

DARIA JÓZWIAK-NIEDŹWIEDZKA¹⁾ANETA ANTOLIK²⁾KINGA DZIEDZIC³⁾PAWEŁ LISOWSKI⁴⁾

POTENTIAL ALKALINE REACTIVITY OF SANDS FROM DOMESTIC DEPOSITS

POTENCJALNA REAKTYWNOŚĆ ALKALICZNA PIASKU Z KRAJOWYCH ZŁÓŻ

STRESZCZENIE. Piasek stosowany jako kruszywo drobne w betonie w niekorzystnych warunkach środowiska może spowodować reakcję alkaliczno-krzemionkową, a w konsekwencji – pogorszenie właściwości użytkowych i trwałości betonu. Celem pracy jest porównanie reaktywności alkaliczno-krzemionkowej 18 piasków naturalnych o różnym pochodzeniu. Wykonano badania potencjalnej reaktywności piasku zgodnie z procedurami PB/1/18 i PB/3/18 przedstawionymi w Wytycznych Technicznych GDDKiA. Przeprowadzono analizę składu mineralnego kruszywa pod kątem zawartości reaktywnych minerałów, badanie wydłużenia próbek zapraw oraz analizę mikroskopową produktów reakcji alkalia-krzemionka. W toku badań dowiedziono, że 6 kruszyw (33%) spośród 18 przebadanych należy zaklasyfikować do kategorii „umiarkowanie reaktywne”, natomiast 12 kruszyw (67%) należy przypisać do kategorii „niereaktywne”. Wykazano wpływ pochodzenia piasku na jego podatność na wystąpienie reakcji alkalicznej.

SŁOWA KLUCZOWE: alkaliczny żel krzemionkowy, ekspansja, kruszywo drobne, minerały reaktywne, piasek.

ABSTRACT. Sand used as fine aggregate in concrete may, under unfavorable environmental conditions, cause alkali-silica reaction and the consequent deterioration of durability and functional properties of concrete. The aim of this work is to compare alkali-silica reactivity of 18 natural sands of various origin. The potential reactivity of sands was tested according to the procedures PB/1/18 and PB/3/18 established in the Technical Guidelines issued by the General Directorate for National Roads and Motorways. Mineral composition of aggregate was analyzed in order to identify reactive minerals. Mortar bar expansion tests and microscopic analyses of the products of alkali-silica reaction were performed. The research indicated that 6 (33%) out of 18 tested aggregates should be classified as “moderately reactive” and 12 (67%) aggregates should be classified as “non-reactive”. It was demonstrated that the origin of sand affects its susceptibility to alkali-silica reaction.

KEYWORDS: alkali-silica gel, expansion, fine aggregate, reactive minerals, sand.

DOI: 10.7409/rabdim.022.015

¹⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5B, 02-106 Warszawa; djozwiak@ippt.pan.pl

²⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5B, 02-106 Warszawa; aantolik@ippt.pan.pl

³⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5B, 02-106 Warszawa; kdzie@ippt.pan.pl

⁴⁾ Instytut Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk, ul. Pawińskiego 5B, 02-106 Warszawa; plisowsk@ippt.pan.pl

1. WSTĘP

Projektowanie betonowych obiektów drogowych oraz nawierzchni – zarówno drogowych, jak i lotniskowych – wymaga zapewnienia ich długoletniej trwałości. Pomimo wykonania mrozoodpornego czy odpornego na powierzchniowe złuszczenie betonu, alkalia pochodzące ze stosowanych zimą środków odladzających mogą przyczynić się do spotęgowania reakcji alkalicznej kruszywa. Reakcja ta skutkuje pojawieniem się siatki spękań na powierzchni betonu i pękaniem ziaren kruszywa oraz matrycy cementowej. Powstałe uszkodzenia umożliwiają dalsze przenikanie środków odladzających na większą głębokość i postępowanie zniszczenia konstrukcji [1].

Zapobieganie reakcji alkalia-kruszywo w betonie polega na wyeliminowaniu przynajmniej jednego z trzech poniższych warunków: a) obecności łatwo reagujących kruszyw zawierających krzemionkę, b) wystarczająco wysokiego stężenia alkaliów w roztworze porowym lub c) wysokiej wilgotności betonu. O ile środki stosowane do odladzania nawierzchni betonowej wykluczają całkowitą eliminację dwóch ostatnich warunków, o tyle unikanie reaktywnych kruszyw jest możliwe do zastosowania w praktyce.

Obserwacje *in-situ* wskazują, że reakcja alkalia-krzemionka (ASR, ang. *alkali-silica reaction*) może wystąpić nawet w betonie wykonanym z kruszyw uznawanych za niereaktywne, jeśli zaistnieją niekorzystne warunki, tj. dostęp alkaliów ze środków odladzających oraz duże obciążenie ruchem [2-3]. Dlatego ryzyko wystąpienia szkodliwej reakcji alkaliczno-krzemionkowej w betonie powinno być zminimalizowane, w szczególności w obiektach infrastruktury drogowej i lotniskowej, poprzez odpowiedni dobór materiałów: kruszywa niereaktywnego i cementu niskoalkalicznego.

W większości dostępnej literatury dotyczącej zagadnienia reakcji alkaliczno-krzemionkowej kruszywa autorzy skupiali się na ocenie i analizie potencjalnej reaktywności kruszyw grubych [4-10]. Jednakże zastosowanie w betonie reaktywnego kruszywa drobnego może nieść ze sobą takie same lub nawet poważniejsze konsekwencje. Trottier i in. [11] analizowali wpływ pochodzenia uszkodzeń w betonie - wynikających z reaktywności różnych frakcji kruszywa – na ilość i intensywność tych pęknięć. Dowiedli, że rodzaj reaktywnej frakcji kruszywa (piasek lub kruszywo grube w betonie) znacząco wpływa na charakterystykę pęknięć powstałych w wyniku ASR. Pęknięcia w betonie zawierającym reaktywny piasek były dłuższe i znacznie liczniejsze niż w betonie z reaktywnym kruszywem grubym, co również zaobserwowali Zahedi i in. [12]. Na podstawie wyników badań mechanicznych i mikroskopowych pokazali, że próbki betonu z reaktywnym piaskiem wykazały szybszą kinetykę ASR i wyższy potencjał do ostatecznej

1. INTRODUCTION

Design of concrete structures and pavements - both in road and airfield engineering – requires ensuring their durability in long-term perspective. Despite the achieved resistance to frost or spalling, concrete may be affected by alkali-aggregate reaction due to the presence of alkalis from de-icing agents used during winter maintenance. This reaction results in appearance of a network of cracks on the surface of concrete as well as fracture of aggregate grains and cement matrix. The cracks facilitate further penetration of de-icers to greater depths and cause gradual development of damage [1].

Prevention of alkali-aggregate reaction in concrete consists in elimination of at least one of the following contributing factors: a) presence of reactive aggregates containing silica, b) sufficiently high concentration of alkali in the pore solution, c) high concrete moisture. Whereas the used de-icing agents render it impossible to completely eliminate the latter two conditions, it is still practical and possible to avoid the usage of reactive aggregates.

In situ observations indicate that under adverse conditions – e.g. action of alkalis from de-icers and high traffic loading – the alkali-silica reaction (ASR) may occur even in concretes prepared using aggregates that were considered non-reactive [2-3]. Therefore, the risk of occurrence of the deleterious alkali-silica reaction in concrete, especially in the road and airfield infrastructure, should be minimized through adequate selection of materials: non-reactive aggregate and low-alkali cement.

The majority of the available literature on the subject of ASR in aggregate focuses on assessment and analysis of the potential reactivity of coarse aggregates [4-10]. However, use of reactive fine aggregate in concrete may lead to comparable or even more serious consequences. Trottier et al. [11] analyzed the influence of the origin of distress – generated by reactivity of various aggregate fraction types in concrete – on the number and intensity of cracks. They have demonstrated that the fraction type of aggregate that is reactive (sand or coarse aggregate) significantly affects the character of cracks developed due to ASR. Cracks in concrete that contained reactive sand were longer and considerably more numerous than those in concrete with reactive coarse aggregate. This phenomenon was also observed by Zahedi et al. [12]. Based on mechanical and microscopic tests, they have shown that samples of concrete containing reactive sand exhibited faster ASR kinetics and greater potential for ultimate

ekspansji w porównaniu do próbek z reaktywnym kruszywem grubym. Bardziej rozproszoną siatkę spękań przypisano wpływowi reaktywnego piasku, związanemu ze składem mineralnym i jego pochodzeniem. Na i in. [13] stwierdzili, że rodzaj frakcji kruszywa podatnego na ASR jest ważnym czynnikiem wpływającym na właściwości mechaniczne betonu. Autorzy zasugerowali, że w ciągu dwumiesięcznego okresu badania próbek reaktywny piasek spowodował ekspansję wskutek ASR, w odróżnieniu od reaktywnego kruszywa grubego, gdzie nie zauważono znaczącej ekspansji próbek. Sanchez i in. [14] analizowali reaktywność trzech kruszyw drobnych: dwóch piasków polimineralnych i jednego pochodzącego z przekruszenia skały granitowej. Jedynie piasek z kruszonego granitu był niereaktywny. W Polsce temat reaktywności piasku podjął Naziemiec [15], który przedstawił wyniki badania reaktywności alkalicznej piasków naturalnych i tzw. piasków łamanych uzyskiwanych w procesie kruszenia skał litych. Spośród 22 próbek przebadanych wg ASTM C1260 w 9 przypadkach uzyskano wynik ekspansji wskazujący na kruszywo niereaktywne, a w 13 przypadkach – wynik klasyfikujący kruszywo jako umiarkowanie reaktywne.

Na ponad 70% terytorium Polski dostępny jest materiał okrucowy, który może być zastosowany w budownictwie. Jego obecność związana jest z okresami ciepłymi, które nastąpiły pomiędzy kolejnymi zlodowaceniami. Piaski i żwiry, przenieszone przez wodę w wyniku topienia lądolodów, można znaleźć niemal w każdym rejonie kraju. Ponieważ transport kruszywa istotnie zwiększa jego koszt, powszechne jest wykorzystywanie lokalnych złóż [16]. Duża dostępność kruszyw drobnych na terenie naszego kraju daje możliwość selekcji materiałowej związanej z ASR.

Celem niniejszej pracy było określenie kategorii reaktywności alkalicznej kruszyw drobnych znajdujących się w centralnej części Polski. Zastosowanie tzw. szybkiej metody oceny reaktywności alkalicznej kruszywa drobnego (PB/1/18) może przyczynić się do wzmocnienia polityki racjonalnego wydobycia i wykorzystania złóż piasku.

2. CHARAKTERYSTYKA MATERIAŁÓW

W Polsce złoża piaszkowe są dominujące przede wszystkim w strefie środkowej, natomiast w strefach południowej i północnej przeważają złoża typu piaskowo-żwirowego [17]. Z uwagi na wyraźną przewagę frakcji piaszczystych w centralnej części kraju [18], do badań wybrano piaski wydobywane i produkowane w zakładach usytuowanych w tej części Polski (Rys. 1). Badaniom poddano osiemnaście kruszyw drobnych. Piaski były pochodzenia aluwialnego (Nr 8, 9, 12) oraz pozostałe fluwio-glacialnego, natomiast piasek Nr 18 pochodził z procesu przekruszenia skały wapiennej. Skład chemiczny wybranych

expansion than samples containing reactive coarse aggregate. A more dispersed network of cracks was observed, which was attributed to the influence of sand and associated with its mineralogy and origin. Na et al. [13] noted that the type of aggregate fraction that is susceptible to ASR is an important factor affecting the mechanical properties of concrete. The authors suggested that during the two-month testing period reactive sand caused expansion due to ASR, in contrast to reactive coarse aggregate, in whose case no significant expansion was observed. Sanchez et al. [14] analyzed reactivity of three fine aggregates: two polymineral sands and one crushed granite sand. Only the sand obtained through crushing of granite rock was non-reactive. In Poland the issue of sand reactivity was addressed by Naziemiec [15], who presented results of alkali-silica reactivity testing of natural sands and the so-called crushed sand (obtained through crushing of compact rocks). Among the 22 specimens tested according to ASTM C1260, in 9 cases the results qualified the aggregate as non-reactive and in 13 cases the results indicated that the aggregate was moderately reactive.

Granular material that is usable in construction applications is available across over 70% of the territory of Poland. Presence of such material is associated with warmer interglacial periods that occurred between consecutive glacial periods. Sands and gravels, which were moved by water due to ice sheet melting, may be found in nearly every region of the country. Since transportation of aggregate for construction significantly increases its cost, usage of material from local deposits is common [16]. High availability of fine aggregates in Poland generates greater potential for selective usage of material, taking into consideration the ASR reactivity.

