

Wpływ kruszywa porowatego na mikrostrukturę strefy przejściowej w betonie lekkim

The influence of porous aggregate on microstructure of the interfacial transition zone in lightweight concrete

1. Wprowadzenie

Strefa przejściowa kruszywa z matrycą cementową jest powszechnie uważana za najsłabszy element mikrostruktury kompozytów betonowych. Z reguły obszar ten charakteryzuje się znacznie większą porowatością, spowodowaną głównie tak zwanym „efektem ściany”. Bowiem w mieszance betonowej na powierzchni ziaren kruszywa gromadzi się woda, a stopień upakowania ziaren cementu jest znacznie mniejszy niż w pewnej odległości od tej powierzchni. W rezultacie strefa przejściowa ma zwiększoną porowatość, co sprzyja krystalizacji dużych, heksagonalnych kryształów portlandytu. Z wielu badań wynika, że portlandyt w bezpośrednim kontakcie z kruszywem tworzy kryształy zorientowane w ten sposób, że ich osie (001) są prostopadłe do powierzchni kruszywa. Zorientowane kryształy wodorotlenku wapniowego na powierzchni kruszywa wraz z przylegającą do nich warstwą fazy C-S-H mogą tworzyć tak zwaną warstewkę podwójną o grubości około 1 μm . Warstewka ta stanowi podstawowy element znanego modelu strefy przejściowej Barnes'a i in. (1) i Zimbelman'a (2). Należy zaznaczyć jednak, że występowanie warstewki podwójnej nie udało się potwierdzić we wszystkich badaniach strefy przejściowej. Dlatego nie została ona uwzględniona w innych znanych modelach tej strefy, takich jak: Monteiro (3), lub Grandeta - Oliviera (4). W modelach tych dodatkowo uwzględniono natomiast występowanie w warstwie przejściowej zwiększonej ilości ettringitu, którego obecność potwierdzają także inne badania. Istnieją również znaczne rozbieżności dotyczące grubości strefy przejściowej w betonie, która zależnie od jej składu szacowana jest z reguły na 40 - 60 μm , ale zdarzają się prace wskazujące na jej grubość wynoszącą aż 100 μm . Choć większość prac dotyczących budowy strefy przejściowej jest zgodna co do jej zwiększonej porowatości i dużej zawartości portlandytu, to jednak wyniki niektórych badań kwestionują odrębną mikrostrukturę strefy przejściowej w betonie. Diamond i Huang (5) wykazali, że przy właściwie zagęszczonym betonie zwykłym, zwiększonej obecności portlandytu w strefie przejściowej, nawet w najbardziej newralgicznej warstewce „aureoli” wynoszącej kilka μm , wcale nie towarzyszy wyraźnie zwiększona porowatość, czy mniejsza zawartość fazy C-S-H.

1. Introduction

Interfacial transition zone (ITZ) of aggregate cement matrix is commonly regarded as the weakest element of concrete composites. This zone is characterised by considerably higher porosity, resulting from so called “wall effect”. Water in concrete mixture is accumulating on the aggregate grains surface and the concentration of cement grains in this area is significantly lower, than in a certain distance from this surface. In result ITZ has higher porosity, promoting crystallization of large hexagonal crystals of portlandite. Many research results indicate that portlandite in close contact with aggregate forms crystals oriented in such a way that their axes (001) are perpendicular to aggregate surface. The layer of oriented calcium hydroxide crystals located on the aggregate surface together with adjoining layer of C-S-H phase may form so called “duplex film”, about 1 μm thick. The duplex film is the basic element of Barnes's et al. (1) and Zimbelman's (2) famous ITZ models. Nevertheless it should be noted that the presence of duplex film was not confirmed in all researches, in the interfacial transition zone. That is why it was not considered in the other known ITZ models, such as Monteiro's (3) or of Grandet and Olivier (4). However, in these models occurrence of higher ettringite content, showed in huge number of researches, was additionally taken into consideration. There are also essential differences in opinion concerning the thickness of the interfacial transition zone in concrete, which is usually estimated at 40 - 60 μm , depending on concrete composition. Nevertheless, there are also some results indicated ITZ thickness as high as 100 μm . Although most of research works on the transition zone microstructure confirmed its higher porosity and higher portlandite content, some of them withdraw different microstructure of ITZ in concrete. Diamond and Huang (5) showed that, when ordinary concrete is correctly compacted, the transition zone, even in the close interfacial “aureole” a few micrometers thick, is characterised neither by considerably higher porosity nor by lower C-S-H content. Therefore the authors stated that ITZ around the aggregates can have only marginal effects, if any, on both concrete mechanical properties and performance. Generally such a statement is rather controversial, especially when

Autorzy ci (5) oceniają zatem wpływ strefy przejściowej na właściwości mechaniczne i trwałość betonu jako marginalny, o ile jakiegokolwiek w ogóle występuje. Ogólnie jednak stwierdzenie takie jest odosobnione i może wydawać się kontrowersyjne, szczególnie w odniesieniu do betonów, w których występuje słaba przyczepność matrycy do kruszywa. Budowa strefy przejściowej ma znaczenie zwłaszcza w przypadku betonów, w których występują znaczne różnice modułów sprężystości kruszywa i matrycy, prowadzące do koncentracji naprężeń właśnie w tej strefie. Konsekwencją słabej strefy przejściowej w tym przypadku mogą być zatem wcześniejsze jej zarysowania.

Z uwagi na znacznie różniące się właściwości kruszyw porowatych, a w szczególności ich znaczną nasiąkliwość, budowa strefy przejściowej w lekkich betonach kruszywowych może być odmienna, w porównaniu z typową dla betonów zwykłych. Należy zaznaczyć, że z uwagi na zdecydowanie większe, w porównaniu do kruszyw zwykłych, zróżnicowanie właściwości dostępnych asortymentów kruszyw porowatych oraz różne technologie produkcji betonów lekkich, zagadnienie mikrostruktury strefy przejściowej w tych betonach jest znacznie bardziej złożone, a wyniki badań są jeszcze mniej jednoznaczne, niż w przypadku betonów zwykłych. Dodatkowym czynnikiem utrudniającym ocenę stopienia rozbieżności wyników badań jest relatywnie niewielka liczba publikacji na temat strefy przejściowej w betonach lekkich.

2. Strefa przejściowa w lekkich betonach kruszywowych

Zasadniczą przyczyną odmiennej budowy strefy przejściowej w lekkich betonach kruszywowych są przede wszystkim duże różnice w mikrostrukturze samego kruszywa lekkiego, wynikające z różnych surowców stosowanych do ich produkcji oraz różnych stosowanych technologii. Uważa się, że budowa strefy przejściowej zaczyna z kruszywem o silnie spieczonej, zwartej powłoce i o stosunkowo małej nasiąkliwości (do około 5%), nie różni się zasadniczo od tej typowej, występującej w betonach zwykłych. Należy jednak zaznaczyć, że większość kruszyw lekkich ma zdecydowanie większą nasiąkliwość, z reguły pomiędzy 5% a 15% dla kruszyw dostępnych na rynkach zachodnich i aż około 25% do 40%, w przypadku kruszyw krajowych. W przypadkach stosowania kruszyw lekkich charakteryzujących się dużą nasiąkliwością, zachodzi możliwość wyeliminowania negatywnego „efektu ściany” w strefie przejściowej w wyniku wchłaniania wody w tych mikroobszarach przez kruszywo porowate (6-10). W rezultacie w strefie tej obserwuje się znacznie mniejszą zawartość wodorotlenku wapniowego, a większą faz krzemianowych, w porównaniu z typową strefą przejściową, występującą w betonach zwykłych lub w betonach z kruszyw lekkich wysokiej wytrzymałości, o silnie spieczonej powłoce zewnętrznej. Zhang i Gjörv (6) szacują, że grubość strefy przejściowej w przypadku betonów lekkich, zależy od rodzaju zastosowanego kruszywa, wynosi od 20 do 60 μm . Z niektórych badań wynika, że strefa przejściowa w lekkich betonach kruszywowych nie tylko nie stanowi mikroobszaru o najsłabszej wytrzymałości, jak ma to miejsce w betonach zwykłych, ale jest

the adhesion between aggregate and cement matrix is poor. The microstructure of the interfacial transition zone is particularly important, where there are considerably different modulus of elasticity of aggregate and matrix in concrete. It may cause stress concentration just in ITZ and results in earlier cracks formation in this area, when the zone is weak.

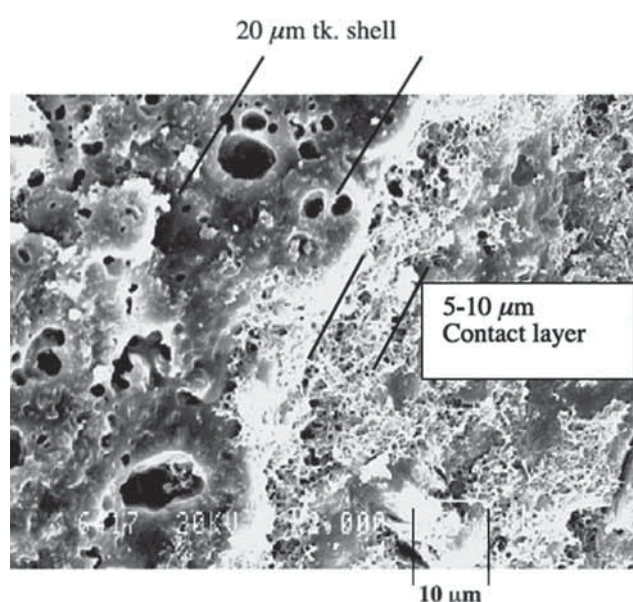
The microstructure of the interfacial transition zone in lightweight aggregate concrete may be different in comparison to ITZ typical for ordinary concrete due to disparate properties of porous aggregates, especially their much higher water absorption. It should be noted that the issue of the transition zone microstructure in lightweight concrete is much more complex and the research results are less unambiguous than in the case of ordinary concrete. It results from considerably higher diversity of properties of available porous aggregate assortments in comparison to normal-weight ones and different technologies of lightweight concrete production. Only a small number of publications on ITZ in lightweight concrete, in comparison with ordinary concrete, is an additional factor making the assessment of discrepancy extent difficult.

