

dr Wiktor Jasiński¹⁾

ORCID: 0000-0001-6612-4207

Petrographic evaluation of selected artificial aggregates of mineral origin for the occurrence of alkaline reactivity AAR

Ocena petrograficzna wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego pod kątem wystąpienia reaktywności alkalicznej AAR

DOI: 10.15199/33.2025.10.04

Abstract: This paper presents the results of a research study focused on the petrographic evaluation of selected artificial mineral aggregates with respect to alkali–aggregate reaction (AAR). The petrographic analyses were performed in accordance with the General Directorate for National Roads and Motorways (GDDKiA) Procedure No. PB/3/18. The study was conducted on two types of artificial mineral aggregates: artificial aggregate derived from lead slag and artificial aggregate derived from boiler slag.

Keywords: artificial aggregate, lead slag, boiler slag, alkali–aggregate reactivity (AAR), petrographic analysis

Streszczenie: W artykule zaprezentowano wyniki pracy badawczej dotyczącej oceny petrograficznej wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego pod kątem wystąpienia reaktywności alkalicznej AAR. Badania petrograficzne wykonano wg Procedury GDDKiA nr PB/3/18. Badania zostały przeprowadzone dla dwóch wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego: kruszywa sztucznego z żużli poolowiowych oraz kruszywa sztucznego z żużli paleniskowych.

Słowa kluczowe: kruszywo sztuczne; żużel poolowiowy; żużel paleniskowy, reaktywność alkaliczna; petrografia

Artificial aggregates are often used in transport engineering for building road structures. This results primarily from the search for materials representing an alternative to the natural aggregates applied and the need to use expanding landfills. Artificial aggregates are used, among others: for stabilisation and improvement of soil under road surfaces; for road substructures; for asphalt and concrete pavement layers [1].

Due to the high content of heavy metals in such aggregates, which can be released in contact with atmospheric factors and thus migrate together with solutions and pollute the environment, it is important to know their petrographic, chemical, and phase properties [2]. The Concrete and Aggregates Laboratory of the Road and Bridge Research Institute – Branch in Wrocław has specialised for many years in petrographic analyses of natural aggregates, among others, for the occurrence of alkali-silica, alkali-carbonate reactions (according to ASTM, PN-EN, General Directorate for National Roads and Motorways (GDDKiA) procedures).

Subject and purpose of the analyses

The subject of this study is the petrographic analysis of selected artificial aggregates of mineral origin provided by the manufacturer to identify the components and potential reactions occurring in the aggregates. Petrographic analysis of

Kruszywa sztuczne są często wykorzystywane w inżynierii komunikacyjnej do budowy konstrukcji drogowych. Jest to związane przede wszystkim z poszukiwaniem alternatywnych materiałów do wykorzystywanych kruszyw naturalnych oraz koniecznością wykorzystania powiększających się składowisk odpadów. Kruszywa sztuczne stosowane są m.in. np.: do stabilizacji i ulepszenia gruntów pod nawierzchniami drogowymi; na podbudowy drogowe; do warstw nawierzchniowych asfaltowych i betonowych [1].

Ze względu na dużą zawartość metali ciężkich w takich kruszywach, które w kontakcie z czynnikami atmosferycznymi mogą ulec uwalnianiu, migrując wraz z roztworami, zanieczyszczając środowisko, istotne jest poznanie ich właściwości petrograficznych, chemicznych oraz fazowych [2]. Pracownia Betonów i Kruszyw IBDiM – Filia Wrocław specjalizuje się od wielu lat w badaniach petrograficznych kruszyw naturalnych m.in. pod kątem wystąpienia reakcji alkalia-krzemionka, alkalia-węglany (wg ASTM, PN-EN, Procedur GDDKiA).

Przedmiot i cel badań

Przedmiotem pracy jest analiza petrograficzna wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego, dostarczonych przez producenta w celu identyfikacji składników oraz potencjalnych reakcji zachodzących w kruszywach. Analizę petrograficzną kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego wykonano, wykorzystując metody badań zawarte w PN-EN 932-3 [3] oraz Procedurze badawczej GDDKiA PB/3/18 [4].

¹⁾ Instytut Badawczy Dróg i Mostów – Filia Wrocław; wikt.jasinski@ibdim.edu.pl

artificial aggregates of mineral origin was carried out using the test methods contained in PN-EN 932-3 [3] and General Directorate for National Roads and Motorways' Test Procedure PB/3/18 [4].

The subject of petrographic analysis of artificial aggregates is:

- description and macroscopic analysis of selected artificial aggregates of mineral origin;
 - description and microscopic analysis of selected artificial aggregates of mineral origin with the identification of petrographic composition on thin sections using a polarising microscope;
 - determination of the phase composition of selected artificial aggregates of mineral origin by means of X-ray diffraction (XRD);
 - determination of the chemical composition of selected artificial aggregates of mineral origin (XRF);
 - studies by scanning electron microscopy (SEM-EDS).
- For the study, 2 types of artificial aggregates of mineral origin were selected:
- aggregate derived from lead slag fraction 4–8;
 - aggregate derived from boiler slag fraction 4–22.

Method of petrographic analyses

All tested samples of artificial aggregates of mineral origin were subjected to macroscopic analysis according to PN-EN 932-3. Based on this, representative samples were selected for further microscopic examination on thin sections under transmitted light, X-ray diffractometer (XRD) analysis, chemical composition determination (XRF), and scanning electron microscopy (SEM-EDS) studies.

Microscopic studies on thin sections under transmitted light. From a selected representative sample of artificial aggregates of mineral origin, a thin section preparation was made for microscopic examination under transmitted light. Thin sections for transmitted light analysis were made at the grinding shop of the Institute of Geological Sciences of the University of Wrocław. Their analysis was conducted using a Leica DM 750 P polarising microscope.

Determination of the phase composition by means of X-ray diffraction (XRD). In order to obtain an accurate characterisation of the phase composition of the studied artificial aggregates of mineral origin, a phase composition determination by means of powder X-ray diffraction (XRD) was performed at the Institute of Geological Sciences of the University of Wrocław, using a diffractometer operating in the Bragg-Brentano system.

