

ZDZISŁAWA OWSIAK<sup>1</sup>  
JUSTYNA ZAPAŁA<sup>2</sup>

Kielce University of Technology  
Faculty of Civil and Environmental Engineering  
al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7  
25-314 Kielce, Poland

<sup>1</sup>e-mail: owsiak@tu.kielce.pl

<sup>2</sup>e-mail: j.zapala@tu.kielce.pl

# REVIEW OF THE LABORATORY METHODS APPLIED TO ASSESS THE REACTIVITY OF ALKALINE SILICEOUS AGGREGATES IN CONCRETE

## Abstract

*The alkali-silica reaction is one of those reactions that cause the concrete destruction. The question of the alkali-aggregate reaction has not been fully explained as yet. This paper presents the outline of the reaction mechanism, and discusses the most common methods of investigating the reactivity of aggregates and of aggregate-cement mixtures. The ideal testing method should be fast, simple, precise and accurate. None of the accessible methods combine all those assumptions. The paper presents the evaluation of the applied methods.*

**Keywords:** alkali-silica reaction, aggregate, testing methods.

## 1. Introduction

The expansion processes resulting from the alkali-aggregate reaction leads to both the utilitarian and the aesthetic values of the buildings being decreased. The reaction is slow, therefore its destructive effects become evident only after a longer period of time. The progress of the alkali-aggregate reaction depends on many factors, i.a. on the composition of concrete pore solution and on the presence of reactive aggregate.

Thus the evaluation of the aggregate reactivity appears to be necessary before its application in real life structures. The probability of the reaction can be determined by direct analysis tests performed on aggregates and by indirect analysis of the standard mortar and concrete samples.

## 2. Mechanism of alkali-silica reaction [1]

The alkali-silica reaction takes place between reactive components of silica aggregates and alkalis present in cement. In order for the reaction to take place there must be favourable conditions: high moisture, high pH and the reactive silica. The reactive silica reacts with hydroxyl groups present in the concrete pore solution. The effect of sodium and potassium ions on the silica grain results in the destruction of the three-dimensional structure of quartz. This process gives polymineral gel,

which is capable of absorbing water and thus of giving an expansive product. The resultant gel is surrounded by mortar components and therefore an osmotic pressure is generated. This pressure exceeds the tensile strength of concrete, which consequently leads to concrete cracking. As the water content grows, the resultant gel can move in concrete, filling pores and cracks.

## 3. Methods of testing the occurrence of the alkali-silica reaction

Petrographic and chemical methods can be distinguished among the most common methods evaluating the alkali-aggregate reactivity, both according to American standards ASTM and European standards RILEM.

The testing of the alkali-aggregate reactivity is performed through:

- a) aggregate petrographic analysis,
- b) mortar and concrete samples analysis in ultra-fast laboratory tests,
- c) mortar and concrete samples analysis in long-term tests.

### 3.1. Aggregate petrographic analysis

American method ASTM C295 [2] uses the following petrographic techniques to evaluate

siliceous aggregate reactivity: optical microscopy, energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and X-ray powder diffraction (XRD) infrared spectroscopy, and thermic analysis. The analysis is performed on samples in the form of core samples, cross-sectional samples or pieces of aggregate. The analysis of the obtained picture permits primarily the qualitative determination of minerals (optical microscopy), and their quantitative determination, detection of voids, defining the size and shape of grains (computer analysis of the picture).

As far as silica aggregates are concerned, the reactive minerals include: opal, cristobalite, tridymite, obsidian, siliceous glass, horn-stone, chalcedony, cryptocrystalline volcanic rocks i.e. andesite, rhyolith, metamorphic quartz under stress and microcrystalline silica [3].

