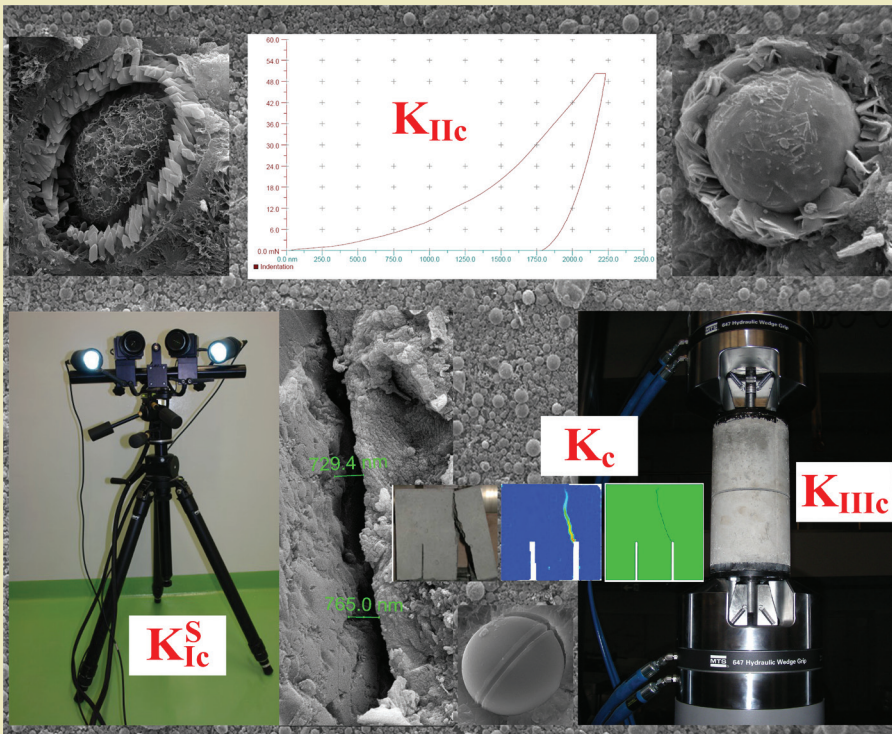


*Grzegorz Ludwik Golewski*

## Procesy pękania w betonie z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych



*Serdecznie dziękuję wszystkim osobom, które przyczyniły się do powstania niniejszej monografii.*

*W pierwszej kolejności podziękowania kieruję do Pana Profesora Tomasza Sadowskiego, z którym miałem przyjemność współpracować przez ponad 11 lat i dzięki któremu mogłem rozwinąć swoją naukową pasję.*

*Wyrazy wdzięczności chciałem złożyć Panu Magistrowi Marcinowi Kneciowi, oraz wszystkim innym pracownikom laboratorium Wydziału Budownictwa i Architektury, za pomoc, jaką otrzymałem od Nich w trakcie prowadzenia wieloletnich badań, których wyniki stanowiły fundament poniższej monografii. Specjalne słowa podziękowania należą się recenzentom pracy: Panu Profesorowi Jerzemu Hole i Panu Profesorowi Józefowi Jasiczakowi, których krytyczne, jednak zawsze życzliwe, uwagi pozwoliły mi udoskonalić jej treść.*

*Niniejszą pracę dedykuję mojej Rodzinie.*

*Autor*

# Monografie – Politechnika Lubelska



Politechnika Lubelska  
Wydział Budownictwa i Architektury  
ul. Nadbystrzycka 40  
20-618 Lublin

Grzegorz Ludwik Golewski

# Procesy pęknięcia w betonie z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych



Politechnika Lubelska  
Lublin 2015

Recenzenci:

prof. dr hab. inż. Jerzy Hoła, Politechnika Wrocławska

prof. dr hab. inż. Józef Jasiczak, Politechnika Poznańska

Redakcja i skład: Grzegorz Ludwik Golewski

Publikacja wydana za zgodą Rektora Politechniki Lubelskiej

© Copyright by Politechnika Lubelska 2015

ISBN: 978-83-7947-103-4

Wydawca: Politechnika Lubelska

ul. Nadbystrzycka 38D, 20-618 Lublin

Realizacja: Biblioteka Politechniki Lubelskiej

Ośrodek ds. Wydawnictw i Biblioteki Cyfrowej

ul. Nadbystrzycka 36A, 20-618 Lublin

tel. (81) 538-46-59, email: wydawca@pollub.pl

[www.biblioteka.pollub.pl](http://www.biblioteka.pollub.pl)

Druk: TOP Agencja Reklamowa Agnieszka Łuczak

[www.agencjatorp.pl](http://www.agencjatorp.pl)

---

Elektroniczna wersja książki dostępna w Bibliotece Cyfrowej PL [www.bc.pollub.pl](http://www.bc.pollub.pl)

Nakład: 100 egz.

# Spis Treści

<b>Spis ważniejszych oznaczeń</b> .....	<b>10</b>
Skróty .....	10
Oznaczenia mieszanek betonowych.....	10
Oznaczenia skrótów chemicznych i faz w betonie.....	10
Pozostałe oznaczenia.....	10
<b>Streszczenie</b> .....	<b>12</b>
<b>Summary</b> .....	<b>15</b>
<b>1. Wstęp</b> .....	<b>18</b>
1.1. Wprowadzenie.....	18
1.2. Główne pojęcia, definicje i założenia przyjęte w monografii .....	22
1.3. Przedmiot pracy.....	24
1.4. Analiza literatury przedmiotu i przesłanki powstania monografii....	24
1.5. Cel i zakres pracy .....	35
1.6. Układ pracy .....	37
<b>2. Popioły lotne i ich zastosowanie w nowoczesnych kompozytach betonowych</b> .....	<b>40</b>
2.1. Współczesne kierunki rozwoju betonów cementowych .....	40
2.2. Definicje, klasyfikacja i charakterystyka popiołów lotnych .....	49
2.2.1. Definicje popiołów lotnych.....	49
2.2.2. Klasyfikacja i kategoryzacja popiołów lotnych.....	51
2.2.3. Charakterystyka i skład popiołów lotnych.....	56
2.3 Krzemionkowe popioły lotne .....	64
2.3.1. Powstawanie i charakterystyka krzemionkowych popiołów lotnych .....	64
2.3.2. Aktywność pucolanowa krzemionkowych popiołów lotnych .....	70
2.3.3. Możliwości wykorzystania krzemionkowych popiołów lotnych w przemyśle materiałów budowlanych .....	71
<b>3. Rysy i mikrorysy w betonach cementowych</b> .....	<b>75</b>
3.1. Zarodkowanie pęknięć w mikrostrukturze betonu .....	75
3.2. Przyczyny powstawania rys i uszkodzeń w betonie.....	76
3.3. Charakter uszkodzeń kompozytów betonowych.....	78
3.3.1. Miejsca występowania uszkodzeń wynikające z kruchości betonu .....	78
3.3.2. Rodzaje rys.....	89

3.3.3. Etapy rozwoju pęknięć w warstwie stykowej zdeformowanego betonu.....	90
3.4. Prognozowanie rozwoju pęknięć w elementach betonowych metodami mechaniki pęknięcia .....	95
3.4.1. Informacje ogólne .....	95
3.4.2. Analiza wzrostu pęknięć wg liniowo-sprężystej mechaniki pęknięcia .....	96
3.5. Detekcja i obserwacja rys i mikrorys w betonie .....	102
<b>4. Zakres badań własnych i stosowana metodyka pracy .....</b>	<b>112</b>
4.1. Zakres eksperymentów.....	112
4.2. Charakterystyka betonów stosowanych w badaniach .....	113
4.2.1. Materiały wykorzystane w badaniach.....	113
4.2.2. Metodyka przygotowania próbek i podstawowe parametry mieszanek .....	116
4.2.3. Próbkki wykorzystane w badaniach.....	117
<b>5. Charakterystyka zastosowanych krzemionkowych popiołów lotnych.....</b>	<b>120</b>
5.1. Zakres wykonanych badań .....	120
5.2. Właściwości fizykochemiczne popiołów lotnych .....	120
5.2.1. Skład chemiczny popiołów lotnych .....	120
5.2.2. Skład mineralny popiołów lotnych .....	121
5.2.3. Charakterystyka składu ziarnowego popiołów lotnych ....	123
5.2.4. Gęstość objętościowa popiołów lotnych.....	125
5.2.5. Parametry teksturalne popiołów lotnych .....	125
5.3. Aktywność pucolanowa popiołów lotnych .....	126
5.3.1. Zakres przeprowadzonych eksperymentów .....	126
5.3.2. Badanie aktywności pucolanowej wg normy ASTM C379-65T .....	127
5.3.3. Badanie aktywności pucolanowej metodą florentyńską.....	127
5.3.4. Badanie aktywności pucolanowej wg normy PN-EN 450-1 ..	129
5.3.5. Badanie aktywności pucolanowej metodą wytrzymałościową Fratiniego .....	131
5.3.6. Oznaczenie aktywności popiołów na podstawie wskaźnika potencjału pucolanowego.....	133
5.3.7. Podsumowanie i wnioski z badań aktywności pucolanowej .....	133
5.4. Ocena promieniotwórczości naturalnej popiołów lotnych i betonów z ich dodatkiem .....	135

5.4.1. Istota problemu .....	135
5.4.2. Promieniotwórczość naturalna i ograniczenia prawne z nią związane .....	138
5.4.3. Badania własne promieniotwórczości naturalnej krzemionkowych popiołów lotnych .....	139
5.4.4. Podsumowanie i wnioski z badań promieniotwórczości naturalnej .....	144
5.5. Podsumowanie badań oceniających właściwości popiołów lotnych .....	145
<b>6. Badania odporności na pękanie betonów .....</b>	<b>147</b>
6.1. Badania charakterystyk wytrzymałościowych .....	147
6.1.1. Metodyka badań .....	147
6.1.2. Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie i ich analiza... ..	147
6.1.3. Wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu i ich analiza .....	150
6.1.4. Podsumowanie i wnioski z badań wytrzymałościowych .....	152
6.2. Badania odporności na pękanie wg I modelu pękania .....	155
6.2.1. Metodyka badań .....	155
6.2.2. Próbkki wykorzystane w badaniach i ich przygotowanie... ..	155
6.2.3. Stanowisko badawcze .....	157
6.2.4. Procedura badawcza .....	163
6.2.5. Wyznaczenie odporności na pękanie .....	166
6.2.6. Wyniki badań i ich analiza .....	167
6.2.7. Podsumowanie badań odporności na pękanie wg I modelu pękania .....	176
6.3. Badania odporności na pękanie wg II modelu pękania .....	177
6.3.1. Metodyka badań .....	177
6.3.2. Wybór próbki do badań i jej przygotowanie .....	178
6.3.3. Stanowisko badawcze .....	180
6.3.4. Procedura badawcza .....	182
6.3.5. Wyznaczenie odporności na pękanie .....	184
6.3.6. Wyniki badań i ich analiza .....	184
6.3.7. Porównanie wyników z prasy MTS 810 i systemu ARAMIS .....	193
6.3.8. Podsumowanie badań odporności na pękanie wg II modelu pękania .....	195
6.4. Badania odporności na pękanie wg III modelu pękania .....	196
6.4.1. Przesłanki podjęcia badań i ich metodyka .....	196



6.4.2. Wymiary próbek wykorzystanych w badaniach i ich przygotowanie.....	197
6.4.3. Urządzenie do badania odporności na pękanie.....	198
6.4.4. Stanowisko badawcze.....	201
6.4.5. Realizacja badań na prasie MTS 809.....	203
6.4.6. Wyznaczenie odporności na pękanie.....	203
6.4.7. Wyniki badań odporności na pękanie i ich analiza.....	204
6.4.8. Analiza pękniętych powierzchni w badanych próbkach...	207
6.4.9. Podsumowanie badań odporności na pękanie wg III modelu pękania.....	210
6.5. Wyznaczenie uogólnionej odporności na pękanie.....	211
6.6. Podsumowanie i wnioski z badań odporności na pękanie.....	213
<b>7. Badania mikrostruktury betonów.....</b>	<b>217</b>
7.1. Mikroskopowa ocena wielkości pęknięć na styku kruszywa grubego z matrycą.....	217
7.1.1. Stan zagadnienia i istota problemu.....	217
7.1.2. Badania szerokości rys w ITZ kruszywa grubego.....	219
7.1.3. Wyniki badań i ich analiza.....	220
7.1.4. Związek szerokości rozwarcia rys $W_c$ w ITZ kruszywa grubego z uogólnioną odpornością betonów na pękanie $K_c$ ..	229
7.1.5. Podsumowanie badań mikroskopowych.....	231
7.2. Analiza nanotwardości warstw stykowych.....	232
7.2.1. Metody indentacji i ich zastosowanie w badaniach betonów.....	232
7.2.2. Sprzęt wykorzystywany w badaniach nanotwardości i metodyka przeprowadzania pomiarów w obszarze warstw stykowych.....	234
7.2.3. Badania nanotwardości warstw stykowych w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych.....	237
7.2.4. Wyniki badań i ich analiza.....	241
7.2.5. Podsumowanie badań nanotwardości.....	246
7.3. Wnioski z badań mikrostrukturalnych betonów.....	247
<b>8. Numeryczna analiza propagacji pęknięć w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych.....</b>	<b>249</b>
8.1. Wprowadzenie.....	249
8.2. Zakres przeprowadzonych symulacji numerycznych i stosowane metody modelowania.....	250
8.2.1. Konwencjonalna metoda elementów skończonych.....	251

8.2.2. Rozszerzona metoda elementów skończonych [1] .....	252
8.3. Numeryczna analiza rozwoju uszkodzeń w próbce betonowej wykorzystanej w badaniach wg I modelu pęknięcia .....	258
8.3.1. Opis modelu numerycznego i stosowane kryterium zniszczenia.....	258
8.3.2. Siatki elementów skończonych.....	261
8.3.3. Ewolucja pęknięcia .....	262
8.3.4. Porównanie wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych i obliczeniach numerycznych .....	265
8.4. Numeryczna analiza rozwoju uszkodzeń w próbce betonowej wykorzystanej w badaniach wg II modelu pęknięcia .....	266
8.4.1. Opis modelu numerycznego .....	266
8.4.2. Siatki elementów skończonych.....	267
8.4.3. Ewolucja pęknięcia .....	269
8.4.5. Porównanie wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych i obliczeniach numerycznych .....	270
8.5. Numeryczna analiza rozwoju uszkodzeń w próbce betonowej wykorzystanej w badaniach wg III modelu pęknięcia.....	272
8.5.1. Opis modelu numerycznego .....	272
8.5.2. Siatki elementów skończonych.....	273
8.5.3. Ewolucja pęknięcia .....	274
8.5.4. Porównanie wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych i obliczeniach numerycznych .....	276
8.6. Podsumowanie i wnioski z obliczeń numerycznych.....	277
<b>9. Podsumowanie .....</b>	<b>279</b>
9.1. Podsumowanie w zakresie badań doświadczalnych .....	280
9.2. Dyskusja uzyskanych wyników badań.....	281
9.3. Podsumowanie dotyczące modelowania numerycznego .....	283
9.4. Możliwości praktycznego wykorzystania przedstawionych wyników badań .....	285
<b>10. Wnioski.....</b>	<b>286</b>
<b>Bibliografia .....</b>	<b>288</b>

## Spis ważniejszych oznaczeń

### Skróty

FA	popiół lotny (Fly ash)
ITZ	warstwa stykowa (Interfacial Transition Zone)
w/c	wskaźnik wodno-cementowy
CSS	Compact Shear Specimen
AE	emisja akustyczna (Acoustic Emission)
SEM	skaningowy mikroskop elektronowy (Scanning Electron Microscope)
WIN	współczynnik intensywności naprężeń

### Oznaczenia mieszanek betonowych

FA-00/3,7,28,90,180,365*	beton z dodatkiem 0% krzemionkowych popiołów lotnych
FA-20/3,7,28,90,180,365*	beton z dodatkiem 20% krzemionkowych popiołów lotnych
FA-30/3,7,28,90,180,365*	beton z dodatkiem 30% krzemionkowych popiołów lotnych

\* cyfry i liczby po liniach łamanych / oznaczają wiek betonów w chwili badania; brak cyfry bądź liczby po linii łamanej oznacza w domyśle beton 28-dniowy

### Oznaczenia skrótów chemicznych i faz w betonie

S	SiO <sub>2</sub>
C	CaO
A	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
F	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
H	H <sub>2</sub> O
CH	Ca(OH) <sub>2</sub> , wodorotlenek wapnia (portlandyt)
C-S-H I,II,III,IV	faza uwodnionych krzemianów wapnia typu I,II,III,IV
E	etryngit

### Pozostałe oznaczenia

$D_{max}$	maksymalny wymiar ziarna kruszywa
$f_{cm}$	średnia wytrzymałość betonu na ściskanie

$f_{ctm}$	średnia wytrzymałość betonu na rozciąganie przy rozłupywaniu
$s$	odchylenie standardowe
$v$	współczynnik zmienności
$F$	siła
$T$	moment skręcający
$F_{max}$	siła maksymalna uzyskiwana w badaniach wg I modelu pęknięcia
$F_Q$	siła krytyczna uzyskiwana w badaniach wg II modelu pęknięcia
$T_Q$	krytyczny moment skręcający uzyskiwany w badaniach wg III modelu pęknięcia
$\theta$	kąt obrotu, przy którym następowało uszkodzenie próbki w badaniach wg III modelu pęknięcia
$E$	moduł Younga określany przy zginaniu
$CMOD$	przemieszczenie rozwarcia wylotu szczeliny
$a_c$	krytyczna długość efektywnej szczeliny
$CTOD_c$	krytyczne przemieszczenie rozwarcia wierzchołka szczeliny
$G_F$	energia pęknięcia
$K_{Ic}$	krytyczny współczynnik intensywności naprężeń określany wg I modelu pęknięcia
$K_{Ic}^S$	krytyczny współczynnik intensywności naprężeń określany wg I modelu pęknięcia na podstawie wytycznych podanych przez RILEM [71]
$K_{IIc}$	krytyczny współczynnik intensywności naprężeń określany wg II modelu pęknięcia
$K_{IIIc}$	krytyczny współczynnik intensywności naprężeń określany wg III modelu pęknięcia
$J_{Ic}, J_{IIc}$	jednostkowa praca zniszczenia określana wg I i II modelu pęknięcia
$K_c$	uogólniona odporność na pęknięcie
$W_c$	średnia szerokość pęknięcia w ITZ kruszywa grubego
HB	nanotwrdłość określana wgłębniakiem Berkovicha
$\sigma_{22}^I$	pierwszy poziom naprężeń krytycznych
$\sigma_{22}^{II}$	drugi poziom naprężeń krytycznych
MES	konwencjonalna metoda elementów skończonych
XFEM	rozszerzona metoda elementów skończonych

## Streszczenie

### Procesy pękania w betonie z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych

W pracy przedstawiono wyniki badań dotyczące wpływu dodatku krzemionkowych popiołów lotnych, w ilości: 0, 20 i 30% masy cementu na procesy pękania w betonach konstrukcyjnych. Analizy przeprowadzono w oparciu o wyniki z badań makroskopowych i mikrostrukturalnych, oraz obliczeń numerycznych.

W toku prac eksperymentalnych wykonano pomiary wytrzymałości betonów na ściskanie i rozciąganie, przy rozłupywaniu, oraz badania odporności na pęknięcie dla: I, II i III modelu pęknięcia.

Do oceny odporności na pęknięcie betonów, zorganizowano trzy oddzielne stanowiska pomiarowe. Odporność na pęknięcie, przy I modelu pęknięcia (rozciąganie przy zginaniu), badano na belkach trójpunktowo zginanych z jedną rysą pierwotną wg zaleceń RILEM: „Determination of fracture parameters ( $K_{Ic}$  and  $CTOD_c$ ) of plain concrete using three-point bend tests”. Przy II modelu pęknięcia, (ściananie w kierunku podłużnym do krawędzi szczeliny), stosowano kostki sześciennie z dwoma rysami pierwotnymi typu Compact Shear Specimen – CSS. Do testów wg III modelu pęknięcia, (ściananie w kierunku poprzecznym do krawędzi szczeliny), zaprojektowano i wykonano specjalne urządzenie składające się z: walca betonowego z obwodową rysą pierwotną umieszczoną w połowie jego wysokości, stalowych płyt dolnej i górnej, oraz trzech rodzajów stalowych śrub. Elementy stalowe, występujące w urządzeniu, służyły do precyzyjnego zamocowania próbki w uchwytach maszyny wytrzymałościowej. Badania doświadczalne wg I i II modelu pęknięcia przeprowadzono na prasie MTS 810, natomiast wg III modelu pęknięcia na prasie osiowo-skrętnej MTS 809 – Axial Torsional Test System. Odporność na pęknięcie betonów ustalano na podstawie znajomości współczynników intensywności naprężeń:  $K_{Ic}^S$ ,  $K_{IIc}$  i  $K_{IIIc}$ , a następnie, dla każdego z kompozytów, wyznaczano uogólnioną odporność na pęknięcie  $K_c$ .

Do zbadania ewolucji pęknięć w betonach, w trakcie postępującego procesu obciążania, wykorzystano system do optycznej trójwymiarowej analizy odkształceń i przemieszczeń – ARAMIS.

Uzupełnieniem oceny parametrów mechanicznych były analizy mikrostrukturalne betonów. Do tego celu pomocne były badania mikroskopowe SEM, oraz badania nanoindentacji. W celu ustalenia związku, między strukturą betonów a ich parametrami mechanicznymi, dokonano zbadania wycinków materiałów pobranych ze stref zniszczenia betonów. W trakcie badań mikroskopowych oceniano wielkość pęknięć, występujących w warstwie stykowej (Interfacial Transition Zone – ITZ) kruszywa grubego z matrycą cementową. Badania mikroskopowe wykonano za pomocą mikroskopu skaningowego FEI Quanta 250 FEG,

wyposażonego w system analizy składu chemicznego, opartego na dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego – EDS EDAX. Badania wykonano przy powiększeniach od 200 do 80000 x zarówno w niskiej jak i wysokiej próżni. W badaniach nanotwardości testowano mikrostrukturę betonów w obszarze ITZ. Do badań wykorzystano kompaktową platformę CSM Instruments. Podczas eksperymentów analizowano obszar w ITZ kruszywa grubego z zaczynem w pięciu punktach pomiarowych, tzn. w odległości: 5, 25, 50, 100 i 150  $\mu\text{m}$  od granicy ziarna. Odciski w betonie wykonywano wgłębniakiem Berkovicha z zastosowaniem techniki DSI.

Na podstawie analizy mikrostruktury stref betonu, pobranych z obszarów znajdujących się w pobliżu rys pierwotnych, stwierdzono, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych modyfikuje mikrostrukturę ITZ. Badania wykazały również, że istnieją wyraźne zależności pomiędzy uogólnioną odpornością betonów na pękanie, a szerokością rozwarcia rys na styku kruszywa grubego z matrycą i nanotwardością ITZ.

W trakcie badań określono również wpływ wieku betonów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, na analizowane parametry mechaniczne i mikrostrukturę kompozytów. Eksperymenty wykonano po: 3, 7, 28, 90, 180 i 365 dniach dojrzewania. Przeprowadzone badania wykazały istotny wpływ czasu dojrzewania betonów na uzyskiwane wyniki doświadczalne.

W celu pełnego przeanalizowania procesów pękania, w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, oraz oceny poprawności wyników uzyskanych w trakcie eksperymentów, stworzono trzy modele numeryczne, które odpowiadały zarówno geometrią jak i schematami obciążenia elementom badawczym. Dla belki trójpunktowo zginanej przyjęto model płaski, natomiast dla kostki sześciiennej i walca modele trójwymiarowe. Obliczenia numeryczne wykonano w programie Abaqus 6.13. W trakcie badań korzystano zarówno z konwencjonalnej metody elementów skończonych – MES, jak również rozszerzonej (Extended Finite Element Method – XFEM). Obydwa – zastosowane sposoby obliczeń – okazały się użyteczne, a wykonane modele numeryczne bardzo efektywne. Zaprojektowane modele pozwoliły na ocenę kształtu rys i kierunków ich propagacji, od momentu zainicjowania pęknięcia, aż do zniszczenia próbek. Porównanie wyników, uzyskanych w wyniku symulacji komputerowych, oraz badań eksperymentalnych, wykazało wyraźne zbieżności zarówno jakościowe jak i ilościowe.

Na podstawie przeprowadzonej kompleksowo analizy procesów pękania w betonach, w których część spoiwa zastępowano aktywnymi pucołanowo krzemionkowymi popiołami lotnymi, można stwierdzić, że dodatek tego rodzaju popiołów lotnych, w ilości 20 i 30% masy cementu wpływa w istotny sposób na: zmianę odporności betonów na pękanie, mikrostrukturę ITZ, i wielkość pęknięć występujących w obszarze ITZ kruszywa grubego. Właściwości kompozytów, z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, zależne są od wieku jaki

posiada beton w trakcie wykonywania badań. 20% dodatek popiołów lotnych gwarantuje wysoką odporność na pękanie w betonie dojrzałym, natomiast dodatek popiołów lotnych w ilości 30% masy cementu wpływa korzystnie na parametry betonu dopiero po półrocznym jego dojrzewaniu. Zarówno 20% jak i 30% dodatek krzemionkowych popiołów lotnych obniżają wyraźnie odporność betonów na pękanie w młodym wieku.

## Summary

### Fracture processes in concrete containing siliceous fly ash additives

The paper presents results of tests on the effect of the addition of siliceous fly ashes (FA) in the amount of: 0, 20 and 30% by weight of cement on the fracture processes in structural concretes. The analyses were carried out based on the results of the macroscopic and microstructural tests as well as numerical calculations.

In the course of experiments, measurements of compressive and tensile strength of concrete at splitting were done as well as fracture toughness for: I, II and III model of cracking.

To evaluate the fracture toughness of concretes, three separate measurement stations were prepared. Fracture toughness at the I model of cracking was tested on three-point bending beams with one initial crack recommended by RILEM: „Determination of fracture parameters ( $K_{Ic}$  and  $CTOD_c$ ) of plain concrete using three-point bend tests”. At the II model of cracking (shearing in the longitudinal direction with regard to the crack edge), cubes with two initial cracks of Compact Shear Specimen (CSS) type were used. For tests in accordance with III model of cracking (shearing in the transverse to the crack edge direction – antiplane shear), a special device was designed and manufactured that comprises of: concrete cylinder with a circumferential notch at their half-height, steel top and bottom plates and three types of steel bolts. Steel elements in the device were used for precise mounting of the specimen in the holders of the testing machine. Experimental studies according to I and II model of cracking were carried out on the press MTS 810, while according to III model of cracking – on the axial-torsion press MTS 809 – Axial Torsional Test System. Fracture toughness of concretes was determined based on the critical stress intensity factors:  $K_{Ic}^S$ ,  $K_{IIc}$  and  $K_{IIIc}$ , and then a generalized fracture toughness  $K_c$  was determined for each of the composites.

To examine the evolution of cracks in concretes during the ongoing process of loading, a system for optic three-dimensional deformations and displacements ARAMIS was used.

A complement of assessment of mechanical parameters were microstructural analyses of concretes. For this purpose, microscopic tests SEM and nanoindentation tests were helpful. In order to establish a link between the structure of concretes and its mechanical parameters, materials taken from the zone of destruction of concretes were examined. During microscopic tests, the size of cracks occurring in the Interfacial Transition Zone (ITZ) of coarse



aggregate with cement matrix was evaluated. In nanohardness tests, the microstructure of concretes in the ITZ region was tested.

