

Załącznik 3

Procedura badawcza GDDKiA PB/3/18

Zalecenia dotyczące analizy petrograficznej kruszywa

1. Zalecenia ogólne

1.1. Przedmiotem analizy petrograficznej jest identyfikacja skał oraz składników potencjalnie reaktywnych oraz rozpoznanie produktów reakcji alkalia-krzemionka w próbkach zaprawy lub próbkach betonu po zakończeniu badania wg Procedur Badawczych GDDKiA PB/1/18, PB/2/18, PB/4/18 oraz PB/5/18.

Rozpoznanie produktów reakcji ASR ma na celu potwierdzenie, że przyczyną niszczącej ekspansji jest reakcja alkalia-krzemionka. Zaobserwowane składniki potencjalnie reaktywne oraz późniejsze produkty reakcji alkalia-krzemionka należy udokumentować w postaci mikrofotografii wraz z opisem.

1.2. Analiza petrograficzna swoim zakresem obejmuje: uproszczony opis petrograficzny wg PN EN 932-3, identyfikację składników potencjalnie reaktywnych wg ASTM C295/RILEM AAR-1.1 na cienkich szlifach (*Uwaga 1*), identyfikację produktów reakcji alkalia-krzemionka wg ASTM C856. Badania należy przeprowadzić zgodnie z wymaganiami ww. norm/dokumentów z zastosowaniem niniejszych zaleceń.

Uwaga 1: W przypadku niektórych składników potencjalnie reaktywnych ich identyfikacja wymaga zastosowania dodatkowych metod instrumentalnych np.: analiza rentgenograficzna (XRD), analiza termiczna różnicowa (DTA), mikroskopia skaningowa (SEM/EDX), spektroskopia w podczerwieni i inne.

1.3. Zaleca się, aby analiza petrograficzna była wykonywana przez wykwalifikowanego geologa (petrografa) potrafiącego sporządzić pełny opis petrograficzny, doświadczonego w identyfikacji skał oraz składników potencjalnie reaktywnych. Dodatkowo, podkreśla się, że wiarygodność uzyskanych wyników analizy zależy od reprezentatywności próbki dostarczonej do badań (patrz pp. 1.4). Osobie wykonującej analizę petrograficzną (geolog, petrograf) należy udostępnić niezbędne informacje dotyczące badanego kruszywa tj.: pochodzenie kruszywa (nazwa złoża) oraz jego końcowe zastosowanie.

1.4. Próbka do analizy petrograficznej musi być reprezentatywna (*Uwaga 2*), pobrana z tej samej partii i w tym samym czasie, co próbka na badania reaktywności alkalicznej wg PB/1/18. Próbki należy pobierać zgodnie z normą PN-EN 932-1, pomniejszając zgodnie z normą PN-EN 932-2. Próbka dostarczona do laboratorium musi posiadać protokół pobrania wraz z zapisem, że została pobrana zgodnie z normą PN-EN 932-1.

Uwaga 2: Jeżeli próbka dostarczona do badań nie jest reprezentatywna dalsze czynności podjęte w celu zapewnienia reprezentatywności próbki nie mają znaczenia. Brak reprezentatywności próbki na etapie dostawy do badań skutkuje uzyskaniem błędnej analizy.

2. Zalecenia do rozszerzenia uproszczonego opisu petrograficznego wg PN-EN 932-3

Uproszczony opis petrograficzny należy przeprowadzić zgodnie z wymaganiami normy PN-EN 932-3. W przypadku analizy kruszyw niejednorodnych petrograficznie (żwiry, kruszywa łamane z otoczków rzeczno-lodowcowych) konieczne jest określenie składu petrograficznego metodą zliczania ziaren wg p. 7.2 PN-EN 932-3. W trakcie określania składu petrograficznego należy zwrócić szczególną uwagę na zawartość skał mogących zawierać składniki potencjalnie reaktywne alkalicznie, które zostały wymienione w p. 3. W przypadku kruszyw o uziarnieniu ciągłym konieczne może być rozdzielenie kruszywa na poszczególne frakcje.

