prevention of alkali-silica reaction can be found in [10] and [11]. However, the final qualification whether a given aggregate has or has not a potential for ASR should be based on the local

szyw i cementu można ocenić na podstawie przepisów stosowanych w miejscu ich użycia, ale takich aktualnych przepisów nie ma. W przypadku kruszyw importowanych z innych krajów, zaleca się, aby nabywca uwzględnił doświadczenia z miejsca pochodzenia kruszywa.

Trudności w rozpoznaniu potencjału reaktywności kruszyw [12] wynikają nie tylko z ich różnorodności pod względem ich pochodzenia, składu, tekstury i stopnia przereagowania. Skały nie wykazujące podatności na reakcję alkaliczną, występujące w pewnych obszarach świata, okazują się reaktywne w innych obszarach. Wyniki badania portugalskich kruszyw [13] wykazały reaktywność kruszyw ze skał magmowych (bazalty), nie będących do tej pory uważane za reaktywne. Zbadano podatność na wystąpienie reakcji ASR w litewskich kruszywach pochodzących z 4 różnych złóż, [14]. Stwierdzono, że wszystkie kruszywa są zanieczyszczone reaktywnymi minerałami (4,0% - 4,6% w piasku i 1,5% - 2,4% w żwirze). Większość badanych kruszyw została przypisana do klasy II-S zgodnie z wytycznymi RILEM. Sato i in. [15] wykazał reaktywność ASR japońskich kruszyw, które wcześniej były uznane za niereaktywne. Jako reaktywne zidentyfikowano kruszywo granitowe pozbawione wtórnych odkształceń, nie zawierające mikroani krystalicznego kwarcu.

Metody petrograficzne stanowią pierwszy etap oceny potencjalnej reaktywności kruszyw mineralnych zgodnie ze strategią ASTM C1778 [2] lub RILEM [3]. Badania petrograficzne są szczególnie zalecane przy rozpoczęciu eksploatacji nowego źródła kruszyw lub gdy wykopano nową półkę lub sekcję w istniejącej kopalni lub kamieniołomie, [16]. Badania te pozwalają zidentyfikować reaktywne formy krzemionki, jednak jest to zadanie niełatwe ze względu na trudności w rozróżnieniu poszczególnych jej postaci. Odnośnie do kruszyw zawierających  $\text{SiO}_2$ , szczególne znaczenie w analizie petrograficznej ma ocena potencjalnej reaktywności kruszyw ze względu na obecność minerałów reaktywnych: opal, krystobalit, trydymit, szkliwo krzemionkowe, chalcedon, krypto- oraz mikrokrystaliczny kwarc, oraz kwarc w stanie naprężeń. Dodatkowo badanie petrograficzne jest bardzo szybkim narzędziem analitycznym, które w krótkim czasie pomaga w określeniu potencjalnej reaktywności kruszywa.

W artykule przedstawiono wyniki analizy petrograficznej 20 krajowych kruszyw z uwagi na zagrożenie wystąpieniem AAR. Badania zostały przeprowadzone na cienkich szlifach w świetle przechodzącym ze względu na identyfikację głównych minerałów w badanym kruszywie, jak również na występowanie reaktywnych form krzemionki oraz zdeformowanych ziaren kwarcu.

information and on the provisions of the national standards. While PN-EN-12620 [4] allows the use of local standards for assessing the reactivity of different aggregate/cement combinations, there are no such standards currently in use. On the other hand, for aggregates sourced from other countries it is recommended to take into account local information from the country of origin.

Difficulties in obtaining a reliable determination of the degree of reactivity of aggregates [12] are not limited to their diversity resulting from various places of sourcing, composition, texture and the extent of reaction. Another challenge is that a certain type of rock can behave no reactivity potential in a given geographic area and exhibit reactivity in other parts of the world. For example igneous rock (basalts) which had been known to have no reactivity potential did show ASR capability in the test performed on aggregates from Portugal [13]. Aggregates extracted from 4 different locations in Lithuania were checked for ASR susceptibility [14]. Impurity with alkali-reactive constituent minerals was determined in all the tested aggregates (4.0%-4.6% in sand and 1.5%-2.4% in gravel). Most of the tested aggregates were placed in class II-S according to RILEM recommendations. Sato et al. in [15] demonstrated ASR reactivity of some Japanese aggregates that previously had been known to have no reactivity potential. The material that was found to be reactive was granite aggregate, free from secondary deformations and without microcrystalline or cryptocrystalline quartz.

Petrographic methods are used as the first step in assessing alkali reactivity potential of aggregates according to the strategies set out in ASTM C1778 [2] or RILEM [3]. Petrographic examination is particularly recommended at the time of starting a new quarry or a new bench or a new section in existing aggregate pit or quarry [16]. These examinations enable identification of reactive forms of silica, yet not without problems due to the similarity of the different forms. For aggregates containing  $\text{SiO}_2$  it is particularly important to assess the AAR susceptibility related to the presence of the following reactive constituent minerals: opal, cristobalite, tridymite, silica glass, chalcedony, cryptocrystalline and microcrystalline quartz and strained quartz crystals. Moreover, petrographic examinations provide a very fast analytical tool, enabling quick initial assessment of AAR susceptibility of aggregate.

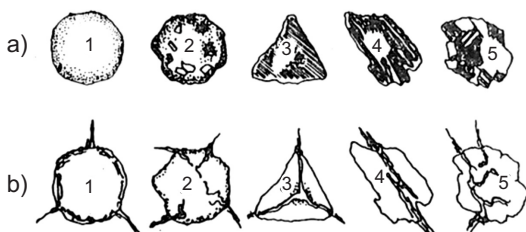
The paper describes the results of AAR susceptibility determinations of twenty domestic aggregates on the basis of the performed petrographic examinations. The thin sections were analysed in transmitted light to identify the main constituent minerals of the examined aggregate and

## 2. MINERAŁY REAKTYWNE

Reakcja alkalia-krzemionka dotyczy dwóch grup minerałów: metastabilnych odmian krzemionki z włączeniem niektórych nieuporządkowanych form kwarcu oraz szkliwa glinowo-krzemionkowego zawierającego 50-65%  $\text{SiO}_2$  (od obojętnych do kwaśnych skał wulkanicznych) [17]. Z wyjątkiem czystych wapieni i dolomitów prawie wszystkie skały zawierają krzemionkę. Im bardziej rozpuszczalna jest forma krzemionki, tym szybciej i intensywniej zachodzi reakcja ASR. Wyróżnia się następujące postacie krzemionki (dowolna z form  $\text{SiO}_2$ ) wraz ze zmniejszaniem się ich reaktywności ASR [18]:

- amorficzna krzemionka: szkliwo wulkaniczne, opal,
- niestabilna krzemionka krystaliczna (trydymit i krystobalit),
- chalcedon,
- pozostałe formy kryptokrystalicznej krzemionki,
- zniekształcony kwarc,
- kwarc w stanie naprężeń,
- niedoskonale wykryształizowany kwarc,
- kwarc występujący w kryształach.

Żel tworzący się w wyniku ASR powoduje charakterystyczne spękania w kruszywie (Rys. 1). Całe ziarno opalu przekształca się w żel, który wywołuje pęknięcia na obwodzie ziarna i w takim przypadku często widoczna jest otoczka reakcyjna (Rys. 1b1, Rys. 1b2, Rys. 2b). W ziarnach porfirów pęczniący żel, napotykając na opór cząstek klastycznych, powoduje powstawanie rys wewnętrznych w ziarnie, często widoczna jest również otoczka reakcyjna. Ziarno przedstawione na Rys. 1b3 pęka od jego części wewnętrznej, zbudowanej z opalu otoczonego warstwą o odmiennym od niego składzie mineralnym, na Rys. 1b4 – ziarno w wyniku ekspansji żelu ulega rozrywaniu między cząsteczkami mineralnymi o słabej wzajemnej spójności. W ziarnie przedstawionym na Rys. 1b5 charakterystyczne jest rozprzestrzenianie się pęknięć z obszarów zajętych przez całkowicie zniekształcone fragmenty ziarn kwarcu [19].



- 1 - opal, opaline chert, volcanic glass / opal, rogowiec opalowy, szkło wulkaniczne,
- 2 - volcanic tuff, some basalt varieties, porphyry / tuf wulkaniczny, niektóre bazalty, porfiry,
- 3 - dense flint, chert, dense microcrystalline silica rocks / zwarty krzemień, rogowiec, zwarte mikrokrystaliczne skały krzemionkowe,
- 4 - foliated gneiss / gnejs warstwowy,
- 5 - tectonically deformed granite and gneiss / granit i gnejs z odkształceniami tektonicznymi

Fig. 1. Grains of aggregate with different mineral composition and morphology: a) initial condition, b) with ASR - induced characteristic micro-cracks [19]

Rys. 1. Ziarna kruszywa różnego pod względem składu mineralnego i morfologii: a) w stanie wyjściowym, b) spękane w wyniku ASR, powodującej powstanie charakterystycznych mikrorys [19]

to check for the presence of the forms of silica and of deformed quartz grains that have a potential to cause alkali-silica reaction.