Determination of the chemical composition of artificial aggregates of mineral origin was carried out at PD Instruments (Toszek, Poland). The test samples were ground, calcined in a muffle furnace, and melted. In the lead slag sample, lithium tetraborate flux with addition of 0.2% LiBr was used to eliminate surface tension. All samples were analysed on an X-ray fluorescence (XRF) spectrometer. Measurements were made using the calibration curve method applicable to raw materials used for building materials. The calibration curve was performed on certified standards, using the melted pearls method.

Przedmiotem analizy petrograficznej kruszyw sztucznych jest:

- opis i analiza makroskopowa wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego;
- opis i analiza mikroskopowa wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego z określeniem składu petrograficznego na szlifach cienkich z wykorzystaniem mikroskopu polaryzacyjnego;
- oznaczenie składu fazowego wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD);
- oznaczenie składu chemicznego wybranych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego (XRF);
- badania metodą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM-EDS).

Do badań wytypowano 2 rodzaje kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego:

- kruszywo z żużla poolowiowego frakcji 4–8;
- kruszywo z żużla paleniskowego frakcji 4–22.

Metoda badań petrograficznych

Wszystkie badane próbki kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego poddane zostały analizie makroskopowej wg PN-EN 932-3. Na tej podstawie wytypowano reprezentatywne próbki do dalszych badań mikroskopowych na szlifach cienkich w świetle przechodzącym, analizy w dyfraktometrze rentgenowskim (XRD), oznaczenia składu chemicznego (XRF) oraz badania metodą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM-EDS).

Badania mikroskopowe na szlifach cienkich do światła przechodzącego. Z wybranej reprezentatywnej próbki kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego wykonano preparat w postaci szlifów cienkich do badań mikroskopowych w świetle przechodzącym. Szlify cienkie do światła przechodzącego zostały wykonane w szlifierni Instytutu Nauk Geologicznych Uniwersytetu Wrocławskiego. Ich badania przeprowadzono przy użyciu mikroskopu polaryzacyjnego Leica DM 750 P.

Oznaczenie składu fazowego za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD). W celu uzyskania dokładnej charakterystyki składu fazowego badanych kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego wykonano oznaczenie składu fazowego, za pomocą proszkowej dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), w Instytucie Nauk Geologicznych Uniwersytetu Wrocławskiego, za pomocą dyfraktometru pracującego w układzie Bragg-Brentano.

Oznaczenie składu chemicznego kruszyw sztucznych pochodzenia mineralnego wykonano w PD Instruments (Toszek, Polska). Próbki badawcze zmielono, wyprażono w piecu muflowym oraz stopiono. W próbce żużla poolowiowego, w celu wyeliminowania napięcia powierzchniowego, użyto topnika czteroboranu litu z domieszką 0,2% LiBr. Wszystkie próbki były analizowane na spektrometrze metodą fluorescencji rentgenowskiej (XRF). Pomiary wykonano metodą krzywej kalibracyjnej dotyczącej surowców do materiałów budowlanych. Krzywą kalibracyjną wykonano na certyfikowanych wzorcach, metodą topionych pereł. W celu oznaczenia dodatkowych pierwiastków wszystkie próbki zmierzono na programie półilościowym Quant Express.

For the determination of additional elements, all samples were measured on the Quant Express semi-quantitative programme.

Scanning electron microscopy (SEM-EDS) studies were conducted using a scanning microscope with an X-ray micro-analysis attachment. The observations were made at an accelerating voltage of 15 kV, in high vacuum mode. Prior to the test, the samples were vacuum-coated with a conductive layer of carbon about 30 nm thick. The purpose of the analyses was to evaluate the internal structure of the samples, the chemical composition of the phases that build them, and to identify the occurrence, nature, and degree of transformation processes. The research was conducted at the Institute of Geological Sciences of the University of Wrocław.

Based on petrographic analyses, the potential alkali-aggregate reaction (AAR) of the tested aggregates was evaluated.

Test results

The results of microscopic petrographic determination on thin sections to transmitted light based on ASTM C295/RILEM AAR-1.1 [5,6] are given in Table 1.

Badania metodą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM-EDS) przeprowadzono z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego z przystawką do mikroanalizy rentgenowskiej. Obserwacje wykonywano przy napięciu przyspieszającym 15 kV, w trybie wysokiej próżni. Próbkę przed badaniem pokryto próżniową warstwą przewodzącą węgla o grubości ok. 30 nm. Celem analiz była ocena struktury wewnętrznej próbek, składu chemicznego budujących je faz oraz identyfikacja występowania, charakteru i stopnia zaawansowania przebiegu procesów przemian. Badania przeprowadzono w Instytucie Nauk Geologicznych Uniwersytetu Wrocławskiego.

Na podstawie analiz petrograficznych dokonano oceny potencjalnej reaktywności alkalicznej (AAR) badanych kruszyw.

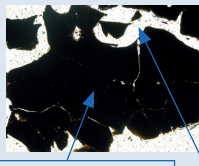
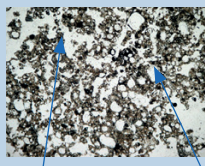
Wyniki badań

Wyniki mikroskopowego opisu petrograficznego na szlifach cienkich do światła przechodzącego na podstawie ASTM C295/RILEM AAR-1.1 [5,6] zawiera tabela 1.

Oznaczenie składu fazowego za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD). Kruszywo sztuczne z żużla po-

