

MICHAŁ A. GLINICKI¹⁾DARIA JÓZWIAK-NIEDŹWIEDZKA²⁾ANETA ANTOLIK³⁾KINGA DZIEDZIC⁴⁾KAROLINA GIBAS⁵⁾

SUSCEPTIBILITY OF SELECTED AGGREGATES FROM SEDIMENTARY ROCKS TO ALKALI-AGGREGATE REACTION

PODATNOŚĆ WYBRANYCH KRUSZYW ZE SKAŁ OSADOWYCH NA REAKCJĘ ALKALIA-KRUSZYWO

STRESZCZENIE. W pracy przedstawiono wyniki badań reaktywności krajowych kruszyw z wybranych, litych skał osadowych przy wykorzystaniu nowych metod badawczych wdrożonych w dokumentach technicznych Generalnej Dyrekcji Dróg Krajowych i Autostrad (GDDKiA), zgodnych z metodami RILEM i ASTM. Zakres badań obejmował kruszywa grube łamane o potencjalnej przydatności do wykonania wytrzymałego i trwałego betonu, wyprodukowane ze skał wapienia, dolomitu, piaskowca i szarogłazu. W składzie mineralnym kruszyw z wapieni i dolomitu nie stwierdzono obecności reaktywnych form kwarcu; w ziarnach kruszywa z szarogłazów i piaskowca występował kwarc mikro- i kryptokrystaliczny. Na podstawie wydłużenia próbek określono następujące kategorie reaktywności wybranych krajowych kruszyw ze skał osadowych: R0, R1 i R2. Zaobserwowano występowanie żelu krzemianu sodowo-potasowo-wapniowego o składzie charakterystycznym dla produktów reakcji alkalia-kruszywo, zgodnym z danymi literaturowymi. Uzyskano spójną ocenę reaktywności kruszyw.

SŁOWA KLUCZOWE: beton, cement, kruszywo dolomitowe, kruszywo wapienne, kwarc, minerały reaktywne, piaskowiec, reakcja alkalia-kruszywo, szarogłaz, wydłużenie.

ABSTRACT. The paper presents the results of investigations into the reactivity of domestic aggregates produced from selected sedimentary rocks, carried out using the new testing methods, consistent with the RILEM and ASTM methods, implemented by GDDKiA (Polish General Directorate for National Roads and Motorways) documents. The range of the investigations covered coarse crushed aggregates produced from limestone, dolomite, sandstone and greywacke rocks, potentially suitable for making strong and durable concrete. No reactive forms of quartz were found in the mineralogical composition of the limestone aggregates and the dolomite aggregates. Micro- and cryptocrystalline quartz occurred in the particles of the greywacke aggregates and the sandstone aggregates. On the basis of the expansion of mortar and concrete specimens the aggregates produced from the sedimentary rocks were classified into the reactivity categories: R0, R1 and R2. A sodium-potassium-calcium silicate gel, whose composition (consistent with that reported in the literature) was characteristic of the alkali-silica reaction products, was found. The investigations resulted in a consistent assessment of the reactivity of the aggregates.

KEYWORDS: alkali-aggregate reaction, cement, concrete, dolomite aggregate, expansion, greywacke, limestone, quartz, reactive minerals, sandstone.

DOI: 10.7409/rabdim.019.001

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

²⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk; djozwiak@ippt.pan.pl

³⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk; aantolik@ippt.pan.pl

⁴⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk; kdzie@ippt.pan.pl

⁵⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk; kgibas@ippt.pan.pl

1. WPROWADZENIE

Zagadnienie podatności niektórych kruszyw mineralnych na reakcję z wodorotlenkami alkalicznymi w betonie jest ciągle aktualne, mimo licznych wcześniejszych badań i publikacji. Reakcja alkalia-kruszywo zachodzi między roztworem w porach betonu i reaktywnymi minerałami w ziarnach kruszywa, ostatecznie ewentualnie prowadząc do ekspansji i znacznych spękań betonu [1, 2]. Wyniki wieloletnich badań, obejmujących krajowe kruszywa mineralne i krajowe cementy, znane są z publikacji np. [3-5]. Z przeprowadzonych badań wynika [4], że do reaktywnych kruszyw krajowych można zaliczyć niektóre piaski i żwiry zawierające opal i chalcedon, piaskowiec, wapień krzemionkowy i dolomit. Ekspansja próbek zaprawy cementowej z badanym kruszywem zależy od zawartości potasu i sodu w cemencie [3]. Znaczącą redukcję ekspansji próbek umożliwia zastosowanie cementu z aktywnym dodatkiem popiołu lotnego krzemionkowego lub granulowanego żużla wielkopiecowego do cementu lub do betonu.

Uszkodzenia konstrukcji betonowych wskutek ekspansywnej reakcji alkalia-kruszywo występują mniej lub bardziej powszechnie na całym świecie. Zniszczenie betonu na ogół widoczne jest w postaci spękań, odprysków, wycieków, a także nadmiernych deformacji elementów konstrukcji. Podobne objawy zewnętrzne mogą towarzyszyć innym zjawiskom destrukcyjnym (Rys. 1), np. miejscowej ekspansji wskutek cyklicznego działania mrozu, ekspansji skorodowanej stali lub wskutek reakcji siarczanowej. Specyfiką wewnętrznych uszkodzeń betonu wskutek reakcji alkalia-kruszywo jest występowanie spękań ziaren kruszywa (wskroś lub wokół) obok spękań zaczynu cementowego oraz występowanie żelu krzemianu potasowo-sodowo-wapniowego, wypełniającego spękania i pustki. Ilościowa ocena stopnia uszkodzenia betonu jest możliwa za pomocą cyfrowej analizy obrazu spękań w przekrojach [6], ale rozpoznanie intensywności przebiegu reakcji wymaga zastosowania ważonej oceny systemu spękań za pomocą tzw. wskaźnika uszkodzenia DRI. W [7] przedstawiono wyniki oceny przebiegu reakcji w betonie zawierającym różne rodzaje kruszyw reaktywnych wykorzystując DRI do lepszego oszacowania uszkodzeń. Dopiero stwierdzenie obecności charakterystycznego żelu i jego powiązanie z występującymi minerałami w ziarnach kruszywa i spękaniem betonu stanowi potwierdzenie występowania tej reakcji.

Stosowana dotąd w Polsce metodyka oceny reaktywności kruszyw mineralnych opiera się na zestawie procedur ujętych w normach PN [8-10], stosowanych od początku lat 90. XX wieku, ale wycofanych ze zbioru PKN w roku 2002,

1. INTRODUCTION

The tendency of some mineral aggregates to react with the alkali hydroxides contained in concrete is still of current interest, in spite of the numerous previous studies and publications. The alkali-aggregate reaction takes place between the solution present in concrete pores and the reactive minerals in aggregate particles, eventually leading to the expansion and considerable cracking of the concrete [1, 2]. The results of investigations of domestic mineral aggregates and cements performed for many years are reported in, e.g., [3-5]. The investigations [4] indicate that some sands and gravels containing opal and chalcedony, sandstone, siliceous limestone and dolomite can be classified among the reactive domestic aggregates. The expansion of cement mortar specimens containing aggregate depends on the potassium and sodium content in the cement [3]. The expansion of specimens can be significantly reduced if siliceous fly ash or granulated blast furnace slag is added to the cement or the concrete.

Damage of concrete structures caused by the expansive alkali-aggregate reaction occurs more or less commonly all over the world. The damage is usually visible as cracking, spalling and exudations and also as excessive deformations of structural elements. Similar external symptoms can accompany other degrading phenomena (Fig. 1), such as local expansion due to freeze-thaw cycling, the expansion of corroded steel or expansion resulting from the sulphate attack. The internal damage of concrete caused by the alkali-aggregate reaction is characterized by the cracking through or around aggregate grains as well as the cracking of the cement paste, and the presence of a potassium-sodium-calcium silicate gel filling the cracks and air-voids. The degree of concrete damage can be quantitatively assessed through a digital analysis of the image of cracks in cross sections [6], but in order to determine the intensity of the alkali-aggregate reaction one must use the weighted evaluation of the system of cracks, based on the damage rating index (DRI). Paper [7] presents the results of an evaluation of the course of the reaction in concrete containing various kinds of reactive aggregates, using DRI in order to estimate the damage more precisely. It is only when the characteristic gel is found to be present and linked to the minerals contained in the aggregate particles and to the cracks in the concrete, the occurrence of the reaction will be confirmed.

The methodology for assessing the reactivity of mineral aggregates, used in Poland to date is based on procedures formulated in the Polish standards (PN) [8-10] used from



Fig. 1. Noticeable defects of a concrete resistance wall caused by simultaneously appearing failure phenomena including alkali-aggregate reactions

Rys.1. Widoczne uszkodzenia betonowego muru oporowego, wywołane występującymi równocześnie zjawiskami destrukcyjnymi, w tym reakcją alkalia-kruszywo

z wyjątkiem normy [8]. Pierwowzorem krajowych norm były m.in. ówczesne wersje norm ASTM C227 [11] i ASTM C289 [12], obie wycofane ze zbioru ASTM, odpowiednio w latach 2018 i 2016. Sprzeczność ocen reaktywności wybranych kruszyw krajowych metodą chemiczną ASTM C289 i metodami o większej wiarygodności wykazano w pracy [13] w odniesieniu do kruszyw z litych skał magmowych i osadowych. Również w [4] wykazano niezgodność oceny reaktywności niektórych kruszyw krajowych, zwłaszcza żwirowych i węglanowych, metodami PN-EN oraz metodami zgodnymi z zaleceniami RILEM AAR [14].

Na forum międzynarodowym powyższe normy ASTM zostały uznane za niedostatecznie skuteczne w rozpoznawaniu kruszyw reaktywnych. W strategii zapobiegania szkodliwym skutkom reakcji alkalia-kruszywo zgodnej z ASTM C1778 [15], a także zgodnej z zaleceniami RILEM [14], znalazło się miejsce na zastosowanie zestawu metod o większej wiarygodności, tzn.:

- metody oceny petrograficznej kruszywa na cienkich szlifach,
- metody badania ekspansji próbek zaprawy z kruszywem w 1 N roztworze NaOH w temperaturze 80°C,
- metody badania ekspansji próbek betonu z kruszywem w środowisku wysokiej wilgotności RH > 95% w temperaturze 38°C.

the beginning of the 1990s, but withdrawn, except for standard [8], from the PKN (Polish Committee for Standardization) set in 2002. The domestic standards were based on contemporary standards ASTM C227 [11] and ASTM C289 [12], both withdrawn from the ASTM set in respectively 2018 and 2016. A discrepancy between the evaluations of the reactivity of selected domestic aggregates, made using the chemical ASTM C289 method and more reliable methods, was shown in [13] for aggregates made of solid igneous and sedimentary rocks. Moreover, an inconsistency between the evaluations of the reactivity of some domestic aggregates, especially gravel aggregates and carbonate aggregates, performed using respectively the PN-EN methods and the methods RILEM AAR [14], was shown in [14].

Internationally, the above ASTM standard were deemed to be insufficiently effective in identifying reactive aggregates. A set of more reliable methods was included in a strategy consistent with the ASTM C1778 recommendations [15] and the RILEM recommendations [14]. The methods were:

- a method consisting in the petrographic analysis of thin sections,
- a method of investigating the expansion of mortar bar specimens in a 1 N NaOH solution at a temperature of 80°C,
- a method of investigating the expansion of concrete prism specimens in a highly humid environment (RH > 95%) at a temperature of 38°C.

In 2018 methods b) and c), developed consistently with the relevant ASTM standards and RILEM recommendations, were adopted in Poland pursuant to respectively Annex 1 [16] and Annex 2 [17] to “General Technical Specifications for Concrete Pavements”, issued by the GDDKiA.

The aim of the present research was to explore the reactivity of domestic aggregates produced from selected sedimentary rocks, using the test methods implemented by the GDDKiA documents. Sedimentary rocks were selected because of their abundance (approximately 5 bn. tons) in Poland’s geological resource balance and their relatively limited use as aggregates for concrete for road structures. The research covers coarse crushed aggregates potentially suitable for making strong and durable concrete, consistently with the RID I-37 project assumptions [18].

W roku 2018 wymienione wyżej metody b) i c), opracowane zgodnie z odpowiednimi normami ASTM i zaleceniami RILEM, zostały wprowadzone do stosowania w Polsce, odpowiednio na podstawie Załącznika 1 [16] i Załącznika 2 [17] do „Ogólnych Specyfikacji Technicznych-Nawierzchnie Betonowe”, wydanych przez GDDKiA.