The aim of this work is to determine the alkali-silica reactivity category of fine aggregates found in the central part of Poland. Application of the so-called accelerated reactivity test for fine aggregate (PB/1/18) may contribute to strengthening of rational policies of exploitation of sand deposits.

2. CHARACTERISTICS OF THE MATERIALS

In Poland sand deposits dominate particularly in the central part of the country, with sand/gravel deposits predominant in the southern and northern regions [17]. Due to noticeable majority of sandy fractions in Central Poland [18], sands extracted and produced in this part of the country were chosen for testing (Fig. 1). Eighteen sands were tested. The sands were fluvio-glacial, except for the three

piasków przedstawiono w Tabl. 1, ich skład mineralny przedstawiono na Rys. 2, natomiast uziarnienie – na Rys. 3. Piaski wybrano wg wielkości ekspansji po 14 dniach wg PB/1/18, tj.: poniżej 0,10%, 0,15% oraz 0,30%.

Table 1. Chemical composition of chosen sands [wt. %], XRF method
Tablica 1. Skład chemiczny wybranych piasków [% wag.], metoda XRF

Component Składnik	No. 1 Nr 1	No. 9 Nr 9	No. 13 Nr 13	No. 18 Nr 18
SiO ₂	87.15	93.52	87.49	4.69
TiO ₂	0.08	0.04	0.12	0.02
Al ₂ O ₃	2.61	1.50	3.51	0.43
Fe ₂ O ₃	0.52	0.23	0.66	0.14
MnO	0.02	0.01	0.03	0.03
MgO	0.19	0.02	0.15	0.61
CaO	2.48	0.17	2.18	50.90
Na ₂ O	0.49	0.29	0.61	0.00
K ₂ O	0.95	0.54	1.20	0.09
P ₂ O ₅	0.06	0.02	0.07	0.00
SO ₃	< 0.01	< 0.01	0.01	< 0.01
Cl	0.001	0.007	0.002	0.00
F	< 0.01	0.04	0.01	< 0.01
LOI	2.20	< 0.50	2.30	42.31
Total / Suma	98.77	98.90	98.34	99.24

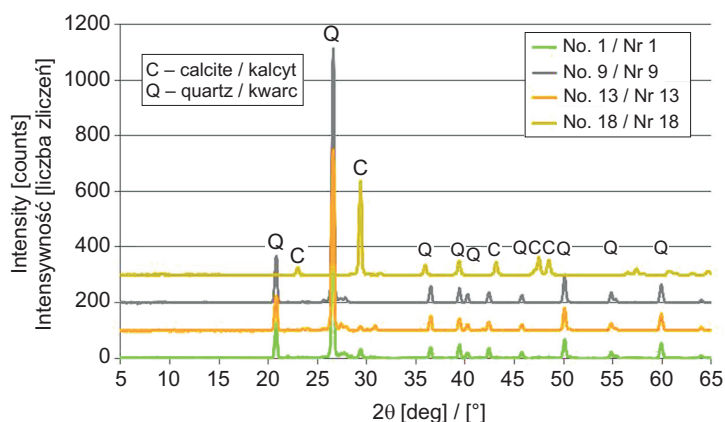


Fig. 2. Mineral composition of chosen sands, XRD method
Rys. 2. Skład mineralny wybranych piasków, metoda XRD

W badaniach zastosowano cement CEM I 52,5R o zawartości alkaliów wynoszącej 0,88% Na₂O_{eq}. Cement charakteryzował się powierzchnią właściwą równą 525 m²/kg. Skład chemiczny cementu przedstawiono w Tabl. 2.

alluvial sands (No. 8, 9, 12) and sand No. 18, which had been obtained from crushed limestone. Chemical composition of chosen sands is presented in Table 1. Their mineral composition and grading are presented in Figs 2 and 3, respectively. Sands were chosen for detailed analysis according to the value of mortar bar expansion after 14 days (according to PB/1/18), i.e.: under 0.10%, 0.15% and 0.30%.

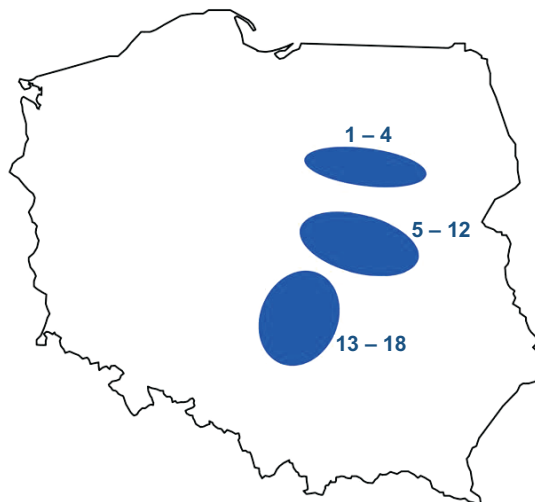


Fig. 1. Schematic locations of the original deposits of the analyzed sands (samples from No. 1 to No. 18)

Rys. 1. Schematyczne przedstawienie lokalizacji pochodzenia analizowanych piasków (próbki od Nr 1 do Nr 18)

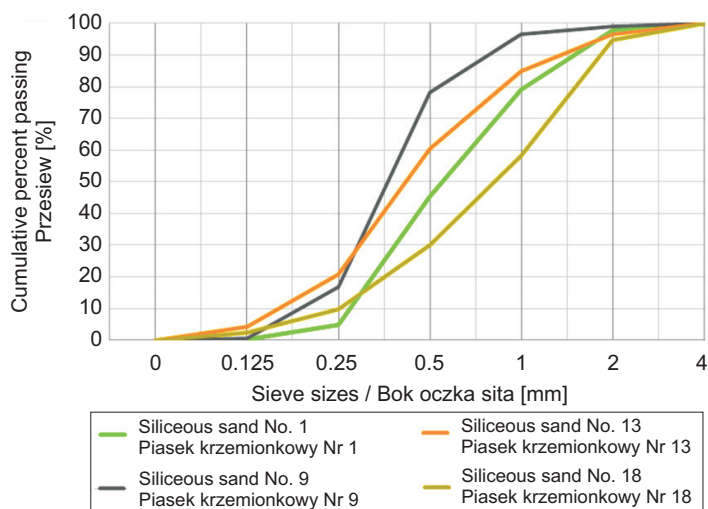


Fig. 3. Sieve analysis curves for sands No. 1, 9, 13 and 18
Rys. 3. Krzywa przesiewu piasków Nr 1, 9, 13 i 18

Cement CEM I 52.5R with alkali content of 0.88% Na₂O_{eq} was used in the tests. Cement was characterized by specific surface of 525 m²/kg. Its chemical composition is presented in Table 2.

Table 2. Chemical composition of cement [wt. %], XRF method
 Tablica 2. Skład chemiczny cementu [% wag.], metoda XRF

Component Składnik	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	LOI Strata prażenia
CEM I 52.5R	19.42	5.45	2.94	64.10	1.75	3.50	0.24	0.97	1.03

3. METODY BADAWCZE

Analiza petrograficzna, badanie ekspansji próbek zaprawy oraz identyfikacja produktów reakcji alkalicznej kruszywa drobnego zostały przeprowadzone zgodnie z procedurami PB/1/18 [19] i PB/3/18 [20]. Próbkę do analizy petrograficznej były pobrane z tej samej partii i w tym samym czasie, co próbki do badania reaktywności alkalicznej. Analizę petrograficzną przeprowadzono na cienkich szlifach w celu identyfikacji reaktywnych minerałów. Szlify zostały przygotowane z każdej próbki piasku zgodnie z procedurą opisaną wcześniej w [21]. Do oceny minerałów w badanym kruszywie zastosowano mikroskop petrograficzny BX51 z automatycznym ruchomym stolikiem Prior ES11BX/B i kolorową kamerą cyfrową DP25 przy trzech ustawieniach światła przechodzącego: jeden polaryzator (PPL), skrzyżowane polaryzatory (XPL) oraz skrzyżowane polaryzatory z płytą gipsową (XPL-G). Klasyfikacja wielkości kryształów SiO₂ opierała się na pomiarach ich średnicy. Kryształy SiO₂ poniżej 10 µm przypisano do kryptokrystalicznej postaci, natomiast między 10 µm a 100 µm do mikrokrystalicznej postaci krzemionki. Ponieważ reaktywność krzemionki wzrasta wraz ze zmniejszaniem się wielkości kryształów, kruszywa zawierające krypto- i mikrokrystaliczną krzemionkę, takie jak kwarc i chalcedon, są uznawane za potencjalnie reaktywne [8].

Badanie reaktywności alkalicznej przeprowadzono na 3 beleczkach zaprawy 25 mm × 25 mm × 285 mm dla każdego piasku. Z wcześniej wypłukanego i wysuszonego piasku usunięto ziarna powyżej 4 mm oraz poniżej 125 µm, po czym przygotowano próbki zgodnie z wymaganiami w zakresie uziarnienia i zawartości poszczególnych frakcji podanymi w tabeli Z1.1 [19]. Stosunek wodno-cementowy wynosił 0,47. Zastosowano cement referencyjny (Tabl. 2). Po 24 godzinach próbki zostały rozformowane i przez następną dobę były przechowywane w wodzie destylowanej w 80 ± 1°C. Następnie wykonano początkowy (tzw. zerowy) odczyt długości dla każdej z próbek za pomocą urządzenia pomiarowego wykonanego z invaru i umieszczono próbki w 1 M NaOH w temperaturze 80 ± 2°C. Systematycznie, co najmniej 4 razy w ciągu 14 dni, prowadzono pomiary ekspansji próbek zaprawy. W badaniu wg PB/1/18 [19] jako granicę reaktywności drobnego kruszywa przyjęto kryterium 0,15% ekspansji po 14 dniach, podobnie jak w normach kanadyjskich [22] i australijskich [23]. Jeśli 14-dniowa

3. TEST METHODS

Petrographic analysis, mortar bar expansion testing and identification of the ASR products were performed on fine aggregates according to the procedures PB/1/18 [19] and PB/3/18 [20]. Samples for petrographic analysis were obtained from the same batch of material and at the same time as the samples for alkali-silica reactivity tests. Petrographic analysis was conducted on thin sections in order to identify reactive minerals. Sections for all samples of sand were prepared according to the procedure described in previous work [21]. Analysis of minerals in the tested aggregates was carried out using a BX51 petrographic microscope with a Prior ES11BX/B automatic scanning stage and a color digital camera DP25, in three different transmitted light modes: with one polarizer (PPL), crossed polarizers (XPL) and crossed polarizers with gypsum plate (XPL-G). Classification of the size of the SiO₂ crystals was based on measurements of their diameter. Crystals of SiO₂ with diameter below 10 µm were regarded as cryptocrystalline form and those with diameter between 10 µm and 100 µm were regarded as microcrystalline form of silica. Since reactivity of silica increases with a decrease in the size of its crystals, aggregates containing crypto- and microcrystalline silica, such as quartz and chalcedony, are considered potentially reactive [8].

Reactivity tests were performed on three 25 mm × 25 mm × 285 mm mortar bars per each sand. After the sand had been washed and dried, particles larger than 4 mm and smaller than 125 µm were removed and samples were prepared according to the grading requirements established in table Z1.1 in the document [19]. The water/cement ratio equaled 0.47. A single reference cement was used (Table 2). The samples were demolded after 24 hours. For the next 24 hours they were stored in distilled water at 80 ± 1°C. Afterwards, the initial reading (the so-called “zero reading”) of length was performed for each sample, using an invar measurement device. The samples were placed in a 1 M NaOH solution at the temperature of 80 ± 2°C. Measurements of their expansion were taken systematically, at least 4 times within 14 days. The limit of fine aggregate reactivity adopted in the PB/1/18 test [19] is 0.15% expansion

zmiana długości próbek jest mniejsza lub równa 0,15%, to kruszywo klasyfikuje się jako niereaktywne, jeśli ekspansja wynosi $> 0,15\%$ i $\leq 0,30\%$ to jest to kruszywo umiarkowanie reaktywne, dla wartości $> 0,30\%$ i $\leq 0,45\%$ – kruszywo silnie reaktywne, zaś powyżej 0,45% – kruszywo bardzo silnie reaktywne.

Po zakończeniu 14-dniowej ekspozycji na działanie 1 M NaOH i temperatury $80 \pm 2^\circ\text{C}$, z wybranych próbek zapraw przygotowano preparaty do analizy mikrostruktury w celu identyfikacji produktów reakcji alkalia-krzemionka. Ze środka beleczek zaprawy wycięto próbki przeznaczone do wykonania cienkich szlifów oraz zgładów. Próbki do analizy w SEM wysuszono, zaimpregnowano żywicą epoksydową, wypolerowano i napyłono węglem (~ 20 nm) w urządzeniu do napyłania Cressington C208, w celu zapewnienia przewodności. Zastosowano mikroskop skaningowy JEOL JSM-6460LV wyposażony w detektor EDS do analizy składu chemicznego. Analizę przeprowadzono w wysokiej próżni w trybie elektronów wstecznie rozproszonych przy napięciu 20 kV.