3. Zalecenia do identyfikacji składników potencjalnie reaktywnych wg ASTM C295/RILEM AAR-1.1 na cienkich szlifach

Wielkość próbki do identyfikacji składników potencjalnie reaktywnych powinna być zgodna z wymaganiami RILEM AAR-1.1 (p. 5.2 Tabela 1-2). Próbkę do wykonania preparatów mikroskopowych należy przygotować zgodnie z p. 5.3 RILEM AAR-1.1 oraz CUR Recommendation 89 Measures to prevent damage to concrete by alkali-silica reaction.

Preparaty mikroskopowe powinny być wykonane przez szlifierza posiadającego doświadczenie w preparatyce mikroskopowej w zakresie przygotowania cienkich szlifów. Preparaty mikroskopowe powinny mieć grubość średnio w granicach od 20 do 30 μm przy odchyleniu od średniej w granicach $\pm 3 \mu\text{m}$. Należy przygotować odpowiednią liczbę preparatów, aby analiza objęła reprezentatywną ilość materiału (patrz Tabela Z3.1).

Odpowiednia liczba preparatów mikroskopowych ma szczególne znaczenie w przypadku kruszyw niejednorodnych petrograficznie (tj. żwiry, kruszywa łamane rzeczno-lodowcowe). W identyfikacji minerałów potencjalnie reaktywnych pomocny jest atlas petrograficzny RILEM Petrographic Atlas: Characterisation of Aggregates Regarding Potential Reactivity to Alkalis.

Tabela Z3.1. Wymagana ilość materiału jaką powinny zawierać preparaty mikroskopowe (cienkie szlify) do identyfikacji składników potencjalnie reaktywnych (wg RILEM TC 191-APR)

Kruszywo grube (frakcji > 4 mm po kruszeniu do frakcji < 4 mm)	Liczba ziaren jaką powinien zawierać preparat mikroskopowy	Masa/liczba preparatów odpowiadająca określonej liczbie ziaren przy normalnej gęstości kruszywa
frakcja, mm		
2-4	150	7,5 g
0,063-2	1500	1 preparat mikroskopowy o wymiarach 50 x 30 mm lub 2 preparaty mikroskopowe o wymiarach 20 x 30 mm

3.1. Składniki potencjalnie reaktywne oraz skały, w których mogą występować.

Do składników potencjalnie reaktywnych zaliczamy:

- opal,
- chalcedon,
- kwarc mikrokrystaliczny (wielkość kryształów < 0,100 mm),
- kwarc kryptokrystaliczny (wielkość kryształów < 0,010 mm),
- kwarc w stanie naprężeń (kwarc wykazuje smużyste wygaszania światła),
- kwarc wykazujący obwódki regeneracyjne,
- szkliwo wulkaniczne (w tym zdewitryfikowane szkliwa wulkaniczne),
- naturalne szkła kwarcowe (fulguryt, lechatelieryt),
- trydymit,
- cristobalit,
- stiszowit,
- koezyt,
- syntetyczne szkło krzemionkowe.

Wyżej wymienione składniki mogą występować w takich skałach jak:

- skały magmowe - wulkaniczne (np. bazalty, melafiry, diabazy, porfiry),
- skały magmowe - głębinowe (granity i granodioryty, dioryty),
- skały metamorficzne (np. gnejsy, łupki metamorficzne, kwarcyty),
- skały osadowe: piaskowce, szarogłazy, mułowce, pyłowce, łupki osadowe, kwarcyty,
- skały osadowe – węglanowe: wapień, wapień dolomityczny, dolomity wapienisty, dolomity,
- skały przejściowe pomiędzy skałami węglanowymi a okruchowymi: wapień marglisty, margle, iłowce margliste, iłowce,
- skały przejściowe pomiędzy skałami węglanowymi a krzemionkowymi: opoki,
- skały przejściowe pomiędzy skałami krzemionkowymi a okruchowymi: gezy wapienne,
- skały osadowe krzemionkowe pochodzenia organogenicznego: ziemia okrzemkowa, diatomity, radiolaryty, spongiolity,
- skały osadowe krzemionkowe pochodzenia chemogenicznego: krzemień, czert, rogowiec.