Celem podjętych badań jest rozpoznanie reaktywności krajowych kruszyw z wybranych skał osadowych przy wykorzystaniu wdrożonych w dokumentach GDDKiA metod badawczych. Powodem wyboru skał jest ich obfitość w bilansie zasobów geologicznych Polski, szacunkowo ponad 5 mld ton, przy jednoczesnym dość ograniczonym ich wykorzystaniu jako kruszyw do betonu na drogowe konstrukcje inżynierskie. Zakres badań obejmuje kruszywa grube łamane o potencjalnej przydatności do wykonania wytrzymałego i trwałego betonu, zgodnie z założeniami Projektu RID I-37 [18].

2. BADANIA

2.1. MATERIAŁY DO BADAŃ

Do badań reaktywności wybrano kruszywa produkowane w zakładach zlokalizowanych w środkowej oraz południowej części Polski. Wybrano kruszywa łamane z następujących skał:

- piaskowiec, szarogłaz (osadowe klastyczne),
- wapień, dolomit (osadowe chemogeniczne).

Dodatkowo, zastosowano również kruszywo z szarogłazu z Niemiec jako kruszywo porównawcze. W Tabl. 1 przedstawiono podstawowe właściwości fizyczne kruszyw frakcji 2/8 mm na podstawie wyników badań zgodnie z procedurami normowymi [19]. Kształt ziaren kruszywa uwarunkowany m.in. procesami przerobczymi [20], chociaż zasadniczo wpływa na właściwości mechaniczne betonu, nie był tu przedmiotem badań.

2. EXPERIMENTAL

2.1. MATERIALS

Aggregates produced in plants located in central and southern Poland were selected for the reactivity studies. The selected crushed-stone aggregates were produced from the following rocks:

- sandstone, greywacke (clastic sedimentary),
- limestone, dolomite (chemogenic sedimentary).

Moreover, greywacke aggregate from Germany was used as the reference aggregate. Table 1 shows the basic physical properties of 2/8 mm particle size fraction aggregates, based on results of tests carried out according to standard procedures [19]. Since it does not have a major effect on the mechanical properties of concrete, the shape of aggregate particles, determined by, i.a., processing [20], was not the subject of the investigations.

From among the domestically produced general-purpose cements CEM I – a Portland cement with the possibly highest alkali – was selected to satisfy the requirement: $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0.9 \pm 0.1\%$ [17]. Also a reference CEM I cement, defined according to the RILEM guidelines, as required in the case of procedure AAR-2, i.e. produced in the Norwegian cement plant Norcem, with an alkali content above 1.1% $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$, was used. The cement fineness, determined using the PN-EN 196-6 method, amounted to respectively 525 m^2/kg and 546 m^2/kg . The cement soundness, determined using the Le Chatelier method, met requirement [16] – the increase in gauging point spacing < 1 mm. The chemical composition of the two cements is given in Table 2.

Table 1. Basic physical properties of aggregates determined acc. to standard procedures PN-EN 12620
Tablica 1. Podstawowe właściwości fizyczne kruszyw oznaczone zgodnie z procedurami normowymi PN-EN 12620

Type of rock Rodzaj skały	Designation Oznaczenie	Volume density Gęstość objętościowa [Mg/m^3]	Water absorption Nasiąkliwość [%]	Category of disintegration resistance Kategoria odporności na rozdrabnianie	Frost resistance Stopień mrozoodporności
Limestone / Wapień	W1	2.69	0.2	LA ₃₀	–*)
	W2	2.71	0.3	LA ₂₅	F1
	W3	2.70	0.4	LA ₂₅	F1
	W4	2.69	2.0	LA ₃₀	F2
Dolomite / Dolomit	D1	2.84	0.4	LA ₂₀	F1
Sandstone / Piaskowiec	P1	2.70	1.2	LA ₃₀	F4
Graywacke / Szarogłaz	Sz1	2.77	0.4	LA ₂₀	F1
	Sz2	2.69	0.9	LA ₂₀	F1

*) not tested / nie badano

Spośród cementów powszechnego użytku CEM I produkowanych w kraju wybrano cement portlandzki o możliwie najwyższej zawartości alkaliów, aby spełnić wymaganie $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0,9 \pm 0,1\%$ [17]. Zastosowano też cement porównawczy CEM I, zdefiniowany wytycznych RILEM jako wymagany w przypadku procedury AAR-2, tj. Produkowany w norweskiej cementowni Norcem o zawartości alkaliów powyżej 1,1% $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$. Miałkość cementu oznaczona metodą PN-EN 196-6 wynosiła odpowiednio 525 m²/kg i 546 m²/kg. Stałość objętości oznaczona metodą Le Chatelliera spełniała wymaganie [16] – wzrost rozstawu końcówek pomiarowych poniżej < 1 mm. Skład chemiczny obu cementów podano w Tabl. 2.

2.2. METODY BADAŃ

Do oceny petrograficznej kruszyw na cienkich szlifach ziarna kruszywa zostały dokładnie umyte i wysuszone, a następnie przyklejone do powierzchni szkiełka referencyjnego o wymiarach 45 × 30 × 4 mm. Po przycięciu piłą z tarczą diamentową powierzchnię polerowano rolkami polerskimi z nasypem diamentowym. Po impregnacji żywicą z pigmentem fluorescencyjnym i przyklejeniu szkiełka podstawkowego część próbki została odcięta, aby uzyskać preparat o grubości około 1 mm. Cienkie szlify ziaren kruszyw o grubości 20 ± 2 μm wykonano za pomocą aparatury Pelcon. Analizę petrograficzną kruszyw na cienkich szlifach przeprowadzono za pomocą mikroskopu polaryzacyjnego Olympus BX51 z kolorową kamerą cyfrową i automatycznym stolikiem skaningowym Prior ES11BX/B.

Badania reaktywności kruszyw przeprowadzono metodą przyśpieszoną w 1 N roztworze NaOH w temperaturze 80°C według [16] oraz metodą długotrwałą w temp. 38°C wg [17]. Badanie polega na określeniu zmian długości próbek zaprawy lub betonu z wybranym kruszywem. Do pomiaru długości próbek zastosowano urządzenie o podwyższonej dokładności i powtarzalności pomiarów, zbudowane przy zastosowaniu stopu invar i cyfrowego czujnika przemieszczenia o dokładności nie mniejszej niż 0,002 mm. Do wykonania próbek zaprawy kruszywo zostało rozdrobnione i przesiane przez zestaw sit od 0,125 mm do 4,0 mm, aby uzyskać wymagane uziarnienie kruszywa drobnego. Zaprawę przygotowano stosując proporcję masy cementu do masy kruszywa jak 1:2,25; współczynnik wodno-cementowy wynosił 0,47. Z każdym z cementów w Tabl. 2 wykonano serię próbek z badanym rodzajem kruszywa. Próbki o wymiarach 25 × 25 × 285 mm wykonano w formach z czopikami stalowymi na końcach. Po dobie od zaformowania, próbki zostały rozformowane i umieszczone na kolejne 24 h w wodzie destylowanej o temp. 80°C. Po początkowym pomiarze

Table 2. Chemical composition of CEM I determined by the XRF method [%]

Tablica 2. Skład chemiczny cementu CEM I oznaczony metodą XRF [%]

Component Składnik	Cement 1 (Polish / polski)	Cement 2 (Norwegian / norweski)
SiO ₂	19.42	19.43
Al ₂ O ₃	5.45	4.84
Fe ₂ O ₃	2.94	3.18
CaO	64.10	61.81
MgO	1.75	2.56
SO ₃	3.50	3.93
Na ₂ O	0.24	0.41
K ₂ O	0.97	1.08
Na ₂ O _{eq}	0.88	1.12

2.2. TEST METHODS

For the petrographic analysis of thin sections the aggregate particles were thoroughly washed and dried and then glued to the surface of a 45 × 30 × 4 mm reference slide. Having been trimmed with a saw with a diamond cutting blade, the surface was polished with polishing rolls coated with diamond grit. After impregnation with a resin containing phosphorescent pigment and sticking on a specimen slide part of the specimen was cut off in order to obtain a 1 mm thick preparation. Thin (20 ± 2 μm) sections were made using the Pelcon automatic thin section machine. A petrographic analysis of the aggregate particles on the thin sections was carried out using an Olympus BX51 polarizing microscope with a digital camera and a Prior ES11BX/B automatic scanning stage.

The reactivity of the aggregates was tested using the accelerated test in a 1 N NaOH solution at a temperature of 80°C according to [16] and the long-term test at 38°C according to [17]. The test consists in measuring the changes in the length of mortar or concrete specimens containing a selected aggregate. A device ensuring enhanced accuracy and repeatability of measurements was used to measure the length of specimens. The device was made of invar alloy and incorporated a displacement transducer with an accuracy not less than 0.002 mm. The aggregate used to make mortar specimens was ground down and sieved through a set of 0.125-4.0 mm sieves in order to obtain the required fine aggregate grading. The mortar was prepared using a cement /aggregate proportion of 1: 2.25 and a water-cement ratio of 0.47. For each cement listed in Table 2 a series of specimens containing

długości, próbki zostały umieszczone w zamkniętym pojemniku w 1 N roztworze NaOH o temperaturze 80°C i przechowane w komorze termostatycznej przez 28 dni. Następne pomiary długości próbek były prowadzone okresowo po wyjęciu próbek z roztworu. Do wykonania próbek betonu z kruszywami zastosowano cement 1 wg Tabl. 2, a do mieszanki dodany został wodorotlenek sodu, aby ekwiwalentna zawartość alkaliów wynosiła 1,25% masy cementu. W mieszankach betonowych 40% masy kruszywa stanowiło badane kruszywo drobne, a 60% niereaktywne kruszywo grube. Frakcje kruszywa dobrano według normowo ustalonej krzywej przesiewu. Zawartość zaczynu cementowego w mieszankach była stała, współczynnik wodno-cementowy wynosił 0,45. Próbki betonowe o wymiarach 75 × 75 × 285 mm z czopikami pomiarowymi na końcach przechowywano w zamkniętych pojemnikach w warunkach wysokiej wilgotności $\geq 95\%$ RH. Pojemniki przechowywano w komorze termostatycznej w stałej temperaturze $38 \pm 2^\circ\text{C}$ przez 365 dni. Pomiary długości próbek wykonane były bezpośrednio po rozformowaniu oraz po upływie 1, 2, 4, 13, 26 i 52 tygodni.

Próbki zapraw, po zakończeniu 28 dniowej ekspozycji na działanie NaOH i podwyższonej temperatury 80°C, wykorzystano do analizy mikrostruktury, aby wykryć obecność produktów reakcji alkalia-kruszywo. Wycięte i wypolerowane zglądy obserwowano w świetle odbitym w mikroskopie stereoskopowym. Do badań za pomocą mikroskopu skaningowego (SEM) próbki napyłono cienką warstwą przewodzącą w postaci węgla. Wykorzystano mikroskop Zeiss Sigma VP wyposażony w detektor EDS do badania składu chemicznego w mikroobszarach. Obserwacje prowadzono w trybie elektronów wstecznie rozproszonych (SEM-BSE) w warunkach wysokiej próżni.

3. WYNIKI BADAŃ

3.1. ROZPOZNANIE MINERAŁÓW

Analiza petrograficzna kruszyw z wykorzystaniem cienkich szlifów dotyczyła oceny składu mineralnego przede wszystkim z uwagi na obecność reaktywnych składników, wskazanych w dokumentach AAR-1.1 [14] oraz ASTM C295 [21]. Szczegółowy opis składników mineralnych potencjalnie reaktywnych oraz skał, w których mogą występować, jak również petrograficzna analiza wybranych krajowych kruszyw, były przedstawione w [22], [23].

Przedmiotem analizy była przede wszystkim zawartość i wielkość kryształów SiO_2 . Zgodnie z literaturą przedmiotu podział kwarcu na mikrokryształiczny oraz kryptokryształiczny odpowiada wielkościom poszczególnych kryształów,

the tested aggregate were made. The 25 × 25 × 285 mm specimens were made in moulds with steel pins at their ends. Twenty four hours after moulding the specimens were de-moulded and placed in distilled water with a temperature of 80°C for the next 24 hours. After the initial measurement of their length the specimens were placed in a closed container containing 1 N NaOH solution with a temperature of 80°C and stored in a thermostatic chamber for 28 days. The next specimen length measurements were performed periodically after specimens had been taken out of the solution. Cement 1 acc. to Table 2 was used to make the concrete-with-aggregate specimens and sodium hydroxide was added to the mixture in order for the equivalent alkali content to amount to 1.25% of the cement weight. The tested aggregate constituted 40% while non-reactive coarse aggregate constituted 60% of the total aggregate weight. The aggregate particle size fractions were matched according to the aggregate grading curve determined as specified in the standard. The cement paste content in the mixtures was constant and the w/c ratio amounted to 0.45. The 75 × 75 × 285 mm concrete specimen with measuring pins at their ends were stored in high humidity conditions ($\geq 95\%$ RH) in closed containers. The containers were stored in the thermostatic chamber at a constant temperature of $38 \pm 2^\circ\text{C}$ for 365 days. Specimen length measurements were performed immediately after de-moulding and after 1, 2, 4, 13, 26, and 52 weeks.