The microstructural testing was carried out using a QUANTA FEG 250 at magnification from 200 to 80000 times equipped with an energy dispersive Spectroscopy (EDS EDAX). The tests were performed in both the low and high vacuum. A compact platform CSM Instruments was used in the nanohardness testing. An area in the ITZ of coarse aggregates with paste was analysed in the five measurement points during the experiments, i.e. at the distance of: 5, 25, 50, 100 and 150  $\mu\text{m}$  from the grain boundary. The indents in concrete were created by Berkovich indenter using DSI technique.

Based on the microstructure analysis of zones of concrete taken from areas in the vicinity of initial cracks, it was concluded that the additive of siliceous fly ashes modifies the microstructure of ITZ. Studies also showed that there is a clear relationship between generalized fracture toughness of concretes and the width of the crack at the interface of coarse aggregate with the matrix and nanohardness of ITZ.

During the tests, the effect of age of concretes modified with the additive of siliceous fly ashes on analysed mechanical parameters and microstructure of composites was determined. The experiments were carried out after: 3, 7, 28, 90, 180 and 365 days of curing. The carried out tests showed a significant effect of curing on the obtained experimental results.

In order to fully analyse the fracture processes in the concretes with the additive of siliceous fly ashes, and the evaluation of the accuracy of the results obtained during the experiments, three numerical models that corresponded to the tested elements with both the geometry and load diagrams. For the three-point bending beam – a flat model, and for a cube and cylinder – three-dimensional models were used. Numerical calculations were done in Abaqus 6.13. During the tests, the conventional finite element method – FEM as well as Extended Finite Element Method – XFEM were used. Both calculation methods proved to be useful and numerical models proved to be very effective. The designed models allowed the assessment of the shape of the cracks and directions of their propagation from the crack initiation until the destruction of the specimens. Comparison of the results obtained through computer simulations and experimental studies showed a clear qualitative and quantitative convergence.

On the basis of comprehensive analysis of fracture processes in concretes, in which some part of binder is replaced by active pozzolana siliceous fly ashes, it can be concluded that the additive of this type of fly ashes in the amount of 20 and 30% by weight of cement has a significant influence on: the change of fracture toughness of concretes, microstructure of the ITZ and the size of cracks occurring in the ITZ region of coarse aggregate. The properties of composites with the additive of siliceous fly ashes depend on the age

of the concrete during tests. 20% additive of fly ashes guarantees high fracture toughness in mature concretes, while the additive of fly ashes in the amount of 30% weight of cement has a beneficial effect on the parameters of concrete only after half a year of curing. Both the 20% and 30% additive of siliceous fly ashes significantly reduce the fracture toughness at a early age.

# 1. Wstęp

## 1.1. Wprowadzenie

Wśród komponentów pierwotnych tworzących strukturę betonów konstrukcyjnych znajdują się: cement portlandzki, piasek, kruszywo grube, woda oraz ewentualne dodatki mineralne i domieszki chemiczne. Jednak wobec wzrastających wymagań w stosunku do betonu, dotyczących zarówno jego cech wytrzymałościowych, jak i trwałości, wykonanie mieszanki betonowej bez udziału fakultatywnie stosowanych dodatków i domieszek jest obecnie czymś wyjątkowym [387].

Na przestrzeni ostatnich kilkudziesięciu lat, w związku z rozwojem betonów nowej generacji, znacznie wzrosła produkcja mieszanek betonowych wytwarzanych z dodatkami. Zgodnie z wytycznymi normy PN-EN 206 [287] przez dodatek należy rozumieć drobnoziarnisty składnik dodawany do betonu w celu poprawy niektórych właściwości lub uzyskania specjalnych właściwości. Głównymi zdaniami jakie są stawiane dodatkom jest [159]:

- polepszenie wybranych właściwości betonu (może być jedna),
- zaoszczędzenie cementu,
- uzupełnienie pylastych frakcji kruszywa.

W normie [287] uwzględniono dwa typy dodatków nieorganicznych tzn.:

- dodatki prawie obojętne (typ I), m.in. kruszywa wypełniające oraz barwniki,
- dodatki o właściwościach pucolanowych lub utajonych właściwościach hydraulicznych (typ II), m.in. popiół lotny i pył krzemionkowy.

W korelacji do zapisów normy [287] E. Osiecka [265] dokonała podziału dodatków stosowanych do cementu i kompozytów cementowych na trzy odrębne grupy:

- dodatki prawie obojętne, o charakterze mikrowypełniaczy,
- dodatki hydrauliczne, np. żużle wielkopieczowe granulowane,
- dodatki pucolanowe, np. pucolany naturalne i sztuczne, m.in. popioły lotne, pyły krzemionkowe; pełniące także rolę mikrowypełniaczy.

W Polsce najczęściej stosowanymi do betonu dodatkami mineralnymi są: popioły lotne, żużle wielkopieczowe, pyły krzemionkowe, mączka wapienna, kreda pisząca [157]. Składniki te, w dużej części, będące ubocznymi produktami procesów przemysłowych dozowane są najczęściej jako substytut cementu, a ich stosowanie uzasadniane jest przede wszystkim korzystnymi efektami ekonomicznymi i ekologicznymi.

Nowoczesne betony są zatem materiałami, których skład jest często modyfikowany dodatkami mineralnymi stanowiącymi cenny składnik uzupełniający w strukturze matrycy cementowej, dzięki korzystnemu wpływowi na szereg właściwości mieszanki betonowej i stwardniałego betonu.

Modyfikacja struktury kompozytów aktywnymi dodatkami pozwala na sprostanie głównym wymaganiom jakie są stawiane obecnie wytwarzanym betonom, które dotyczą zarówno ich wysokiej wytrzymałości i trwałości

oraz koncepcji budownictwa zrównoważonego. Możliwości wykorzystania różnego rodzaju dodatków mineralnych w technologii nowoczesnych betonów, o matrycach cementowych, szczegółowo opisano w pracach [106, 157, 163, 185, 387], natomiast główne trendy rozwojowe w technologii współczesnych betonów zostaną przedstawione w Roz. 2.1.

Jednym z najczęściej stosowanych dodatków do betonu, któremu zazwyczaj poświęca się najwięcej uwagi [102], są krzemionkowe popioły lotne. Stanowią one uboczny produkt spalania pyłu węglowego z węgla kamiennego w kotłach energetycznych elektrowni i elektrociepłowni [4, 101]. Popioły lotne są zatem odpadem produkcyjnym, a jednocześnie surowcem [97], wykorzystywanym w dużych ilościach w przemyśle materiałów budowlanych. Sytuacja taka wynika głównie z faktu, że wytwarzana w Polsce energia cieplna i elektryczna w ponad 90% powstaje w procesach spalania węgla kamiennego i brunatnego. Mimo, iż od wielu lat dąży się aby zdywersyfikować sposoby poboru energii i pozyskiwać ją w większym stopniu ze źródeł odnawialnych, to jednak perspektywy na kolejne lata do 2030 r. przewidują, że węgiel w dalszym ciągu pozostanie głównym źródłem, z którego jest ona wytwarzana [231]. W kontekście ochrony środowiska naturalnego sytuacja taka jest o tyle niekorzystna, że podczas wytwarzania energii z węgla powstają duże ilości ubocznych produktów jego spalania m.in.: krzemionkowe popioły lotne ze spalania węgla kamiennego, popioły lotne wapniowe ze spalania węgla brunatnego, żużle i mieszanki popiołowo – żużlowe. W przypadku krzemionkowych popiołów lotnych [98, 100] w Polsce powstaje ich rocznie ponad 20 mln ton [193]. Tak duża ilość odpadów, w sytuacji braku ich zagospodarowania, wiąże się z koniecznością budowy, utrzymania i zabezpieczenia składowisk suchych lub mokrych, np. [213]. Jest to istotny problem ekologiczny i społeczny, bowiem powstające w ten sposób zanieczyszczenie środowiska wpływa negatywnie na samopoczucie i zdrowie ludzi i może być przyczyną groźnych w skutkach chorób środowiskowych. Trzymanie dużej ilości popiołów lotnych na składowiskach jest niekorzystne również z tego powodu, że są one w stanie suchym materiałem bardzo drobnym i lekkim, który łatwo ulega rozwiewaniu przez wiatr. Powstawanie składowisk odpadów paleniskowych – powstających w procesach przemysłowych elektrowni i elektrociepłowni – jest niekorzystne nawet wtedy jeżeli w bliższej bądź dalszej perspektywie czasowej składowisko będzie mogło być zamknięte lub nawet zlikwidowane. W takiej sytuacji konieczne jest wykonanie prac rekultywacyjnych zabezpieczających takie miejsce przed jego szkodliwym oddziaływaniem na wody powierzchniowe i podziemne oraz powietrze. Celem ogólnie przyjętej rekultywacji jest przywrócenie albo pierwotnego zagospodarowania terenu czyli jego renaturyzacja, albo takie przystosowanie istniejącego obiektu, aby przestały być widoczne jego niekorzystne oddziaływania na tereny przyległe. Rekultywacja jest niestety procesem wieloetapowym i długotrwałym, w którym minimalny okres wymagany do osiągnięcia oczekiwanych efektów wynosi co najmniej 5 lat [213].

Mając na uwadze problem konieczności składowania dużych ilości popiołów lotnych już w latach 40. XX w. rozpoczęto wykorzystywanie tych ubocznych produktów spalania węgla jako pełnowartościowych dodatków do cementu i betonu. W tamtym okresie popioły lotne stosowano głównie, jako dodatek do betonów masywnych, przy wykonywaniu tam. Do znanych konstrukcji, przy budowie których wykorzystano po raz pierwszy popiół lotny należą m.in. zapory wodne: Friant, Hungry Horse, Canyon-Ferry i Sutton w USA, Bonneville i Davis w Australii czy Okutadami w Japonii [22]. W drugiej połowie XX. wieku popioły lotne stosowano już jako dodatek do betonów w typowych konstrukcjach żelbetowych. Zaobserwowano bowiem, że te aktywne mikrowypełniacze o właściwościach pucolanowych są w stanie polepszyć zarówno parametry mieszanki betonowej jak i stwardniałego kompozytu.

O wadze i zainteresowaniu popiołami w połowie XX w. na świecie świadczy np. decyzja Kongresu USA, który wpisał popioły lotne na listę bogactw naturalnych. Z końcem lat 60. rozpoczęła się produkcja cementów z tymi dodatkami [193]. W tym czasie powołano również w wielu krajach specjalne organizacje i stowarzyszenia, których celem miało być zajmowanie się problemami racjonalnego zagospodarowania popiołów lotnych. Do najbardziej znaczących inicjatyw z tamtego okresu należy zaliczyć utworzenie [153, 361]:

- w 1959 r. międzynarodowego zespołu ekspertów ds. wykorzystania Popiołów Lotnych przy Komitecie Węgla Europejskiej Komisji Gospodarczej,
- w 1968 r. Narodowego Stowarzyszenia Popiołowego w USA,
- Wydziału Sprzedaży Popiołów Lotnych w wielkiej Brytanii.

W Polsce w tym samym czasie w 1958 r. powołano przy Ministerstwie Budownictwa i Przemysłu Materiałów Budowlanych Komisję do prac badawczych nad Wykorzystaniem Popiołów Lotnych [361].

Obecnie przemysł cementowy jest jednym z głównych obszarów gospodarki, który na dużą skalę jest w stanie zagospodarować pojawiające się, w procesach spalania węgla kamiennych i brunatnych, uboczne produkty jakimi są popioły lotne. Zabiegi tego typu są korzystne zarówno ze względów ekologicznych poprzez ograniczenie powierzchni złóż kłopotliwych odpadów przemysłowych, jak również ekonomicznych z racji możliwości zastąpienia części spoiwa cementowego w betonie popiołami lotnymi – traktowanymi jako aktywne pucolanowo mikrowypełniacze. Zastąpienie części cementu popiołami wiąże się z wydatnymi korzyściami finansowymi ponieważ są one znacznie tańszymi surowcami w porównaniu do klinkieru portlandzkiego, z którego wytwarzany jest cement portlandzki. Zastosowanie popiołu lotnego jako substytutu spoiwa jest ważne również z racji możliwości ograniczenia emisji CO<sub>2</sub> i NO<sub>x</sub>, które w dużych ilościach przedostają się do atmosfery podczas produkcji cementu, np. [318].

Popioły lotne obecnie traktowane są jako pełnowartościowe składniki cementu, które wpływają korzystnie na parametry tego spoiwa powodując, że cement z ich dodatkiem posiada wiele cech korzystniejszych, w porównaniu do czystych

cementów portlandzkich. W stosunku do mieszanki betonowej obserwuje się poprawę jej ciekłości [136] i urabialności [131], oraz obniżenie ciepła hydratacji, co jest szczególnie korzystne przy wykonywaniu konstrukcji masywnych [177, 199], bądź betonowaniu w okresie letnim kiedy panują bardzo wysokie temperatury [249].

W odniesieniu do betonów z dodatkiem popiołów lotnych zaznacza się natomiast: ich wysoka odporność na korozyjne działanie środowisk chemicznych, np. [217, 405] (zarówno na sam beton [405], jak również zbrojenie w elementach żelbetowych [217]), poprawa przepuszczalności, niski skurcz, oraz neutralizacja negatywnych skutków reakcji alkalia – kruszywo [98, 100]. W licznych badaniach zaobserwowano również podwyższoną odporność betonów, z dodatkiem popiołów lotnych, na wysokie temperatury, np. [349] co jest tłumaczone najczęściej tworzeniem się fazy tobermorytu i występowaniem reakcji z wolnym wapnem. Wg autorów pracy [349], którzy badali odporność na wysokie temperatury betonów modyfikowanych dodatkiem 10, 20 i 30 % popiołów lotnych, spadki wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie w analizowanych kompozytach – w zakresie temperatur od 200 do 800°C – obniżają się ze wzrostem popiołu w składzie mieszanki betonowej. Daje się również zaobserwować mniejszą ilość uszkodzeń powierzchniowych w przypadku betonów z dodatkami popiołów lotnych narażonych na działanie wysokich temperatur [349].

Ponieważ dodatek popiołów lotnych wpływa na poprawę wielu cech betonu, są one jednymi z najczęściej stosowanych odpadowych materiałów pucolanych w przemyśle cementowym i betonowym, głównie z uwagi na swoją znaczną dostępność oraz niską cenę. Są one również od wielu lat przedmiotem intensywnych badań naukowych. Pierwszy artykuł, w którym opisano właściwości betonów zawierających popioły lotne został opublikowany już w 1937 r. [68], natomiast pierwsze krytyczne przeglądy możliwości wykorzystania tego materiału, jako dodatku do betonu, przedstawiono z końcem lat 70. XX w. [32].

Jaki wpływ wywiera dodatek krzemionkowych popiołów lotnych na podstawowe właściwości mieszanki betonowej i betonu i jak należy go stosować szczegółowo opisano w kilku monografiach [22, 98, 100, 106, 170, 206, 268, 384] i wielu publikacjach naukowych. Do tej pory poznane są już dobrze skutki stosowania tych dodatków w kontekście parametrów: fizycznych, wytrzymałościowych i reologicznych betonów. Mimo to pewne cechy kompozytów betonowych z dodatkiem popiołów lotnych były do tej pory badane i analizowane bardzo rzadko.

W literaturze naukowo-technicznej mało jest informacji opisujących problemy dotyczące powstawania i propagacji pęknięć w betonach z dodatkiem popiołów lotnych. Nieliczne publikacje na ten temat przedstawiają tylko fragmentarycznie wpływ rodzaju bądź ilości tego dodatku na parametry mechaniki pęknięcia. Ograniczone są również w tym zakresie metody diagnozowania betonów, które sprowadzają się najczęściej do opisu wpływu dodatku popiołów na właściwości mechaniczne betonów jedynie na podstawie pomiarów wytrzymałościowych.

W literaturze brakuje również prac, które opisywałyby wpływ początkowej struktury kompozytów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych na procesy destrukcji tych betonów pod wpływem obciążeń mechanicznych, a prezentowane modele teoretyczne bądź numeryczne odnoszą się jedynie do podstawowego modelu pęknięcia betonu tzn. rozciągania przy zginaniu.

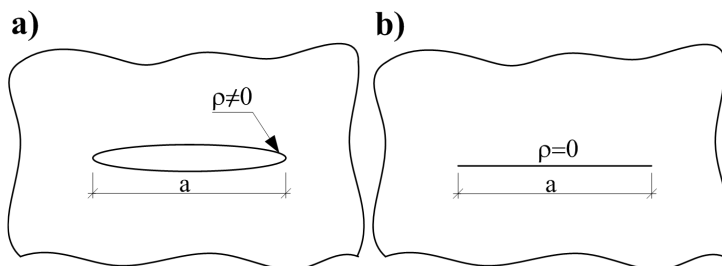
Biorąc powyższe po uwagę w pracy podjęto próbę uzupełnienia wiedzy z zakresu: mechaniki pęknięcia betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, oraz związku mikrostruktury tych materiałów z analizowanymi parametrami.

## 1.2. Główne pojęcia, definicje i założenia przyjęte w monografii

W treści monografii dosyć często będą występowały takie pojęcia jak: pęknięcie, rysa, mikrorysa, rysa pierwotna, szczelina, nukleacja pęknięć, proces pęknięcia. Znaczenia większości z tych zwrotów – mimo że pozornie mogą się wydawać bardzo podobne a wręcz tożsame ze sobą – w nomenklaturze dotyczącej konstrukcji betonowych i mechaniki pęknięcia betonu – wykazują wyraźne różnice. W związku z tym poniżej opisano pokrótce znaczenie tych terminów.

Przez **pęknięcie** (crack) należy rozumieć rzeczywisty defekt wewnątrz materiału charakteryzujący się określoną wielkością i kształtem. Pęknięcie jest nieciągłością struktury materiału, na powierzchniach, w którym nie działają siły wiązań atomowych. W stanie nieobciążonym powierzchnie pęknięcia mogą stykać się ze sobą, natomiast w stanie obciążonym mogą się rozwierać bądź przemieszczać względem siebie. Pęknięcia mogą penetrować na wskroś element, mogą istnieć w jego wnętrzu lub też częściowo wnikać w materiał. Promień w dnie pęknięcia jest zawsze różny od zera, gdyż nawet w skrajnym przypadku bliski jest odległości między atomami [247] (Rys. 1.1.a).

**Szczelina** oznacza model rzeczywistego pęknięcia, który został stworzony w celu określania odporności materiałów na pęknięcie. Szczelina jako matematyczny model pęknięcia ma zerowy promień zaokrąglenia w jej wierzchołku (Rys. 1.1.b). Zakłada się również, że powierzchnie szczeliny nieobciążonej są płaskie, a jej front ma kształt regularny, najczęściej w postaci linii prostej. Założenia takie, nie odbiegające wyraźnie od warunków rzeczywistych, pozwalają na przeprowadzenie czytelnych i jednoznacznych obliczeń. W przypadku elementów – podlegających złożonym stanom naprężeń – stosuje się trzy schematy, opisujące sposób obciążenia elementu ze szczeliną, określane jako modele pęknięcia. Ich opis oraz wzory niezbędne do wyznaczenia odporności materiału na pęknięcie zostaną opisane w Roz. 3.4.



Rys. 1.1. Schematy defektów materiałowych: a) pęknięcie, b) szczelina

W elementach betonowych pęknięciami wewnątrzmaterialowymi są: rysy, mikrorysy i submikrorysy.

**Rysa** jest nieciągłością materiału, o szerokości dochodzącej do 1 mm, która charakteryzuje się tym, że jej trzeci wymiar (rozwartość) jest znacznie mniejszy do pozostałych (długość i głębokość). Wg pracy [281] rysy są niczym innym jak pierwotnym lub wtórnym brakiem spójności w stykach przylegających do siebie cząstek szkieletu materiałowego.

**Mikrorysy** charakteryzuje się jako nieciągłości materiałowe o szerokości nie przekraczającej 0,1 mm. W praktyce uznaje się, że są to najmniejsze rysy, które można jeszcze zaobserwować okiem nieuzbrojonym, bądź najmniejsze z widocznych rys dostrzeżonych pod mikroskopem optycznym. Gęstość powierzchniowa mikrorys wynosi od 0,04 do 0,14 mm/mm<sup>2</sup> [17].

Wg autorów pracy [17] możliwe jest również wyodrębnienie w betonie uszkodzeń w postaci **submikrorys**. Badania takie wykonywane są z wykorzystaniem metody SEM przy powiększeniach wynoszących min. 1250 x w przypadku rys o szerokości powyżej 2,5 μm i min. 2500 x przy ocenie mniejszych pęknięć. Submikrorysy można zaobserwować: zarówno w zaczynie cementowym, w obszarze faz CH i C-S-H, jak również w strefach styku ziaren piasku z matrycą w zaprawie. Gęstość powierzchniowa submikrorys jest ponad 10 x większa od gęstości mikrorys [17].

Początkowy etap powstawania pierwszych defektów w mikrostrukturze betonu określa się mianem **nukleacji** bądź **zarodkowania pęknięć**. Problem ten zostanie szerzej omówiony w Roz. 3.1.

Przez **proces pękania** (fracture process) należy rozumieć ewolucję, czyli wzrost pęknięcia. Proces kruchego pękania tzn. wzrost długości pęknięcia, jest zazwyczaj zjawiskiem o charakterze dynamicznym, nieodwracalnym i skutkach katastrofalnych.

Pierwsze mikrorysy i submikrorysy, które są zarzewiem zarodkowania pęknięć w materiale, określane są jako **rysy pierwotne** (initial crack). Rysami pierwotnymi nazywa się również rysy, występujące w strukturze próbek, na których wyznacza się odporność betonów na pęknięcie. Eksperymenty takie



polegają na pomiarze szerokości rozwarcia bądź wzrostu, specjalnie wykonanych w betonie rys pierwotnych. Rysy takie można stworzyć w dwojaki sposób:

- poprzez umieszczenie w próbkach (w trakcie ich formowania) specjalnych wkładek, najczęściej stalowych,
- poprzez wykonanie w próbkach nacięć piłą, wyposażoną w tarczę diamentową.

### 1.3. Przedmiot pracy

**Przedmiotem pracy** jest zbadanie wpływu początkowej struktury betonów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, a w szczególności wielkości i rodzaju uszkodzeń w materiale, na zmiany charakterystyk wytrzymałościowych w tego typu kompozytach, ocenianych w różnych okresach ich dojrzewania. Ewolucje wzrostu pęknięć dla wszystkich modeli pęknięcia przeanalizowano na podstawie badań, przy wykorzystaniu podstawowego parametru mechaniki pęknięcia, tzn. krytycznego współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}$ . Potwierdzenie wyników prowadzonych eksperymentów uzyskano korzystając z opracowanych modeli numerycznych, na podstawie których możliwa była analiza wszystkich etapów rozwoju uszkodzeń w próbkach od momentu inicjacji pęknięcia aż do zniszczenia materiału. Mikrostrukturę i wielkość pęknięć w betonach, określono podczas obserwacji mikroskopowych, natomiast mechaniczne właściwości warstwy stykowej, w obszarze kruszywa grubego, metodą nanoindentacji.

### 1.4. Analiza literatury przedmiotu i przesłanki powstania monografii

Jednym z głównych zadań nowoczesnej inżynierii materiałowej w zakresie budownictwa jest projektowanie i realizacja obiektów budowlanych w taki sposób, aby osiągnąć możliwie największe bezpieczeństwo konstrukcji przy jak najmniejszych nakładach finansowych. O właściwościach tworzyw betonowych, m.in. o ich trwałości decydują głównie czynniki strukturalne, oraz wzajemne relacje pomiędzy mikro- a makrostrukturą materiału [226]. W makroskali pęknięcia i ubytki należą do dwóch podstawowych uszkodzeń struktury betonu, które mogą:

- obniżać nośność i szczelność konstrukcji [61],
- powodować, że element konstrukcyjny traci swoją sztywność i nie pracuje jako pełny przekrój żelbetowy [35],
- prowadzić do awarii i katastrof konstrukcji budowlanych [321].

Istotna jest zatem dla inżyniera projektującego skład mieszanki betonowej wiedza o procesach rozwoju pęknięć w materiałach konstrukcyjnych, szczególnie takich które charakteryzują się wysoką kruchością. Pozwala ona wpływać na podnoszenie jakości betonu, z którego wykonywane są konstrukcje, szacować

występujące w nich wady, oraz określać przyczyny ich powstawania. Prowadzi to do uzyskiwania kompozytów o jak najwyższej jakości, trwałości i niezawodności pracy. Gruntowna znajomość zagadnień związanych z przyczynami powstawania pęknięć w strukturze betonu, oraz sposobami minimalizowania tych niekorzystnych sytuacji może umożliwić również zapobieganie:

- występowaniu uszkodzeń, które w 20% są związane z błędami w doborze materiału [61],
- awariom budowlanym, które wg pracy [190] nawet w 15% mogą być spowodowane wadami w strukturze betonu,
- skutkom ewentualnych sytuacji ekstremalnych poprzez uwzględnienie w doborze kompozytu takich jego cech jak redundancja i robustness [60].

Ponieważ jedną z przyczyn powstawania spękań w konstrukcjach żelbetowych jest destrukcja wewnętrzna betonu spowodowana niewłaściwym doбором składników mieszanek betonowych [190, 322] podstawowym problemem badawczym w analizie zniszczenia betonów o matrycach cementowych są zagadnienia rozwoju uszkodzeń wewnątrzmaterialowych w strukturze kompozytów. Eksperymenty oceniające odporność betonów na pękanie wykonywane są najczęściej przy wykorzystaniu zasad liniowo-sprężystej mechaniki pękania. Wg G. Prokopskiego [292] analizowanie procesów zniszczenia materiałów o matrycach cementowych przy zastosowaniu zasad mechaniki pękania jest skuteczniejsze, niż z zastosowaniem do tego celu tradycyjnych pojęć mechaniki ośrodków ciągłych takich jak: naprężenie średnie, naprężenie graniczne, odkształcenie jednostkowe. Dodatkowo rezultaty badań z zastosowaniem liniowo-sprężystej mechaniki pękania przynoszą wiele interesujących informacji [292]. Zagadnienie rozwoju pęknięć wiąże się z pojęciem tzw. odporności materiału na pękanie, którą zalicza się do podstawowych cech charakteryzujących materiał. W najprostszyc przypadkach wzrostu pęknięć cecha ta określana jest poprzez krytyczną wartość współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}$  w wierzchołku rozwijającej się mikro- lub makroszczeliny [325].

Krzemionkowe popioły lotne są materiałami pucolanowymi tzn. wykazującymi zdolności wiązania przez aktywne składniki popiołu (głównie  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) wodorotlenku wapnia. Reakcje te prowadzą do przyrostu w betonie fazy C-S-H, która ma decydujący wpływ na właściwości betonu [193, 197, 352]. Wprowadzenie do składu cementu popiołu lotnego powoduje zmiany w składzie fazowym i mikrostrukturze zaczynu cementowego, co ma istotny wpływ na parametry mechaniczne betonu. Zazwyczaj kompozyty o większym zróżnicowaniu faz charakteryzują się większą podatnością na powstawanie lokalnych koncentracji naprężeń, co może implikować występowanie w tych miejscach uszkodzeń i mikropęknięć. Defekty takie pojawiają się głównie w strefach na granicy stykających się struktur, a następnie pod wpływem narastających obciążeń zewnętrznych dochodzi do ich rozwoju, kumulacji a w konsekwencji przyspieszonego zniszczenia materiału. W licznych badaniach udowodniono, że w elementach konstrukcyjnych

wykonanych z kompozytów na osnowie cementowej, o ich wytrzymałości decyduje najsłabsze miejsce w mikrostrukturze materiału, którym jest najczęściej mikrorysa występująca w ITZ rozgraniczających występujące w betonie fazy. Dotyczy to najczęściej ITZ kruszywa grubego z zaczynem cementowym, o czym dowodzą liczne wyniki badań G. Prokopskiego [292, 294, 295], oraz G. Prokopskiego i współautorów [296, 297]. Dodatkowo miejscami rozwoju defektów pierwotnych mogą być strefy w miejscach styku faz zaczynu cementowego C-S-H i CH [27, 401].