## 2. REACTIVE MINERALS

There are two groups of minerals susceptible to alkali-silica reaction: metastable varieties of silica (except for some amorphous forms of quartz) and aluminosilicate glass containing 50-65% of  $\text{SiO}_2$  (from neutral to acidic volcanic rocks), [17]. Silica is a mineral present in almost all the types of rock other than pure limestone and dolomite. The more soluble it is, the quicker and more intensive is the alkali-silica reaction caused by it. Below are the forms of silica (any form of  $\text{SiO}_2$ ) in the order of decreasing potential to cause alkali-silica reaction [18]:

- amorphous silica: volcanic glass, opal,
- unstable silica polymorphs (tridymite and cristobalite),
- chalcedony,
- other forms of cryptocrystalline silica,
- deformed quartz,
- strained quartz,
- quartz with crystallization imperfections,
- quartz in crystalline form.

The ASR gel, a product of alkali-silica reaction causes characteristic cracking in aggregate (Fig. 1). A grain of opal is entirely transformed in the ASR gel which causes cracks at the grain boundary and such cracking is often visible as a rim around the grain (Fig. 1b1, Fig. 1b2 and Fig. 2b). In the grains of porphyry the expansive gel, when restrained by clastic particles causes internal cracking inside the grain and often creates a visible a rim around the grain. Cracking of grain shown in Fig. 1b3 is initiated in the grain core built of opal surrounded by a layer of a different mineral composition. Grain in Fig. 1b4 is torn to pieces by the expanding gel due to weak cohesion between the mineral particles of which it is made up. In Fig. 1b5 a grain with a characteristic propagation of cracks from the zones occupied by entirely deformed fragments of quartz grains is visible [19].



### 3. METODY PETROGRAFICZNE

#### ASTM C295

Norma ASTM C295 [20] zawiera opis badania petrograficznego kruszyw do betonu. Szczegółowe procedury dotyczą próbki kruszywa i są zależne w znacznej mierze od celu badania i pochodzenia próbki. W większości przypadków analiza petrograficzna wymaga zastosowania mikroskopii optycznej. Niekiedy badania petrograficzne mogą wymagać zbadania ziarn kruszywa lub wybranych jego składników za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), różnicowej analizy termicznej (DTA), spektroskopii w podczerwieni (XRF) lub skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM-EDX).

W normie wymieniono reaktywne składniki występujące w kruszywie, sprzyjające powstaniu ASR: opal, chalcedon, krystobalit, trydymit, kwarc w stanie naprężeń, kwarc mikrokrystaliczny, szkliwo wulkaniczne i syntetyczne szkło krzemowe (Rys. 2). Szczególna uwaga powinna być zwrócona na obecność kruszyw, w których występują wymienione reaktywne składniki. Są to m.in. szarogłazy, gnejsy, łupki, kwarcyty, piaskowce, czerty, skały od mikro- do krypto krystalicznych, skały wulkaniczne. Kryteria oceny kruszyw z uwagi na ich optyczne właściwości norma ASTM C295 odnosi do [21], natomiast składu mineralnego i tekstury do [22].

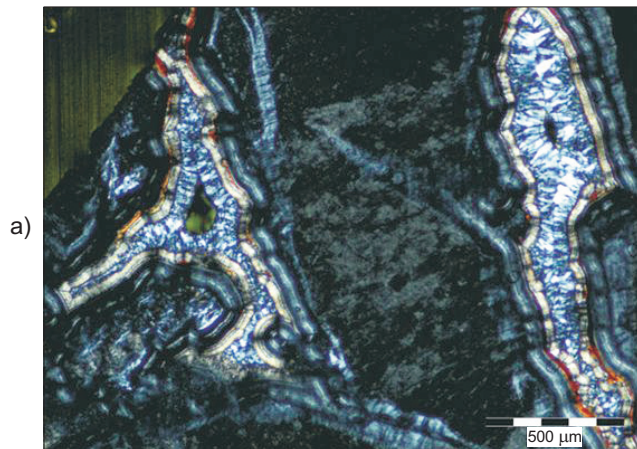


Fig. 2. Images of opal grains on a thin section:

a) initial condition with isotropic opal showing no organisation or pattern under XPL and fan-like growths of chalcedony, XPL, b) with ASR-induced cracks, cracked gel can be seen (Fig. 1b), PPL; 500 µm scale bar

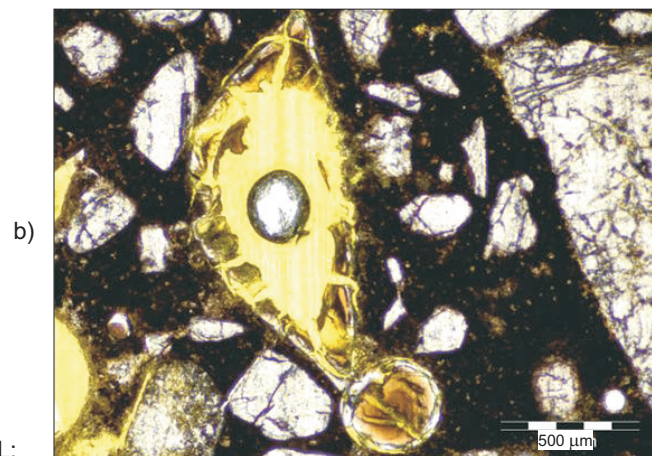
Rys. 2. Przykładowe obrazy ziaren opalu na cienkim szlifie: a) w stanie wyjściowym, widoczny izotropowy opal, który nie wykazuje żadnych cech w XPL, oraz wachlarzowate skupienia chalcedonu, XPL, b) spękane w wyniku ASR, widoczny spękany żel (Rys. 1b), PPL; podziałka = 500 µm

### 3. PETROGRAPHIC METHODS

#### ASTM C295

ASTM C295 Standard [20] describes a test method for petrographic examination of concrete aggregates. There are different testing procedures defined in the standard for testing aggregate samples and the choice should, to a large extent, depend on the purpose of examination and on the origin of the tested material. In most cases petrographic analysis is performed using light microscopy. Sometimes other techniques can be required for examining grains of aggregate or the constituent materials, including X-ray powder diffraction (XRD), differential thermal analysis (DTA), X-ray fluorescence (XRF) or scanning electron microscopy – energy dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDX).

The standard identifies the following minerals which increase the likelihood of alkali-silica reaction: opal, chalcedony, cristobalite, tridymite, strained quartz, microcrystalline quartz, volcanic glass and synthetic siliceous glass (Fig. 2). It is very important to note the presence of aggregates containing the above-mentioned alkali-reactive ingredients. These include, without limitation, greywacke, gneiss, schist, quartzite, sandstone, chert, microcrystalline to cryptocrystalline and volcanic rocks. ASTM C295 refers the user to [21] for the assessment criteria based on the optical properties of aggregates and to [22] for the criteria based on the mineral composition of texture.



#### RILEM AAR-1

The AAR-1 method, specified in the recommendations section [3] serves as an exploratory investigation performed on polished and thin sections in order to identify minerals with alkali-aggregate reactivity potential. The

## RILEM AAR-1

Metoda AAR-1, wyodrębniona w rozdziale zaleceń [3], jest badaniem rozpoznawczym i ma na celu identyfikację potencjalnie reaktywnych minerałów w kruszywie na zgładach i cienkich szlifach. Rozpoznanie minerałów i skał dokonywane jest w oparciu o wykorzystanie lokalnych źródeł i baz danych oraz doświadczenie petrografa/geologa. Stosuje się dwie techniki badawcze, zależnie od wielkości analizowanych ziaren lub od jakości kruszywa:

- Technika badawcza 1 – głównie używana do analizy grubego kruszywa, gdy poszczególne składniki kruszywa mogą być ocenione wizualnie;
- Technika badawcza 2 – wykorzystywana do identyfikacji minerałów w kruszywie i ich ilościowego oszacowania wg analizy punktowej na cienkich szlifach.

Zależnie od wyników badania, kruszywo przypisuje się do jednej z trzech kategorii reaktywności, z uwzględnieniem dominującego składnika kruszywa (kruszywo krzemionkowe S, kruszywo węglanowe C, kruszywo krzemionkowo-węglanowe SC):

- Kategoria I: kruszywo niereaktywne;
- Kategoria II: kruszywo potencjalnie reaktywne;
- Kategoria III: kruszywo reaktywne.

Dla kruszyw z kategorii II i III zalecane jest wykonanie dalszych badań z wykorzystaniem pozostałych metod zalecanych przez RILEM. W przypadku niepewności należy przeprowadzić kategoryzację kruszyw wg definicji:

- Kategoria I: kruszywo nie zawiera znacznych ilości uważanych za reaktywne rodzajów skał i/lub minerałów;
- Kategoria II: kruszywo nie może być jednoznacznie przypisane do kategorii I lub III;
- Kategoria III: kruszywo zawiera uważane za reaktywne rodzaje skał i/lub minerałów w ilości wystarczającej do spowodowania zniszczenia betonu.

### Polska norma

Pierwszym etapem oszacowania przydatności kruszywa do betonu są badania petrograficzne. Ogólny zarys zasad postępowania zawarty jest w normie PN-EN 932-3 [23]. Podano podstawową procedurę badania składu petrograficznego kruszyw do celów klasyfikacji ogólnej. Jednocześnie stwierdzono, że procedura ta nie jest wystarczająca do szczegółowego badania petrograficznego kruszywa.

