DARIA JÓZWIAK-NIEDŹWIEDZKA<sup>1)</sup>ANETA ANTOLIK<sup>2)</sup>KINGA DZIEDZIC<sup>3)</sup>MICHAŁ A. GLINICKI<sup>4)</sup>KAROLINA GIBAS<sup>5)</sup>

## RESISTANCE OF SELECTED AGGREGATES FROM IGNEOUS ROCKS TO ALKALI-SILICA REACTION: VERIFICATION

### WERYFIKACJA ODPORNOŚCI WYBRANYCH KRUSZYW ZE SKAŁ MAGMOWYCH NA REAKCJĘ Z ALKALIAMI

**STRESZCZENIE.** W artykule przedstawiono badania reaktywności kruszyw ze skał magmowych przeprowadzone zgodnie z procedurami ujętymi w instrukcjach GDDKiA OST „Nawierzchnie betonowe” w celu oceny ich przydatności do stosowania w technologii betonu cementowego na drogowe konstrukcje inżynierskie i nawierzchnie. Analizie poddano kruszywa ze skał wylewnych: bazalt, melafir i porfir oraz ze skał głębinowych: granit i gabro. Przeprowadzono ocenę składu mineralnego kruszyw z uwagi na zawartość reaktywnych minerałów krzemionkowych. Przeprowadzono badania wydłużenia próbek zapraw i betonów z kruszywami oraz analizę mikroskopową produktów reakcji alkalia-kruszywo. Stwierdzono występowanie znacznej ilości reaktywnych minerałów w ziarnach kruszywa z porfiru i melafiru: chalcedonu i trydymitu oraz kwarcu mikrokrystalicznego i szkliva wulkanicznego. Na podstawie przeprowadzonych badań dwa kruszywa ze skał magmowych (melafir oraz porfir) zaklasyfikowano do kategorii R1 - umiarkowanie reaktywne. Kruszywo bazaltowe, granit oraz gabro przypisano kategorii R0 - niereaktywne.

**SŁOWA KLUCZOWE:** alkaliczny żel krzemionkowy, kruszywo, krystobalit, mikrokrystaliczny kwarc, minerały reaktywne, reaktywność alkaliczna, skały wulkaniczne.

**ABSTRACT.** The paper presents investigations into the reactivity of aggregates from igneous rock, carried out in accordance with the procedures contained in the GDDKiA General Technical Specification "Concrete pavements". The aim of the investigations was evaluation of the suitability of the aggregates for road structures and pavements built using cement based concrete technology. Aggregates produced from extrusive rocks (basalt, melaphyre and porphyry) and from intrusive rocks (granite and gabbro) were analysed. The mineral composition of the aggregates was evaluated with regard to their reactive SiO<sub>2</sub> content. Expansion tests on mortar bar and concrete prism specimens with analysed aggregates and a microscopic analysis of the alkali-aggregate reaction products were carried out. A considerable amount of reactive minerals: chalcedony, tridymite and microcrystalline quartz and volcanic glass were found in the grains of the porphyry and melaphyre aggregates. On the basis of the conducted investigations the two aggregates made of igneous rocks (melaphyre and porphyry) were classified into category R1 (moderately reactive). The basalt aggregate, the granite aggregate and the gabbro aggregate were assigned to category R0 (non-reactive).

**KEYWORDS:** aggregate, alkali reactivity, alkali silica gel, cristobalite, igneous rocks, microcrystalline quartz, reactive minerals.

DOI: 10.7409/rabdim.019.005

<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; aantolik@ippt.pan.pl  
<sup>3)</sup> Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk; kdzie@ippt.pan.pl  
<sup>4)</sup> Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk; mglinic@ippt.pan.pl  
<sup>5)</sup> Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk; kgibas@ippt.pan.pl

## 1. WPROWADZENIE

Kruszywa z litych skał magmowych uznaje się za kruszywa do betonu o najwyższej jakości, o wysokiej wytrzymałości i odporności na oddziaływania środowiska. Znane są liczne przykłady obiektów inżynierskich z betonu, wykonanego z łamanych kruszyw bazaltowych i granitowych, wykazujących długotrwałą funkcjonalność eksploatacyjną. Podatność kruszyw mineralnych na reakcję z wodorotlenkami sodu i potasu w betonie, nazywana w skrócie reaktywnością alkaliczną, należy do ważnych cech kruszywa, wpływających na trwałość betonu. Krajowe kruszywa bazaltowe i granitowe na ogół wykazują wysoką odporność na reakcję alkalia-kruszywo, ale właściwość ta jest przede wszystkim znana z badań metodami uznawanymi dziś na świecie za przestarzałe [1]. Rozpoznanie reaktywności alkalicznej kruszyw za pomocą nowych metod ASTM/RILEM przedstawiono w pracy [2] w odniesieniu do kruszyw ze skał osadowych. Niniejszy artykuł dotyczy zastosowania wymienionych metod badań laboratoryjnych do rozpoznania reaktywności alkalicznej kruszyw produkowanych ze skał magmowych, przeznaczonych do stosowania w technologii betonu cementowego na drogowe konstrukcje inżynierskie i nawierzchnie. Złóża skał magmowych występują głównie w południowej części Polski – na terenie województw: dolnośląskiego (bazalty, granity, granodiority, gabra, melafiry, porfiry), opolskiego (bazalty, granity) oraz małopolskiego (melafiry, porfiry) [3]. Wg danych z 2017 r. z Bilansu Zasobów Złóż Kopalin w Polsce [3] udokumentowane zasoby geologiczne skał magmowych stanowią 40% wszystkich skał, a spośród skał magmowych w największej ilości wydobywane są granity i bazalty (udział 25% w ogólnym wydobywaniu). W porównaniu do roku poprzedniego wydobywanie skał magmowych w 2017 r. zwiększyło się o 20% (5,58 mln t). W Tabl. 1 przedstawiono informacje o wielkości udokumentowanych zasobów i wydobywaniu poszczególnych rodzajów skał magmowych stosowanych, jako kamienie drogowe i budowlane.

Table 1. Deposits and output of igneous rocks in Poland applied as dimension and crushed stones acc. to [3]  
Tablica 1. Zasoby i wydobywanie skał magmowych w Polsce stosowanych jako kamienie drogowe i budowlane wg [3]

Mineral / Kopalina	Resources [thous. Tons] Zasoby bilansowe [tys. ton]	Output [thous. Tons] Wydobywanie [tys. ton]	Number of deposits Liczba złóż
Basalt / Bazalt	563 416	7 648	41
Gabbro / Gabro	505 194	2 517	5
Granite / Granit	1 832 736	10 030	77
Melaphyre / Melafir	470 498	4 190	14
Porphyry / Porfir	766 790	1 583	11

## 1. INTRODUCTION

Aggregates produced from igneous rocks are considered to be the highest-quality concrete aggregates characterized by high strength and resistance to environmental impacts. There are numerous civil engineering structures made of concrete containing crushed basalt and granite aggregates, which have proved long-term service life. The tendency of mineral aggregates to react with the sodium and potassium hydroxides in concrete, referred to as alkali reactivity, is a major characteristic of aggregate, affecting the durability of the concrete. Polish basalt and granite aggregates generally show high resistance to the alkali-aggregate reaction, but this was determined by methods which in the world today are regarded as obsolete [1]. The determination of the alkali reactivity of aggregates according to the new ASTM/RILEM methods was presented in [2] for aggregates produced from sedimentary rocks. The present paper focus on to the use of the above laboratory methods to identify the alkali reactivity of aggregates produced from igneous rocks, intended for road structures and pavements built using cement based concrete technology. Igneous rock deposits occur mainly in the southern part of Poland in: the Lower-Silesian Province (basalts, granites, granodiorites, gabbros, melaphyres<sup>6)</sup> and porphyries), the Opole Province (basalts and granites) and the Malopolska Province (melaphyres and porphyries) [3]. According to the Mineral Resources of Poland for 2017 [3], the anticipated geological reserves of igneous rock amount to about 40% of all the rocks. From among igneous rocks, granites and basalts are mined in the largest quantities (amounting to 25% of the total output). In comparison with the preceding year, in 2017 the igneous rock output increased by 20% (5.58 M t.). Table 1 shows information about the actual reserves and output of the particular types of igneous rocks used as crushed stones for concrete road infrastructure.

<sup>6)</sup> There is no equivalent to melaphyre in English according to International Union of Geological Sciences – it is a typical Polish name. Melaphyres are included in the group of basalt and are known as trachybasalts.

Kruszywa ze skał magmowych wykorzystywane są w technologii betonu przede wszystkim z uwagi na dużą odporność na mechaniczne i fizyczne czynniki, np. ścieranie, rozdrabnianie czy cykliczne zamarzanie-odmrażanie [4]. W latach 2011-2017 analizie poddano 140 kruszyw z 51 krajowych zakładów przerobczych [5]. Najwyższą kategorię odporności na rozdrabnianie osiągnęły kruszywa z melafiru oraz bazaltu, a na ścieranie - m.in. kruszywa z melafiru, bazaltu oraz granitu. Według przeprowadzonych badań wśród kruszyw ze skał magmowych, kruszywa granitowe i melafiry charakteryzowały się najwyższą kategorią odporności na mróz  $F_1$ . Skały magmowe, w zależności od miejsca powstania dzieli się na skały głębinowe i skały wulkaniczne, a większość skał głębinowych ma swój odpowiednik wulkaniczny. Wielkość kryształów, która zależy od szybkości krzepnięcia magmy, odróżnia skały głębinowe od skał wulkanicznych. Skały głębinowe charakteryzują się jawnokrystaliczną strukturą, natomiast skały wulkaniczne - skrytokrystaliczną lub porfirową, często zawierającą szkliwo. Jak podaje Fernandes i in. [6] reaktywność skał magmowych wulkanicznych jest przede wszystkim spowodowana obecnością i rozpuszczeniem fazy szklistej w nich zawartej. Jednak taka jednoznaczność wpływu składu mineralnego na ASR nie dotyczy kruszywa ze skał magmowych głębinowych o wykryształizowanej strukturze. Wyniki badania podatności tych kruszyw na reakcję alkaliczną są bardzo zróżnicowane, zarówno odnośnie do badań laboratoryjnych jak i w rzeczywistych konstrukcjach inżynierskich. Skały wulkaniczne mogą być uważane za reaktywne, gdy w swoim składzie zawierają polimorficzne odmiany kwarcu, mikrokrystaliczny kwarc lub szkliwo wulkaniczne [7]. Udokumentowane przypadki wystąpienia reakcji alkalicznej w kruszywach ze skał wulkanicznych (bazalt, ryolit) w Nowej Zelandii i Japonii [8] przypisano obecności krystalitu oraz wtórnego opalu i chalcedonu. W Argentynie [9] reaktywnym składnikiem w kruszywie bazaltowym okazał się montmorillonit rozproszony w masie bazaltu. Według danych literaturowych, granity występujące w Portugalii [10], Norwegii [11], czy Malezji [12] wykazują zróżnicowaną podatność na reakcję alkaliczną wynikającą z różnych powodów. Wyniki analizy petrograficznej, która klasyfikowała portugalskie kruszywa granitowe jako reaktywne z uwagi na obecność subgranulacji na granicach ziaren kwarcu w stanie naprężeń oraz mikrokrystalicznego kwarcu zostały potwierdzone badaniami polowymi, natomiast w badaniu wykonanym wg ASTM C1260 próbki nie wykazały ekspansji [10]. Wyniki badania mikrostruktury betonu z rzeczywistej konstrukcji w Norwegii [11] wykazały, że żel ASR tworzył się w gruboziarnistym i zasadniczo pozbawionym odcztałceń kwarcu. Próbkę zapraw z kruszywem granitowym z Malezji [12] wykazującą największą