W związku z tym bardzo ważne jest poznanie zależności pomiędzy mikrostrukturą betonów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych i ich odpornością na pękanie. Szczególnie ważna jest tu znajomość rodzaju, kształtu i wielkości występujących mikrorys w obszarach ITZ największych inkluzji, które mają bezpośredni wpływ na trwałość materiału, oraz jego podatność na uszkodzenia. Jak istotna jest rola drobnoziarnistych dodatków mineralnych, które są w stanie modyfikować i uszczelniać porowatą strukturę betonu przedstawiono w pracach [137, 296-298]. W wyniku przeprowadzonych eksperymentów ustalono, że aktywne dodatki takie jak mikrokrzemionka powodują wzmocnienie ITZ pomiędzy kruszywem a zaczynem cementowym, dzięki czemu te miejsca w betonie są bardziej zwarte i posiadają mniejszą ilość mikrouszkodzeń. Korzystny wpływ modyfikacji składu betonu dodatkami mineralnymi w kontekście samozarastania mikrorys w jego strukturze przedstawiają wyniki badań zamieszczone w pracach [170, 327]. Wykazały one, że inkluzje popiołów lotnych zarówno krzemionkowych [327] jak i wapniowych [170], dodawane do betonu w różnych ilościach, powodują po kilkudziesięciu i ponad 100 dniach wzrost sztywności uszkodzonych elementów, oraz rozpoczęcie procesów samoregeneracji rys [170].

W przypadku betonów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych zjawisko zarastania rys związane jest głównie z występowaniem reakcji pucolanowej, której korzystne efekty są zazwyczaj odsunięte w czasie [327]. Dodatkowo procesy samoregeneracji rys mogą być zintensyfikowane na skutek występowania reakcji hydratacji i hydrolizy, co w konsekwencji może prowadzić do „uciąglenia” mikrostruktury betonu [164] Problem dotyczący związku mikrostruktury z procesami nukleacji i propagacji pęknięć w betonie zostanie omówiony szerzej w Roz. 3.

Na podstawie wykonanych studiów literaturowych ustalono, że dotychczas ukazało się mało publikacji [33, 183, 184, 201, 278, 317, 347, 351, 371, 407] opisujących badania kompozytów z dodatkiem popiołów lotnych, w kontekście ich odporności na kruche pękanie. Ponadto dotyczą one najczęściej badań betonów wysokowartościowych [33, 347, 371] lub betonów z dodatkiem popiołów lotnych innego rodzaju niż krzemionkowe, tzn. popiołów lotnych wapniowych [317], oraz fluidalnych [183, 184]. W literaturze pojawiły się również opracowania [276, 278] oceniające wpływ dodatku mikrosfer

popiołowych z węgla kamiennego na parametry mechaniczne i mikrostrukturę kompozytów betonowych, a jedna z prac [351] dotyczy badania odporności na pękanie i zmęczenie zapraw z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych.

W pracy [201] analizowano parametry wytrzymałościowe i parametry mechaniki pęknięcia, zarówno betonów z niską (low volume fly ash) jak i wysoką (high volume fly ash) zawartością krzemionkowych popiołów lotnych, oraz betonów z 5% dodatkiem mikrokrzemionki. Do badań odporności na pękanie wykonano mieszanki z dodatkiem popiołów lotnych w ilości: 25, 45 i 55% masy cementu, natomiast w przypadku parametrów wytrzymałościowych oceniano również kompozyty z 15% dodatkiem popiołów, oraz wpływ łącznego dodatku popiołu lotnego w ilości 20 i 40% i mikrokrzemionki w ilości 5%. Zakres przedstawionych prac obejmował badania: wytrzymałości na ściskanie na kostkach i walcach, wytrzymałości na rozciąganie, ocenę zależności naprężenie-odkształcenie i odporności na pękanie przy pierwszym modelu pęknięcia. Eksperymenty wykonano dla mieszanek betonowych o trzech różnych wskaźnikach w/c równych: 0,3; 0,4 i 0,5 uwzględniając również wpływ czasu dojrzewania kompozytów na otrzymane wyniki. W przypadku badań związanych z odpornością na pękanie badano parametry takie jak: energia pęknięcia  $G_F$ ,  $K_{Ic}$  i krytyczne przemieszczenie rozwarcia wierzchołka szczeliny  $CTOD_c$  po 28 i 56 dniach od wykonania zarobów. Na podstawie analizy wyników badań przedstawionych w pracy [201] trudno jest jednoznacznie wnioskować jaki wpływ wywiera dodatek krzemionkowych popiołów lotnych w ilości od 25 do 55% na parametry mechaniki pęknięcia betonu, zarówno po normowym 28-dniowym okresie dojrzewania, jak i po 56 dniach. W trakcie oceny odporności na pękanie betonów [201] stwierdzono, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych w ilości 25% i 55% po 28 dniach nie zmienia parametru  $K_{Ic}$  w stosunku do betonu odniesienia, natomiast w przypadku dodatku 45% tego wypełniacza odporność na pękanie nieznacznie spada. Od tej tendencji odbiegają wyniki pozostałych dwóch analizowanych parametrów. O ile w przypadku energii pęknięcia daje się zauważyć jej wzrost wraz ze wzrostem ilości dodatku w mieszance betonowej, o tyle parametr  $CTOD_c$  jest mniejszy w przypadku betonu z 25% dodatkiem popiołów lotnych w stosunku do betonu zwykłego, po czym wyraźnie rośnie wraz z procentowym wzrostem ilości popiołu. Jedynie wyniki uzyskane w przypadku krytycznego współczynnika intensywności naprężeń po 56 dniach dojrzewania zachowują wyraźną tendencję do stabilnego wzrostu odporności na pękanie wraz ze zwiększaniem się ilości popiołu lotnego w betonie.  $CTOD_c$  i  $G_F$  po dwóch miesiącach mają mniejsze wartości w stosunku do tych uzyskanych dla betonów zwykłych i wzrastają gdy ilość dodatku wynosi 45%.

Wzrost odporności na pękanie  $K_{Ic}$ , po dłuższym okresie dojrzewania betonów z popiołami lotnymi, tzn. 56 i 84 dniach, potwierdzają również badania przedstawione w pracy [407] wykonane dla kompozytów z 25% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych nieaktywowanych i aktywowanych mechanicznie. W wyniku zastosowanej aktywacji mechaniczną metodą wibracyjną nastąpił

w popiołach wzrost: gęstości objętościowej, miąższości i powierzchni właściwej, oraz zmiana rozkładu uziarnienia. Spowodowało to przyrost aktywności popiołów lotnych, a w konsekwencji znaczną poprawę parametrów wytrzymałościowych i odporności na pękanie. Po 56 dniach dojrzewania betony z dodatkiem aktywowanych popiołów lotnych miały wartości  $K_{fc}$  zbliżone do uzyskanych dla betonów odniesienia, natomiast po kolejnych 28 dniach wyraźnie je przekraczały. Odporność na pękanie w przypadku betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych nieaktywowanych była niższa od wartości uzyskanych dla betonów odniesienia w każdym z analizowanych okresów czasowych [407], co nie potwierdza wyników badań przedstawionych w pracy [201].

Zastąpienie części cementu dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych w ilości 10% [371] i 25% [33] obniża wyraźnie odporność na pękanie betonów wysokowartościowych po 28 dniach dojrzewania. Podobny efekt zaobserwowano również w przypadku badań betonów gdzie zamiast kruszywa grubego w składzie mieszanki betonowej stosowano kruszywo lekkie [347]. Jednak w późniejszym okresie czasu parametry mechaniki pękania dla betonów wysokowartościowych z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych wykazują tendencje wzrostowe. Na podstawie pracy [371] ustalono, że efektywna odporność na pękanie była o 10% wyższa, a efektywna odporność nawet o 60% wyższa w przypadku kompozytu modyfikowanego popiołem lotnym w porównaniu do betonu referencyjnego. Wyniki te wskazują na znaczenie reakcji pucolanowej w betonie z popiołami przy wzrastających właściwościach mechaniki pękania, po dłuższym okresie czasu – o czym jak piszą autorzy [371] nie było dotychczas doniesień.

Jaki wpływ wywiera dodatek mikrosfer popiołowych na mikrostrukturę ITZ pomiędzy wypełniaczem a różnymi rodzajami matryc cementowych przedstawiono w pracy [276]. Mikrosfery będące drobną kulistą frakcją krzemionkowych popiołów lotnych powodują, że zaczyn w ich otoczeniu jest zwarty i charakteryzuje się brakiem szczelin. W obszarach tych występują oprócz portlandytu również produkty reakcji pucolanowej m.in. faza C-S-H i tobermoryt. Potwierdzeniem obserwacji wykazujących dobrą współpracę mikrosfer z matrycą cementową były wyniki badań przedstawionych w pracy [278]. Na ich podstawie ustalono, że dzięki wprowadzeniu lekkiego wypełniacza w postaci mikrosfer (pozyskiwanych jako uboczny produkt spalania węgla kamiennego) można uzyskać kompozyty cementowo-włókniste o znacznie obniżonej gęstości pozornej przy zadawalających parametrach wytrzymałościowych i wskaźnikach odporności na pękanie, wyrażonych przez pracę zniszczenia w procesie zginania elementów belkowych [278].

Pozytywny wpływ krzemionkowych popiołów lotnych potwierdziły również badania odporności na pękanie zapraw, w których stosowano 15 i 25% dodatek do spoiwa [351]. Wyniki  $K_{fc}$  uzyskane w okresie czasowym pomiędzy 7. a 180. dniem dojrzewania wykazały korzystny wpływ popiołów lotnych na analizowany parametr zarówno w młodym wieku jak i po okresie:

28, 90 i 180 dni. Po 7 i 90 dniach dojrzewania najwyższą odporność na pękanie miały zaprawy z 25% dodatkiem popiołów lotnych, natomiast po 28 dniach z 15% ilością popiołów. W przypadku badań półrocznych wartości  $K_{fc}$  były zbliżone dla zapraw z czystym cementem portlandzkim i z dodatkiem 25% popiołu. Najniższą odporność na pękanie miały po 180 dniach zaprawy z mniejszą ilością popiołu lotnego.

W pracy [351] przedstawiono również zdjęcia mikroskopowe badanych zapraw, które wykonano po dwóch okresach dojrzewania, tzn. 7 dniach i 8 miesiącach. W analizach zwrócono głównie uwagę na strukturę matrycy cementowej, oraz miejsca gdzie widoczne były ziarna popiołów. Zaobserwowano, że w zaczynie po 7 dniach dojrzewania występuje duża liczba porów natomiast jej struktura jest zwarta z pojawiającymi się miejscowo fazami włóknistymi. W przypadku zaprawy ocenianej w późniejszym okresie dojrzewania można było zaobserwować bardzo zwartą matrycę z mocno osadzonymi w niej ziarnami popiołów lotnych. Ogólny wniosek był również taki, że większe ziarna popiołów tworzą słabsze wiązania z zaczynem i słabiej reagują w porównaniu do ziaren o mniejszej wielkości.

Poszukując możliwości zastosowania nowych aktywnych dodatków mineralnych do betonu zaobserwowano korzystny wpływ popiołów fluidalnych, w kontekście odporności na kruche pękanie betonów, z tym substytutem cementu. Wyniki badań przedstawione w pracy [184] wykazały, że wraz ze wzrostem ilości dodatku popiołów fluidalnych w składzie spoiwa od 4,0 do 14,86% rośnie również liniowo wartość współczynnika intensywności naprężeń  $K_{fc}$  w analizowanych betonach, który był określany doświadczalnie wg zaleceń RILEM [70].

Zagadnienie rozwoju uszkodzeń w betonach cementowych modyfikowanych dodatkiem popiołów lotnych jest zjawiskiem bardzo złożonym. Różne są bowiem przyczyny inicjacji i rozwoju pęknięć, które wymagają dokładnego zbadania. Dotychczasowe eksperymenty oceniające odporność na pękanie kompozytów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych były wykonywane z zastosowaniem jedynie pierwszego modelu pęknięcia [33, 201, 347, 351, 371, 407], który uwzględnia tylko stan rozciągania występujący w elemencie konstrukcyjnym. Jak pokazują jednak badania doświadczalne [44, 114, 115, 119, 122, 124, 128, 292, 312], prace analityczne [128, 326, 368] i analizy numeryczne [124, 129, 161], rzeczywiste materiały konstrukcyjne w trakcie obciążania ulegają mikro-uszkodzeniom, głównie przy mieszanym modelu pęknięcia, gdzie nieodzowne jest uwzględnienie przypadku ścinania zarówno w kierunku podłużnym (II model pęknięcia) jak i poprzecznym do krawędzi szczeliny (III model pęknięcia). Ma to ścisły związek z pojawianiem się w procesie destrukcji materiałów o matrycach cementowych, na styku ziaren kruszywa z zaczynem cementowym i w miejscach występowania porów, złożonych układów naprężeń. Zjawiska te powodują, że o zniszczeniu decydują nie tylko naprężenia rozciągające, lecz także ścinające. Nawet w przypadku równomiernie rozłożonego obciążenia

zewnętrznego lokalne oddziaływania pomiędzy ziarnami i porami powodują występowanie wszystkich trzech modeli pęknięcia [292]. W takich przypadkach obserwuje się często wzrost pęknięć w kompozytach z matrycami cementowymi przy różnych kombinacjach modeli pęknięcia, np. I-II [75], I-III [208] bądź nawet I-II-III [339]. Na podstawie badań wykonanych na 25 grupach próbek szczegółowe analizy współczynników intensywności naprężeń dla betonu zwykłego przedstawiono w pracy [339]. Eksperymenty opisane w [339] wykonano przy różnych kombinacjach czystych i mieszanych modeli pęknięcia w celu uzyskania trójwymiarowego kryterium pęknięcia. Przestrzenna obserwacja i analiza pęknięć jest bardzo istotna, szczególnie w przypadku materiałów kruchych, ponieważ pozwala odpowiedzieć na pytanie w jaki sposób następuje zniszczenie materiału. W pracy [239] przedstawiono ciekawe badania analizujące trójwymiarowo strefy pęknięcia, w kruchych materiałach, z zastosowaniem rentgenowskiej tomografii komputerowej, w połączeniu z cyfrowym analizatorem korelacji objętości.

Występowanie w procesie destrukcji materiału stanów naprężeń, odnoszących się do wszystkich trzech modeli pęknięcia, powoduje zazwyczaj pojawianie się w betonie zarówno pęknięć prostych jak i skrzydłowych, kiedy zmienia się kierunek rozwoju mikrorysy prostej [21, 117, 128, 148, 325, 326]. Pęknięcia takie, usytuowane początkowo w sposób stabilny w obszarach ITZ kruszywa grubego, pod wpływem narastających obciążeń zewnętrznych, mogą propagować się: do matrycy cementowej, w kierunku ITZ innych ziaren, lub w głąb kruszywa [123, 128, 395]. W zaawansowanym stadium deformacji, wywołanym przyłożonym obciążeniem, każda z rozwijających się w materiale mikrorysy prostych i skrzydłowych generuje lokalną fluktuację pola naprężeń i odkształceń.

Również w tensorowym modelu rozwoju uszkodzeń betonu, przedstawionym w pracy [34], postuluje się, że proces destrukcji związany jest z równaniem ewolucji, w którym występują dwa mechanizmy zniszczenia materiału. Jeden z nich modeluje proces wzrostu uszkodzeń na kierunkach głównych naprężeń rozciągających, drugi natomiast jest odpowiedzialny za uszkodzenia w płaszczyznach ścinania [34].

Złożoność procesów pęknięcia w betonie wynika również z faktu, że o ile przed przyłożeniem obciążenia materiał można traktować jak izotropowy, to w trakcie narastania naprężeń pojawia się wtórna anizotropia materiałowa związana z procesami rozwoju pęknięć [189]. Dodatkowo, wskutek wzrostu obciążenia, anizotropia ulega ciągłemu powiększaniu, co udowodniono w wyniku modelowania teoretycznego i badań doświadczalnych w pracy [207]. Szczegółowa analiza pęknięć wewnątrzmaterialowych występujących w betonach z osnowami cementowymi, oraz metody ich diagnozowania zostaną przedstawione w Roz. 3.

Opis procesów powstawania i propagacji rys w materiale wymaga zatem znajomości wszystkich parametrów mechaniki pęknięcia tzn.:  $K_{Ic}$ ,  $K_{IIc}$  i  $K_{IIIc}$ .

Badania odporności betonu na pękanie w złożonych stanach naprężeń są związane z opisem stanu krytycznego występującego w elemencie, co można zapisać poniższą zależnością:

$$f(K_{Ic}, K_{IIc}, K_{IIIc}) = f_c \quad (1.1)$$

Znając wartości  $K_{Ic}$ ,  $K_{IIc}$  i  $K_{IIIc}$  możliwe jest wyznaczenie uogólnionej odporności materiału na pękanie  $K_c$ , z wzoru 1.2,

$$K_c^2 = K_{Ic}^2 + K_{IIc}^2 + K_{IIIc}^2. \quad (1.2)$$

Na podstawie dostępnych wyników badań trudno jest dokładnie stwierdzić jaki wpływ wywiera dodatek krzemionkowych popiołów lotnych na procesy pękania w betonach zwykłych. Ponadto w literaturze nie napotkano na prace, które prezentowałyby badania odporności na pękanie betonów z tymi dodatkami przy II i III modelu pękania.

Niejednoznaczność wyników uzyskanych we wcześniejszych badaniach eksperymentalnych dla kompozytów z bardzo różną procentowo ilością dodatku popiołów lotnych, oraz brak kompletnych informacji o wpływie struktury i wielkości mikrorys występujących w tego typu betonach na parametry mechaniki pękania, w złożonych stanach naprężeń, skłoniło autora do zaplanowania i zrealizowania własnych badań z tego zakresu tematycznego.

**Główną przesłanką** do podjęcia tematu pracy było doświadczalne określenie odporności na pękanie betonów konstrukcyjnych modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, przy wszystkich trzech modelach pękania, oraz późniejsza wnikliwa analiza ich mikrostruktury w miejscach gdzie doszło do zniszczenia materiału. Eksperymenty zaplanowano dla dwóch kompozycji mieszanek betonowych, o różnych zawartościach dodatku, stosowanych często w przemyśle cementowym. W badaniach, których wyniki przedstawiono w pracy [122], analizowano odporność na pękanie, przy II modelu pękania, w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych w ilości: 10, 20 i 30 % masy cementu. Na ich podstawie ustalono, że 10% dodatek krzemionkowych popiołów lotnych w betonie wpływa nieznacznie na wartość parametru  $K_{IIc}$  powodując jego wzrost tylko o 1%, natomiast dodatek 20% i 30% zmienia istotnie odporność betonu na pękanie [122]. W związku z tym wszystkie testy opisane w poniższej monografii przeprowadzono dla betonów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych w ilości 20 i 30 % masy cementu. Uzyskane wyniki eksperymentów porównywano z wartościami otrzymanymi dla betonu referencyjnego, którym był kompozyt wykonany na czystym cemencie CEM I.

**Druga przesłanka** skłaniająca do podjęcia prac nad analizą procesów pękania w betonach modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych była ściśle związana ze zjawiskiem zmiennej dynamiki narastania wytrzymałości takiego materiału w procesie jego dojrzewania, np. [22, 91, 98, 100]. Z uwagi



na wolny przebiegi reakcji pucolanowej, mający bezpośredni wpływ na właściwości mechaniczne tego typu zapraw i betonów, przyrost wytrzymałości kompozytu w początkowej fazie jego twardnienia jest wolny [90]. Natomiast w dłuższym okresie dojrzewania wytrzymałość cementu z popiołem osiąga wartości przewyższające wytrzymałość na ściskanie cementu portlandzkiego tej samej klasy wytrzymałościowej [100]. Na podstawie pracy [107] ustalono, że niskie, wczesne parametry wytrzymałościowe betonów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych mogą być wynikiem powolnej ich hydratacji, a zwiększenie aktywności tego typu spoiw można uzyskać np.: poprzez dodatkowy przemiał, obróbkę cieplną lub aktywację mechaniczną i chemiczną [212, 331, 407, 408]. Zagadnienie korzystnego wpływu aktywacji popiołów lotnych na właściwości kompozytów cementowych, zostanie szerzej omówione w Roz. 2.2.3.

Wg Z. Giergicznego, w przypadku stosowania cementów z dodatkami, celowe wydaje się określanie takich właściwości betonu, jak: klasa wytrzymałości, nasiąkliwość, mrozoodporność po dłuższym okresie twardnienia (56 lub 90 dni) [94]. W kontekście trwałości betonu L. Kucharska [190] twierdzi, że w obecnie rozwijanych metodach projektowania czasu życia betonu w konstrukcji mniejsze znaczenie ma  $f_{28}$ , ponieważ traktowanie wytrzymałości jako synonimu trwałości okazało się błędem, który i dziś nierzadko się popełnia. Konieczność prowadzenia badań odporności na pękanie, po czasie przekraczającym 28 dni, wynika również z wniosków przedstawionych w [371], o czym wspomniano we wcześniejszej części Roz. 1.2. Ponadto, jak podają autorzy pracy [297], podczas dojrzewania betonu następuje zmniejszenie liczby i rozmiarów defektów jego struktury, co z pewnością rzutuje na wartości parametrów wytrzymałościowych i odporność na pękanie.

Znajomość zależności, wytrzymałość – czas, ma szczególne znaczenie wtedy, gdy konstrukcja betonowa ma być oddana do użytku, czyli poddana pełnym obciążeniom w czasie późniejszym niż 4 tygodnie [249]. Z drugiej strony dla szczególnych typów konstrukcji bardzo istotna jest znajomość parametrów wytrzymałościowych betonu, w okresie kiedy nie osiągnął on jeszcze wieku dojrzałego [115]. Wg W. Radomskiego [302] jednym z trendów rozwojowych technologii betonu jest skracanie cykli wykonawczych realizacji budowli.

Wpływ znajomości cech młodego betonu ma istotne znaczenie, gdyż jego właściwości oddziałują bezpośrednio na parametry już dojrzałego kompozytu. Problem ten znajduje odzwierciedlenie w wielu obszarach budownictwa betonowego i dotyczy następujących konstrukcji.:

- monolitycznych, gdzie podczas kolejnych etapów wznoszenia konstrukcji narastają obciążenia młodego betonu w wyniku czego muszą być podejmowane liczne decyzje techniczne zależne od wytrzymałości chwilowej betonu lub innych jego właściwości takie jak np.: decyzja o terminie rozdeskowa-

nia konstrukcji, decyzja o przemieszczeniu deskowań ślizgowych, decyzja o dopuszczeniu do obciążenia młodego betonu obciążeniami technologicznymi, montażowymi itp.,

- prefabrykowanych, gdzie istotna jest znajomość wytrzymałości międzyoperacyjnych np. rozformowania, transportowej, składowania, wysyłkowej, montażowej,
- zespolonych, w których ważne są stadia montażowe prefabrykatów pracujących jeszcze bez nadbetonu,
- sprężonych, w których ważna jest znajomość ewentualnych strat doraźnych sił sprężających nie w pełni dojrzałego betonu [188].

Ze wszystkich przytoczonych powyżej grup szczególnie ważne jest zwrócenie uwagi na wykonawstwo monolitycznych konstrukcji masywnych. W takich elementach występuje bowiem zjawisko powstawania niekorzystnych uszkodzeń w młodym betonie z uwagi na oddziaływania termiczne występujące w materiale w procesie hydratacji cementu [177]. W betonowych elementach masywnych proces hydratacji, będący zjawiskiem egzotermicznym, powoduje znaczne różnice temperatur pomiędzy wnętrzem a powierzchnią konstrukcji i może być przyczyną powstawania pęknięć w materiale w dwojaki sposób [385]:

- w wyniku rozciągania stref chłodniejszych na skutek rozszerzania stref gorących, gdy istnieje swoboda odkształceń,
- na skutek mechanizmu wewnętrznego klinowania struktury betonu w sytuacjach, gdy struktura ta zostaje utworzona w innej temperaturze niż późniejsza temperatura pracy konstrukcji, w przypadku braku swobody odkształceń.

Jak wykazały jednak badania zamieszczone w pracach [177, 199, 315] możliwe jest częściowe ograniczenie ryzyka niebezpiecznych uszkodzeń termicznych w elementach betonowych w młodym wieku poprzez modyfikację spoiwa cementowego popiołami lotnymi, które obniżają (w procesie formowania się struktury betonu) wydzielanie się ciepła hydratacji i zmniejszają wczesny skurcz betonu.

Analiza podstawowych parametrów wytrzymałościowych, we wczesnych okresach dojrzewania, była tematem wcześniejszych publikacji, np. [179, 260, 404]. W wyniku prac doświadczalnych rozpoznano, jak zmienia się odporność na pękanie betonów zwykłych w młodym wieku. W literaturze brakuje natomiast informacji jak kształtują się te tendencje w przypadku kompozytów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych.

Na podstawie prac [260, 404], w których analizowano wartości  $K_{lc}$  pomiędzy 1. a 28. dniem dojrzewania stwierdzono, że odporność na pękanie betonu w pierwszych kilku dniach bardzo niska, w miarę postępującego procesu tężenia materiału gwałtownie rośnie. Wg pracy [260] wartość parametru  $K_{lc}$  po jednym dniu dojrzewania stanowiła 45% 28-dniowej odporności na pękanie, co świadczy, że w betonach zwykłych materiał uzyskuje prawie połowę 4-tygodniowej

odporności na pękanie już po jednym dniu. Potwierdzają to również wyniki badań przedstawione w [404], które dowodzą ponadto, że betony w młodym wieku charakteryzują się większą kruchością niż betony dojrzałe. Dynamika przyrostu odporności na pękanie w kompozytach betonowych zależna jest w dużym stopniu od klasy wytrzymałości materiału [179]. Jest ona również silnie powiązana ze stopniem hydratacji cementu. Na podstawie wyników badań odporności na pękanie [179] wykonanych dla trzech różnych betonów, tzn.: lekkich, zwykłych i wysokowartościowych ustalono, że proporcje wartości parametru  $K_{Ic}$  uzyskane po 1 dniu dojrzewania w stosunku do betonu dojrzałego znacząco się różnią dla poszczególnych typów kompozytów. W przypadku betonów lekkich dynamika przyrostu wytrzymałości i odporności na pękanie jest najwolniejsza, a wartość jednodniowa parametru  $K_{Ic}$  stanowi tylko 20% jego wartości 28-dniowej. W betonach zwykłych proporcja ta wynosi już 50% [260, 404], natomiast w betonach wysokowartościowych aż 70%. Na znacznie większą dynamikę wzrostu odporności na pękanie w pierwszych dniach dojrzewania betonów wysokowartościowych, w porównaniu do betonów zwykłych, zwrócono również uwagę w pracy [291]. W wyniku synergicznego oddziaływania dodatku mikrokrzemionki i superplastyfikatora odporność na pękanie  $K_{Ic}^S$  po 7 dniach dojrzewania wyniosła, w stosunku do końcowych wartości badanych po 90 dniach, odpowiednio – dla betonu zwykłego 46,6%, natomiast wysokowartościowego 73,6%.