After the 28 day long exposure to NaOH and the elevated temperature of 80°C the mortar specimens were used for microstructure analysis in order to detect the presence of alkali-aggregate reaction (AAR) products. The cut out and polished sections were examined in reflected light under the stereoscopic microscope. For scanning electron microscope (SEM) examinations a conducting carbon film was sputtered on the specimens. A Zeiss Sigma VP microscope equipped with an EDS detector for analysing the chemical composition in microareas was used. The examinations were conducted in the backscattered electron (SEM-BSE) mode in high vacuum conditions.

3. TEST RESULTS

3.1. IDENTIFICATION OF MINERALS

The aim of the petrographic analysis of the thin sections was to evaluate the mineralogical composition with regard to the presence of the reactive components indicated in the AAR-1.1 documents [14] and in the ASTM C295 documents [21]. A detailed description of the potentially reactive minerals and the rocks in which they can occur

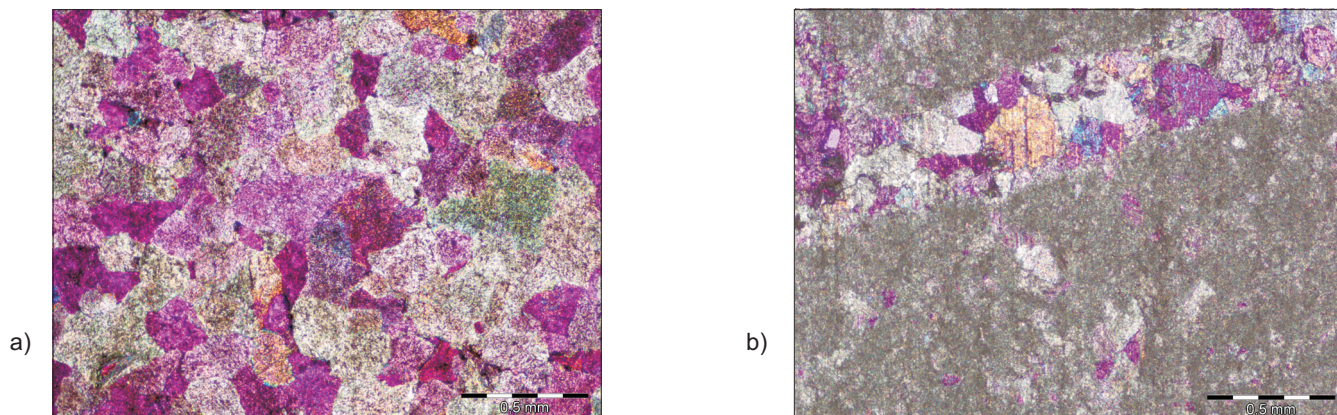


Fig. 2. Section of limestone aggregate grains: a) W1 - clearly noticeable calcite crystals, b) W3 - fine grained limestone with marked calcite crystals in a visible calcite spar (thin polished sections at polarizers crossed with a gypsum plate XPL-G), length marker: 0.5 mm)
 Rys. 2. Przekrój ziaren kruszyw wapiennych: a) W1 - wyraźnie widoczne kryształy kalcytu, b) W3 - wapień drobnokrystaliczny z zaznaczonymi kryształami kalcytu w widocznej żyłce wapienia sparytowego (cienkie szlify przy polaryzatorach skrzyżowanych z płytką gipsową, znacznik długości: 0,5 mm)

odpowiednio $4\div 62\ \mu\text{m}$ oraz $< 4\ \mu\text{m}$ wg [24] albo $10\div 100\ \mu\text{m}$ i $< 10\ \mu\text{m}$ wg Grattan-Bellew [25]. Przy analizie zastosowano inne rozróżnienie wielkości kryształów SiO_2 zaproponowane w [26]:

- kwarc bardzo reaktywny $< 10\ \mu\text{m}$,
- kwarc reaktywny $10\div 60\ \mu\text{m}$,
- kwarc o niejednoznacznej reaktywności (tzw. problematyczny) $60\div 130\ \mu\text{m}$,
- kwarc nieszkodliwy $> 130\ \mu\text{m}$.

W ziarnach kruszyw pochodzących z grupy skał chemogenicznych (wapień W1, W2, W3, W4, dolomit D1), nie stwierdzono obecności składników mineralnych potencjalnie reaktywnych, jak opal, chalcedon, trydymit, kwarc w stanie naprężeń czy mikrokrystaliczny kwarc (Rys. 2 i 3). W kruszywie D1 zaobserwowano występowanie charakterystycznych romboidalnych kryształów dolomitu. Mikroskopowe obserwacje minerałów na cienkich szlifach nie wykazały obecności minerałów ilastych ani reaktywnych ziaren kwarcu.

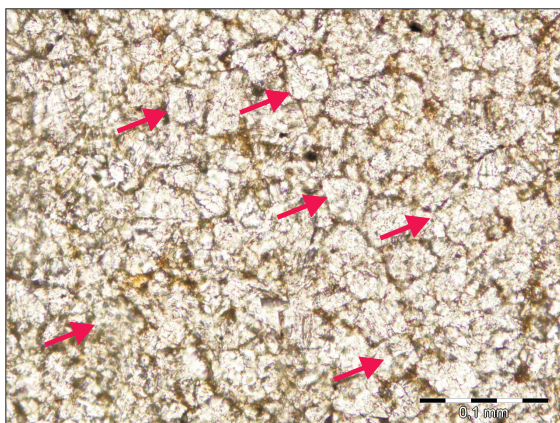


Fig. 3. Section of a grain of D1 dolomite with characteristic cubic dolomite crystals (a thin section, parallel polarizers PPL, length marker: 0.1 mm)
 Rys. 3. Przekrój ziarna dolomitu D1 z charakterystycznymi, kostkowymi kryształkami dolomitu (cienki szlif, polaryzatory równoległe, znacznik długości: 0,1 mm)

as well as a petrographic analysis of selected domestic aggregates were presented in [22], [23].

The present analysis was focused mainly on the SiO_2 crystals content and size. According to the literature on the subject, the division of quartz into microcrystalline and cryptocrystalline quartz corresponds to the size of the particular crystals, respectively $4\text{--}62\ \mu\text{m}$ and $< 4\ \mu\text{m}$ acc. to [24] or $10\text{--}100\ \mu\text{m}$ and $< 10\ \mu\text{m}$ acc. to Grattan-Bellew [25]. A different SiO_2 crystal size division, proposed in [26], was adopted here:

- very reactive quartz: $< 10\ \mu\text{m}$,
- reactive quartz: $10\text{--}60\ \mu\text{m}$,
- quartz with ambiguous reactivity (the so-called problematic quartz): $60\text{--}130\ \mu\text{m}$,
- harmless quartz: $> 130\ \mu\text{m}$.

No potentially reactive mineral components, such as opal, chalcedony, tridymite, highly strained quartz or microcrystalline quartz (Figs 2 and 3) were found in the particles of the aggregates originating from the group of chemogenic rocks (limestone W1, W2, W3, W4, dolomite D1). Characteristic rhomboidal dolomite crystals were found in aggregate D1. Microscopic examinations of the thin sections of the minerals showed neither clay minerals nor reactive quartz grains to be present.

W kruszywach pochodzących z grupy skał klastycznych (szarogłaz Sz1, Sz2, piaskowiec Ps1) przeważającą zawartość minerałów stanowił kwarc. W ziarnach kruszywa Ps1 główny składnik stanowiły monomineralne średnio i drobnoziarniste kryształy kwarcu, ponadto występowały również skaleni, muskowit i biotyt, który częściowo był zamieniony w chloryt (Rys. 4). Kruszywo szarogłazowe zostało scharakteryzowane jako waka kwarcowo-lityczna – odmiana piaskowca zawierająca co najmniej 25% okruszków skalnych w materiale detrytycznym (szkielecie ziarnowym) o spoiwie kwarcowo-ilasto-żelazistym. Ponadto w spoiwie widoczne były liczne drobne ziarna kwarcu i łuszczyków (Rys. 5).

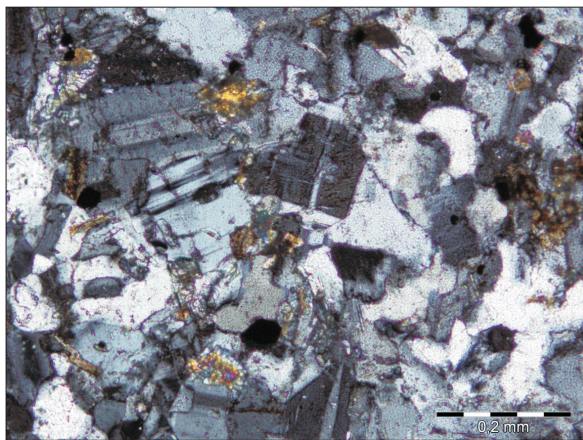


Fig. 4. Section of a Ps1 sandstone grain, great numbers of medium- and fine-grained quartz as well as isolated grains of feldspar and mica are visible (a thin section, parallel polarizers XPL, length marker: 0.2 mm)

Rys. 4. Przekrój ziarna piaskowca Ps1, widoczne są liczne ziarna średnio- i drobnoziarnistego kwarcu oraz pojedyncze ziarna skaleni i miki (cienki szlif, polaryzatory skrzyżowane, znacznik długości: 0,2 mm)

W kruszywie szarogłazowym, wśród licznych składników litycznych, zaobserwowano występowanie ziarn mikrokrystalicznego i kryptokrystalicznego kwarcu, o dużym potencjale inicjowania reakcji alkalia-kruszywo. Ilościowe oszacowanie wielkości ziaren kwarcu w kruszywie Sz1 i Sz2 ujawniło zwiększoną zawartość reaktywnego kwarcu w zakresie wielkości do 130 μm . Wykorzystano procedurę cyfrowej analizy obrazu do ilościowego określenia zawartości SiO_2 w kruszywie na cienkich szlifach, opisaną w [27]. Na Rys. 6a przedstawiono przykładowy przekrój kruszywa widoczny w mikroskopie polaryzacyjnym, pokazujący nieliczne ziarna kwarcu o wielkości powyżej 130 μm (nieszkodliwy kwarc). Wyodrębniony za pomocą operacji morfologicznych cyfrowego obrazu kwarc kryptokrystaliczny (< 4 μm) zobrazowany jest na Rys. 6b. W ziarnach kruszywa Sz1 zawartość ziaren SiO_2 powyżej 130 μm wynosiła około 13-15%,

Quartz constituted most of the mineral content in the aggregates from the group of clastic rocks (greywacke Sz1 and Sz2 and sandstone Ps1). Medium-grained and fine-grained monomineral quartz crystals were the principal constituent in the grains of aggregate Ps1. Also present were feldspars, muscovite and biotite (the latter was partially converted into chlorite) (Fig. 4). The greywacke aggregate was characterized as quartz-lithic wacke – a sandstone variety containing at least 25% of rock fragments in the detrital material (the grain skeleton), with a quartz-argillaceous-ferruginous matrix. Moreover, numerous fine quartz and mica grains were visible in the matrix (Fig. 5).