4. WYNIKI BADAŃ

Wyniki badania składu chemicznego (Tabl. 2) wykazały, że zawartość SiO_2 w analizowanych piaskach kwarcowych (Nr 1, 8 i 13) była zbliżona. Średnia zawartość SiO_2 w piaskach kwarcowych wynosiła $89,4 \pm 3,6\%$ natomiast w piasku pochodzącym z przekruszenia skały wapiennej (Nr 18): 4,7%. Skład mineralny zbadany metodą dyfrakcji rentgenowskiej (Rys. 2) potwierdził powyższe analizy. Główną fazą mineralną zidentyfikowaną w piaskach Nr 1, 8 i 13 był kwarc, natomiast w piasku Nr 18 – kalcyt. Na Rys. 4 przedstawiono obrazy trzech piasków kwarcowych (Nr 1, 8 i 13) i piasku wapiennego (Nr 18) analizowane na cienkich szlifach w świetle przechodzącym przy skrzyżowanych polaryzatorach z płytką gipsową. Zarówno szczegółowy opis minerałów potencjalnie reaktywnych, jak i petrograficzna analiza wybranych krajowych kruszyw zostały wcześniej szczegółowo przedstawione w [8, 24]. Przeprowadzona analiza wykazała, że w piasku kwarcowym pochodzenia aluwialnego (Nr 8) dominujące ziarna były obtoczone, natomiast w piaskach pochodzenia fluwio-glacialnego (Nr 1 i 13) występowały również ziarna kanciaste – skalenie lub kwarc (Rys. 4a-c). Ziarna w piasku wapiennym (Nr 18) charakteryzowały się kanciastym kształtem i składały się głównie z kalcytu, zarówno mikrytowego jak i sparytowego (Rys. 4d). Omawiane piaski krzemionkowe składały się głównie z kwarcu, do pozostałych ich składników należały okruchy skał osadowych – wapienie, skalenie oraz minerały ciężkie. Piasek pochodzenia aluwialnego zawierał więcej (około 3 krotnie [25]) ziaren z mikro- i kryptokrystaliczną formą SiO_2 w porównaniu do piasków pochodzenia

after 14 days, similarly to the Canadian [22] and Australian [23] standards. If the change in bar length after 14 days is less or equal to 0.15%, the aggregate is classified as non-reactive. If the value is $> 0.15\%$ and $\leq 0.30\%$, the aggregate is moderately reactive; for values $> 0.30\%$ and $\leq 0.45\%$ it is highly reactive and for over 0.45% it is very highly reactive.

After 14-day exposition to 1 M NaOH solution at the temperature of $80 \pm 2^\circ\text{C}$, chosen mortar bars served as the source of samples for microstructural analysis and identification of the ASR products. Samples for preparation of thin sections and plane sections were extracted from the middle parts of the mortar bars. Samples for SEM analysis were dried, impregnated with epoxy resin, polished and sputtered with coal (~ 20 nm) in a Cressington C208 coater in order to ensure conductivity. Chemical composition analysis was performed in high vacuum with backscattered electrons at 20 kV, using a JEOL JSM-6460LV scanning microscope equipped with EDS detector.

4. TEST RESULTS

The results of chemical composition analysis (Table 2) indicated that SiO_2 content in the analyzed quartz sands (No. 1, 8 and 13) was comparable. The average SiO_2 content in quartz sands equaled $89.4 \pm 3.6\%$. In the case of sand obtained from crushed limestone (No. 18) the value equaled 4.7%. Mineral composition determined using X-ray diffraction method (Fig. 2) confirms the above analyses. The main mineral phase identified in sands No. 1, 8 and 13 was quartz, whereas in sand No. 18 it was calcite. Fig. 4 present images of three quartz sands (No. 1, 8 and 13) and one limestone sand (No. 18) analyzed on thin sections in transmitted light with crossed polarizers and gypsum plate. Both the description of potentially reactive minerals and petrographic analysis of chosen domestic aggregates have already been presented in detail in [8, 24]. The performed analysis indicated that the dominating particles in the alluvial quartz sand (No. 8) were rounded, whereas in fluvio-glacial sands (No. 1 and 13) angular particles – of feldspar and quartz – occurred as well (Fig. 4a-c). Particles in limestone sand (No. 18) were characterized by angular shape and consisted primarily of calcite, both micritic and sparite (Fig. 4d). The analyzed siliceous sands consisted mainly of quartz, with addition of fragments of other sedimentary rocks – limestones, feldspars and heavy minerals. Alluvial sand contained more particles with micro- and cryptocrystalline SiO_2 than the fluvio-glacial sands (by a factor of around 3 [25]). Fig. 5 shows micrographs of individual quartz particles in sands No. 8 and 13 with marked

fluwioglacjalnego. Na Rys. 5 przedstawiono mikrofotografie pojedynczych ziaren kwarcowych w piasku Nr 8 i 13 z zaznaczonymi maksymalnymi rozmiarami kryształów kwarcu ($\sim 40 \mu\text{m}$), co pozwala na przyporządkowanie ich do kwarcu mikrokrystalicznego (między $10 \mu\text{m}$ i $100 \mu\text{m}$) i kryptokrystalicznego ($< 10 \mu\text{m}$).

maximum dimensions of quartz crystals (approx. $40 \mu\text{m}$), enabling their classification as microcrystalline (between $10 \mu\text{m}$ and $100 \mu\text{m}$) and cryptocrystalline ($< 10 \mu\text{m}$) quartz.

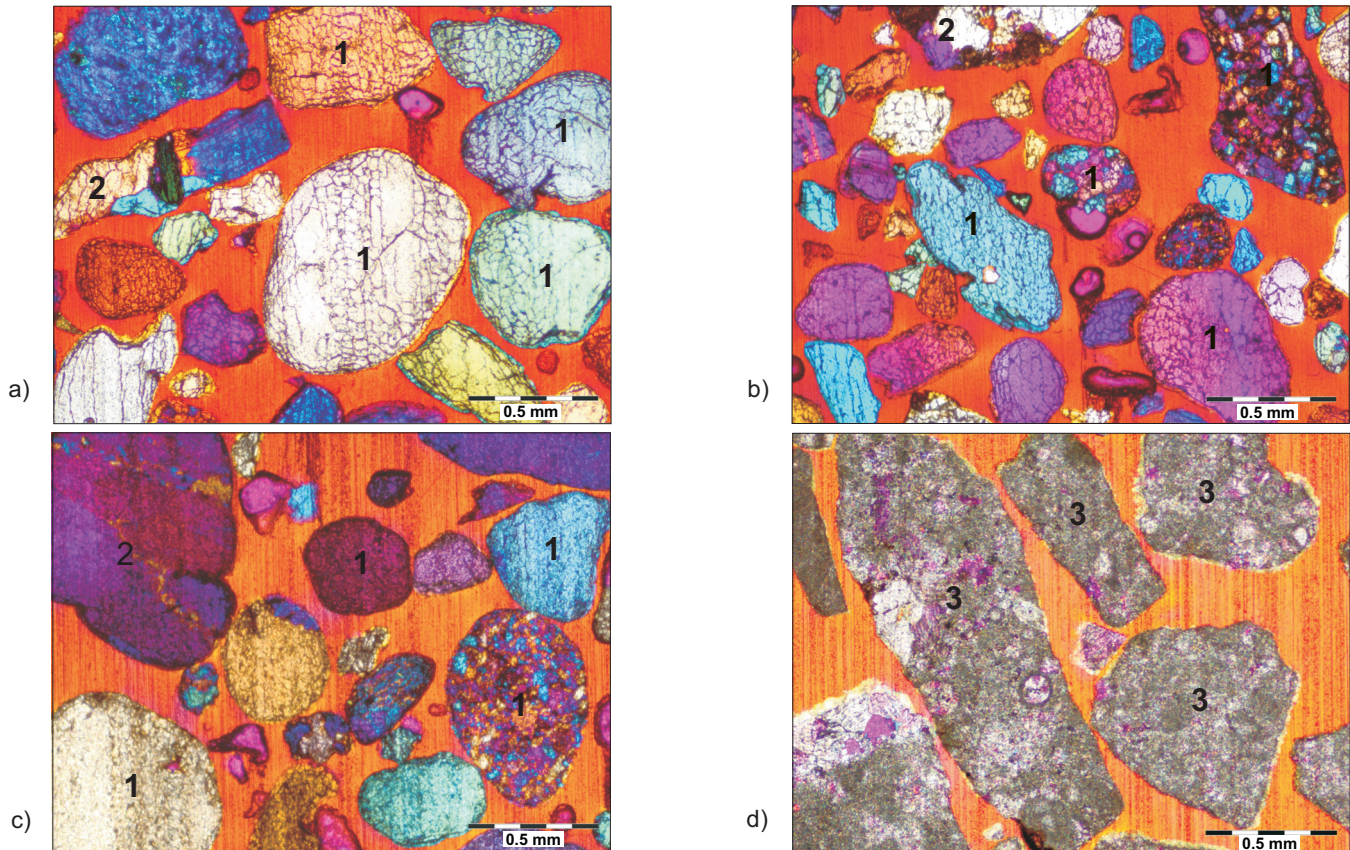


Fig. 4. Cross-section of particles of quartz sands: a) No. 1, b) No. 13, c) No. 9 and limestone sand d) No. 18; 1 – quartz, 2 – feldspar, 3 – limestone (thin sections at crossed polarizers with gypsum plate XPL-G, magnification $40\times$, scale bar 0.5 mm)

Rys. 4. Przekrój ziaren piasku kwarcowego: a) Nr 1, b) Nr 13, c) Nr 9 oraz wapiennego d) Nr 18; 1 – kwarc, 2 – skaień, 3 – wapień (cienkie szlify przy polaryzatorach skrzyżowanych z płytą gipsową XPL-G, powiększenie $40\times$, znacznik długości 0,5 mm)

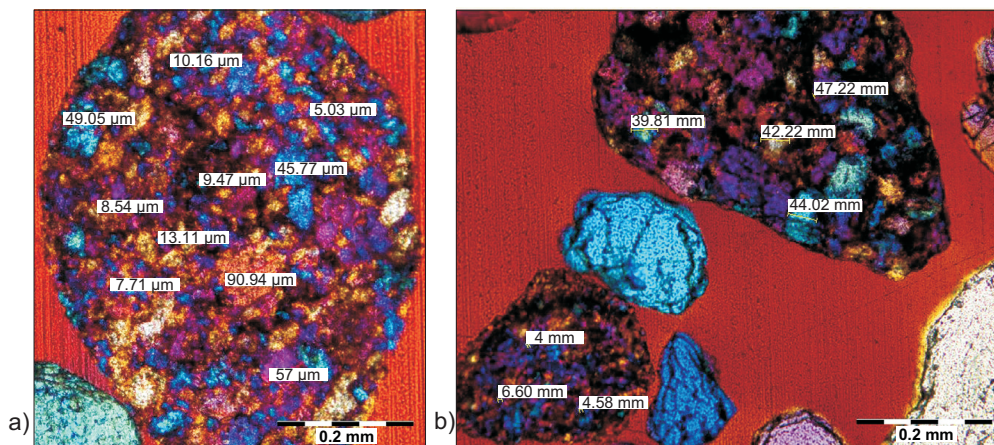


Fig. 5. Cross-section of particles of quartz sands with marked dimensions of individual particles of quartz: a) No. 9 and b) No. 13 (thin sections at crossed polarizers with gypsum plate XPL-G, magnification $100\times$, scale bar 0.2 mm)

Rys. 5. Przekrój ziaren piasku kwarcowego z zaznaczonymi wymiarami poszczególnych ziaren kwarcu: a) Nr 9 i b) Nr 13 (cienkie szlify przy polaryzatorach skrzyżowanych z płytą gipsową XPL-G, powiększenie $100\times$, znacznik długości 0,2 mm)

Na Rys. 6 przedstawiono wyniki badania 18 piasków wg procedury PB/1/18 [19]. Widoczna jest duża rozpiętość wyników ekspansji próbek z kruszywem drobnym: od 0,009% (piasek Nr 18) do 0,298% (piasek Nr 9). Po 14 dniach przechowywania próbek w 1 M NaOH i 80°C w klasie reaktywności „niereaktywne” znalazło się 67% przebadanych piasków. Ekspansja próbek zaprawy powyżej limitu 0,15% dla kategorii reaktywności „umiarkowanie reaktywne” wynosiła od 0,175% do 0,298% i dotyczyła 6 z 18 analizowanych piasków. Podczas 14 dni badania próbki nie wykazały tendencji do wygaszania reakcji ASR – widoczny jest ciągły wzrost wydłużenia próbek, z wyjątkiem dwóch składów zawierających piasek Nr 18 i Nr 3, gdzie zauważalna jest tendencja do stabilizacji wydłużenia beleczek.