Ponieważ betony z dodatkiem popiołów lotnych charakteryzują się dużą heterogenicznością faz, które dodatkowo ulegają ciągłym zmianom w trakcie postępującego procesu dojrzewania istotne jest poznanie mikrostruktury takich materiałów zarówno we wstępnym okresie przyrostu wytrzymałości jak również po kilku miesiącach od momentu wykonania zarobów. Najważniejszym zagadnieniem z punktu widzenia podatności betonu na uszkodzenia jest znajomość właściwości mechanicznych ITZ w strefie największych ziaren kruszywa grubego. Uzasadnieniem do wnikliwego poznania parametrów ITZ w betonach z dodatkiem popiołów lotnych są interesujące badania M. H. Zhanga, który w pracy [398] przedstawił analizy mikrostrukturalne betonów z dodatkiem popiołów lotnych wapniowych i krzemionkowych, w przedziale pomiędzy 1. a 365. dniem dojrzewania, bazując na zdjęciach SEM z zastosowaniem detektorów elektronowych wtórnych i wstecznego rozproszenia. Badania wykonano pod kątem analizy zmian porowatości betonów, mikro-uszkodzeń, oraz rozwoju występujących w nich faz. W trakcie eksperymentów zaobserwowano, że reakcje w matrycy cementowej zawierającej dodatek popiołów lotnych zaczynają się już po 7 dniach od wykonania mieszanki betonowej i trwają nadal nawet po 365 dniach. Typowymi produktami reakcji w tego typu kompozytach są głównie fazy C-S-H, widoczne wokół ziaren popiołów lotnych nawet już po jednym dniu dojrzewania. Szczególną uwagę zwrócono na znaczny wzrost fazy C-S-H w betonach o dłuższym czasie dojrzewania, oraz uszkodzenia

występujące w matrycy cementowej wokół ziaren popiołów lotnych traktowanych jako aktywne mikrokruszywo. Na podstawie wyników badań przedstawionych w [398] można wysnuć wniosek, że duży dodatek popiołów lotnych do betonu znacząco zmienia ich mikrostrukturę, parametry mechaniczne i sposób propagacji pęknięć. W tego typu kompozytach uszkodzenia zazwyczaj rozwijają się wokół ziaren popiołów.

Obecnie krzemionkowe popioły lotne są dodawane do betonów, które są wykorzystywane w realizacjach wielu typów konstrukcji [100, 106], w przypadku których może być istotna znajomość zarówno parametrów mechanicznych betonu młodego, jak i dojrzałego po dłuższym okresie czasu. W nawiązaniu do drugiej przesłanki podjęcia tematu rozprawy, w proponowanym kształcie pracy starano się prześledzić zarówno w młodym wieku jak i w okresie przekraczającym 28 dni:

- zmiany parametrów wytrzymałościowych betonów,
- zmiany parametrów mechaniki pęknięcia betonów,
- różnice w wielkości pęknięć występujących przy styku ziaren kruszywa grubego z matrycą,
- różnice w wielkości parametrów mechanicznych warstwy stykowej.

Ponieważ w Polsce ilość popiołów lotnych pochodzących z węgla kamiennego jest około dwukrotnie większa od popiołów wytwarzanych z węgla brunatnego [100, 193] w badaniach własnych przeanalizowano procesy pęknięcia w kompozytach betonowych wykonanych z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych.

## 1.5. Cel i zakres pracy

Bazując na przesłankach, zapisanych w Roz. 1.4. **ogólnym celem pracy** była analiza procesów pęknięcia w betonie modyfikowanym dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Postawiony cel pracy starano się zrealizować: w oparciu o wyniki uzyskane w toku doświadczeń eksperymentalnych, oraz obliczeń numerycznych.

W celu dokładnego zrozumienia procesów pęknięcia w betonie z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych opracowano bogaty program badań laboratoryjnych o szerokim spektrum metod diagnostycznych.

W pierwszym etapie scharakteryzowano właściwości popiołów lotnych wykorzystanych do wykonania betonów. W badaniach zwrócono uwagę na takie parametry popiołów jak:

- skład chemiczny i fazowy,
- skład ziarnowy,
- gęstość objętościowa,
- parametry teksturalne,
- aktywność pucolanowa,
- promieniotwórczość naturalna.

Następnie, dla wszystkich zaplanowanych badań betonu, przygotowano próbki z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych w ilości: 0, 20 i 30% masy cementu.

Badania betonów obejmowały:

- parametry wytrzymałościowe,
- parametry mechaniki pęknięcia.

W toku prac wykonano makroskopowe pomiary wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie przy rozłupywaniu, oraz badania odporności na pęknięcie dla wszystkich modeli pęknięcia. Uzupełnieniem oceny parametrów mechanicznych były analizy mikrostrukturalne betonów.

W trakcie eksperymentów korzystano z nowoczesnego sprzętu diagnostycznego. Do oceny odporności na pęknięcie betonów zorganizowano trzy oddzielne stanowiska pomiarowe. W przypadku rzadko spotykanych badań odporności na pęknięcie przy III modelu pęknięcia zaprojektowano i wykonano specjalne oryginalne urządzenie, które zgłoszono również do opatentowania [121]. Do zbadania ewolucji pęknięć w betonach, w trakcie postępującego procesu obciążania, wykorzystano system do optycznej trójwymiarowej analizy odkształceń i przemieszczeń ARAMIS. W celu ustalenia związku między strukturą betonów a ich parametrami mechanicznymi dokonano oceny wycinków materiałów pobranych ze stref zniszczenia betonów.

Analizy mikrostrukturalne obejmowały:

- badania mikroskopowe SEM,
- testy nanotwardości w obszarze ITZ kruszywa grubego z matrycą, z wykorzystaniem nanowgłębniaka Berkovicha.

Pełny zakres eksperymentów laboratoryjnych wraz ze stosowaną metodyką badań zostaną opisane w Roz.: 4., 6. i 7.

Weryfikację uzyskanych wyników badań doświadczalnych przeprowadzono na podstawie opracowanych w programie Abaqus 6.13. płaskim i przestrzennych modelach numerycznych, wykonanych z wykorzystaniem różnych kryteriów zniszczenia materiału, tzn. kruche go pęknięcia i maksymalnych naprężeń głównych, oraz dwóch metod modelowania:

- konwencjonalnej metody elementów skończonych (MES),
- rozszerzonej metody elementów skończonych (Extended Finite Element Method – XFEM).

Na podstawie zaplanowanego zakresu prac związanego z tematem monografii repozytorium **szczegółowych celów pracy** przedstawia się następująco:

**W zakresie badań popiołów lotnych celem pracy jest:**

- 1) *Analiza właściwości fizyczno-chemicznych popiołów lotnych.*
- 2) *Ocena aktywności pucolanowej popiołów.*
- 3) *Analiza promieniotwórczości naturalnej popiołów lotnych i betonów wykonanych z ich dodatkiem.*

**W zakresie badań odporności na pękanie betonów celem pracy jest:**

- 4) *Określenie eksperymentalne wpływu dodatku popiołów lotnych na wartości współczynnika intensywności naprężeń betonów przy: I, II i III modelu pękania, pomiędzy 3. a 365. dniem dojrzewania,*
- 5) *Wyznaczenie dla poszczególnych betonów uogólnionej odporności na pękanie  $K_c$*

**W zakresie badań mikrostrukturalnych betonów celem pracy jest:**

- 6) *Ustalenie ile wynoszą w badanych betonach średnie szerokości pęknięć  $W_c$  przy styku kruszywa grubego z matrycą cementową,*
- 7) *Analiza związku pomiędzy wielkością pęknięć występujących w warstwie stykowej betonów, a uogólnioną odpornością betonów na pękanie.*
- 8) *Określenie wpływu modyfikacji matrycy cementowej dodatkiem popiołów lotnych na zmiany właściwości mechanicznych w ITZ pomiędzy kruszywem grubym a zaczynem.*

**W zakresie modelowania numerycznego celem pracy jest:**

- 9) *Zbudowanie nowych modeli powiązanych z kształtem, wymiarami i schematami obciążenia próbek betonowych stosowanych w badaniach odporności na pękanie.*
- 10) *Znalezienie korelacji pomiędzy wynikami badań doświadczalnych, oraz obliczeń numerycznych w zakresie m.in.: wielkości sił, przy których dochodziło do uszkodzenia próbek, kształtu i kierunków ścieżek pęknięcia, zależności siła - przemieszczenie, sposobu zniszczenia próbek.*

## **1.6. Układ pracy**

Praca składa się z 8 rozdziałów.

Rozdział 1. stanowi wprowadzenie do zagadnień dotyczących zastosowania krzemionkowych popiołów lotnych w składzie kompozytów betonowych. W rozdziale tym zamieszczono krótki rys historyczny, w którym opisano etapy wdrażania popiołów lotnych do przemysłu materiałów budowlanych. Scharakteryzowano również główne zalety popiołów lotnych odnoszące się zarówno do ich korzystnego wpływu na parametry mieszanki betonowej oraz betonów, zarówno młodych jak i dojrzałych. W Roz. 1. przedstawiono również jaki jest przedmiot pracy, natomiast na podstawie przeprowadzonego przeglądu literatury scharakteryzowano jej główne cele. Przy sformułowaniu celu i przy wyborze zakresu pracy oparto się na dwóch głównych przesłankach którymi były:

- przeprowadzenie kompleksowych badań odporności na pękanie betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych dla wszystkich modeli pęknięcia, oraz analiza związku ich mikrostruktury z obliczoną uogólnioną odpornością na pękanie,

- ocena wpływu czasu dojrzewania betonów, z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych pomiędzy 3. a 365. dniem, na uzyskane wyniki badań eksperymentalnych.

Rozdziały 2. i 3. mają charakter ogólnie – przeglądowy.

W rozdziale 2. przedstawiono główne trendy rozwojowe nowoczesnych kompozytów betonowych, do których zalicza się wykonywanie betonów: o wysokiej wytrzymałości i trwałości, ale zgodnych z zasadami zrównoważonego rozwoju. Betony z dodatkiem popiołów lotnych wpisują się w te koncepcje rozwojowe i dlatego w Roz. 2. dokonano również przedstawienia głównych charakterystyk tych materiałów odpadowych, oraz ich klasyfikacji. Szczegółowo opisano pochodzenie, skład i główne cechy krzemionkowych popiołów lotnych. W końcowej części rozdziału przedstawiono możliwości zastosowania popiołów lotnych z węgla kamiennego zarówno w przemyśle materiałów budowlanych jak i w innych branżach przemysłu.

W rozdziale 3. pracy opisano zagadnienia związane z powstawaniem i rozwojem uszkodzeń w strukturze betonów. Dokładnie scharakteryzowano zasadnicze przyczyny mające wpływ na procesy nukleacji pęknięć, oraz przeanalizowano główne etapy rozwoju mikrorys. Z uwagi na fakt, że na rozwój uszkodzeń wewnątrzmaterialowych główny wpływ ma skład kompozytu i budowa poszczególnych faz betonu w Roz. 3. dużo miejsca poświęcono składnikom tworzącym strukturę matrycy, oraz warstwie osnowy występującej przy styku z kruszywem grubym. Graficznie przedstawiono przebieg rozwoju pęknięć prostych i skrzydłowych, który jest ściśle skorelowany z poziomami naprężeń krytycznych występujących w obciążonym betonie. W ostatniej części rozdziału dokonano przeglądu najważniejszych metod służących do lokalizacji, obserwacji i opisu mikropęknięć w elementach betonowych.

Rozdział 4. opisuje założenia i program badań własnych. Przedstawiono w nim zakres przeprowadzonych eksperymentów, oraz rodzaj zastosowanych próbek i metodykę ich przygotowania. Podano również szczegółowe informacje dotyczące wszystkich materiałów, które posłużyły do wykonania betonów przeznaczonych do badań. W programie eksperymentów uwzględniono betony konstrukcyjne wykonane z różną ilością dodatku krzemionkowych popiołów lotnych, które były badane w sześciu okresach czasowych.

W rozdziale 5. podano najistotniejsze parametry popiołów lotnych zastosowanych do wykonania betonów. Przeprowadzono analizy ich składu chemicznego, mineralnego i granulometrycznego. Zbadano również ich cechy teksturalne, oraz aktywność pucolanową, którą określono czterema metodami (dwoma chemicznymi i dwoma fizycznymi). Żeby ustalić przydatność popiołu jako bezpiecznego składnika betonu, z punktu widzenia ochrony radiologicznej, dokonano również oceny ich poziomu promieniotwórczości naturalnej.

W rozdziałach 6. i 7. opisano przeprowadzone badania doświadczalne wraz z uzyskanymi wynikami. W Roz. 6. przedstawiono makroskopowe analizy

odporności na pękanie betonów wykonane dla wszystkich modeli pękania, po czym dla każdego kompozytu ustalono uogólnioną odporność na pękanie. Dopełnieniem eksperymentalnej oceny procesów pękania były badania mikrostrukturalne przedstawione w Roz. 7. W ich trakcie dokonano pomiaru szerokości pęknięć występujących w strefie interfejsów kruszywa grubego z matrycą – z użyciem mikroskopu skaningowego, oraz zbadano nanotwardość ITZ – przy pomocy wglębnika Berkovicha.

Wszechstronna analiza procesów pękania, w materiałach pracujących w złożonych stanach naprężeń, wymaga komparacji wyników uzyskanych w badaniach eksperymentalnych z rezultatami otrzymanymi na podstawie modelowania teoretycznego lub numerycznego. W tym celu zbudowano trzy nowe modele numeryczne (jeden płaski i dwa przestrzenne), z których każdy odnosił się: do warunków geometrycznych, schematu statycznego i schematu obciążenia próbek wykorzystanych podczas eksperymentów. Pełny proces modelowania numerycznego opisano w Roz. 8. Symulacje przeprowadzono w programie Abaqus 6.13. z wykorzystaniem konwencjonalnej MES, oraz rozszerzonej XFEM.

Rozdziały 9. i 10. są zarówno podsumowaniem tematu jak również zawierają uwagi i wnioski, oraz wskazówki do praktycznego wykorzystania wyników z przeprowadzonych badań. Ostatnie punkty pracy wskazują, że podjęta tematyka monografii ma oprócz charakteru naukowego również aspekt użytkowy.

We wszystkich punktach pracy – w których odnoszono się do mikrostruktury popiołów lotnych i betonów z tymi dodatkami – prezentowane treści starano się poprzeć obrazami materiałów widocznymi na zdjęciach skaningowych. W związku z tym monografia jest bogato ilustrowana fotografiami pochodzącymi ze zbiorów autora, które pokazują z dużym powiększeniem, struktury krzemionkowych popiołów lotnych i betonów ze modyfikowaną matrycą cementową.



## 2. Popioły lotne i ich zastosowanie w nowoczesnych kompozytach betonowych

### 2.1. Współczesne kierunki rozwoju betonów cementowych

Od momentu opatentowania przez Josepha Aspidina w 1824 r. produkcji sztucznego spoiwa, jakim jest cement portlandzki, beton niedługo potem został najczęściej stosowanym materiałem wytwarzanym przez człowieka. Postęp w jego światowej produkcji stał się na tyle znaczący, że obecnie na 1 mieszkańca Ziemi przypada rocznie ponad  $1\text{m}^3$  (objętościowo) i 2,5 tony (wagowo) betonu. Beton, którego produkcja wynosi około 10 mld t/r. jest głównym materiałem cywilizacyjnym, kilkakrotnie wyprzedzając drewno (3,5 mld t/r.) oraz stal (1,3 mld t/r.) [59]. Znamionym jest również fakt wzrostu produkcji cementu portlandzkiego, będącego głównym spoiwem w betonie, z kilkudziesięciu ton w roku 1824 do 3,6 miliarda ton w roku 2011 [51]. Wg autorów pracy [163] o sukcesie tego materiału jako tworzywa budowlanego decyduje przede wszystkim:

- możliwość wykonywania w sensie konstrukcyjnym różnych klas obiektów,
- swoboda przestrzennego kształtowania konstrukcji,
- możliwość uprzemysłowienia robót budowlanych,
- podatność materiału na modyfikacje regulujące jego cechy technologiczne i mechaniczne.

Obiekty budowlane, wykonane z betonu, skutecznie chronią przed deszczem, wilgocią, hałasem, zimnem, czy wahaniami temperatury [104]. Kolejnym, istotnym czynnikiem decydującym o tak znaczącej roli betonu jako materiału konstrukcyjnego są również niskie nakłady energii potrzebne do jego wytworzenia w porównaniu z innymi powszechnie stosowanymi materiałami budowlanymi. Wg pracy [134] niezbędna ilość energii wymagana do wykonania kompozytu o matrycy cementowej jest trzykrotnie niższa w stosunku do szkła okiennego, oraz odpowiednio 20 i 30 krotnie niższa w porównaniu ze stalą i aluminium.

Mimo iż beton jest materiałem bardzo starym z przeszłością sięgającą około 8000 lat, to jego skład, właściwości i parametry nadal podlegają i z pewnością będą podlegać: zmianom, ulepszeniom i unowocześnieniom.

Z. Jamroży [160] przedstawiając historię rozwoju betonu, w której wyróżnił 7 etapów przewiduje, że właściwości betonów nowej generacji, które są i będą wytwarzane w ostatnim etapie po roku 2010 będą uzyskiwane głównie dzięki:

- produkcji cementów wysokich klas (do 100 MPa), głównie hutniczych (CEM III) i pucolanowych (CEM IV) a także cementów grupy CEM II z poszerzoną ilością odmian oraz cementów specjalnych,
- opracowaniu technologii korzystniejszych właściwości strefy stykowej zaczynu z ziarnami kruszywa (może przez wzbudzenie chemicznego ich wiązania ze sobą),
- szerszego wdrożenia kruszyw ziarnowych lekkich,

- powszechnego stosowania domieszek o różnym sposobie i zakresie działania, ale głównie upłynniających mieszankę betonową, oraz uszczelniających strukturę betonu (kamienia cementowego w betonie),
- udoskonaleniu preparatów hydrofobowych i powłokowych do podwyższania trwałości konstrukcji z betonu,
- stosowaniu, w celu zwiększenia ochrony stali zbrojeniowej w betonie (żelbet), migrujących inhibitorów korozji, ale tańszych niż obecnie,
- projektowaniu składu betonu z uwzględnieniem przyjętej trwałości.

Na rozwój technologii betonu o coraz wyższych wytrzymałościach zwrócił uwagę S. Kajfasz [173] twierdząc, podobnie jak Z. Jamroży, że będzie to możliwe dzięki: stosowaniu cementów coraz wyższych klas, skutecznym zagęszczaniu mieszanki betonowej wykonywanej przy użyciu niewielkiej ilości wody zarobowej, użyciu superplastyfikatorów, oraz osiągnięciu wczesnej wytrzymałości betonu przyspieszającej postęp robót. Nacisk w rozwoju betonów najnowszej generacji położony zostanie zatem na wytwarzanie kompozytów zarówno o wysokiej wytrzymałości jak i wysokiej trwałości [86], a celami do osiągnięcia postępów w tym rozwoju byłyby:

- w coraz szerszym zakresie modyfikacja struktury betonu dodatkami mineralnymi i domieszkami chemicznymi,
- dalszy intensywny rozwój w dziedzinie inżynierii materiałów budowlanych.

Również wg L. Kucharskiej [191] i L. Czarneckiego [58] postęp w technologii betonów był, jest i będzie inspirowany osiągnięciami nauki o materiałach. Rozwój ten będzie ewaluował głównie w kierunku poznania i modyfikacji struktury nowoczesnych kompozytów betonowych na poziomie mikro- i nanoskali [58]. Będzie to możliwe do zrealizowania wskutek m.in. ciągłego rozwoju techniki mikroskopowej. Możliwości nowoczesnych mikroskopów powodują, że w trakcie badań sięga się do coraz bardziej zawężonego pola obserwacji, uzyskując, dzięki zastosowaniu silniejszych powiększeń, bardziej szczegółowe informacje o budowie materiałów [55]. Już obecnie dzięki wykorzystaniu mikroskopii sił atomowych wiadomo, że struktura matrycy cementowej złożona z żelu C-S-H, którego cząstki mają powierzchnię  $60 \times 30 \text{ nm}^2$  i grubość 5 nm, tworzy mocną więźbę w betonie, stąd można powiedzieć, że beton jest powszechnie spotykanym specyficznym materiałem, opartym na nanocząstkach [252].

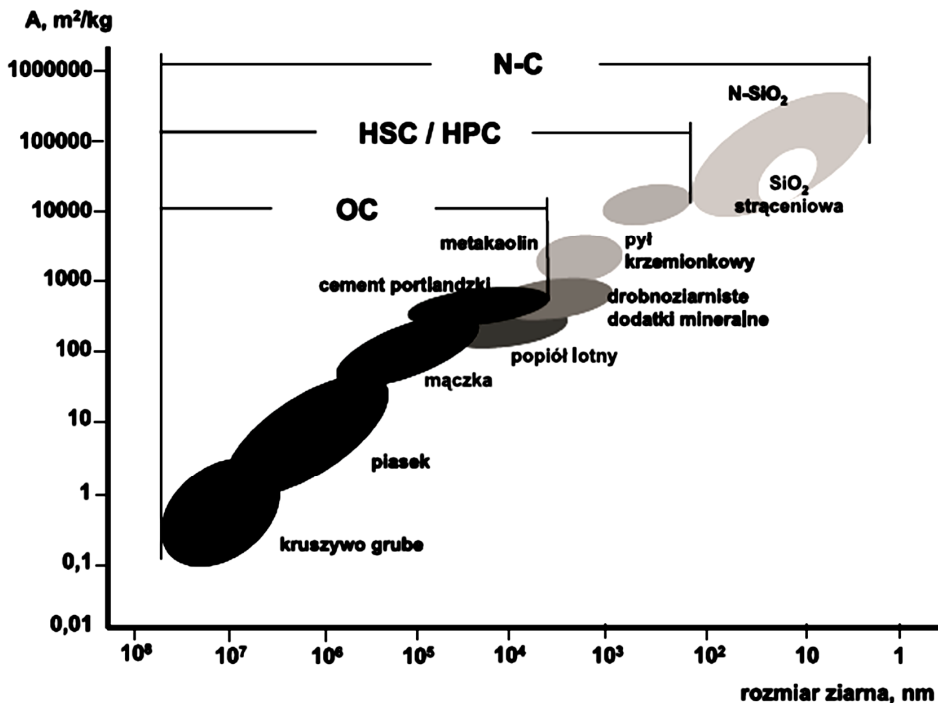
Wg pracy [167] nanomodyfikacja będzie stanowiła dominującą drogę rozwoju nowoczesnych materiałów budowlanych. W przyszłości może ona zrewolucjonizować przemysł budowlany, umożliwiając dostosowywanie struktury i właściwości kompozytów na bazie cementu, poprzez optymalny dobór nanocząstek, skutecznie modyfikujących ich strukturę, pod kątem np. zwiększenia wytrzymałości mechanicznej [167].

Podstawowe koncepcje dotyczące nanomodyfikacji betonu (nanomodyfikacja prosta i złożona), przedstawił L. Czarnecki w pracy [58]. Wg zawartych tam informacji osiągnięcie kompozytów o coraz większej wytrzymałości, trwało-

ści i odporności na kruche uszkodzenia, możliwe jest dzięki wprowadzeniu do mikrostruktury betonu niereaktywnych bądź reaktywnych nanocząstek w postaci np.: popiołów lotnych, pyłów krzemionkowych i mikrowłókien, krzemionki strąceniowej lub nanokrzemionki. Nanomodyfikacja materiałów budowlanych wg L. Czarneckiego [58], uzasadnia nie tylko szansę na uzyskiwanie trwałych i niezawodnych kompozytów, ale również dalszy rozwój technologii betonu. Autor pracy [58] konstatuje również, że problemy inżynierskie już od dawna obserwuje się na poziomie skali makro, natomiast ich uzasadnienia a nawet rozwiązania dostępne są w mikro- bądź nawet nanoskali. Interesującym i efektywnym wykorzystaniem nanotechnologii, w technologii prefabrykacji betonowej, jest stosowanie nanodomieszek C-S-H, które zapewniają przyspieszenie hydratacji cementu, zwłaszcza w pierwszych 12 godzinach dojrzewania betonu [46, 300]. Zastosowanie nanodomieszek przy wykonywaniu elementów prefabrykowanych jest korzystne z wielu powodów, do których zaliczyć można m.in.: znaczne przyspieszenie wczesnej wytrzymałości zarówno na ściskanie jak i rozciąganie; skrócenie lub wyeliminowanie obróbki cieplnej; lepsze wykorzystanie zdolności produkcyjnych zakładu prefabrykacji; przyspieszenie cyklu produkcyjnego (szybsza rotacja, nawet dwu- lub trzykrotna); lepsze wykorzystanie szalunków dzięki, wcześniejszemu rozdeskowaniu elementów; większa wydajność procesów; mniejsze zużycie energii; optymalizacja materiałów; minimalizacja wymaganej ilości cementu; optymalizacja wykorzystania materiałów wiążących, dzięki użyciu cementów niższej klasy, zawierających mniej klinkieru lub zwiększenie zastosowania dodatków mineralnych (kamień wapienny, popioły lotne, żużel); zmniejszenie ryzyka opóźnionego tworzenia się etryngitu; zwiększenie trwałości betonu [300].

Dotychczasowy rozwój technologii betonu (Rys. 2.1.) pokazuje, że jednocześnie ze zmniejszaniem wskaźnika wodno-cementowego, dzięki stosowaniu różnych upłynniaczy, następuje interwencja technologiczna na coraz subtelniejszym poziomie. Wg autorów prac [59, 66] miernikiem tych zmian może być minimalna wielkość ziarna kruszywa  $D$  oraz dodatków mineralnych o coraz mniejszych rozmiarach, które wyznaczają zakres pozyskiwania różnych odmian betonu: betony zwykłe, betony wysokiej wytrzymałości, nanobetony. Wg Rys. 2.1. wielkości ziaren stosowanych wypełniaczy do betonu kształtują się na następującym poziomie:  $D = 150000$  nm – piasek, 40000 nm – mączka piaskowa, 5000 nm – popiół lotny, 200 nm – pył krzemionkowy, 50 nm – krzemionka strąceniowa, 5 nm – nanokrzemionka.

Zastosowanie jako dodatków do betonu aktywnych i drobnych mikrowypełniaczy wpisuje się nie tylko w tendencje do podnoszenia parametrów wytrzymałościowych tego materiału, ale również do zapewnienia mu odpowiedniej trwałości, która obok bezpieczeństwa i użyteczności, jest uznawana jako jeden z trzech filarów niezawodności konstrukcji [6].



Rys. 2.1. Powierzchnia właściwa w zależności od wielkości ziarna: OC – beton zwykły; HSC – beton wysokiej wytrzymałości, HPC – beton wysokiej użyteczności, N-C – nanobeton [58,65]

Wg prac [40, 43, 108] trwałość określana jest jako zdolność konstrukcji do spełniania minimum swojej funkcji, przez okres planowanego użytkowania i w przewidzianych warunkach, bez ponoszenia nadmiernych kosztów napraw i konserwacji. Trwałość betonu rozumiana jest zatem jako odporność na destrukcyjne oddziaływania czynników fizycznych, fizykochemicznych i chemicznych w określonym czasie [226]. Z. Ściślewki [345] podaje, że za pomocą trwałości elementów składowych budynku można: wyznaczyć niezawodność eksploatacyjną, prognozować naprawy i remonty budynku; natomiast M. Król [187] twierdzi, że trwałość jest zachowana, jeżeli w założonym czasie eksploatacji obiekt spełnia swoje funkcje w zakresie użyteczności, nośności i stateczności; przy czym właściwości użytkowe nie powinny być obniżone poniżej poziomu akceptowalnego społecznie.