Igneous rock aggregates are used in concrete technology mainly because of their resistance to mechanical and physical properties, such as abrasion, fragmentation and cyclic freezing-thawing [4]. 140 aggregates from 51 domestic aggregate production plants were subjected to analysis in the years 2011-2017 [5]. Melaphyre and basalt aggregates showed the highest resistance to fragmentation while melaphyre, basalt and granite aggregates showed the highest abrasion resistance. From among the igneous rock aggregates, granite and melaphyre aggregates were characterized by the highest frost-resistance category ( $F_1$ ). Depending on the place where they formed, igneous rocks are divided into intrusive (plutonic) rocks and extrusive (volcanic) rocks. Most of the intrusive rocks have their extrusive equivalent. Intrusive rocks differ from extrusive rocks in the size of their crystals, which depends on the rate of solidification of the magma. Intrusive rocks are characterized by a crystalline texture while extrusive rock have a cryptocrystalline texture or a porphyric texture, often containing glass. According to Fernandes [6], the reactivity of volcanic igneous rocks is mainly due to the presence and dissolution of the glassy phase contained in them. However, the effect of the mineral composition on ASR is not so unambiguous in the case of intrusive igneous rocks with a crystalline texture. The results of investigations into the susceptibility of such aggregates to the alkali-silica reaction vary widely. This applies to both laboratory tests and tests carried out on in situ civil engineering structures. Volcanic rocks can be regarded as reactive when they contain quartz polymorphs, microcrystalline quartz or volcanic glass [7]. The documented occurrences of the alkali-silica reaction in aggregates produced from volcanic rocks (basalt, rhyolite) in New Zealand [8] were ascribed to the presence of cristobalite and secondary opal and chalcedony. In Argentina [9] montmorillonite dispersed in the basalt mass was found to be the reactive component in basalt aggregate. It is reported in the literature that the granites occurring in Portugal [10], Norway [11] and Malaysia [12] show susceptibility to ASR, but due to different causes. The results of the petrographic analysis, which classified the Portuguese basalt aggregates as reactive due to the presence of subgranulations at the boundaries of highly strained quartz grains and microcrystalline quartz, were confirmed by field tests, whereas when subjected to a test carried out according to ASTM C1260, the specimens did not show expansion [10]. A test carried out on concrete taken from a real structure in Norway [11] showed that ASR gel formed in the coarse-grained quartz basically devoid of strain. Mortar specimens with aggregate from Malaysia [12], showing

ekspansję (0,25%) po 14 dniach przechowywania w 80°C i 1 N NaOH zawierały kwarc w stanie naprężeń i mikrokrystaliczny kwarc lecz również chloryty i serycyty. Próbkę zawierające kruszywo granitowe z mikrokrystalicznym kwarcem i drobnoziarnistymi krzemianami warstwowymi wykazały wydłużenie 0,21%. Potencjalna reaktywność kruszyw granitowych może być przypisana zarówno obecności mikrokrystalicznego kwarcu ( $\leq 100 \mu\text{m}$ ) jak i występowaniu kwarcu w stanie naprężeń [6], [13], [14]. Zawartość zdeformowanych kryształów skaleni, oraz zmienionych płaszczyn kryształów biotyту i muskowitu również sprzyja wystąpieniu reakcji alkalia-kruszywo [15]. Charakterystyka petrograficzna danego rodzaju kruszywa z skały magmowej związana z jego potencjalną reaktywnością jest zależna nie tylko od rodzaju skały ale również od umiejscowienia geograficznego i związanej z nim tzw. historii geologicznej [13]. Badania petrograficzne portugalskich granitów przeprowadzone przez Castro i in. [10] wykazały, że starsze granity charakteryzują się większym stopniem deformacji kryształów  $\text{SiO}_2$ , a więc większą podatnością na ASR. Stopniowy spadek zawartości reaktywnego kwarcu widoczny był od najstarszych do najmłodszych granitów. Wakizaka [16] przeprowadził badania japońskich kruszyw ze skał magmowych. Na reaktywność kruszyw ze skał wulkanicznych wpływała zawartość kryształów trydymitu oraz szkła wulkanicznego. Stwierdził on, że wiek powstania skały wpływa na tworzenie się danych odmian  $\text{SiO}_2$ . Skały przedmiocenne nie wykazały reaktywności. Celem przeprowadzonych badań było określenie reaktywności kruszyw ze skał magmowych stosowanych na potrzeby wytwarzania betonów nawierzchniowych i obiektów infrastruktury drogowej. Zastosowano zestaw komplementarnych metod badawczych szczegółowo opisanych w [2]. Przeprowadzono petrograficzne oznaczenie obecności reaktywnych form krzemionki w kruszywie, wykonano badania na zaprawach w podwyższonej temperaturze z dostępem alkaliów z zewnątrz oraz na betonach zwiększając udział alkaliów w mieszance betonowej. Analizę mikrostruktury w celu identyfikacji produktów reakcji alkalia-kruszywo przeprowadzono za pomocą mikroskopu skaningowego (SEM).

## 2. BADANIA EKSPERYMENTALNE

### 2.1. MATERIAŁY DO BADAŃ

Do badań reaktywności wybrano kruszywa wydobywane i produkowane w zakładach usytuowanych w południowo-zachodniej części Polski. Wybrano kruszywa łamane ze skał magmowych:

- bazalt, melafir, porfir (wylewne),

the largest expansion (0.25%) after 14 days of storage at 80°C in 1 N NaOH, contained highly strained quartz and microcrystalline quartz, but also chlorites and sericites. Specimens containing granite aggregate with microcrystalline quartz and fine-grained phyllosilicates showed an expansion of 0.21%. The potential reactivity of granite aggregates can be ascribed to the presence of both microcrystalline quartz ( $\leq 100 \mu\text{m}$ ) and highly strained quartz [6], [13], [14]. Also the presence of deformed feldspar crystals, biotite and muscovite crystals with strong undulatory extinction is conducive to the occurrence of the alkali-silica reaction [15]. The petrographic characteristic of a given aggregate produced from igneous rock, connected with its potential reactivity, depends not only on the type of rock, but also on the geographical location and the particular geological history [13]. Petrographic analyses of Portuguese granites carried out by Castro et al. [10] showed that older granites are characterized by a higher degree of deformation of  $\text{SiO}_2$  crystals and so they are more susceptible to ASR. The reactive quartz content gradually decreased from the oldest granites to the youngest ones. Wakizaka [16] investigated Japanese aggregates produced from igneous rocks. He found the reactivity of aggregates produced from volcanic rocks to be affected by the cristobalite, tridymite and volcanic glass content. The rock formation age was found to have an influence on the formation of the particular varieties of  $\text{SiO}_2$ . The pre-Miocene rocks did not show any reactivity. The aim of the present investigations was to determine the reactivity of igneous rock aggregates used for high quality concrete for pavement and road infrastructure facilities. For this purpose a set of complementary testing methods, described in detail in [2], was used. Petrographic analyses of the content of reactive silica forms in the aggregate were carried out. Mortar bars were studied at high temperature and exposed to external alkalis. Concrete prisms were investigated at an increasing alkali content in the concrete mix in 38°C and high humidity conditions. The microstructure was analysed under a scanning electron microscope (SEM) to identify the products of the alkali-aggregate reaction.

## 2. EXPERIMENTAL TESTS

### 2.1. MATERIALS

Aggregates mined and produced in plants located in the south-western part of Poland were selected for the reactivity investigations. Crushed aggregates produced from the igneous rocks were analysed:



- granit, gabro (głębinowe).

W Tabl. 2 przedstawiono podstawowe właściwości fizyczne kruszyw frakcji 2/8 mm na podstawie wyników badań otrzymanych od producentów kruszyw.

Table 2. Basic physical properties of aggregates determined acc. to standard procedures PN-EN 12620

Tablica 2. Podstawowe właściwości fizyczne kruszyw oznaczone zgodnie z procedurami normowymi PN-EN 12620

Type of rock Rodzaj skały	Designation Oznaczenie	Volume density [ $\text{Mg/m}^3$ ] Gęstość objętościowa	Water absorption [%] Nasiąkliwość	Category of resistance to fragmentation Kategoria odporności na rozdrabnianie	Frost resistance Stopień mrozoodporności
Basalt / Bazalt	B	3.07	0.2	LA <sub>15</sub>	F <sub>1</sub>
Porphyry / Porfir	Pr	2.47	1.4	LA <sub>20</sub>	F <sub>2</sub>
Melaphyre / Melafir	M	2.68	1.0	LA <sub>20</sub>	F <sub>1</sub>
Gabbro / Gabro	Ga	2.94	0.3	LA <sub>25</sub>	F <sub>1</sub>
Granite / Granit	Gr	2.63	0.7	LA <sub>40</sub>	F <sub>1</sub>

W badaniach przyspieszonych zastosowano dwa rodzaje cementów. Dostępny na polskim rynku cement CEM I 52,5 R o największej możliwej zawartości alkaliów wynoszącej 0,88%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  (oznaczony jako cement 1) oraz wzorcowy cement wg procedury AAR-2 [17], CEM I 42,5R o zawartości alkaliów 1,12%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  (oznaczony jako cement 2). Cementy charakteryzowała zbliżona wielkość powierzchni właściwej, odpowiednio 525  $\text{m}^2/\text{kg}$  i 546  $\text{m}^2/\text{kg}$ . Szczegółowy skład chemiczny obu cementów podany jest w [2].

## 2.2. METODY BADAŃ

Obserwacje mikroskopowe w świetle przechodzącym, służące do oceny petrograficznej kruszyw, przeprowadzono na cienkich szlifach o grubości  $20 \pm 2 \mu\text{m}$  (wykonanych za pomocą aparatury Pelcon), przy wykorzystaniu mikroskopu polaryzacyjnego Olympus BX51 z kolorową kamerą cyfrową i automatycznym stolikiem Prior ES11BX/B. Analizę cienkich szlifów przeprowadzono w świetle przechodzącym przy skrzyżowanych nikolach (XPL) i skrzyżowanych nikolach z płytką gipsową (XPL-G). Do bezpośredniej oceny reaktywności alkalicznej kruszywa zastosowano dwie metody: przyspieszoną w temperaturze 80°C oraz 1 N roztworze NaOH według [18] oraz długotrwałą w 38°C według [19]. Szczegółowy opis metod badawczych znajduje się w [2]. Dodatkowo po zakończeniu badań metodą przyspieszoną, przeprowadzono analizę mikroskopową fragmentów próbek w celu identyfikacji produktów reakcji alkalia-kruszywo. Odpowiednio przygotowane próbki wstępnie poddano obserwacjom pod mikroskopem stereoskopowym. Następnie po napyleniu warstwą węglową wykonano: badania przy wykorzystaniu skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) Zeiss Sigma VP, obserwacje w trybie elektronów

- basalt, melaphyre, porphyry (effusive),
- granite, gabbro (intrusive).