W tabeli Z3.2 zestawiono skały wraz z wykazem składników potencjalnie reaktywnych, które mogą w nich występować i na które należy zwrócić uwagę podczas identyfikacji składników potencjalnie reaktywnych na cienkich szlifach.

Tabela Z3.2. Zestawienie skał mogących zawierać składniki potencjalnie reaktywne wraz ze wskazaniem jakie składniki potencjalnie reaktywne należy zwrócić uwagę podczas analizy petrograficznej w mikroobszarze na cienkich szlifach

Nazwa skały	Składnik potencjalnie reaktywny	Uwagi
porfir kwarcowy (ryolit, ryodacyt, dacyt)	kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny tworzący często masę kwarcowo-skaleniową, szklivo wulkaniczne, trydymit lub cristobalit	
bazalt, melafir, diabaz	szklivo wulkaniczne, trydymit, cristobalit, opal, chalcedon, wtórny kwarc (powstały przez rekrytalizację szkliva wulkanicznego)	opal i chalcedon może stanowić wypełnienie pęcherzyków lub żyłki z mineralizacją
gnejs, łupek metamorficzny	kwarc w stanie naprężeń i/lub kwarc rekrytaliczny wykazujący słaby stopień krystalizacji granic pomiędzy ziarnami kwarcu, kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny	
kwarcyt	kwarc w stanie naprężeń, kwarc rekrytaliczny wykazujący słaby stopień krystalizacji granic pomiędzy ziarnami kwarcu, kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny	
amfibolit	kwarc w stanie naprężeń, kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny,	
hornfleks	kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny	
granit, granodioryt, dioryt	kwarc w stanie naprężeń, kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny	
piaskowiec, szarogłaz, mułowiec, pyłowiec, łupek osadowy	kwarc w stanie naprężeń, kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny, opal, chalcedon	chalcedon często stanowi spoiwo w piaskowcu wykształcone w postaci rozet
wapień, wapień dolomityczny, dolomit wapnisty, dolomit	kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny, opal, chalcedon	
opoka	kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny, opal rzadziej chalcedon	często zawierają szczątki organiczne (zwłaszcza igły gąbek)
geza wapienna	kwarc mikrokrystaliczny i/lub kryptokrystaliczny, opal, cristobaoilit	zawierają zmienne ilości krzemionkowych elementów szkieletowych (spikule gąbek, szkieleciki radiolari i/lub okrzemek)
ziemia okrzemkowa, diatomit, radiolaryt, spongiolit,	chalcedon, opal, kwarc mikrokrystaliczny i/lub krypto krystaliczny	ziemia okrzemkowa – głównym składnikiem jest opal
krzemień, czert, rogowiec	chalcedon, opal, kwarc mikrokrystaliczny i/lub krypto krystaliczny	krzemień i chalcedon – głównie chalcedon rzadziej opal

4. Zalecenia do analizy kruszyw węglanowych

Z uwagi na możliwość wystąpienia w niektórych kruszywach węglanowych reakcji alkalia-węglany należy przeprowadzić analizę składu mineralnego kruszywa, aby określić zawartość minerałów węglanowych, a także innych minerałów (zanieczyszczeń), zwłaszcza minerałów ilastych. Należy stosować się do wskazówek zawartych w zaleceniach RILEM AAR-0 i AAR-1.1. Na mikroskopowych obrazach cienkich szlifów, posługując się cyfrową analizą obrazu, należy określić wielkość romboidalnych kryształów dolomitu oraz występowanie składników potencjalnie reaktywnych.

Należy obligatoryjnie określić skład chemiczny kruszywa: zawartość SiO_2 , CaO , MgO i Al_2O_3 , wykonując badania wg normy PN-EN 196-2. Do wyznaczenia zawartości minerałów węglanowych można też wykorzystać: rentgenowską analizę dyfrakcyjną XRD lub termiczną analizę różnicową (TG-DSC lub TG-DTA).