## 4. BADANIA DOŚWIADCZALNE

### 4.1. MATERIAŁY DO BADAŃ

Analizie petrograficznej poddano 20 kruszyw łamanych z różnych regionów Polski (Rys. 3). Zakres badań objął:

identyfikację minerałów i skał opiera się na lokalnej informacji i bazach danych i jest wspierana przez doświadczenie petrografa/geologa wykonującego ocenę. Dwie techniki są używane, wybór zależy od wielkości ziaren lub jakości kruszywa:

- Technika 1 – używana głównie do analizy grubego kruszywa, gdy poszczególne składniki kruszywa mogą być ocenione wizualnie;
- Technika 2 – używana do identyfikacji różnych składników kruszywa i ich ilościowego oszacowania wg analizy punktowej na cienkich szlifach.

Wyniki są używane do przypisania kruszywa do jednej z trzech klas reaktywności, opartej na dominującym składniku kruszywa (kruszywo krzemionkowe S, kruszywo węglanowe C i kruszywo krzemionkowo-węglanowe SC):

- Klasa I: bardzo mało prawdopodobne, aby było reaktywne;
- Klasa II: potencjalnie reaktywne lub reaktywność nie jest pewna;
- Klasa III: bardzo prawdopodobne, aby było reaktywne.

Jeśli petrografia wskazuje na Klasę II lub Klasę III, konieczne jest podjęcie decyzji o najbardziej odpowiednich dalszych testach. Jeśli wyniki są niejednoznaczne, należy użyć następujących definicji do klasyfikacji kruszywa:

- Klasa I: materiał kruszywa nie zawiera znanych reaktywnych rodzajów skał i/lub minerałów w istotnych ilościach;
- Klasa II: materiał kruszywa nie może być jednoznacznie sklasyfikowany jako Klasa I lub Klasa III;
- Klasa III: materiał kruszywa zawiera reaktywne rodzaje skał i/lub minerałów w ilości wystarczającej do spowodowania uszkodzenia betonu.

### The relevant standard in Poland

Pierwszym krokiem w ocenie przydatności kruszywa do betonu jest badanie petrograficzne. Procedura oceny jest opisana w PN-EN 932-3 [23]. Standard opisuje podstawową metodę badania petrograficznego kruszywa do celów klasyfikacji ogólnej. Jednocześnie stwierdzono, że procedura ta nie jest wystarczająca do szczegółowego badania petrograficznego kruszywa.

## 4. EXPERIMENTAL TESTS

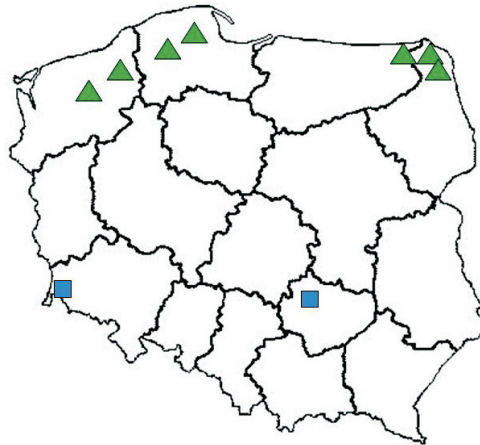
### 4.1. MATERIALS

The test specimens for petrographic analysis were made from twenty types of crushed aggregate sourced from



11 rodzajów kruszywa łamanego ze złoża polodowcowego (grysu z otoczków) od 4 do 16 mm z siedmiu lokalizacji w północnej Polsce (Rys. 4), 8 fragmentów z pojedynczych dużych otoczków, pochodzących z dwóch zakładów produkcji kruszyw łamanych ze złóż polodowcowych (Rys. 4), oraz kruszywa ze skał litych: grys bazaltowy 11,2-16 mm oraz grys kwarcytowy 11,2-16 mm.

Kruszywa zostały wyselekcjonowane z większej populacji na podstawie badań uziarnienia, kształtu, ścieralności i mrozoodporności. Do badania reaktywności nie zostały wzięte kruszywa o niedostatecznym stopniu przekruszenia (poniżej  $C_{95/1}$ ), niskiej wytrzymałości czy niedostatecznej mrozoodporności.



- ▲ crushed gravel aggregate / kruszywa z kruszenia otoczków
- aggregate from crushed rock / kruszywa ze skał litych

Fig. 3. Aggregate sampling locations in crushed stone production plants

Rys. 3. Miejsca poboru próbek z zakładów produkcji kruszywa

## 4.2. METODY BADAŃ

Określenie potencjalnie reaktywnych minerałów w kruszywie przeprowadzono na cienkich szlifach analizowanych w świetle przechodzącym (Rys. 4). Metoda wykonywania cienkich szlifów polegała na specjalnym przygotowaniu – impregnacji żywicą z barwnikiem fluoroscencyjnym – próbek z kruszywa, a następnie dalszej ich obróbce, polegającej kolejno na szlifowaniu i polerowaniu, aż do otrzymania żądanej grubości preparatu tj.  $20 \pm 2 \mu\text{m}$ . Analiza kruszywa na cienkich szlifach została przeprowadzona przy pomocy mikroskopu stereoskopowego polaryzacyjnego Olympus BX 51 do obserwacji w świetle przechodzącym. Do cyfrowej analizy obrazów mikroskopowych zastosowano oprogramowanie analySIS AUTO z modułem do automatycznej detekcji cząstek i systemem zautomatyzowanego stolika współpracującym z mikroskopem badawczym Olympus BX 51 [24].

different areas of Poland (Fig. 3). This number includes eleven types of crushed aggregate produced from glacial deposits of 4-16 mm size, extracted from seven locations in the northern part of Poland (Fig. 4), eight fragments of boulders from glacial deposits at two crushing plants (Fig. 4) and solid rock aggregates: 11.2-16 mm crushed basalt aggregates and 11.2-16 mm crushed quartzite aggregates.

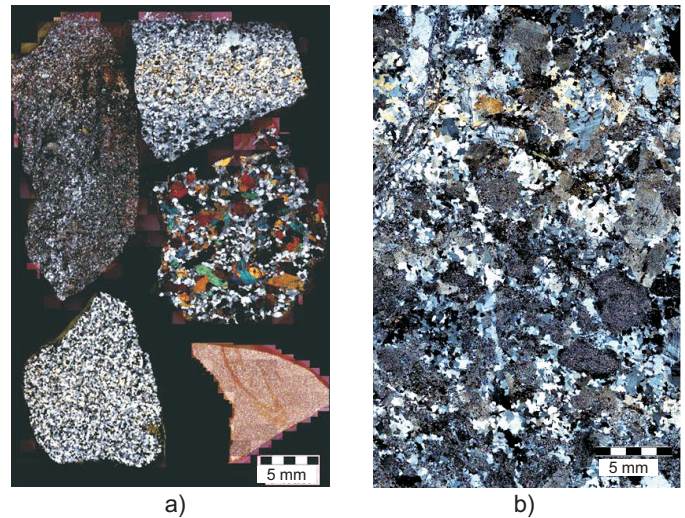


Fig. 4. Example thin section images of the analysed aggregates: a) various grains of crushed gravel, PPL, b) solid rock, XPL; scale bar = 5 mm

Rys. 4. Przykład obrazów analizowanych kruszyw na cienkim szlifie: a) różnorodne ziarna grysu z otoczków, PPL, b) lita skała, XPL; znacznik długości = 5 mm

These aggregate types were selected from a wider population using the size, shape, abrasion-resistance and frost-resistance criteria. Thus insufficient percentage of crushed and broken surfaces (below  $C_{95/1}$ ), insufficient mechanical strength and frost resistance excluded a given aggregate from the test material.

## 4.2. TESTING PROCEDURES

Identification of minerals with alkali reactivity potential was performed on thin sections and observed in transmitted light (Fig. 4). The thin section method requires special preparation of the tested material consisting of impregnation with epoxy resin with fluorescent dye followed by grinding and polishing the specimen to a desired thickness of  $20 \pm 2 \mu\text{m}$ . The thin sections prepared as described above were then examined in transmitted light using Olympus BX 51 polarized light microscope. The microscopic images were subjected to digital analysis in analySIS AUTO software equipped with the automatic

Kruszywo na cienkich szlifach obserwowano w świetle przechodzącym:

- przy równoległych nikolach, (PL – plane polarized light),
- przy skrzyżowanych nikolach, (XPL – cross polarized light),
- przy skrzyżowanych nikolach z płytką gipsową (lambda filter).

Analizę mikroskopową kruszywa na cienkich szlifach przeprowadzono zgodnie z założeniami normy ASTM C856 [25], Tabela 4 – Analiza betonu na cienkich szlifach: kruszywo grube i drobne; ASR. Zalety petrograficznej oceny minerałów metodą cyfrowej analizy obrazu cienkich szlifów opisano w [26].