Table 1. Microscopic petrographic description based on ASTM C295/RILEM AAR-1.1

Tabela 1. Mikroskopowy opis petrograficzny wg ASTM C295/RILEM AAR-1.1

Sample/ Próbką	Microscopic description/Opis mikroskopowy	Microscope image, transmitted light without analyser, 4x/0.10 coating/ Obraz pod mikroskopem, światło przechodzące bez analizatora, pow. 4x/0.10
Artificial aggregate derived from lead slag/ Kruszywo sztuczne z żużla połówowego	grains of irregular shape with the size of tens of millimetres are visible. Edges and corners range from straight, sharp, partially rounded to amoeboid. The grains are predominantly black and completely opaque, heavily cracked. Only locally (mainly on the edges) slightly translucent brown. In such areas it can be seen that they are made of a weakly birefringent substance, probably glaze. There are numerous inclusions up to 0.01 mm in size, black and completely opaque (sulphides, metal oxides?). widoczne są ziarna nieregularnego kształtu o wielkości kilkudziesięciu milimetrów. Krawędzie i naroża od prostych, ostrych, częściowo zaokrąglonych do ameboidalnych. Ziarna są w przeważającej części czarne i całkowicie nieprzezroczyste, silnie splekane. jedynie lokalnie (głównie na brzegach) lekko prześwitują na brązowo. W takich miejscach widać, że są zbudowane z słabo dwójłomnej substancji, prawdopodobnie ze szkliwa. Tkwią w niej liczne wrostki o rozmiarach do 0,01 mm, czarne i całkowicie nieprzezroczyste (siarczki, tlenki metali?).	 Phase forms of opaque minerals/ Formy faz minerałów nieprzezroczystych Forms of vitreous phases/ Formy faz szklistych
Artificial aggregate derived from boiler slag/ Kruszywo sztuczne z żużla paleniskowego	vitreous-microcrystalline mass dominates, with irregular aggregates. They are composed of a yellowish, optically isotropic glaze and similarly coloured microcrystalline phases showing pronounced birefringence. Numerous oval-shaped pores, reaching up to 0.5 mm, characteristic of aggregates with a porous texture, are observed within the aggregates. Spherules with a spherical shape, usually opaque or translucent, up to 0.4 mm in diameter, are also found in smaller numbers. Within such a mass, xenomorphic crumbs of silicate crystals with irregular, sharp-edged shapes, reaching a maximum size of 0.2 mm, are occasionally visible. Based on the observed optical characteristics (they are colourless, with first-order interference colours), it can be assumed that they are probably quartz and/or feldspar. dominuje masa szklisto-mikrokrystaliczna, w której występują nieregularne agregaty. Zbudowane są one z żółtawego, optycznie izotropowego szkliwa oraz podobnie zabarwionych faz mikrokrystalicznych wykazujących wyraźną dwójłomność. W obrębie agregatów obserwuje się liczne pory o kształcie owalnym, osiągające do 0,5 mm, charakterystyczne dla kruszyw o teksturze porowatej. W mniejszej ilości występują również sferule o kulistym kształcie, najczęściej nieprzezroczyste lub półprzezroczyste, o średnicy do 0,4 mm. W obrębie takiej masy sporadycznie widoczne są ksenomorficzne okruchy kryształów krzemianów o nieregularnych, ostrokrawędzistych kształtach, osiągające maksymalnie 0,2 mm. Na podstawie obserwowanych cech optycznych (są one bezbarwne, o barwach interferencyjnych I rzędu) można przypuszczać, iż są to prawdopodobnie kwarc i/lub skalenie.	 Forms of vitreous phases/ Formy faz szklistych Spherules/ Sferule

Determination of the phase composition by means of X-ray diffraction (XRD). Artificial aggregate derived from lead slag. Reflections of one mineral phase were found in the sample: magnetite (Fe_3O_4 – iron oxide). SEM-EDS analysis showed the presence of spinel phases of mixed composition between the MgAl_2O_4 and FeCr_2O_4 cells (Figure 1 analysis 50), which were probably attributed to the magnetite phase in the XRD analysis, due to the similar crystalline structure of these phases. The mineral phase diagram shows an elevated background in the angular range of 25–30 [$^{\circ}\text{2Th.}$], which may indicate the presence of a non-crystalline (vitreous) phase. The results of phase composition studies by X-ray diffraction (XRD) of artificial aggregate derived from lead slag are shown in Figure 2 and Table 2.

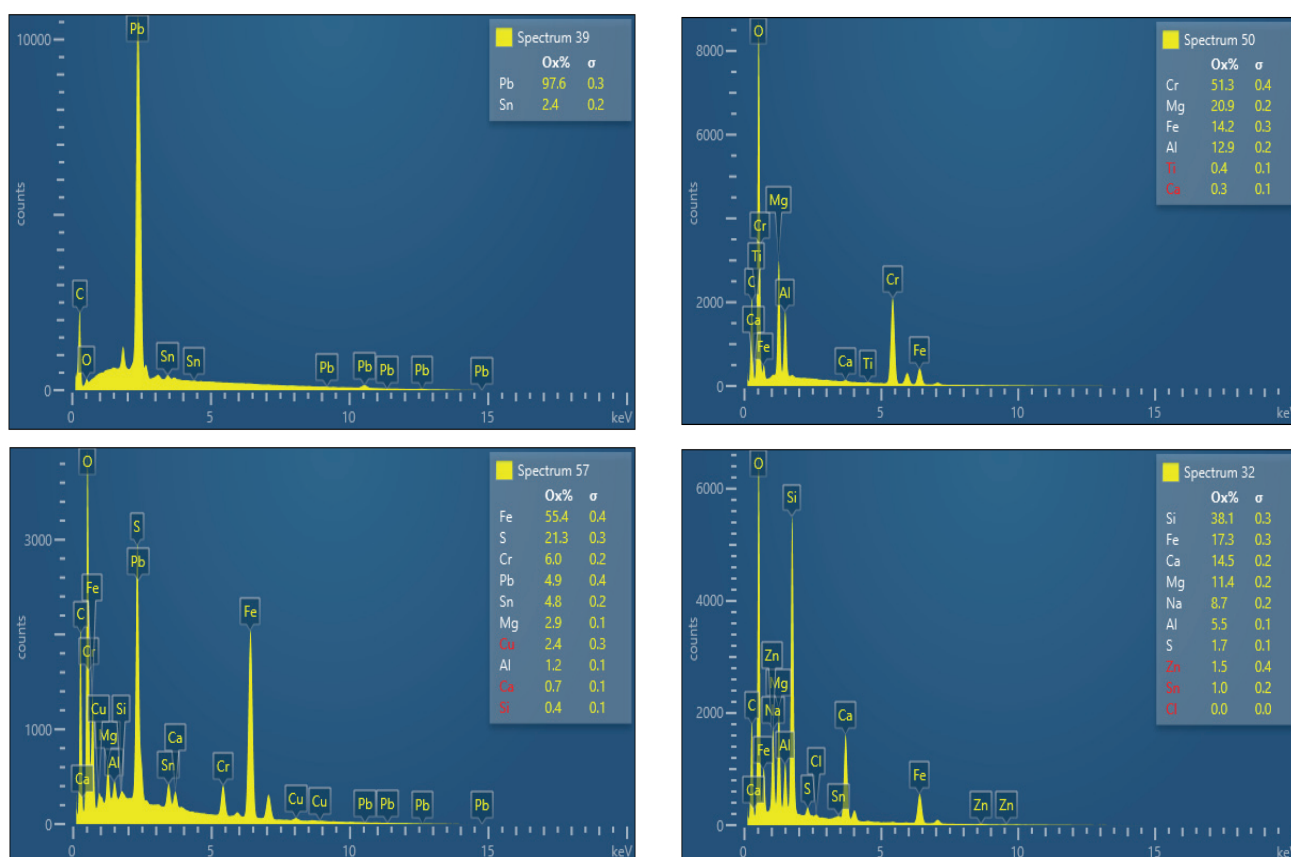


Fig. 1. EDS spectra (representative points) showing the chemical composition of the surface of artificial aggregate grains derived from lead slags