Fig. 6 presents the results of tests of 18 sands according to the PB/1/18 procedure [19]. The observed range of expansion of mortar bars with fine aggregate is considerable: from 0.009% (sand No. 18) to 0.298% (sand No. 9). After 14-day storage of specimens in 1 M NaOH solution at 80°C, 67% of the tested sands were classified as “non-reactive”. The observed mortar bar expansion values exceeding the 0.15% threshold of the “moderately reactive” category ranged from 0.175% to 0.298% and were registered for 6 out of 18 analyzed sands. During the 14-day test, the specimens did not exhibit tendency toward reduction in the rate of ASR – continuous increase in specimen length was observed – except for the two mortars containing sands No. 18 and No. 3, in which a tendency toward stabilization of bar expansion was observed.

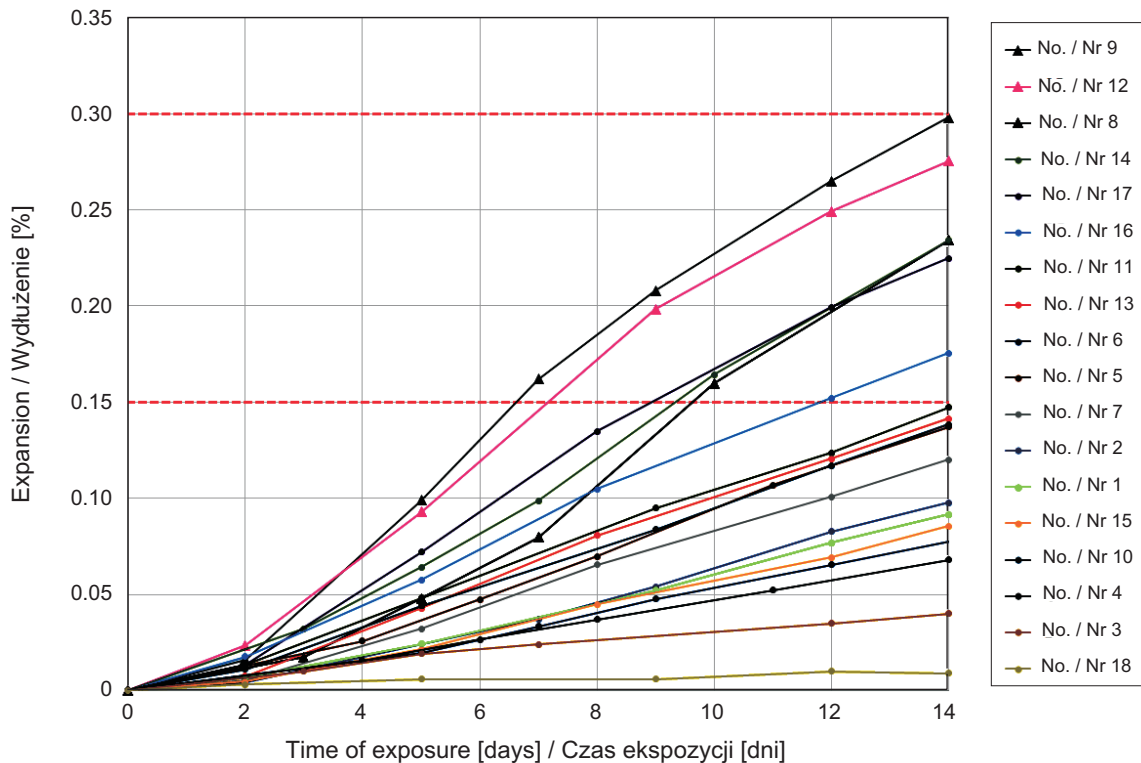


Fig. 6. Expansion of mortar bars with different sands as function of time of exposure to 1 M solution of NaOH at 80°C (limit values according to [26] are marked with dashed line)

Rys. 6. Wydłużenie próbek zaprawy z piaskiem w funkcji czasu ekspozycji na 1 M roztwór NaOH i temperaturę 80°C (przerwaną linią zgodnie z [26] zaznaczono wartości graniczne)

Na Rys. 7-10 zaprezentowano zdjęcia próbek analizowanych w elektronowym mikroskopie skaningowym. W Tabl. 3 przedstawiono stosunki alkaliów oraz wapnia do krzemu, obliczone na podstawie co najmniej 40 wyników analizy EDS (analiza bezwzorcowa) z zaznaczonego mikroobszaru lub punktowo. Na obrazach mikroskopowych (Rys. 7) zaznaczono rysy występujące w ziarnach piasku. Widoczna jest zróżnicowana

Images of samples analyzed in scanning electron microscope are shown in Figs 7-10. Proportions of alkalis and calcium to silica, calculated based on at least 40 results of EDS analysis (standardless analysis) from marked micro-areas or spots are presented in Table 3. Fractures in sand particles are also marked in the micrographs (Fig. 7). Variable intensity of particle fracturing is observable; it

intensywność spękań w ziarnach kruszywa; była ona najmniejsza w zaprawach z piaskiem Nr 1, natomiast największa z piaskiem Nr 9. Dodatkowo w zaprawach z piaskiem Nr 9 widoczne są całkowicie przereagowane ziarna kruszywa. Szczegółowa analiza mikroskopowa potwierdziła przyczynę ekspansji beleczek, którą stanowił żel ASR – krzemian wapniowo-alkaliczny Si-Ca-Na-K. Żel ASR charakteryzował się większą zawartością jonów sodu niż jonów potasu (Rys. 10), co jest związane ze sposobem badania próbek (w roztworze NaOH). Żel ASR występował w spękaniach w kruszywie oraz w porach powietrznych (Rys. 8 i 9). Żel ASR występujący w ziarnach piasku charakteryzował się wyższą zawartością jonów Si^{2+} i mniejszą zawartością Ca^{2+} w stosunku do żelu występującego w matrycy cementowej oraz w porach powietrznych. Zawartość alkaliów Na^+ i K^+ była wyższa w żelu ASR w matrycy cementowej w porównaniu do ich zawartości w żelu w kruszywie. Szerokość wywołanych reakcją alkaliczną rys w kruszywie, obliczona na podstawie dwudziestu pomiarów dla każdej z próbek, była największa dla piasku Nr 9 ($24,5 \pm 4,0 \mu\text{m}$), mniejsza dla piasku Nr 13 ($6,0 \pm 0,6 \mu\text{m}$), zaś najmniejsza dla piasku Nr 1 ($3,9 \pm 0,4 \mu\text{m}$) – Rys. 11.

was the lowest in mortars containing sand No. 1 and the greatest in mortars with sand No. 9. Moreover, in mortars with sand No. 9, completely converted aggregate particles may be observed. A detailed microscopic analysis confirmed the cause of bar expansion, which consisted in formation of the ASR gel – calcium-alkali silicate Si-Ca-Na-K. The ASR gel was characterized by greater content of sodium ions than potassium ions (Fig. 10), which is associated with the method of testing (in NaOH solution). The ASR gel appeared in fractures in aggregate particles and in air voids (Figs 8 and 9). The ASR gel observed in sand particles was characterized by greater content of Si^{2+} ions and lower content of Ca^{2+} ions than the gel found in the cement matrix and the air voids. Content of alkalis Na^+ and K^+ was greater in the ASR gel found in the cement matrix than in the gel in aggregate. Width of aggregate fractures caused by the alkali-silica reaction, calculated based on 20 measurements for each specimen, was the greatest for sand No. 9 ($24.5 \pm 4.0 \mu\text{m}$), lower for sand No. 13 ($6.0 \pm 0.6 \mu\text{m}$), and the lowest for sand No. 1 ($3.9 \pm 0.4 \mu\text{m}$) – as shown in Fig. 11.

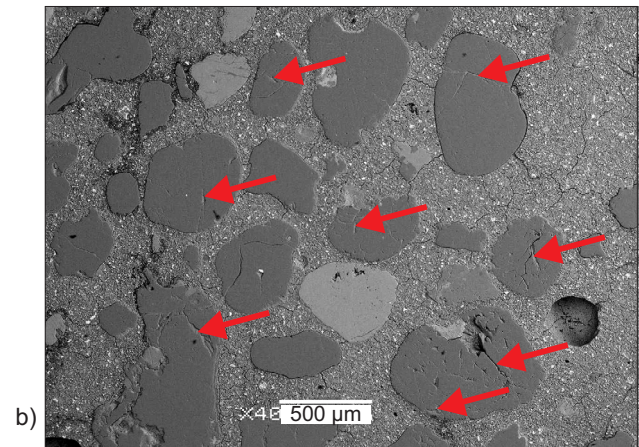
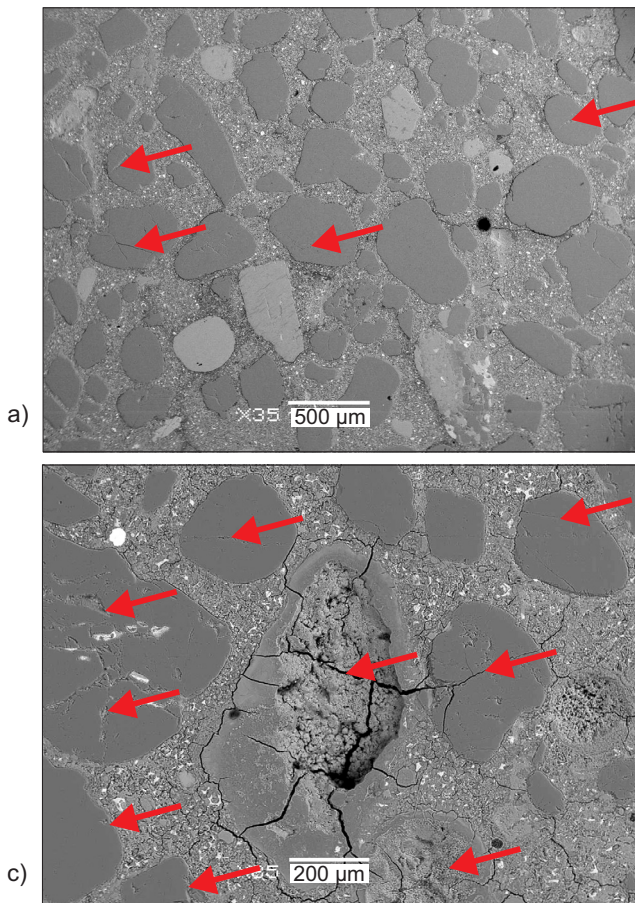


Fig. 7. Micrographs (SEM images) of the microstructure of mortar after testing according to PB/1/18: a) sand No. 1, b) sand No. 13, c) sand No. 9; the arrows indicate ASR-related fractures in sand particles (in image c) also completely converted particles)

Rys. 7. Mikrofotografie mikrostruktury (obraz SEM) zaprawy po badaniu wg PB/1/18: a) piasek Nr 1, b) piasek Nr 13, c) piasek Nr 9; strzałkami zaznaczono rysy w ziarnach piasku spowodowane ASR (na zdjęciu c) również całkowicie przereagowane ziarna)