Odnosnie reakcji alkalicznej zachodzącej w kruszywach zgodnie z Tabelą 4 w normie ASTM C856 [25] należy wykazać, czy badane kruszywo zawiera minerały, które są uznawane za reaktywne tj. rogowiec, novaculit (forma rogowca), szkliwo wulkaniczne, krystobalit, trydymit, opal. W przeprowadzonych badaniach analizowano także obecność kryształów kwarcu ze względu na ich wielkość w celu określenia podatności na ASR. Skały granitowe analizowano szczególnie z uwagi na obecność mikrokrystalicznego kwarcu, skały wulkaniczne – szkliwa wulkanicznego, skały węglanowe – kryptokrystalicznego kwarcu, a skały metamorficzne – zdeformowanych ziarn kwarcu, zwłaszcza kwarcu w stanie naprężen.

## 5. WYNIKI BADAŃ

### Grys z otoczków

W badanym grysie z otoczków występowała duża różnorodność skał oraz minerałów. Zaobserwowano następujące rodzaje skał:

- wapienie,
- granity,
- dioryty/granodiority,
- piaskowce (Rys. 5),
- mułowce,
- spongiolity,
- kwarcyty (Rys. 6),
- skały krzemionkowe (chalcedonity) - Rys. 7.

Na Rys. 5-7 przedstawiono przykładowe obrazy cienkich szlifów z grysu z otoczków. W badanym grysie zaobserwowano występowanie drobnych kryształów kwarcu pochodzącego z rekryształizacji większych kryształów kwarcu (Rys. 5). Drobne kryształy kwarcu miały wymiary od około 20  $\mu\text{m}$  do 70  $\mu\text{m}$ , co charakteryzuje je pod względem wiel-

kości kryształów kwarcu. Kryształy kwarcu były również obserwowane w kruszywie w postaci drobnych kryształów kwarcu (Rys. 5).

The thin sections were observed in transmitted light:

- with parallel polars, (PPL – plane-polarized light),
- with crossed polars, (XPL – cross-polarized light),
- with crossed polars with gypsum plate.

The microscopic thin section analysis of aggregates was performed according to ASTM C856 [25], Table 4 – Outline for Examination of Concrete in Thin Sections: Coarse and Fine Aggregate; ASR. The advantages of the digital image analysis method for petrographic thin section analysis are described in [26].

According to Table 4 of ASTM C856 [25] classification of aggregates in terms of the likelihood of alkali-aggregate reaction should be based on checking the specimen for the presence of minerals which are known to be reactive, i.e. chert, novaculite (form of chert) volcanic glass, cristobalite, tridymite, opal. The thin sections were also analysed for the size of quartz crystals for determination of ASR susceptibility of aggregate. Different deleterious materials were particularly sought for depending on the rock type, namely: microcrystalline quartz in granite, volcanic glass in volcanic rock, cryptocrystalline quartz in carbonate rock and deformed particles of quartz, especially strained quartz, in metamorphic rocks.

## 5. RESULTS OF EXPERIMENTS

### Crushed gravel from glacial deposits

The analysed crushed gravel from glacial deposits exhibited a considerable variety of rock and mineral types. The following rock types were identified:

- limestone,
- granite,
- diorite / granodiorite,
- sandstone (Fig. 5),
- mudstone,
- spongiolite,
- quartzite (Fig. 6),
- siliceous rock (chalcedony-rich rocks) - Fig. 7.

Examples of thin sections made from crushed gravel from glacial deposits are shown in Figs. 5-7. Small crystals of quartz were found in the analysed crushed gravel from glacial deposits originating from re-crystallization of larger crystals (Fig. 5). These small crystals were ca. 20-70  $\mu\text{m}$  in size, i.e. in microcrystalline (4-62  $\mu\text{m}$ ) and fine crystal-



kości jako mikrokrystaliczne ( $4\div 62\ \mu\text{m}$ ) i drobnoziarniste ( $63\div 1000\ \mu\text{m}$ ) [27]. Znajdują się tam także ziarna skał kwarcytowych (Rys. 6) i krzemionkowych (Rys. 7). W grysie z otoczków zaobserwowano również występowanie kwarcu w stanie naprężeń (Rys. 5 i 7).

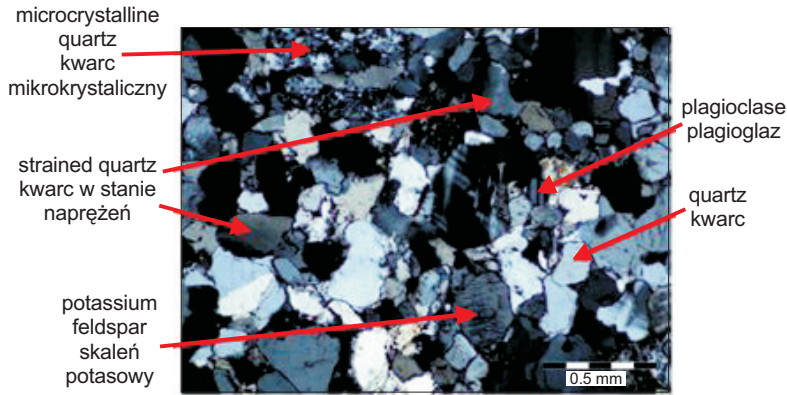


Fig. 5. Image of medium grained sandstone with silica-clay cementation, porous-contact type showing microcrystalline quartz and strained quartz crystals, XPL, crossed polars; scale bar = 0.5 mm)

Rys. 5. Średnioziarnisty piaskowiec o spoiwie ilasto-krzemionkowym typu porowo-kontaktowego, na zdjęciu widoczny mikrokrystaliczny kwarce oraz kryształy kwarcu w stanie naprężeń, XPL, skrzyżowane nikole; znacznik długości = 0,5 mm

line (63-1000) size classes [27]. Grains originating from quartzite and silica rocks (Fig. 6 and Fig. 7, respectively) were also found. Crushed gravel included also strained quartz (Fig. 5 and Fig. 7).

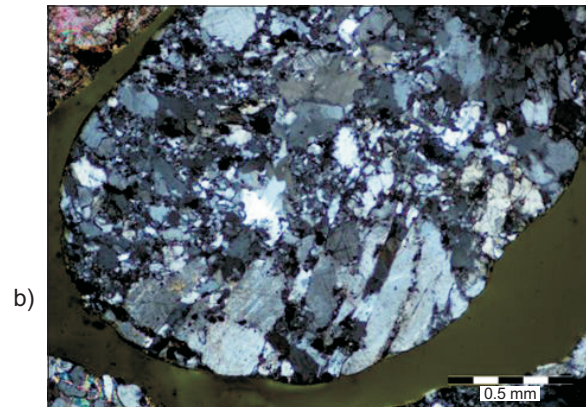
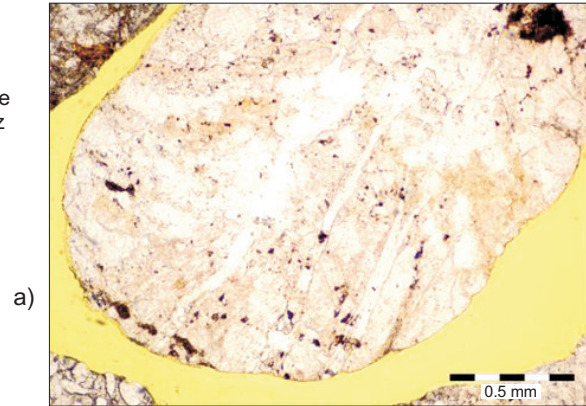


Fig. 6. Image of crushed gravel grain (quartzite with visible strained quartz with microcrystalline quartz in the interstices): a) parallel polars, b) crossed polars; scale bar = 0.5 mm

Rys. 6. Obraz ziarna grysu z otoczków (kwarcyt z widocznymi kryształy kwarcu w stanie naprężeń, pomiędzy nimi znajduje się kwarce mikrokrystaliczny): a) równoległe nikole, b) skrzyżowane nikole; znacznik długości = 0,5 mm

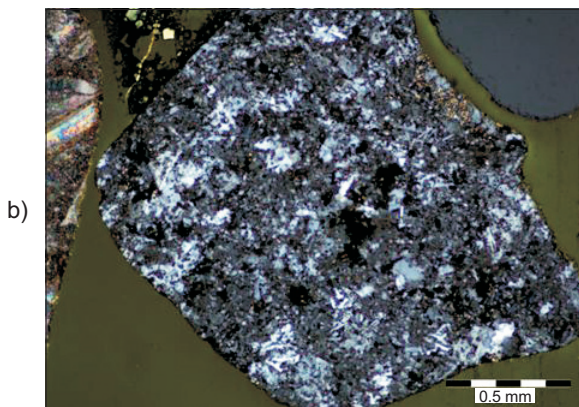
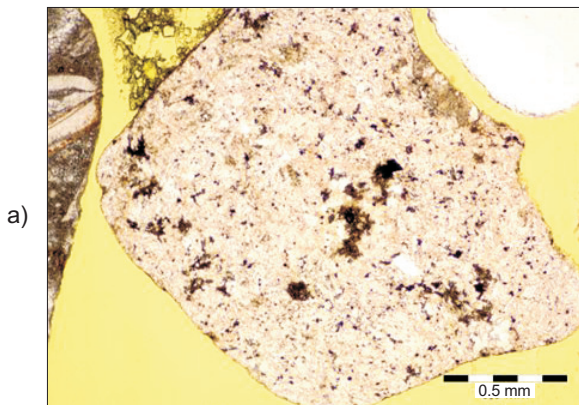