Rys. 1. Spektre EDS (punkty reprezentatywne) przedstawiające skład chemiczny powierzchni ziaren kruszywa sztucznego z żużla poolowiowych

Artificial aggregate derived from boiler slag. Reflections of several mineral phases were found in the sample: quartz; mullite; hematite; anorthite; spinels and albite. The mineral phase diagram shows an elevated background in the angular range of 20–25 [$^{\circ}\text{2Th.}$], which may indicate the presence of a non-crystalline (vitreous) phase. The results of phase composition studies by X-ray diffraction (XRD) of artificial aggregate derived from boiler slag are shown in Figure 3 and Table 3.

The results of determining the percentage composition of elements/chemical compounds subjected to geochemical analysis (XRF) are shown in Table 4.

ołowiowych. W badanej próbce stwierdzono występowanie refleksów jednej fazy mineralnej: magnetytu (Fe_3O_4 – tlenek żelaza). Analiza SEM-EDS wykazała obecność faz spineli o mieszanym składzie pomiędzy ogniwami MgAl_2O_4 a FeCr_2O_4 (rysunek 1 analiza 50), które prawdopodobnie w analizie XRD zostały przypisane fazie magnetytu, ze względu na podobną strukturę krystaliczną tych faz. Na wykresie faz mineralnych widoczne jest podniesione tło w zakresie kątowym 25–30 [$^{\circ}\text{2Th.}$], co może świadczyć o obecności fazy niekrystalicznej (szklistej). Wyniki badań składu fazowego za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) kruszywa sztucznego z żużla poolowiowego przedstawiono na rysunku 2 i w tabeli 2.

Kruszywo sztuczne z żużli paleniskowych. W badanej próbce stwierdzono występowanie refleksów kilku faz mineralnych: kwarcu; mullitu; hematytu; anortytu; spineli i albitu. Na wykresie faz mineralnych widoczne jest podniesione tło w zakresie kątowym 20–25 [$^{\circ}\text{2Th.}$], co może świadczyć o obecności fazy niekrystalicznej (szklistej). Wyniki badań składu fazowego za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) kruszywa sztucznego z żużla paleniskowego, przedstawiono na rysunku 3 i w tabeli 3.

Wyniki oznaczenia składu procentowego pierwiastków/ związków chemicznych poddanych analizie geochemicznej (XRF) przedstawiono w tabeli 4.

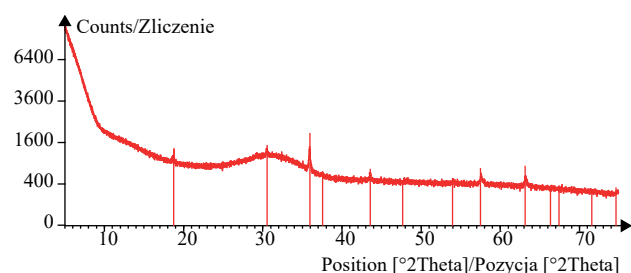


Fig. 2. XRD pattern of artificial aggregate from lead slag
Rys. 2. Dyfraktogram kruszywa sztucznego z żużli poolowiowych

Table 2. Crystalline phases identified in the lead slag artificial aggregate sample

Tabela 2. Fazy krystaliczne zidentyfikowane w próbce kruszywa sztucznego z żużli poolowiowych

Colour/ Kolor	Name of mineral phase/ Nazwa fazy mineralnej	Strongest reflections: 2Th [°]/d [Å]/ Najsilniejsze refleksy: 2Th [°]/d [Å]	Chemical formula/ Wzór chemiczny
Red/ Czerwony	Magnetite/ magnetyt	2,52516/35,522	Fe ₃ O ₄

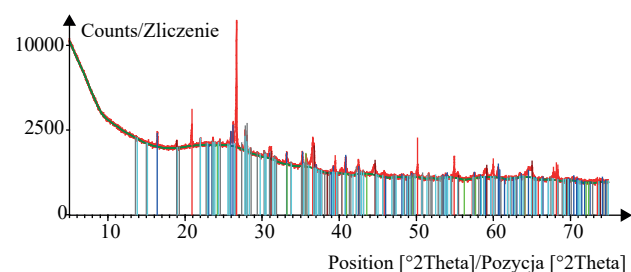


Fig. 3. XRD pattern of artificial aggregate from boiler slag
Rys. 3. Dyfraktogram kruszywa sztucznego z żużli paleniskowych

Table 3. Mineral phases of the artificial aggregate sample from boiler slag

Tabela 3. Fazy mineralne próbki kruszywa sztucznego z żużli paleniskowego

Colour/ Kolor	Name of mineral phase/ Nazwa fazy mineralnej	Strongest reflections: 2Th [°]/d [Å]/ Najsilniejsze refleksy: 2Th [°]/d [Å]	Chemical formula/ Wzór chemiczny
Red/ czerwony	quartz/ kwarc	3,34391/26,636	SiO ₂
Blue/ niebieski	mullite/ mullit	3,39020/26,266	Al _{4,59} Si _{1,41} O _{9,7}
Green/ zielony	hematite/ hematyt	2,51710/35,640	Fe ₂ O ₃
Grey/szary	anorthite/ anortyt	3,18056/28,032	CaAl ₂ Si ₂ O ₈
Brown/ brązowy	spinel/ spinel	2,44634/36,707	MgAl ₂ O ₄
Turquoise/ turkusowy	albit/albit	3,21100/27,761	(Na, Ca) (Si, Al) ₄ O ₈

Badania metodą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM-EDS). Wykonano badania powierzchni ziaren kruszyw sztucznych z żużli poolowiowego i paleniskowego, badając próbkę za pomocą wiązki elektronów wtórnych (SE) i elektronów wstecznie rozproszonych (BSE).