Petrographic methods permit identifying reactive forms of silica, however, it is a difficult task due to the difficulties in identifying particular forms. Thus it is one of the reasons for applying dilatometric methods in order to evaluate the aggregate reactivity and for combining them with petrographic methods. Although this test cannot provide information on the behaviour of aggregate in the presence of alkalis from cement, it permits choosing an appropriate accelerated method, a further method of testing the aggregate reactivity.

RILEM AAR1 [4] recommends microscopic testing of aggregate samples reactivity, based on: separating particles and observing their cross section (this procedure is relatively uncertain and inappropriate for examining unknown or complex aggregates), spot testing (considered to be the most accurate of the methods) and the whole-rock petrography. On the basis of the tests the aggregates are classified into one of the classes: I – non-reactive aggregates, II – potentially reactive aggregates, III – reactive aggregates.

### 3.2. The analysis of mortar and concrete samples in ultra-fast laboratory tests

#### a) the accelerated method ASTM C1260 [5]

The method takes advantage of a feature characteristic of most chemical reactions – the reaction goes faster in higher temperature.

Mortar bars with the dimensions 25x25x250 mm (in RILEM AAR-2 the dimensions are: 40x40x160 mm) [4], with the w/c ratio which equals approximately 0.5, are kept in 1M NaOH solution in the temperature of 80°C. The changes in the samples length are marked on day 4, 7, 11 and 14. The point of reference is the

initial measurement, performed on samples that have been kept for 24 hours in water in the temperature of 80°C. In the ultra-fast method the obtained difference in lengths bigger than 0.1% and smaller than 0.25% indicates a medium reactive aggregate and an expansion of more than 0.25% indicates a very reactive aggregate. At the same time an expansion of less than 0.1% of the initial value indicates a non-reactive aggregate.

In contrast to ASTM C227 – in ASTM C1260 the degree of expansion decreases together with the fall of the w/c ratio (probably the degree of alkali ions migration in the sample goes down). It has also been noted that high temperature and NaOH concentration cause the decrease in calcium ions migration in the material pore solution and consequently the increase in the silica solubility and diffusion from the solution outside. This effect leads to the decrease in the monitored expansion. Thus, the method may produce erroneous results.

According to the conducted tests, ASTM C1260 method gives approximately 36% of falsely negative results [6]. This high number of failures can be reduced by reducing the reactivity criterion from 0.1% to 0.06%, with 14-day tests and 0.13% with tests prolonged to 28 days.

Some researchers of aggregate reactivity have confirmed that it is advisable to prolong the testing time [7].

#### b) testing mortar samples in a digester

This method is presented as the most promising one for defining the alkali-silica reaction. Mortar samples are prepared according to the ASTM C227 method, however the w/c ratio equals 0.50 and the alkali content equals 3.50% Na<sub>2</sub>O<sub>e</sub>. The lengths of samples that have been kept in a digester for 5 hours with the pressure of 0.17 MPa and the temperature of approximately 130°C are then measured. It has been concluded that this test is more reliable than the accelerated method ASTM C1260. The suggested expansion time of 0.1% has been recognized as tolerable [8].

#### c) European standards

According to the European standard AAR-4 (the accelerated method) and AAR-4 Alt. (the alternative method) concrete samples with the dimensions (75±5) x(75±5)x(250±50) mm are stored in the temperature of 60°C. In the AAR-4 method the samples are stored in containers over the water surface, and in the alternative method the samples are wrapped in a wet cotton fabric and polyethylene. The expansion degree

is measured during the period of 20 or 15 weeks. AAR-4 test results showing an expansion higher than 0.03% indicate a reactive aggregate [9].

### 3.3. The long-term analysis

a) ASTM C227 method [10]

ASTM C227 uses cements with the alkali content of 0.60% of  $\text{Na}_2\text{O}_e$ . The standard does not define the value of the w/c ratio in a very precise way. 24 hours after the molding the bars (25x25x250 mm) are stored at  $38^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$  in special containers over the water surface. The lengths measurements of the samples that have been cooled down to the temperature of  $23^\circ\text{C}$  are taken after 14 days and then after 1, 2, 3, 4, 6, 9 and 12 months and if necessary also every six months after that. The difference in lengths between the initial sample and the one measured after 12 months bigger than 0.1% permits the conclusion that the aggregate is reactive. The difference smaller than 0.1% indicates the lack of reactivity.