Wg J. Małolepszego [218] o trwałości betonu decyduje szereg czynników do których można zaliczyć:

- właściwy dobór składników,
- prawidłową technologię,
- pielęgnację i czas dojrzewania,

- oddziaływanie środowisk korozyjnych,
- obciążenia mechaniczne stałe i zmienne,
- konserwację.

Trwałość konstrukcji szczególnego znaczenia nabiera w elementach żelbetonowych, gdyż tam może ona zostać gwałtownie obniżona w wyniku rozwoju elektrochemicznych procesów korozyjnych zbrojenia, wywołanych oddziaływaniem środowiska [406]. W przypadku konstrukcji żelbetonowych miarą trwałości jest zatem okres penetracji substancji agresywnych przez otulenie betonowe [178].

W celu zapewnienia konstrukcji odpowiedniej trwałości powinno się brać pod uwagę ewentualne oddziaływanie czynników szkodliwych na beton, już na etapie projektowania, uwzględniając przy tym w sposób holistyczny wpływ różnych parametrów i właściwości betonu decydujących o jego trwałości [346]. Koncepcja ta znajduje odzwierciedlenie w nowym podejściu do projektowania konstrukcji określanym jako zintegrowane projektowanie na okres użytkowania [6]. W praktyce wyraża się ono wielopłaszczyznowym projektowaniem uwzględniającym:

- różne aspekty projektowania (funkcjonalno-konstrukcyjne, trwałościowe, środowiskowe, ekonomiczne, socjo-kulturowe),
- kolejne fazy użytkowania, przez cały projektowy okres użytkowania, czyli od pozyskania i produkcji materiałów lub elementów przez wznoszenie, użytkowanie i konserwację, do rozbiórki, recyklingu i utylizacji odpadów,
- różne poziomy optymalizacji (materiały, składniki, elementy, całe konstrukcje).

Na podstawie danych literaturowych i własnych koncepcji M. A. Glinicki [108] przedstawił nowatorskie rozwiązania projektowania betonów z uwagi na trwałość obejmujące m.in. możliwość określania trwałości betonu w środowisku agresji chlorków i karbonatyzacji, na podstawie wskaźników określających przenikanie gazów i cieczy przez beton, do których zaliczono: efektywny i pozorny współczynnik dyfuzji chlorków, współczynnik wodo i gazo przepuszczalności, porowatość otwartą.

Innym sposobem zapewnienia konstrukcji wymaganej trwałości jest branie pod uwagę na etapie jej projektowania koncepcji uwzględniającej półprobabilistyczną metodę stanów granicznych z częściowymi współczynnikami bezpieczeństwa. Takie podejście do projektowania umożliwia uwzględnienie różnych aspektów decydujących o trwałości, np.: znaczenia budowli i konsekwencji wystąpienia stanu granicznego, jakości projektowania i wymiarowania, jakości wykonawstwa i kontroli na budowie, właściwości warunków panujących wewnątrz i na zewnątrz budowli oraz sposobu użytkowania i przewidywanej jakości utrzymywania budowli [40]. Szczegółowo koncepcję projektowania konstrukcji z uwzględnieniem półprobabilistycznej metody stanów granicznych przedstawiono w [40], natomiast w pracy [43] omówiono inne efektywne i ekonomiczne kierunki i metody zapewnienia trwałości w konstrukcjach betonowych. Wg autorów publikacji synonimem trwałości jest przepuszczalność,

której zredukowanie można osiągnąć bez ponoszenia nadmiernych kosztów poprzez [43]:

- zastąpienie części cementu popiołem lotnym lub żużlem,
- oziębieniem mieszanki przy betonowaniu masywnych elementów,
- użycie pyłu krzemionkowego i superplastyfikatora,
- zwiększenie grubości otuliny do 15 mm.

W nawiązaniu do pierwszej z powyżej przytoczonych metod, możliwości podniesienia trwałości betonu, poprzez zastosowanie w składzie cementu hydraulicznych bądź pucolanowych dodatków mineralnych, przedstawił w swojej pracy W. Kurdowski [194]. Modyfikacja składu spoiwa aktywnymi wypełniaczami, do których zalicza się głównie żużle wielkopieczowe i popioły lotne, sprawia, że w zaczynie cementowym znajduje się mniej podatnego na korozję CH, natomiast zwiększa się ilość żelowej fazy C-S-H o obniżonym stosunku molowym C/S. Niska wartość C/S powoduje, że wzrasta wytrzymałość fazy C-S-H, osiągając największe wartości, gdy iloraz C/S wynosi około 1 [197]. Dodatkowo zmianie ulega również porowatość zaczynu, w którym spada udział porów kapilarnych, a rośnie udział porów żelowych, o wymiarach mniejszych od 2 nm. Dzięki zmianie porowatości materiału i wzroście fazy żelowej C-S-H maleje przepuszczalność betonu a tym samym rośnie jego odporność na wnikanie niekorzystnych substancji mogących powodować korozję [108]. Korzystne mechanizmy działania dodatków mineralnych w strukturze betonu oparte są o trzy hipotezy [194]:

- obniżenie przepuszczalności, które zmniejsza efektywne współczynniki dyfuzji jonów,
- wiązanie alkaliów i CH w reakcji pucolanowej,
- równomierne rozmieszczenie CH w zaczynie.

W celu zabezpieczenia betonu przed działaniem środowisk agresywnych, a tym samym podniesieniem jego trwałości, skład i budowa zaczynu powinna się charakteryzować [194]:

- z punktu widzenia składu fazowego: brakiem CH, bardzo małą zawartością uwodnionych glinianów wapniowych, dużą ilością fazy C-S-H o niskim stosunku C/S,
- pod względem składu chemicznego: małą zawartością rozpuszczalnych w wodzie związków sodu i potasu, przy czym znacznie mniej korzystny jest sól,
- z uwagi na teksturę: małą porowatością, przy niewielkiej zawartości dużych porów kapilarnych, szczególnie większych od 50 nm.

Innym sposobem poprawy trwałości betonu poddanego oddziaływaniu środowisk agresywnych chemicznie może być modyfikacja jego początkowej struktury poprzez odpowiedni dobór kruszywa grubego. W. G. Piasta we wnioskach zawartych w pracy [275] stwierdza, że poprawę trwałości betonu w warunkach oddziaływania korozji siarczanowej uzyskuje się poprzez zastosowanie jako wypełniacza kruszyw i pyłów wapiennych. Inkluzje pochodzenia węglanowego

są reaktywne w stosunku do faz glinianowych zaczynu, w przeciwieństwie np. do niereaktywnych kruszyw granitowych. W wyniku reakcji chemicznych tworzy się węglanoglinian wapna i przez to w środowisku agresji siarczanowej powstaje mniej ekspansywnych faz siarczanowych (etryngit, monosiarczan) niż w betonie z kruszywem nieaktywnym [275].

Trwałość konstrukcji łączy się bezpośrednio z ważnym aspektem rozwoju cywilizacji – ze zrównoważonym rozwojem [40, 108]. O wysokiej randze koncepcji budowania wg zasad zrównoważonego rozwoju świadczy fakt, iż temat ten, został ustanowiony jednym ze stałych działów wiodących na łamach czasopisma „Materiały Budowlane” poczynając od numeru pierwszego w 2010 r. Do tej pory ukazało się w tym cyklu kilkanaście artykułów. Pierwsze publikacje miały na celu przedstawienie głównych postulatów dotyczących budownictwa zrównoważonego, oraz jego zasad ogólnych [62, 63]. W konsekwencji w pracy [64] autorzy stwierdzili, że można postawić duży znak równości pomiędzy budownictwem przyszłości a budownictwem zrównoważonym, którego zasadniczym przesłaniem jest osiągnięcie takiej sytuacji, aby utrzymując rozwój gospodarczy zmniejszyć istotnie negatywne oddziaływanie na środowisko prawie nie zwiększając zużycia materii, tzn. energii i masy [64].

Wg [59] rozwój zrównoważony jest rozwojem, który gwarantuje zaspokojenie potrzeb obecnych pokoleń bez ograniczania możliwości zaspokojenia potrzeb przyszłych pokoleń.

Pojęcie zrównoważonego rozwoju stanowi przesłankę, która przenika obszar badawczy i gospodarczy i można sądzić, że będzie wyrażała megatrend XXI wieku – również w budownictwie. Z realizacją tej idei wiąże się rozwiązanie jednego z największych problemów cywilizacyjnych – zagospodarowania odpadów, w tym „design for recykling”, DFR – projektowanie dla recyklicacji [59].

Mając zatem na uwadze aktualne potrzeby rynku i społeczeństwa Europy przewiduje się, że obecne koncepcje technologiczne w zakresie przemysłu cementowego i betonowego nastawione będą głównie na rozwój [108]:

- betonów technicznie wysokowartościowych charakteryzujących się wysoką trwałością w kontakcie ze środowiskami agresywnymi, które byłyby projektowane w oparciu o modele mikrostrukturalne i mechaniczne,
- betonów „przyjaznych dla środowiska” o cechach takich jak: niska energochłonność produkcji, niska emisja szkodliwych związków do atmosfery, możliwość zagospodarowania odpadów przemysłowych, immobilizacja związków toksycznych zawartych w odpadach,
- betonów „przyjaznych dla ludzi” umożliwiających: poprawę warunków pracy, eliminację prostych czynności na budowie, cichych, estetycznych.

W kontekście powyższych koncepcji, szczególnie ważne, z punktu widzenia zrównoważonego rozwoju, jest wykonywanie w coraz większym zakresie betonów „przyjaznych dla środowiska”. W literaturze można znaleźć prace, np. [251], z których treści wynika, że produkcja betonu i on sam jako materiał

nie wpływają negatywnie na środowisko naturalne. Z punktu widzenia możliwości zastosowania kruszywa z recyklingu jako substytutu wypełniacza w betonie, czy potwierdzonych wieloma badaniami właściwości immobilizacyjnych matrycy cementowej [105] można uznać, że materiał ten w swojej tradycyjnej postaci w istocie jest proekologiczny.

Obecnie światowa produkcja betonu pochłania rocznie 20 mld ton kruszywa, 800 mln m<sup>3</sup> wody oraz 500 mld MJ energii. Powyższe dane wskazują, że beton nie jest szczególnie przyjazny dla środowiska, a jego wytwarzanie nie jest zgodne z wymogami zrównoważonego rozwoju [224].

W wyniku wytwarzania cementu portlandzkiego przedostaje się do atmosfery od 5 do 7% światowej emisji CO<sub>2</sub> [65], a produkcja jednej tony tego spoiwa emituje wg różnych źródeł od 0,8 do 1,0 tony CO<sub>2</sub> [8, 29, 241]. Państwem, które produkuje rocznie najwięcej cementu (57,3% całkowitej produkcji światowej) [51], a tym samym emituje najwięcej CO<sub>2</sub> do atmosfery (22% globalnej emisji) [29] są Chiny. W Polsce następuje sukcesywna redukcja emisji CO<sub>2</sub> powstającego w procesach wytwórczych cementu i klinkieru. Wskaźniki te w 2008 r. wynosiły odpowiednio: 0,631 tony CO<sub>2</sub> na tonę cementu i 0,865 tony CO<sub>2</sub> na tonę klinkieru co stanowiło spadek w stosunku do danych z 1998 r. o 28% [69].

Ograniczenie niekorzystnego procesu, wynikającego ze specyfiki produkcji cementów portlandzkich, mogłoby spowodować częściowe zastąpienie klinkieru portlandzkiego innymi spoiwami i dodatkami mineralnymi, np. popiołami lotnymi bądź żużłami wielkopiecowymi. W pracach [182, 224] przedstawiono środowiskowe aspekty betonu, podkreślając, m.in.: ekologiczny wymiar udziału popiołu lotnego, pyłu krzemionkowego i granulowanego żużla wielkopiecowego w składzie tego kompozytu.

Ponadto istotą bieżących i przyszłych działań, w kwestii wykonywania betonów przyjaznych dla środowiska, powinno być dążenie do minimalizacji niekorzystnych wpływów związanych z produkcją tego materiału w całym okresie od powstania do likwidacji konstrukcji [7]. Do oceny środowiskowego oddziaływania betonu można zastosować innowacyjną metodę analizy cyklu życia produktu, która służy do kompleksowego porównania różnych opcji produkcyjnych; projektowych i technicznych, dotyczących jakichkolwiek produktów. Narzędziem takiej oceny są wskaźniki oddziaływania środowiskowego, które ustala się w odniesieniu do tzw. cyklu życia. Dla elementów betonowych ogólnymi wskaźnikami oddziaływania środowiskowego są: emisja CO<sub>2</sub> i zużycie energii, natomiast do wskaźników szczegółowych zalicza się: zawartość klinkieru, zużycie spoiwa i lokalnych kruszyw, wymywalność, recykling i inne [108]. W pracy [108] przedstawiono przykład szacujący zużycie energii i wielkość emisji CO<sub>2</sub> dla trzech różnych mieszanek betonowych wykonanych na bazie czystego cementu CEM I i cementów z dodatkiem żużli oraz popiołów lotnych. Z przedstawionych symulacji wynika jednoznacznie, że w przypadku zastosowania do wykonania tego samego elementu betonowego spoiwa mieszanego możliwe jest uzyskanie ograniczenia: zużycia energii i emisji CO<sub>2</sub> o około 30%.



Wyraźne korzyści związane z ograniczeniem zanieczyszczenia atmosfery CO<sub>2</sub>, w przypadku zastosowania cementów z dodatkami mineralnymi, opisano również w pracy [241]. Z przedstawionych tam analiz wynika, że emisja CO<sub>2</sub> obniża się prawie liniowo wraz z zawartością pozostałych głównych składników cementu takich jak: popiół lotny, żużel wielkopiecowy i kamień wapienny [241].

Również wg [30] jednym z głównych czynników napędowych zmian w podejściu do nowoczesnej technologii betonu będzie położenie nacisku na zrównoważony rozwój w tej dziedzinie przemysłu. W odniesieniu do cementu portlandzkiego byłyby to rozwiązania wariantowe polegające na oszczędności energii w wyniku stosowania paliw alternatywnych bądź wymienników ciepła. Dodatkowe kierunki rozwoju związane byłyby ze zmianą składu klinkieru i cementu czego przykładem są: cementy belitowe, siarczanowo-glinianowe, oraz z dużym udziałem pucolan tzn. żużli i popiołów lotnych [30].

Wg Z. Giergicznego [96] obecne proekologiczne trendy rozwojowe w zakresie spoiw budowlanych zmierzają w kierunku:

- poszukiwania nowych, efektywnych dodatków mineralnych do cementu (betonu),
- wprowadzenia do aktualnej normy cementowej EN 197-1 nowej grupy cementów wieloskładnikowych, oznaczonej symbolem „CEM X”,
- opracowania alternatywnych technologii wytwarzania spoiw budowlanych w stosunku do tradycyjnych cementów, opartych na klinkierze portlandzkim: celitcement, cement magnezjowy (novacem), cement belitowo-siarczanoglinianowy, spoiwa aktywowane alkaicznie (geopolimery).

Zmiany, wynikające z coraz częstszego stosowania w technologii betonu cementów hybrydowych, opartych o wykorzystanie dodatków mineralnych, będących ubocznymi produktami innych procesów przemysłowych [224], wpływają nie tylko korzystnie na ograniczenie emisji CO<sub>2</sub> [318], ale leżą również u podstaw koncepcji tzw. „zielonego betonu” [8, 9]. Konstrukcje wykonane z „zielonego betonu” to konstrukcje zrównoważone środowiskowo zbudowane w taki sposób, że całkowity wpływ na środowisko podczas pełnego cyklu istnienia, włączając w to okres użytkowania jest zredukowany do minimum. To oznacza, że konstrukcja powinna być zaprojektowana i wykonana tak, aby była dostosowana do przeznaczenia obiektu, czyli do określonego czasu użytkowania, obciążeń, wpływu na środowisko, strategii utrzymania, potrzeby ogrzewania itp. Beton, stosowany w takich konstrukcjach, musi spełniać wymagania dotyczące wytrzymałości, trwałości, a także np. pojemności cieplnej; jego składniki powinny być pozyskiwane, produkowane i stosowane w sposób przyjazny dla środowiska [8, 167]. P. C. Aitcin w swoim artykule opublikowanym na progu nowego milenium [5], w którym odniósł się do przeszłości przemysłu cementowego i betonowego, oraz przedstawił przewidywania i wyzwania na przyszłość stwierdził bardzo zdecydowanie i jednoznacznie, że głównym betonem stosowanym w przyszłości będzie „beton zielony”: ”The concrete of tomorrow will be GREEN, GREEN AND GREEN”[5].

Kompozyty z dodatkiem popiołów lotnych można z pewnością zaliczyć do grupy „zielonych betonów”. Spełniają one wszystkie postawione wyżej cele odnoszące się do rozwoju i stosowania nowoczesnych betonów cementowych dotyczące m.in.: wytrzymałości, trwałości i zrównoważonego rozwoju. W związku tym jest wielce prawdopodobne, że tak jak obecnie również w przyszłości betony z dodatkiem popiołów lotnych będą materiałami stosowanymi powszechnie w konstrukcjach budowlanych.

## 2.2. Definicje, klasyfikacja i charakterystyka popiołów lotnych

### 2.2.1. Definicje popiołów lotnych

W ogólnym pojęciu popioły lotne są to uboczne produkty spalania, które z uwagi na wysoki stopień rozdrobnienia są porywane przez strumień gazów odlotowych, a następnie wyłapywane w sposób mechaniczny lub elektrostatyczny przez specjalne filtry, najczęściej elektrofiltry lub filtry workowe [22]. Zasadniczy podział popiołów lotnych dotyczy rodzaju paleniska, w jakim powstają.

Wyróżnia się:

- popioły lotne z konwencjonalnych palenisk pyłowych,
- popioły lotne z kotłów z warstwą fluidyzacyjną.

Klasyfikacje i wskazówki dotyczące stosowania popiołów lotnych w technologii materiałów budowlanych, jak również definicje opisujące pochodzenie, ogólny skład chemiczny i morfologię ziaren popiołów, zostały szczegółowo przedstawione w kilku normach.

Wymagania stawiane popiołom lotnym, stosowanym jako składnik cementu, zawarte są w normie PN-EN 197-1 [288], natomiast wymagania dla popiołu użytego jako dodatek do betonu określa norma PN-EN 450-1 [290]. Zasady stosowania popiołu w produkcji betonu zostały podane w PN-EN 206 [287].

Wg zapisów normy PN-EN 197-1 [288] definicja popiołu lotnego jest następująca: *„Popiół lotny jest otrzymywany przez elektrostatyczne lub mechaniczne osadzanie pylistych cząstek spalin z palenisk opalanych pyłem węglowym. Popiół otrzymywany innymi metodami nie powinien być stosowany w cemencie zgodnie z niniejszą PN-EN 197-1. Popiół lotny może być z natury krzemionkowy lub wapienny. Pierwszy wykazuje właściwości pucolanowe; drugi może wykazywać dodatkowo właściwości hydrauliczne”*.

W normie [288] powyższe dwa główne rodzaje popiołów opisywane są jako: *„Popiół lotny krzemionkowy (V) jest to bardzo drobny pył, złożony głównie z kulistych cząstek, mający właściwości pucolanowe. Składa się zasadniczo z reaktywnego dwutlenku krzemu ( $\text{SiO}_2$ ) i tlenku glinu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Pozostałość zawiera tlenek żelaza ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) i inne związki”*.

„Popiół lotny wapienny (W) jest to bardzo drobny pył, mający właściwości hydrauliczne i/lub pucolanowe. Składa się zasadniczo z reaktywnego tlenku wapnia ( $\text{CaO}$ ), reaktywnego dwutlenku krzemu ( $\text{SiO}_2$ ) i tlenku glinu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Pozostałość zawiera tlenek żelaza ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) i inne związki”.

Zgodnie z definicją podaną w normie [290] popiół lotny jest to: „Drobno uziarniony pył, składający się głównie z kulistych, zeszkliwionych ziaren, otrzymywany przy spalaniu pyłu węglowego, przy udziale lub bez udziału materiałów współpalnych, wskazujący właściwości pucolanowe i zawierający przede wszystkim  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , przy czym zawartość reaktywnego  $\text{SiO}_2$ , określona i opisana w EN 197-1, wynosi co najmniej 25% masy”.

„Popiół lotny jest otrzymywany przez elektrostatyczne lub mechaniczne wytrącanie pylastych cząstek z gazów odlotowych z palenisk opalanych pyłem węglowym przy udziale lub bez udziału materiałów współpalnych”.

Definicje i podziały popiołów lotnych jako dodatków do cementu i betonu wykazują pewne rozbieżności przy porównaniu zapisów obecnie obowiązujących norm [288] i [290]. Obie normy przedstawiają zgodnie taki sam sposób pozyskiwania popiołów, oraz zwracają uwagę na ich drobne uziarnienie i kulisty kształt. W normie [288] podany jest wyraźny podział na popioły lotne: krzemionkowe i wapienne podczas gdy w normie [290] nie ma wyszczególnionych żadnych klasyfikacji. Są natomiast podane informacje o możliwości pozyskiwania tych materiałów w procesach spalania pyłu węglowego przy udziale materiałów współpalnych. Zapis ten sprawia, że obecnie popioły lotne mogą być wynikiem spalania:

- tylko pyłu węglowego,
- pyłu węglowego łącznie z materiałami współpalnymi.

Do pierwszej z wyżej wymienionych grup zalicza się popioły lotne, które powstają przy spalaniu węgla kamiennego lub brunatnego w paleniskach pyłowych. Węgiel przeznaczony do spalania jest wcześniej mielony w młynach na specjalnie przygotowany pył o różnej granulacji zależnie od gatunku węgla. Węgiel kamienny spala się najekonomiczniej wówczas, gdy 95% cząstek ma wymiary poniżej 20  $\mu\text{m}$ . Węgiel brunatny wymaga nieco grubszego przemiału: cząstek poniżej 200  $\mu\text{m}$  – od 78 do 90% [97].

Pył węglowy wprowadzany jest do komory spalania, gdzie pod wpływem wysokiej temperatury część palna ulega spalaniu. Części niepalne węgla będące mieszaniną substancji mineralnych ulegają przemianom fazowym i chemicznym. Ponad 80% masy części niepalnych opuszcza palenisko wraz z gazami spalinowymi w postaci popiołów lotnych, które są wytrącane: głównie elektrostatycznie (w elektrofiltrach), niekiedy mechanicznie (np. przez filtry tkaninowe) [89, 135]. Pozostała część popiołów pozostaje w komorze spalania, tworząc spieki zwane popiołami rusztowymi [135]. Szczegółowo schemat technologiczny spalania węgla w elektrowni przedstawiono w pracy [98].

## 2.2.2. Klasyfikacja i kategoryzacja popiołów lotnych

Klasyfikacje popiołów lotnych będących wynikiem spalania pyłu węglowego można przeprowadzić wg różnych kryteriów uwzględniając ich [100]:

- skład chemiczny,
- zawartość substancji amorficznej i krystalicznych składników mineralnych,
- uziarnienie (miałkość, pozostałość na sicie),
- gęstość nasypową w stanie luźnym,
- zawartość niespalonego węgla (straty prażenia).

Jak już wspomniano powyżej norma PN-EN 197-1 [288] klasyfikuje popioły lotne na dwa rodzaje:

- krzemionkowe, oznaczone symbolem V,
- wapienne, oznaczone symbolem W.

W zależności od zawartości podstawowych składników, tzn.:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{SO}_3$  wyróżnia się następujące rodzaje popiołów lotnych [98, 135]:

- krzemianowo – glinianowe, gdy  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 \geq 2,0$  i  $\text{CaO} \leq 15\%$ ,
- glinianowo – krzemianowe, gdy  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 < 2,0$ ;  $\text{CaO} \leq 15\%$ ;  $\text{SO}_3 \leq 3\%$ ;
- siarczanowo – wapniowe, gdy  $\text{CaO} > 15\%$  i  $\text{SO}_3 > 3\%$ .

Podziały popiołów lotnych w zależności od ich składu chemicznego zostały również zawarte w normach, np. [15, 36].

Tab. 2.1. Klasyfikacja popiołów lotnych wg ASTM C 618-03 [15]

Klasa popiołów	Typ węgla	$\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ [%]	CaO [%]	$\text{SO}_3$ [%]
F	kamienny	$\geq 70,0$	-	$\leq 5,0$
C	brunatny	$\geq 50,0$	$\geq 10,0$	$\leq 5,0$

Norma amerykańska [15] wprowadza podział popiołów na dwie klasy w zależności od sumy tlenków:  $\text{SiO}_2+\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3$ , oraz zawartości  $\text{CaO}$  i  $\text{SO}_3$  w popiołach. Klasa F obejmuje popioły lotne niskowapniowe, natomiast klasa C wysokowapniowe (Tab. 2.1). W normie [15] podane są również ograniczenia procentowe dotyczące zawartości innych tlenków, np.:  $\text{MgO}$  i  $\text{Na}_2\text{O}$ , oraz strat prażenia.

Polska norma [36] dzieli popioły lotne na trzy rodzaje: krzemionkowe, glinowe i wapniowe, uwzględniając przy tym zawartość podstawowych tlenków w popiołach (Tab.2.2).

Do grupy popiołów lotnych powstających w trakcie spalania pyłu węglowego należą również popioły uzyskiwane w trakcie równoczesnego procesu spalania węgla i odsiarczania spalin z użyciem sorbentów wapniowych [97, 100, 102]. Zalicza się do nich popioły lotne powstałe:

- w trakcie suchego odsiarczania spalin w paleniskach konwencjonalnych
- w trakcie fluidalnego spalania

**Tab. 2.2. Klasyfikacja popiołów lotnych wg BN-79/6722-09 [36]**

Rodzaj popiołu	Symbol	Zawartość podstawowych składników [%]			
		SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	SO <sub>3</sub>
krzemionkowy	K	> 40,0	< 30,0	< 10,0	< 4,0
glinowy	G	> 40,0	≥ 30,0	< 10,0	< 3,0
wapniowy	W	> 30,0	< 30,0	> 10,0	≥ 3,0

Proces spalania połączony z procesem redukcji emisji siarki do atmosfery powoduje, że w trakcie takich zabiegów powstają odpady w postaci suchej, które można wykorzystać w różnych dziedzinach gospodarki [89]. Niestety tego rodzaju popiół lotny nie może być użyty jako składnik cementów, ani jako dodatek do betonów odpowiadający wymaganiom normy [290]. Może on natomiast znaleźć zastosowanie w pracach ziemnych, w górnictwie, oraz jako składnik spoiw specjalnych [102].

Biorąc powyższe pod uwagę w pracy skupiono się na opisie właściwości popiołów lotnych będących wynikiem procesów spalania jednie w konwencjonalnych paleniskach pyłowych.

W tej grupie, oprócz popiołów powstających w trakcie spalania samego węgla kamiennego bądź brunatnego, występują również popioły lotne uzyskiwane w podczas łącznego spalania węgla z materiałami współpalnymi. Obecnie coraz częściej wykorzystuje się popioły lotne pochodzące ze spalania odpadów powstałych w różnych dziedzinach gospodarki, np. [185, 303, 354, 357]. Szczególnie duże zainteresowanie przejawiają koncepcje stosowania jako dodatku do betonów popiołów lotnych pochodzących ze współspalania biomasy z węglem [303, 354, 357]. Wpływa na to zapewne fakt, że biomasa jako jeden z substytutów paliw kopalnych jest trzecim pod względem wielkości naturalnym źródłem energii na świecie [185]. W pracy [303] podano, że możliwe jest osiągnięcie parametrów wytrzymałościowych w betonach z tym dodatkiem, na poziomie akceptowalnym do zastosowania w konstrukcji, w przypadku gdy ilość popiołów lotnych w stosunku do masy cementu wyniesie nie więcej niż 20%. Powyżej tej granicy następuje gwałtowne obniżenie wytrzymałości betonów z dodatkiem popiołów ze współspalania węgla i biomasy [303]. Norma [290] podaje główne rodzaje materiałów współpalnych (Tab.2.3.) zaznaczając jednak, że minimalna zawartość węgla w odniesieniu do suchej mieszanki paliwowej nie powinna być mniejsza niż 80%, a maksymalna zawartość popiołu pochodzącego z materiałów współpalnych nie powinna być większa niż 10%.