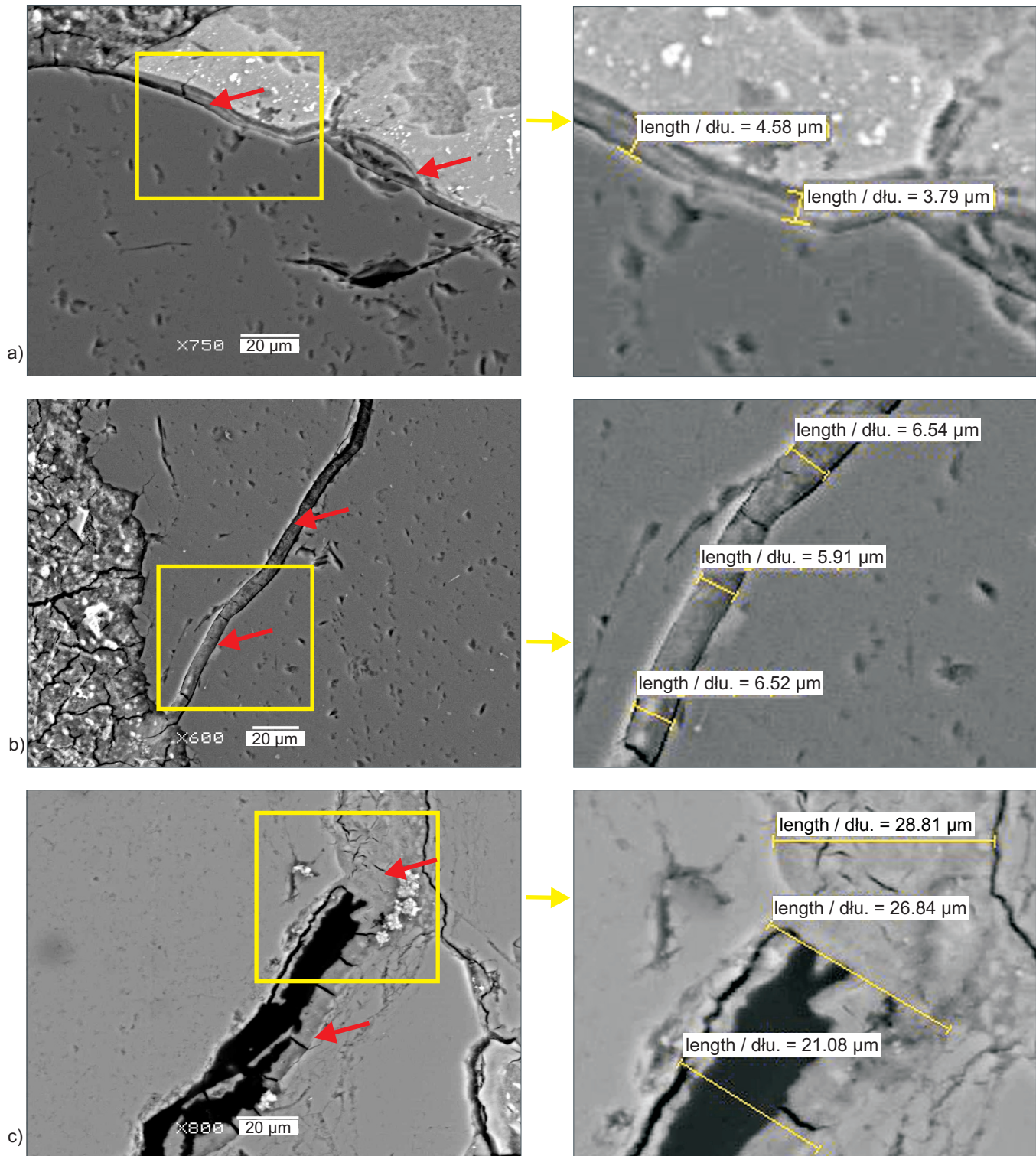


Fig. 8. Micrographs (SEM images) of sand particles. The arrows indicate fractures filled with ASR gel: a) sand No. 1, b) sand No. 13, c) sand No. 9

Rys. 8. Mikrofotografie (obraz SEM) ziaren piasku. Strzałkami zaznaczono rysy wypełnione żelazem ASR: a) piasek Nr 1, b) piasek Nr 13, c) piasek Nr 9

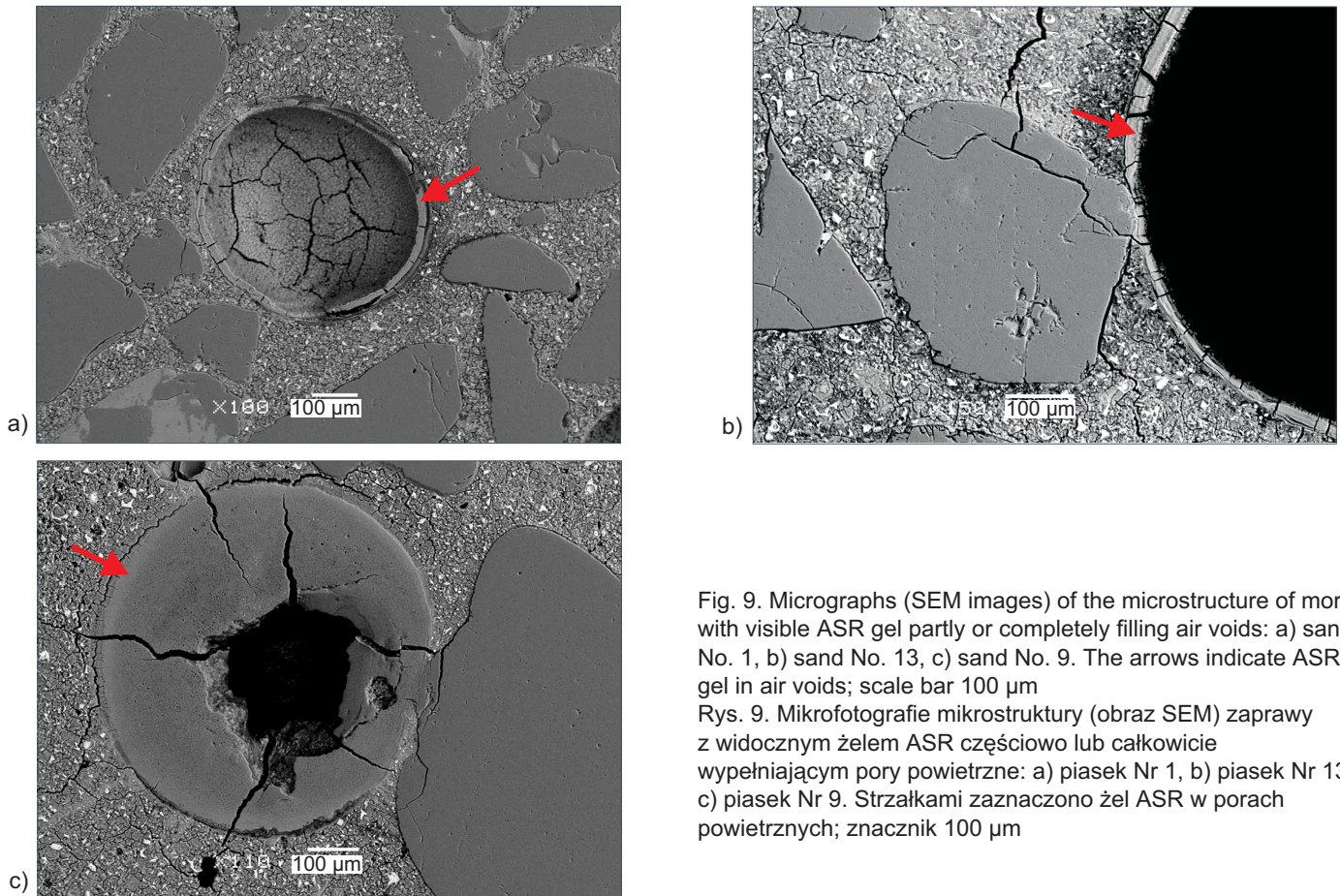


Fig. 9. Micrographs (SEM images) of the microstructure of mortar with visible ASR gel partly or completely filling air voids: a) sand No. 1, b) sand No. 13, c) sand No. 9. The arrows indicate ASR gel in air voids; scale bar 100 μm

Rys. 9. Mikrofotografie mikrostruktury (obraz SEM) zaprawy z widocznym żelem ASR częściowo lub całkowicie wypełniającym pory powietrzne: a) piasek Nr 1, b) piasek Nr 13, c) piasek Nr 9. Strzałkami zaznaczono żel ASR w porach powietrznych; znacznik 100 μm

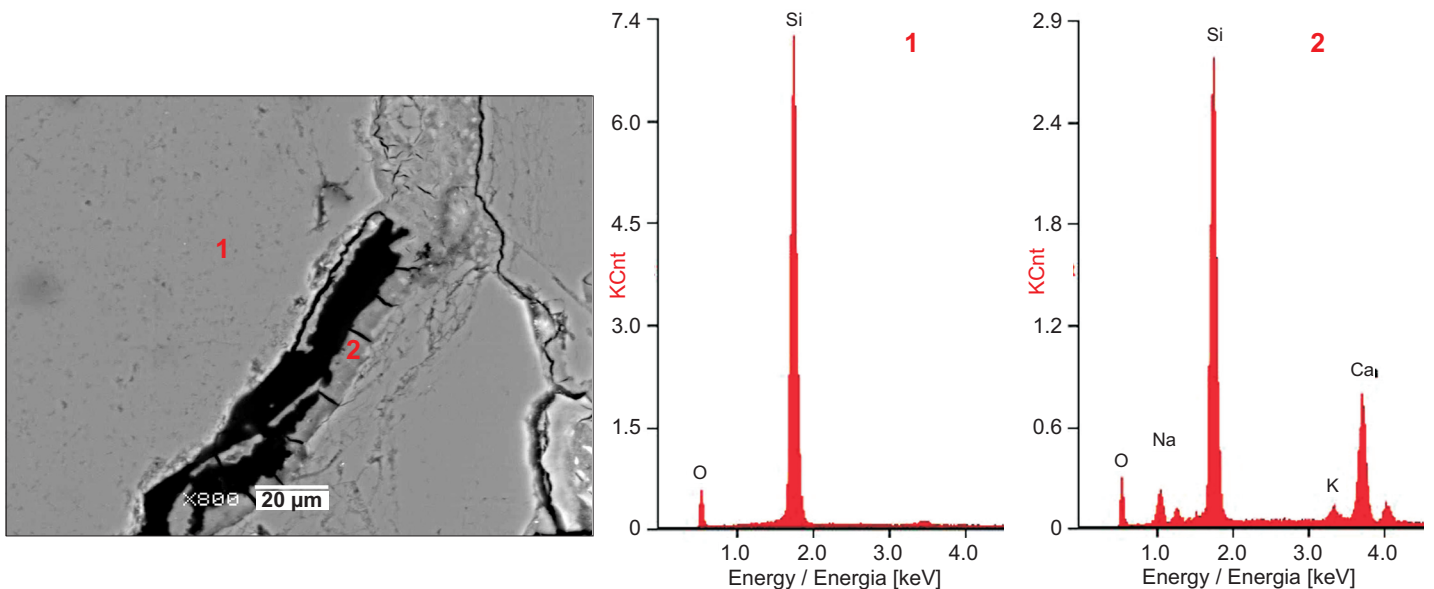


Fig. 10. Micrograph (SEM image) and EDS analysis of a fractured particle of sand No. 9 with visible ASR gel partly filling the fracture: 1) quartz, 2) Si-Ca-Na-K gel

Rys. 10. Mikrofotografia SEM wraz z analizą EDS spękanego ziarna piasku Nr 9 z widocznym żelem ASR częściowo wypełniającym rysę: 1) kwarc, 2) żel Si-Ca-Na-K

Table 3. Proportion of alkalis to silica and calcium to silica, based on EDS analysis of plane sections extracted from specimens after 14-day exposure to 1 M NaOH at 80°C

Tablica 3. Stosunki alkaliów i wapnia do krzemu, obliczone na podstawie analizy EDS na zglądach z próbek po 14 dniach badania w 1 M NaOH i 80°C

Specimen / Próbką	ASR gel localization / Umieszczenie żelu	(Na+K)/Si	Ca/Si
Sand No. 1 Piasek Nr 1	Aggregate / Kruszywo	0.24 ± 0.07	0.22 ± 0.14
	Matrix / Matryca	0.26 ± 0.04	0.88 ± 0.09
	Air voids / Pory	0.23 ± 0.04	0.94 ± 0.10
Sand No. 13 Piasek Nr 13	Aggregate / Kruszywo	0.25 ± 0.04	0.37 ± 0.12
	Matrix / Matryca	0.30 ± 0.05	0.76 ± 0.24
	Air voids / Pory	0.27 ± 0.04	0.47 ± 0.20
Sand No. 9 Piasek Nr 9	Aggregate / Kruszywo	0.18 ± 0.03	0.33 ± 0.09
	Matrix / Matryca	0.28 ± 0.06	0.93 ± 0.22
	Air voids / Pory	0.24 ± 0.06	0.75 ± 0.19

Analiza mikroskopowa na cienkich szlifach oraz na zglądach w SEM-EDS przeprowadzona na próbkach przebadanych wg procedury PB/1/18 [19] wykazała, że ziarna piasku podatne na reakcję alkaliczną składały się w większości z monomineralnych kryształów kwarcu (Rys. 10), który występował w wielkości mikro- i kryptokrystalicznej (Rys. 11). Na Rys. 11 przedstawiono mikrofotografię zaprawy z piaskiem Nr 9 z widocznym żelom ASR wypełniającym pory powietrzne oraz częściowo przereagowanym ziarnem piasku kwarcowego ze śladami żelu.

As shown by the microscopy analysis (SEM-EDS) of thin sections and plane sections extracted from specimens after testing according to the PB/1/18 procedure [19], sand particles that were susceptible to alkali-silica reaction consisted mostly of monomineral crystals of quartz (Fig. 10) in micro- and cryptocrystalline size (Fig. 11). Fig. 11 shows a micrograph of mortar containing sand No. 9, with visible ASR gel filling the air voids and a partly converted particle of quartz sand with traces of gel.