Table 2 shows the basic physical properties of 2/8 mm fraction aggregates, based on aggregate producer test results.

In the accelerated tests the following two types of cement were used: cement CEM I 52.5 R with the highest possible alkali content of 0.88%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  available on the Polish market (denoted as cement 1) and reference (acc. to the AAR-2 procedure [17]) cement CEM I 42.5R with the alkali content of 1.12%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  (denoted as cement 2). The two cements were characterized by a similar specific surface area: 525  $\text{m}^2/\text{kg}$  and 546  $\text{m}^2/\text{kg}$ , respectively. A detailed chemical composition of cements is given in [2].

## 2.2. RESEARCH METHODS

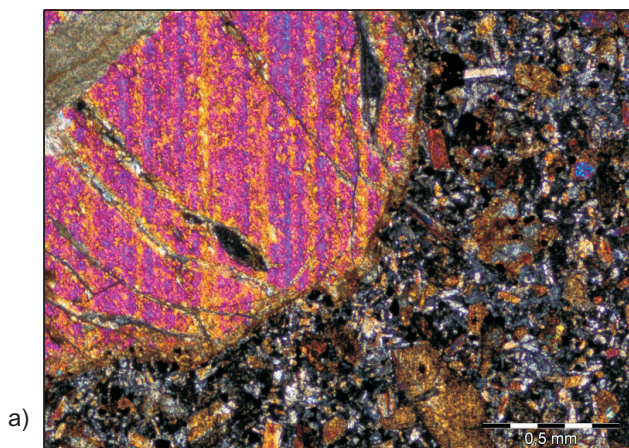
In order to  $20 \pm 2 \mu\text{m}$  thin sections (made using a Pelcon machine) were examined under transmitted light, using an Olympus BX51 polarizing microscope with a digital colour camera and an automatic table Prior ES11BX/B. The thin sections were analysed under transmitted light with crossed polarizers (XPL) and with crossed polarizers with gypsum plate (XPL-G). In order to evaluate the alkali reactivity of the aggregates the following two test were used: an accelerated test conducted at a temperature of 80°C in 1 N NaOH solution according to [18] and a long-term test at 38°C according to [19]. A detailed description of the testing methods can be found in [2]. Moreover, after the accelerated testing a microscopic analysis of parts of the bar specimens was carried out to identify alkali-aggregate reaction products. The properly prepared specimens were initially examined under a stereoscopic microscope. Then they were sputtered with carbon and examined under a Zeiss Sigma VP electron scanning microscope (SEM) in the backscattered electron (BSE) mode under high vacuum (voltage 20 kV, aperture 120 micrometres, WD 7-8 mm, EDS detector, energy

wstecznie rozproszonych BSE w wysokiej próżni (napięcie 20 kV, apertura 120 mikrometrów, WD 7-8 mm, z detektorem EDS, spektrometria z dyspersją energii promieniowania rentgenowskiego, Quantax Esprit 1.9.4). Identyfikację pierwiastków chemicznych w żelu przeprowadzono na podstawie mikroanalizy SEM-EDS (analiza bezwzorcowa) z zadanego mikroobszaru lub punktowo.

### 3. WYNIKI BADAŃ

#### 3.1. ROZPOZNANIE MINERAŁÓW

Na cienkich szlifach w XPL oraz z płytką gipsową przy pomocy automatycznej analizy obrazu przeprowadzono ocenę składu mineralnego kruszyw odnośnie do rozpoznania składników szkodliwych z uwagi na zawartość reaktywnych minerałów krzemionkowych. Opis składników mineralnych potencjalnie reaktywnych występujących w skałach przeznaczonych na kruszywa do betonu, jak również petrograficzna analiza wybranych krajowych kruszyw, były wcześniej szczegółowo opisane w [20] i [21]. We wszystkich ziarnach kruszyw pochodzących ze skał magmowych stwierdzono obecność kryształów  $\text{SiO}_2$ . Jednak z uwagi na zagrożenie wystąpienia reakcją alkaliczną, w melafirze M wykryto potencjalnie reaktywne składniki jak chalcedon i trydymit, a w porfirze Pr kwarc mikrokrystaliczny i szklivo wulkaniczne. W kruszywie granitowym Gr stwierdzono występowanie pojedynczych kryształów kwarcu w stanie naprężeń. W kruszywie bazaltowym B (Rys. 1) jako minerały główne wyróżniono plagioklasy, fenokryształy piroksenów i oliwinów; minerały poboczne jako brązową hornblendę tytanową oraz minerały akcesoryczne – minerały nieprzezroczyste i apatyt. W analizowanych cienkich szlifach z kruszywa bazaltowego nie zaobserwowano wyraźnych stref ze szklivem wulkanicznym.



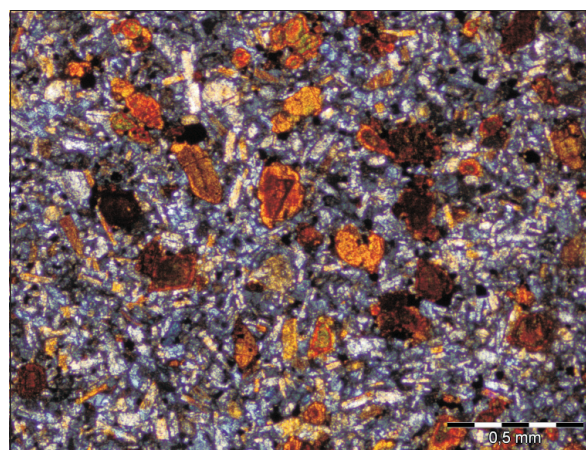
a)

dispersive X-ray spectrometry, Quantax Esprit 1.9.4). Chemical elements in the gel were identified on the basis of a SEM-EDS microanalysis (a non-model analysis) carried out for a marked area or pointwise.

### 3. TEST RESULTS

#### 3.1. IDENTIFICATION OF MINERALS

In order to identify the deleterious components (reactive silica minerals) the mineral composition of the aggregates was evaluated using thin sections at XPL also with gypsum plate by automatic image analysis. The potentially reactive mineral components occurring in the rocks intended for concrete aggregates and a petrographic analysis of the selected domestic aggregates had been described in detail in [20] and [21].  $\text{SiO}_2$  crystals were found to be present in all the analysed grains of the aggregates produced from igneous rocks. As regards the risk of alkali-silica reaction, potentially reactive components, such as chalcedony and tridymite, were detected in melaphyre M while microcrystalline quartz and volcanic glass were found to be present in porphyry Pr. Plagioclases and pyroxenes and olivine phenocrysts were distinguished as the primary minerals in basalt aggregate B (Fig. 1); the secondary minerals in the form of brown titanite hornblende, and the accessory minerals – the opaque minerals and apatite. No distinct volcanic glass zones were found in the analysed thin sections from the basalt aggregate.



b)

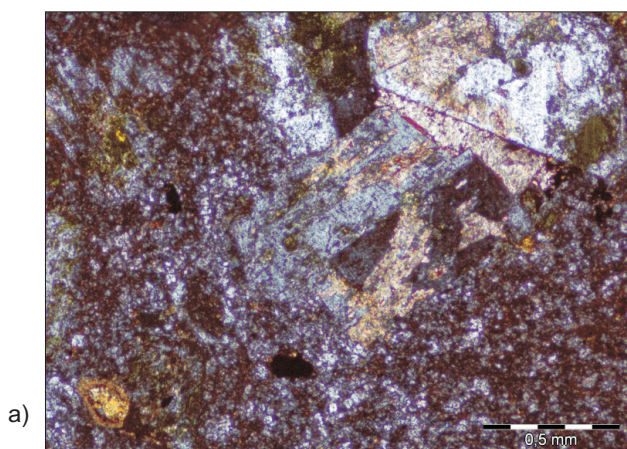
Fig. 1. Cross-section of the B basalt grain with visible in groundmass: a) pyroxene crystal, b) crystals of brown titanite hornblende (a thin section, XPL, scale bar = 0.5 mm)

Rys. 1. Przekrój ziarna bazaltu B, w cieście skalnym widoczny jest: a) kryształ piroksenu, b) kryształy brązowej hornblendy tytanowej (cienki szlif, XPL, znacznik długości = 0,5 mm)

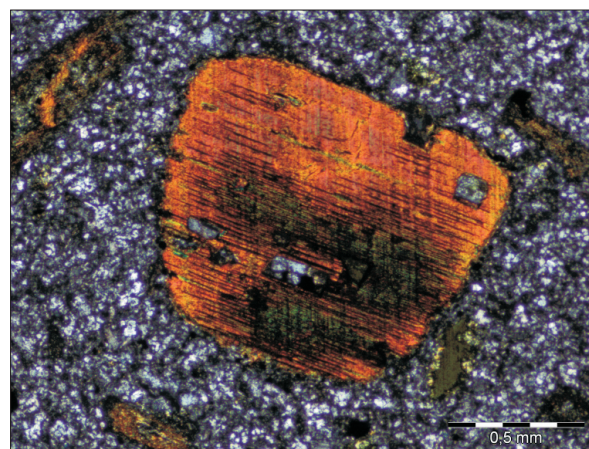


Kruszywo porfir Pr zostało sklasyfikowane jako trachyandezyt o teksturze porfirowej. Afanitowa, trudno rozpoznawalna masa kwarcowo-skaleniowa zbudowana była przede wszystkim ze skaleni, plagioklazów, fenokryształów (ortoklaz), amfiboli i piroksenów. Składniki akcesoryczne pokazane na Rys. 2 stanowiły minerały nieprzezroczyste oraz szkliwo wulkaniczne. Na Rys. 3 przedstawiono wielkości ziaren kwarcu występujące w masie kwarcowo-skaleniowej, mikrokrystaliczny kwarc o wymiarach kryształów < 100  $\mu\text{m}$ .

Porphyry aggregate Pr was classified as trachyandesite with a porphyritic texture. The hardly identifiable aphanitic quartz-feldspar mass consisted mainly of feldspars, plagioclases and phenocrysts (orthoclases), amphiboles and pyroxenites. The accessory components shown in Fig. 2 were opaque minerals and volcanic glass. Fig. 3 shows the sizes of the quartz grains in the quartz-feldspar mass (microcrystalline quartz with a crystal size < 100  $\mu\text{m}$ ).



a)



b)

Fig. 2. Cross-section of the Pr porphyry grain with visible in groundmass: a) transformed feldspar grain with secondary carbonates, b) amphibole crystal with characteristic cleavage at an angle of 120° (a thin section, XPL, scale bar = 0.5 mm)

Rys. 2. Przekrój ziarna porfiru Pr, w cieście skalnym widoczny jest: a) przeobrażony kryształ skaleni z wtórnymi węglanami, b) kryształ amfibolu z charakterystyczną łupliwością pod kątem 120° (cienki szlif, XPL, znacznik długości = 0,5 mm)

Analiza na cienkich szlifach wykazała, że w skład kruszywa melafirowego wchodziły głównie skalenie, przede wszystkim plagioklasy oraz minerały nieprzezroczyste (tlenki żelaza), które były rozsiane dość regularnie w całym kruszywie (Rys. 4). Nieliczne ziarna melafiru zawierały kryształy kalcytu, natomiast wszystkie analizowane ziarna zawierały pory oraz szczeliny wypełnione chalcedonem oraz mikro i kryptokrystaliczną formą kwarcu (Rys. 5). Powyższe obserwacje są zgodne z ogólnie znaną wiedzą nt. melafirów. Według Maneckiego i Muszyńskiego [22] termin melafir jest stosowany do określenia paleozoicznych skał wylewnych odpowiadających składem bazaltom, o teksturach porowatych lub migdałowcowych. W obrazie mikroskopowym melafiry mogą mieć struktury afirowe lub porfirowe. Wypełnieniami pęcherzyków o typowych obłych kształtach jest najczęściej kalcyt, opal lub chalcedon.