2. Interfacial transition zone in lightweight aggregate concrete

Big differences in microstructure of porous aggregate itself, resulting from type of raw materials used to production and its technology, are the basic reasons of disparate microstructure of the interfacial transition zone in lightweight aggregate concrete. It is regarded that the microstructure of transition zone between paste and lightweight aggregate with dense outer shell and relatively low water absorption (up to ca 5%) is similar to ITZ structure typical of ordinary concrete. However, it should be noted that most of lightweight aggregate have considerably higher water absorption, usually between 5 and 15% for West Countries aggregates and as high as 25 up to 40% for Polish ones. When lightweight aggregate of high water absorption is used it is possible to eliminate negative “wall effect” in the interfacial transition zone as a result of absorption of water from these microareas by porous aggregate (6-10). Therefore in this case the significantly lower content of calcium hydroxide and higher amount of silicate phases are observed in comparison to the ITZ typical of normal concrete or lightweight concrete with high strength aggregates of dense outer shell. Zhang and Gjörv (6) estimated the thickness of the interfacial transition zone in lightweight concrete at 20 to 60 μm , depending on aggregate type. Some research works indicate that ITZ in lightweight concrete is not only the micro-zone of the lowest strength, as in the case of ordinary concrete, but it can be the strongest microstructural element of the composite. Zhang and Gjörv (6) stated that microhardness of the matrix within the interfacial transition zone may be even twice as high as outside the zone. Elsharief, Cohen and Olek (7) revealed that at early curing age (up to 7 days) only a layer 10 to 15 μm thick had higher porosity while out of the layer in the distance up to 50 μm from the aggregate grain surface, cement paste was much less porous than the paste in further areas. At later ages (180 days) no layer of higher porosity around the

najsilniejszym ogniwem mikrostrukturalnym tego kompozytu. Jak podają Zhang i Gjrv (6) mikrotwardość matrycy w strefie przejściowej w betonach lekkich może być nawet dwukrotnie większa niż zaczynu poza tą strefą. Elsharief, Cohen i Olek (7) wykazali, że we wczesnym okresie dojrzewania (7 dni) jedynie warstewka o grubości 10 do 15 μm miała większą porowatość, natomiast poza tą warstewką, w odległości do 50 μm od powierzchni ziarna kruszywa zaczyn był znacznie mniej porowaty, w porównaniu do zaczynu znajdującego się w większej odległości od kruszywa. W późniejszym okresie (180 dni) nie obserwowano wokół ziarna kruszywa warstwy o zwiększonej porowatości. Według Lo i Cui (8) grubość warstewki o zwiększonej porowatości wynosi zaledwie 5 do 10 μm , przy czym warstewkę tę stanowił ettringit (rysunek 1). Poza tą strefą obserwowano zbitą fazę C-S-H i mniejszą zawartość ettringitu. Informacje na temat zwiększonej zawartości ettringitu w strefie przejściowej w lekkich betonach kruszywowych pojawiają się również w innych źródłach (11).

Bez względu na różnice w grubości i budowie strefy przejściowej w lekkich betonach kruszywowych, w większości publikacji dotyczących tej tematyki podkreśla się bardzo dobrą przyczepność kruszyw porowatych do zaczynu. Szorstka powierzchnia ziaren kruszyw lekkich sprzyja mechanicznemu „zazębieniu” matrycy z kruszywem. Efekt ten dodatkowo może być powiększony migracją zaczynu cementowego w głąb porów otwartych kruszywa grubego. Głębokość tej migracji zależy przede wszystkim od mikrostruktury powłoki zewnętrznej ziaren kruszywa lekkiego, miękkości cementu i ewentualnych dodatków mineralnych oraz właściwości reologicznych zaczynu (12). Efekt uszczelnienia mikrostruktury kruszywa porowatego spowodowany wnikaniem zaczynu cementowego z mieszanki betonowej pośrednio potwierdziła autorka (13), wykazując o połowę mniejszą nasiąkliwość kruszywa popiołoporytowego wydzielonego z mieszanki betonowej, po



Rys. 1. Budowa strefy przejściowej w betonie lekkim z kruszywem ze spiekanych glin pęczniejących (x 2000) (8)

Fig. 1. The microstructure of interfacial transition zone in lightweight concrete of expanded clay aggregate (x 2000) (8)

aggregate grain was observed. According to Lo and Cui (8) the thickness of the layer with higher porosity is only 5 to 10 μm and the layer was formed by ettringite (Figure 1). Out of this layer dense C-S-H gel and lower ettringite content were observed. Also other references (11) contain information about higher ettringite amount in the interfacial transition zone in lightweight aggregate concrete.

Regardless the mentioned above differences in ITZ thickness in lightweight concrete, most papers emphasise very good adhesion between porous aggregate and cement paste. Rough surface of lightweight aggregate grains promotes mechanical interlocking between matrix and aggregate. This effect may be additionally enhanced by penetration of cement paste into open pores of coarse aggregate. The depth of the penetration first depends on microstructure of outer shell of lightweight aggregate grains, then on the fineness of cement and possible mineral additives as well as rheological properties of the paste (12). The effect of sealing of porous aggregate microstructure with cement paste absorbed from concrete mixture was indirectly confirmed by the author (13), who revealed that water absorption of sintered fly ash aggregate separated from the mixture 30 minutes after ingredients dosing, was twice as low as the absorption of the aggregate in its natural state.

The pozzolanic reaction between silica from aggregate and calcium hydroxide in cement paste is the additional factor, which may enhance the microstructure of the interfacial transition zone in lightweight aggregate concrete. It was proved that slag aggregate, as well as aggregates made of fly ash and expanded clay reveal potential pozzolanic reactivity (14, 15). Higher amount of hydrated calcium silicate in the transition zone, enhancing both concrete durability and strength, is indirect evidence that pozzolanic reaction has occurred. The degree of pozzolanic reactivity depends on both chemical composition of raw materials used to lightweight aggregate production and temperature duration of firing/sintering. Generally the higher treatment temperature was, the higher degree of aggregate reactivity. Nevertheless for each type of aggregate there is an optimum treatment temperature with respect to pozzolanic reactivity, from the range between clay minerals dehydroxylation temperature and recrystallisation. Recrystallization of the lightweight aggregate compounds, reducing their pozzolanic reactivity, occurs in many cases at temperatures lower than typical ones applied during production process. Therefore a degree of pozzolanic reactivity of these aggregates may be assessed as not very pronounced (15).

Advantageous influence of higher water absorption of porous aggregate on the interfacial transition zone microstructure in lightweight aggregate concrete on the one hand consists in decreasing water-cement ratio of matrix in this zone, on the other hand in ensuring good bond between aggregate and paste, when it is able to penetrate into aggregate open pores. Additionally the structure of ITZ in lightweight concrete undergoes changes in time resulting from continuation of hydration process with water accumulated in aggregate and from surface pozzolanic reaction. Therefore the nature of these changes is more dynamic than in the case of normal-weight concrete. It is a reason why research carried

30 minutach od zmieszania składników, w porównaniu do nasiąkliwości kruszywa w stanie naturalnym.

Dodatkowym czynnikiem, który może wpłynąć korzystnie na budowę strefy przejściowej w lekkich betonach kruszywowych jest reakcja pucolanowa krzemionki w kruszywie z wodorotlenkiem wapnia, zawartym w zaczynie cementowym. Udowodniono, że kruszywa żuźlowe, a także wytwarzane z popiołów lotnych i glin pęczniejących, wykazują potencjalną reaktywność pucolanową (14, 15). Większa zawartość uwodnionych krzemianów wapniowych w strefie przejściowej, poprawiająca zarówno trwałość jak i wytrzymałość betonu, jest pośrednim dowodem zachodzenia reakcji pucolanowej. Reaktywność pucolanowa kruszyw lekkich zależy zarówno od składu chemicznego materiału wyjściowego zastosowanego do ich produkcji, jak również od temperatury i czasu obróbki termicznej, jakiej były poddawane te kruszywa. Ogólnie można stwierdzić, że stopień reaktywności jest tym większy, im wyższa była temperatura obróbki. Niemniej jednak dla każdego rodzaju kruszywa istnieje pewna optymalna temperatura obróbki, z zakresu pomiędzy temperaturą dehydroksylacji minerałów ilastych, a temperaturą krystalizacji nowych faz. Rekryształizacja składników mineralnych kruszywa, obniżająca znacznie jego reaktywność pucolanową, w wielu przypadkach zachodzi w temperaturach niższych, niż stosowane podczas procesu wytwarzania kruszyw lekkich. Stąd stopień reaktywności pucolanowej tych kruszyw może być oceniany jako nieznaczny (15).

Korzystny wpływ zwiększonej nasiąkliwości kruszyw porowatych na mikrostrukturę strefy przejściowej w lekkich betonach kruszywowych, z jednej strony polega na obniżeniu w tej strefie wskaźnika wodno-cementowego w matrycy, z drugiej na zapewnieniu dobrego wiązania zaczynu z powierzchnią kruszywa, w wyniku migracji zaczynu do otwartych porów w kruszywie. Równocześnie w wyniku postępującego procesu hydratacji oraz zachodzeniu powierzchniowej reakcji pucolanowej budowa strefy przejściowej w betonie lekkim będzie ulegała dynamicznym zmianom w czasie, o znacznie większym zasięgu niż w przypadku betonów zwykłych. Zatem badania realizowane wyłącznie we wczesnym okresie dojrzewania nie stanowią dostatecznej podstawy do oceny wpływu strefy przejściowej na właściwości betonu dojrzałego. Pomimo wykazanego w wielu badaniach korzystnego efektu znacznej nasiąkliwości kruszyw porowatych na budowę strefy przejściowej, zdarzają się publikacje (16), które wykazują, że zastosowanie kruszywa ze spiekanych glin pęczniejących o większej nasiąkliwości, powoduje znaczne zwiększenie porowatości strefy przejściowej. Lo, Gao i Jeary (17) za przyczynę zwiększonej porowatości strefy przejściowej uważają wchłanianie wody z otulającego ziarno kruszywa zaczynu, w rezultacie czego w strefie tej powstają pustki powietrzne i rysy. Zjawisko to może zachodzić równolegle z kumulacją w strefie powierzchniowej kruszywa pęcherzyków powietrza wypartego z kruszywa przez wodę (18, 19). Należy zaznaczyć, że oba zjawiska mogą wystąpić jedynie w przypadku kruszyw lekkich, których nasiąkliwość nie ulega stabilizacji w czasie wytwarzania mieszanki betonowej. Powtórne wymieszanie mieszanki po odpowiednim czasie zapewnia wyeliminowanie zwiększonej poro-

out only in early age should not be the basis for reliable assessment of the influence of the transition zone on matured concrete properties. Despite the fact that advantageous effect of water absorption of porous aggregate on ITZ microstructure was confirmed in many research works, there are also some (16), which show that the use of expanded clay aggregate of higher water absorption may cause considerable increase in the transition zone porosity. Lo, Gao and Jeary (17) as the main reason of higher ITZ porosity regard absorption of water from paste surrounding the aggregate grain, which may result in voids and cracks formation in this zone. This phenomenon may occur at the same time as accumulation of air bubbles on the aggregate surface after they were displaced from aggregate pores (18, 19). It should be noted that both phenomena may happen only in the case of lightweight aggregate which water absorption does not stabilize during concrete mixing. Remixing concrete after suitable time ensures elimination of higher ITZ porosity, caused by exchange of water and air between paste and aggregate.