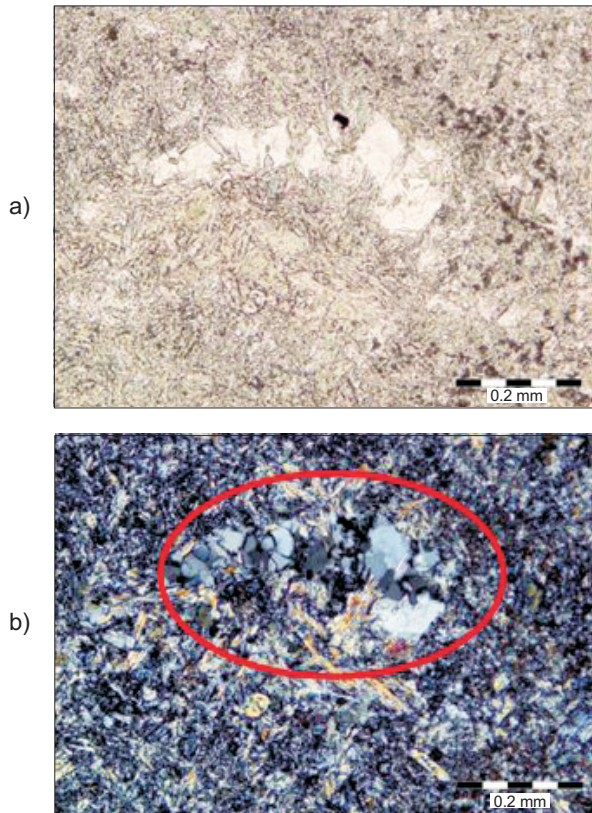
Fig. 7. Image of crushed gravel grain (fragment of microcrystalline silica rock - with chalcidony as the prevailing constituent "chalcidonyte"): a) parallel polars, b) crossed polars; scale bar = 0.5 mm

Rys. 7. Obraz grysu z otoczków (fragment skały krzemionkowej mikrokrystalicznej - chalcidonitu, przewaga chalcidonu): a) równoległe nikole, b) skrzyżowane nikole; znacznik długości = 0,5 mm



### Pojedyncze otoczaki ze złóż polodowcowych

Próbki pobrane z poszczególnych otoczaków sklasyfikowano jako: granit, granodioryt, granitoid, piaskowiec kwarcowy oraz skrytokrystaliczna, przeobrażona skała o kwaśnym chemizmie. Skała ta składała się głównie z krzemionki (chalcedon) i chlorytów (Rys. 8). Ze względu na występowanie kryształów tytanitu i kwarcu jest to prawdopodobnie relikt po wulkanicznej skale magmowej.



Skałę sklasyfikowaną jako średnioziarnisty piaskowiec kwarcowy o spoiwie ilasto-krzemionkowo-żelazistym typu kontaktowo-porowego przedstawiono na Rys. 9. Poza kwarcem wśród składników okrucowych wyróżniono także: skalenie potasowe, plagioklasy, kwarcyty, chalcedonit, mikroclin.

### Grys bazaltowy

Kruszywo bazaltowe charakteryzowało się teksturą porfirową, a w tle skalnym widoczne były fenokryształy oliwinów. Zidentyfikowano również szkliwo wulkaniczne, które jest zakrzepłą bezpostaciową lawą bogatą w krzemionkę oraz związki alkaliczne.

### Grys kwarcytowy

W kruszywie kwarcytowym poza kwarcytem widoczne były nieliczne blaszki muskowitu, epidoty oraz minerały

### Selected single boulders from glacial deposits

The minerals in specimens obtained from selected single boulders were classified as granite, granodiorite, granitoid, quartz-sandstone and cryptocrystalline metamorphic volcanic rock with acidic chemistry. The main constituent minerals were silica (chalcedony) and chlorites (Fig. 8). This can be a relict of a volcanic igneous rock, as indicated by the presence of titanite and quartzite crystals.

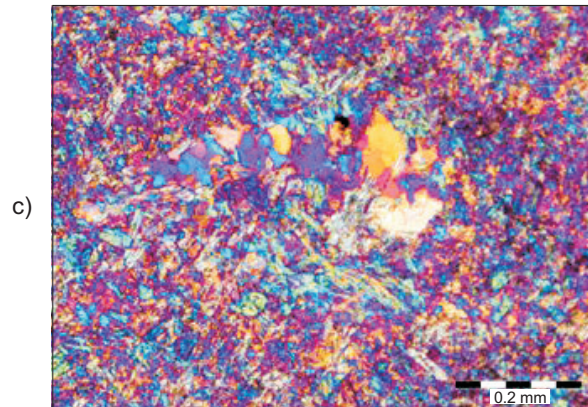


Fig. 8. Single boulder specimen (clusters of chalcedony are visible in the cryptocrystalline matrix):

- a) parallel polars,
  - b) crossed polars,
  - c) crossed polars with gypsum plate;
- scale bar = 0.2 mm

Rys. 8. Próbką pobrana pojedynczego otoczaka (w skrytokrystalicznym tle skalnym widoczne skupienia chalcedonu):

- a) równoległe nikole,
  - b) skrzyżowane nikole,
  - c) skrzyżowane nikole z płytką gipsową;
- znacznik długości = 0,2 mm

Fig. 9 presents a rock classified as a medium-grain quartz-sandstone with contact-pore cementation with clay-silica-ferric cement. Besides quartz the rock fragments include: potassium feldspar, plagioclase, quartzite, chalcedony-rich rock ("chalcedonite") and microcline.

### Crushed basalt aggregates

Basalt aggregate had porphyritic texture with olivine phenocrystals discernible in the matrix. Also detected was volcanic glass, an amorphous rock formed by solidification of lava, rich in silica and alkaline compounds.

### Crushed quartzite aggregates

Small quantities of muscovite flakes, epidote and opaque minerals were also found in the quartzite aggregate besides quartzite. Quartzite is classified as a type of aggregate

nieprzezroczyste. Kwarcyt jest zaliczany do kruszyw, które zawierają reaktywne formy krzemionki reagujące z wodorotlenkami sodu i potasu.

containing reactive forms of silica reacting with sodium and potassium hydroxides.

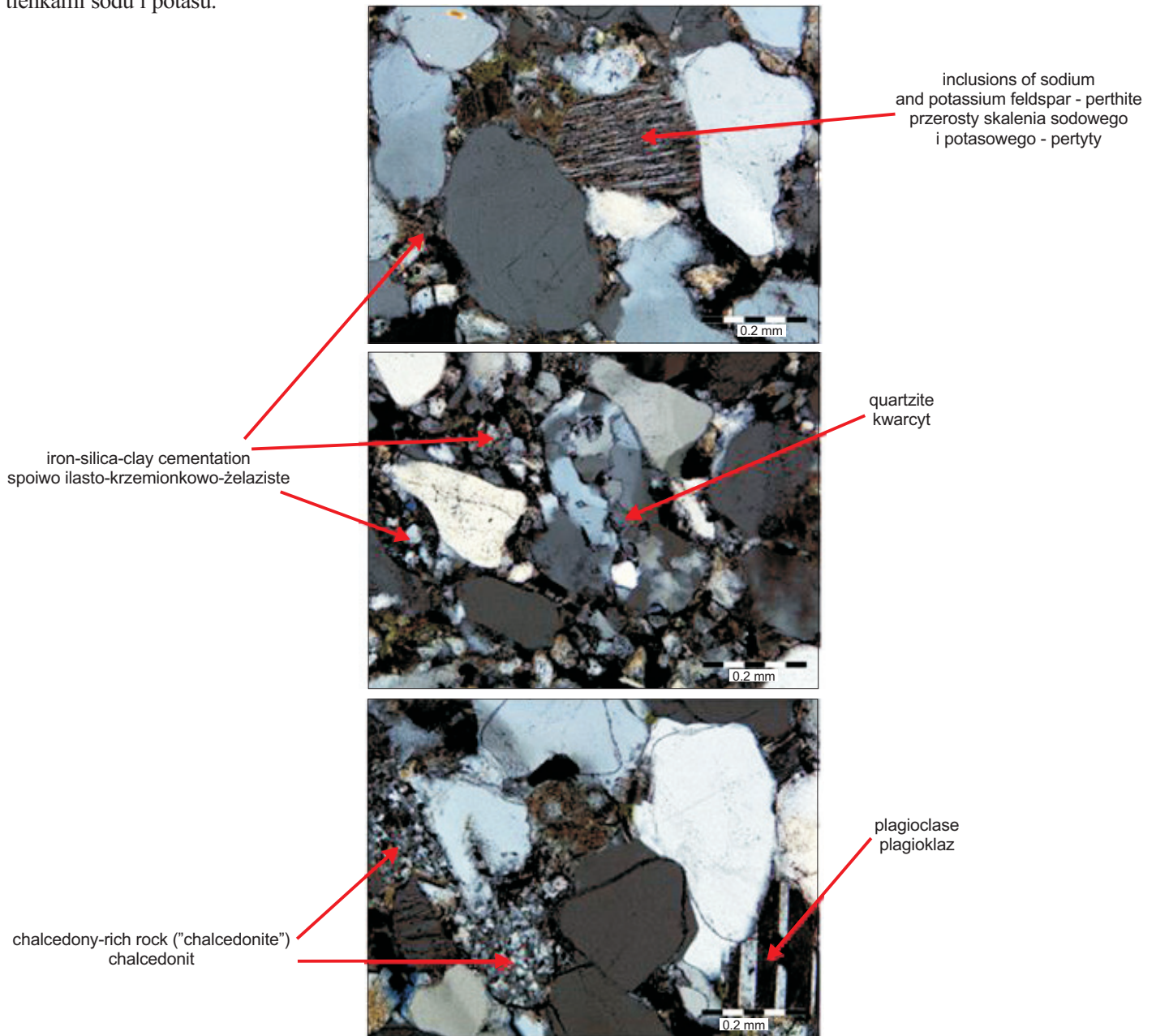


Fig. 9. Quartz-sandstone: quartz, plagioclase, perthite, chalcedonite, XPL; scale bar = 0.2 mm