Analiza na cienkich szlifach wykazała, że w skład kruszywa gabro Ga wchodziły głównie plagioklasy (labrador-bytownit), przeobrażone amfibole (hornblenda) oraz piroksen rombowy pokazane na Rys. 6.

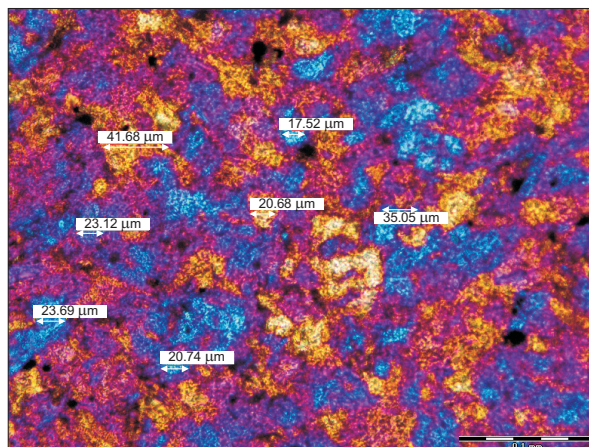


Fig. 3. Cross-section of the Pr porphyry grain with visible quartz grains with examples of the grain sizes (a thin section, XPL-G, scale bar = 0.1 mm)

Rys. 3. Przekrój ziarna porfiru Pr, widoczne są ziarna kwarcu z przykładowymi wielkościami kryształów (cienki szlif, XPL-G, znacznik długości = 0,1 mm)

The thin-section analysis showed that the melaphyrric aggregate was composed largely of feldspars, mainly plagioclases and opaque minerals (iron oxides), which



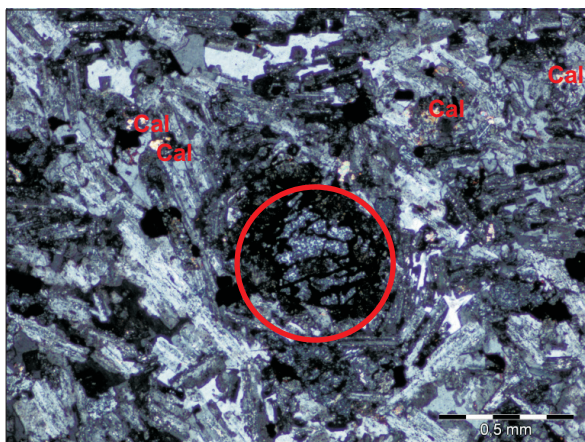


Fig. 4. Cross-section of the M melaphyre rock grain with many visible elongated feldspars, opaque minerals and single calcite grains (Cal). Void filled with chalcedony (Fig. 5) is marked (thin section, XPL, scale bar = 0.5 mm).

Rys. 4. Przekrój ziarna melafiru M, widoczne są liczne wydłużone skalenie, minerały nieprzezroczyste oraz pojedyncze ziarna kalcytu (Cal). Zaznaczono por wypełniony chalcedonem (Rys. 5), cienki szlif, XPL, znacznik długości = 0,5 mm

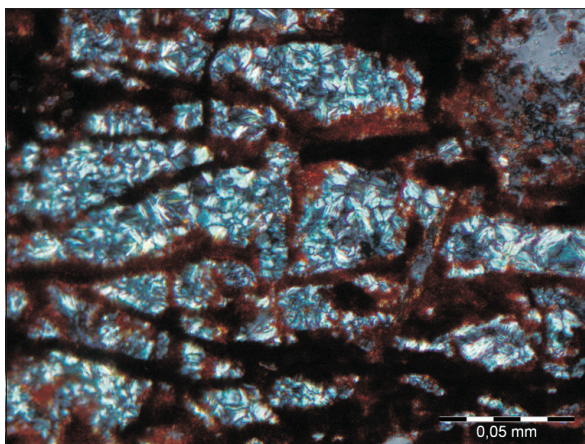


Fig. 5. Cross-section of the M melaphyre rock grain with visible typical fibrous chalcedony grains filling void and over it – opaque minerals, iron oxides (thin section, XPL, scale bar = 0.05 mm)

Rys. 5. Przekrój ziarna melafiru M, widoczne są charakterystyczne włókniste ziarna chalcedonu wypełniające por oraz nad nim – minerały nieprzezroczyste, tlenki żelaza (cienki szlif, XPL, znacznik długości = 0,05 mm)

W kruszywie granitowym Gr jako składniki główne zidentyfikowano kwarc i skalenie alkaliczne, jako składniki poboczne biotyt, oraz amfibole jako składniki akcesoryczne (Rys. 7).

Fig. 7. Cross-section of the Gr granite grain with many visible Q quartz grains and Bt biotite (thin section, XPL, scale bar = 0.5 mm)

Rys. 7. Przekrój ziarna granitu Gr, widoczne są liczne ziarna kwarcu Q oraz biotyt Bt (cienki szlif, XPL, znacznik długości = 0,5 mm)

were scattered quite regularly in the whole aggregate grains, as shown in Fig. 4. The sparse melaphyre grains contained calcite crystals. All the analysed grains contained voids and cracks filled with chalcedony and micro- and cryptocrystalline forms of quartz (Fig. 5). The above findings agree with the common knowledge about melaphyres. According to Manecki and Muszyński [22], the term melaphyre is applied to Palaeozoic extrusive rocks corresponding in their composition to basalts with a porous or amygdaloidal texture. In the macroscopic image melaphyres can have an aphyric or porphyric structure. Calcite, opal or chalcedony most often fill the typically oval blisters.

The thin-section analysis showed that gabbro aggregate Ga contained mainly plagioclases (labradorite-bytownite), metamorphosed amphiboles (hornblende) and rhombic pyroxene (Fig. 6).

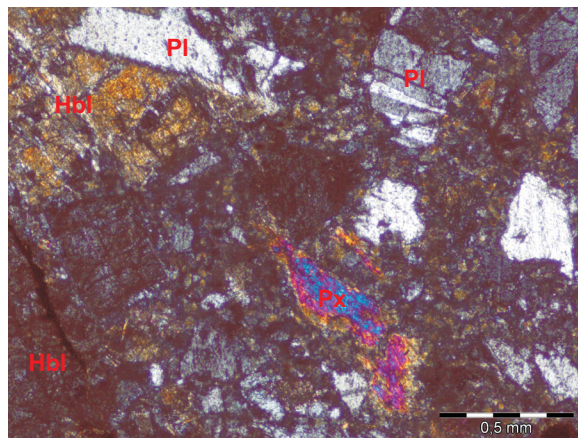
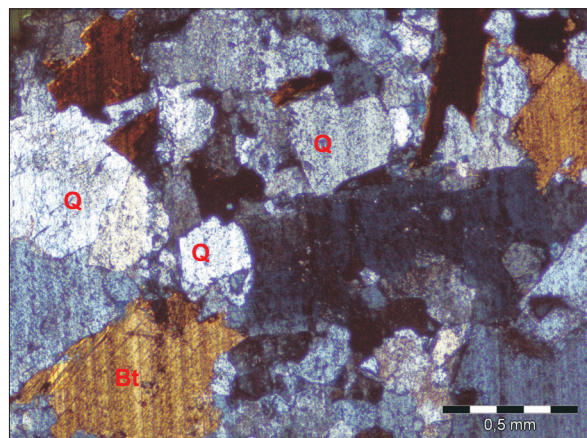


Fig. 6. Cross-section of the Ga gabbro grain with many visible PI plagioclases, Hbl hornblende, and Px pyroxene (thin section, XPL, scale bar = 0.5 mm)

Rys. 6. Przekrój ziarna gabbro Ga, widoczne są liczne plagioklasy PI, hornblenda Hbl oraz pirokseny Px (cienki szlif, XPL, znacznik długości = 0,5 mm)





### 3.2. EKSPANSJA ZAPRAW

Zgodnie z OST [23] pomiary ekspansji próbek zaprawy i betonu z badanym kruszywem są podstawą oceny reaktywności kruszywa poprzez przypisanie kategorii kruszywa niereaktywnego R0, umiarkowanie reaktywnego R1, silnie reaktywnego R2 lub bardzo silnie reaktywnego R3. Wyniki badania ekspansji próbek zapraw przedstawione na Rys. 8 i 9, potwierdziły przypuszczenia wynikające z obserwacji petrograficznych, dotyczące zagrożenia wystąpieniem ASR. Wydłużenie liniowe wszystkich badanych beleczek zapraw zwiększało się wraz ze wzrostem czasu trwania badania, jednak szybkość wzrostu wydłużenia była zależna od rodzaju zastosowanego kruszywa. Zaprawy z kruszywem melafirowym M oraz porfirowym Pr wykazały największy przyrost długości. Już po 6 dniach próbki wykonane z tych kruszyw charakteryzowały się wydłużeniem około 0,05% a po 14 dniach znacznie przekroczyły dopuszczalny limit 0,1%. Wydłużenie próbek z kruszywem porfirowym Pr wynosiło 0,15% i z kruszywem melafirowym M wynosiło 0,19%. Kruszywa bazaltowe B oraz gabro Ga nie wykazały podatności na reakcję alkaliczną. Wydłużenie próbek zapraw, niezależnie od rodzaju zastosowanego cementu dla obu kruszyw wynosiło około 0,03% po 28 dniach badania. Wpływ zawartości  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  w cemencie na wydłużenie próbek zapraw najbardziej widoczny jest w przypadku kruszywa granitowego Gr. Po 14 dniach badania kruszywo granitowe Gr kwalifikuje się do kategorii R0. Jednak po 28 dniach ekspansja zapraw z cementem 2 wyraźnie przekroczyła limit 0,1%. W przypadku kruszyw nie wykazujących skłonności do ekspansji, bazalt B i gabro Gr oraz kruszywa szybko reagującego, porfir Pr, różnice wydłużenia próbek związane z różnicą zawartości alkaliów w cemencie były niewielkie.