Tests conducted in many centres allowed the researchers to conclude that this test does not make it possible to predict the reactivity in the case of slowly reacting aggregates such as greywacke or argillite [8]. At the same time, the use of containers that are equipped with felt for the storage of samples is connected with washing alkalis out of mortars, which results in the decrease of the expansion grade. Therefore it is believed that the alkali content should be increased to 1.25% and the w/c ratio should not exceed the value of 0.50.

b) the ASTM C1293 method of testing concrete samples [11]

In this method the concrete samples with the dimensions 75x75x285 mm are stored over water, with 100% moisture, in sealed containers and in the temperature of  $38^\circ\text{C}$ . The lengths measurements of the samples are taken on day 7, 28, 56 and then after 3, 6, 9 and 12 months and if necessary also every six months after that time. The expansion which after a year's time equals 0.04% means that the aggregate is potentially reactive. The use of this method is significant when petrographic tests have not provided the rationale for claiming that the aggregate is reactive, whereas mortar tests have given the results confirming the reactivity. The long time of duration is undoubtedly a disadvantage of this method.

## 4. Summary

In the presented methods of testing the potential reactivity of siliceous aggregates, the crucial role is

played by the determinants of the alkali-silica reaction. Because the alkali-silica reaction becomes evident after a longer period of time, increasing parameters such as temperature, pressure, alkali concentration and moisture in the testing methods described in this paper allows the researchers to conclude about the behavior of aggregate in the real structures.

## References

- [1] Bernhardsvej C.: *Chemistry of alkali – silica reaction and testing of aggregates*. Cement and Concrete Composition, 27 (2005) pp. 788-795.
- [2] ASTM C295. Guide for Petrographic Examination of Aggregates for Concrete. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 04.02 (1998).
- [3] Lukschova S., Prikryl R., Pertold Z.: *Petrographic identification of alkali – silica reactive aggregates in concrete from 20<sup>th</sup> century bridges*. Construction and Building Materials, 23 (2009), pp. 734-741.
- [4] Lindgard J., Nixon P.J., Borches I.: The EU "PARTNER" Project – European standard tests to prevent alkali reaction in aggregates: Final results and recommendation. Cement and Concrete Research, 40 (2010), pp. 611-635.
- [5] ASTM C1260. Standard Test Method for Potential Reactivity of Aggregates (Mortar Bar Method). Annual Book of ASTM Standards, Vol. 04.02 (1993).
- [6] Lenke L.R., Malvar L.J.: *Alkali silica reaction criteria for accelerated mortar bar tests based on field performance data*. 2009 Word of Coal Ash Conference – May 4-7 (2009) in Lexington, USA.
- [7] Chang-Seon Shon, Dan G. Zollinger, Shondeep L. Sarkar.: *Evaluation of modified ASTM C 1260 accelerated mortar bar test for alkali-silica reactivity*. Cement and Concrete Research, 32(2002) 1981-1987.
- [8] Touma W.E.: *Alkali-silica reaction in portland cement concrete: testing methods and mitigation alternatives*. The University of Texas at Austin, (2000), pp.16-26.
- [9] <http://homepage.tudelft.nl/n89v3/Page6.html>.
- [10] ASTM C227: Standard Test Method for Potential Reactivity of Cement – Aggregate Combinations. Annual Book of ASTM Standards, vol. 04.02 (1997).
- [11] ASTM C1293: Standard Test Method for Determination of Length Change of Concrete Due to Alkali Silica Reaction. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 04.02 (2002).