Rys. 9. Piaskowiec kwarcowy: kwarc, plagioklaz, pertyty, chalcedonit, XPL; znacznik długości = 0,2 mm

## 6. DYSKUSJA

Z danych literaturowych [1], [28-29], wiadomo, że minerały krzemionkowe wykazują tym większą reaktywność, im mają bardziej nieuporządkowaną strukturę. Kwarc w stanie naprężeń jest bardzo reaktywny w roztworze alkalicznym [29].

## 6. DISCUSSION

According to the literature [1], [28-29], the reactivity of siliceous minerals increases with their internal disorganisation. Strained quartz is highly reactive in alkaline solution [29]. The altered structure of minerals is a result of



Zniekształcona struktura minerałów związana jest z naprężeniami powstałymi wskutek ruchów tektonicznych, które spowodowały zdeformowanie struktury krystalicznej. Kwarc o zniekształconej strukturze krystalicznej podczas obserwacji na cienkim szlifie w mikroskopie w świetle przechodzącym spolaryzowanym wykazuje faliste wygaszanie światła. Jak podaje Owsiak [28], kruszywa zawierające 20% kwarcu w stanie naprężeń z kątem falistego wygaszania większym niż  $15^\circ$  wykazują reaktywność z uwagi na ASR. Natomiast wg Farnya i Kerkhoffa [30] zagrożenie z uwagi na ASR stanowi już zawartość ponad 5% kwarcu w stanie naprężeń występującego w granitach, gnejsach, argilitach, szarogłazach, fyllitach, mułowcach i w niektórych naturalnych piaskach i żwirach. Zmniejszenie wielkości ziaren kwarcu zwiększa reaktywność w wyniku zwiększenia powierzchni granic ziaren kwarcowych zdolnych do reakcji. Grattan-Bellew [31] wykazał, że istnieje korelacja między zawartością mikrokrystalicznego kwarcu w kruszywach a ekspansją beleczek zapraw.

W analizowanych próbkach gysu z otoczków oraz fragmentów pojedynczych większych otoczków występowały drobne kryształy kwarcu, do około  $70\ \mu\text{m}$  – mikrokrystaliczne oraz kwarc w stanie naprężeń. Stwierdzono również dużą różnorodność skał budujących pojedyncze otoczki: granit, granodioryt, granitoid, piaskowiec kwarcowy oraz skrytokrystaliczna, przeobrażona skała zbudowana głównie z krzemionki (chalcedon). Powyższe wyniki świadczą o możliwości wystąpienia reakcji alkalicznej w betonach wykonanych z analizowanych kruszyw.

Kwarcyt jest opisany w literaturze ze względu na jego zmienny potencjał do zaistnienia warunków sprzyjających ASR [32]. Najnowsze badania [32], [33-34], wykazały zmienne czynniki, które wpływają na podatność kwarcytu na ASR, m.in. stopień deformacji kwarcu, wielkość ziarna kwarcu lub bliska obecność kwarcu, skalenia i muskowitu. Jensen i in. [35] opisał wystąpienie reakcji alkalicznej w betonie zawierającym jako kruszywo grube kwarcyt oraz granit. Wymiary poszczególnych kryształów w kwarcycie wynosiły od  $10$  do  $50\ \mu\text{m}$ . Opisane kruszywo pochodziło z Tajlandii, lecz autor zauważa, że produkty reakcji ASR oraz znaczące mikrospękania były charakterystyczne dla wolno reagujących kruszyw takich jak kwarcyt i granit, które obserwował wcześniej w Norwegii. W analizowanym kruszywie kwarcytowym występowały drobne kryształy kwarcu, do  $60\ \mu\text{m}$ , co charakteryzuje je pod względem wielkości jako mikrokrystaliczne a więc podatne na zjawisko ASR.

Skały wulkaniczne są uważane za reaktywne, gdy zawierają mikrokrystaliczny kwarc, szkliwo wulkaniczne lub odmiany polimorficzne kwarcu [36]. Trzy polimorficzne odmiany

tektonic stresses which deform their crystalline structure. In the case of quartz altered crystalline structure is manifested by an undulatory extinction when examined in thin section under transmitted polarized light. According to Owsiak [28] aggregates containing 20% of strained quartz with extinction angle greater than  $15^\circ$  have ASR reactivity potential. This value has been reduced to 5% by Farnya i Kerkhoffa [30] for granite, gneiss, argillite, greywacke, phyllite, mudstone and certain natural sands and gravels. Reduction of the grain size enhances reactivity by increasing the surface area available for reaction. Grattan-Bellew [31] demonstrated that there is a correlation between the content of microcrystalline quartz in the aggregate used for concrete and the result of mortar bar expansion test.

The analysed crushed gravel from glacial deposits and fragments of larger single boulders included small crystals of quartz of up to ca.  $70\ \mu\text{m}$  in size, classifying as microcrystalline material and strained quartz. Moreover, the single boulders from glacial deposits were found to be composed of a large variety of rock material including granite, granodiorite, quartz-sandstone and cryptocrystalline amorphous rock built primarily of silica (chalcedony). When such aggregates are used for concrete the risk of alkali-silica reaction should be taken into account.

Attention has been drawn to quartzite due to varying alkali-silica reaction enhancement properties [32]. As demonstrated in the most recent researches [32], [33-34], there are varying factors that affect the ASR susceptibility of quartzite, including the degree of deformation and size of the quartz grains and close spacing of quartzite, feldspar and muscovite grains. Jensen et al. [35] reported occurrence of alkali-silica reaction in concrete containing granite and quartzite as coarse aggregate. The individual quartzite crystals were in the size range of  $10$ - $50\ \mu\text{m}$ . The above described aggregate was sourced from Thailand yet the author notes that the products of alkali-silica reaction and extensive microcracks were characteristic of slowly reacting aggregates, such as quartzite and granite he had observed in Norway. The analysed quartz aggregate contained small, i.e. up to  $60\ \mu\text{m}$  quartz crystals which at that size classify as ASR-susceptible microcrystalline material.

The content of microcrystalline quartz, volcanic glass or quartz polymorphs places volcanic rocks in the reactive class [36]. The three polymorphs of crystalline silica, i.e. quartz, cristobalite and tridymite have different crystallization temperatures. The group of aggregates with

krystalicznej krzemionki, tj. kwarc, krystobalit i trydymit, różnią się między sobą temperaturą krystalizacji. Do grupy potencjalnie reaktywnych kruszyw zaliczane są kruszywa, w których występuje szkliwo wulkaniczne, niekiedy obecne w bazalcie [1], [37]. Medeiros i in. [36] w badaniach dotyczących analizy petrograficznej skał wulkanicznych z rejonu Azorów wykazała obecność szkliwa wulkanicznego, w tym w kruszywie bazaltowym. Silva i in. [13] na 16 analizowanych kruszywach bazaltowych, w 5 zidentyfikował szkliwo wulkaniczne jako główny składnik wpływający na powstanie ASR. Dodatkowo sugeruje on, aby do oceny podatności skał bazaltowych na reakcję alkaliczną stosować przedłużoną do dwóch lat metodę badania belek betonowych wg RILEM AAR-3 lub RILEM AAR-4.1. Katayama i in. [38] podaje, że kruszywo bazaltowe jest podatne na ASR, gdy zawiera ponad 20% szkliwa wulkanicznego. Natomiast szkliwo wulkaniczne jest uważane za reaktywne, gdy zawiera więcej niż 65% krzemionki, nawet jeśli występuje w bazalcie, andezycie, dacycie czy ryolicie [36].

W grysie bazaltowym potwierdzono obecność szkliwa wulkanicznego w analizie petrograficznej. Szkliwo występowało sporadycznie w grysie bazaltowym. Nie stosowano metody punktowej z powodu amorficznej postaci kwarcu oraz niewielkich rozmiarów minerałów, a głównym celem badań było zidentyfikowanie szkliwa wulkanicznego. Zbiorcze zestawienie wyników analizy petrograficznej na cienkich szlifach przedstawiono w Tabl. 1. Badane kruszywa przypisano do jednej z 3 kategorii reaktywności wg kryterium RILEM [3].