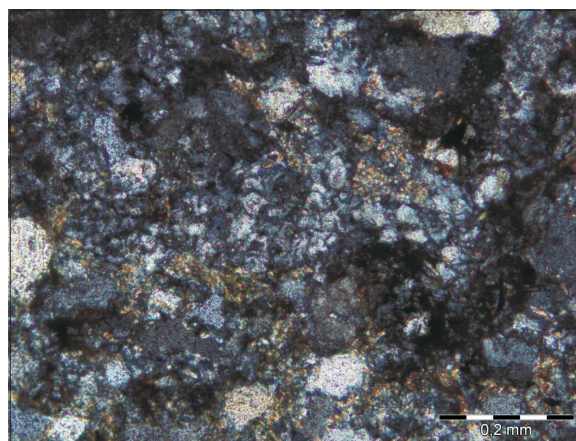
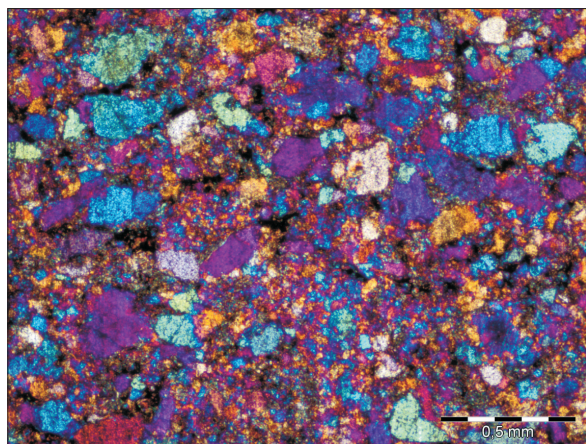


Fig. 5. Section of a Sz1 graywacke grain, quartz-lithium graywacke with many visible fine quartz grains (< 30 μm) in a silica-clay-ferruginous matrix (a thin section, parallel polarizers XPL, length marker: 0.2 mm)

Rys. 5. Przekrój ziarna szarogłazu Sz1; waka kwarcowo-lityczna, z widocznymi licznymi ziarnami drobnego kwarcu (< 30 μm) w spoiwie krzemionkowo-ilasto-żelazistym (cienki szlif, polaryzatory skrzyżowane, znacznik długości: 0,2 mm)

Among the numerous lithic components in the greywacke aggregate, microcrystalline and cryptocrystalline quartz grains with a high potential for initiating the alkali-aggregate reaction were observed. A quantitative estimation of the size of the quartz crystals in aggregate Sz1 and Sz2 revealed an increased content of quartz grains up to 130 μm in size. The digital image processing procedure described in [27] was used to quantitatively determine the SiO_2 content on the thin section in aggregate. Fig. 6a shows an exemplary cross section of the aggregate visible under the polarizing microscope, where one can see sparse quartz grains above 130 μm in size (harmless quartz). Cryptocrystalline quartz (< 4 μm), separated by means of morphological image processing operations, is shown in Fig. 6b. In the aggregate Sz1 particles the content of SiO_2

pozostałość stanowił tzw. kwarc problematyczny, reaktywny oraz bardzo reaktywny: oszacowana zawartość ziaren $< 10 \mu\text{m}$ wynosiła około $18 \div 27\%$, w tym ziaren $< 4 \mu\text{m}$ – $10 \div 12\%$.



grains larger than $130 \mu\text{m}$ amounted to about 13-15%, the rest was problematic quartz, reactive quartz and very reactive quartz. The estimated content of grains $< 10 \mu\text{m}$ amounted to 18-27%, 10-12% of which were grains $< 4 \mu\text{m}$.

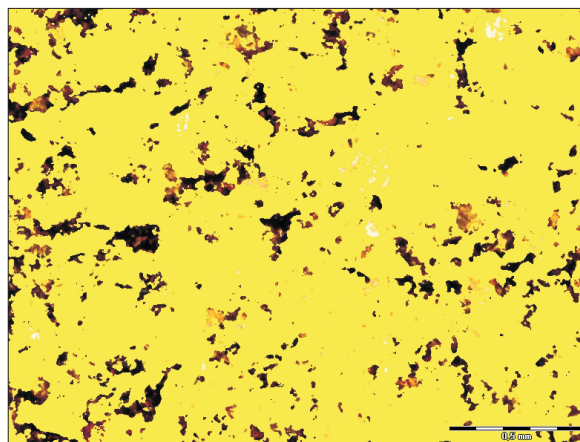


Fig. 6. Section of a Sz1 graywacke grain in a form of thin section: a) few quartz grains larger than $130 \mu\text{m}$ (harmless quartz), b) cryptocrystalline quartz $< 4 \mu\text{m}$ singled out with dark colour (polarizers crossed with a gypsum plate XPL-G; length marker equal to 0.5 mm)
Rys. 6. Przekrój ziarna szarogłazu Sz1 w postaci cienkiego szlifu: a) nieliczne ziarna kwarcu o wielkości powyżej $130 \mu\text{m}$ (nieszkodliwy kwarc), b) wyróżniony ciemnym kolorem kwarc kryptokrystaliczny $< 4 \mu\text{m}$ (polaryzatory skrzyżowane z płytką gipsową; znacznik długości równy $0,5 \text{ mm}$)

3.2. WYDŁUŻENIE PRÓBEK ZAPRAWY

Wydłużenie próbek zaprawy przedstawiono na Rys. 7 i 8, odpowiednio w przypadku zastosowania cementu o zawartości alkaliów $0,88\%$ i $1,12\%$, zgodnie z Tabl. 2. Przebieg ekspansji w czasie wyraźnie wskazuje na znaczącą reaktywność kruszyw Sz1, Sz2 i Ps1. Po 14 dniach przechowywania tych próbek w 1 N NaOH i 80°C ekspansja znacznie przekroczyła granicę $0,2\%$; osiągając $0,26\%$ w przypadku szarogłazu Sz1, $0,31\%$ w przypadku szarogłazu Sz2. W okresie od 14 do 28 dni ekspozycji próbek, widoczny jest ciągły wzrost wydłużenia próbek, nie stwierdzono wyraźnej tendencji do zmniejszania tempa wzrostu wydłużenia. Podobne obserwacje dotyczą wydłużenia próbek z piaskowcem Ps1, przy czym po 14 dniach ekspozycji wydłużenie było jeszcze większe, wyniosło $0,34\%$.

Próbki zaprawy z kruszywem ze skał osadowych chemogenicznych nie wykazały nadmiernego wydłużenia. Zaobserwowano tylko nieznaczny wzrost wydłużenia z upływem czasu ekspozycji – po 14 dniach wydłużenie wszystkich próbek z tego rodzaju kruszywem było mniejsze niż $0,1\%$. W tej grupie największą ekspansją charakteryzowały się próbki wykonane z dolomitem D1 ($0,06\%$ i $0,09\%$ odpowiednio po 14 i 28 dniach). Jednak po 20-22 dniach widoczna była tendencja do hamowania wzrostu długości próbek, wykresy ekspansji potwierdzały skłonność do stabilizacji.

3.2. EXPANSION OF MORTAR SPECIMENS

The elongation of mortar specimens for cement with the alkali content of respectively 0.88% and 1.12% (acc. to Table 2) is shown in Figs 7 and 8. The course of expansion over time clearly indicates significant reactivity of aggregates Sz1, Sz2 and Ps1. After 14 days of storing the specimens in 1 N NaOH at 80°C the expansion considerably exceeded the limit of 0.2% , amounting to 0.26% for greywacke Sz1 and to 0.31% for greywacke Sz2. In the interval from 14 to 28 days of exposure of specimens the expansion continuously increased and no distinct tendency for the elongation growth rate to decrease was noticed. Similar observations concern the elongation of specimens with sandstone Ps1, but after 14 days of exposure the expansion was even larger, amounting to 0.34% .

The mortar specimens containing aggregate from the chemogenic sedimentary rocks did not exhibit an excessive elongation. Only a slight increase in elongation over exposure time was noted – after 14 days the expansion for all specimens containing this kind of aggregate was below 0.1% . In this group the specimens containing dolomite D1 were characterized by the largest expansion (0.06% and 0.09% after respectively 14 and 28 days). However, after 20-22 days a tendency for the specimen length increase to slow down was observed. The expansion diagrams confirmed the tendency towards stabilization.

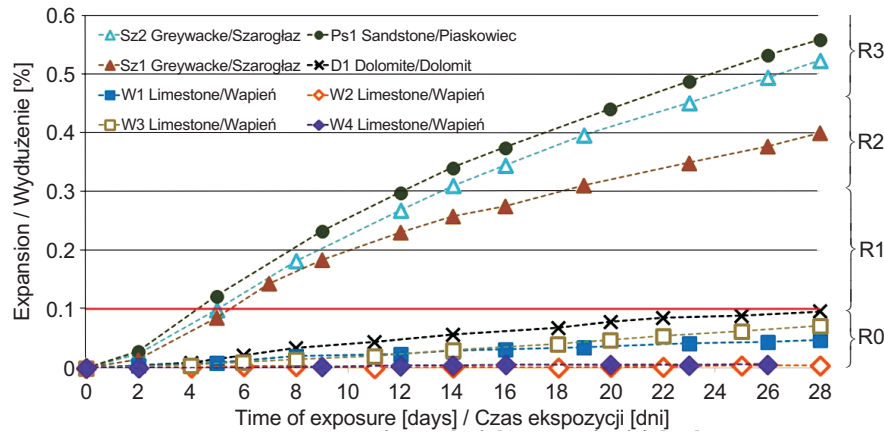


Fig. 7. Expansion of mortar specimens with aggregates of sedimentary rocks as a function of exposure time on 1 N of NaOH solution and temperature of 80°C acc. to [16] – cement 1 acc. to Table 2

Rys. 7. Wydłużenie próbek zaprawy z kruszywami ze skał osadowych w funkcji czasu ekspozycji na 1 N roztwór NaOH i temperaturę 80°C zgodnie z [16] – cement 1 wg Tabl. 2

Próbki zapraw wykonane z cementem 2 (Rys. 8) wykazały regularnie większe wydłużenie niż próbki z cementem 1, mieszczące się w granicach od 0,01% do 0,06%. Różnice były większe przy kruszywach Sz1, Sz2 i Ps1 wykazujących większą skłonność do ekspansji. W przypadku kruszyw nie wykazujących skłonności do ekspansji różnica była w przybliżeniu 0,01% czyli znikoma. W przypadku badanej grupy kruszyw zróżnicowanie rodzaju cementu, chociaż wyraźnie wpływało na zwiększenie wydłużenia próbek, nie wywołało zmiany kwalifikacji kategorii reaktywności.

The mortar bar specimens made using cement 2 (Fig. 8) exhibited a repeatedly larger elongation, ranging from 0.01% to 0.06%, than the specimens with cement 1. The differences were larger for aggregates Sz1, Sz2 and Ps1, showing a greater tendency towards expansion. In the case of aggregates which do not show a tendency towards expansion, the difference amounted to about 0.01%, i.e. it was slight. For this group of aggregates the use of the different cements, although it clearly had an effect on the elongation of the specimens, did not bring about a change in the degree of reactivity.

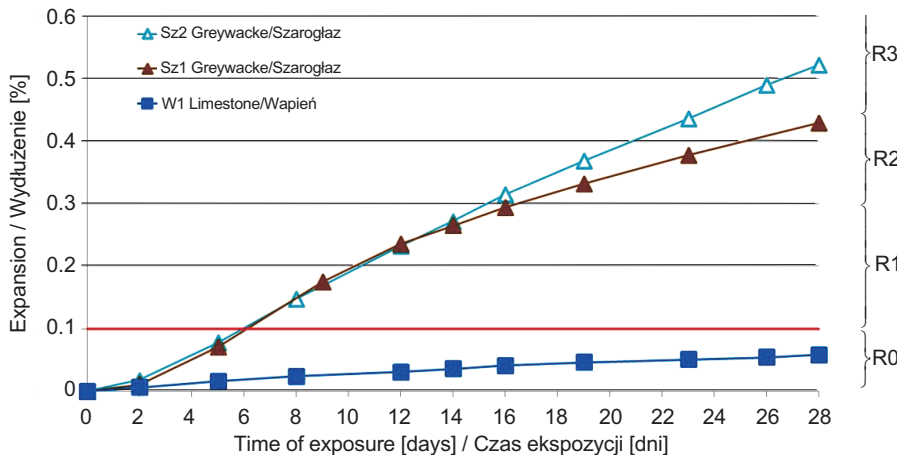


Fig. 8. Expansion of mortar specimens with aggregates of sedimentary rocks as a function of exposure time on 1 N of NaOH solution and temperature of 80°C acc. to [16] – cement 2 acc. to Table 2

Rys. 8. Wydłużenie próbek zaprawy z kruszywami ze skał osadowych w funkcji czasu ekspozycji na 1 N roztwór NaOH i temperaturę 80°C zgodnie z [16] – cement 2 wg Tabl. 2

3.3. ANALIZY MIKROSTRUKTURY ZAPRAW

Na Rys. 9-11 przedstawiono przekroje próbek zaprawy obserwowane w mikroskopie stereoskopowym w świetle odbitym, natomiast na Rys. 12-14 obrazy mikrostruktury próbek obserwowanych za pomocą SEM wraz z analizą składu w mikroobszarach. Jak wcześniej wyjaśniono, zgłady mikroskopowe reprezentują próbki zapraw z badanym kruszywem po zakończeniu ich ekspozycji na podwyższoną temperaturę 80°C i 1 N roztwór NaOH.

3.3. MICROSTRUCTURAL ANALYSIS OF MORTARS

Figs 9-11 show the cross sections of mortar specimens examined in reflected light under the stereoscopic microscope while Figs 12-14 show images of the microstructure of specimens examined under SEM and an analysis of the chemical composition in microareas. As explained earlier, the polished sections represent the mortar specimens with the tested aggregate after their exposure to the elevated temperature of 80°C and the 1 N NaOH solution.