Kruszywo sztuczne z żużli poolowiowych. Na podstawie analizy SEM-EDS (fotografia 1) zaobserwowano obecność faz spineli o mieszanym składzie pomiędzy ogniwami MgAl₂O₄ a FeCr₂O₄ (rysunek 1 analiza 50). Ponadto zaobserwowano liczne fazy, reprezentujące prawdopodobnie relikty pierwotnych minerałów rudnych oraz stopów metali (rysunek 1 analiza 57). Jedną z nich jest charakterystyczna sferula (rysunek 1 analiza 39), składająca się z metalicznego ołowiu i pozostałości po siarczku Pb (galena). Wymienione wcześniej fazy (spinele, metaliczne, sferule) rozmieszczone są najprawdopodobniej w niekrystalicznym, szklistym tle (amorficznym) o składzie Si-Fe-Ca-Mg-Na- i zmiennych

Table 4. Oxide contents

Tabela 4. Zawartości tlenków

Designation/ Oznaczenie	Percentage share [%]/Udział [%]	
	Aggregate derived from lead slag/ kruszywo z żużli poolowiowego	Aggregate derived from boiler slag/ kruszywo z żużli paleniskowego
Loss on ignition (LOI) / LOI (straty prażenia)	–	0.22
Growth on ignition (GOI)/ GOI (przyrost masy podczas prażenia)	-3.02	-
Al ₂ O ₃	5.19	24.71
CaO	17.61	4.35
Cr ₂ O ₃	1.66	0.02
Fe ₂ O ₃	21.84	7.0
K ₂ O	0.31	2.90
MgO	6.32	3.36
Mn ₂ O ₃	0.26	0.11
Na ₂ O	6.53	0.90
P ₂ O ₅	0.09	0.27
SO ₃	1.79	<0.024
SiO ₂	38.11	54.21
SrO	0.04	0.06
TiO ₂	0.26	1.07
ZnO	0.93	0.01
CuO *	0.07	NW**
PbO*	0.07	NW**
BaO*	NW**	NW**

*) results from the programme at the semi-quantitative level/
wyniki z programu na poziomie półilościowym

**) not detected/nie wykryto

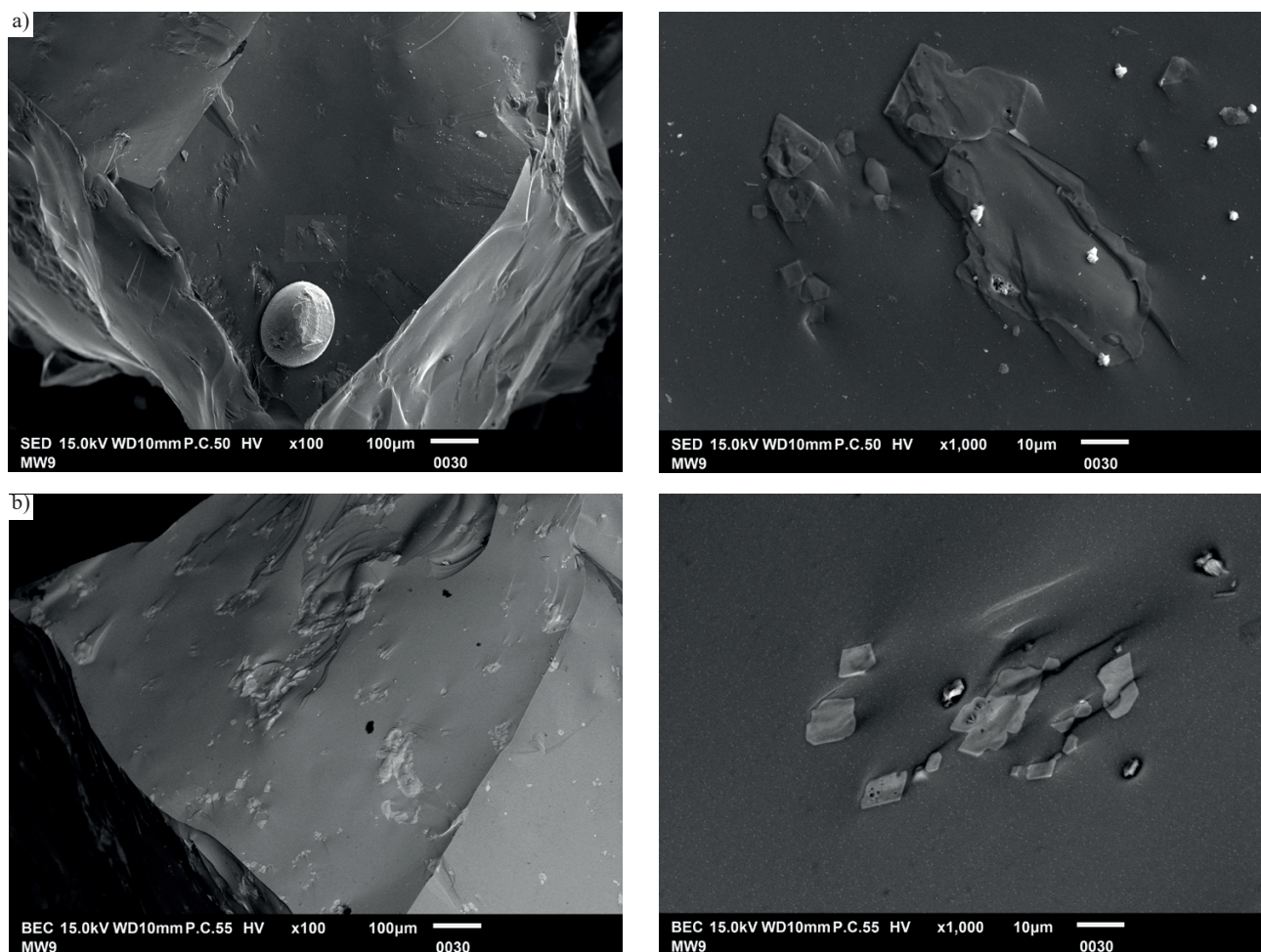


Photo 1. Image of the grain surface of artificial aggregate made from lead slag: a) secondary electron (SE) image; b) backscattered electron (BSE) image

Fot. 1. Obraz powierzchni ziarna kruszywa sztucznego z żużli poolowiowych: a) w elektronach wtórnych (SE); b) w elektronach wstecznie rozproszonych (BSE)

Studies by scanning electron microscopy (SEM-EDS). The surface of artificial aggregate grains from lead and boiler slag was tested by examining the sample with secondary electron (SE) and backscattered electron (BSE) beams.