Jeżeli analizowane kruszywo węglanowe zawiera znaczące ilości dolomitu (co najmniej 40%) i minerałów ilastych (co najmniej 5%), może wykazywać potencjał do wystąpienia reakcji alkalia-węglany. Wystąpieniu szkodliwej reakcji alkalia-węglany sprzyja także charakterystyczna tekstura kruszywa: występowanie rombów kryształów dolomitu o wielkości w zakresie od 20 do 50 μm w drobnoziarnistej matrycy zbudowanej z kalcytu mikrokrystalicznego i minerałów ilastych.

Jeżeli w wapieniu o zawartości $\text{CaCO}_3 > 95\%$ (obliczonej na podstawie zawartości CaO) nie stwierdza się występowania składników potencjalnie reaktywnych, tj. reaktywnych form krzemionki i minerałów ilastych, lub specyficznej tekstury, oraz jeżeli zawartości: $\text{SiO}_2 < 3,0\%$, $\text{MgO} < 1,0\%$ ($< 5\%$ dolomitu) oraz $\text{Al}_2\text{O}_3 < 1,2\%$, to kruszywo nie jest podatne na reakcję ACR. Jeżeli w dolomicie nie stwierdza się występowania składników potencjalnie reaktywnych, tj. reaktywnych form krzemionki i minerałów ilastych lub specyficznej tekstury, oraz jeżeli zawartości: $\text{SiO}_2 < 3,0\%$ i $\text{Al}_2\text{O}_3 < 1,2\%$, a zawartość dolomitu (obliczona na podstawie zawartości MgO) przekracza 95%, to kruszywo nie jest podatne na reakcję ACR.

W przypadkach wątpliwych analizę petrograficzną można rozszerzyć o badania składu chemicznego kruszywa wg normy CAN/CSA A23.2-26A i wykorzystać wskazania tej normy.

5. Dokumenty powołane

ASTM C295 Standard Guide for Petrographic Examination of Aggregates for Concrete

ASTM C856 Standard Practice for Petrographic Examination of Hardened Concrete

CAN/CSA A23.2-26A Determination of Potential Alkali-Carbonate Reactivity of Quarried Carbonate Rocks by Chemical Composition

CUR Recommendation 89 Measures to prevent damage to concrete by alkali-silica reaction. Official English translation, Gouda, 2008

Manecki A., Makuszyński M., Przewodnik do petrografii, AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2008

Petrographic Atlas: Characterisation of Aggregates Regarding Potential Reactivity to Alkalis, RILEM TC 219-ACS Recommended Guidance AAR-1.2, for Use with the RILEM AAR-1.1 Petrographic Examination Method, Fernandes, I., Ribeiro, M.d.A., Broekmans, M.A.T.M., Sims, I. (Eds.), Springer, 2016

PN-EN 196-2 Metody badania cementu - Część 2: Analiza chemiczna cementu

PN-EN 932-1 Badania podstawowych właściwości kruszyw - Metody pobierania próbek

PN-EN 932-2 Badania podstawowych właściwości kruszyw - Metody pomniejszania próbek laboratoryjnych

PN EN 932-3 Badania podstawowych właściwości kruszyw - Procedura i terminologia uproszczonego opisu petrograficznego

Procedura badawcza GDDKiA PB/1/18, Instrukcja badania reaktywności kruszyw metodą przyspieszoną w 1 M roztworze NaOH w temperaturze 80°C

Procedura Badawcza GDDKiA PB/2/18, Instrukcja badania reaktywności kruszyw w temperaturze 38°C według ASTM C1293/RILEM AAR-3

Procedura Badawcza GDDKiA PB/4/18 Określenie potencjalnej reaktywności mieszaniny cementu, dodatków mineralnych i kruszyw według zmodyfikowanej metody ASTM C1567

RILEM Recommended Test Method: AAR-1.1—Detection of Potential Alkali-Reactivity—Part 1: Petrographic Examination Method, RILEM Recommendations for the Prevention of Damage by Alkali-Aggregate Reactions in New Concrete Structures. State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 219-ACS Vol. 17, Nixon P.J. and Sims I. (Eds.), Springer, 2016

RILEM TC 191-APR: Alkali-reactivity and prevention – Assessment, specification and diagnosis of alkali-reactivity, Materials and Structures, Vol. 36, August-September 2003, pp. 480-496