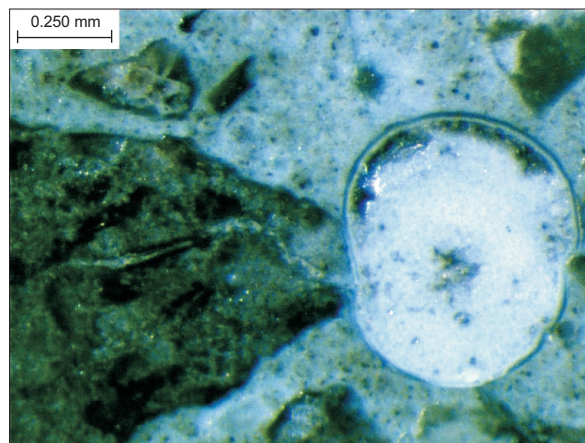
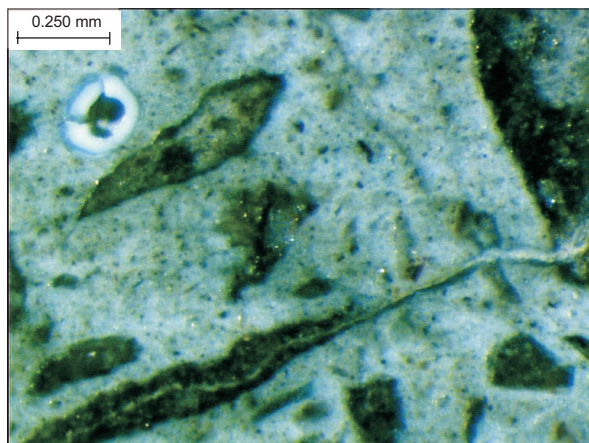


Fig. 9. Distinctive features of a mortar microstructure with a Sz1 graywacke aggregate: a) cracks filled with a gel in Sz1 graywacke grains and in a cement matrix as well as air voids completely filled with the gel

Rys. 9. Charakterystyczne elementy mikrostruktury zaprawy z kruszywem szarogłazowym Sz1: rysy wypełnione żelem w ziarnach szarogłazu Sz1 i w matrycy cementowej oraz pory powietrzne całkowicie wypełnione żelem

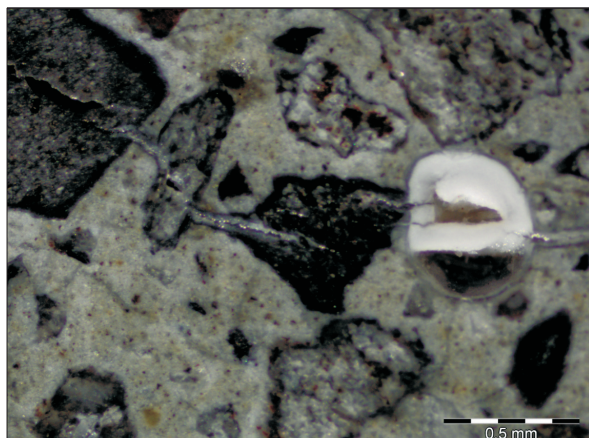


Fig. 10. Distinctive features of a mortar microstructure with a Sz2 graywacke aggregate – pores filled with the gel in grains and in a cement matrix, a circular void filled with the gel

Rys. 10. Charakterystyczne elementy mikrostruktury zaprawy z kruszywem szarogłazowym Sz2 – rysy wypełnione żelem w ziarnach i w matrycy cementowej, okrągła pustka wypełniona żelem

Charakterystyczne, liczne spękanе ziarna kruszywa szarogłazowego oraz piaskowca, które są wypełnione przezroczystym lub białym żelem, zilustrowano na Rys. 9-11. Zaobserwowano, że rysy w matrycy cementowej oraz pory powietrzne były również wypełnione żelem. Ciągłość wypełnienia żelem rys w ziarnach kruszywa oraz rys i porów w sąsiadującej matrycy cementowej świadczy o intensywności reakcji alkalia-kruszywo oraz sugeruje kierunek wypełniania (przemieszczania żelu).

Bardziej szczegółowa analiza mikroskopowa potwierdziła przyczynę zaobserwowanego znacznego wydłużenia próbek

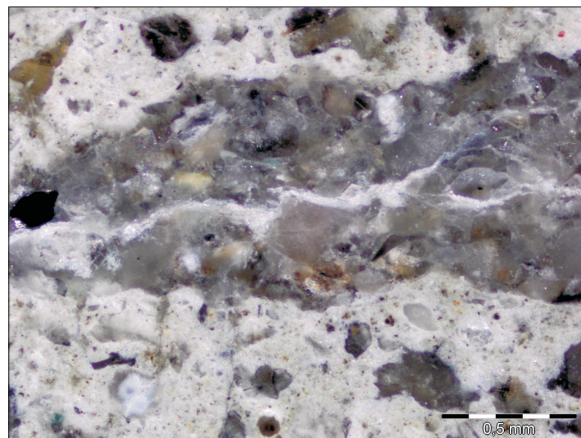


Fig. 11. Characteristic cracked Ps1 sandstone grain – pores filled with the gel

Rys. 11. Charakterystycznie spękanе ziarno piaskowca Ps1 – rysy wypełnione żelem

The characteristic numerous cracked grains of greywacke and sandstone, filled with a transparent or white gel are shown in Figs 9-11. Also cracks in the cement matrix and air voids were found to be filled with the gel. The continuity of the filling of cracks in the aggregate grains and cracks and pores in the neighbouring cement matrix is indicative of the intensity of the alkali-aggregate reaction and suggests that the direction of filling (gel displacement).

A more detailed microscopic analysis confirmed the cause of the large elongation of specimens and the observations made under the stereo microscope. Figs 12-14 show SEM microphotographs together with the results of the analysis of the composition in microareas. In all the

oraz obserwacje z mikroskopu stereoskopowego. Na Rys. 12-14 widoczne są mikrofotografie z mikroskopu skaningowego wraz z wynikami analizy składu w mikroobszarach. We wszystkich tych przypadkach zidentyfikowano obecność żelu krzemianu wapniowo-sodowo-potasowego Si-Ca-Na-K. Żel o takim składzie, będący rezultatem reakcji alkalia-kruszywo, uznaje się za przyczynę wydłużenia próbek [1-3]. Przyjmuje się, że ekspansywny żel Si-Ca-Na-K przemieścił się z ziaren kruszywa do matrycy cementowej i dalej wypełniał pory w matrycy. Żel charakteryzował się większą zawartością jonów sodu w stosunku do jonów potasu, co jest związane z ich zawartością w cemencie oraz ekspozycją próbek na działanie roztworu NaOH. W Tabl. 3 przedstawiono wyznaczone stosunki alkaliów oraz wapnia do krzemu na podstawie wyników analizy EDS w co najmniej 40 punktach-mikroobszarach w obrębie żelu wypełniającego spękania.

cases, a Si-Ca-Na-K gel was found to be present. A gel with this composition, produced by the alkali-aggregate reaction, is regarded as the cause of the elongation of specimens [1-3]. It is assumed that the expansive Si-Ca-Na-K gel displaced from the aggregate grains to the cement matrix and continued to fill the air-voids in the matrix. The gel was characterized by a higher sodium ion content than the potassium ion content in the matrix, which was due to the higher content of the former in the cement and to the exposure of the specimens to NaOH solution. Table 3 shows the alkali and calcium/silicon ratios based on the EDS analysis for at least 40 microareas (points) within the ASR gel filling the cracks.

Table 3. Ratios of alcalia and calcium to silicon characterizing gel in specimens of mortar with aggregate based on results of the EDS analysis in microareas

Tablica 3. Stosunki alkaliów oraz wapnia do krzemu charakteryzujące żel w próbkach zaprawy z kruszywem, obliczone na podstawie wyników analizy EDS w mikroobszarach

Gel in a specimen with aggregate Żel w próbce z kruszywem	Ratios of alcalia and calcium to silicon / Stosunki alkaliów oraz wapnia do krzemu		
	Na/Si	(Na+K)/Si	Ca/Si
Graywacke Sz1 / Szarogłaz Sz1	0.32	0.35	0.38
graywacke Sz2 / szarogłaz Sz2	0.29	0.39	0.55
Sandstone Ps1 / Piaskowiec Ps1	0.24	0.31	0.59

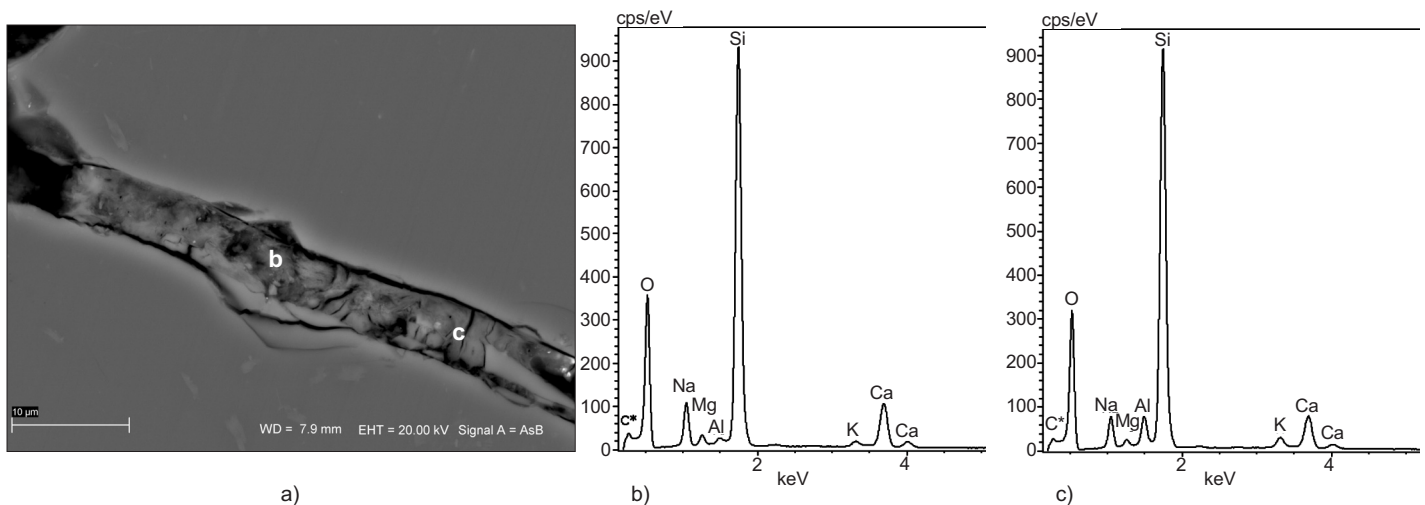


Fig 12. Microphotograph of a cracked Sz1 graywacke grain (a) with a result of composition analysis of the Si-Ca-Na-K gel filling microareas marked (b) and (c)

Rys. 12. Mikrofotografia spękanego ziarna szarogłazu Sz1 (a) wraz z wynikiem analizy składu wypełniającego żelu Si-Ca-Na-K w mikroobszarach oznaczonych (b) i (c)

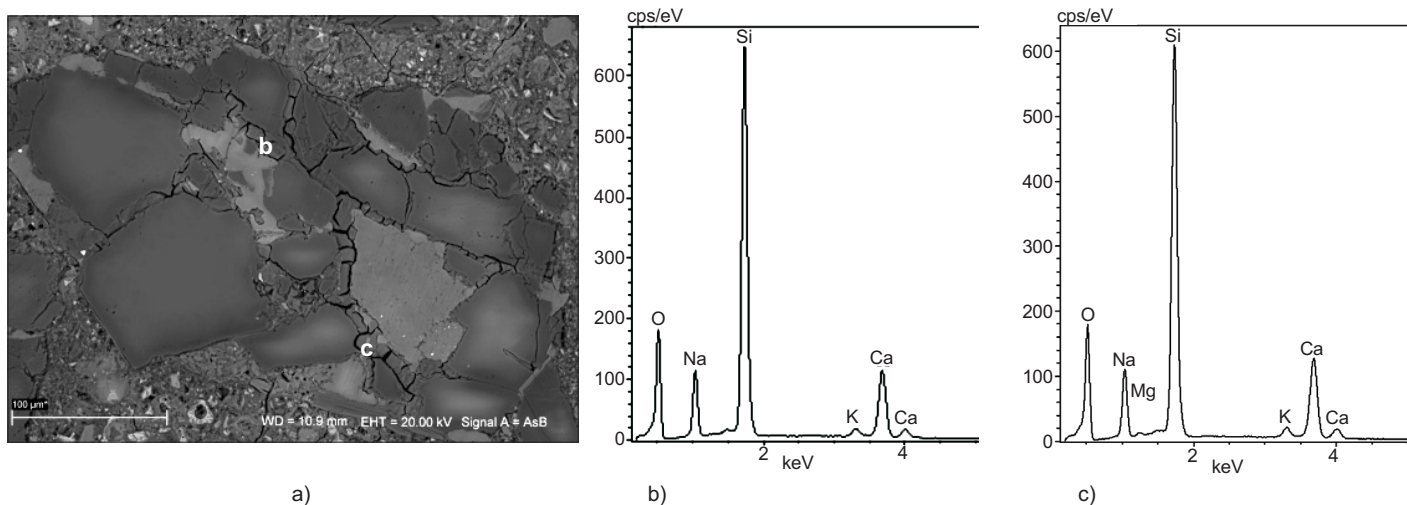


Fig 13. Microphotograph of a cracked Ps1 sandstone grain (a) with a result of composition analysis of the Si-Ca-Na-K gel filling microareas marked (b) and (c)