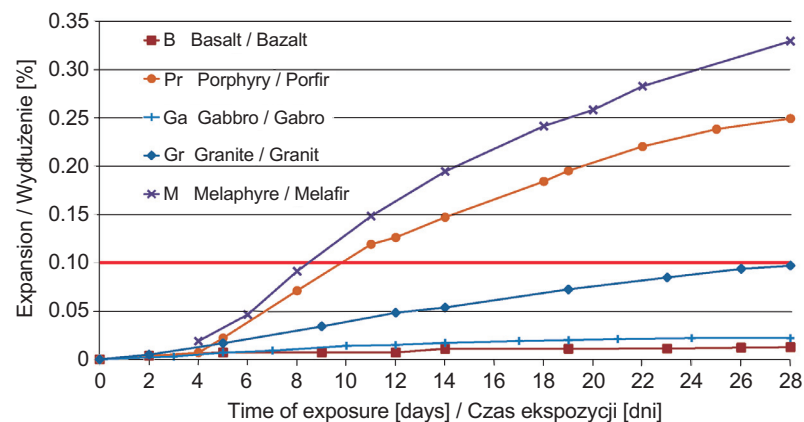


Fig. 8. Expansion of mortar specimens with aggregates from igneous rocks as a function of exposure time on 1 N NaOH solution at 80°C, cement 1

Rys. 8. Wydłużenie próbek zaprawy z kruszywami ze skał magmowych w funkcji czasu ekspozycji na 1 N roztwór NaOH i temperaturę 80°C, cement 1

Granite aggregate Gr was found to contain quartz and alkali feldspars as the primary components, biotite as the secondary component and amphiboles as the accessory components (Fig. 7).

### 3.2. EXPANSION OF MORTAR BARS

According to General Technical Specification [23], measurements of the expansion of mortar bar and concrete prism specimens containing the analysed aggregate are the basis for evaluating aggregate reactivity and assigning aggregates to the following categories: non-reactive aggregate R0, moderately reactive aggregate R1, highly reactive aggregate R2 and very highly reactive aggregate R3. The mortar bar expansion test results presented in Figs 8 and 9 confirmed the inferences stemming from the petrographic analyses, concerning the risk of ASR. The linear expansion of all the tested mortar bars increased over time, but the rate of expansion depended on the type of aggregate. Mortars containing melaphyric aggregate M and porphyric aggregate Pr showed the largest increase in their length. Already after 6 days the specimens made of the above aggregates were characterized by an expansion of about 0.05% and after 14 days they considerably exceeded the permissible limit of 0.1%. The expansion of the specimens with porphyric aggregate Pr amounted to 0.15% while that of the specimens with melaphyric aggregate M amounted to 0.19%. Basalt aggregates B and gabbro aggregates Ga were found to be unsusceptible to ASR. Regardless of the cement used, the expansion of the mortar specimens for the two aggregates amounted to 0.03% after 28 days of testing. The effect of the  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  content in the cement on the expansion of the mortar specimens is most visible in the case of granite aggregate

Gr. After 14 days of testing aggregate Gr falls into category R0. However, after 28 days the expansion of the mortars with cement 2 clearly exceeded the limit of 0.1%. In the case of the aggregates unsusceptible to expansion (basalt B, gabbro Gr and quick-reacting porphyric aggregate Pr), the differences in specimen expansion, due to the different alkali content, were small.

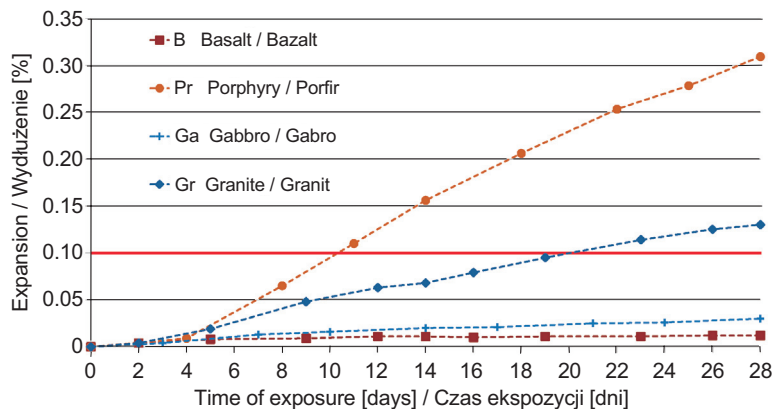


Fig. 9. Expansion of mortar bar specimens with aggregates from igneous rocks as a function of exposure time on 1 N NaOH solution at 80°C, cement 2  
Rys. 9. Wydłużenie próbek zaprawy z kruszywami ze skał magmowych w funkcji czasu ekspozycji na 1 N roztwór NaOH i temperaturę 80°C, cement 2

### 3.3. ANALIZA MIKROSTRUKTURY ZAPRAW

Na Rys. 10 przedstawiono zdjęcia mikrostruktury próbki obserwowanej w mikroskopie stereoskopowym w świetle odbitym, natomiast na Rys. 11 i 12 – w skaningowym mikroskopie elektronowym. W celu identyfikacji produktów reakcji alkalia-kruszywo przedstawiono również wyniki analizy w mikroobszarze. Specjalnie przygotowane preparaty wykonano z próbek zapraw po 28 dniach przechowywania w 1 N roztworze NaOH i temperaturze 80°C. Niezależnie od wielkości, większość spękanych ziaren porfiru Pr była wypełniona białym żelem (Rys. 10). Żel migrował z kruszywa do matrycy cementowej oraz do porów powietrznych.

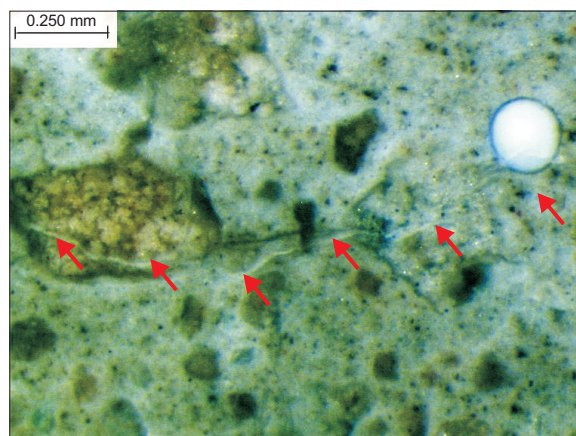
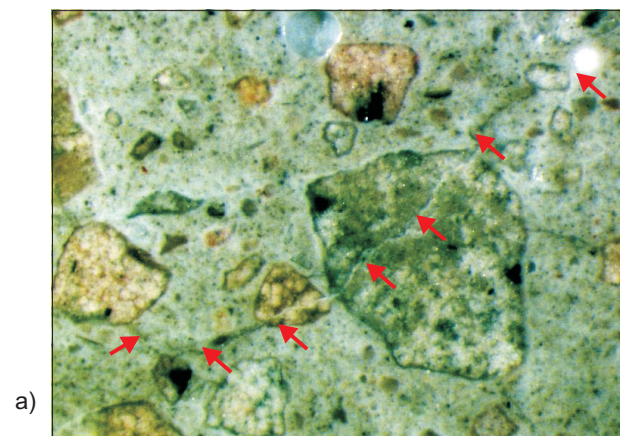


Fig. 10. Typical elements of mortar microstructure with Pr porphyritic aggregate: a) and b) cracks filled with ASR gel, in Pr porphyry grains and cement matrix as well as air-voids completely filled with ASR gel

Rys. 10. Charakterystyczne elementy mikrostruktury zaprawy z kruszywem porfirowym Pr: a) i b) rysy wypełnione żelem ASR, w ziarnach porfiru Pr i w matrycy cementowej oraz pory powietrzne całkowicie wypełnione żelem ASR

Wyniki analizy mikrostruktury zapraw w SEM są spójne z wcześniejszymi wynikami pomiaru wydłużenia. Zidentyfikowano żel krzemianu wapniowo-sodowo-potasowego, który wypełniał rysy w kruszywie oraz matrycy, a także pory powietrzne (Rys. 11 i 12). Ekspansywny żel o składzie

### 3.3. MICROSTRUCTURAL ANALYSIS OF MORTARS

Photographs of the mortar bar specimen microstructure examined under a stereoscopic microscope in reflected light and under an electron scanning microscope are shown respectively in Fig. 10 and in Figs 11 and 12. Also the results of a microarea analysis are presented to identify alkali-aggregate reaction products. The microscopic specimens were taken from the mortar specimens after 28 days of storing in 1 N NaOH solution at the temperature of 80°C. Regardless of their size, most of the cracked Pr grains were filled with white gel (Fig. 10). The gel migrated from the aggregate to the cement matrix and to air-voids.

The results of the mortar microstructure SEM analysis are consistent with the results of the preceding expansion measurements. The gel filling cracks in the aggregate and in the matrix, and the air voids was identified as calcium-sodium-potassium silicate gel (Figs 11 and 12). The

Si-Ca-Na-K, wynikający z obecności reaktywnych składników mineralnych w kruszywie spowodował wydłużenie badanych próbek zapraw. W składzie żelu oszacowanego na podstawie analizy, większy pik pochodzący od sodu w porównaniu do pik potasu wynika przede wszystkim ze sposobu przechowywania próbek – w roztworze NaOH (Rys. 11 i 12). W Tabl. 3 zaprezentowano wyznaczone stosunki alkaliów oraz wapnia do krzemu na podstawie wyników analizy EDS w co najmniej 30 punktach-mikroobszarach w obrębie żelu wypełniającego spękania.

expansion of the tested mortar specimens was caused by the expansive Si-Ca-Na-K gel resulting from the presence of reactive mineral components in the aggregate. The larger peak originating from sodium (higher than the potassium peak) in the analytically estimated gel composition stems from the way in which the specimens were stored in the NaOH solution (Figs 11 and 12). Table 3 shows the ratios of alkali and calcium to silicon, determined on the basis of the results of an EDS analysis of at least 30 points-microareas in the gel filling the cracks.