Zdzisława Owskiak  
Justyna Zapala

# Przegląd metod laboratoryjnych stosowanych do oceny reaktywności alkalicznej kruszyw krzemionkowych w betonie

## 1. Wprowadzenie

Procesy ekspansji będące efektem reakcji alkalia-kruszywo skutkują obniżeniem właściwości użytkowych a także estetycznych budowli. Reakcja jest powolna dlatego jej negatywne skutki ujawniają się dopiero po dłuższym czasie. Postęp reakcji alkalia-kruszywo zależy od wielu czynników spośród których można wymienić skład roztworu w porach betonu oraz obecność kruszywa reaktywnego. Niezbędna staje się więc ocena reaktywności kruszyw przed ich zastosowaniem w rzeczywistych konstrukcjach. Możliwość zachodzenia reakcji można określić stosując testy analizy bezpośredniej, wykonywanej na kruszywach oraz analizy pośredniej na normowych próbkach zapraw i betonów.

## 2. Mechanizm reakcji alkalia-krzemionka [1]

Reakcja alkalia-krzemionka zachodzi pomiędzy reaktywnymi składnikami kruszyw krzemionkowych a alkaliami zawartymi w cemencie. Aby reakcja mogła mieć miejsce muszą wystąpić sprzyjające temu warunki: duża wilgotność, wysokie pH oraz reaktywna krzemionka. Reaktywna krzemionka reaguje z grupami hydroksylowymi obecnymi w roztworze porów betonu. Na skutek działania jonów sodu i potasu na ziarno krzemionki następuje zniszczenie trójwymiarowej struktury kwarcu. Skutkiem procesu jest utworzenie polimineralnego żelu. Żel ten jest zdolny do pochłaniania wody a przez to do tworzenia produktu ekspansywnego. Powstający żel otoczony jest składnikami zaprawy dlatego też dochodzi do wygenerowania ciśnienia osmotycznego. Ciśnienie to przewyższa wytrzymałość betonu na rozciąganie co w efekcie prowadzi do powstawania spękań. Powstający żel w miarę wzrostu zawartości wody może się przemieszczać w betonie, wypełniając pory i powstałe spękania.

## 3. Metody badań występowania reakcji alkalia-krzemionka

Wśród najbardziej popularnych metod stosowanych do oceny reaktywności kruszyw z alkaliami,

zarówno wg norm amerykańskich ASTM jak i europejskich RILEM, wyróżnia się metody petrograficzne oraz metody chemiczne. Badanie reaktywności alkalia-kruszywo dokonywane jest poprzez:

- analizę petrograficzną kruszywa,
- analizę próbek zapraw i betonów w ultraszybkich testach laboratoryjnych,
- analizę próbek zapraw i betonów w testach długoterminowych.

### 3.1. Analiza petrograficzna kruszywa

Wśród metod petrograficznych, w amerykańskiej metodzie ASTM C 295 [2], do oceny reaktywności kruszyw krzemionkowych zastosowanie znalazły: mikroskopia optyczna, skaningowa mikroskopia elektronowa z dyspersją energii (EDS) i dyfrakcją rentgenowską (XRD), spektroskopia w podczerwieni, analiza termiczna. Analizy dokonuje się na próbce w formie rdzenia, przekroju lub kawałka kruszywa. Analiza uzyskanego obrazu umożliwia przede wszystkim oznaczenie jakościowe (mikroskopia optyczna) i ilościowe minerałów, wykrywanie pustek, określanie rozmiarów i kształtów ziaren (komputerowa analiza obrazu).

W odniesieniu do kruszyw krzemionkowych, wśród minerałów reaktywnych wymienić należy: opal, krystobalit, trydymit, obsydian, szkło krzemionkowe, rogowiec, chalcedon, kryptokrystaliczne skały wulkaniczne, tj. andezyt, riolit, kwarc metamorficzny w stanie naprężeń i mikrokrystaliczną krzemionkę [3].