Artificial aggregate derived from lead slag. Based on the SEM-EDS analysis the presence of spinel phases of mixed composition between the MgAl_2O_4 and FeCr_2O_4 cells (Figure 1, analysis 50) was observed. In addition, numerous phases were observed, probably representing relics of primary ore minerals and metal alloys (Figure 1, analysis 57). One of them is the characteristic spherule (Figure 1, analysis 39), consisting of metallic lead and Pb sulphide residue (galena). The previously mentioned phases (spinel, metallic, spherules) are most likely distributed in a non-crystalline, vitreous (amorphous) background with a composition of Si-Fe-Ca-Mg-Na- and variable proportions of these elements. The presence of a phase with a rough grain structure was confirmed by XRD analysis in the form of an elevated background of the diffractogram. Apart from rare large (a few tenths of a mm) metallic spherules in a non-crystalline, vitreous background, numerous very fine spherules less than $1\text{ }\mu\text{m}$ in size are visible.

proporcjach tych pierwiastków. Obecność fazy o nieuporządkowanej strukturze została potwierdzona analizą XRD w postaci podniesionego tła dyfraktogramu. Poza rzadkimi dużymi (kilka dziesiątych mm) sferulami metalicznymi w niekryształicznym, szklistym tle widoczne są liczne bardzo drobne sferule wielkości poniżej $1\text{ }\mu\text{m}$.

Kruszywo sztuczne z żużli paleniskowych. Na podstawie analizy SEM-EDS (fotografia 2) zaobserwowano obecność krzemianów, prawdopodobnie kwarcu (rysunek 4 analiza 52), jak również faz należących do glinokrzemianów, tj. odpowiedników minerałów grupy skaleni (rysunek 4 analiza 6), co zostało potwierdzone przez wcześniejsze analizy XRD i XRF. Występują również fazy glinowo-krzemowe o składzie zbliżonym do mullitu oraz fazy spineli o mieszanym składzie pomiędzy ogniwami MgAl_2O_4 a FeCr_2O_4 . Obserwacje SEM-EDS ujawniły również występowanie na powierzchni drobnych kryształków faz węglanowych, prawdopodobnie CaCO_3 (rysunek 4 analiza 51) i żelazowych, prawdopodobnie Fe_2O_3 , co zostało potwierdzone przez wcześniejsze analizy XRD i XRF. Ponadto występują również znaczne ilości faz szklistych o zmiennych proporcjach pierwiastków głównych.

Artificial aggregate derived from boiler slag. The presence of silicates, probably quartz (Figure 4, analysis 52), as well as phases belonging to aluminosilicates, i.e. the mineral equivalents of the feldspar group (Figure 4, analysis 6), was observed on the basis of SEM-EDS analysis (Photo 2), which was confirmed by previous XRD and XRF analyses. Aluminium-silicon phases of mullite-like composition and spinel phases of mixed composition are also present between MgAl_2O_4 and FeCr_2O_4 cells. SEM-EDS observations also revealed the presence of small crystals of carbonate phases, probably CaCO_3 (Figure 4, analysis 51) and iron phases, probably Fe_2O_3 , on the surface, which was confirmed by earlier XRD and XRF analyses. In addition, there are also significant amounts of vitreous phases with variable proportions of major elements.

Analysis of petrographic description in terms of AAR

The conducted petrographic analyses of artificial aggregates from lead and furnace slag indicate the presence of potentially reactive phases and minerals that could affect the formation of

Analiza opisu petrograficznego pod kątem AAR

Przeprowadzone analizy petrograficzne kruszyw sztucznych z żużla poolłowiowego i żużla paleniskowego wskazują na obecność faz i minerałów potencjalnie reaktywnych, które mogłyby wpłynąć na powstawanie procesów reaktywności alkalicznej AAR. Na podstawie przeprowadzonych badań i analiz petrograficznych, w omawianych kruszywach sztucznych stwierdzono występowanie fazy afanitowej i często szklistej. Mikroskopowa analiza w świetle przechodzącym na szlifach cienkich potwierdziła występowanie tych struktur oraz faz szklistych stanowiących tło/masę wypełniającą badanych kruszyw oraz występowanie nieregularnego kształtu agregatów składających się ze szkliwa w wybranych próbkach. W obrazie mikroskopowym stwierdzono również obecność różnej wielkości (maksymalnie do 0,2 mm) ksenomorficznych ziaren o nieregularnych kształtach minerałów krzemionkowych (prawdopodobnie mikrokryształicznego kwarcu, który należy do minerałów potencjalnie reaktywnych [7, 8]).

Analiza składu fazowego za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) wykazała podniesione tło we wszystkich bada-