Rys. 13. Mikrofotografia spękanego ziarna piaskowca Ps1 (a) wraz z wynikiem analizy składu wypełniającego żelu Si-Ca-Na-K w mikroobszarach oznaczonych (b) i (c)

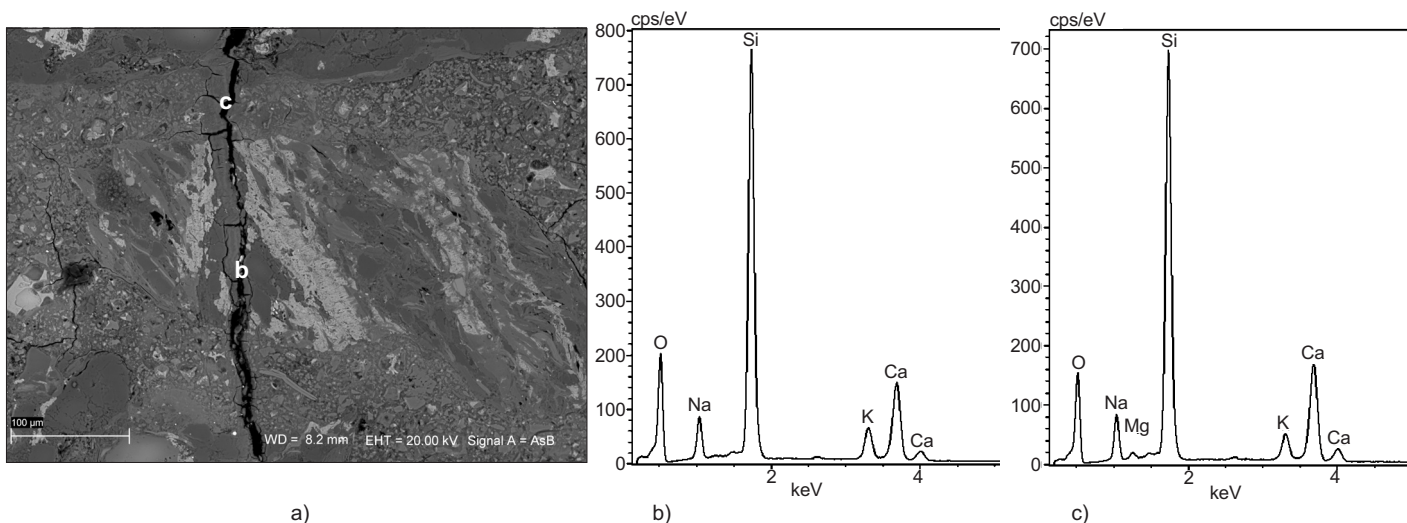


Fig 14. Microphotograph of a cracked Sz2 graywacke grain (a) with a result of composition analysis of the Si-Ca-Na-K gel filling microareas marked (b) and (c)

Rys. 14. Mikrofotografia spękanego ziarna szarogłazu Sz2 (a) wraz z wynikiem analizy składu wypełniającego żelu Si-Ca-Na-K w mikroobszarach oznaczonych (b) i (c)

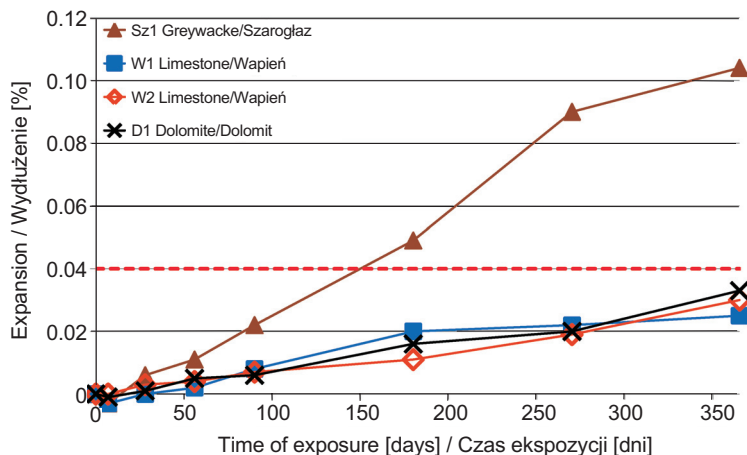
3.4. WYDŁUŻENIE PRÓBEK BETONU

Wyniki wydłużenia próbek z betonu przechowywanych w 38°C w wilgotności $\geq 95\%$ przez 365 dni pokazano na Rys. 15. Widać znaczne i szybkie wydłużanie próbek betonu z szarogłazem Sz1, przekraczające 0,9% po 365 dniach. Już po 150 dniach ekspozycji wydłużenie próbek przekroczyło granicę dopuszczalną 0,04%. Próbkę betonu z dolomitem D1 oraz wapieniem W2 wykazały podobnie, niewielkie wydłużenie po upływie 365 dni, tj. odpowiednio 0,033% i 0,031%.

3.4. EXPANSION OF CONCRETE SPECIMENS

The results of the concrete prisms expansion stored at 38°C and humidity $\geq 95\%$ for 365 days is shown in Fig. 15. The considerable and quick elongation of specimens of concrete with greywacke Sz1, exceeding 0.9% after 365 days, is conspicuous. Already after 150 days of exposure the elongation of specimens exceeded the permissible limit of 0.04%. The specimens of concrete with dolomite D1 and limestone W2 exhibited a similarly

Wykres ekspansji betonu z wapieniem W1 po 180 dniach badania wykazał już skłonność stabilizacji.



small elongation after 365 days, i.e. 0.033% and 0.031%, respectively. The graph of the expansion of concrete with limestone W1 showed a tendency towards stabilization already after 180 days of testing.

Fig. 15. Expansion of concrete specimens containing aggregates of selected sedimentary rocks in a function of time at a temperature of 38°C and relative humidity $\geq 95\%$ acc. to [18]

Rys. 15. Wydłużenie próbek betonu z kruszywami z wybranych skał osadowych w funkcji czasu przechowywania w temp. 38°C i wilgotności względnej $\geq 95\%$ zgodnie z [18]

4. DYSKUSJA

Wyniki analizy petrograficznej kruszyw na cienkich szlifach oraz wyniki pomiaru wydłużenia próbek zaprawy i betonu są zgodne i uzupełniają się nawzajem. W kruszywach ze skał osadowych chemogenicznych (wapień W1, ... , W4 i dolomit D1) nie stwierdzono obecności szkodliwych minerałów wpływających na wystąpienie reakcji alkalia-kruszywo. Wyniki ekspansji próbek zaprawy w temperaturze 80°C oraz próbek betonu w temp. 38°C nie wykazały podatności tych kruszyw na reakcję z wodorotlenkami sodu i potasu. Wydłużenie próbek zaprawy z tego rodzaju kruszywem było mniejsze niż 0,1%. Zauważalna jest tendencja do stabilizacji przebiegu wydłużenia w czasie próbek z tymi kruszywami na poziomie znacznie poniżej dopuszczalnego.

Zaobserwowana w ziarnach szarogłazu zawartość kryształów SiO_2 powyżej 130 μm wynosiła około 13-15%, natomiast dopełniającej zawartości kwarcu można przypisać potencjał reaktywności. Jest to zgodne z obserwacją wydłużenia próbek w 1 N roztworze NaOH w temperaturze 80°C: próbki Sz1 i Sz2 wykazały znaczną ekspansję powyżej kryterium 0,2%, odpowiednio 0,26% i 0,31%. Analogiczną ocenę znacznej reaktywności szarogłazu Sz1 otrzymuje się na podstawie szybko narastającej ekspansji próbek w temp. 38°C. Zgodność oceny reaktywności kruszyw dwiema metodami wg [16] i [17] jest jednoznaczna, chociaż z powodu długotrwałości badania próbek betonu porównanie nie obejmuje wszystkich kruszyw.

Do kwalifikacji reaktywności kruszyw stosuje się kryteria oceny sformułowane w Ogólnych Specyfikacjach Technicznych GDDKiA (Tabl. 4). Na podstawie przedstawionych

4. DISCUSSION

The results of the petrographic analysis of the thin sections of the aggregates and the results of the measurement of the elongation of the mortar and concrete specimens are consistent with each other and complementary. No harmful minerals conducive to the occurrence of the alkali-aggregate reaction were found to be present in the aggregates made of the chemogenic sedimentary rocks (limestones W1, ... , W4 and dolomite D1). The results for the expansion of mortar bar specimens at the temperature of 80°C and the concrete prism specimens at the temperature of 38°C did not show the aggregates to be susceptible to the reaction with sodium and potassium hydroxides. The elongation of mortar specimens with this kind of aggregate was smaller than 0.1%. The elongation of specimens containing these aggregates over time tends to stabilize at a level considerably below the permissible limit.

The content of SiO_2 crystals above 130 μm in size in the greywacke grains amounted to about 13-15%. The complementary quartz content can be ascribed potential reactivity. This is consistent with the expansion of specimens in the 1 NaOH solution at the temperature of 80°C: specimens Sz1 and Sz2 showed a considerable expansion (higher than the 0.2% threshold), amounting to respectively 0.26% and 0.31%. A similar estimate of the reactivity of greywacke Sz1 is obtained on the basis of the rapidly increasing expansion of specimens at the temperature of 38°C. According to [16] and [17], the compliance between the aggregate reactivity values yielded by the two methods is unequivocal, even though the comparison does not cover all the aggregates due to the time of the testing of concrete specimens.

wcześniej wyników pomiaru wydłużenia stwierdza się przynależność kruszyw do następujących kategorii reaktywności:

- wapienne W1, W3, W4 – kategoria R0 wg [16],
- wapienne W2, dolomitowe D1 – kategoria R0 wg [16] i [17],
- szarogłaz Sz1 – kategoria R1 wg [16] i [17],
- piaskowiec P1, szarogłaz Sz2 – kategoria R2 wg [17].

Table 4. Assessment of coarse aggregate reactivity based on an average length change of mortar or concrete specimens acc. to [16] and [17]

Tablica 4. Ocena reaktywności kruszywa grubego na podstawie średniej zmiany długości próbek zaprawy lub próbek betonu zgodnie z [16] i [17]

Category of aggregate reactivity Kategoria reaktywności kruszywa	Descriptive definition of reactivity Opisowe określenie reaktywności	14-day length change of mortar specimens acc. to [17], % 14-dniowa zmiana długości próbek zaprawy wg [17], %	365-day length change of concrete specimens acc. to [18], % 365-dniowa zmiana długości próbek betonu wg [18], %
R0	non-reactive / niereaktywne	≤ 0.10	≤ 0.04
R1	moderately reactive umiarkowanie reaktywne	$> 0.10 ; \leq 0.30$	$> 0.04 ; \leq 0.12$
R2	highly reactive / silnie reaktywne	$> 0.30 ; \leq 0.45$	$> 0.12 ; \leq 0.24$
R3	very highly reactive bardzo silnie reaktywne	> 0.45	> 0.24

Zagadnienie reaktywności kruszyw osadowych znane jest m.in. z publikacji Fernandez [28] i atlasu petrograficznego kruszyw [29]. Reaktywne formy kwarcu, takie jak kwarc mikrokrystaliczny $< 100 \mu\text{m}$ występują w piaskowcach, szarogłazach i czertach. Kwarc kryptokrystaliczny $< 10 \mu\text{m}$ jest głównym składnikiem czertów i krzemionkowej frakcji mułowca. Ale może obficie występować także w matrycy piaskowców i szarogłazów, jak również w niektórych wapieniach krzemionkowych. Inne formy krzemionki, takie jak opal i chalcedon są najbardziej rozpowszechnione w czertach i krzemieniach. Zaobserwowane przez autorów występowanie kwarcu mikro- i kryptokrystalicznego w niektórych skałach osadowych jest zgodne z ogólnymi obserwacjami w [28-29].