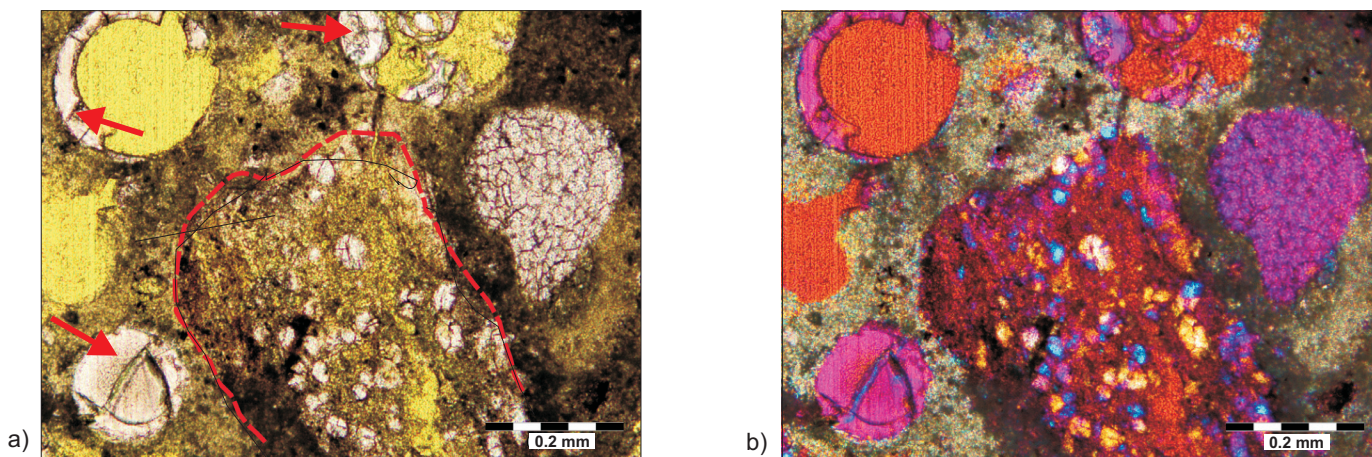


Fig. 11. Partly converted particle of quartz sand No. 9 and ASR gel filling the air voids. The arrows indicate ASR gel, the dashed line indicates the outline of the converted particle; thin section in transmitted light: a) one polarizer PPL, b) crossed polarizers with gypsum plate XPL_G (magnification 100×, scale bar 0.2 mm)

Rys. 11. Częściowo przereagowane ziarno piasku Nr 9 i żel ASR wypełniający pory powietrzne. Strzałkami oznaczono żel ASR, linią przerywaną zaznaczono kontury przereagowanego ziarna; cienki szlif w świetle przechodzącym: a) jeden polaryzator PPL, b) skrzyżowane polaryzatory z płytką gipsową XPL_G (powiększenie 100×, znacznik długości 0,2 mm)

5. DYSKUSJA

Kategorię reaktywności kruszywa drobnego oznaczono dla 18 piasków wg procedury PB/1/18 [19]. Na podstawie wyników ekspansji próbek zapraw do szczegółowej analizy wybrano 3 piaski charakteryzujące się różną podatnością na reakcję alkalia-krzemionka. Przenalizowano piasek Nr 1 o ekspansji próbek równej 0,091%, piasek Nr 13 o ekspansji próbek równym 0,141% (oba o kategorii reaktywności „niereaktywne”) oraz piasek Nr 9 z ekspansją próbek wynoszącą 0,298% (kategoria reaktywności „umiarkowanie reaktywne”).

Średnia zawartość SiO_2 w piaskach kwarcowych wynosiła $89,4 \pm 3,6\%$, natomiast w piasku z przekruszenia skały wapiennej (Nr 18): 4,7%. Szczegółowa analiza składu chemicznego (Tabl. 1) wykazała, że piasek krzemionkowy Nr 9 pochodzenia aluwialnego charakteryzował się wyższą zawartością SiO_2 (93%) niż piaski fluwioglacjalne Nr 1 i 13 (87%). Piasek aluwialny Nr 9 zawierał natomiast niższą ilość CaO (0,2%), którego dziesięciokrotnie więcej było w piaskach Nr 1 i 13 (odpowiednio 2,5% i 2,2%). Niższa zawartość CaO w piasku aluwialnym wynikała z większej odporności ziaren kwarcu na czynniki mechaniczne i chemiczne w porównaniu z ziarnami wapienia. Kwarc jest słabo rozpuszczalny i podczas transportu z nurtem rzeki pozostaje w takiej samej ilości jak w skałach macierzystych [27]. Nieznacznie wyższe zawartości K_2O i Na_2O charakteryzowały piaski kopalne fluwioglacjalne, 1,4% i 1,8% odpowiednio w piasku Nr 1 i 13, w porównaniu do 0,8% dla piasku aluwialnego Nr 9. Te stosunkowo niewielkie ilości alkaliów są związane z występowaniem skaleni w analizowanych piaskach.

Na zdecydowanej większości cienkich szlifów analizowanych w świetle przechodzącym ziarna kwarcu były scharakteryzowane jako kwarc monokrystaliczny. Tylko pojedyncze ziarna składały się z dwóch lub więcej ziaren – kwarcytu. Ziarna polikrystalicznego kwarcu prawdopodobnie pochodziły ze skał metamorficznych, ponieważ poszczególne ziarna scharakteryzowano jako kwarc odkształcony. Wszystkie formy mikro- i kryptokrystaliczne kwarcu były obecne w oddzielnych ziarnach, w drobnoziarnistych kwarcytach (Rys. 4 i 5). Ekspansja próbek zapraw (Rys. 6) wyraźnie wskazuje na wyższą reaktywność piasków kwarcowych pochodzenia aluwialnego (Nr 8, 9 i 12). Po 14 dniach badania próbek w 1 M NaOH w temperaturze 80°C ekspansja znacznie przekroczyła granicę 0,15%, wynosząc odpowiednio dla próbek Nr 9, 12 i 8: 0,298%, 0,275% i 0,234%. Wartość ekspansji stale wzrastała już po trzech-czterech dniach; nie zauważono tendencji do spadku tempa wzrostu wydłużenia. Zaprawy zawierające piasek fluwioglacjalny – kopalny (Nr 1-7, 10, 11, 13-17) nie wykazały tak gwałtownej ekspansji, jednak różniły się od siebie

5. DISCUSSION

Fine aggregate reactivity category was determined for 18 sands according to procedure PB/1/18 [19]. Based on mortar bar expansion results, 3 sands of various alkali-silica reactivity were chosen for further detailed analysis. Sand No. 1 with mortar bar expansion of 0.091%, sand No. 13 with mortar bar expansion of 0.141% (both classified as “non-reactive”) and sand No. 9 with mortar bar expansion of 0.298% (classified as “moderately reactive”).

The average SiO_2 content in quartz sands equaled $89.4 \pm 3.6\%$; in the crushed limestone sand (No. 18) it equaled 4.7%. Detailed analysis of chemical composition (Table 1) indicated that the alluvial silica sand No. 9 was characterized by greater SiO_2 (93%) content than the fluvio-glacial sands No. 1 and 13 (87%). In contrast, the alluvial silica sand No. 9 contained less CaO (0.2%), whose content in sands No. 1 and 13 was greater by a factor of 10 (2.5% and 2.2%, respectively). Lower content of CaO in the alluvial sand resulted from the fact that quartz particles are more resistant to mechanical and chemical factors than limestone particles. Due to its low solubility, when quartz is transported downstream its quantity remains the same as in source rock [27]. Content of K_2O and Na_2O was slightly higher in mined fluvio-glacial sands No. 1 and 13 (1.4% and 1.8%, respectively) than in the alluvial sand No. 9 (0.8%). These relatively low quantities of alkalis are associated with the presence of feldspars in the analyzed sands.

In the vast majority of thin sections analyzed in transmitted light, quartz particles were characterized as monocrystalline quartz. Only individual particles consisted of two or more grains – quartzite. Polycrystalline quartz probably originated from metamorphic rocks, as chosen particles were identified as strained quartz. All micro- and cryptocrystalline forms of quartz were present in separate particles, in fine-grained quartzites (Figs 4 and 5). Expansion of mortar bars (Fig. 6) clearly indicates greater reactivity of alluvial quartz sands (No. 8, 9 and 12). After 14 days of exposure of samples to 1 M NaOH at 80°C , expansion considerably exceeded the limit of 0.15%, reaching 0.298%, 0.275% and 0.234% for samples 9, 12 and 8, respectively. The expansion values started increasing continuously as early as three-four days after the start of the test; no considerable reduction in the rate of expansion was observed. Mortars containing mined fluvio-glacial sand (No. 1-7, 10, 11, 13-17) did not exhibit comparably intensive rate of expansion; however, their values of

wielkością wydłużenia. W przypadku piasku wapiennego Nr 18 (0,009%) odnotowano jedynie nieznaczny wzrost wydłużenia w czasie ekspozycji. Piasek wapienny zawierał jedynie 3% kwarcu bez reaktywnych form SiO_2 , co wpłynęło na najmniejsze wydłużenie zaprawy. Piasek pochodzenia aluwialnego zawierał więcej ziaren z mikro- i kryptokrystaliczną formą SiO_2 w porównaniu do piasków pochodzenia fluwioglacjalnego – kopalnego, co wpłynęło na jego podatność na ASR. Piaski charakteryzujące się dużą zmiennością składu mineralnego są podatne na reakcję alkaliczno-krzemionkową. Piaski naturalne przekruszone ze skał magmowych i metamorficznych charakteryzują się dużą jednorodnością i przewidywalnością wyników ekspansji, w przeciwieństwie do piasków naturalnych z osadów fluwioglacjalnych. Porównywalne wyniki otrzymali Sanchez i in. [14] oraz Lukschová i in. [28]. Monomineralne ziarna kwarcu w naturalnym piasku nie miały wpływu na ekspansję zaprawy wywołaną ASR.

W badaniach przeprowadzonych przez Naziemca [15] największą ekspansję zapraw według ASTM C1260 (CEM I $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0,63\%$) uzyskano dla piasków aluwialnych: około 0,30%, co jest zgodne z uzyskanymi wynikami badań. W przeprowadzonych badaniach piaski różniły się uziarnieniem i były badane w stanie dostarczenia po usunięciu frakcji $< 0,125 \mu\text{m}$ i $> 4 \text{mm}$. Największą zawartość ziaren $< 0,250 \mu\text{m}$ stwierdzono w piasku krzemionkowym Nr 13, a najmniejszą – w piasku Nr 1. Najbardziej reaktywny piasek Nr 9 nie wykazywał specjalnego rozkładu wielkości cząstek. Podobne wyniki uzyskali Hasdemir i in. [29]. Piaski aluwialne, które zawierały mniejszą zawartość kwarcu (66%) w porównaniu do innych piasków krzemionkowych (80%), charakteryzowały się dużymi wartościami wydłużenia belek zaprawy, co było związane ze zwiększoną zawartością cząstek drobnych z dużą zawartością MgO (5%), K_2O (3,3%) i Na_2O (1,44%).

Żel alkaliczno-wapniowo-krzemowy występujący w analizowanych ziarnach piasku charakteryzował się mniejszą zawartością jonów Ca^{2+} i jednocześnie większą zawartością jonów Si^{2+} w stosunku do żelu występującego w matrycy cementowej oraz w porach powietrznych, co bezpośrednio wpłynęło na jego zmniejszoną lepkość i wnikanie w szczeliny ziaren kwarcu. Związane jest to również z większą ilością pochłanianej przez żel wody [11]. Zawartość alkaliów Na^+ i K^+ była wyższa w żelu ASR matrycy cementowej w porównaniu do ich zawartości w żelu w kruszywie. O ile wartości stosunku alkaliów do Si w zależności od miejsca występowania (kruszywo lub matryca cementowa) były zbliżone (0,22 i 0,27), to stosunek Ca/Si w kruszywie był znacząco niższy niż w matrycy cementowej: odpowiednio 0,31 i 0,90. Takie wartości $(\text{Na}+\text{K})/\text{Si}$ oraz Ca/Si mają wpływ na swobodne pęcznienie żelu ASR [30]. Stosunek Ca/Si sprzyja pęcznieniu żelu ASR, jeśli jego

expansion varied. In the case of limestone sand No. 18 (0.009%), only a slight increase in expansion during exposure was noted. Limestone sand contained only 3% of quartz without reactive forms of SiO_2 , which resulted in the lowest expansion of mortar. Alluvial sand contained more particles with micro- and cryptocrystalline SiO_2 than mined fluvioglacjal sands, which affected its reactivity. Sands characterized by high variability in mineral composition are more susceptible to ASR. Natural sands from crushed magmatic and metamorphic rocks are characterized by high uniformity and predictability of expansion results, in contrast to natural sand from fluvioglacjal sediments. Comparable results were reported by Sanchez et al. [14] and Lukschová et al. [28]. Monomineral particles of quartz in natural sand did not affect the ASR-related expansion of mortar.