Production technology of lightweight aggregate concrete, especially the sequence of compounds dosing and aggregate initial moisture, are also of great importance for the microstructure of the interfacial transition zone. The increase in initial moisture of lightweight aggregate, commonly used on account of elimination of workability loss and reduction in cement content, results in limitation of paste penetration into aggregate open pores. Wassermann and Bentur (9) state that the interfacial transition zone in lightweight concrete with aggregate initially moistened does not differ from the zone in normal concrete. Whereas Elsharief et al. (7) showed that even using aggregate fully saturated with water one can provide the concrete with lower porosity and lower thickness of ITZ in comparison to ordinary concrete made of the same cement matrix. Nevertheless in this case the porosity and thickness of ITZ are still higher when compared to the analogous parameters of lightweight concrete made of dry aggregates. However, as Zhang and Gjorv (12) showed, initial moisture of lightweight aggregate is of no importance for depth of paste penetration into the grains.

Care should be taken when using SEM or X-ray microanalysis to assess the interfacial transition zone microstructure in lightweight concrete since the results to a large extent depend on both location of a specimen to be taken from concrete and a place in a specimen selected to be analysed. In the case of a certain lightweight aggregate type not only microstructure of individual grains may considerably differ, but also the significant microstructure differences may occur within the confines of a particular grain. Therefore especially quantitative evaluation of ITZ structure should be carried out very carefully.

It should be noted that regardless of the interfacial transition zone microstructure, the risk of crack appearance in this zone is less probable in the case of lightweight concrete. On account of good bond between porous aggregate and cement matrix and usually insignificant differences in their modulus of elasticity, lightweight concrete is characterised by regular stress distribution, without stress concentration in the transition zone.

watości strefy przejściowej wywołanej migracją powietrza i wody pomiędzy kruszywem i zaczynem.

Nie bez wpływu na budowę strefy przejściowej w lekkich betonach kruszywowych pozostaje technologia wykonywania tych betonów, a w szczególności kolejność dozowania składników oraz wstępna wilgotność kruszywa. Zwiększenie wstępnej wilgotności kruszyw lekkich, stosowane powszechnie ze względu na wyeliminowanie ryzyka spadku urabialności i ograniczenie zużycia cementu, powoduje zmniejszenie możliwości migracji zaczynu do porów otwartych w kruszywie. Wassermann i Bentur (9) stwierdzają, iż strefa przejściowa w lekkich betonach z kruszyw wstępnie nawilżanych nie różni się od budowy tej strefy w betonach zwykłych. Tymczasem Elsharief i in. (7) wykazali, że stosując nawet kruszywo wstępnie nasycone wodą zapewnia się mniejszą porowatość i grubość strefy przejściowej w porównaniu do betonów zwykłych, wykonanych z takiej samej matrycy cementowej. W odniesieniu jednak do betonów lekkich wykonanych z kruszyw suchych, ich wstępne nasycenie powoduje wzrost porowatości i grubości strefy przejściowej. Jak wynika z badań Zhang i Gjørva (12) wstępne nawilżenie kruszywa może jednak nie mieć wpływu na głębokość migracji zaczynu w głąb jego ziaren.

Oceniając budowę strefy przejściowej w lekkich betonach kruszywowych w oparciu o badania pod elektronowym mikroskopem skaningowym wraz z mikroanalizą rentgenowską należy pamiętać, że wyniki tych badań w znacznym stopniu zależą od wyboru miejsca analizy i pobrania próbki. W przypadku kruszyw lekkich pewnego rodzaju nie tylko mikrostruktura poszczególnych ziaren może się znacznie różnić, ale nawet wystąpić mogą duże różnice w budowie warstwy zewnętrznej pojedynczego ziarna. Zatem w szczególności należy zachować ostrożność w ilościowej ocenie budowy strefy przejściowej w tych betonach.

Należy zaznaczyć, że bez względu na mikrostrukturę strefy przejściowej w betonach lekkich, prawdopodobieństwo wystąpienia rys w tej strefie, w warunkach eksploatacji betonu, jest znacznie mniejsze. Ze względu na zazwyczaj nieznaczne różnice pomiędzy modułami sprężystości kruszywa porowatego i matrycy cementowej oraz ich bardzo dobrą przyczepność, betony lekkie wyróżniają się równomiernym rozkładem naprężeń, bez ich koncentracji w strefie przejściowej.

3. Materiały i metody

Celem badań była analiza mikrostruktury strefy przejściowej lekkich betonów z kruszywa popiołoporytowego, przy uwzględnieniu wpływu wstępnej wilgotności kruszywa na mikrostrukturę tej strefy. Do badań zastosowano elektronowy mikroskop skaningowy, wyposażony w urządzenie do mikroanalizy rentgenowskiej. Analizie poddawano zarówno zglądy jak i przełamany próbek.

Badania przeprowadzono na próbkach pobranych z dwóch betonów lekkich wykonanych z kruszywa ze spiekanych popiołów lotnych Pollytag frakcji 6/12 mm, cementu CEM I 42,5R, piasku naturalnego oraz wody. W przypadku obu betonów matryca cemen-

3. Materials and methods

The aim of research was to analyse microstructure of the interfacial transition zone in lightweight concrete of sintered fly ash aggregate, taking into account the influence of initial moisture content in aggregate. Scanning electron microscope with the apparatus for X-ray microanalysis was used in the research. The analysis was carried out using both fractured and polished sections.

The research was carried out on specimens taken from two lightweight concretes made of sintered fly ash aggregate Pollytag, fraction 6/12 mm, cement CEM I 42.5R, natural sand and water. The cement matrix for both concretes was characterised by the same nominal water-cement ratio ($W/C = 0.55$) and sand-cement ratio ($P/C = 1.20$). One of the tested concretes (1Sg) was made of oven-dry aggregate, the other (1 Mg) was prepared of aggregate fully saturated with water (moisture 23%). Details on concrete composition, producing methods and basic properties are given in the previous author's work (13). Oxide compositions for used cement and aggregate are presented in Table 1.

It should be noted that aggregate used in this research has incomparable higher water absorption (2-3 times) in comparison to aggregates used in tests discussed in point 2. Considerably higher water absorption of sintered fly ash aggregate results from its different pore structure. In relation to expanded clay aggregate, sintered fly ash is characterised by lower pore structure diversity, between outer shell and grain interior. Pore diameter usually ranged from 0.1 μm to 150 μm , but there are also some pores of bigger size, even up to 300 μm - 1 mm, which are mainly located in grain interior. Such a pore structure of sintered fly ash aggregate results in high water absorption, but it stabilizes already ca 5 minutes after mixing. Therefore after concrete compaction there is no risk of accumulation of air bubbles on the grains surface, displaced from aggregate pores, or formation of voids in the transition zone caused by delayed water or paste absorption. Particular grains of examined sintered fly ash aggregate show essential microstructure diversity, which can be visible just under optical microscope at small enlargement (Figure 2). The thickness of aggregate grain outer shell, where smaller closed pores predominate, is not constant and it can change even within confines of a single grain, ranging from 10 to 100 μm . Contrary to expanded clay aggregate (17), EDS analysis did not show considerable differences of chemical composition of material from the sintered fly ash grain outer shell and their interior.

4. The analysis of the interfacial transition zone in concrete of sintered fly ash aggregate

Adhesion between lightweight aggregate and paste should be assessed as very good in the case of both examined concretes. The surface of grains is tightly covered with hardened paste without any signs of higher porosity in this area. It is not difficult to distinguish the boundary between lightweight aggregate and cement paste in places where there were open pores in the outer shale of ag-

Tablica 1 / Table 1

SKŁAD CHEMICZNY KRUSZYWA ORAZ CEMENTU

CHEMICAL COMPOSITION OF AGGREGATE AND CEMENT

| Component | CaO | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | SO ₃ | MgO | Na ₂ O _{equiv.} | Loss of ign. |
|-------------|--------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------------|-------|-------------------------------------|--------------|
| CEM I 42,5R | 63,6 % | 22,1 % | 5,6 % | 3,1 % | 2,6 % | 1,2 % | 0,8 % | 0,9 % |
| Pollytag | 2,2 % | 58,0 % | 22,0 % | 3,1 % | 0,3 % | 1,4 % | 0,9 % | do 4 % |

towa charakteryzowała się tym samym nominalnym wskaźnikiem wodno-cementowym ($W/C = 0,55$) oraz tym samym wskaźnikiem piaskowo-cementowym ($P/C = 1,20$). Pierwszy z analizowanych betonów (1Sg) wykonano z kruszywa suchego, natomiast drugi (1Mg) z kruszywa nasyconego wodą (wilgotność 23 %). Szczegółowe składy betonów, metody ich wykonywania oraz podstawowe właściwości podano we wcześniejszej pracy autorki (13). W tablicy 1 podano skład tlenkowy zastosowanego cementu oraz kruszywa popiołoporytowego.

Należy zwrócić uwagę, że zastosowane do badań kruszywo lekkie miało nieporównywalnie (2-3 krotnie) większą nasiąkliwość, w porównaniu do kruszyw stosowanych w badaniach cytowanych w punkcie 2. Znacznie większa nasiąkliwość kruszywa ze spiekanych popiołów lotnych wynika z jego odmiennej struktury porowatości. W porównaniu do kruszyw ze spiekanych glin pęczniących popiołoporyt charakteryzuje się mniejszym zróżnicowaniem struktury porów w powłoce zewnętrznej i we wnętrzu ziaren. W obu strefach wyróżnić można zarówno pory otwarte jak i zamknięte. Ich średnica waha się z reguły od 0,1 μm do 150 μm , ale zdarzają się również pory większych rozmiarów, nawet od 300 μm do 1 mm, położone głównie we wnętrzu ziaren. W wyniku takiej budowy ziaren popiołoporyt wyróżnia się dużą nasiąkliwością, która jednak stabilizuje się już po pierwszych 5 minutach. W rezultacie po zagęszczeniu mieszanki nie występuje już ryzyko gromadzenia się w strefie przejściowej powietrza wypartego z kruszywa, czy tworzenia się pustek spowodowanych opóźnionym wchłanianiem wody, lub migracją zaczynu z mieszanki. Poszczególne ziarna badanego kruszywa popiołoporytowego wykazują widoczne zróżnicowanie mikrostruktury, co można zaobserwować już przy niewielkim powiększeniu, pod mikroskopem optycznym (rysunek 2). Grubość powłoki zewnętrznej, w której dominują mniejsze pory zamknięte, jest zmienna, nawet w obrębie pojedynczego ziarna kruszywa, wahając się od 10 do 100 μm . W przeciwieństwie do kruszyw ze spiekanych glin pęczniących (17) analiza EDS nie wykazała wyraźnego zróżnicowania składu chemicznego materiału z wnętrza oraz w samej powłoce ziaren kruszywa.