Wyniki makroskopowej analizy petrograficznej wg ASTM C295 [20] zostały zaprezentowane w pracy [39]. Badania petrograficzne na cienkich szlifach zostały przeprowadzone z uwagi na identyfikację potencjalnie reaktywnych składników. Wyniki analizy makro- jak i mikroskopowej uwiaryściły występowanie potencjalnie reaktywnych form krzemionki jak szkliwo wulkaniczne czy chalcedonitu. Również kwarc w stanie naprężeń był obecny w analizowanych próbkach. Zgodnie z normą ASTM C295 [20] dla kruszyw zakwalifikowanych jako potencjalnie reaktywne, muszą być przeprowadzone badania ekspansji w celu określenia wielkości stopnia reaktywności oraz odpowiednich środków zmniejszających możliwość wystąpienia ASR.

## 7. WNIOSKI

W próbkach kruszyw mineralnych przeprowadzono identyfikację polimorficznych odmian kwarcu, wielkości ziarn kwarcu (mikro- i kryptokrystalicznego) oraz kwarcu w stanie naprężeń. Ocenę składu mineralnego kruszyw odnośnie rozpoznania składników szkodliwych przeprowadzono

a potential for alkali reactivity includes aggregates containing volcanic glass that is sometimes present in basalt [1], [37]. Such presence was detected by Medeiros et al. [36] in their research on petrographic analysis of volcanic rocks from the Azores Islands. Silva et al. [13] identified volcanic glass as the main constituent increasing ASR susceptibility of aggregate in five out of the total number of sixteen analysed basalt aggregates. Silva also proposed to use for assessing the susceptibility of basalt rock to alkali-aggregate reaction the mortar bar tests: RILEM AAR-3 or RILEM AAR-4.1 with 2 years duration. According to Katayama et al. [38] basalt aggregate is ASR-susceptible if it contains over 20% of volcanic glass. The volcanic glass in turn is considered reactive when it contains more than 65% of silica even in basalt, andesite, dacite or rhyolite [36].

The petrographic examination confirmed the presence of volcanic glass in crushed basalt aggregate. However, the amount of volcanic glass was scarce. The point-count method was not used due to amorphous form of quartz and the small size of minerals with the main objective of examination being identification of volcanic glass. The results of petrographic analyses performed on thin sections are compiled in Table 1. The aggregates were all placed in one of the three categories of reactivity potential according to RILEM [3].

The results of macroscopic petrographic analysis according to ASTM C295 [20] are presented in [39]. The thin section petrographic analysis was performed to identify the constituents with a reactivity potential. The performed macro- and microscopic examinations revealed the presence of the forms of silica with potential for aggregate-silica reaction such as volcanic glass and chalcedony-rich rock (so-called chalcedonite). Also strained quartz was found in the analysed thin sections. As required by ASTM C295 [20] potentially reactive aggregates should be subjected to expansion test to determine the susceptibility to alkali-aggregate reaction and to define adequate mitigation measures.

## 7. CONCLUSIONS

The examination of the mineral aggregates included identification of quartz polymorphs, determination of sizes of the quartz particles (of microcrystalline and cryptocrystalline classes) and of the strained quartz. Identification of deleterious constituents in the mineral composition of aggregates was limited to determining the content of reactive silica minerals. The following conclusions regarding the petrographic composition can

Table 1. The results of petrographic analyses of thin sections and classification according to RILEM recommendations

Tablica 1. Zestawienie wyników analizy petrograficznej na cienkich szlifach i klasyfikacja wg RILEM

| No Lp. | Aggregate type<br>Rodzaj kruszywa       | Fraction<br>Frakcja<br>[mm] | Prevailing constituent<br>Dominujący składnik | Reactivity class<br>Kategoria reaktywności | Microcrystalline quartz grains<br>Mikrokryształiczne ziarna kwarcu   | Strained quartz<br>Kwarc w stanie naprężeń |
|--------|---|-----------------------------|---|--|--|--|
| 1      | Crushed gravel 1<br>Grys z otoczków 1   | 2-8                         | SC  | II   | +<br>fragments of chalcedony-rich rocks<br>fragmenty chalcedonitów   | +  |
| 2      | Crushed gravel 2<br>Grys z otoczków 2   | 2-5.6                       | SC  | II   | -  | +  |
| 3      | Crushed gravel 3<br>Grys z otoczków 3   | 4-8                         | SC  | II   | +<br>fragments of chalcedony-rich rocks<br>fragmenty chalcedonitów   | -  |
| 4      | Crushed gravel 4<br>Grys z otoczków 4   | 2-5.6                       | SC  | II   | +<br>fragments of chalcedony-rich rocks<br>fragmenty chalcedonitów   | -  |
| 5      | Crushed gravel 5<br>Grys z otoczków 5   | 2-5.6                       | SC  | II   | -  | +  |
| 6      | Single boulder 1<br>Próbka z otoczaka 1 | -                           | S   | I  | -  | -  |
| 7      | Single boulder 2<br>Próbka z otoczaka 2 | -                           | S   | II   | +  | +  |
| 8      | Single boulder 3<br>Próbka z otoczaka 3 | -                           | S   | II   | -  | +  |
| 9      | Single boulder 4<br>Próbka z otoczaka 4 | -                           | S   | II   | +  | +  |
| 10     | Single boulder 5<br>Próbka z otoczaka 5 | -                           | S   | III  | +<br>cryptocrystalline metamorphic<br>volcanic rock with acidic chemistry<br>skrytokryształiczna przeobrażona skała<br>wulkaniczna o kwaśnym chemizmie | -  |
| 11     | Single boulder 6<br>Próbka z otoczaka 6 | -                           | S   | II   | -  | +  |
| 12     | Single boulder 7<br>Próbka z otoczaka 7 | -                           |   | II   | -  | +  |
| 13     | Single boulder 8<br>Próbka z otoczaka 8 | -                           | S   | II   | +<br>in the binder and as constituent<br>(chalcedony-rich rock)<br>w spoiwie oraz w postaci składników<br>(chalcedonit)                                | -  |
| 14     | Crushed gravel 7<br>Grys z otoczków 7   | 11.2-16                     | SC  | II   | +  | -  |
| 15     | Crushed gravel 8<br>Grys z otoczków 8   | 4-8                         | SC  | II   | +  | +  |
| 16     | Crushed gravel 9<br>Grys z otoczków 9   | 11.2-16                     | SC  | II   | +  | -  |
| 17     | Crushed gravel 10<br>Grys z otoczków 10 | 2-8                         | SC  | II   | +<br>fragments of chalcedony-rich rocks<br>fragmenty chalcedonitów   | -  |
| 18     | Crushed gravel 11<br>Grys z otoczków 11 | 11.2-16                     | SC  | II   | +  | +  |
| 19     | Basalt aggregate<br>Grys bazaltowy      | 11.2-16                     | S   | II   | +<br>volcanic glass / szkliwo wulkaniczne  | -  |
| 20     | Quartzite aggregate<br>Grys kwarcytowy  | 11.2-16                     | S   | III  | +  | -  |



z uwagi na zawartość reaktywnych minerałów krzemionkowych. Na podstawie przeprowadzonych obserwacji i analiz mikroskopowych 20 kruszyw można sformułować następujące wnioski dotyczące składu petrograficznego:

- 18 kruszyw przypisano do II klasy reaktywności wg klasyfikacji RILEM, a dwa kruszywa do III klasy: skrytokrystaliczną przeobrażoną skałę wulkaniczną o kwaśnym chemizmie oraz kruszywo kwarcytowe,
- każde z analizowanych kruszyw zawierało kwarc w czystej postaci (z wyłączeniem gysu bazaltowego, gdzie w tle skalnym zidentyfikowano szkliwo wulkaniczne),
- w 5. kruszywach zidentyfikowano fragmenty skał zbudowane ze skrytokrystalicznej krzemionki – tzw. chalcedonity,
- w jednym z kruszyw wśród okruchów skał krzemionkowych (chalcedonitów) zidentyfikowano czert – skałę krzemionkową powstającą w skałach wapiennych, oraz spongiolit – osadową skałę krzemionkową zbudowaną głównie z opalu i chalcedonu,
- jedno z kruszyw w całości zbudowane było ze skrytokrystalicznej krzemionki z chlorytem,
- w 14. analizowanych kruszywach występowały kryształy kwarcu o wymiarach mniejszych od 60  $\mu\text{m}$ , co charakteryzuje je pod względem wielkości jako mikrokrystaliczne.

Zgodnie z dokumentami RILEM i ASTM dotyczącymi reaktywności alkalicznej kruszyw na podstawie wyników w przeprowadzonej analizie petrograficznej, wszystkie 20 kruszyw należy poddać dalszym badaniom laboratoryjnym w testach przyspieszonych lub długotrwałych z uwagi na zagrożenie wystąpienia reakcją z wodorotlenkami sodu i potasu. Przedstawione wyniki i analizy stanowią udokumentowaną bazę wyjściową do dalszych badań dotyczących zagadnień związanych ze zjawiskiem reakcji alkalicznej.

## INFORMACJE DODATKOWE

Badania zostały sfinansowane przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju oraz Generalną Dyрекcję Dróg Krajowych i Autostrad, w ramach Wspólnego Przedsięwzięcia RID „Rozwój Innowacji Drogowych” w obszarze zagadnienia pt.: „Reaktywność alkaliczna krajowych kruszyw”, realizowanego w latach 2016-2019.

## BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] *Sims I., Poole A.B.*: Alkali-Aggregate Reaction in Concrete: A World Review. CRC Press, 2017
- [2] ASTM C 1778: Standard Guide for Reducing the Risk of Deleterious Alkali-Aggregate Reaction in Concrete. Book of Standards Vol. 04.02, ASTM International, 2016

be derived on the basis of the performed microscopic analyses and observations of the twenty types of aggregate:

- according to the RILEM classification of reactivity potential eighteen of them are Class II and two are Class III aggregates: cryptocrystalline metamorphic volcanic rock with acidic chemistry and quartzite aggregate,
- each of the analysed aggregates contained quartz in its pure form (except for basalt aggregate in which volcanic glass was identified in the matrix),
- in five aggregates fragments of rock built of cryptocrystalline silica were identified (so-called chalcedonites),
- in one aggregate the fragments of silica, chalcedony-type rocks included chert – a silica rock forming in limestone rocks and spongiolite – a sedimentary silica rock built mainly of opal and chalcedony,
- one aggregate was found to be built entirely of cryptocrystalline silica with chlorite,
- fourteen of the analysed aggregates included quartz crystals smaller than 60  $\mu\text{m}$  and thus classifying as microcrystalline material.

In accordance with the requirements of RILEM and ASTM documents and on the basis of results of the performed petrographic analyses further accelerated or long-term tests are required for all the twenty aggregates due to a threat of reaction with sodium and potassium hydroxide. The results and analyses presented in this paper provide a documented basis that can be used as input for further investigation of the issues related to aggregate-alkali reaction.

## ACKNOWLEDGEMENT

The investigation was funded by National Centre of Research and Development in Poland and General Directorate for National Roads and Motorways, as a part of R&D Project: Development of Road Innovations (RID) concerning “The alkali reactivity of domestic aggregates”, conducted from 2016 to 2019.

- [3] 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, Eds. Philip J. Nixon and Ian Sims, Springer Netherlands, 2016
- [4] PN-EN 12620:2002+A1:2008, grudzień 2010, Kruszywa do betonu

- [5] ASTM C33-16: Standard Specification for Concrete Aggregates. Book of Standards Vol. 04.02, ASTM International, 2016
- [6] ASTM C1260-14: Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Aggregates (Mortar-Bar Method). Book of Standards Vol. 04.02, ASTM International, 2014
- [7] ASTM C1293-15: Standard Test Method for Determination of Length Change of Concrete Due to Alkali-Silica Reaction. Book of Standards Vol. 04.02, ASTM International, 2015
- [8] ASTM C227-10: Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Cement-Aggregate Combinations (Mortar-Bar Method). Book of Standards Vol. 04.02, ASTM International, 2010
- [9] ASTM C289-07: Standard Test Method for Potential Alkali-Silica Reactivity of Aggregates (Chemical Method) (Withdrawn 2016). Book of Standards Vol. 04.02, ASTM International, 2007
- [10] Report CEN CR1901 Regional specifications and recommendations for the avoidance of alkali-silica reactions in concrete. CEN, 1995
- [11] CEN/TR 16349: 2012, Framework for a specification on the avoidance of a damaging Alkali-Silica reaction (ASR) in concrete. CEN, 2012
- [12] *Fernandes I., dos Anjos Riberio M., Matins H.C.B., Noronha F., Soares D., Santos Silva A., Broekmans M.A.T.M., Sims I.*: To be or not to be... Alkali Reactive. A challenge for the petrographic method. 15<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- [13] *Santos Silva A., Fernandes I., Soares D., Custódio J., Bettencourt Ribeiro A., Ramos V., Medeiros S.*: Portuguese experience in ASR aggregate assessment. 15<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- [14] *Žvironaitė J., Pranckevičienė J.*: The investigation of alkali silica reactivity (ASR) of Lithuanian aggregates. *Procedia Engineering*, **172**, 2017, 1305-1310
- [15] *Sato T., Hirono S., Kubo Y.*: Occurrence of late-expansive ASR in a granitoid rock with micrographic texture, Hokuriku region, Japan. 15<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- [16] *Ideker J.H., Drimalas T., Fournier B., Folliard K.J., Hooton D., Thomas M.D.A.*: Managing alkali-aggregate reactivity: north American approach. 15<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- [17] *St John D.A., Pool A.W., Sims I.*: Concrete petrography. A handbook of investigative techniques, Elsevier, 1998
- [18] Petrographic Methods of Examining Hardened Concrete: A Petrographic Manual, Report No. FHWA-HRT-04-150, 2006, Virginia Department of Transportation, Federal Highway Administration
- [19] *Jarmontowicz A., Krzywobłocka-Laurów R.*: Ocena potencjalnej reaktywności kruszywa żwirowego w stosunku do alkali na podstawie badań instrumentalnych, Instrukcja 317. Instytut Techniki Budowlanej, Warszawa 1993
- [20] ASTM C295-12: Standard Guide for Petrographic Examination of Aggregates for Concrete. Book of Standards Vol.: 04.02, ASTM International, 2016
- [21] *Kerr P.F.*: Optical Mineralogy. McGraw-Hill Book Company NY, NY, 1977
- [22] *Williams H., Turner F.J., Gilbert Ch.M.*: Petrography an Introduction to the Study of Rocks in Thin Section. W.H. Freeman and Co., NY, Second Edition, 1982
- [23] PN-EN 932-3:1999: Badania podstawowych właściwości kruszyw. Procedura i terminologia uproszczonego opisu petrograficznego
- [24] *Józwiak-Niedźwiedzka D., Gibas K., Brandt A.M., Glinicki M.A., Dąbrowski M., Denis P.*: Mineral composition of heavy aggregates for nuclear shielding concrete in relation to alkali-silica reaction. *Procedia Engineering*, **108**, 2015, 162-169
- [25] ASTM C856-17: Standard Practice for Petrographic Examination of Hardened Concrete. Book of Standards Vol. 04.02, ASTM International, 2017
- [26] *Józwiak-Niedźwiedzka D., Jaskulski R., Glinicki M.A.*: Application of Image Analysis to Identify Quartz Grains in Heavy Aggregates Susceptible to ASR in Radiation Shielding Concrete. *Materials*, **9**, 4, 2016, 224 (1-14)
- [27] *Jacobsen U.H., Johansen V., Thaulow N.*: Optical microscopy - a primary tool in concrete examination. Proceedings of the 19<sup>th</sup> ICMA Conference on Cement Microscopy, Cincinnati, Ohio, USA, 1997, 275-294
- [28] *Owsiak Z.*: Korozja wewnętrzna betonu. Monografie, Studia, Rozprawy (M66), Wydawnictwo Politechniki Świętokrzyskiej, Kielce, 2015
- [29] *Broekmans M.A.T.M.*: Structural properties of quartz and their potential role for ASR. *Materials Characterization*, **53**, 2-4, 2004, 129-140
- [30] *Farny J.A., Kerkhoff B.*: Diagnosis and Control of Alkali-Aggregate Reactions in Concrete. Concrete Technology, Portland Cement Association, PCA R&D Serial No. 2071b, 2007
- [31] *Grattan-Bellew P.E.*: Microcrystalline quartz, undulatory extinction and the alkali silica reaction. Proceedings of the 9<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, London, 1992, 383-394

- [32] Šachlová Š., Kuchařová A., Přikryl R., Pertold Z., Nekvasilová Z.: Factors affecting ASR potential of quartzite from a single quarry (Bohemian Massif, Czech Republic). Conference: 12<sup>th</sup> SGA Biennial Meeting, Upsala, Sweden, 2013
- [33] Hagelia P., Fernandes I.: On the AAR susceptibility of granitic and quartzitic aggregates. Proceedings of 14<sup>th</sup> ICAAR, Austin, Texas, USA, 2012
- [34] Šachlová Š., Burdová A., Pertold Z., Přikryl R.: Macro- and micro-indicators of ASR in concrete pavement. Magazine of Concrete Research, **63**, 8, 2011, 553-571
- [35] Jensen V., Sujjavanich S.: Alkali silica reaction in concrete foundations in Thailand. 15<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- [36] Medeiros S., Fernandes I., Nunes J.C., Fournier B., Santos Silva A., Soares D., Ramos V.: The study of the Azorean volcanic aggregates from the point of view of alkali silica reaction. 15<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- [37] Thomas M.D.A., Fournier B., Folliard K.J., Resendez Y.A.: Alkali-Silica Reactivity Field Identification Handbook. Report No. FHWA-HIF-12-022, FHWA, December 2011
- [38] Katayama T., St John D.A., Futagawa T.: The petrographic comparison of rocks from Japan and New Zealand-Potential reactivity related to interstitial glass and silica minerals. Proceedings of the 8<sup>th</sup> International Conference on Alkali-Aggregate Reaction (ICAAR), 1989, Kyoto, Japan, 537-542
- [39] Naziemiec Z., Pabis-Mazgaj E.: Preliminary evaluation of the alkali reactivity of crushed aggregates from glacial deposits in Northern Poland. Roads and Bridges - Drogi i Mosty, **16**, 3, 2017, 203-222