In the tests performed by Naziemiec [15], the greatest expansion of mortars according to ASTM C1260 (CEM I, $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0.63\%$) was observed for alluvial sands: around 0.30%, which is in agreement with the results described herein. In the presented tests, the sands differed in grading and were tested as delivered, upon exclusion of fractions $< 0.125 \mu\text{m}$ and $> 4 \text{mm}$. The greatest original content of particles $< 0.250 \mu\text{m}$ was noted in silica sand No. 13, and the lowest was noted in sand No. 1. The most reactive sand (No. 9) did not exhibit unusual particle size distribution. Similar results were obtained by Hasdemir et al. [29]. Alluvial sands with lower quartz content (66%) than other silica sands (80%) were characterized by high values of mortar bar expansion, which was associated with increased proportion of fine particles containing considerable quantities of MgO (5%), K_2O (3.3%) and Na_2O (1.44%).

Alkaline-calcium silica gel observed in the analyzed sand particles was characterized by lower Ca^{2+} ion content and greater Si^{2+} ion content than the gel found in the cement matrix and air voids, which directly reduced its viscosity and facilitated penetration into fractures in quartz particles. It was also associated with greater quantities of water absorbed by the gel [11]. Content of Na^+ and K^+ alkalis was greater in the ASR gel found in the cement matrix than in the gel in aggregate. While the values of the proportion of alkalis to silica were comparable (0.22 and 0.27) regardless of the location of their observation (aggregate vs. cement matrix), the proportion of Ca/Si in aggregate (0.31) was significantly lower than in the cement matrix (0.90). Such values of $(\text{Na}+\text{K})/\text{Si}$ and Ca/Si affect free swelling of the ASR gel [30]. The Ca/Si proportion favors ASR gel expansion when its values are in the range of 0.18 to 0.40 [30]. Fig. 12 presents the chemical composition of the

wartość mieści się w zakresie od 0,18 do 0,40 [30]. Na Rys. 12 przedstawiono skład chemiczny żelu ASR w zależności od miejsca występowania i odniesiono do wyników zaprezentowanych przez Thomasa [31]. Skład żelu w analizowanych ziarnach kruszywa odpowiadał składowi żelu w kruszywie w 7-letnim betonie, który charakteryzował się stosunkiem Ca/Si równym 0,25 oraz (Na+K)/Si w zakresie od 0,1 do 0,3. Różnica w składzie żelu w matrycy cementowej jest związana z wiekiem analizowanych próbek i dostępnością alkaliów.

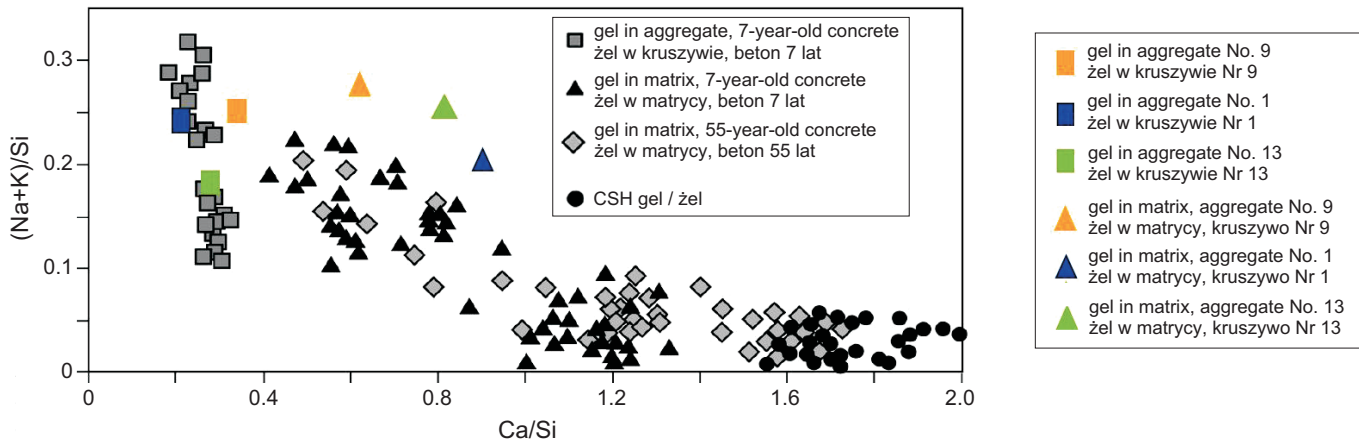


Fig. 12. Composition of the ASR gel in the tested mortar bars and as reported in the literature [33]

Rys. 12. Skład żelu ASR w badanych próbkach zaprawy oraz na podstawie literatury [33]

Gibas i in. [3] wykazali, że beton wykonany z cementu CEM I 42,5R o zawartości alkaliów $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0,6\%$ oraz łamanego grubego kruszywa (kategoria „nieraktywne”) w połączeniu z reaktywnym krzemionkowym piaskiem aluwialnym (kategoria „umiarkowanie reaktywne”) osiągnął znaczną ekspansję podczas badań. Reaktywność naturalnego piasku wyraźnie przyczyniła się do zwiększenia długości belek betonowych badanych wg AAR-12 [32].

Wykazano znaczenie reaktywności piasku krzemionkowego odpowiadającego analizowanemu w powyższych badaniach piasku Nr 9, natomiast jego potencjał do wystąpienia reakcji alkaliczno-krzemionkowej przedstawiono na Rys. 7-11. Analiza SEM potwierdziła, że piasek aluwialny Nr 9 charakteryzował się potencjałem do wystąpienia ASR. Analiza cienkich szlifów (Rys. 11) wykazała, że ziarna piasku zawierały mikro- i kryptokrystaliczny kwarc (drobnoziarnisty kwarcyt), który przyczynił się do wywołania ASR. Powyższe obserwacje znajdują potwierdzenie w pracach [14, 34]. Wigum i in. [34] wykazali, że przy zastosowaniu niereaktywnego kruszywa grubego (granitu) i cementu o zawartości alkaliów $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0,6\%$ zachodzi intensywna reakcja alkaliczno-krzemionkowa wynikająca z reaktywności piasku. Przyczyną wystąpienia ASR była

ASR gel depending on the location of its occurrence, including a comparison of the obtained results to those reported by Thomas [31]. Composition of the gel in the analyzed aggregate particles corresponds to the composition of gel found in aggregate in 7-years-old concrete, which was characterized by Ca/Si proportion of 0.25 and (Na+K)/Si proportion in the range of 0.1 to 0.3. Differences in composition of gel in the cement matrix are associated with the age of the tested specimens and the accessibility of alkalis.

Gibas et al. [3] have shown that concrete produced using a CEM I 42.5R cement with alkali content of $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0.6\%$ and crushed coarse aggregate (“non-reactive” category) in combination with reactive alluvial silica sand (“moderately reactive” category) exhibited considerable expansion during testing. Reactivity of the natural sand significantly contributed to expansion of the concrete prisms tested according to AAR-12 [32].

The presented tests have demonstrated the importance of reactivity of silica sand (represented by sand No. 9), and its potential for occurrence of alkali-silica reaction is shown in Figs. 7-11. As confirmed in SEM analysis, alluvial sand No. 9 was characterized by susceptibility to ASR. Analysis of thin sections (Fig. 11) indicated that quartz particles contained micro- and cryptocrystalline quartz (fine-grained quartzite), which contributed to triggering of ASR. The above observations are in agreement with the works [14, 34]. As shown by Wigum et al. [34], when non-reactive coarse aggregate (granite) and cement with alkali content of $\text{Na}_2\text{O}_{\text{eq}} = 0.6\%$ was used, intensive alkali-silica reaction occurred due to reactivity of sand. The observed ASR was caused by interaction between

interakcja pomiędzy reaktywną krzemionką obecną w piasku a środkami odładzającymi. Sanchez i in. [3] stwierdzili, że betony zawierające reaktywne kruszywa drobne charakteryzowały się szybszym postępowaniem reakcji niż betony zawierające reaktywne kruszywa grube.

Wytyczne niemieckie [35] wprowadzają systematykę badania i klasyfikacji kruszyw poprzez petrograficzne badania i geograficzne przyporządkowanie złóż. Wytyczne te rozróżniają dwie możliwości klasyfikacji kruszyw w klasach podatności na reakcję alkaliczną. Klasyfikacja odbywa się albo w wyniku badania petrograficznego według DIN EN 932-3 [36] i przyporządkowania geograficznego złóż bez dalszych badań, albo z dalszymi badaniami. W północnej części Niemiec wyróżniono obszar odpowiadający sedimentacji z epoki lodowcowej i przyjęto odrębny sposób badania kruszywa z tego obszaru, co odróżnia podejście niemieckie od przedstawionego w RILEM AAR-1 [37] czy ASTM C295 [38].

Piaski aluwialne są średnio obtoczone, a w obrębie warstwy dość dobrze wysortowane. Słabe obtoczenie ziarn jest wynikiem transportu w środowisku wodnym, w którym poszczególne ziarna pozornie tracą na ciężarze. Piaski te posiadają jasną lub białą barwę pochodzącą od dobrze przemytych ziarn kwarcu. Są ubogie w tlenki i wodorotlenki żelaza, skalenie, minerały ilaste i inne składniki. Są one pospolitymi osadami w dolinach polskich rzek, osiągając nieraz znaczne miąższości. Piaski fluwioglacjalne składają się z ziarn obtoczonych jeszcze słabiej niż ziarna piasków aluwialnych. Charakteryzują się słabą selekcją i urozmaiconym składem mineralnym. W porównaniu z piaskami aluwialnymi wykazują mniejsze przesortowanie i przemycie. Stanowią najbardziej rozpowszechnioną skałę macierzystą gleb na obszarze centralnej Polski [39].

Duża zmienność składu mineralnego piasków zbieżna jest z ich pochodzeniem i lokalizacją. Reaktywne kruszywo drobne, w zależności od wykazanej kategorii reaktywności, może być stosowane poprzez włączenie odpowiednich metod łagodzenia ASR. Złagodzenie ASR wydłuży żywotność konstrukcji betonowych i przyniesie znaczne oszczędności w kosztach naprawy i wymiany części lub całości danej konstrukcji betonowej.

6. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań sformułowano następujące wnioski:

- Kruszywa drobne z centralnego rejonu Polski charakteryzowały się różnorodnością wyników badania podatności na wystąpienie reakcji alkaliczno-krzemionkowej.
- Piaski aluwialne wykazywały znacznie większą podatność na reakcję alkaliczno-krzemionkową niż piaski fluwioglacjalne.

reactive silica present in the sand and alkalis from the de-icing agents. Sanchez et al. [3] noted that concretes containing reactive fine aggregates were characterized by greater rate of reaction than concretes containing reactive coarse aggregates.

The German guidelines [35] introduce a system of testing and classification of aggregates based on petrographic analysis and geographic categorization of deposits. The guidelines provide two possible methods of classification of aggregates in terms of alkali-silica reactivity. Classification may be based on petrographic analysis according to DIN EN 932-3 [36] and geographic categorization of the deposit – with or without further testing. In the northern part of Germany, an area corresponding to glacial sedimentation has been determined and assigned a separate method of aggregate testing, which makes the German approach different from RILEM AAR-1 [37] or ASTM C295 [38].

Alluvial sands are moderately rounded and relatively well sorted within a deposit. The fact the particles are rounded to a limited extent results from an apparent loss in weight that they experienced during transport in aqueous environment. These sands are white or light-colored, due to the presence of well-washed particles of quartz. They are poor in iron hydroxides and oxides, feldspars, clay minerals and other components. They belong to common sediments in Polish river valleys, sometimes reaching considerable thickness. Fluvio-glacial sands consist of particles that are even less rounded than those of alluvial sands. They are characterized by less selective and highly varied mineral composition. They are not as well-sorted or washed as alluvial sands. They constitute the most common bedrock for soils in the central area of Poland [39].

High variability of mineral composition of sands is in agreement with their origins and locations. Depending on its category of reactivity, reactive fine aggregate may be used if adequate methods for ASR mitigation are employed. Reduction of ASR increases the service life of concrete structures and provides considerable savings in the costs of repair or replacement of the entire structure or its elements.

6. CONCLUSIONS

Based on the performed investigation, the following conclusions were formulated:

- Fine aggregates from the central regions of Poland were characterized by variable results of alkali-silica reactivity.