**Tab. 2.3. Rodzaje materiałów współpalnych [290]**

Lp.	Rodzaj materiału
1	Materiały roślinne, jak wióry drzewne, słoma, łupiny i inne włókna roślinne
2	Drewno i biomasa z upraw
3	Odpady zwierzęce
4	Osady ze ścieków komunalnych
5	Odpady papiernicze i makulatura
6	Koks porafinacyjny
7	Bezpopiołowe paliwa płynne i gazowe

Poza powyższymi klasyfikacjami popiołów lotnych w normie [290] podane są również wymagania stawiane tym dodatkom do betonu, które dotyczą głównie ich właściwości fizycznych i chemicznych. W znowelizowanej wersji normy „popiół lotny do betonu” najistotniejszy jest podział z uwagi na kategorie, które uwzględniają dwa istotne parametry popiołów tzn.: dopuszczalny poziom strat prażenia i miałkość. Strata prażenia (Tab. 2.4. – kategorie A, B lub C) czyli ilość niespalonego węgla w popiołach lotnych, oraz miałkość (Tab. 2.4. – kategorie N i S), którą określa się wg EN 451-2 jako pozostałość na sicie o oczkach 0,045 mm przy przesiewaniu na mokro, są to właściwości mające ważne znaczenie w stosowaniu popiołów lotnych do produkcji betonu i innych kompozytów cementowo-popiołowych [103].

**Tab. 2.4. Kategoryzacja popiołów lotnych, na podstawie [290]**

Parametr	Kategoria	Dopuszczalna zawartość
Strata prażenia	A	≤ 5,0%
	B	2,0% - 7,0%
	C	4,0% - 9,0%
Miałkość	N	≤ 40,0%
	S	≤ 12,0%

Podstawowym składnikiem strat prażenia popiołów lotnych jest niespalony węgiel, który wg pracy [11] może przybierać formy krystaliczne bądź amorficzne, natomiast zazwyczaj występuje w postaci koksiku o bardzo rozwiniętej powierzchni właściwej [103]. Niespalony węgiel zaliczany jest do niepożądanych składników popiołów lotnych [95, 97, 98, 100], jednak wyniki badań dotyczących jego wpływu na właściwości kompozytów betonowych nie są jednoznaczne [18, 38, 92, 103, 149, 206, 255, 365].

Wg pracy [38] stosowanie do betonu popiołów o wysokich stratach prażenia, tzn. przekraczających 5%, nie musi prowadzić do istotnie negatywnego wpływu na właściwości betonów. Warunkiem jednak, który powinien być spełniony aby beton uzyskał wartości porównywalne z tym, do którego wykonania użyto

popiołów o niskich stratach prażenia, jest właściwy nadzór technologiczny nad jego produkcją, oparty na bieżącym oznaczaniu właściwości popiołów oraz odpowiednich korektach składu betonu [38]. Również wyniki badań wytrzymałościowych wykonanych dla betonów z dodatkiem popiołów lotnych o różnym wskaźniku strat prażenia wskazują, że zawartość rezydualnego węgla w popiele, nie ma żadnego szkodliwego wpływu na mikrostrukturę oraz na rozwój mechanicznej wytrzymałości materiału, nawet przy wysokiej zawartości węgla wynoszącej 9 i 12% [149, 255].

Oprócz prac opisujących brak ujemnego wpływu wysokich strat prażenia na parametry betonu znaleźć można również publikacje świadczące o negatywnych skutkach stosowania popiołów lotnych z dużą zawartością części palnych. O niekorzystnym wpływie popiołów, zawierających wysoki procent strat prażenia, na parametry cementów i betonów informują wyniki badań przedstawione w pracach [18, 92]. Celem przeprowadzonych eksperymentów było ustalenie oddziaływania na właściwości: cementów, zapraw cementowych i betonów dodatku krzemionkowych popiołów lotnych zawierających różną zawartość części palnych, zmieniających się od 1,5 do 9,8%. Uzyskane wyniki [18, 92] wskazują, że duża zawartość niespalonego węgla w popiele wpływa ujemnie na właściwości użytkowe cementów takie jak: cechy reologiczne, czas wiązania, wytrzymałość, mrozoodporność, oddziaływanie z domieszkami. Wyniki badań [92] dowodzą również o negatywnym wpływie popiołów o dużej zawartości węgla na parametry zaczynów i zapraw cementowych, oraz mrozoodporność betonu. Ponadto popioły lotne o wysokich stratach prażenia charakteryzują się: niskim wskaźnikiem aktywności pucolanowej po 28 dniach i małym jej przyrostem pomiędzy 28. a 90. dniem dojrzewania [95, 98, 100]. Wg analiz Z. Giergicznego [95, 98, 100] wraz ze wzrostem strat prażenia następuje również wzrost wodożądności popiołów, zauważalny jest natomiast spadek ich powierzchni właściwej i obniżenie miałkości. Ponadto wyraźnemu pogorszeniu ulega ciekłość mieszanek w betonach samozagęszczalnych [365]. Kolor popiołu zależy także od zawartości niespalonego węgla. Im jego zawartość jest wyższa, tym popiół, a w konsekwencji beton z takim dodatkiem ma ciemniejszą barwę. Węgiel ma tendencję do „wypływania” co może powodować powstawanie ciemnych plam na powierzchni betonu wpływających negatywnie na jego wygląd [89]. Mimo, że norma [290] (Tab. 2.4.) dopuszcza stosowanie popiołów lotnych, których straty prażenia wynoszą nawet 9,0%, to jak wykazano w pracach [18, 365] może być to z wielu względów niekorzystne. Wartość tego składnika w krajowych popiołach lotnych uległa w ostatnich latach obniżeniu i waha się zwykle w granicach od 1 do 5%. Zjawisku temu sprzyjały co najmniej dwie nakładające się na siebie tendencje [100]:

- świadomość producentów popiołów, że warunkiem racjonalnego zagospodarowania popiołów jest wytwarzanie ich o zdefiniowanych i powtarzalnych właściwościach (tym samym popiół staje się produktem i nabiera wartości rynkowej oraz może być przedmiotem obrotu handlowego),
- dążenie do poprawy skuteczności spalania (sprawności) przez modernizację palników.

Oprócz podziału popiołów lotnych z uwagi na zawartość strat prażenia drugą istotną kategoryzacją jest miąłkość (Tab. 2.4.). Norma [290] dzieli popioły na dwie grupy N i S w zależności od procentowej zawartości ziaren o wielkości 0,045 mm. W przypadku materiałów o drobniejszej frakcji (kategoria S), dodatkowym wymogiem jest zmniejszenie wodożądności mieszanego spoiwa cementowo-popiołowego o 5% w stosunku do cementu porównawczego, którym jest zazwyczaj cement: CEM I 42,5 lub CEM I 52,5.

Inny interesujący podział uwzględniający miąłkość popiołów lotnych zaproponował S. Bastian, Tab. 2.5 [22]. Uwzględnia on dwa kryteria uziarnienia tzn.: pozostałość na sicie 0,08 mm, przelot na sicie 0,063 mm i wartość powierzchni właściwej oznaczanej wg Blaine'a.

**Tab. 2.5. Podział popiołów lotnych pod względem ich uziarnienia [22]**

Rodzaj popiołu	Pozostaje na sicie 0,08 mm max. [%]	Przechodzi przez sito 0,063 mm min. [%]	Powierzchnia właściwa (Blaine) [cm <sup>2</sup> /g]
Bardzo drobny	5	90	> 3500
Drobny	15	70	2500-3500
Gruby	25	50	1500-2500
Bardzo gruby	> 25	< 50	< 1500

Bardzo drobne ziarna wg Tab. 2.5. i ziarna popiołów lotnych kategorii S mają sferyczny kształt o rozmiarach wynoszących, w przeważającej ilości kilkanaście mikrometrów, natomiast pozostałości niespalonego węgla w formie okruszków o nieregularnych kształtach zawarte są we frakcji grubszej niż 45 μm. W skład frakcji grubych wchodzi ponadto ziarna kwarcu oraz szklatego żużla [96]. Popioły o drobnym uziarnieniu charakteryzują się mniejszą zawartością faz krystalicznych, głównie kwarcu i mullitu i większą zawartością fazy szklistej, o czym świadczy wygląd refleksów na dyfraktogramach popiołów, tzn. na wykresach można zaobserwować niską intensywność pików pochodzących od krystalicznego kwarcu [96]. Dodatek popiołów drobnych umożliwia zmniejszenie ilości wody zarobowej w mieszance betonowej, a w efekcie pozwala uzyskać zakładaną konsystencję przy niższym wskaźniku w/c [95, 206].



Z analizy właściwości zaczynów z dodatkiem popiołów lotnych różnych frakcji wynika, że im drobniejsze są popioły i lepsze ich właściwości pucolanowe, tym szybszy jest wzrost wytrzymałości cementu, krótszy czas wiązania oraz mniejsza ilość wody niezbędnej do uzyskania zaczynu o konsystencji normowej [95, 206].

Wysoka aktywność pucolanowa popiołów lotnych drobniejszych frakcji i ich zdolność do znacznej redukcji wodożądności [103] umożliwia uzyskiwanie kompozytów o bardziej zwartej strukturze, większej homogeniczności i wyższej wytrzymałości. Na podstawie wyników badań przedstawionych w pracach [53, 54] ustalono, że popioły lotne o drobniejszym uziarnieniu powodują:

- wzrost wytrzymałości kompozytu na ściskanie,
- dekompozycję mikrostruktury porów w betonie poprzez: spadek porowatości ogólnej, zmniejszenie rozkładu wielkości porów i ich wypadkowej średnicy, wzrost ilości porów żelowych o wielkości od 5,7 do 10 nm,
- ograniczenie zawartości fazy CH po: 28, 60 i 90 dniach dojrzewania, co uwiadcza się zmniejszeniem intensywności refleksów na dyfraktogramach i zmianami w mikrostrukturze, które są widoczne w obrazach SEM,
- intensyfikację: reakcji hydratacji, reakcji pucolanowej, tworzenia się zarodków nowych faz,
- eskalację efektu upakowania mikrostruktury betonu.

W konsekwencji popioły lotne drobniejszych frakcji są często stosowane jako dodatek do betonów wysokowartościowych, np. [100, 206] a nawet ultrawysokowartościowych [165].

Zmiana porowatości i uszczelnienie osnowy w kompozytach z dodatkiem popiołów lotnych drobnych frakcji, wpływa również korzystnie na trwałość tych materiałów. Publikacje [256, 353] przedstawiają wyniki badań świadczące o zwiększeniu odporności zarówno na korozję chlorkową [256] jak i siarczanową [353] w betonach, w których zastosowano inkluzje popiołów o drobnym uziarnieniu. Na podstawie [256] ustalono, że odporność cementu na wnikanie związków chemicznych w strukturę matrycy jest tym większa, im mniejsze jest uziarnienie popiołów. W pracy [353] zaobserwowano wyższą odporność na korozję siarczanową, w przypadku betonów z dodatkiem popiołów lotnych o uziarnieniu poniżej 16  $\mu\text{m}$ , w porównaniu do kompozytów z dodatkiem większych frakcji tego wypełniacza.

### **2.2.3. Charakterystyka i skład popiołów lotnych**

Właściwości popiołów lotnych i ich zastosowanie, zależą od wielu czynników, z których najważniejszymi są [22, 95, 97, 100]:

- geochemiczne pochodzenie spalanego paliwa węglowego,
- wartość opałowa i wilgotność paliwa,
- sposób rozdrobnienia paliwa,

- rodzaj instalacji, w której zachodzi spalanie węgla, tj. typ kotła i technologiczne warunki spalania,
- sposób wychwytywania popiołów ze strumienia spalin,
- sposób odprowadzania popiołów i warunki ich przechowywania; technologia odsiarczania gazów oraz rodzaj stosowanego sorbentu  $\text{SO}_2$  (jeśli prowadzi się jednocześnie procesy odsiarczania gazów).

Ziarna popiołów lotnych przyjmują najczęściej formy owalne, o czym decyduje głównie trzeci z wymienionych powyżej czynników czyli rozdrobnienie paliwa. Wpływa ono zarówno na miאלkość popiołów jak i ich morfologię. S. Bastian w pracy [22] wykazał wyraźny związek pomiędzy stopniem rozdrobnienia mialu węglowego a stopniem rozdrobnienia popiołów. Wg [11] sferyczny kształt popiołów lotnych związany jest również z wysoką temperaturą spalania pyłu węglowego. Na podstawie wykonanych zdjęć SEM szczegółową analizę morfologii ziaren popiołów lotnych, wraz z identyfikacją faz mineralnych, przedstawił S. Diamond w pracy [72].

Skład ziarnowy popiołów jest mocno zróżnicowany. Średnica ziaren tych materiałów jest mniejsza od  $200\ \mu\text{m}$  [97], przy czym w większości przypadków ich wymiary oscylują pomiędzy  $1$  a  $100\ \mu\text{m}$  [249].

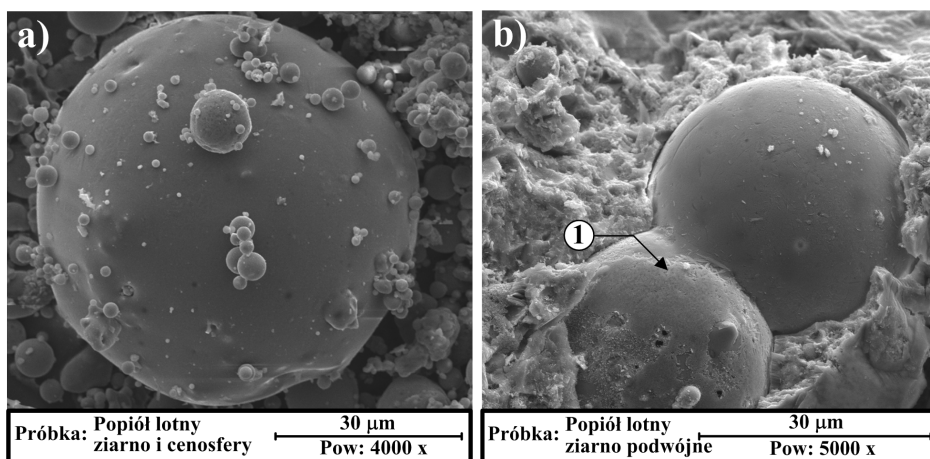
Na podstawie szerokiego przeglądu literatury można stwierdzić, że powierzchnia właściwa popiołów lotnych, badana metodą Blaine'a, mieści się w granicach  $180\div 600\ \text{m}^2/\text{kg}$ , natomiast oznaczona wg metody BET może wynosić nawet  $1000\ \text{m}^2/\text{kg}$  [88, 97, 156, 192]. Ponadto należy zwrócić uwagę, że oznaczenie powierzchni właściwej popiołów lotnych jest zagadnieniem dosyć skomplikowanym. Wartości tego parametru wyznaczone metodą adsorpcyjną BET są wyższe w stosunku do powierzchni oznaczonej metodą Blaine'a. Główną przyczyną takiego stanu rzeczy jest fakt występowania w popiołach lotnych ziaren adsorbentów o znacznej porowatości (porowatości wewnętrznej ziaren) takich jak węgiel aktywny (węgiel bezpostaciowy), oraz form zeolitowych. Metoda BET nie jest w stanie prawidłowo opisać przebiegu izotermy adsorpcji dla tego typu materiałów. Wyniki uzyskane w badaniach powierzchni właściwej popiołów metodą przepływową Blaine'a, choć również obarczone dużym błędem, wydają się bardziej wiarygodne niż te uzyskane metodą BET [387]. Ponieważ większa zawartość węgla o znacznej porowatości może mieć duży wpływ na wyniki powierzchni właściwej proponuje się aby metody pomiaru ograniczyć tylko do popiołów o stracie prażenia mniejszej od 5% [193].

Znaczące różnice w składzie ziarnowym popiołów lotnych, oraz wahania ich powierzchni właściwej, nie mają większego znaczenia przy produkcji cementu z tymi dodatkami, ponieważ w procesach przemysłowych popioły lotne są mielone na ogół razem z klinkierem. Korzystnym rozwiązaniem jest podawanie popiołów do końcowej komory młyna, co można łatwo zrealizować w młynach zasilanych dwustronnie [195]. Wg W. Kurdowskiego [193] najlepszy przyrost

wytrzymałości osiągają cementy z popiołem zmielonym osobno, do bardzo dużych powierzchni.

Z uwagi na strukturę i kształt popiołów lotnych mogą one występować w postaci:

- **pojedynczych ziaren** wypełnionych w środku szkłem i fazami krystalicznymi (pirosfer), o regularnych kulistych kształtach i gładkiej powierzchni (Rys.,2.2.a),
- **cenosfer** (mikrosfer) w postaci banieczek wypełnionych gazami:  $H_2$ ,  $N_2$ ,  $CO$ ,  $H_2O$ ,  $Ar$ ,  $CO_2$  [192] (Rys.2.2.a).
- **ziaren podwójnych** określanych jako bliźniacze (duals grain), które są wynikiem mutacji powstających w trakcie tworzenia się ziaren popiołów lotnych po wyjściu z komory spalania (Rys.2.2.b).

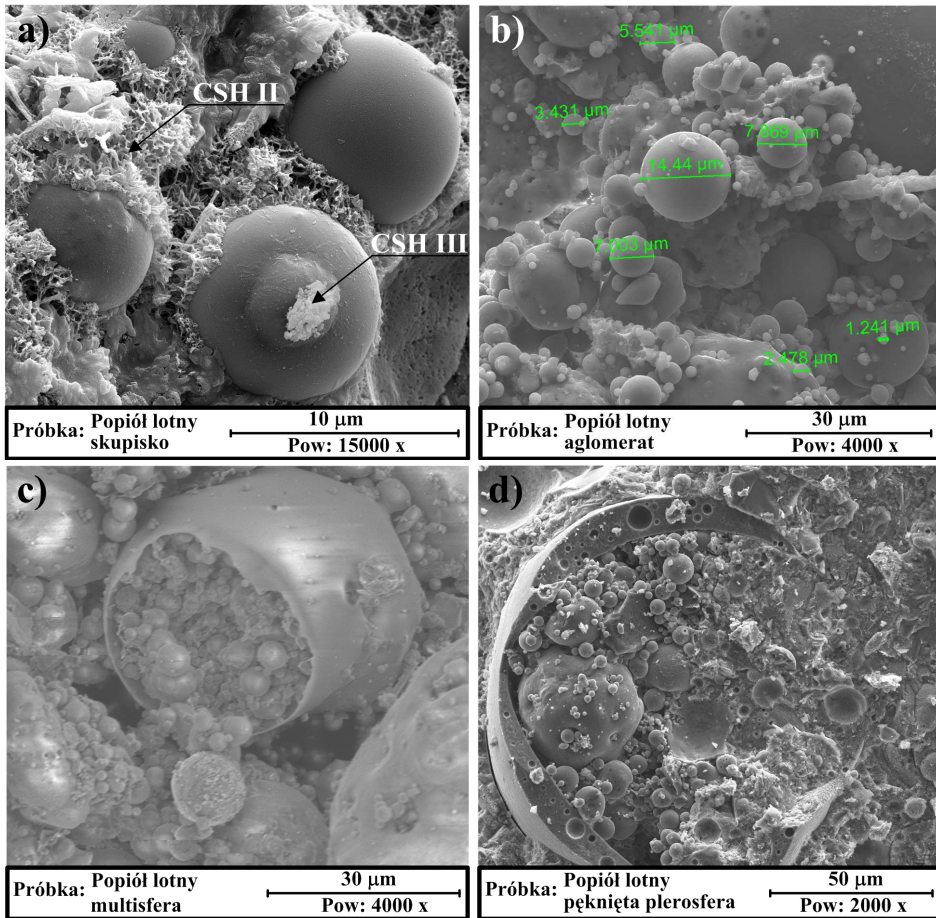


Rys. 2.2. Formy ziaren popiołów lotnych: a) pojedyncze ziarno z cenosferami, b) ziarno podwójne; 1 – kryształy mulitu (źródło: badania własne)

Ponadto, oprócz odseparowanych pojedynczych ziaren, popioły mogą również tworzyć większe zbiory i wtedy wyróżnia się:

- **skupiska** niedużej ilości ziaren o zbliżonej wielkości (Rys. 2.3.a),
- **aglomeraty** (agregaty) ziaren, w obszarze których występują różne frakcje popiołów lotnych, najczęściej o wymiarach od 1 do kilkudziesięciu  $\mu m$  (Rys. 2.3.b),
- **multisfery** zawierające mniejsze ziarna w środku szklistej otoczki o wielkości od kilkuset nm do kilku  $\mu m$  (Rys. 2.3.c),
- **plerosfery**, czyli większe ziarna otwarte wypełnione w środku cząstkami drobnymi, o wielkości zbliżonej do ziaren występujących w multisferach (Rys.2.3.d).

W przypadku wypełniaczy stosowanych jako składnik kompozytów cementowych bez wcześniejszej ich modyfikacji bądź aktywacji, korzystniejsze jest występowanie w ogólnej strukturze popiołów lotnych samodzielnych ziaren, skupisk drobnych frakcji popiołów, bądź popiołów bogatych w cenosfery (Rys.2.2.a, Rys. 2.3.a). Pozwala to na łatwiejszy kontakt spoiwa cementowego z reaktywną strukturą popiołów lotnych, a co za tym idzie na szybsze rozpoczęcie reakcji pucolanowej, której produkty pokazano na Rys. 2.3.a. Zalety i możliwe zastosowania w technologii materiałów budowlanych cenosfer powstających przy spalaniu węgla kamiennego przedstawiono m.in. w [276, 278].



Rys. 2.3. Popioły lotne w formie nagromadzeń: a) skupisko z produktami reakcji pucolanowej, b) aglomerat, c) multisfera, d) przełamana plerosfera (źródło: badania własne)

Multisfery i plerosfery wewnątrz większych ziaren zawierają dużą ilość bardzo drobnych popiołów. W ich otoczkach znajdują się często ziarenka o wielkości kilku mikrometrów, a niekiedy nawet ich wymiary są o rząd wielkości mniejsze (Rys. 2.3.c, d). Dostęp do tych mikroziaren, przy konwencjonalnym pozyskiwaniu odpadów, jest mocno utrudniony. Wydostanie się drobnych frakcji popiołów lotnych z wnętrza przestrzeni większych ziaren możliwe jest poprzez zastosowanie technik mechanicznej aktywacji [331, 407, 408]. Podczas tego procesu przemysłowego następuje uszkodzenie i niszczenie zewnętrznych powierzchni większych ziaren popiołu, dzięki czemu możliwe jest uwolnienie się z ich wnętrza drobniejszych frakcji odpadów, co zaobserwowano np. w pracach [407, 408]. Proces aktywacji wpływa pozytywnie na zmniejszenie uśrednionego uziarnienia popiołów lotnych, oraz wzrost ich powierzchni właściwej badanej zarówno metodą BET jak i metodą Blaine'a [331, 407, 408]. Aktywacja popiołów wpływa również na polepszenie parametrów wytrzymałościowych i parametrów mechaniki pęknięcia w betonach wykonanych z tymi dodatkami [407, 408]. Otwarte ziarna multisfer i plerosfer spotykane są również w przypadku dobrej jakości popiołów lotnych nieaktywowanych. Na Rys. 2.3.c i 2.3.d pokazano uszkodzone sferyczne ziarna tradycyjnego popiołu krzemionkowego o wielkości 30  $\mu\text{m}$ . Wnętrza ziaren są wypełnione bardzo drobnymi popiołami o zróżnicowanej wielkości od 0,5 do 10  $\mu\text{m}$ .

Na podstawie wykonanych zdjęć SEM ciekawy przegląd form morfologicznych składników popiołów lotnych przedstawiono w pracach [79, 200]. W [199] pokazano m.in.: ziarna niespalonego węgla, ziarna kwarcu i amorficzne ziarna popiołów o nieregularnych kształtach. Zdjęcia zawarte w [79] obrazują natomiast: popękana strukturę szkła w popiołach lotnych, kryształy mulitu na powierzchni ziaren, oraz dobrze wykształconą plerosferę. W badaniach własnych podobne formy kryształów mulitu zaobserwowano np. na powierzchni ziarna bliźniaczego (Rys. 2.2.b), natomiast pękniętą plerosferę z dużą liczbą nagromadzonych drobnych ziaren popiołów pokazano na Rys. 2.3.d.

Wg pracy [344] kształt i morfologia popiołów lotnych są ściśle powiązane z ich uziarnieniem. W przypadku popiołów drobnoziarnistych (ziarna 1 ÷ 100  $\mu\text{m}$ ) dominują cząstki sferyczne gładkopowierzchniowe w postaci pirofer, cenosfer i plerosfer (Rys. 2.2.a, 2.3.d), natomiast w popiołach o grubszych ziarnach (> 125  $\mu\text{m}$ ) częściej występują: formy nieregularne, silnie porowate, o zaokrąglonych lub ostrokrawędzistych brzegach.

Skład chemiczny popiołów lotnych jest ściśle powiązany ze składem chemicznym spalanego węgla i ewentualnie materiałów współpalnych. Głównymi składnikami większości popiołów lotnych są następujące tlenki:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ , oraz  $\text{SO}_3$  i alkalia. Dodatkowo skład popiołów może być uzupełniony o związki chemiczne z grupy:  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{SrO}$ , które występują w składzie popiołów w mniejszych ilościach. Najczęściej ich zawartość wynosi odpowiednio: 3,0; 3,5; 1,0; 1,0; 0,5% wagowo [11].

Procentowy udział poszczególnych tlenków zależy od rodzaju popiołów. Na podstawie pracy [97] w Tab. 2.6. zestawiono przykładowe uśrednione składy chemiczne popiołów lotnych powstających przy spalaniu konwencjonalnym pyłu węglowego z węgla kamiennych i brunatnych.

**Tab. 2.6. Skład chemiczny popiołów lotnych [97]**

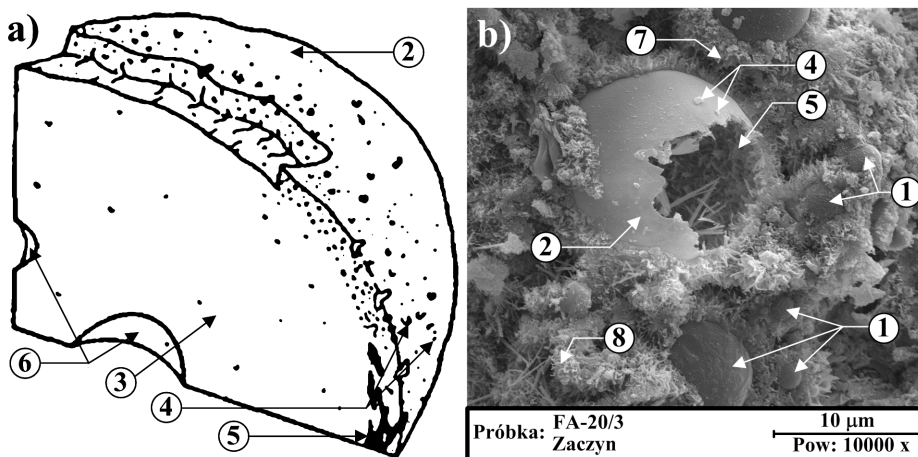
Rodzaj popiołu	Zawartość składnika [% wag.]						
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O+K <sub>2</sub> O
Krzemionkowy	52,0	23,0	13,0	6,0	2,5	1,0	2,9
Wapniowy	42,8	17,5	4,4	23,4	0,9	4,3	0,3

W składzie mineralnym popiołów lotnych występuje faza szklista, oraz fazy krystaliczne. Wg pracy [99] popioły wapniowe z palenisk konwencjonalnych mają bardziej złożony skład mineralny w porównaniu z krzemionkowymi popiołami lotnymi. Dotyczy to zarówno składników krystalicznych jak i fazy szklistej. Na podstawie analiz składu popiołów lotnych metodą XRD, oraz oglądu dużej ilości zdjęć SEM, w pracy [79] przedstawiono model budowy ziarna popiołów lotnych, który pokazano na Rys. 2.4.a.