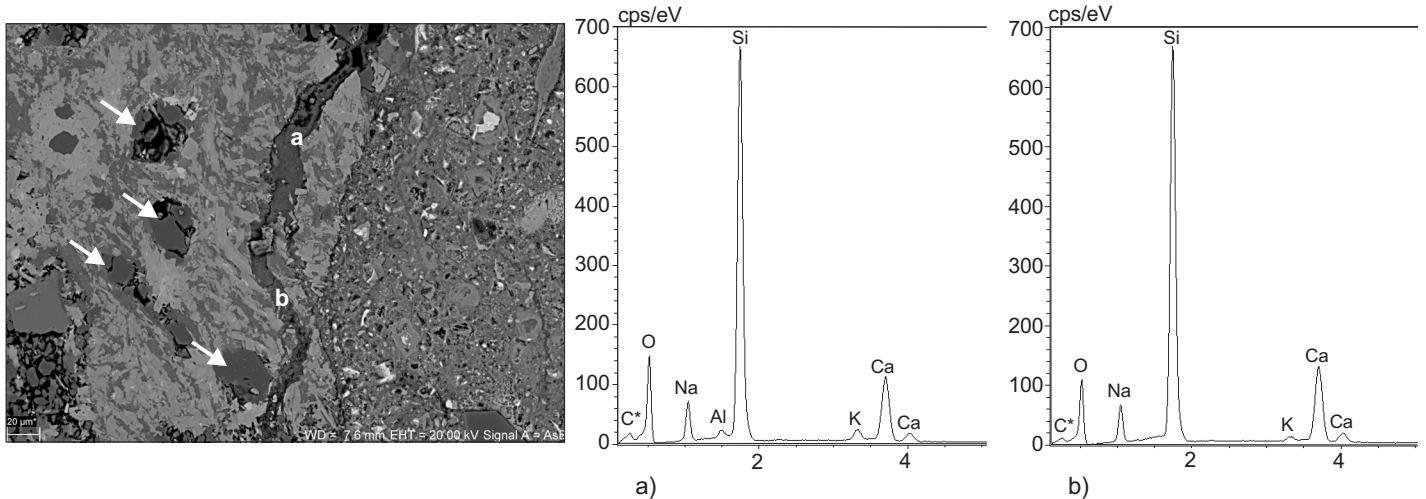


Fig. 11. Microphotograph of a cracked particle of M melaphyre with results of the composition analysis of Si-Ca-Na-K gel in microareas marked (a) and (b), arrows mark voids filled with quartz

Rys. 11. Mikrofotografia spękanego ziarna melafiru M wraz z wynikiem analizy składu żelu Si-Ca-Na-K w mikroobszarach oznaczonych (a) i (b), strzałkami zaznaczono pory wypełnione kwarcem

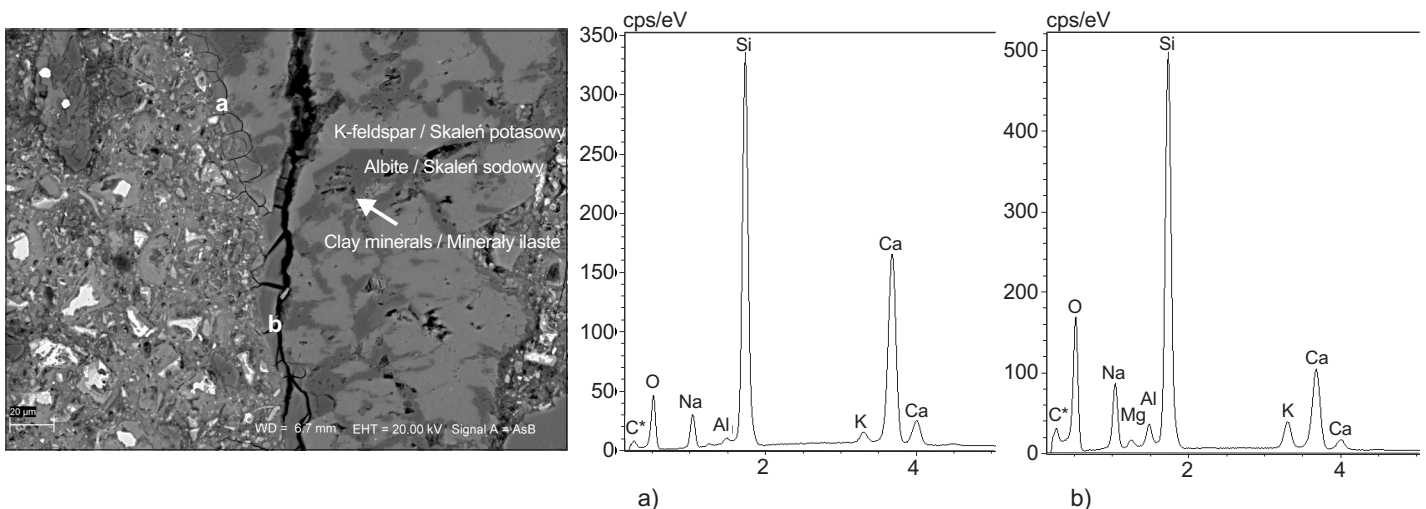


Fig. 12. Microphotograph of a cracked Pr porphyry particle with results of the composition analysis of Si-Ca-Na-K gel in microareas marked (a) and (b)

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



Table 3. Ratios of alkali and calcium to silicon characterizing gel in specimens of mortar with aggregate calculated basing on results of 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	Na/Si	(Na+K)/Si	Ca/Si
Pr porphyry / Porfir Pr	0.25	0.30	0.76
M melaphyre / Melafir M	0.18	0.20	0.45

### 3.4. EKSPANSJA PRÓBEK BETONU

Na Rys. 13 przedstawiono wyniki ekspansji próbek betonowych, przechowywanych w 38°C w wilgotności  $\geq 95\%$  przez 365 dni. Widoczny jest podobny przebieg krzywych ekspansji betonu z bazaltem B oraz granitem Gr. Po 90 dniach badania próbki wykazały ciągły i systematyczny wzrost ekspansji, jednak po roku nie przekroczyły limitu 0,040%. Natomiast próbki z kruszywem porfirowym Pr charakteryzowały się szybszym i gwałtowniejszym wydłużeniem, a po 365 dniach ekspansja wynosiła 0,044%. Na próbkach z porfirem widoczne były charakterystyczne białe wycieki (Rys. 14). Powyższe wyniki są zgodne z rezultatami opublikowanymi w literaturze [24], [25], [26]. Znaczna większość reaktywnych kruszyw wykazuje okres inicjacji prawie bez widocznej ekspansji próbek lub nawet charakteryzuje się niewielkim skurczem. Typową krzywą ekspansji próbek betonowych badanych w 38°C i warunkach wysokiej wilgotności można scharakteryzować za pomocą trzech następujących po sobie faz: początkowej fazy, w której zaczyna się pęcznienie, potem następuje faza znacznej ekspansji próbek, a na końcu widoczny jest spadek szybkości rozszerzania charakteryzujący wygaszenie reakcji [24], [25]. W próbkach betonu z badanymi kruszywami nie stwierdzono skłonności do stabilizacji ekspansji, jak np. w betonach z kruszywem wapiennym, opisanych w [2].

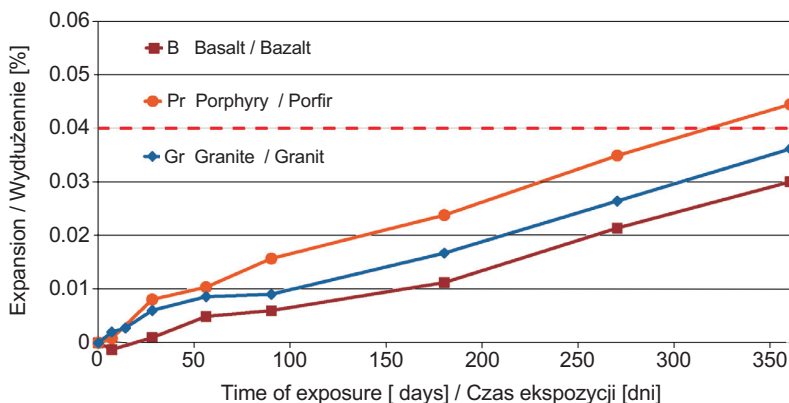


Fig. 13. Expansion of concrete specimens stored at 38°C and humidity  $\geq 95\%$  through 365 days

Rys. 13. Wydłużenie próbek betonowych przechowywanych w 38°C w wilgotności  $\geq 95\%$  przez 365 dni

### 3.4. EXPANSION OF CONCRETE PRISMS

Fig. 13 shows the expansion of concrete specimens stored at 38°C at the humidity level  $\geq 95\%$  for 365 days. As one can see, the expansion curves for concrete with basalt B and with granite Gr have a similar shape. After 90 days of testing the expansion of the specimens continuously and systematically increased, but after a year it did not exceed the limit of 0.040%. Whereas the specimens with porphyritic aggregate Pr were characterized by quicker and more rapid expansion, which after 365 days amounted to 0.044%. Characteristic white leakages were visible on the specimens with porphyry (Fig. 14). The above results agree with the results reported in the literature [24], [25], [26]. A substantial majority of the reactive aggregates shows a certain initiation period with no visible expansion of the specimens, or even some shrinkage. A typical expansion curve for the concrete specimens tested at 38°C in high humidity conditions can be described as consisting of three consecutive phases: an initial phase in which swelling begins, a phase of considerable expansion and a final phase in which the rate of expansion slows down [24], [25]. No tendency for the expansion to stabilize, as it had been observed for, e.g. concretes with limestone aggregates [2], was observed for the concrete prisms with the tested aggregates.

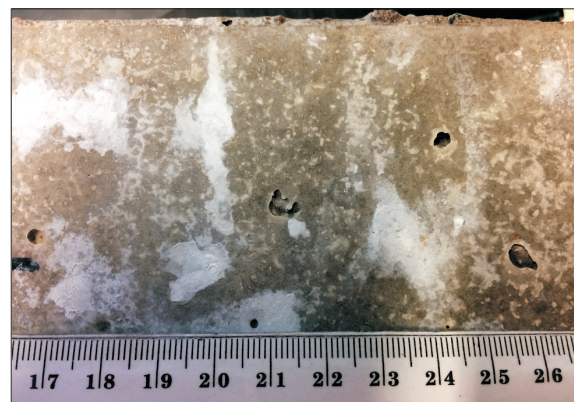


Fig. 14. Typical white effluents on a specimen with Pr porphyry after testing at 38°C and conditions of high humidity

Rys. 14. Charakterystyczne białe wycieki na próbce z porfirem Pr po badaniu w 38°C i w warunkach wysokiej wilgotności



## 4. DYSKUSJA

Wyniki analizy petrograficznej kruszyw oraz ekspansji próbek zapraw i betonów są spójne i uzupełniają się nawzajem. W kruszywie bazaltowym B (skała wylewna) oraz gabro Ga (skała głębinowa) nie stwierdzono obecności szkodliwych minerałów, które potencjalnie mogłyby wywołać zjawisko reakcji alkalicznej. Obserwacje te potwierdziły badania próbek zapraw poddanych działaniu roztworu NaOH w 80°C. Niezależnie od zastosowanego cementu (0,88% i 1,12%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ ) ekspansja próbek była znacznie mniejsza od wartości 0,1% wyznaczającej granicę dla kruszywa nie reaktywnego R0. Przeprowadzone badanie długotrwałe w 38°C i warunkach wysokiej wilgotności na próbkach betonowych z kruszywem bazaltowym B również potwierdziło brak reaktywności tego rodzaju kruszywa. W granicie Gr (skała głębinowa) w opisie petrograficznym nie rozpoznano obecności reaktywnych składników poza sporadycznymi kryształami kwarcu w stanie naprężeń. Na podstawie długotrwałych badań reaktywności alkalicznej w 38°C oraz 14-dniowych w 80°C sklasyfikowano kruszywo jako niereaktywne. W przypadku zastosowania cementu o wyższej zawartości alkaliów (1,12%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ ) wydłużenie po 14 dniach wynosiło 0,07%, tj. również było mniejsze od 0,1%. Wydłużenie czasu badania do 28 dni spowodowało, że ekspansja próbek osiągnęła 0,13%, co może świadczyć o wolniejszym tempie inkubacji. Wyniki badań portugalskich granitów uzyskane przez Santos Silvy i in. [27] oraz granitów z Ameryki Południowej wg de Paiva Gomes Neto i in. [28] potwierdzają powyższe przypuszczenia. Głównym czynnikiem wpływającym na podatność tego rodzaju skał na reakcję z alkaliami był kwarc w stanie naprężeń. Z uwagi na mniejszą szybkość reakcji związaną z ograniczonym dostępem do reaktywnych minerałów, autorzy [27] zalecają przedłużenie czasu badania kruszyw ze skał magmowych (bazaltów i granitów) w 80°C i roztworze NaOH. Wydłużenie czasu trwania badania do 100 dni w przypadku kruszyw granitowych pozwoliło uzyskać dobrą korelację z wynikami analizy petrograficznej oraz z wynikami uzyskanymi z rzeczywistych konstrukcji betonowych. W skałach wylewnych, melafirze M i porfirze Pr, wykryto potencjalnie reaktywne składniki, chalcedon i trydymit (melafir), oraz kwarc mikrokrystaliczny i szkliwo wulkaniczne (porfir). Obecność składników reaktywnych potwierdziły wyniki badania wydłużenia próbek przeprowadzone w 38°C i 80°C. Zarówno wydłużenie próbek zapraw z porfirem Pr, jak i melafirem M, znacznie przekroczyło granicę 0,1%. Analiza mikrostruktury przy wykorzystaniu SEM i EDS pozwoliła na identyfikację produktów reakcji alkalia-kruszywa w postaci żelu, który wypełniał rysy w kruszywie i matrycy cementowej oraz pory