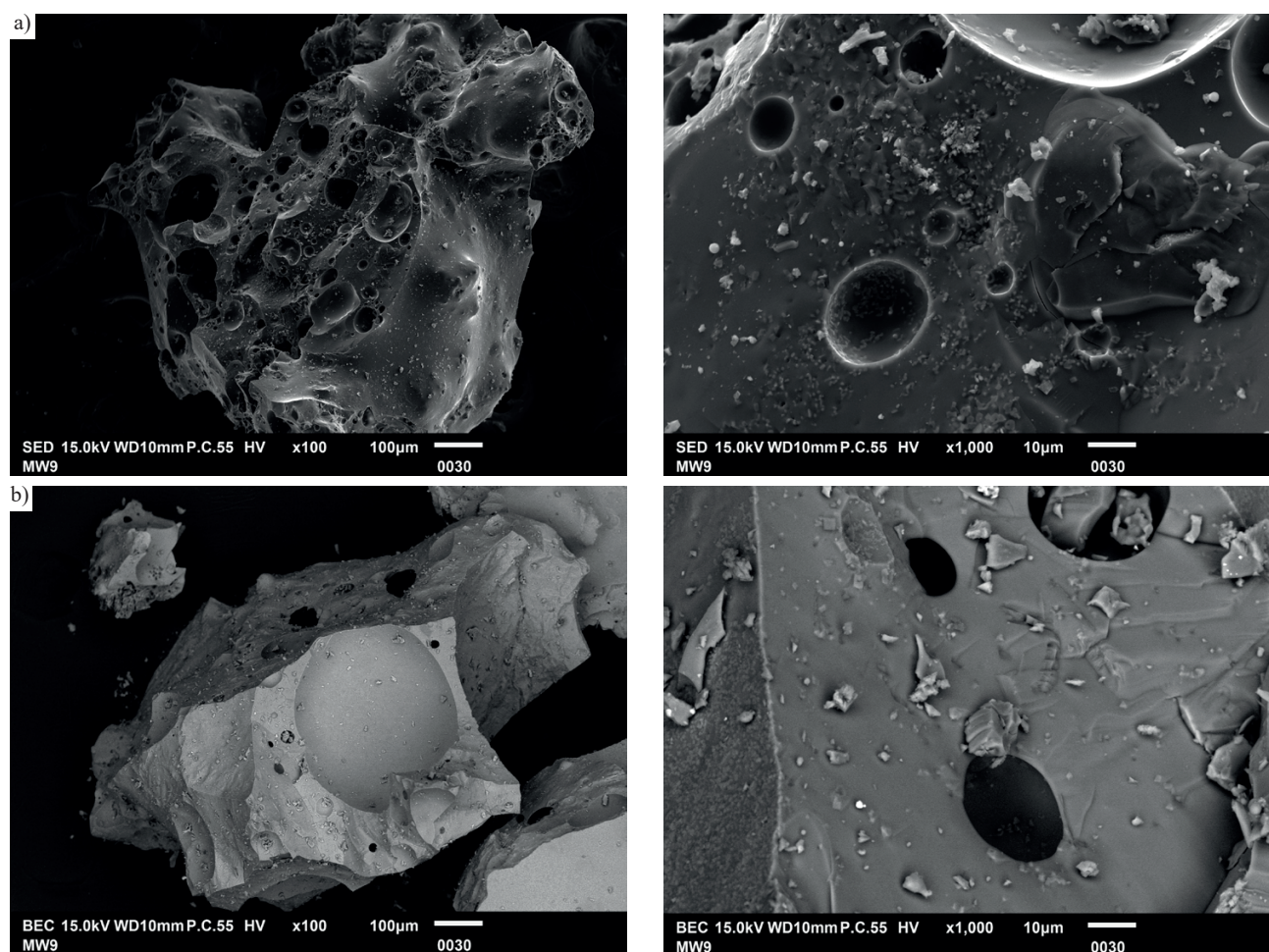


Photo 2. Image of the grain surface of artificial aggregate from boiler slag: a) secondary electron (SE) image; b) backscattered electron (BSE) image

Fot. 2. Obraz powierzchni ziarna kruszywa sztucznego z żużla paleniskowych: a) w elektronach wtórych (SE); b) w elektronach wstecznie rozproszonych (BSE)

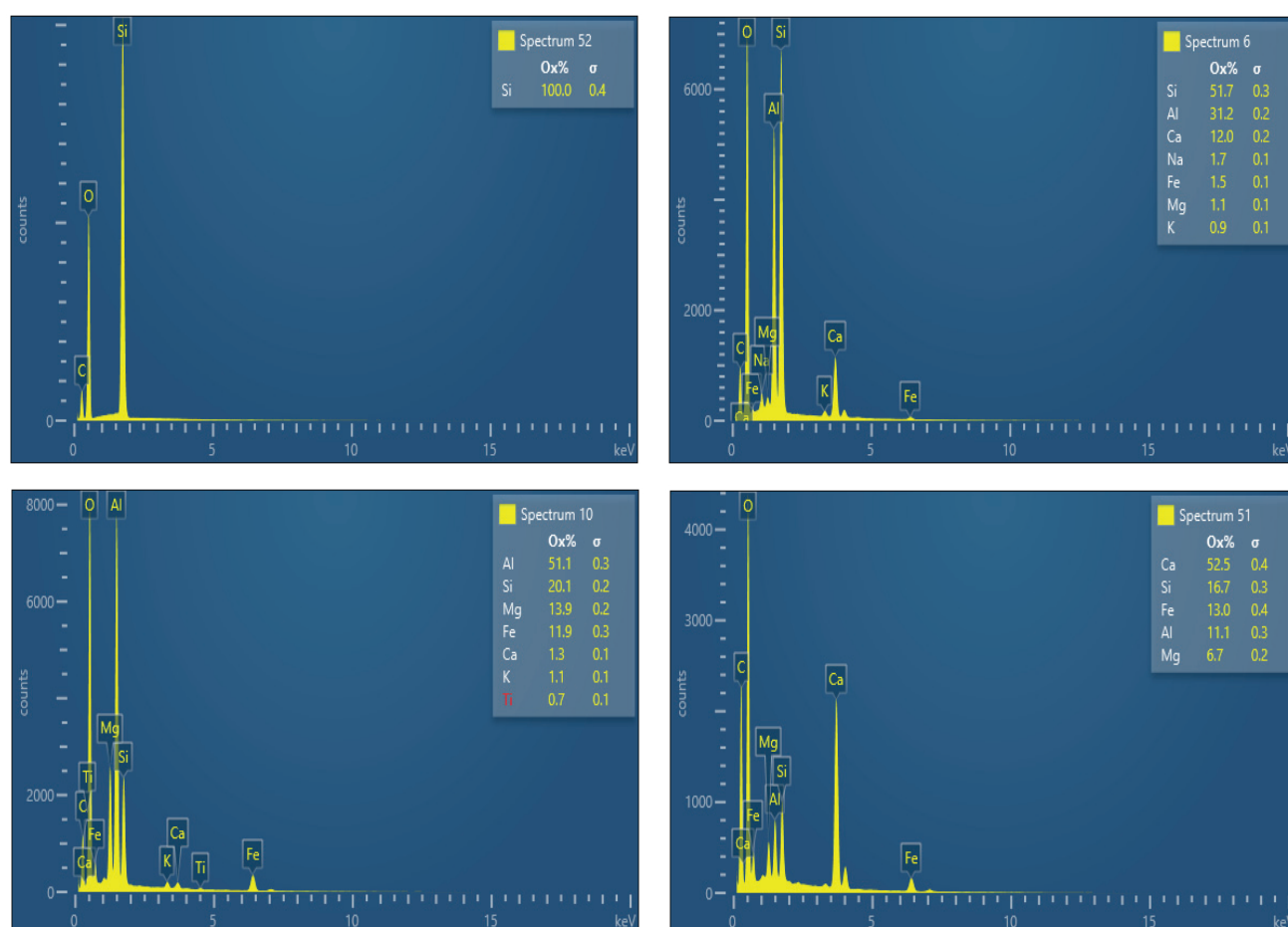


Fig. 4. EDS spectra (representative points) showing the chemical composition of the surface of artificial aggregate grains derived from boiler slag