Wg tego modelu ziarna popiołów lotnych zbudowane są z:

- zewnętrznej powłoki szklanej,
- wewnętrznej matrycy szklanej,
- minerałów krystalicznych występujących przy powierzchni zewnętrznej ziarna, np. kryształów mulitu,
- kryształów skupionych na powierzchni ziarna,
- pęcherzyków gazu występujących wewnątrz ziarna.

Model przedstawiony przez M. J. Dudasa i C. J. Warrena [79] bardzo dokładnie oddaje rzeczywistą mikrostrukturę ziaren popiołów lotnych, co potwierdzono w badaniach własnych. Na Rys. 2.4.b pokazano zdjęcie SEM zaczynu wykonanego z dodatkiem 20% krzemionkowych popiołów lotnych, w którym po 3 dniach dojrzewania dostrzeżono modelowe ziarno o wielkości około 10 μm. Na Rys. 2.4.b zaobserwowano w zewnętrznej strefie ziarna kryształy mulitu, widoczne były również w kilku miejscach kryształy na powierzchni ziarna. Ponadto na zdjęciu widać duże ilości produktów reakcji hydratacji i reakcji pucolanowych głównie w formie włóknistych faz C-S-H I oraz faz C-S-H II wyglądających jak plastry miodu pszczelego.



Rys. 2.4. Budowa ziarna popiołów lotnych: a) wzorzec wg [79], b) ziarno rzeczywiste; 1 – ziarna popiołów, 2 – zewnętrzna powierzchnia szkła, 3 – wewnętrzna matryca szklana, 4 – kryształy na powierzchni ziarna, 5 – kryształy mullitu, 6 – pęcherzyki gazu wewnątrz ziarna, 7 – faza C-S-H I, 8 – faza C-S-H II (źródło: badania własne)

Zawartość szkła, oraz faz krystalicznych w popiołach lotnych, zależy głównie od składu chemicznego oraz warunków spalania węgla. Przy wprowadzeniu miału węglowego do komory spalania, w palenisku pod wpływem wysokiej temperatury, dochodzi do szeregu przemian fizykochemicznych części niepalnej węgla. Rodzaj oraz ilość szkła i faz krystalicznych związane są z procesem topnienia, a następnie chłodzenia związków chemicznych występujących w części niepalnej węgla [11, 97].

Ilość szkła w popiołach lotnych jest wprost proporcjonalna do szybkości procesów chłodzenia. Średnio – zawartość szkła w popiołach wynosi około 80%, ale w szczególnych warunkach może dochodzić nawet do 90% [97]. Zazwyczaj w krzemionkowych popiołach lotnych udział szkła w ich składzie przekracza 80%, natomiast w popiołach lotnych wysokowapniowych jego ilość może być znacznie mniejsza i wynosić tylko 60% [97]. Ponadto faza szklista w popiołach lotnych wapniowych ma skład zbliżony do szkła występującego w żużlu hutniczym, o czym świadczy na dyfraktogramach podniesienie tła refleksów w zbliżonym zakresie kąta  $2\theta$  [99].

Zawartość szkła w popiołach lotnych jest zależna od ich uziarnienia i jest ona tym większa im mniejsze są frakcje popiołów. Wg pracy [355] drobniejsze popioły tzn. pochodzące z drugiej i trzeciej sekcji elektrofiltru mają większą ilość szkła w porównaniu do materiału o grubszym ziarnach. Ze względu na skład chemiczny, w popiołach lotnych może występować szkło [97, 193]:

- krzemianowo-wapniowe,
- krzemianowo-glinowo-potasowe,

- wapniowo-żelazowo-krzemianowe,
- krzemionkowe.

Wg pracy [314] skład chemiczny szkła, w popiołach lotnych, bywa mocno zmienny, co wydatnie obrazuje procentowy rozrzut zawartości głównych tlenków tworzących jego strukturę w popiołach (Tab. 2.7).

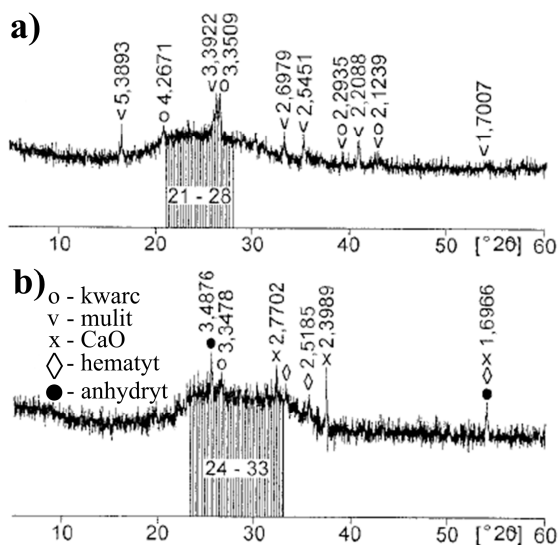
Tab. 2.7. Zmienność składu chemicznego szkła w popiołach lotnych [314]

Składnik	Zawartość [% wag.]
SiO <sub>2</sub>	27,1-70
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,1-31,2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5-29,8
CaO	1,0-43,7

Fazami krystalicznymi w popiołach lotnych z palenisk konwencjonalnych są:

- w popiołach krzemionkowych: kwarc, mulit, magnetyt, hematyt [97, 193],
- w popiołach wapniowych: anhydryt, gehlenit, anortyt, kwarc, CaO wolne [99].

Na podstawie [99] na Rys. 2.5. pokazano przykładowe dyfraktogramy popiołów lotnych wapniowych i krzemionkowych z zaznaczeniem charakterystycznego podniesienia tła refleksów w tych materiałach w zakresie kąta 2θ. Podniesienie tła dla fazy szklistej wynosi 21-28 2θ i 24-33 2θ, w przypadku odpowiednio popiołów lotnych krzemionkowych i wapniowych.



Rys. 2.5. Dyfraktogramy popiołów lotnych: a) krzemionkowych, b) wapniowych [99]



## 2.3 Krzemionkowe popioły lotne

### 2.3.1. Powstawanie i charakterystyka krzemionkowych popiołów lotnych

Krzemionkowe popioły lotne powstają w trakcie spalania pyłu węglowego z węgla kamiennego. Węgłe są skałami osadowymi pochodzenia organicznego, a ich główne złoża powstały w erze paleozoicznej, w okresie karbonu i permu, czyli przed około 200÷300 milionami lat. W okresie karbonu na kuli ziemskiej panował wilgotny i ciepły klimat, który spowodował burzliwy i obfity rozwój różnych gatunków fauny i flory. Na łąkach występowały w dużych ilościach takie rośliny jak: widłaki, skrzypy i paprocie, które pochłaniały z atmosfery duże ilości dwutlenku węgla. Gwałtowna zmiana klimatu w permie z gorącego i wilgotnego, na gorący i suchy spowodowała masowe podupadanie roślin drzewiastych, które obumierając odkładały węgiel pochodzący z dwutlenku węgla w humusie. Szczątki roślin rozkładające się na terenach podmokłych były poddawane początkowo procesom fermentacji beztlenowej, a następnie przykrywane warstwami osadów w warunkach podwyższonego ciśnienia i temperatury, oraz ograniczonego dostępu powietrza. W ten sposób na skutek uwęglenia martwej materii organicznej tworzył się węgiel kamienny. Procesy powstawania złóż węgla kamiennego były bardzo złożone i trwały stopniowo, a zależały one m.in. od: warunków geologicznych, wyjściowego materiału roślinnego, warunków klimatycznych (temperatura, wilgotność) i atmosferycznych (zawartość CO<sub>2</sub>), czynników geochemicznych (temperatura, ciśnienie) [166].

Węgiel kamienny zawiera od 78 do 92% węgla pierwiastkowego. Pozostałymi związkami chemicznymi w jego składzie są: wodór, tlen, azot, siarka i krzem. Jego wartość opałowa może wynosić nawet 36000 KJ/kg [166]. W Polsce wydobywanie węgla kamiennego prowadzi się w dwóch głównych zagłębiach węglowych: Górnośląskim i Lubelskim. Niepalna substancja mineralna znajdująca się w węglu ma skład zbliżony do składu łupka karbońskiego. W związku z tym popioły lotne z węgla kamiennych charakteryzują się podobnym składem chemicznym.

Proces powstawania krzemionkowych popiołów lotnych przebiega wieloetapowo. Na początku węgiel mielony jest na pył o takiej granulacji żeby jego spalanie było jak najbardziej ekonomiczne. W przypadku pyłu z węgla kamiennego dąży się aby prawie wszystkie ziarna (95% cząstek) miały wymiary poniżej 20 μm [97]. Zmielony węgiel, poprzez palniki pyłowe (najczęściej typu wirowego), jest wprowadzany do komory paleniskowej w kotłach pyłowych. W komorze istnieje strefa maksymalnych temperatur rzędu 1450÷1600°C określana jako jądro komory spalania. Aby zapewnić jak najbardziej efektywny sposób spalania pyłu węglowego wprowadzany jest on w ruch wirowy wokół jądra komory spalania. Niewielka część pyłu węglowego na skutek zaistniałych wirów wewnętrznych omija jądro i nie przechodzi przez strefę maksymalnych temperatur, co skutkuje późniejszym występowaniem, w składzie popiołów lotnych, cząstek

niespalonego węgla. Również od 20 do 50% minerałów zawartych w węglu nie ulega spalaniu, mimo że temperatury panujące w jądrze komory spalania znacznie przekraczają temperatury topnienia tych minerałów [22]. Podczas pirolizy węgla można wyodrębnić kilka faz jego rozkładu, a do zasadniczych fizykochemicznych procesów występujących w trakcie spalania węgla zalicza się jego utlenianie oraz emisję energii cieplnej. Wg pracy [338] całkowity proces spalania węgla, w zależności od zachodzących przemian i panujących temperatur, można podzielić na siedem etapów. Schematy oraz opisy zachodzących procesów, podczas spalania ziaren węgla, wraz z zakresami występujących temperatur w trakcie jego pirolizy zestawiono w Tab. 2.8.

**Tab. 2.8. Etapy spalania ziaren węgla [338]**

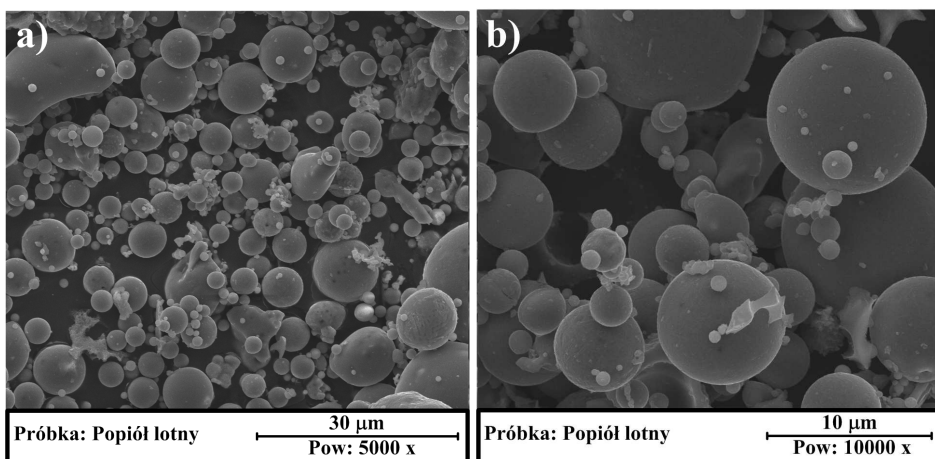
Schemat procesu	Zakres temperatur	Zmiany zachodzące podczas spalania węgla
		Popiół lotny
		Rozdrobnienie
	900÷1800°C	Spalanie pozostałości koksowej
	500÷1800°C	Zapłon i tworzenie się sadzy
	400÷700°C	Odgazowanie i pęcznienie
	350÷600°C	Mięknienie
	do 350°C	Ogrzewanie

Do temp. około 350°C następuje odparowanie wody fizycznie związanej na powierzchniach cząstek węgla i początki wydzielania części lotnych. W przedziale temperatur 350÷600°C następuje mięknięcie ziaren węgla, które powoduje dalsze uwalnianie składników lotnych. Powyżej 600°C pojawia się pęcznienie termiczne, odgazowywanie, a dalszej kolejności samozapłon i tworzenie się sadzy. Czas trwania wszystkich wymienionych etapów zajmuje zaledwie 10% całkowitego czasu potrzebnego do spalania pyłu węglowego i wynosi jedynie od 0,01 do 0,2 s. W dalszej kolejności następuje właściwy proces spalania pozostałości koksowej. Trwa on od 0,5 do 5 s i w tym czasie utlenia się czysty węgiel pozostawiając części mineralne, następuje również fragmentacja ziaren węgla [338, 367]. Na tym etapie spalania węgla zaczynają powstawać właściwe ziarna krzemionkowych popiołów

lotnych. Minerale występujące w rozdrobnionych cząstkach węgla ulegają stopieniu i będąc w zawieszeniu przybierają kuliste kształty. W dalszej kolejności po wyjściu z komory spalania stopione ziarna krzemionkowych popiołów lotnych ulegają szybkiemu schłodzeniu prowadzącemu do ich zeszkliwienia [142].

Po procesie spalania pozostają dwie frakcje materiału: gruba czyli żużle paleniskowe, oraz drobna w postaci popiołów lotnych. Żużle gromadzą się pod rusztem komory spalania, natomiast popioły razem z gazami odlotowymi są wyciągane przy pomocy wentylatorów z komory pieca. Około  $\frac{3}{4}$  niespalonych cząstek węgla opuszcza komorę spalania wraz z gazami odlotowymi. Następnie popioły lotne są wychwytywane ze strumienia gazów odlotowych poprzez 3 sekcje szeregowo ustawionych elektrofiltrów. Naładowane elektrostatycznie ziarna popiołów pozostają na elektrodach, które mają ładunki przeciwne. Stamtąd są sukcesywnie strącane do trzech rękawów zbiorczych. W ostatnim etapie popioły lotne mogą być przekazane pneumatycznie do zbiornika retencyjnego bądź selektywnie odbierane z poszczególnych stref elektrofiltrów [22].

Popioły krzemionkowe wyróżniają się dużą zawartością fazy szklistej, która występuje najczęściej w postaci drobnych, kulistych cząstek o średnicy  $3\div 40\ \mu\text{m}$  [98, 100]. Na Rys. 2.6. pokazano charakterystyczną morfologię ziaren krzemionkowych popiołów lotnych, przy powiększeniach 5000 i 10000 x. Przedstawia ona widok sferycznych ziaren popiołów, głównie o regularnych kształtach i wymiarach rzędu od kilku do kilkudziesięciu  $\mu\text{m}$ .



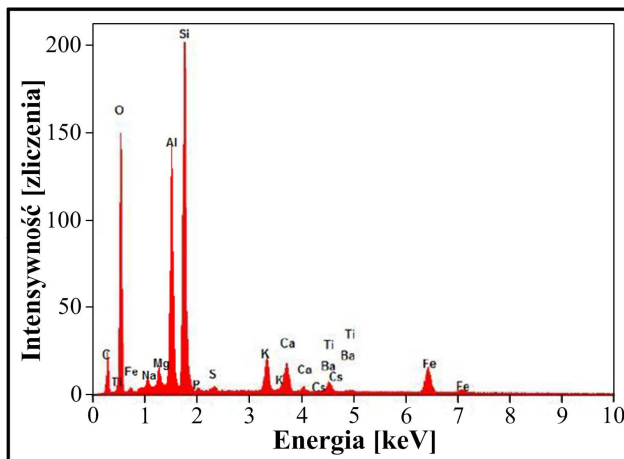
Rys. 2.6. Morfologia ziaren popiołu lotnego krzemionkowego: a) Pow: 5000 x, b) Pow: 10000 x (źródło: badania własne)

Na podstawie pracy [369], pod względem zawartości procentowej poszczególnych pierwiastków, w składzie chemicznym krzemionkowych popiołów lotnych występują:

- **składniki główne** jeżeli ich zawartość jest większa niż 1,0%,
- **składniki drugorzędne** jeżeli ich ilość zawiera się pomiędzy 0,1 a 1,0%,
- **składniki śladowe**, nie przekraczające 0,1%.

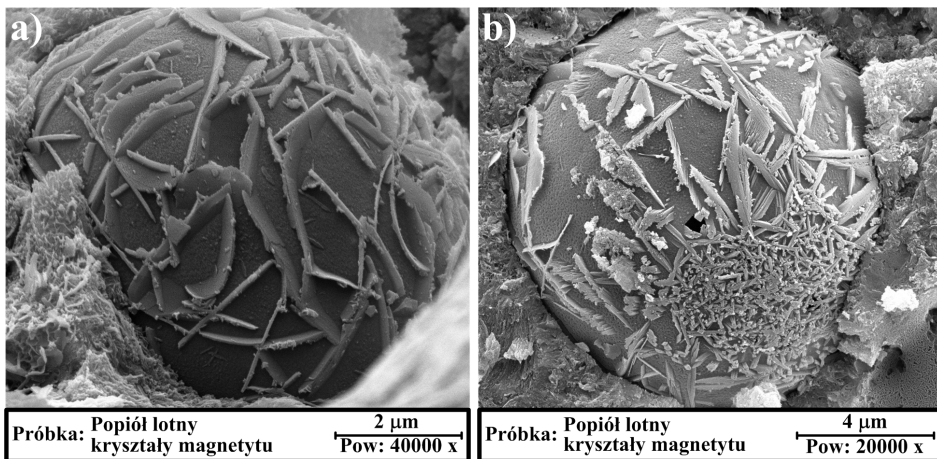
Do grupy pierwiastków głównych i drugorzędnych, które najczęściej występują w krzemionkowych popiołach lotnych jako tlenki, zalicza się (w kolejności malejącej): O, Si, Al, Fe, Ca, C, K, Mg, H, Na, Ti, N, P, Ba oraz sporadycznie: Mn, Sr, F i Cl. Inne składniki popiołów krzemionkowych, które mogą być zidentyfikowane, zaliczane są do grupy pierwiastków śladowych, np. Cs. Należy przy tym zwrócić uwagę, że przedstawiona kolejność składników głównych i drugorzędnych popiołów może się nieznacznie zmieniać, szczególnie w przypadku takich pierwiastków jak: C, Ca, H i N [369].

Oczywistym jest natomiast fakt, że dwoma pierwszorzędnymi tlenkami, które występują w składzie popiołów lotnych z węgla kamiennego i decydują o jego aktywności pucolanowej są: krzemionka i tlenek glinu. Świadczą o tym m.in.: przykładowy skład chemiczny podany w Tab.2.6., oraz widmo promieniowania X w analizie EDS (Rys. 2.7.), na którym z największą liczbą zliczeń widoczne są piki pochodzące od krzemu i glinu. Ustalono również, że właściwości pucolanowe krzemionkowych popiołów lotnych wzrastają wraz ze zwiększaniem się zawartości  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$  w ich składzie. Zależność tą udowodniono na podstawie badań zapraw wapienno-piaskowych, których wytrzymałość po 365 dniach wzrastała w funkcji sumy powyższych składników [382].



Rys. 2.7. Charakterystyczna analiza EDS krzemionkowych popiołów lotnych (źródło: badania własne)

Do grupy związków, które obniżają jakość popiołów krzemionkowych jako dodatków do betonu zalicza się: zbyt dużą zawartość związków siarki, zawartość wolnego wapna, niezwiązane MgO i niespalonego węgla, oraz zawartość związków żelaza [98, 100]. Wysoki procent  $SO_3$ , może prowadzić do występowania korozji siarczanowej w betonie, a w konsekwencji do pojawienia się uszkodzeń w konstrukcji bądź nawet stanów awaryjnych [196]. Zawartość wolnego wapna i zbyt dużej ilości MgO w formie peryklazu może być przyczyną braku stałości objętości betonu, w wyniku czego w materiale mogą występować niekorzystne naprężenia implikujące powstawanie uszkodzeń [98]. Negatywny wpływ strat prażenia na właściwości kompozytów cementowych przedstawiono w Roz. 2.2.2., natomiast obecność zbyt dużej ilości żelaza w postaci hematytu lub magnetytu może negatywnie wpływać na przebieg reakcji pucolanowej. Związki te powstają zazwyczaj na powierzchni ziaren popiołu i utrudniają dostęp fazy ciekłej do jego substancji szklistej [98, 100]. Określane są one jako film metalicznego żelaza na powierzchni krystalicznego magnetytu i hematytu [11] i najczęściej są identyfikowane za pomocą analiz SEM i EDS [72, 200]. Na Rys. 2.8. pokazano różne odmiany kryształów magnetytu, które mogą występować na ziarnach krzemionkowych popiołów lotnych. Na zdjęciach SEM, przy dużych powiększeniach, wyraźnie widać, że mają one więźbę przestrzenną, o złożonych kształtach, zbudowaną na powierzchni ziaren.



**Rys. 2.8. Ziarna popiołu lotnego krzemionkowego pokryte na powierzchni kryształami magnetytu (źródło: badania własne)**

Krzemionkowe popioły lotne w przeważającej części zbudowane są z fazy amorficznej, oraz faz krystalicznych. W fazie amorficznej popiołów z węgla kamiennego wyróżnia się w głównej części szkło, natomiast pozostałymi jej składnikami, w niewielkich ilościach, są: amorficzny węgiel (sadza),

oraz zdehydroksylowane minerały ilaste [22]. Udział fazy szklistej w składzie krzemionkowych popiołów lotnych jest zróżnicowany i waha się w granicach 30÷80% [98, 100]. Zawartość szkła w krzemionkowych popiołach lotnych zwiększa się wraz ze wzrostem temperatury spalania węgla co powoduje, że czasami jego ilość przekracza 90% [193]. Tlenkiem szkłotwórczym w popiołach krzemionkowych jest  $\text{SiO}_2$  a pośrednim  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [219]. Ogólny skład fazowy krzemionkowych popiołów lotnych przedstawiono w Roz. 2.2.2., natomiast przykładowy dyfraktogram na Rys. 2.5.a.

Głównymi składnikami krystalicznymi w tego typu popiołach są [22, 367]:

- niskotemperaturowa odmiana kwarcu ( $\beta\text{-SiO}_2$ ),
- mulit ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ),
- magnetyt ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ),
- hematyt ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ).

Rzadko i najczęściej w ilościach śladowych, możliwe jest pojawienie się w składzie popiołów krzemionkowych takich związków jak: spinel właściwy ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ), wolne wapno ( $\text{CaO}_w$ ), gips ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), anhydryt ( $\text{CaSO}_4$ ), [22, 367].

Właściwości krzemionkowych popiołów lotnych w dużym stopniu zależne są od miejsca ich odbioru po procesie spalania. Udowodniono, że krzemionkowe popioły lotne odpylane z różnych stref elektrofiltrów różnią się zarówno uziarnieniem jak i strukturą szkła [100, 102, 219, 352, 353, 355]. Im dalsza jest odległość sekcji elektrofiltru od paleniska kotła tym drobniejszy można odebrać popiół. Zmiany w strukturze krzemionkowych popiołów lotnych pochodzących z różnych sekcji elektrofiltrów wyraźnie można zaobserwować na dyfraktogramach, na których wraz z drobniejszym uziarnieniem cząstek zmiana ulega intensywność pików dyfrakcyjnych. Świadczy to o mniejszej zawartości faz krystalicznych w składzie popiołu, wzroście natomiast fazy szklistej [95, 100].

Na podstawie pracy [358] w Tab. 2.9. zestawiono składy procentowe fazy szklistej i składników krystalicznych w krzemionkowych popiołach lotnych w zależności od sekcji elektrofiltru, z którego były odbierane oraz ich frakcji ziarnowej. W badaniach składu fazowego krzemionkowych popiołów lotnych wykonanych metodą Rietvela analizie poddano materiał odpadowy oznaczony jako: P1, P2, P3 odebrany odpowiednio z: 1., 2. i 3. sekcji elektrofiltrów. W analizach uwzględniono dwie frakcje ziarnowe popiołów A i B wynoszące odpowiednio: 0÷16  $\mu\text{m}$  i 16÷32  $\mu\text{m}$ .

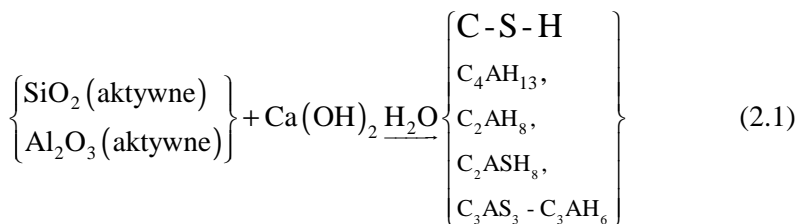
**Tab. 2.9. Analiza fazowa metodą Rietvelda popiołów lotnych [358]**

Składnik		P1A	P1B	P2A	P2B	P3A	P3B
Składniki szkliste		75,4	63,9	82,9	67,6	84,7	71,8
Składnik krystaliczny	Mulit	14,2	21,5	10,3	18,6	8,1	16,0
	Kwarc $\beta$	10,4	14,6	6,8	13,8	7,2	12,2

Na podstawie wyników przedstawionych w Tab.2.9. można jednoznacznie stwierdzić, że wraz z odzyskiem popiołów z wyższej sekcji elektrofiltrów, oraz wzrostem ich miąższości, rośnie w składzie popiołów procentowy udział szkła, maleje natomiast zawartość składników krystalicznych. Udowodniono również, że popioły lotne, pobierane z trzeciej sekcji elektrofiltru – najbardziej oddalonej od paleniska pyłowego, odpylającego gazy – charakteryzują się dodatkowo bardzo dobrymi właściwościami pucolanowymi [355].

### 2.3.2. Aktywność pucolanowa krzemionkowych popiołów lotnych

Znaczny udział szkła, w krzemionkowych popiołach lotnych, wpływa na ważną właściwość popiołów, którą jest aktywność pucolanowa. O materiałach posiadających tą cechę mówi się jeżeli mają one zdolność wiązania w temperaturze pokojowej i obecności wody, CH (calcium hydroxide) z utworzeniem trwałych faz o właściwościach hydraulicznych typu C-S-H (calcium silicate hydrate). Oprócz uwodnionych krzemianów wapnia związkami powstającymi w wyniku reakcji pucolanowej są również: uwodnione gliniany wapnia ( $C_4AH_{13}$ ,  $C_2AH_8$ ), uwodnione glinokrzemiany wapnia typu hydrogehlenit ( $C_2ASH_8$ ) i hydrogranaty ( $C_3AS_3$ - $C_3AH_6$ ) [193, 352]. Schematycznie przebieg reakcji pucolanowej przedstawia wzór (2.1).