Metody petrograficzne pozwalają na zidentyfikowanie form reaktywnych krzemionki, jednak jest to zadanie trudne ze względu na problemy w wydzieleniu poszczególnych form. Jest to więc jeden z powodów stosowania również metod dylatometrycznych w celu oceny reaktywności kruszywa i połączenia ich z metodami petrograficznymi. Choć badanie nie może dostarczyć informacji dotyczących zachowania kruszywa w obecności alkaliów z cementu, pozwala na wybranie odpowiedniej metody przyspieszonej, kolejnej z metod badania reaktywności kruszywa.

RILEM AAR1 [4] przewiduje badania mikroskopowe reaktywności próbek kruszyw, opierające się na: separacji cząstek i obserwacji ich przekroju (procedura dość niepewna, niewłaściwa do badania nieznanymi lub złożonymi kruszyw), technice punktowej (uważana jest za najbardziej dokładną z dostępnych metod), petrografii całej skały. W wyniku badań, kruszywa klasyfikuje się do jednej z trzech klas: I – kruszywa nie reaktywne, II – kruszywa potencjalnie reaktywne, III – kruszywa reaktywne.

### 3.2. Analiza próbek zapraw i betonów w ultraszybkich testach laboratoryjnych

#### a) metoda przyspieszona ASTM C 1260 [5]

W metodzie wykorzystuje się cechę charakterystyczną dla większości reakcji chemicznych – reakcja przebiega szybciej w wyższej temperaturze.

Beleczki zapraw o wymiarach 25x25x250 mm (w metodzie RILEM AAR-2 wymiary 40x40x160 mm) [4], współczynnik w/c równy około 0,5 przechowuje się w 1M roztworze NaOH w temperaturze 80°C. Zmiany długości próbek oznaczone w 4, 7, 11, 14 dniu odnosi się do pomiaru początkowego, dokonanego na próbkach przechowywanych przez 24 h w wodzie w temperaturze 80°C. W metodzie ultraszybkiej otrzymana różnica długości większa od 0,1%, a mniejsza od 0,25% wskazuje na kruszywo średnio reaktywne, ekspansja powyżej 0,25% na kruszywo bardzo reaktywne. Równocześnie ekspansja poniżej 0,1% wartości początkowej wskazuje na kruszywo nie reaktywne.

W przeciwieństwie do metody ASTM C 227 w metodzie ASTM 1260 wraz ze spadkiem wskaźnika w/c spada również stopień ekspansji (prawdopodobnie spada stopień migracji jonów alkalicznych w próbce). Stwierdzono również, że wysoka temperatura i stężenie NaOH powoduje spadek zawartości jonów wapnia w roztworze mieszczącym się w porach materiału przez co zwiększa się rozpuszczalność i dyfuzja krzemionki z roztworu na zewnątrz. Efekt ten skutkuje spadkiem obserwowanej ekspansji. Metoda ta może więc dawać błędne wyniki.

Według przeprowadzonych badań, metoda ASTM 1260 daje ok. 36% wyników fałszywie negatywnych [6]. Tak wysoką liczbę niepowodzeń można zmniejszyć poprzez zmniejszenie kryterium reaktywności z 0,1% do 0,06% przy pomiarach 14-dniowych i 0,13% dla pomiarów wydłużonych do 28 dni. Celowość wydłużenia czasu badań została potwierdzona przez niektórych badaczy reaktywności kruszyw [7].

#### b) metoda badania próbek zapraw w autoklawie

Metoda ta ukazywana jest jako najbardziej obiecująca dla określenia reakcji alkalia-krzemionka. Próbki zapraw wykonywane są zgodnie z metodą ASTM C 227 jednak przy współczynniku w/c wynoszącym 0,50 i zawartości alkaliów równych 3,50% Na<sub>2</sub>O<sub>e</sub>. Próbki umieszczane na 5 godzin w autoklawie przy ciśnieniu 0,17 MPa i temperaturze ok. 130°C podlegają pomiarom długości. Stwierdzono, że test ten jest bardziej wiarygodny od przyspieszonej metody ASTM C 1260. Proponowany limit ekspansji wynoszący 0,1% został uznany za dopuszczalny [8].