Rys. 4. Spektre EDS (punkty reprezentatywne) przedstawiające skład chemiczny powierzchni ziaren kruszywa sztucznego z żużla paleniskowych

AAR alkaline reactivity processes. Based on the studies and petrographic analysis carried out,

the aphanitic and often vitreous phase was found in the artificial aggregates in question. Microscopic analysis under transmitted light on thin sections confirmed the presence of these structures and vitreous phases constituting the background/filling mass of the tested aggregates, as well as the occurrence of irregularly shaped aggregates consisting of glaze in selected samples. The microscopic image also showed the presence of xenomorphic grains of irregularly shaped silica minerals (probably microcrystalline quartz, which belongs to potentially reactive minerals [7, 8]) of different sizes (up to a maximum of 0.2 mm).

Phase composition analysis by X-ray diffraction (XRD) showed an elevated background in all the artificial aggregates tested, confirming the presence of a non-crystalline (amorphous) phase. In some of these aggregates, it confirmed the presence of silica minerals (including microcrystalline quartz) belonging to potentially reactive minerals [7, 8]. Analysis of chemical composition (XRF) showed a high SiO_2 content in the tested artificial aggregates. All studies where characteristic features indicative of the presence of potentially reactive

ných kruszywach sztucznych, co potwierdza obecność fazy niekryształicznej (amorficznej). W niektórych z tych kruszyw potwierdziła występowanie minerałów krzemionkowych (m.in. mikrokrystalicznego kwarcu) należących do minerałów potencjalnie reaktywnych [7, 8]. Analiza składu chemicznego (XRF) wykazała dużą zawartość SiO_2 w badanych kruszywach sztucznych. Wszystkie badania, w przypadku których stwierdzono występowanie charakterystycznych cech świadczących o obecności struktur, faz i minerałów potencjalnie reaktywnych, mogących wpłynąć na powstawanie procesów reaktywności alkalicznej AAR zostały potwierdzone badaniem metodą skaningowej mikroskopii elektro-nowej (SEM-EDS).

Wnioski

Badania petrograficzne kruszyw sztucznych z żużla po-łowiowego i żużla paleniskowego wykonane metodami bada-wczymi zawartymi w PN-EN 932-3 oraz Procedurze bada-wczej GDDKiA PB/3/18 wskazują na obecność faz i mi-nerałów potencjalnie reaktywnych, które mogłyby wpłynąć na powstawanie procesów reaktywności alkalicznej AAR

structures, phases, and minerals that could affect the formation of AAR alkaline reactivity processes were confirmed by scanning electron microscopy (SEM-EDS) examination.

Conclusions

The conducted petrographic analyses of artificial aggregates from lead and furnace slag carried out using research methods included in PN-EN 932–3 and the General Directorate for National Roads and Motorways Procedure PB/3/18 indicate the presence of potentially reactive phases and minerals that could affect the formation of AAR alkaline reactivity processes (among others, the presence of amorphous phases, microcrystalline quartz). The presence of potentially reactive phases and minerals should be verified in a further test procedure by studies of linear changes in concrete beams, which would confirm or exclude the occurrence of AAR reaction processes.

(m.in. obecność faz amorficznych, mikrokrystalicznego kwarcu). Obecność faz i minerałów potencjalnie reaktywnych powinna być zweryfikowana w dalszej procedurze badawczej przez badania zmian liniowych beleczek betonowych, które potwierdziłyby lub wykluczyły wystąpienie procesów reakcji AAR.

*Received: 10.06.2025
Revised: 04.08.2025
Published: 23.10.2025*

*Artykuł wpłynął do redakcji: 10.06.2025 r.
Otrzymano poprawiony po recenzjach: 04.08.2025 r.
Opublikowano: 23.10.2025 r.*

Literature

- [1] Sybilski D. i zespół: Ocena i badania wybranych odpadów przemysłowych do wykorzystania w konstrukcjach drogowych. Praca zbiorowa pod red. Sybilskiego D. i autorem wiodącym Kraszewskim C., tn-233, IBDiM, Warszawa, listopad 2004
- [2] Jonczy I. „Badania morfologii składników fazowych żużli stalowniczych przy wykorzystaniu mikroskopii skaningowej” Biuletyn Państwowego Instytutu Geologicznego 452: 87–100, 2012
- [3] PN-EN 932–3:2022 Badania podstawowych właściwości kruszyw. Procedura i terminologia uproszczonego opisu petrograficznego
- [4] Procedura Badawcza GDDKiA nr PB/3/18 Analiza petrograficzna kruszyw Załącznik nr 3 „Wytyczne techniczne klasyfikacji kruszyw krajowych i zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie stosowanym w nawierzchniach dróg i drogowych obiektach inżynierskich”
- [5] ASTM C 295–03 Standard Guide for Petrographic Examination of Aggregates for Concrete (Przewodnik do badań petrograficznych kruszyw do betonu)
- [6] RILEM AAR-1.1 Detection of potential alkali-reactivity of aggregates – Petrographic method (Wykrywanie potencjalnej reaktywności alkalicznej kruszyw – metoda petrograficzna)
- [7] Garbacz A., Glinicki M.A., Jóźwiak-Niedźwiedzka D., Adamski G., Gibas K. „Wytyczne techniczne klasyfikacji kruszyw krajowych i zapobiegania reakcji alkalicznej w betonie stosowanym w nawierzchniach dróg i drogowych obiektach inżynierskich” wraz z załącznikami, czerwiec 2019; Garbacz A., Glinicki M.A., Jóźwiak-Niedźwiedzka D., Adamski G., Bukowski L. aktualizacja kwiecień 2021
- [8] RILEM Recommended Test Method AAR-1: Detection of potential alkali-reactivity of aggregates- Petrographic method, RILEM TC 191-ARP, Materials and Structures, Vol. 36, August-September 2003, pp 480–496