## 4. DISCUSSION

The results of the petrographic analyses of the aggregates and those of the expansion tests of the mortar and concrete specimens are mutually complementary. No deleterious minerals, which could trigger the alkali reaction, were found to be present in basalt (extrusive rock) aggregates B and gabbro (intrusive rock) aggregates Ga. This finding was confirmed by the results of tests of mortar specimens subjected to the action of NaOH solution at 80°C. Regardless of the cement used (0.88% and 1.12%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ ), the expansion of the specimens was considerably below the 0.1% limit for non-reactive aggregate R0. Also the long-term testing of concrete specimens with basalt aggregate B at 38°C in high humidity conditions showed this type of aggregate to be non-reactive. No reactive components were identified in the petrographic description of granite Gr (intrusive rock) except for single strain quartz crystals. On the basis of the long-term test of alkali reactivity at 38°C and the 14-day test of this reactivity at 80°C the aggregate was classified as non-reactive. In the case of the use of cement with a higher alkali content (1.12%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ ) the expansion after 14 days amounted to 0.07%, i.e. it was smaller than 0.1%. When the test duration was extended to 28 days, the expansion of the specimens reached 0.13%, which can be indicative of a lower rate of incubation. The results of the investigations of Portuguese granites reported by Santos Silva et al. [27] and of South American granites reported by de Paiva Gomes Neto et al. [28] confirm the above inferences. Highly strained quartz was found to be mainly responsible for the susceptibility of such rocks to ASR. Considering the lower reaction rate due to the limited access to the reactive minerals, the authors of [27] recommend to extend the duration of the test (at 80°C in NaOH solution) of aggregates produced from igneous rocks (basalts and granites). In the case of granite aggregates, when the duration of the test was extended up to 100 days, a good correlation with the petrographic analysis results and the results of tests carried out on real concrete structures was obtained. Potentially reactive components: chalcedony and tridymite (melaphyre), and microcrystalline quartz and volcanic glass (porphyry) were detected in the extrusive rocks, i.e. melaphyre M and porphyry Pr. The presence of the reactive components was confirmed by the results of the expansion tests carried out at 38°C and 80°C. The expansion of both the mortar specimens with porphyry Pr and the ones with melaphyre M considerably exceeded the limit of 0.1%. The SEM-EDS analyses of the alkali-aggregate reaction products in the form of the gel filling cracks in

powietrzne. Do kwalifikacji reaktywności kruszyw zastosowano kryteria oceny sformułowane w Ogólnych Specyfikacjach Technicznych GDDKiA [23]. Na podstawie przeprowadzonych badań wydłużenia próbek zapraw i betonów zaklasyfikowano:

- bazalt B – kategoria R0,
- gabbro Ga – kategoria R0,
- granit Gr – kategoria R0,
- porfir Pr – kategoria R1,
- melafir M – kategoria R1.

Badania dotyczące reaktywności alkalicznej kruszyw, obejmujące swoim programem polskie kruszywa ze skał magmowych, prowadzili m.in. Owsiak [29], Piasta [30], Naziemiec [31] oraz Góralczyk [32]. Owsiak [29] przeprowadziła badania wg polskiej normy [33] i stwierdziła, że przyczyną zniszczenia próbek zaprawy z kruszywem granitowym i cementem o zawartości alkaliów  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 1,26\%$  przechowywanych w temperaturze  $38^\circ\text{C}$  i wilgotności względnej powyżej 85% była reakcja alkaliczna. Ocenę reaktywności kruszywa przeprowadza się po 360 dniach. Jeśli ekspansja wynosi poniżej 0,1% kruszywo uznaje się za niereaktywne. Przez pierwsze 18 miesięcy badania wydłużenie próbek było niewielkie, poniżej 0,1%. Znaczący wzrost ekspansji, świadczący o wydłużonym okresie inkubacji reakcji, zauważono po 21 miesiącach, a po 30 wydłużenie próbek wyniosło 0,6%. Badania przeprowadzone przez Piastę i in. [30] dotyczyły m.in. podatności na reakcję alkaliczną polskich i ukraińskich kruszyw magmowych. Analizie poddano dwa kruszywa bazaltowe, dwa granity oraz granodioryt. Reaktywność kruszyw określono na podstawie badań przyspieszonych na zaprawach (ASTM C1260, cement 0,66%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  oraz analizy mikrostruktury badanych kruszyw i zapraw. Wszystkie analizowane kruszywa bazaltowe i granitowe charakteryzowały się ekspansją niższą niż 0,1% po 14 dniach ekspozycji w 1 N NaOH, jednak różniły się szybkością przyrostu wydłużenia w czasie. Polskie kruszywo bazaltowe wykazało niemal zerową ekspansję w testach wydłużonych do 30 dni i zostało sklasyfikowane jako niereaktywne, co potwierdziły badania petrograficzne. Bazalt z Ukrainy, podobnie jak badane granity, wykazywał powolny przyrost wydłużenia od 6 dnia badania i ostatecznie osiągnął 0,07% po 30 dniach. W badaniach petrograficznych ukraińskiego bazaltu wykryto niewielką obecność chalcedonu, co może tłumaczyć powyższe różnice w podatności na działanie alkaliów. Kruszywa bazaltowe scharakteryzowane w pracach Naziemca i in. [31] oraz Góralczyka i Filipczyka [32] za pomocą różnych metod badania reaktywności alkalicznej, zarówno przyspieszonych jak i długotrwałych, za każdym razem zostały określone jako niereaktywne (R0).

the aggregate and in the cement matrix and air voids was performed. The evaluation criteria defined in General Technical Specification [23] of the GDDKiA were used to classify the aggregates according to their reactivity. On the basis of the expansion tests of the mortar bars and the concrete prisms, the aggregates were classified as follows:

- basalt B – category R0,
- gabbro Ga – category R0,
- granite Gr – category R0,
- porphyry Pr – category R1,
- melaphyre M – category R1.

Studies of the alkali reactivity of aggregates, covering Polish aggregates produced from igneous rocks, have been conducted by Owsiak [29], Piasta [30], Naziemiec [31], and Góralczyk [32]. Owsiak [29] carried out such investigations in accordance with the Polish standard [33] and found that the alkali-silica reaction was the cause of the destruction of granite aggregate and cement mortar specimens with the alkali content  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 1.26\%$ , stored at the temperature of  $38^\circ\text{C}$  and a relative humidity over 85%. The reactivity of an aggregate is evaluated after 360 days. If the value of expansion is below 0.1%, the aggregate is considered to be non-reactive. For the first 18 months of testing, the expansion of the specimens was small – below 0.1%. A significant increase in expansion, indicative of a longer reaction incubation period, was noticed after 21 months, and after 30 months the expansion of the specimens amounted to 0.6%. Piasta et al. [30] studied the susceptibility of Polish and Ukrainian igneous aggregates to ASR. Two basalt aggregates, two granites and granodiorite were analysed. The reactivity of the aggregates was determined through accelerated tests on mortars (ASTM C1260, cement with 0.66%  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  content) and according to the microstructure analysis of the investigated aggregates and mortars. All the analysed basalt and granite aggregates were characterized by an expansion below 0.1% after 14 days of exposure in 1 N NaOH, but they differed in the rate of elongation of mortar bars over time. The Polish basalt aggregate showed nearly zero expansion in the tests prolonged to 30 days and was classified as non-reactive, which was confirmed by petrographic analyses. The Ukrainian basalt, similarly as the granites, from the 6<sup>th</sup> test day onwards showed a slow increment in expansion, ultimately reaching 0.07% after 30 days. The petrographic analysis of the Ukrainian basalt revealed a small presence of chalcedony, which may explain the above differences in susceptibility to ASR. The basalt aggregates characterized by Naziemiec et al. [31] and

W przypadku granitów otrzymane wyniki nie były jednoznaczne – granit scharakteryzowany w [31] nie wykazywał reaktywności w testach przyspieszonych i długotrwałych, natomiast w [32] granit badany za pomocą metody długotrwałej AAR-3 sklasyfikowano jako umiarkowanie reaktywny (R1). Góralczyk i Filipczyk [32] uzyskali wydłużenie próbek zapraw z kruszywem granitowym po 14 dniach badania wg AAR-2 dwukrotnie wyższe od wyników otrzymanych wg ASTM C1260 przez Naziemca i in. [31], odpowiednio 0,09-0,10% i 0,041%. Autorzy nie sprecyzowali dokładnej lokalizacji i czasu poboru próbek kruszyw granitowych. Niezależnie od możliwej zmienności składu mineralnego kruszywa granitowego, min. zawartość  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  w cemencie, która wg AAR-2 wynosi 1%, w istotny sposób może wpłynąć na końcową wartość wydłużenia próbek. W przeprowadzonych badaniach dla kruszyw krajowych magmowych (bazalt, gabbro, granit i porfir) otrzymano większe wyniki wydłużenia próbek zapraw przy zastosowaniu cementu o wyższej zawartości  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$ , jednak nie wpłynęło to na końcową klasyfikację kruszywa. Zarówno dla  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  równego 0,88% jak i 1,12% kruszywo bazaltowe, granitowe i gabbro przypisano do kategorii R0, a porfir – R1.

## 5. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można sformułować następujące wnioski:

1. Wzajemnie uzupełniające się metody badania reaktywności kruszyw zawarte w instrukcjach GDDKiA OST „Nawierzchnie betonowe” umożliwiły jednoznaczną klasyfikację kruszyw z wybranych krajowych skał magmowych odnośnie ich podatności na ryzyko reakcji z alkaliom.
2. W kruszywach ze skał bazaltowych i gabbro nie stwierdzono obecności reaktywnych składników mineralnych.
3. W ziarnach kruszywa z porfiru i melafiru występowały znaczne ilości reaktywnych minerałów: chalcedonu i trydymitu (melafir), oraz kwarcu mikrokryształicznego i szkliwa wulkanicznego (porfir).
4. Kruszywa ze skał magmowych na podstawie badania ekspansji próbek zaklasyfikowano następująco:
  - kategoria R0 (niereaktywne) w przypadku bazaltu, gabra i granitu,
  - kategoria R1 (umiarkowanie reaktywne) w przypadku porfiru i melafiru
5. W próbkach zapraw z kruszywem z kategorii R1 zidentyfikowano występowanie żelu krzemianu wapniowo-potasowego, potwierdzając ich podatność na reakcję z wodorotlenkami sodu i potasu.