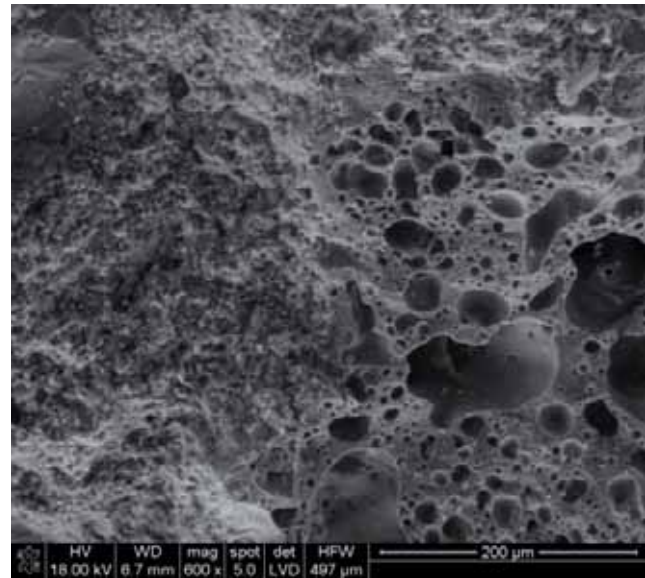
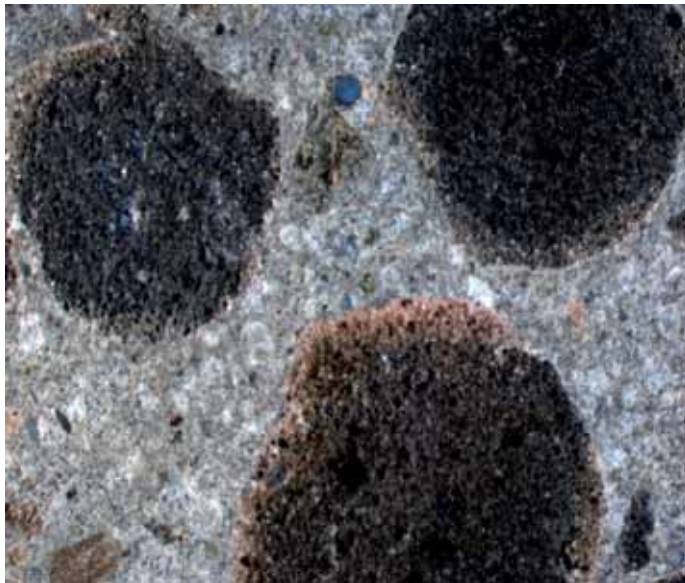
4. Analiza strefy przejściowej betonów z kruszywa popiołoporytowego

W przypadku obu analizowanych betonów przyleganie zaczynu do kruszywa lekkiego należy ocenić jako bardzo dobre. Powierzchnia ziaren jest szczelnie otulona stwardniałym zaczynem, bez widocznych oznak jego zwiększonej porowatości w tej strefie. Wyróżnienie granicy kruszywa lekkiego z zaczynem cementowym nie

gregate (Figure 3). Nevertheless, distinguishing the boundary line between aggregate and paste was not so easy in many analysed micro-areas due to highly developed external surface of sintered fly ash (Figure 4). It should be emphasized that the cement paste penetration inside open pores of aggregate was observed in the case of both concretes: with initially dry aggregate (1 Sg) and with initially saturated with water (1 Mg). The depth of mechanical interlocking of paste into aggregate surface was up to 400 μm , in analysed specimens. The penetration of paste into aggregate occurred even in the case of grains pre-saturated with water, when the aggregate ability to absorb water or paste from concrete mixture was limited. The observation of the phenomenon was consistent with results obtained by Elsharief et al. (7). However, the explanation of the phenomenon by the removal of water from initially pre-wetted aggregate as a result of centrifugal forces reacting on aggregate during concrete mixing (7), does not seem convincing. It should be explained rather by the exchange between water, accumulated in open pores of aggregate grains, and cement paste on the basis of liquid density differences. This is probably also the mechanism of cement paste penetration inside pores of initially dry aggregate. In this case first water and paste of considerable water content are likely to be absorbed by aggregate. It should be noted that mixing of water contained in aggregate open pores with paste is not limited only to the surface area. Maruyamy et al. (20) showed that water cumulated in aggregate could be transported at distance of 3 mm, just after one hour since lightweight concrete compounds were mixed. After 21 hours the water reached the distance as high as 10 mm.

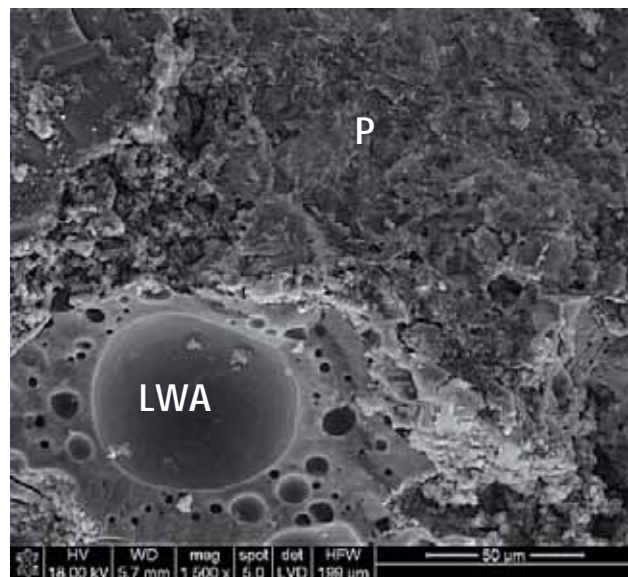
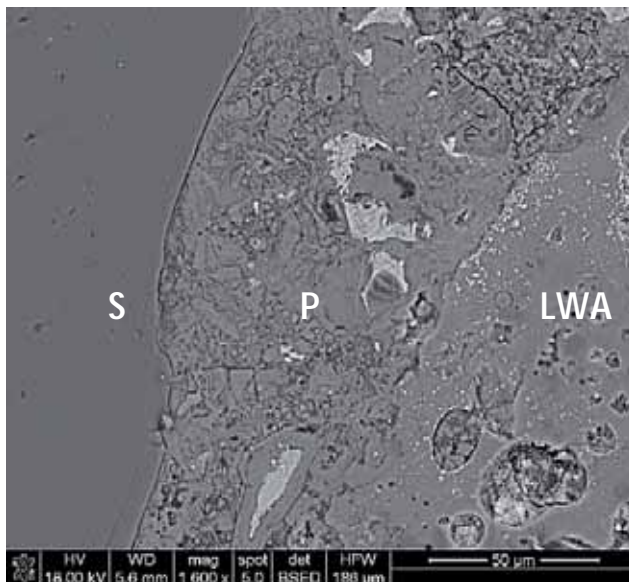
Besides the penetration of paste into the external open pores of aggregate, also deeper diffusion penetration of ions contained in paste solution into grain interior occurred. It may result in formation of hydrates even in deeper aggregate pores, while this phenomenon will be reduced with a distance from the grain surface. Also the type of phase C-S-H changes when the distance from the aggregate surface is increased. Amorphous C-S-H (III) predominated in the cement matrix while C-S-H (II) of "honey comb" morphology is more often observed in open pores of aggregate external shell. External shell pores filled with phase C-S-H of such morphology is presented in Figure 5. C-S-H (I) in the form of needles deposited on fly ash particles appeared mainly in pores, where the access of diffusing ions was restricted (Figure 6). The presence of hydrates of this morphology was observed in internal pores of sintered fly ash aggregate, at the distance from the grain surface exceeding 1 mm.

Changes in C-S-H composition, especially of Ca/Si mol ratio, are also observed with increasing distance from the aggregate surface



Rys. 2. Mikrostruktura betonu 1Sg pod mikroskopem optycznym (x 7,5) i elektronowym (x 600)

Fig. 2. Concrete 1Sg microstructure under optical microscope (x 7,5) and SEM (x 600)



Rys. 3. Strefa przejściowa zaczynu (P) i kruszywa (LWA) o zwartej mikrostrukturze powłoki; beton 1Sg (x 1500). S – ziarno piasku

Fig. 3. ITZ of paste (P) and aggregate (LWA) with tight microstructure of the shell - concrete 1Sg (x 1500). S – sand grain

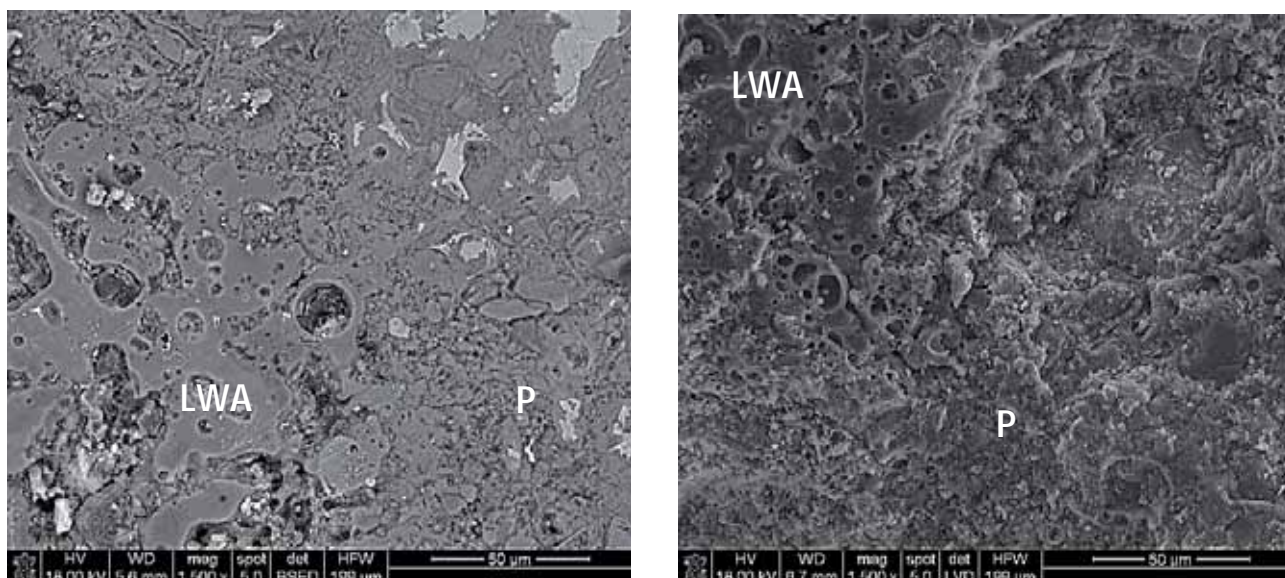
stanowi problemu w miejscach, w których na powłoce ziaren nie występowała porowatość otwarta (rysunek 3).