Badania Góralczyka i Filipczyka [4] objęły m.in. świętokrzyskie kruszywa wapienne – ze skał zbudowanych głównie z kalcytu z niewielką domieszką dolomitu. Wskazano minerały mogące reagować z alkali: możliwy niewielki udział krzemionki mikrokrystalicznej lub bezpostaciowej. Jedno z kruszyw węglanowych w badaniach według starych

The assessment criteria formulated in the General Technical Specifications issued by GDDKiA (Table 4) are used to estimate the reactivity of aggregates. On the basis of the elongation measurement results presented earlier in this paper, the aggregates have been classified as belonging to the following reactivity categories:

- limestone aggregates W1, W3, W4 – category R0 acc. to [16],
- limestone aggregate W2, dolomite aggregate D1 – category R0 acc. to [16] and [17],
- greywacke aggregate Sz1 – category R1 acc. to [16] and [17],
- sandstone aggregate P1, greywacke aggregate Sz2 – category R2 acc. to [17].

The problem of the reactivity of sedimentary rocks is known from, i.a., paper [28] by Fernandez et al. and petrographic atlas of aggregates [29]. The reactive forms of quartz, such as microcrystalline quartz $< 100 \mu\text{m}$ occur in sandstones, greywackes and cherts. Cryptocrystalline quartz $< 10 \mu\text{m}$ is the main component of cherts and the siliceous fraction of mudstone. But it can abundantly occur also in the matrix of sandstones and greywackes, as well as in some siliceous limestones. Other forms of silica, such as opal and chalcedony are most abundant in cherts and flints. The presence of micro- and cryptocrystalline quartz in some sedimentary rocks, noted by the authors is consistent with the general findings reported in [28-29].

The research carried out by Góralczyk and Filipczyk [4] covered, i.a., limestone aggregates (from the Kielce area) coming from rocks composed mainly of calcite with a small admixture of dolomite. Minerals which could react with alkali (a possible small microcrystalline or amorphous silica content) were indicated. One of the carbonate aggregates when tested according to the old standard PN

norm PN nie wykazało reaktywności. Natomiast na podstawie metod RILEM AAR-3 i AAR-5 otrzymano wyniki wskazujące na konieczność zachowania pewnej ostrożności przy stosowaniu tego kruszywa w betonie, chociaż wyniki wydłużenia wg AAR-2 i AAR-4 wskazywały na niereaktywność kruszywa.

Kruszywo z piaskowca dolnośląskiego zakwalifikowano [30] do grupy II/IIIS zgodnie z AAR-0 z uwagi na obecność składników potencjalnie reaktywnych, takich jak kwarc drobnokrystaliczny, spoiwo krzemionkowo-ilaste. Ekspansja próbek eksponowanych na temperaturę 80°C i 1 N roztwór NaOH wyniosła 0,10-0,17%, przekraczając limit wydłużenia dla kruszywa niereaktywnego. Jednakże badania długotrwałe w temp. 38°C nie potwierdziły reaktywności kruszywa.

Obserwacje próbek zapraw w mikroskopie stereoskopowym oraz w elektronowym mikroskopie skaningowym wraz z analizą składu w mikroobszarach potwierdziły podatność kruszywa z piaskowca i szarogłazu na wystąpienie reakcji alkalia-kruszywo ASR. Zmierzone wydłużenie próbek było skorelowane z obecnością ekspansywnego żelu Si-Ca-Na-K, zarówno w ziarnach kruszywa, jak też w matrycy cementowej oraz w porach. Skład żelu oszacowany na podstawie bezwzorcowej analizy SEM-EDS jest typowy dla produktów reakcji alkalia-kruszywo [3, 31, 32], a proporcje (Na+K)/Si oraz Ca/Si mieszczą się w zakresie znanym z literatury. Zastosowanie dwóch rodzajów cementu do badania zapraw z kruszywami miało na celu sprawdzenie zróżnicowania ujęcia metodycznego RILEM i ASTM/AASHTO. Chociaż kryteria oceny reaktywności podane w Tabl. 4 wynikają z dokumentów ASTM i AASHTO, prowadzenie badań w warunkach polskich wymagało dostosowania procedur badawczych [16] i [17], m.in. poprzez odpowiednią zamianę sit calowych na metryczne i zastąpienie wymagań wobec cementu wobec znaczącego zróżnicowania norm ASTM i PN-EN w tym zakresie.

Przy prowadzeniu badań wydłużenia próbek w 1 N roztworze NaOH o temp. 80°C wg procedury ASTM C1260 sugeruje się, że zawartość alkaliów w cemencie nie ma znaczenia. Procedura RILEM AAR-2 zaleca w tym miejscu zastosowanie cementu o możliwie największej zawartości alkaliów – takim cementem w Europie jest cement CEM I 42,5R produkowany przez Norcem w Norwegii. Przeprowadzone badania (Rys. 7 i 8) wykazały wyraźnie zwiększone wydłużenie próbek w wypadku zastosowania cementu o wyższej zawartości alkaliów. Chociaż w rozpatrywanych przypadkach kruszyw zawartość alkaliów w cemencie nie wpłynęła na końcową kwalifikację do kategorii R0, R1 lub R2, niemniej efekt wyraźnie przekracza niepewność pomiaru, na ogół nie przekraczającą 0,008%.

did not show any reactivity, whereas when tested using the RILEM AAR-3 and AAR-5 methods, the results indicated that some caution should be exercised when using this aggregate in concrete. On the other hand, the AAR-2 and AAR-4 elongation results indicated the aggregate to be non-reactive.

The aggregate produced from Lower Silesian sandstone was classified [30] into group II/IIIS acc. to AAR-0 because of the presence of potentially reactive components, such as fine-crystalline quartz and siliceous-argillaceous binder. The expansion of specimens exposed to the temperature of 80°C and the 1 N NaOH solution amounted to 0.10%-0.17%, exceeding the elongation limit for non-reactive aggregate. However, long-term tests carried out at a temperature of 38°C did not show the aggregate to be reactive.

The examinations of the mortar specimens under the stereo microscope and under SEM, including the analysis of the composition in microareas, confirmed the susceptibility of the sandstone and the greywacke to alkali-silica reaction. The measured elongation of specimens was correlated with the presence of the expansive Si-Ca-Na-K gel in aggregate particles, the cement matrix and air-voids. The composition of the gel, estimated on the basis of a SEM-EDS analysis, is typical of the products of ASR [3, 31, 32] and the proportions: (Na+K)/Si and Ca/Si are within the range reported in the literature. The aim of using two kinds of cement in the investigations of mortars with aggregates was to examine the differences between the RILEM and ASTM/AASHTO methodologies. Even though the reactivity assessment criteria given in Table 4 stem from the ASTM and AASHTO documents, because of the significant differences between the ASTM standards and the Polish PN-EN standards in this regard it became necessary to adapt the procedures to the Polish conditions [16] and [17], by, e.g., converting the inch sieves into metric sieves and replacing the requirements concerning cement.

As regards the testing of the elongation of specimens in the 1 N NaOH solution at the temperature of 80°C in accordance with the ASTM C1260 procedure, it is implied that the alkali content in the cement is without significance. The RILEM AAR-2 procedure recommends here to use a cement with the highest possible alkali content – in Europe such cements are: CEM I 42.5R produced by Norcem in Norway. The test showed (Figs 7 and 8) that the expansion of specimens notably increased when a cement with a higher alkali content was used. Even though

Wprowadzone w OST GDDKiA dwie metody pomiaru wydłużenia próbek zaprawy lub betonu służą do określenia kategorii reaktywności kruszywa (Tabl. 4). Wraz z analizą petrograficzną umożliwiają kwalifikację podatności frakcji kruszywa na reakcję z zaczynem cementowym. Specyficzny skład mieszanki betonowej/zaprawy oraz celowe wyolbrzymienie zawartości jonów alkalicznych bądź w wodzie zarobowej bądź w otaczającym środowisku powodują, że obserwowane wydłużenie próbek nie reprezentuje jednak rzeczywistego zachowania elementów konstrukcji betonowych w warunkach ich eksploatacji. Zwłaszcza metoda badania próbek w temperaturze 80°C nie może być traktowana jako sposób do wyznaczenia tzw. bezpiecznej zawartości alkaliów w betonie.

Odmianą metody ASTM C1260 jest postępowanie wg ASTM C1567, zgodnie z którym zamiast cementu portlandzkiego stosuje się jego mieszaninę z aktywnym dodatkiem mineralnym (np. popiół lotny, granulowany żużel wielkopiecowy). Jednocześnie zachowuje się proporcje składu i wszystkie pozostałe parametry ekspozycji próbek na działanie 1 N roztworu NaOH w temperaturze 80°C. Porównanie wydłużenia próbek z określonym kruszywem z cementu bez i z dodatkiem mineralnym pozwala na potwierdzenie występowania reakcji alkalia-kruszywo, jeżeli wprowadzenie dodatku znacząco zmniejsza wydłużenie. Do określenia ilości popiołu lub żużla niezbędnego do zahamowania reakcji w betonie konstrukcyjnym niezbędne są badania ekspansji próbek betonu w temperaturze 38°C wg ASTM C1293 lub RILEM AAR-3. Częściowe zastąpienie masy cementu aktywnym dodatkiem mineralnym wymaga jednak wydłużenia czasu trwania tego badania do 2 lat [33], co czyni je narzędziem rzadko używanym. Metodyka normowych badań próbek betonu w temperaturze 38°C nie pozwala na wydobycie zalet stosowania cementu o małej zawartości alkaliów, ponieważ do wody zarobowej celowo dodaje się wodorotlenek sodu, automatycznie zwiększając sumaryczną zawartość alkaliów.

Do ilościowego rozpoznania efektów małej zawartości alkaliów w cemencie oraz dodatku popiołu lotnego lub żużla wielkopiecowego służą odrębne metody, których rozwijaniem zajmuje się Komitet Techniczny RILEM TC 258-AAA [34], działający w okresie 2014-2019. Jak dotąd powstały projekty procedur, takich jak:

- AAR-8: oznaczanie wymywalności alkaliów z kruszywa w betonie,
- AAR-10: określenie niereaktywnej kombinacji kruszywa w betonie metodą badań w temperaturze 38°C,
- AAR-11: oznaczenie odporności betonu na reakcję alkalia-kruszywo w temperaturze 60°C,

in the considered cases the alkali content in the cement did not influence the final classification into the R0, R1 or R2 category, the effect clearly exceeds the measurement uncertainty, which usually is below 0.008%.

Two methods of measuring the expansion of mortar bar or concrete prism specimens introduced into GDDKiA OST (Technical Specifications) are intended for determining the reactivity category of an aggregate (Table 4). Together with a petrographic analysis they make it possible to rate the susceptibility of the aggregate fraction to the reaction with the cement paste. However, because of the peculiar composition of the concrete/mortar mixture and the deliberate boosting of the alkaline ion content in the batched water or in the surrounding medium the observed elongation of specimens does not represent the actual behaviour of concrete members in their service conditions. Especially the testing of specimens at the temperature of 80°C cannot be regarded as a way of determining the so-called safe alkali content in concrete.

A variant of ASTM C1260 is to proceed as specified in ASTM C1567, i.e. instead of pure Portland cement one uses its mix with an active mineral (e.g. fly ash, granulated blast furnace slag) while keeping unchanged the mix proportions and the other parameters of the exposure of specimens to the 1 N NaOH solution at the temperature of 80°C. By comparing the elongation of specimens made of the particular aggregate and cement with and without the mineral addition one can confirm that ASR occurred if the elongation is significantly reduced due to the introduction of the addition. In order to determine the amount of fly ash or slag needed to inhibit ASR in structural concrete it is necessary to carry out expansion tests on concrete specimens at the temperature of 38°C acc. to ASTM C1293 or RILEM AAR-3. However, when some of the cement is replaced with a mineral addition the duration of the test must be extended to 2 years [33], whereby such tests are rarely used. The methodology of the standard tests of concrete specimens at the temperature of 38°C makes it impossible to highlight the advantages of using cement with a low alkali content since sodium hydroxide is deliberately added to the mixing water, whereby the total alkali content is inevitably increased.

Separate methods, being developed by the RILEM TC 258-AAA Technical Committee (active in the period 2014-2019) [34], are used to quantitatively determine the effects a low alkali content in cement and a fly ash or blast furnace slag addition. So far drafts of the following procedures have been drawn up:

- AAR-12: oznaczenie odporności betonu na reakcję alkalia-kruszywo w temperaturze 60°C z zewnętrznym dostępem alkaliów,
- AAR-13: oznaczenie reaktywności kombinacji kruszyw na podstawie badania owiniętych próbek betonu w temperaturze 38°C.

Metoda badań zgodna z AAR-11 i 12 została wdrożona w laboratorium IPPT PAN [35] i służy do rozpoznawania efektów kombinacji różnych kruszyw i cementu z grup CEM I i II w betonie o składzie dość typowym dla nawierzchni dróg betonowych lub drogowych obiektów inżynierskich. Założenia do projektowania składu betonu obejmują m.in. warunek właściwego napowietrzenia [36]. Procedura obejmuje efekty zewnętrznego dostępu alkaliów z roztworu NaCl, takiego jak stosuje się do zimowego utrzymania dróg. Zestaw nowych metod RILEM prawdopodobnie zostanie opublikowany w latach 2019-2020, wzbogacając możliwości szczegółowego rozpoznania reakcji alkalia-kruszywo w betonie i weryfikacji sposobów zapobiegania jej szkodliwym skutkom w konstrukcjach inżynierskich.

5. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

1. Zastosowanie metod badania reaktywności kruszyw zgodnie z procedurami RILEM/ASTM ujętymi w instrukcjach GDDKiA OST „Nawierzchnie betonowe” umożliwiło spójną ocenę przydatności kruszyw z wybranych krajowych skał osadowych do trwałego betonu.
2. W składzie mineralnym kruszyw z wapieni dewońskich i dolomitu nie stwierdzono obecności reaktywnych form kwarcu. W ziarnach kruszywa z szarogłazów i piaskowca występowały znaczące ilości kwarcu mikro- i kryptokrystalicznego.
3. Na podstawie wydłużenia próbek zaprawy określono następujące kategorie reaktywności wybranych krajowych kruszyw ze skał osadowych:
 - R0 (niereaktywne) w przypadku wapieni dewońskich i dolomitu,
 - R1 (umiarkowanie reaktywne) w przypadku szarogłazu Sz1,
 - R2 (silnie reaktywne) w przypadku szarogłazu Sz2 i piaskowca.

Kwalifikacja do kategorii reaktywności została potwierdzona na podstawie długoterminowych badań betonu w przypadku jednego z kruszyw wapiennych, dolomitu i jednego z szarogłazów.

- AAR-8: determination of alkali leaching from aggregate in concrete,
- AAR-10: determination of a non-reactive combination of aggregates in concrete through testing at the temperature of 38°C,
- AAR-11: determination of resistance to alkali-silica reaction of concrete mixes using concrete prisms at the temperature of 60°C,
- AAR-12: determination of resistance to alkali-silica reaction of concrete mixes using concrete prisms at the temperature of 60°C with external alkali access,
- AAR-13: determination of the reactivity of a combination of aggregates through the testing of wrapped concrete specimens at the temperature of 38°C.

The test method conforming to AAR-11 and 12 has been implemented in IPPT PAN [35] and it is used to identify the effects of various aggregate and CEM I/II cement combinations in concrete whose composition is quite typical of concrete road pavements or road structures. The specifications for concrete composition design include, i.a., a requirement for proper air entrainment [36]. The procedure includes the effects of the external access of alkali from an NaCl solution, such as is used for the winter maintenance of roads. A set of new RILEM methods will be probably published in the years 2019-2020, widening the possibilities for the detailed exploration of the alkali-aggregate reaction in concrete and the verification of ways of preventing its harmful effects in civil engineering structures.

5. CONCLUSIONS

The following conclusions emerge from the above research:

1. Thanks to the use of aggregate reactivity testing methods conforming to the RILEM/ASTM procedures contained in the GDDKiA OST Concrete Pavements code it became possible to coherently evaluate the suitability of the aggregates produced from the selected domestic sedimentary rocks for durable concrete.
2. No reactive forms of quartz were found in the mineralogical composition of the aggregates produced from the Devonian limestones and the dolomite. Considerable amounts of micro- and cryptocrystalline quartz were present in the grains of the aggregates produced from respectively the greywackes and sandstones.
3. On the basis of the expansion of the mortar specimens the selected domestic aggregates produced from the sedimentary rocks were classified into the following reactivity categories:

4. W próbkach wykazujących dużą ekspansję stwierdzono występowanie żelu krzemianu wapniowo-sodowo-potasowego o składzie charakterystycznym dla produktów reakcji alkalia-kruszywa, zgodnym z danymi literaturowymi.
5. Występowanie żelu zaobserwowano w spękanych ziarnach kruszywa. Żel wypełniał także rysy i pory w otaczającej matrycy cementowej.
6. Zastosowanie cementu o zawartości alkaliów 0,9% do badań ekspansji próbek zaprawy jest racjonalnym kompromisem wymagań metodycznych RILEM i ASTM przy jednoczesnej możliwości uniknięcia kosztownego importu.

INFORMACJE DODATKOWE

Artykuł przygotowano w ramach Projektu „Reaktywność alkaliczna krajowych kruszyw” finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju oraz Generalną Dyрекcję Dróg Krajowych i Autostrad w latach 2016-2019. Autorzy składają podziękowanie Lafarge Cement S.A. za dostarczenie cementu do badań.

BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] *West G.*: Alkali-aggregate Reaction in Concrete Roads and Bridges. Thomas Telford, London, 1996
- [2] *Kurdowski W.*: Chemia cementu i betonu. Stowarzyszenie Producentów Cementu, Kraków, 2010
- [3] *Owsiak Z.*: The course of alkali-aggregate reactions in concrete. Archives of Civil Engineering, **54**, 3, 2008, 593-608
- [4] *Góraleczyk S., Filipczyk M.*: Aktualne badania reaktywności alkalicznej polskich kruszyw. *Kruszywa Mineralne t.1.*, Wydział Geoinżynierii, Górnictwa i Geologii Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2017, 31-41
- [5] *Jarmontowicz A., Krzywobłocka-Laurów R.*: Ocena potencjalnej reaktywności kruszywa żwirowego w stosunku do alkaliu na podstawie badań instrumentalnych. Instrukcja 317, Instytut Techniki Budowlanej, Warszawa, 1993
- [6] *Glinicki M.A., Litorowicz A.*: Crack system evaluation in concrete elements at mesoscale. Bulletin of the Polish Academy of Sciences -Technical Sciences, **54**, 4, 2006, 371-379
- [7] *Sanchez L., Fournier B., Jolin M., Duchesne J.*: Use of damage rating index to quantify alkali-silica reaction damage in concrete: fine versus coarse aggregate. ACI Materials Journal, **113**, 4, 2016, 395-407

- R0 (non-reactive) – applies to the Devonian limestones and the dolomite,
- R1 (moderately reactive) – applies to greywacke Sz1,
- R2 (highly reactive) – applies to greywacke Sz2 and the sandstone.

The classification into the reactivity categories has been corroborated by long-term concrete tests carried out on one of the limestone aggregates, the dolomite and one of the greywackes.

4. A calcium-sodium-potassium gel whose composition (consistent with that reported in the literature) was characteristic of the alkali-aggregate reaction was found to be present in the specimens exhibiting large expansion.
5. The gel was found to be present in cracked aggregate grains. It also filled cracks and air-voids in the surrounding cement matrix.
6. The use of cement with an alkali content of 0.9% in mortar specimen expansion tests is a rational compromise between the RILEM and ASTM methodological requirements, making it also possible to avoid the expensive import.

ACKNOWLEDGEMENT

The paper has been prepared as a part of the Project “Alkaline reactivity of domestic aggregates” financed by the National Centre of Research and Development, and General Directorate for National Roads and Motorways within 2016-2019. The authors thank Lafarge Cement S.A. for delivering cement for testing.

- [8] PN-B-06714-46:1992 *Kruszywa mineralne – Badania – Oznaczenie potencjalnej reaktywności alkalicznej metodą szybką*
- [9] PN-B-06714-47:1988 *Kruszywa mineralne – Badania – Oznaczenie potencjalnej reaktywności alkalicznej – Oznaczenie zawartości krzemionki rozpuszczalnej w wodoro-tlenku sodowym (NaOH)*
- [10] PN-B-06714-34:1991 *Kruszywa mineralne – Badania – Oznaczenie reaktywności alkalicznej*
- [11] ASTM C227-10 Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Cement-Aggregate Combinations (Mortar-Bar Method) (Withdrawn 2018)
- [12] ASTM C 289-07 Standard Test Method for Potential Alkali-Silica Reactivity of Aggregates (Chemical Method) (Withdrawn 2016)

- [13] *Naziemiec Z., Garbacik A., Adamski G.*: Reaktywność alkaliczna krajowych kruszyw. *Kruszywa Mineralne t.1*, Wydział Geoinżynierii, Górnictwa i Geologii Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2017, 123-132
- [14] 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, Eds. Philip J. Nixon and Ian Sims, Springer, Vol. 17, 2016
- [15] ASTM C1778 Standard Guide for Reducing the Risk of Deleterious Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, 2016
- [16] Instrukcja badania reaktywności kruszyw metodą przyspieszoną w 1 N roztworze NaOH w temperaturze 80°C, Załącznik nr 1. Ogólna Specyfikacja Techniczna, D-05.03.04, Nawierzchnia z betonu cementowego, GDDKiA, Warszawa, 2018
- [17] Instrukcja badania reaktywności kruszyw w temperaturze 38°C według ASTM C1293/RILEM AAR-3, Załącznik nr 2. Ogólna Specyfikacja Techniczna, D-05.03.04, Nawierzchnia z betonu cementowego, GDDKiA, Warszawa 2018
- [18] *Adamski G., Garbacik A., Glinicki M.A.*: Reaktywność alkaliczna krajowych kruszyw - założenia i cele projektu ASR-RID. *Przegląd Budowlany*, **87**, 5, 2016, 19-21
- [19] PN-EN 12620 +A1:2010 *Kruszywa do betonu*
- [20] *Gawenda T.*: Zasady doboru kruszarek oraz układów technologicznych w produkcji kruszyw łamanych. *Rozprawy Monografie*, Wydawnictwa AGH, Kraków 2015
- [21] ASTM C295 -18 Standard Guide for Petrographic Examination of Aggregates for Concrete
- [22] *Naziemiec Z., Pabiś-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, DOI: 10.7409/rabdim.017.014
- [23] *Józwiak-Niedźwiedzka D., Gibas K., Glinicki M.A.*: Petrographic identification of reactive minerals in domestic aggregates and their classification according to RILEM and ASTM recommendations. *Roads and Bridges - Drogi i Mosty*, **16**, 3, 2017, 223-239; DOI: 10.7409/rabdim.017.015
- [24] *Jacobsen U.H., Johansen V., Thaulow N.*: Optical microscopy - a primary tool in concrete examination. *Proceedings of the 19th ICMA Conference on Cement Microscopy*, Cincinnati, Ohio, USA, 1997, 275-294
- [25] *Grattan-Bellew P.E.*: Microcrystalline quartz, undulatory extinction and the alkali-silica reaction. In: Poole AB (ed). *Proc. 9th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete*, London, 1992, 383-394
- [26] *Alaejos P.; Lanza V.*: Influence of equivalent reactive quartz content on expansion due to alkali silica reaction. *Cement and Concrete Research*, **42**, 2012, 99-104
- [27] *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, DOI: 10.3390/ma9040224
- [28] *Fernandes I., Broekmans M., dos Anjos Ribeiro M., Sims I.*: Assessment of the alkali-reactivity potential of sedimentary rocks. 15th International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- [29] *Fernandes I., dos Anjos Ribeiro M.*: Broekmans M.A.T.M., Sims I. (eds.): *Petrographic Atlas: Characterisation of Aggregates Regarding Potential Reactivity to Alkalis*, RILEM, Springer, Dordrecht, 2016
- [30] *Góralczyk S., Filipczyk M.*: Aktualne badania reaktywności alkalicznej polskich kruszyw - część II. *Kruszywa Mineralne t.2.*, Wydział Geoinżynierii, Górnictwa i Geologii Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2018, 37-48
- [31] *Hou X., Struble L.J., Kirkpatrick R.J.*: Formation of ASR gel and the roles of C-S-H and portlandite. *Cement and Concrete Research*, **34**, 2004, 1683-1696
- [32] *Vayghan A.G., Rajabipour F.*: Quantifying the swelling properties of alkali-silica reaction (ASR) gels as a function of their composition. *Journal of the American Ceramic Society*, **100**, 2017, 3801-3818, DOI: 10.1111/jace.14893
- [33] *Thomas M.D.A., Fournier B., Folliard K.J.*: *Alkali-Aggregate Reactivity (AAR) Facts Book*. Report FHWA-HIF-13-019, Federal Highway Administration, Washington, 2013
- [34] <https://www.rilem.net/groupe/258-aaa-avoiding-alkali-aggregate-reactions-in-concrete-performance-based-concept-321> (10.12.2018)
- [35] *Gibas K., Glinicki M.A., Dąbrowski M., Józwiak-Niedźwiedzka D., Antolik A., Dziedzic K.*: ASR performance testing of air entrained concrete exposed to external alkalis. *International Conference on Sustainable Materials, Systems and Structures (SMSS2019) - Novel Methods for Characterization of Materials and Structures*, Edited by I. Gabrijel, C. Grosse, M. Skazlić, Proceedings PRO 128, RILEM Publications, 2019, 59-66
- [36] *Glinicki M.A., Zieliński M.*: Air void system in concrete containing circulating fluidized bed combustion fly ash. *Materials and Structures*, **41**, 4, 2008, 681-687