Góralczyk and Filipczyk [32] using various alkali reactivity investigation methods, both accelerated and long-term, each time were classified as non-reactive (R0). In the case of the granites, the results were not unequivocal – the granite characterized in [31] did not show any reactivity in accelerated and long-term tests, whereas in [32] the granite tested using long-term method AAR-3 was classified as moderately reactive (R1). After 14 days of testing in accordance with AAR-2 Góralczyk and Filipczyk [32] recorded the expansion of mortars with the granite aggregate twice higher than the one obtained by Naziemiec et al. [31], respectively 0.09-0.10% and 0.041%, using the ASTM C1260 method. The authors did not specify the precise location where and when the granite aggregate had been taken. Regardless of possible variation in granite aggregate mineral composition, the minimum  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  content in the cement, which according to AAR-2 amounts to 1%, can significantly affect the ultimate mortar bars expansion value. In the case of the tests carried out on domestic aggregates (basalt, gabbro, granite and porphyry), larger expansion of the mortar specimens were obtained when cement with a higher  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  content was used, but this had no effect on the final classification of the aggregate. For both the  $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}}$  content of 0.88% and 1.12% the basalt aggregate, the granite aggregate and the gabbro aggregate were assigned to category R0 and the porphyry aggregate to category R1.

## 5. CONCLUSIONS

The following conclusions can be drawn from the presented investigations:

1. Mutually complementary aggregate reactivity testing methods included in the GDDKiA General Technical Specification “Concrete Pavements” enabled the unambiguous classification of aggregate produced from selected domestic igneous rocks with regard to their susceptibility to the alkali-silica reaction.
2. No reactive mineral components were found in the aggregates produced from basalt, gabbro rocks.
3. Significant amounts of the reactive minerals: chalcedony and tridymite (melaphyre) and microcrystalline quartz and volcanic glass (porphyry) occurred in the grain of the aggregates produced from porphyry and melaphyre.
4. On the basis of the mortar bar and concrete prism expansion test results the aggregates from igneous rock were classified as follows:



potasowego, potwierdzając ich podatność na reakcje z wodorotlenkami sodu i potasu.

6. Mikroskopowa analiza wykazała, że ekspansywny żel Si-Ca-Na-K przemieścił się z ziaren kruszywa do matrycy cementowej i całkowicie wypełnił pory w matrycy.

## INFORMACJE DODATKOWE

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

## BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] *Kukielska D., Góralczyk S.*: Reaktywność alkaliczna kruszyw, *Mining Science - Mineral Aggregates*, **22**, 1, 2015, 101-110
- [2] *Glinicki M.A., Józwiak-Niedźwiedzka D., Antolik A., Dziedzic K., Gibas K.*: Susceptibility of selected aggregates from sedimentary rocks to alkali-aggregate reaction. *Roads and Bridges - Drogi i Mosty*, **18**, 1, 2019, 5-24, DOI: 10.7409/rabdim.019.001
- [3] Praca zbiorowa pod redakcją *Szuflickiego M., Malon A., Tymińskiego M.*: Bilans zasobów złóż kopalin w Polsce wg stanu na 31.12.2017 r. Państwowa Służba Geologiczna, Państwowy Instytut Geologiczny, Warszawa, 2018
- [4] *Rembiś M.*: Mineralno-teksturalna zmienność wybranych skał bazaltowych Dolnego Śląska i jej rola w kształtowaniu fizyczno-mechanicznych właściwości produkowanych kruszyw. *Gospodarka Surowcami Mineralnymi*, Tom 27, Zeszyt 3, 2011, 29-49
- [5] *Góralczyk S., Pabich A.*: Analiza jakości krajowych kruszyw. *Kruszywa Mineralne t. 2*. Wydział Geoinżynierii, Górnictwa i Geologii Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2018, 49-60
- [6] *Fernandes I., Broekmans M.A.T.M., Nixon P., Sims I., Ribeiro M.A., Børge F.N.F.*: Alkali-silica reactivity of some common rock types a global petrographic atlas. In: *Drimalas T., Ideker J.H., Fournier B.* (Eds.), The 14th International Conference on Alkali-Aggregate Reactions in Concrete, Austin, Texas, USA, 2012
- [7] *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. The 15th International Conference on Alkali-Aggregates Reaction, Sao-Paulo, Brazil, 2016
- basalt, gabbro and granite – category R0 (non-reactive),
  - porphyry and melaphyre – category R1 (moderately reactive).
5. Si-Ca-Na-K gel was found to occur in the mortar bars with the R1 category aggregate, confirming their susceptibility to the reaction with sodium and potassium hydroxides.
6. Microscopic examinations showed that the expansive Si-Ca-Na-K gel had moved from the aggregate grains to the cement matrix and completely filled the voids in the matrix.

## ACKNOWLEDGEMENT

The paper has been prepared as 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 Highways within 2016-2019. The authors express thanks to Lafarge S.A. for delivering cement for research.

- [8] *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. In: *Okada K., Nishibayashi S. and Kawamura M.* (Eds.), Proceedings of The 8th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete (ICAAR), Kyoto, Japan, 1989, 537-542
- [9] *Batic O., Maiza P., Sota J.*: Alkali silica reaction in basaltic rocks NBRI method. *Cement and Concrete Research*, **24**, 7, 1994, 1317-1326
- [10] *Castro N., Fernandes I., Santos Silva A.*: Alkali reactivity of granitic rocks in Portugal: A case study. 12th Euroseminar on Microscopy Applied to Building Material, Dortmund, Germany, 15-19 September 2009, 62-72
- [11] *Hagelia P., Fernandes I.*: On the AAR susceptibility of granitic and quartzitic aggregates in view of petrographic characteristics and accelerated testing. In: *Drimalas T., Ideker J.H., Fournier B.* (Eds.), The 14th International Conference on Alkali-Aggregate Reactions in Concrete, Austin, Texas, USA
- [12] *Fatt N.T., Raj J.K., Ghani A.A.*: Potential Alkali-Reactivity of Granite Aggregates in the Bukit Lagong Area, Selangor, Peninsular Malaysia. *Sains Malaysiana*, **42**, 6, 2013, 773-781
- [13] *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



- [14] *Wenk H.R., Monteiro P.J.M., Shomglin K.*: Relationship between aggregate microstructure and mortar expansion. A case study of deformed granitic rocks from Santa Rosa mylonite zone. *Journal of Materials and Science*, **43**, 2008, 1278-1285
- [15] *Kerrick D., Hooton R.*: ASR of concrete aggregate quarried from a fault zone: results and petrographic interpretation of accelerated mortar bar tests. *Cement and Concrete Research*, **22**, 1992, 949-960
- [16] *Wakizaka Y.*: Alkali-silica reactivity of Japanese rocks. *Engineering Geology*, **56**, 2000, 211-221
- [17] RILEM Recommended Test Method: AAR-2-Detection of Potential Alkali-Reactivity-Accelerated Mortar-Bar Test Method for Aggregates, 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, *Nixon P.J. and Sims I.* (Eds.), Springer, 2016
- [18] Ogólna Specyfikacja Techniczna, D-05.03.04: Nawierzchnia z betonu cementowego, Załącznik nr 1: Instrukcja badania reaktywności kruszyw metodą przyspieszoną w 1 N roztworze NaOH w temperaturze 80°C. Generalna Dyrekcja Dróg Krajowych i Autostrad, Warszawa, 2018
- [19] Ogólna Specyfikacja Techniczna, D-05.03.04: Nawierzchnia z betonu cementowego, Załącznik nr 2: Instrukcja badania reaktywności kruszyw w temperaturze 38°C według ASTM C1293/RILEM AAR-3. Generalna Dyrekcja Dróg Krajowych i Autostrad, Warszawa, 2018
- [20] *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
- [21] *Jóźwiak-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
- [22] Praca zbiorowa pod redakcją *Maneckiego A., Muszyńskiego M.*: Przewodnik do petrografii. AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2008
- [23] Ogólna Specyfikacja Techniczna D-05.03.04 Nawierzchnia z Betonu Cementowego. Generalna Dyrekcja Dróg Krajowych i Autostrad, Załącznik Nr 1 do Zarządzenia Nr 23 Generalnego Dyrektora Dróg Krajowych i Autostrad z dnia 7 Czerwca 2018 r.
- [24] *Carles-Gibergues A., Cyr M.*: Interpretation of Expansion Curves of Concrete Subjected to Accelerated Alkali-Aggregate Reaction (AAR) Tests. *Cement and Concrete Research*, **32**, 2002, 691-700
- [25] *Li Ch., Ideker J.H., Thomas M.D.A.*: Observations on Using Expanded Clay to Control the Expansion Caused by Alkali-Silica Reaction. Proceedings of the 15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Sao Paulo, Brazil, 3-7 July 2016
- [26] *Fournier B., Bérubé M.A., Frenette J.*: Laboratory Investigations for Evaluating Potential Alkali-Reactivity of Aggregates and Selecting Preventive Measures Against Alkali-Aggregate Reactions (AAR). What Do They Really Mean? Proceedings of The 11th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction in Concrete, Quebec City, QC, Canada, 11-16 June 2000, 287-296
- [27] *Santos Silva A., Fernandes I., Soares D., Custódio J., Bettencourt Ribeiro A., Ramos V., Medeiros S.*: Portuguese experience in ASR aggregate assessment. The 15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, São Paulo, Brazil, July 03-07, 2016
- [28] *de Paiva Gomes Neto D., Conceição H., Carvalho Lisboa V.A., Soares de Santana R., Silva Barreto L.*: Influence of Granitic Aggregates from Northeast Brazil on the Alkali-aggregate Reaction. *Materials Research*, 17 (Suppl. 1), 2014, 51-58, DOI: 10.1590/S1516-14392014005000045
- [29] *Owsiak Z.*: Alkali-aggregate reaction in concrete containing high-alkali cement and granite aggregate. *Cement and Concrete Research*, **34**, 2004, 7-11
- [30] *Piasta W., Góra J., Turkiewicz T.*: Properties and durability of coarse igneous rock aggregates and concretes. *Construction and Building Materials*, **126**, 2016, 119-129
- [31] *Naziemiec Z., Garbacik A., Adamski G.*: Długoterminowe badania reaktywności alkalicznej krajowych kruszyw. *Kruszywa Mineralne t. 2. Wydział Geoinżynierii, Górnictwa i Geologii Politechniki Wrocławskiej*, Wrocław, 2018, 151-160
- [32] *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
- [33] PN-91/B-06714/34 *Kruszywa mineralne. Badania. Oznaczanie reaktywności alkalicznej*, 1991