Z uwagi jednak na z reguły silnie rozwiniętą powierzchnię zewnętrzną popiołoporytu w wielu analizowanych mikroobszarach wyróżnienie linii granicznej pomiędzy kruszywem i zaczynem, przy znacznym powiększeniu obrazu, jest dosyć trudne (rysunek 4).

Na uwagę zasługuje fakt, że zarówno w przypadku betonów z kruszywa suchego (1Sg), jak i wstępnie nasyconego wodą (1Mg) obserwuje się wnikanie zaczynu w głąb porów otwartych. W badanych próbkach głębokość mechanicznego „zazębienia się” zaczynu o powierzchnię kruszywa sięga 400 μm. Zjawisko penetracji zaczynu, nawet w przypadku kruszyw nasyconych wodą, zatem o ograniczonej zdolności do wchłaniania wody czy zaczynu z mieszanki

(Figure 7). In the matrix not far away from the aggregate surface, up to ca 4 μm, phase C-S-H contains higher silica amount, while calcium content in farther areas predominates. However, in aggregate the calcium content is very low in the areas farther than ca 4 μm from the grain surface, that corresponds to sintered fly ash chemical composition, while a certain increase in amount of Ca is observed in areas closer to aggregate surface. Taking into account that for the EDS applied in research the data were collected from the area of 1 μm diameter, the obtained results may be a proof of chemical reaction between aggregate shell and cement paste.

Generally concrete microstructure, regardless the initial moisture content of aggregate, does not reveal the presence of the interfacial transition zone of different morphology. The microstructure of the paste located near the aggregate shell is similar to that



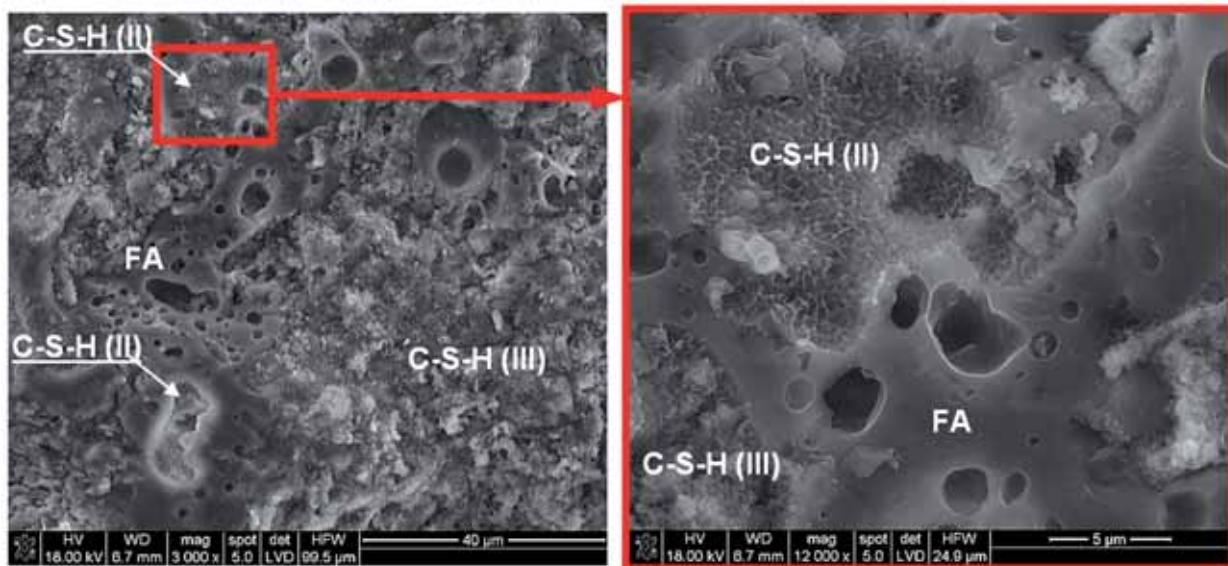
Rys. 4. Strefa przejściowa zaczynu (P) z kruszywem (LWA) o powłoce wykazującej znaczną porowatość otwartą; po lewej beton 1Sg, po prawej beton 1Mg (x 1500)

Fig.4. ITZ of the paste (P) and aggregate (LWA) with the shell rich in open pores; on the left concrete 1Sg, on the right concrete 1Mg (x 1500)

betonowej, jest zgodne z obserwacjami Elsharief i in. (7). Wytlumaczenie tego zjawiska oddzielaniem wody z wstępnie nasyczonego kruszywa w wyniku działania siły odśrodkowej wywołanej ruchem obrotowym mieszarki (7), wydaje się jednak mało przekonujące. Zjawisko to raczej należy tłumaczyć wypieraniem wody z porów otwartych kruszywa przez zaczyn na zasadzie różnic gęstości. Jest to prawdopodobnie również mechanizm migracji zaczynu w głąb porów w kruszywie wstępnie wysuszonym. W tym przypadku początkowo raczej dochodzi do wnikania samej wody, lub zaczynu o dużej zawartości wody. W betonach lekkich, mieszanie się wody zawartej w porach otwartych kruszywa z zaczynem nie ogranicza się wyłącznie do obszarów powierzchniowych. Jak wynika z doświadczeń Maruyamy i in. (20) już po pierwszej godzinie od zmieszania składników betonu lekkiego, zasięg wody migrującej z kruszywa nasyczonego poza jego powierzchnię wynosił ponad 3 mm, a po 21 godzinach osiągał nawet 10 mm.

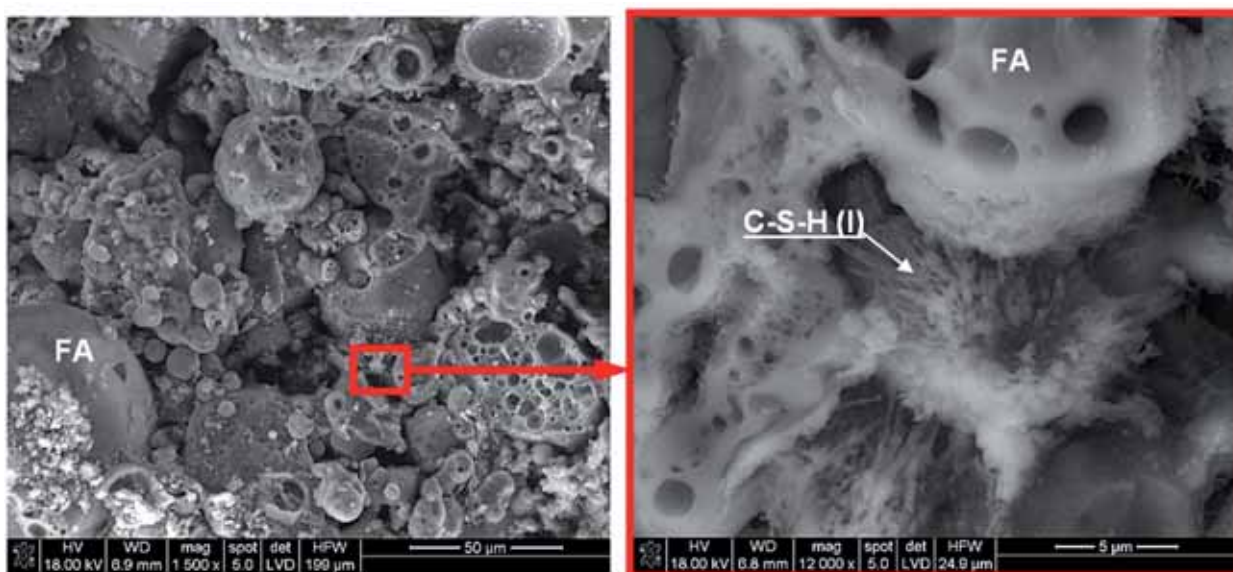
Oprócz migracji zaczynu do powierzchniowych porów otwartych w kruszywie, dochodzi również do dyfuzyjnego wnikania jonów zawartych w roztworze zaczynu w głąb kruszywa. Może to prowadzić do strącania hydratów nawet w głębszych porach w kruszywie, przy czym zjawisko to będzie maleć wraz z odległością od jego powierzchni. Wraz ze zwiększającą się odległością od powierzchni kruszywa zmienia się również pokrój występującej tam fazy C-S-H. O ile w matrycy dominuje C-S-H (III) o nieokreślonej morfologii, o tyle w porach powłoki zewnętrznej części obserwuje się C-S-H (II) o budowie „plastra miodu”. Na rysunku 5 pokazano pory w powłoce zewnętrznej kruszywa wypełnione fazą C-S-H, o takiej właśnie morfologii. Natomiast w porach wewnętrznych kruszywa, do których dostęp dyfundujących jonów był ograniczony, występuje głównie włóknista faza C-S-H (I), powstała na powierzchni ziaren popiołu (rysunek 6). Obecność tego hydratu o tej morfologii stwierdzono w porach wewnętrznych popiołoporytu, na głębokości przekraczającej 1 mm od jego powierzchni.

one located in farther areas. This may be observed in Figures 3, 4, 5. In many analysed areas the microstructure of the paste is homogenous, with isolated inclusions of ettringite. The aggregate surface is mainly covered with C-S-H gel. Nevertheless, there are micro-areas with visible accumulation of ettringite. They occurred relatively rarely in the case of concrete made of initially dry aggregate, while the amount of ettringite was considerably higher in concrete prepared of aggregate pre-saturated with water. In this case ettringite formed a large agglomerations, or even layers. The example of the interfacial transition zone in the form of a double layer consisted of phase C-S-H and ettringite is presented in Figure 8. The ettringite layer revealed changeable thickness in the range from 5 to 20 μm . In some areas the layer directly adjoins to the aggregate surface, completely corresponding to the microstructure of ITZ described by Lo and Cui (8) (Figure 1). Nevertheless, it should be noted that the appearance of the interfacial transition zone, presented in Figure 8, is not typical and can not be applied to construct the general model of ITZ for sintered fly ash aggregate concrete. In other areas the layers of ettringite were located parallel to aggregate shell, but far away, ca 70 μm , from its surface. In the others places ettringite formed agglomerations uniformly distributed in the cement matrix, but without their concentration near the aggregate surface. It should be noted that microcracks occurred in the areas of ettringite presence. The presence of the microcracks may indicate delayed ettringite formation in hardened paste, when cracks formation during preparation of specimens to the research is ruled out. According to Collepardi's hypothesis (21), formation of delayed ettringite in concrete not subjected to external sulphate attack may be connected with higher humidity of environment, in which concrete was matured. The porous aggregate, being as an internal water reservoir in concrete, ensure its high moisture for much longer time in comparison to concrete with non-absorbable aggregate. As a result lightweight concrete hardening in air shows swelling instead of shrinkage, at early