#### c) normy europejskie

Według europejskiej normy AAR-4 (metoda przyspieszona) i AAR-4 Alt. (metoda alternatywna) próbki betonu o rozmiarach (75±5)x(75±5)x(250±50) mm są przechowywane w temperaturze 60°C. W metodzie AAR-4 próbki przechowywane są w pojemnikach, nad lustrem wody, a w metodzie alternatywnej próbki zawijane się w wilgotną tkaninę bawełnianą i polietylen. Pomiarów stopnia ekspansji dokonuje się przez okres 20 lub 15 tygodni. Wyniki testu AAR-4 wykazujące ekspansję wyższą niż 0,03% wskazują na kruszywo reaktywne [9].

### 3.3. Analiza długoterminowa

#### a) metoda ASTM C227 [10]

W metodzie ASTM C 227 stosuje się cementy o zawartości alkaliów wynoszącej 0,60% Na<sub>2</sub>O<sub>e</sub>. Norma nie określa ściśle wartości współczynnika w/c. Beleczki (25x25x250 mm) po dobie od zarobienia przechowuje się w 38°C±2°C w specjalnych pojemnikach nad lustrem wody. Pomiarów długości ostudzonych do 23°C próbek dokonuje się po 14 dniach oraz 1, 2, 3, 4, 6, 9, 12 miesiącach, jeśli to konieczne również po każdym sześciu miesiącach od tego. Różnica długości początkowej próbki i zmierzonej po 12 miesiącach większa niż 0,1% pozwala twierdzić, że kruszywo jest reaktywne. Wynik poniżej 0,1% świadczy o braku reaktywności.

Badania przeprowadzane w wielu ośrodkach pozwoliły stwierdzić, że test ten nie pozwala przewidzieć reaktywności w przypadku wielu wolno reagujących kruszyw np. szarogłaz, argillit [5]. Równocześnie zastosowanie pojemników, do przechowywania próbek, wyposażonych w wołjoki związane jest z wymywaniem alkaliów z zapraw, co skutkuje zmniejszeniem stopnia ekspansji. Stąd uważa się, że należy zwiększyć zawartość alkaliów do 1,25%, a stosunek w/c nie powinien przekroczyć wartości 0,50.

b) metoda ASTM C 1293 badania próbek betonowych [11]

W metodzie tej próbki betonu o wymiarach 75x75x285 mm przechowywane są nad wodą, przy 100% wilgotności, w szczelnych pojemnikach przy temperaturze 38°C. Pomiarów długości próbek dokonuje się w 7, 28, 56 dniu oraz po 3, 6, 9, 12 miesiącu i jeśli to konieczne po każdym sześciu miesiącach od tego okresu. Ekspansja wynosząca po okresie roku 0,04% świadczy o potencjalnej reaktywności kruszywa. Zastosowanie tej metody jest istotne w przypadku, gdy badania petrograficzne nie dały przesłanek do stwierdzenia reaktywności kruszywa podczas gdy próby wykonane na zaprawach dały wynik potwier-

dzający reaktywność. Wadą metody jest niewątpliwie długi czas jej przeprowadzania.

### **Podsumowanie**

W przedstawionych metodach badania potencjalnej reaktywności kruszyw krzemionkowych kluczową rolę odgrywają determinanty reakcji alkalia-krzemionka. Ze względu na fakt, iż reakcja alkalia-krzemionka ujawnia się po dłuższym okresie, zwiększenie parametrów takich jak: temperatura, ciśnienie, stężenie alkaliów, wilgotność w opisanych metodach badań pozwala na wnioskowanie o zachowaniu kruszywa w rzeczywistych budowlach.