- Analiza mineralogiczna wykazała, że pochodzenie piasku kwarcowego jest skorelowane z zawartością potencjalnie reaktywnych form krzemionki. Piasek pochodzenia aluwialnego zawierał więcej ziaren z mikro- i kryptokrystaliczną krzemionką, co wpłynęło na jego podatność na ASR.
- Liczne przykłady produktów reakcji ASR zidentyfikowane w mikrostrukturze zapraw za pomocą badania SEM-EDS potwierdziły zachodzenie reakcji alkaliczno-krzemionkowej.
- Żel w postaci krzemianu wapniowo-alkalicznego występował w spękaniach w ziarnach piasku oraz w matrycy cementowej i porach powietrznych. Skład chemiczny żelu był zróżnicowany w zależności od miejsca występowania.
- Skład chemiczny żelu ASR w ziarnach kruszywa został opisany, a zgodnie z wiedzą literaturową może być scharakteryzowany jako swobodnie pęczniący.
- Duża dostępność piasków występujących na terenie Polski, jak również ich zróżnicowanie z uwagi na odporność na reakcję alkalia-krzemionka, potwierdza konieczność prowadzenia badań na etapie doboru materiałowego projektowanych nawierzchni betonowych. Odpowiedni dobór niereaktywnych kruszyw wpłynie na projektowaną trwałość konstrukcji.

- Alluvial sands exhibited considerably greater susceptibility to ASR than fluvio-glacial sands.
- Mineralogical analysis indicated that the content of potentially reactive forms of silica in quartz sand is correlated with its origin. Alluvial sand contained more particles with micro- and cryptocrystalline silica, which affected its susceptibility to ASR.
- Abundant examples of ASR products identified in the microstructure of mortars using SEM-EDS confirmed the occurrence of alkali-silica reaction.
- Gel in the form of calcium-alkali silicate was observed in fractures in sand particles, in the cement matrix and in air voids. Chemical composition of the gel varied with the location of its occurrence.
- Chemical composition of the ASR gel observed in the aggregate particles was described; according to the state-of-the-art knowledge it may be classified as freely swelling.
- High availability of sands in the territory of Poland, in combination with their variable susceptibility to alkali-silica reaction, confirms the need for testing at the stage of selection of materials for the designed concrete pavements. Adequate selection of non-reactive aggregates will contribute to an increase in the service life of the designed structure.

INFORMACJE DODATKOWE

Artykuł częściowo przygotowany w ramach Projektu RID-I-37 finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju oraz Generalną Dyrekcję Dróg Krajowych i Autostrad w latach 2016-2019 oraz Projektu Preludium 2021/41/N/ST8/03799.

BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] *Broekmans M.A.T.M.*: Deleterious reactions of aggregate with alkalis in concrete. Reviews in Mineralogy & Geochemistry, **74**, 1, 2012, 279-364, DOI: 10.2138/rmg.2012.74.7
- [2] *Mielich O.*: Alkali-silica reaction (ASR) on German motorways: an overview. Otto-Graf-Journal, **18**, 2019, 197-208
- [3] *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, Rovinj, Proceedings PRO 128-5, RILEM Publications, 2019, 59-66
- [4] *Gautam B.P., Panesar D.K., Sheikh S.A., Vecchio F.J.*: Effect of coarse aggregate grading on the ASR expansion and damage of concrete. Cement and Concrete Research, **95**, 2017, 75-83, DOI: 10.1016/j.cemconres.2017.02.022

ACKNOWLEDGEMENTS

Parts of this article were prepared under the RID-I-37 project co-funded by the National Centre for Research and Development and the General Directorate for National Roads and Motorways in the years 2016-2019 and under the Preludium 2021/41/N/ST8/03799 project.

- [5] *Pan J., Wang W., Wang J., Bai Y., Wang J.*: Influence of coarse aggregate size on deterioration of concrete affected by alkali-aggregate reaction. Construction and Building Materials, **329**, 2022, ID article: 127228, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2022.127228
- [6] *Venyite P., Nemaleu J.G.D., Kaze R.C., Tchamba A.B., Kamseu E., Melo U.C., Leonelli C.*: Alkali-silica reactions in granite-based aggregates: The role of biotite and pyrite. Construction and Building Materials, **320**, 2022, ID article: 126259, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2021.126259
- [7] *Antolik A., Józwiak-Niedźwiedzka D.*: Assessment of the alkali-silica reactivity potential in granitic rocks. Construction and Building Materials, **295**, 2021, 123690, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2021.123690

- [8] Józwiak-Niedźwiedzka D., Gibas K., Glinicki M.A.: Rozpoznanie petrograficzne minerałów reaktywnych w kruszywach krajowych i ich klasyfikacja zgodnie z zasadami RILEM i ASTM. *Roads and Bridges - Drogi i Mosty*, **16**, 3, 2017, 223-239, DOI: 10.7409/rabdim.017.015
- [9] Góralczyk S., Filipczyk M.: Aktualne badania reaktywności alkalicznej polskich kruszyw – część II, w: Glapa W. (ed.) *Kruszywa Mineralne*, t. 2, Wydział Geoinżynierii, Górnictwa i Geologii Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2018, 37-48
- [10] Owsiak Z., Zapala J., Czapiak P.: Sources of the gravel aggregate reaction with alkalis in concrete. *Cement Wapno Beton*, **17**, 3, 2012, 149-154
- [11] Trottier C., Ziapour R., Zahedi A., Sanchez L., Locati F.: Microscopic characterization of alkali-silica reaction (ASR) affected recycled concrete mixtures induced by reactive coarse and fine aggregates. *Cement and Concrete Research*, **144**, 2021, 106426, DOI: 10.1016/j.cemconres.2021.106426
- [12] Zahedi A., Trottier C., Sanchez L.F.M., Noël M.: Condition assessment of alkali-silica reaction affected concrete under various confinement conditions incorporating fine and coarse reactive aggregates. *Cement and Concrete Research*, **153**, 2022, 106694, DOI: 10.1016/j.cemconres.2021.106694
- [13] Na O., Xi Y., Ou E., Saouma V.: The Effects of alkali-silica reaction on mechanical properties of concretes with three different types of reactive aggregates. *Structural Concrete*, **17**, 1, 2015, 74-83, DOI: 10.1002/suco.201400062
- [14] Sanchez L.F.M., Fournier B., Jolin M., Mitchell D., Bastien J.: Overall assessment of Alkali-Aggregate Reaction (AAR) in concretes presenting different strengths and incorporating a wide range of reactive aggregate types and natures. *Cement and Concrete Research*, **93**, 2017, 17-31, DOI: 10.1016/j.cemconres.2016.12.001
- [15] Naziemiec Z.: Reaktywność alkaliczno-krzemionkowa wybranych krajowych kruszyw drobnych. *Roads and Bridges - Drogi i Mosty*, **17**, 4, 2018, 271-283, DOI: 10.7409/rabdim.018.017
- [16] <https://www.pgi.gov.pl/psg-1/psg-2/informacja-i-szkolenia/wiadomosci-surowcowe/10844-kruszywa-naturalne-definicja-i-pochodzenie.html>
- [17] Koziol W., Machniak Ł., Borecz A., Baic I.: Górnictwo kruszyw w Polsce – szanse i zagrożenia. *Inżynieria Mineralna*, **17**, 2 (38), 2016, 175-182
- [18] Piotrowska A.: Złoża naturalnych piasków i żwirów: Zasoby, wydobywanie, obrót międzynarodowy. *Surowce i maszyny budowlane*, **4**, 2009, 8-12
- [19] Procedura Badawcza GDDKiA PB/1/18. Instrukcja badania reaktywności kruszyw metodą przyśpieszoną w 1 M roztworze NaOH w temperaturze 80°C, Załącznik nr 1 do Wytycznych technicznych klasyfikacji kruszyw krajowych i zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie stosowanym w nawierzchniach dróg i drogowych obiektach inżynierskich, 2019, <https://www.gov.pl/attachment/7fac7c30-a800-45a3-8053-a06ebd6361f2>
- [20] Procedura Badawcza GDDKiA PB/3/18, Zalecenia dotyczące analizy petrograficznej kruszywa, Załącznik nr 3 do Wytycznych technicznych klasyfikacji kruszyw krajowych i zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie stosowanym w nawierzchniach dróg i drogowych obiektach inżynierskich, 2019, <https://www.gov.pl/attachment/bf3d3b0a-5a79-4903-8e30-803629296f95>
- [21] Józwiak-Niedźwiedzka D., Glinicki M.A., Gibas K., Baran T.: Alkali-silica reactivity of high density aggregates for radiation shielding concrete. *Materials*, **11**, 11, 2018, 2284, DOI: 10.3390/ma11112284
- [22] CSA A23.2-25A-14: Test method for detection of alkali-silica reactive aggregate by accelerated expansion of mortar bars, Canadian Standards Association, Mississauga, 2014
- [23] Test Method T363: Accelerated mortar bar test for the assessment of alkali-reactivity of aggregate, Roads and Maritime Services, NSW Government, RMS/Pub 12.033, 2012, <https://roads-waterways.transport.nsw.gov.au/business-industry/partners-suppliers/documents/test-methods/t363.pdf>
- [24] Józwiak-Niedźwiedzka D., Antolik A., Dziedzic K., Glinicki M.A., Gibas K.: Weryfikacja odporności wybranych kruszyw ze skał magmowych na reakcję z alkaliom. *Roads and Bridges - Drogi i Mosty*, **18**, 1, 2019, 67-83, DOI: 10.7409/rabdim.019.005
- [25] Józwiak-Niedźwiedzka D., Antolik A., Dziedzic K., Gméliing K., Bogusz K.: Laboratory investigations on fine aggregates used for concrete pavements due to the risk of ASR. *Road Materials and Pavement Design*, **22**, 12, 2021, 2883-2895, DOI: 10.1080/14680629.2020.1796767
- [26] Garbacik A., Glinicki M.A., Józwiak-Niedźwiedzka D., Adamski G., Gibas K.: Wytyczne techniczne klasyfikacji kruszyw krajowych i zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie stosowanym w nawierzchniach dróg i drogowych obiektach inżynierskich. Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych oraz Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, Kraków-Warszawa, 2019, <https://www.gov.pl/web/gddkia/reaktywnosc-kruszyw>
- [27] Szuflicki M., Malon A., Tyimiński M. (eds.): Bilans zasobów złóż kopalin w Polsce wg stanu na 31 XII 2020 r. Państwowy Instytut Geologiczny – Państwowy Instytut Badawczy, Warszawa, 2021
- [28] Lukschová Š., Příkrýl R., Pertold Z.: Evaluation of the alkali-silica reactivity potential of sands. *Magazine of Concrete Research*, **61**, 8, 2009, 645-654, DOI: 10.1680/macr.2008.61.8.645
- [29] Hasdemir S., Tuğrul A., Yılmaz M.: Evaluation of alkali reactivity of natural sands. *Construction and Building Materials*, **29**, 2012, 378-385, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2011.10.029
- [30] Vayghan A.G., Farshad Rajabipour F., Arndt C.: The influence of ASR gels composition on their swelling properties. 15th International Conference on Alkali-Aggregate Reaction, Sao Paulo, 2016

- [31] *Thomas M.*: The role of calcium hydroxide in alkali recycling in concrete, calcium hydroxide in concrete. In: Skalny J., Gebauer J., Odler I. (eds.): Materials science of concrete. Special volume: Calcium hydroxide in concrete, American Ceramic Society, Westerville, 2001, 225-236
- [32] *Borchers I.*: Recommendation of RILEM TC 258-AAA: RILEM AAR-12: determination of binder combinations for non-reactive mix design or the resistance to alkali-silica reaction of concrete mixes using concrete prisms – 60 °C test method with alkali supply. *Materials and Structures*, **54**, 6, 202, 2021, DOI: 10.1617/s11527-021-01681-2
- [33] *Owsiak Z.*: Korozja wewnętrzna betonu. Monografie, Studia, Rozprawy nr M66, Wydawnictwo Politechniki Świętokrzyskiej, Kielce, 2015
- [34] *Wigum B.J., Pedersen L.T., Grell B., Lindgård J.*: Report 2.1. State-of-the art report: Key parameters influencing the alkali aggregate reaction, SINTEF Building and Infrastructure, Trondheim, 2006, <https://www.sintef.no/globalassets/upload/byggforsk/partner/report-2.1-final-a06018.pdf>
- [35] DAfStb Alkali-Richtlinie:2013-10, DAfStb-Richtlinie – Vorbeugende Maßnahmen gegen schädigende Alkalireaktion im Beton (Alkali-Richtlinie), Beuth Verlag GmbH, 2013
- [36] DIN EN 932-3:2003-12 Tests for general properties of aggregates – Part 3: Procedure and terminology for simplified petrographic description (includes Amendment A1:2003)
- [37] RILEM Recommended Test Method AAR-1: Detection of potential alkali-reactivity of aggregates – Petrographic examination method. In: Nixon P.J., Sims.I. (eds.): 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, RILEM State-of-the-art reports, **17**, Springer, 2016
- [38] ASTM C295-08: Standard guide for petrographic examination of aggregates for concrete, DOI: 10.1520/C0295-08
- [39] *Manecki A., Muszyński M.* (eds.): Przewodnik do petrografii. AGH, Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2008