Rys. 5. Faza C-S-H (II) o budowie „plastra miodu” w porach powłoki kruszywa oraz amorficznego C-S-H (III), FA – popiół lotny (x 3000 i x 12000)

Fig. 5. “Honeycomb” C-S-H (II) in aggregate shell pores, amorphous C-S-H (III), FA –fly ash (x 3000 and x 12000)



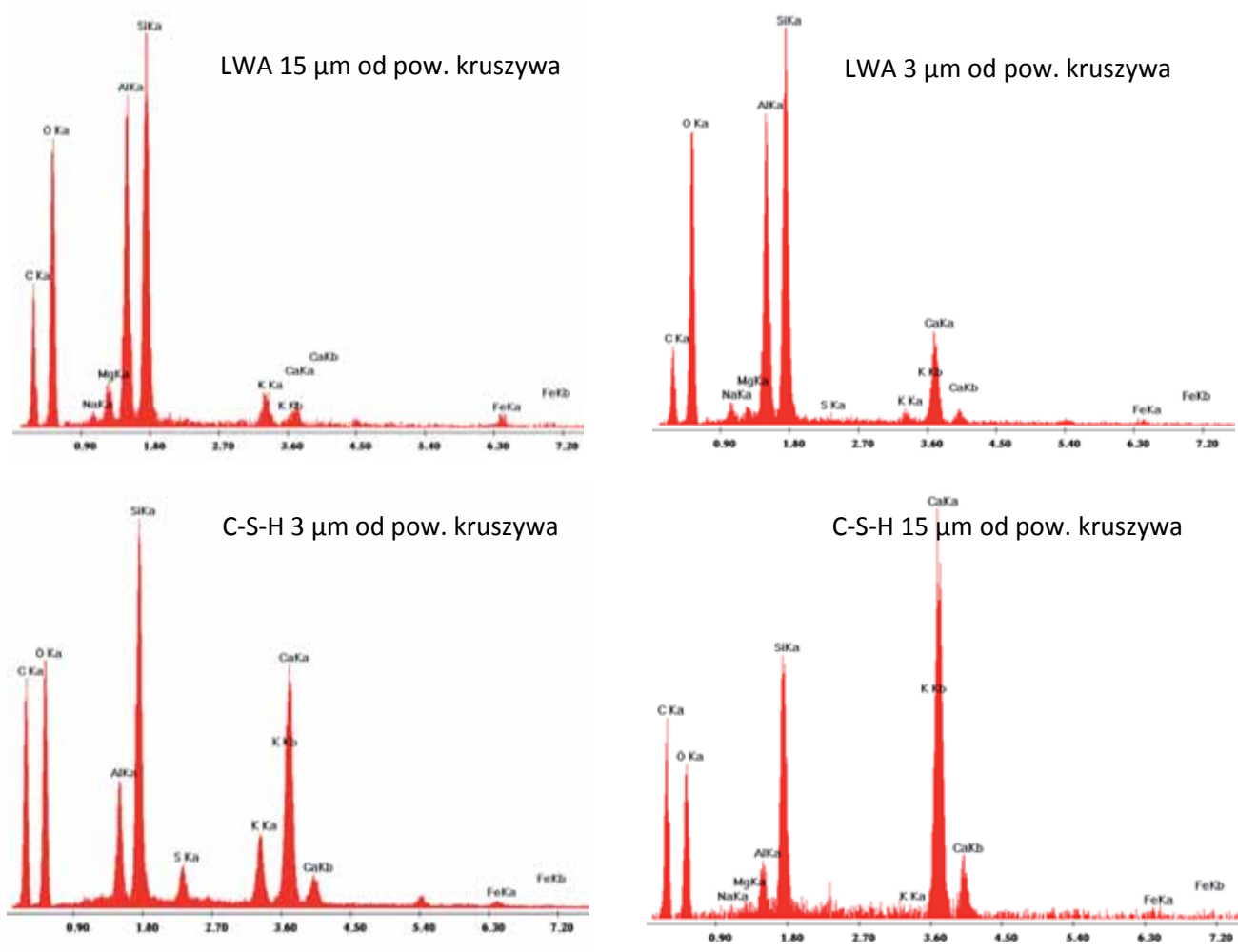
Rys. 6. Włóknista faza C-S-H (I) w porach wewnętrznych kruszywa, FA – popiół lotny (x 1500 i x 12000)

Fig. 6. C-S-H (I) in the form of needles in internal pores of aggregate. FA –fly ash (x 1500 and x 12000)

Wraz ze zmianą odległości od powierzchni ziaren kruszywa obserwuje się również zmiany w składzie fazy C-S-H, wyrażające się zmiennym stosunkiem molowym Ca/Si (rysunek 7). W odległości do około 4 μm od powierzchni kruszywa w fazie C-S-H w matrycy występuje zwiększona zawartość krzemu, podczas gdy w większej odległości przeważa wapń. Natomiast w kruszywie w odległości większej niż około 4 μm od powierzchni ziarna zawartość Ca jest minimalna, co odpowiada składowi chemicznemu czystego popiołoporytu, ale w odległości mniejszej obserwuje się zwiększoną ilość wapnia. Wziąwszy pod uwagę, iż dla zastosowanego w badaniach analizatora dane do punkтового odczytu zbierane są z obszaru o średnicy około 1 μm , uzyskane wyniki mogą być dowodem reakcji chemicznych zachodzących pomiędzy powłoką ziarna kruszywa a zaczynem.

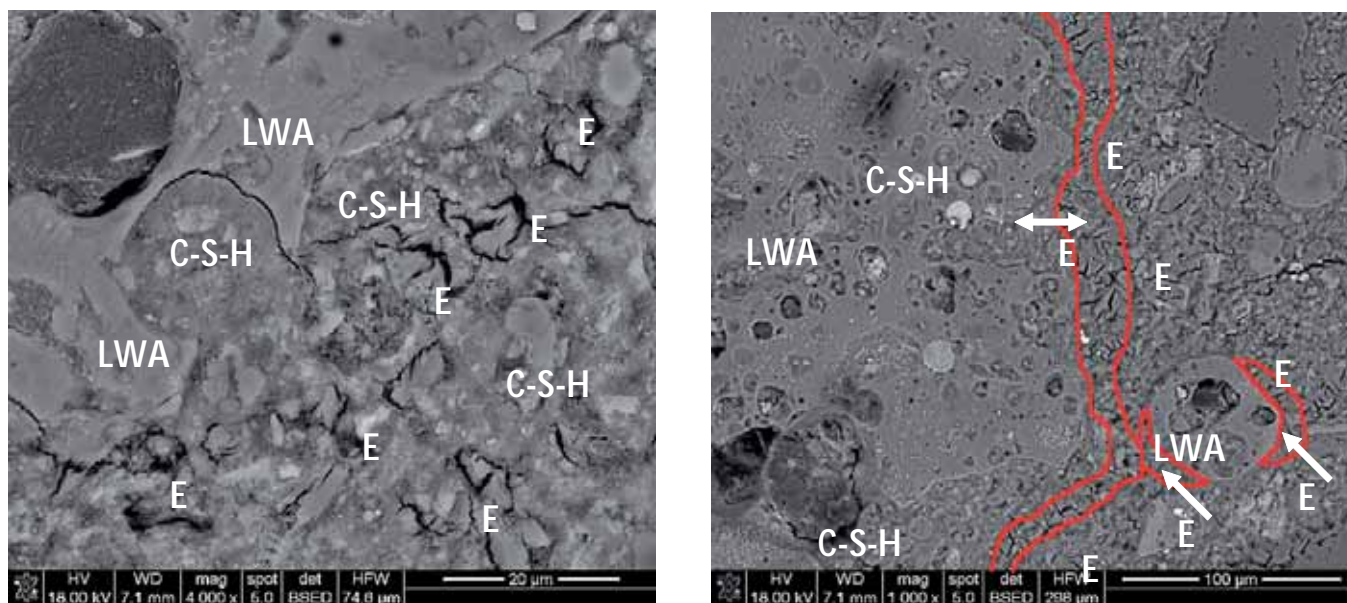
age. The swelling of lightweight concrete of higher water-cement ratio is higher because of less dense structure of hardened paste and easier penetration of water from the aggregate grains into the paste (22). Therefore the increased ettringite content in analysed lightweight concretes may be caused by their higher internal moisture. It particularly concerns the concrete made of aggregate pre-saturated with water (1 Mg), when there was no possibility of decreasing water-cement ratio as a result of absorption of water by aggregate from concrete mixture.

Appearance of portlandite near the sintered fly ash aggregate surface was not a rule. It was observed only in two micro-areas of analyzed specimens (Figure 9). In these places $\text{Ca}(\text{OH})_2$ formed a homogenous layer 200 μm or 100 μm long and several micrometers thick, directly adjoined to the aggregate shell or separated by



Rys. 7. Mikroanaliza EDS popiołoporytu (LWA) oraz zaczynu (C-S-H) w strefie przejściowej

Fig. 7. Microanalysis of sintered fly ash aggregate (LWA) and cement paste (C-S-H) in ITZ (od pow. kruszywa = from aggregate surface)



Rys. 8. Strefa przejściowa popiołoporytu wstępnie nasycanego wodą (LWA) w postaci warstewki podwójnej złożonej z fazy C-S-H i ettringitu (E) (x 4000 i x 1000)

Fig. 8. Interfacial transition zone of pre-saturated with water sintered fly ash aggregate (LWA) in the form of the double layer consisted of gel C-S-H and ettringite (E) (x 4000 and x 1000)

Mikrostruktura betonu, zarówno w przypadku kruszywa wstępnie nasyconego wodą jak i suchego, nie wskazuje na występowanie strefy przejściowej o zróżnicowanej budowie. Morfologia zaczynu w pobliżu ziarna kruszywa, jak również w znacznej odległości od niego, jest podobna, co można zaobserwować na rysunkach 3, 4, 5. Mikrostruktura zaczynu w bardzo wielu analizowanych obszarach jest jednorodna, z pojedynczymi wtrąceniami ettringitu. Na powierzchni kruszywa występuje głównie żel C-S-H. Często jednak zdarzają się też mikroobszary z wyraźnie widocznymi skupiskami ettringitu. O ile w przypadku betonu z kruszywa suchego występują one z reguły sporadycznie, o tyle w betonie z kruszywem wstępnie nasyconym wodą ich ilość jest znacznie większa. Ettringit tworzy tu większe skupiska, a nawet wyodrębnione warstwy. Na rysunku 8 przedstawiono przykład strefy przejściowej w postaci warstewki podwójnej złożonej z fazy C-S-H i ettringitu. Warstewka ettringitu wykazuje zmienną grubość w zakresie od 5 do 20 μm . W niektórych miejscach warstewka bezpośrednio przylega do powierzchni kruszywa, w zupełności odpowiadając mikrostrukturze strefy przejściowej opisanej przez Lo i Cui (8) (rysunek 1). Należy jednak podkreślić, że obraz strefy przejściowej przedstawiony na rysunku 8 nie jest typowy i nie może posłużyć do budowy ogólnego modelu tej strefy, dla betonu z kruszywem popiołoporytowym. W innych miejscach wyodrębnione warstewki ettringitu położone są równoległe do powłoki kruszywa, ale w znacznej odległości, około 70 μm , od jej powierzchni. W jeszcze innych miejscach mniej zaznaczona jest tendencja do zwiększonej ilości ettringitu w pobliżu powierzchni ziaren kruszywa, a tworzy on skupiska równomiernie rozmieszczone w zaczynie. Należy podkreślić, że w miejscach występowania ettringitu obserwuje się mikrorysy. Jeżeli wykluczyć ich powstanie w wyniku obróbki próbek do badania, ich obecność może wskazywać na opóźnione tworzenie się ettringitu, już w stwardniałym zaczynie. Zgodnie z hipotezą Collepardiiego (21), tworzenie się wtórnego ettringitu w betonie nie narażonym na zewnętrzny atak siarczanów może być związane z podwyższoną wilgotnością otoczenia, w którym beton dojrzewa. Kruszywo porowate, stanowiące wewnętrzny rezerwuuar wody w betonie, zapewnia wysoki poziom jego wilgotności przez znacznie dłuższy okres w porównaniu do betonu na kruszywie nienasiąkliwym. W rezultacie we wczesnym okresie betony lekkie dojrzewające w powietrzu nie wykazują skurczu, a pęcznienie. W przypadku betonów lekkich, o większym stosunku wodno-cementowym, ich pęcznienie jest większe w związku z bardziej luźną strukturą stwardniałego zaczynu i łatwiejszą migracją wody z kruszywa do zaczynu (22). Zatem w przypadku analizowanych betonów lekkich, a w szczególności betonu wykonanego z kruszywa nasyconego wodą, a więc bez możliwości obniżenia stosunku wodno-cementowego w wyniku odciągania z mieszanki wody, zwiększona zawartość ettringitu może być związana z podwyższoną wilgotnością wewnętrzną.

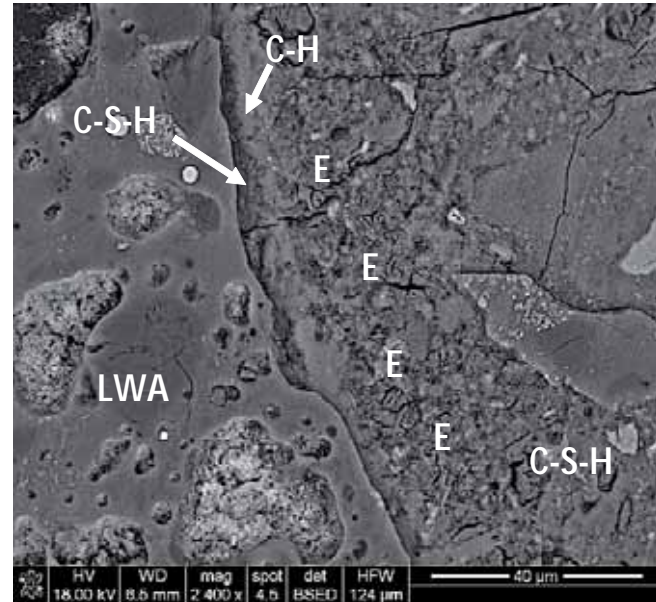
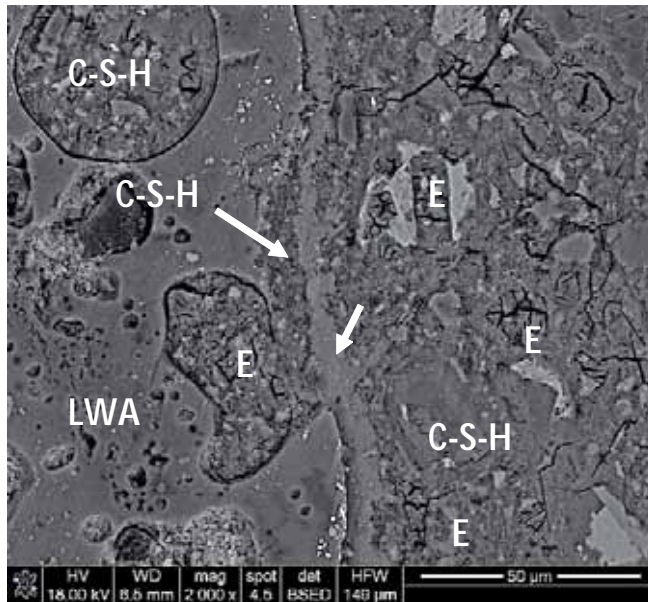
W żadnej z analizowanych próbek nie stwierdzono występowania portlandytu w pobliżu powierzchni kruszywa popiołoporytowego, z wyłączeniem dwóch mikroobszarów (rysunek 9). W miejscach tych $\text{Ca}(\text{OH})_2$ tworzy jednorodną warstewkę, o długości około 200 μm i 100 μm i grubości kilku mikrometrów, bezpośrednio

C-S-H layer from the grain surface. The structure of the interfacial transition zone, presented in figure 9, actually corresponds to classic ITZ model. Nevertheless when comparing the observed portlandite layers length to analysed ca 400 mm of the total length of ITZ in researched specimens, the appearance of portlandite in the lightweight concrete transition zone should be regarded as an exception and its lack as a rule confirming elimination of "wall effect" and pozzolanic reaction between sintered fly ash and calcium hydroxide. It should be noted that ITZ around natural quartz sand grains, except isolated areas, also did not reveal higher content of portlandite in comparison to the paste located farther from the sand surface. Therefore in this case the hypothesis about the lack of the transition zone in concrete correctly compacted, presented by Diamond and Huang in (5), seems to be right.

Visible differences in content of unhydrated cement grains were revealed in concretes of initially dry aggregate (1 Sg) and pre-wetted one (1 Mg), that it is shown in Figure 10. The hydration degree is considerable higher in the case of concrete 1 Mg, therefore only isolated unhydrated cement grains are visible. In concrete 1 Sg the number of such grains is significantly higher. This fact may be regarded as a proof for considerable decreasing of water-cement ratio, as a result of partially absorption of water from this concrete mixture, by dry lightweight aggregate. Increased number of cement unhydrated grains becomes visible in a certain distance from both lightweight aggregate and sand grains surfaces. The paste layer of higher hydration degree surrounding porous aggregate is on average ca 65 μm , that is twice as thick as the layer around natural sand grains. The higher hydration degree of cement in the layer surrounding lightweight aggregate grains is likely to be caused not much by a "wall effect", as in the case of natural sand particles, but by the higher possibility of fuller hydration due to internal curing with water accumulated in porous aggregate. During initial stage of hydration the water might freely penetrate into paste, in long distances. Then as the paste maturation progressed the water was probably unavailable for cement grains located far away from the lightweight aggregate, due to tight shell formed with hydrates around the aggregate. This shell additionally enhanced tightness of the aggregate being the most porous compound of lightweight concrete. To sum up, the higher water-cement ratio of paste in concrete made of pre-saturated aggregate is a reason of its more porous microstructure after hardening as well as its higher ettringite content, which additionally decreases the tightness of the hardened paste. Both factors may explain considerable lower tightness of lightweight concrete prepared of initially saturated aggregate, which was revealed in previous author's work (13).

5. Conclusions

The research carried out indicates the lack of the interfacial transition zone around sintered fly ash aggregate, considered as a layer of different microstructure in comparison to cement matrix located far away from aggregate surface. The structure of a layer surrounding sintered fly ash grains does not correspond to any known



Rys. 9. Strefa przejściowa popiołoporytu wstępnie wysuszonego (LWA) w postaci warstewki podwójnej złożonej z fazy C-S-H i portlandytu (C-H). E – ettringit. (x 2000 i x 2400)

Fig. 9. Interfacial transition zone of initially dried sintered fly ash aggregate (LWA) in the form of the double layer consisted of gel C-S-H and portlandite (C-H). E – ettringite. (x 2000 i x 2400)

nio przylegającą do powierzchni kruszywa, lub oddzieloną od niej warstwą C-S-H. Struktura warstwy przejściowej, pokazanej na rysunku 9, w zasadzie odpowiada klasycznemu modelowi strefy przejściowej. Porównując jednak długość występującej warstewki portlandytu do analizowanych stref przejściowych, o łącznej długości dla przebadanych próbek ok. 400 mm, występowanie portlandytu należy uznać za wyjątek, a jego brak za regułę potwierdzającą brak „efektu ściany” i zachodzenie reakcji pucolanowej popiołoporytu z wodorotlenkiem wapnia. Należy zwrócić uwagę, że strefa przejściowa kwarcowych ziaren piasku naturalnego, z wyjątkiem pojedynczych przypadków, również nie wykazywała zwiększonej obecności wodorotlenku wapnia, w porównaniu z zaczynem w większej odległości od jego powierzchni. W tym zatem przypadku hipoteza o braku strefy przejściowej w betonach właściwie zagęszczonych, przedstawiona przez Diamonda i Huanga w (5), wydaje się słuszna.

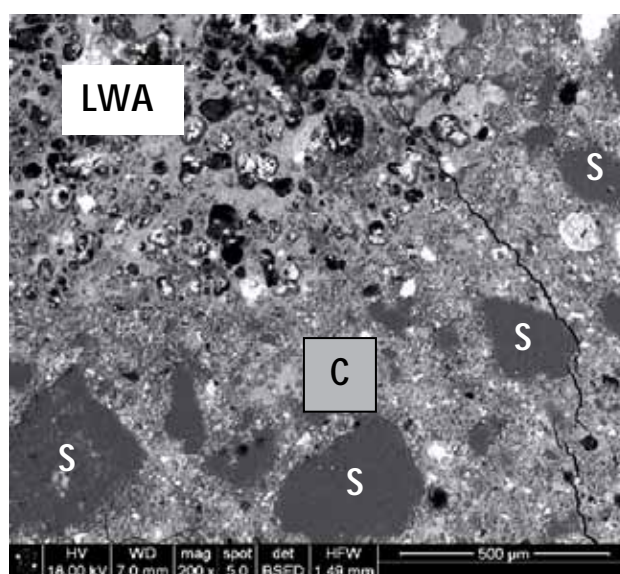
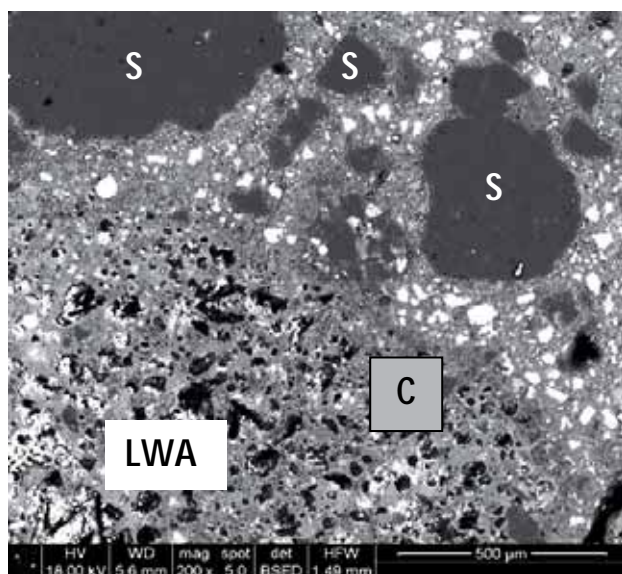
W badanych próbkach obu betonów z kruszywem suchym (1Sg) i wstępnie nasyconym wodą (1Mg), obserwuje się wyraźne różnice w zawartości niezhydratyzowanych ziaren cementu, co pokazano na rysunku 10. W przypadku betonu 1Mg stopień hydratacji cementu jest wyraźnie większy, w związku z czym widoczne są jedynie pojedyncze niezhydratyzowane ziarna. Natomiast w betonie 1Sg ilość takich ziaren jest znacznie większa. Fakt ten można uznać za dowód znacznego obniżenia wskaźnika wodno-cementowego w tym betonie, w wyniku pochłonięcia części wody zarobowej przez suche kruszywo lekkie. Zwiększony udział niezhydratyzowanych ziaren cementu uwidacznia się jednak dopiero w pewnej odległości od powierzchni zarówno ziaren kruszywa lekkiego jak i piasku naturalnego. Przy czym w przypadku kruszywa porowatego warstwa o większym stopniu hydratacji jest prawie dwukrotnie grubsza (średnio około 65 µm) niż blisko ziaren piasku. Prawdopodobnie większy stopień hydratacji cementu w warstwie

classic model of ITZ. Generally neither portlandite layer directly, adjoined to lightweight aggregate grains, nor its higher content in farther matrix areas, was revealed. However, micro-areas of higher content of ettringite, forming visible agglomerations or even layers, were observed. These layers may be located directly on the aggregate surface or in a certain distance from the surface.

In comparison to concrete made of pre-soaked aggregate, concrete prepared of initially dry aggregate showed more tight microstructure of paste that is connected with the decrease of its water-cement ratio resulting from absorption of water from the concrete mixture by the aggregate. Additionally the concrete prepared of dry sintered fly ash contained less ettringite. However, initial aggregate condition, dry or saturated, did not influence visibly the penetration depth of paste into open pores of external aggregate shell. Appearance of hydrates formed on surfaces of internal aggregate pores was also observed in the case of both examined concretes.

Literatura / References

1. B. Barnes, S. Diamond, W. Dolch, « The contact zone between Portland cement paste and glass "aggregate" surfaces», *Cem. Concr. Res.*, **8**, 233-243 (1978).
2. R. Zimbelmann, "A Contribution to the Problem of Cement-Aggregate Bond", *Cem. Concr. Res.* **15**, 801-808, 1985.
3. P. Monteiro, "Mechanical Modeling of the Transition Zone", Chapter 4 in "Interfacial Transition Zone in Concrete", J. C. Maso, E & FN SPON, London 1995.
4. J. Grandet, J. Ollivier, "New method for the study of cement-aggregate interfaces", *Proc. 7th International Congress on the Chemistry of Cement*, **3**, 85-89, Paris 1980.
5. S. Diamond, J. Huang, "The ITZ in concrete – a different view based on image analysis and SEM observations", *Cem. Concr. Comp.*, **23**, 179-188, (2001).



Rys. 10. Zgląd próbki betonu z kruszywa wstępnie wysuszonego 1Sg (z lewej) i wstępnie nasyczonego wodą 1Mg (z prawej). LWA – ziarna popiołoporytu, S – ziarna piasku, C –niezhydratyzowane ziarna cementu. (x 200)

Fig. 10. Polished section of concrete with dry aggregate 1Sg (on the left) and pre-saturated with water 1Mg (on the right). LWA – sintered fly ash aggregate grains, S – sand grains, C – unhydrated cement grains. (x 200)

otaczającej ziarna kruszywa lekkiego jest spowodowany nie tyle „efektem ściany”, co większą możliwością pełniejszej hydratacji, zapewnionej przez wodę zgromadzoną w porowatym kruszywie. W początkowej fazie hydratacji woda ta mogła swobodnie migrować w zaczynie na znaczne odległości. Jednak w późniejszym okresie dojrzewania betonu była prawdopodobnie niedostępna dla ziaren cementu, znajdujących się w większej odległości od kruszywa, z uwagi na wytworzoną wokół niego szczelną powłokę hydratów. Otoczka ta dodatkowo zwiększa szczelność kruszywa, stanowiącego najbardziej porowaty składnik betonu lekkiego. Podsumowując, w przypadku kruszywa wstępnie nasycanego wodą większy stosunek wodno-cementowy zaczynu jest przyczyną nie tylko obserwowanej bardziej porowatej jego mikrostruktury po stwardnieniu, ale i wspomnianej wcześniej większej zawartości ettringitu, która dodatkowo obniża szczelność kamienia cementowego. Oba te czynniki tłumaczą wykazaną we wcześniejszej pracy autorki (13) znacznie mniejszą szczelność betonów lekkich, wykonanych z kruszywa wstępnie nasyczonego wodą.

5. Podsumowanie

Przeprowadzone badania wskazują na brak występowania strefy przejściowej kruszywa popiołoporytowego z zaczynem, rozumianej jako warstwa o odmiennej mikrostrukturze w porównaniu do matrycy, znajdującej się w dalszej odległości od powierzchni kruszywa. Budowa warstewki zaczynu otaczającego ziarna popiołoporytu nie odpowiada żadnemu ze znanych klasycznych modeli strefy przejściowej. W ogólnym przypadku nie stwierdzono ani warstewki portlandytu w matrycy w bezpośrednim sąsiedztwie ziaren kruszywa lekkiego, ani jego zwiększonej zawartości w nieco większej odległości. Często występują natomiast mikroobszary o zwiększonej zawartości ettringitu, który niekiedy tworzy wyraźne skupiska, a nawet warstewki. Warstewki te mogą znaj-

6. M-H. Zhang, O. GjØrv, “Microstructure of the interfacial zone between lightweight aggregate and cement paste”, *Cem. Concr. Res.*, **20**, 610-618, (1990).
7. A. Elsharief, M. Cohen, J. Olek, “Influence of lightweight aggregate on the microstructure and durability of mortar”, *Cem. Concr. Res.*, **35**, 1368-1376, (2005).
8. T. Lo, H. Cui, “Effect of porous lightweight aggregate on strength of concrete”, *Mat. Let.*, **58**, 916-919, (2004).
9. R. Wasserman, A. Bentur, “Interfacial interactions in lightweight aggregate concretes and their influence on the concrete strength”, *Cem. Concr. Comp.*, **18**, 67-76 (1996).
10. D. Bentz, “Influence of internal curing using lightweight aggregates on interfacial transition zone percolation and chloride ingress in mortars”, *Cem. Concr. Comp.*, **31**, 285-289 (2009).
11. W. Kurdowski, *Chemia cementu i betonu*, Polski Cement, PWN Kraków 2010.
12. M-H. Zhang, O. GjØrv, “Penetration of cement paste into lightweight aggregate”, *Cem. Concr. Res.*, **22**, 47-55 (1992).
13. L. Domagała, „Wpływ wstępnej wilgotności kruszyw lekkich na nasiąkliwość betonu,” *Cement-Wapno-Beton*, **74**, 149-156 (2010).
14. R. Wasserman, A. Bentur, “Effect of lightweight fly ash aggregate microstructure on the strength of concretes”, *Cem. Concr. Res.*, **27**, 525-537 (1997).
15. M-H. Zhang, O. GjØrv, “Pozzolanic reactivity of lightweight aggregates”, *Cem. Concr. Res.*, **20**, 884-890 (1990).
16. T. Lo, H. Cui, W. Tang, M. Leung, “The effect of aggregate absorption on pore area at interfacial zone of lightweight concrete”, *Constr. Buil. Mat.*, **22**, 623-628 (2008).
17. T. Lo, X. Gao, A. Jeary, “Microstructure of pre-wetted aggregate on lightweight concrete”, *Buil. Envir.*, **34**, 759-764 (1999).
18. S. Smeplass, T. Hammer, M. Sandvik, “Production of structural high strength LWAC with initially dry aggregates”, *Congress on Structural Lightweight Aggregate Concrete*, 390-396, Sandefjord 1995.

dować się w bezpośrednim sąsiedztwie kruszywa lub w nieznaczonej odległości od niego.

W porównaniu do betonu wykonanego z popiołoporytu wstępnie nasyconego wodą, beton wykonany z kruszywa suchego wykazał bardziej zwartą mikrostrukturę zaczynu, co wiąże się z obniżeniem jego wskaźnika wodno-cementowego, w wyniku pochłaniania wody z mieszanki przez kruszywo. Ponadto w betonie z kruszywem wstępnie wysuszonym obserwowano mniejszą zawartość ettringitu. Okazało się natomiast, że wstępne nawilżenie kruszywa lub jego brak nie ma widocznego wpływu na głębokość penetracji zaczynu w pory otwarte warstwy zewnętrznej kruszywa. W przypadku obu betonów stwierdzono również występowanie hydratów utworzonych na powierzchniach porów wewnętrznych w kruszywie.

19. N. Buenfeld, E. Okundi, "Release of air from unsaturated aggregate during setting of concrete", *Constr. Buil. Mat.*, **13**, 143-147 (1999).
20. I. Maruyama, M. Kanematsu, T. Noguchi, H. Iikura, A. Teramoto, H. Hayano, "Evaluation of water transfer from saturated lightweight aggregate to cement paste matrix by neutron radiography", *Nuclear Instruments and Methods in Physics, Research Section A*, **605**, 159-162 (2009).
21. M. Collepardi, "A state-of-the-art review on delayed ettringite attack on concrete", *Cem. Concr. Comp.*, **25**, 401-407, (2003).
22. L. Domagała, „Skurcz i pęcznienie lekkich betonów kruszywowych modyfikowanych fazą włóknistą”, *Czasopismo Techniczne PK*, Z1-B, 21-40 (2008).