Charakterystyczną cechą faz C-S-H, powstałych w wyniku reakcji pucolanowej, jest mniejszy stosunek molowy C/S w porównaniu do produktów występujących w matrycach wykonanych na zwykłym cemencie portlandzkim [193, 353]. Potwierdzają to m.in. wyniki badań przedstawione w pracach [122, 354].

Aktywność pucolanowa krzemionkowych popiołów lotnych jest zależna od wielu czynników co sprawia, że trafne i precyzyjne określenie tej właściwości staje się zadaniem o tyle trudnym co i złożonym [264, 319, 352]. W związku z tym najlepszym rozwiązaniem, przy prowadzonej rzetelnie

ocenie aktywności pucolanowej, jest jej wyznaczenie za pomocą dwóch lub trzech odpowiednio wytypowanych i wzajemnie uzupełniających się metod bsdawczych [352].

W literaturze dostępnych jest kilkadziesiąt metod oceniających aktywność pucolanową popiołów lotnych i innych dodatków, które można podzielić na: chemiczne i fizyczne [193, 319, 352]. W niektórych źródłach, np. [264] dodatkowo wyróżnia się metody technologiczne.

Metody chemiczne polegają na określeniu ilości i szybkości wiązania CH przez składniki badanej pucolany lub wyznaczeniu ilości  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$  jakie zostaną wylugowane z pucolany w określonych warunkach. Metody fizyczne w większości przypadków polegają na określeniu wpływu dodatku na wytrzymałość zapraw cementowych lub wapiennych [352].

Przegląd ważniejszych metod badań aktywności pucolanowej przedstawiono w pracach [193, 264, 319, 352]. Do najczęściej stosowanych sposobów oceny aktywności pucolanowej popiołów zalicza się: w grupie metod chemicznych badanie wg amerykańskiej normy ASTM C379-65T [14], natomiast w grupie metod fizycznych badanie wg polskiej normy PN-EN 450-1 [290]. Wybrane sposoby badania aktywności krzemionkowych popiołów lotnych szczegółowo zostaną opisane w Roz. 5.3.

### **2.3.3. Możliwości wykorzystania krzemionkowych popiołów lotnych w przemyśle materiałów budowlanych**

Dodatek krzemionkowych popiołów lotnych do betonów ma wpływ zarówno na parametry mieszanki betonowej jak i stwardniałego kompozytu, a beneficja wynikające z zastosowania tych popiołów w kompozytach związane są głównie z ich:

- korzystną morfologią ziaren [72, 373],
  - wysoką aktywnością pucolanową [348, 374],
  - możliwością uszczelnienia przez drobne frakcje struktury betonu [348, 375].
- Istnieją trzy możliwości stosowania popiołów jako dodatków do betonu [157]:
- popiół jako składnik cementu,
  - zastąpienie części cementu popiołem,
  - zastąpienie kruszywa drobnego popiołem (zwiększenie ilości spoiwa).

Wg pracy [98] w praktyce stosowania popiołu lotnego można go użyć w betonie jako:

- mikrokruszywo dla poprawy krzywej uziarnienia mieszanki kruszywowej,
- ekwiwalent części cementu bez zmiany zawartości wody,
- zastąpienie cementu popiołem lotnym przy utrzymaniu niezmiennego, ekwiwalentnego wskaźnika wodno-cementowego ( $w/c = w/c_{eq}$ ),
- zastąpienie cementu popiołem lotnym oraz uzupełniający dodatek popiołu lotnego przy zachowaniu bądź zmianie ekwiwalentnego wskaźnika wodno-cementowego.



Wymagania jakościowe stawiane krzemionkowym popiołom lotnym jako składnikom cementu są podane w normie [288] i są one następujące:

- udział reaktywnego CaO < 10,0%,
- zawartość wolnego CaO < 1,0% (po spełnieniu wymagań dotyczących rozszerzalności mieszaniny składającej się z 30% popiołu i 70% cementu CEM I, wykonanych w określonych warunkach, dopuszcza się popioły lotne krzemionkowe o zawartości wolnego wapna wyższej niż 1% i niższej niż 2,5%),
- zawartość reaktywnego SiO<sub>2</sub> powinna wynosić nie mniej niż 25,0% masy.

W [288] podane są cztery rodzaje cementów, w których krzemionkowy popiół lotny stanowi jeden ze składników głównych (Tab. 2.10.). W pozostałych typach cementów może być on wykorzystany jedynie jako składnik drugorzędny tzn. nie przekraczający w stosunku do wszystkich składników cementu 5% masy.

**Tab. 2.10. Cementy zawierające krzemionkowy popiół lotny jako składnik główny [288]**

Rodzaj cementu	Oznaczenie cementu	Ilość nieklinkierowego składnika [% mas.]
Portlandzki popiołowy	CEM II/A-V	6÷20
	CEM II/B-V	21÷35
Portlandzki wieloskładnikowy <sup>1)</sup>	CEM II/A-M	6÷20
	CEM II/B-M	21÷35
Pucolanowy <sup>2)</sup>	CEM IV/A	11÷35
	CEM IV/B	36÷55
Wieloskładnikowy <sup>3)</sup>	CEM V/A	18÷30
	CEM V/B	31÷50
<sup>1)</sup> Najczęściej ten cement zawiera w składzie popiół lotny i żużel wielkopieczowy, ponadto może zawierać: pucolany, pył krzemionkowy, łupek palony, mielony kamień wapienny.		
<sup>2)</sup> W składzie tego cementu występuje głównie mieszanina pucolan i popiołu lotnego lub tylko popiół lotny.		
<sup>3)</sup> Składnikami cementu oprócz popiołu lotnego są: żużel wielkopieczowy i pucolany.		

W przypadku zastępowania części cementu w mieszance betonowej popiołem lotnym, z uwagi na procentową zawartość substytutu, rozróżnia się dwie grupy kompozytów:

- tradycyjne betony, w których dodatek popiołów lotnych wg różnych źródeł oscyluje na poziomie: 15÷35% [91, 143, 398], a jego procentowy udział wynosi najczęściej około 20% [201, 222],
- betony wysokopopiołowe, w których cement portlandzki został zastąpiony przynajmniej w 50% przez dodatek popiołów lotnych [157, 398].

Należy przy tym zwrócić uwagę, że zgodnie z zapisami normy [287] popiół lotny, jako dodatek typu II, może być uwzględniany w składzie mieszanki beto-

nowej na podstawie podanego w normie [287] współczynnika  $k$ , przy czym powinien być spełniony warunek dotyczący maksymalnej ilości tego dodatku tzn.: popiół lotny/cement  $\leq 0,33$  masowo.

Wskaźniki wykorzystania popiołów lotnych znacznie różnią się w poszczególnych krajach na świecie, od najniższego poziomu wynoszącego 3,5% w Indiach do najwyższego 93,7% w Hong Kongu [224]. W Polsce, z każdym rokiem, następuje coraz szersze zastosowanie popiołów lotnych zarówno w budownictwie jak i w innych działach gospodarki, o czym świadczy coraz mniejsze ich deponowanie na składowiskach [89]. Autorzy pracy [66] podają trzy główne obszary zagospodarowania popiołów lotnych, którymi są: budownictwo, górnictwo i gospodarka terenowa. Twierdzą jednak, że z uwagi na duże koszty składowania oraz ograniczenie terenów do rekultywacji należy spodziewać się zwiększenia znaczenia budownictwa jako odbiorcy popiołów [66]. W tym samym artykule podane jest zestawienie z którego wynika, że w sektorze budownictwa największa ilość popiołów lotnych wykorzystywana jest jako dodatek do cementu. Co więcej udział popiołów w przemyśle cementowym stanowi ponad 50% całkowitego użycia tego materiału w całym sektorze budowlanym, co jest potwierdzeniem tendencji światowych jeszcze z zeszłego wieku [73].

Obecnie dobrej jakości krzemionkowe popioły lotne o niskich stratach prażenia i wysokiej mialkości stosowane są dosyć powszechnie w przemyśle cementowym i betonowym do produkcji spoiw i różnego rodzaju kompozytów. Do grupy materiałów na bazie klinkieru portlandzkiego wykorzystujących w swoim składzie dodatki popiołów z węgla kamiennego zalicza się przede wszystkim:

- cementy popiołowe, pucolanowe i wieloskładnikowe,
- cementy żaroodporne,
- cementy wiertnicze,
- betony zwykłe,
- betony wysokowartościowe,
- betony samozagęszczalne tradycyjne i wysokowartościowe,
- betony ultra wysokiej wytrzymałości,
- betony wałowane,
- betony ze zbrojeniem rozproszonym,
- betony polimerowe,
- betony podwodne.

Krzemionkowe popioły lotne są również wykorzystywane w innych branżach przemysłu budowlanego np.: transformacji w materiały zeolitowe [4], produkcji: ceramiki metodą spiekania [388], kruszyw lekkich [337] i powłok cieplnych [52], a z uwagi na zawartość w swoim składzie tlenku żelaza (III)  $Fe_2O_3$  są stosowane jako dodatek do zaczynów w celu ekranowania zakłóceń elektromagnetycznych [49].

Zgodnie z informacjami podanymi w pracy [66] popioły krzemionkowe znajdują też zagospodarowanie w drogownictwie: do stabilizacji i wzmocnienia gruntów, budowy dróg i autostrad [268], wykonywania wałów przeciwpowodziowych [225], oraz w górnictwie jako surowiec do wytwarzania zawiesin popiołowo-wodnych i sekwestracji CO<sub>2</sub> [363].

Ciekawym i ważnym zastosowaniem krzemionkowych popiołów lotnych, w przemyśle materiałów kompozytowych, jest również możliwość ich wykorzystania do syntezy nanomateriałów węglowych takich jak: nanorurki, nanowłókna lub grafen [246].

Odpady te są również szczególnie przydatne w dziedzinie ochrony środowiska np. jako adsorbenty szkodliwych związków chemicznych [329], lub jako składniki spoiw cementowych stosowanych do immobilizacji metali ciężkich [105, 251].

## 3. Rysy i mikrorysy w betonach cementowych

### 3.1. Zarodkowanie pęknięć w mikrostrukturze betonu

W strukturze betonu, który z uwagi na swoją budowę jest kompozytem, występują dwa podstawowe składniki: krucha matryca podatna na działanie wilgoci, temperatury i korozji oraz sztywne ziarna kruszywa będące inkluzjami, które charakteryzuje odporność na wpływy środowiskowe.

Stos okruszowy betonu jest złożony z ziaren, które z kolei składają się z kryształów o zróżnicowanych siatkach krystalicznych. Kryształy w ziarnach są powiązane między sobą siłami adhezji. Im bardziej jest uporządkowana struktura kompozytu, a więc im bardziej jest on materiałem jednorodnym tym większe są siły przyczepności pomiędzy poszczególnymi jego składnikami. Gdy natomiast struktura materiału jest bardziej heterogeniczna i chaotyczna powoduje to spadek sił wiążących poszczególne komponenty oraz powstawanie w obszarach pomiędzy ziarnami i kryształami struktury pustek i porów. Mimo, że beton jest materiałem o strukturze wielocząsteczkowej takiej jak np. szkło lub ceramika jego budowa wewnętrzna znacznie różni się od budowy innych materiałów z kruchymi matrycami. Związane jest to przede wszystkim z faktem występowania składników betonu aż w trzech stanach skupienia, podczas gdy w większości materiałów kruchych struktura molekularna cząstek jest jednofazowa i posiada regularną siatkę krystaliczną [269]. Co więcej, struktura betonu wykazuje zdolność przechodzenia poszczególnych cząstek z jednego stanu fizycznego w drugi, co obserwuje się np. w procesie rekrytalizacji minerałów cementu. Ta właściwość przeobrażania się kompozytu stwarza możliwość powstawania odkształceń i zjawisk plastycznych. Zjawisko plastyczności, w anizotropowym betonie, zasadniczo różni się od plastyczności w np. izotropowej stali. Podczas gdy w stali wskutek poślizgu kryształów wytrzymałość materiału nie obniża się tak w kompozytach z kruchymi matrycami cementowymi, w punktach szczytowych naprężeń, mogą pojawiać się lokalne zniszczenia dekohezyjne, powodujące inicjację pęknięć.

Na proces powstawania pierwszych uszkodzeń w betonie wpływ mogą mieć również wady materiałowe oraz destrukcyjne czynniki zewnętrzne. Według L. Kucharskiej [191] mechanizm zniszczenia betonu wynika przede wszystkim z niejednorodnej jego budowy i to głównie na poziomie mikrostruktury. Budowa betonu jako materiału wieloskładnikowego i wielofazowego sprawia, że w procesie zarysowania podstawowe znaczenie mają nieciągłości związane z: porowatością i strukturą porów, niejednorodnym rozmieszczeniem składników w objętości betonu, w tym głównie produktów hydratacji, występowaniem międzyfazowych granic i warstw przejściowych, oraz pojawianiem się poza wiązaniami chemicznymi innych wiązań np. wodorowych bądź Van der Walsa takich jak: dipolowe, indukcyjne, dyspersyjne, konformacyjne. W pobliżu defektów betonu takich jak: mikrorysa, por kapilarny, nieciągłość w sieci krystalicznej, korozja we-

wnątrzmateriałowa itp. występują, pod działaniem obciążenia zewnętrznego, lokalne spiętrzenia naprężeń. Mogą one powodować gwałtowną propagację uszkodzenia, a w efekcie zniszczenie całego elementu. Najbardziej niebezpiecznymi miejscami koncentracji naprężeń są najmniejsze pęknięcia o ostrych końcach. W ich wierzchołkach występują, bowiem największe wartości naprężeń [128].

Rysy w konstrukcjach betonowych i żelbetowych są zjawiskiem dość powszechnym. Można stwierdzić, że są one niejako cechą naturalną betonu, a wręcz inherentną częścią jego struktury. Z uwagi na: różnice właściwości pomiędzy kruszywem a zaczynem cementowym, skurcz i naprężenia termiczne jeszcze przed przyłożeniem obciążenia w strefach styku inkluzji z matrycą, pojawiają się w betonie pierwsze defekty. Początkowo uszkodzenia w formie mikrorys są tak małe, że ich wykrycie bądź analiza możliwa jest tylko przy zastosowaniu nowoczesnych technik akustycznych [45, 125, 126, 128, 132, 140, 144, 145, 147, 230, 258, 301, 306]. W procesie narastania obciążeń zewnętrznych defekty w postaci mikrorys i submikrorys ulegają wewnętrznej kumulacji łącząc się w coraz większe łańcuchy rys, prowadząc w konsekwencji do całkowitej destrukcji struktury betonu. Poszczególne etapy rozwoju pęknięć w strukturze betonu zostaną szczegółowo opisane w Roz. 3.3.3.

### **3.2. Przyczyny powstawania rys i uszkodzeń w betonie**

Wg autorów pracy [42] rysy można sklasyfikować wg różnych kryteriów z uwagi na:

- przyczynę powstania,
- miejsce w strukturze materiału,
- szerokość,
- układ,
- możliwość dopuszczenia uszkodzonego elementu do eksploatacji,
- metody obserwacji.

Na podstawie powyższej klasyfikacji można stwierdzić, że przy dogłębnej analizie defektów, w strukturze betonu istotne jest przede wszystkim poznanie: przyczyn powstawania uszkodzeń, miejsc ich występowania, oraz rodzaju i wielkości pęknięć. Informacje takie są pomocne do ustalenia czynników, które spowodowały powstanie nieciągłości w materiale, jak również do doboru skutecznej techniki naprawczej uszkodzonego elementu. Znając przyczynę, która zainicjowała powstanie uszkodzenia w elemencie betonowym użytkownik obiektu jest w stanie przeciwdziałać dalszej jego destrukcji poprzez wykonanie wzmocnienia lub remontu. W przeciwnym razie postępujący rozwój uszkodzenia może doprowadzić z czasem do wystąpienia w konstrukcji awarii a nawet katastrofy budowlanej [321].

Wyróżnia się dwa rodzaje przyczyn powstawania uszkodzeń w elementach betonowych i żelbetonowych, choć są one zróżnicowane i często trudne do ustalenia:

- 1) **Defekty pierwotne** wynikające z naturalnych własności materiału lub z błędów projektowych i wykonawczych.
- 2) **Defekty wtórne** powstałe w czasie eksploatacji.

Do grupy determinant, które powodują powstawanie defektów pierwotnych zalicza się:

a) *w grupie przyczyn powstawania rys o charakterze materiałowym:*

- wczesne naprężenia termiczne występujące w trakcie pierwszych kilkunastu godzin po zaformowaniu elementu betonowego,
- skurcz betonu wynikający z przemian fizyczno-chemicznych składników cementu,
- niejednorodność materiału,

b) *w grupie przyczyn powstawania rys w wyniku błędów projektowych:*

- wadliwe założenia projektowe warunków pracy konstrukcji,
- błędnie przyjmowane przez projektantów obciążenia, np. pominięcie obciążeń temperaturowych,
- nienależycie założone warunki wykonywania konstrukcji,
- niedostateczny stan wiedzy projektantów,
- błędy rachunkowe w czasie opracowywania projektu,
- niedbałość autorów projektu,

c) *w grupie przyczyn powstawania rys w wyniku błędów technologicznych i wykonawstwa:*

- niewystarczająca wytrzymałość materiałów i wyrobów,
- zła jakość montażu i połączeń konstrukcyjnych,
- zbyt długie przerwy technologiczne w układaniu kolejnych warstw mieszanki betonowej,
- złe zagęszczenie oraz niedowibrowanie betonu w miejscach przerw technologicznych,
- zbyt płytkie i porowate otulenie zbrojenia betonem,
- odstępstwa od projektu w czasie realizacji,
- niedostateczne kwalifikacje i stan wiedzy wykonawców,
- niedostateczny nadzór i współpraca z projektantem,
- niedbałość wykonawców.

W grupie determinant, które powodują powstawanie defektów wtórnych można wyróżnić:

a) *błędy w czasie użytkowania obiektu:*

- nadmierne i nieodpowiednie obciążenia w stosunku do założeń projektowych,
- zmianę schematu statycznego lub przeznaczenia obiektu,
- niewłaściwe zabezpieczenie konstrukcji przed oddziaływaniem środowiska,

- niewystarczający nadzór techniczny nad eksploatacją,
- niedostateczny stan wiedzy użytkowników,

*b) obciążenia wyjątkowe:*

- nadmierne obciążenia wiatrem i śniegiem,
- wybuchy gazu i awarie technologiczne,
- pożary i zniszczenia losowe,
- obciążenia sejsmiczne.

Szczegółowego podziału przyczyn tworzenia się rys w elementach betonowych dokonał W. Kiernożycki [178]. W swoich analizach uwzględnił on oddziaływania pośrednie i bezpośrednie, które mogą mieć wpływ na rozwój defektów, oraz oszacował, dla każdej z przyczyn, przewidywany czas ich powstania w zależności od fazy rozwoju struktury betonu, Tab. 3.1. [178].

**Tab. 3.1. Ogólna charakterystyka spotykanych uwarunkowań tworzenia się rys w wyniku oddziaływań pośrednich i bezpośrednich [178]**

Fazy rozwoju struktury betonu	Przyczyny tworzenia się uszkodzeń	Czas
Świeży beton	Osiadanie mieszanki betonowej	1÷2 h
	Skurcz plastyczny	2÷4 h
Młody beton	Naprężenia własne wywołane niejednorodnym polem temperatury i wilgotności w konstrukcjach masywnych	12÷36 h
Beton stwardniały	Naprężenia wymuszone wywołane quasi-jednorodnym cyklem zmian temperatury konstrukcji średniomasywnych	12÷36 h
	Naprężenia wymuszone wywołane quasi-jednorodnym cyklem zmian temperatury konstrukcji masywnych	1÷3 miesięcy
	Naprężenia własne i wymuszone wywołane skurczem	1÷3 miesięcy
	Korozja zbrojenia	> 12 miesięcy
	Procesy chemiczne – reakcja alkaiczna	2÷5 lat

### 3.3. Charakter uszkodzeń kompozytów betonowych

#### 3.3.1. Miejsca występowania uszkodzeń wynikające z kruchości betonu

Beton jest materiałem wielofazowym i niejednorodnym, zatem przyczyn i miejsc rozwoju defektów może być wiele. Pierwsze uszkodzenia zazwyczaj pojawiają się w ITZ kruszywo – zaczyn lub w matrycy cementowej.

W pracach [123, 125, 271] przedstawiono podstawowe rodzaje (typy) mikropęknięć, jakie występują w zdeformowanym betonie pod obciążeniem zewnętrznym.

W przypadku analizy dwuwymiarowej są to:

- a) *szczeliny powstałe w ITZ kruszywo – zaczyn:*
- niepropagujące się w głąb matrycy cementowej,
  - z tendencją do rozwoju w głąb matrycy cementowej,
  - z możliwością rozwoju w głąb kruszywa,
- b) *szczeliny powstałe w samej matrycy cementowej.*

### **Mikrostruktura matrycy cementowej w aspekcie odporności na kruche pękanie**

W betonach cementowych matryca, którą jest stwardniały zaczyn cementowy, składa się z następujących związków chemicznych:

- uwodnionych krzemianów wapnia,
- uwodnionych glinianów wapnia, glinożelazianów i siarczanoglinianów,
- wodorotlenku wapnia i węgla wapnia,
- składników śladowych takich jak np.: tlenki wapnia i magnezu, sodu i potasu.

W składzie stwardniałego zaczynu znajdują się ponadto niezhydratyzowane cząstki cementu oraz pory, znacznie redukujące efektywny przekrój przenoszący obciążenia. Wg pracy [350] podstawową fazą, która zajmuje najwięcej miejsca w strukturze zaczynu, tzn. od 50 do 70% masowo, jest żel krzemianu wapniowego określanego jako faza C-S-H. Powstaje ona z uwodnienia krzemianów wapnia: alitu  $C_3S$  i belitu  $C_2S$ , które stanowią składniki cementu portlandzkiego. Drugim pod względem ilości budulcem matrycy, zajmującym około 25% jej masy, jest wodorotlenek wapnia (portlandyt) CH. Na podstawie pracy [197] w Tab. 3.2. zestawiono przykładowe procentowe składy zaczynów wykonanych na bazie różnych spoiw tzn.: czystego cementu portlandzkiego CEM I, cementu hutniczego z dodatkiem 50% żuźla CEM III/A i cementu popiołowego CEM II/B-V zawierającego dodatek 30% krzemionkowych popiołów lotnych. Porównując ilościowe zestawienia głównych związków tworzących strukturę matrycy zaznacza się wyraźna tendencja redukcji fazy CH o około kilkanaście procent w zaczynach wykonanych na cemencie z dodatkami mineralnymi w stosunku do osnowy opartej na zwykłym CEM I.

**Tab. 3.2. Skład fazowy zaczynów wykonanych z różnych cementów po roku hydratacji [197]**

Faza	Zawartość fazy w zaczynie wykonanym na bazie spoiwa [% mas.]		
	CEM I	CEM II/B-V	CEM III/A
C-S-H	60÷65	48÷55	65÷70
CH	20÷25	8÷10	6÷8
E	ok. 6	ok. 4	ok. 4
Gliniany	ok. 15	ok. 8	ok. 6
Klinkier	5	0	0
Żużel	0	0	15
Popiół	0	20	0



Ponieważ faza C-S-H stanowi główny składnik stwardniałego zaczynu cementowego, decyduje ona w największym stopniu o jego właściwościach fizycznych i chemicznych. Ma ona również istotny wpływ na parametry wytrzymałościowe oraz trwałość betonu, a co za tym idzie od wielu lat poddawana jest wnikliwym badaniom i analizom. Szereg istotnych informacji dotyczących m.in. składu i budowy tej fazy znaleźć można w pracach W. Kurdowskiego [193] i A. Nonata [252]. W literaturze występuje rozgraniczenie żelu C-S-H wg dwóch głównych klasyfikacji:

- na podstawie stosunku molowego C/S, wg H.F.W. Taylora [351], oraz A. Nonata i współautorów [253],
- na podstawie różnic morfologicznych, widocznych w obrazach SEM (Rys.3.1.), wg S. Diamonda [71].

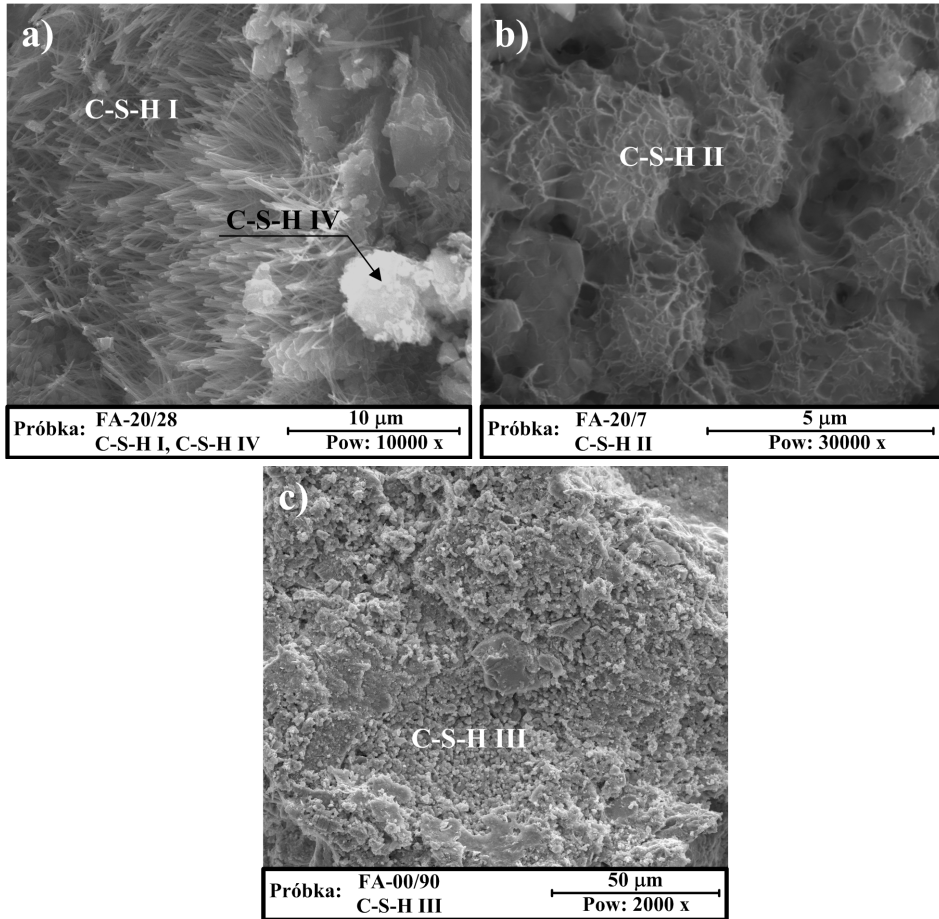
Szczegóły dotyczące powyższych podziałów przedstawiono w Tab. 3.3. i 3.4., natomiast przykładowe obrazy morfologiczne fazy C-S-H pokazano na Rys. 3.1.

**Tab. 3.3. Klasyfikacja fazy C-S-H na podstawie stosunku molowego C/S**

Klasyfikacja wg H.F.W. Taylora [351]			
Rodzaj fazy	I		II
Wartości C/S	C/S < 1,5		C/S > 1,5
Klasyfikacja wg A. Nonat, A.-Ch. Courault, D. Damidot [253]			
Rodzaj fazy	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
Wartości C/S	$0,66 \leq C/S < 1,0$	$1 < C/S < 1,5$	$1,5 < C/S < 2$

**Tab. 3.4. Klasyfikacja fazy C-S-H na podstawie morfologii mikrostruktury**

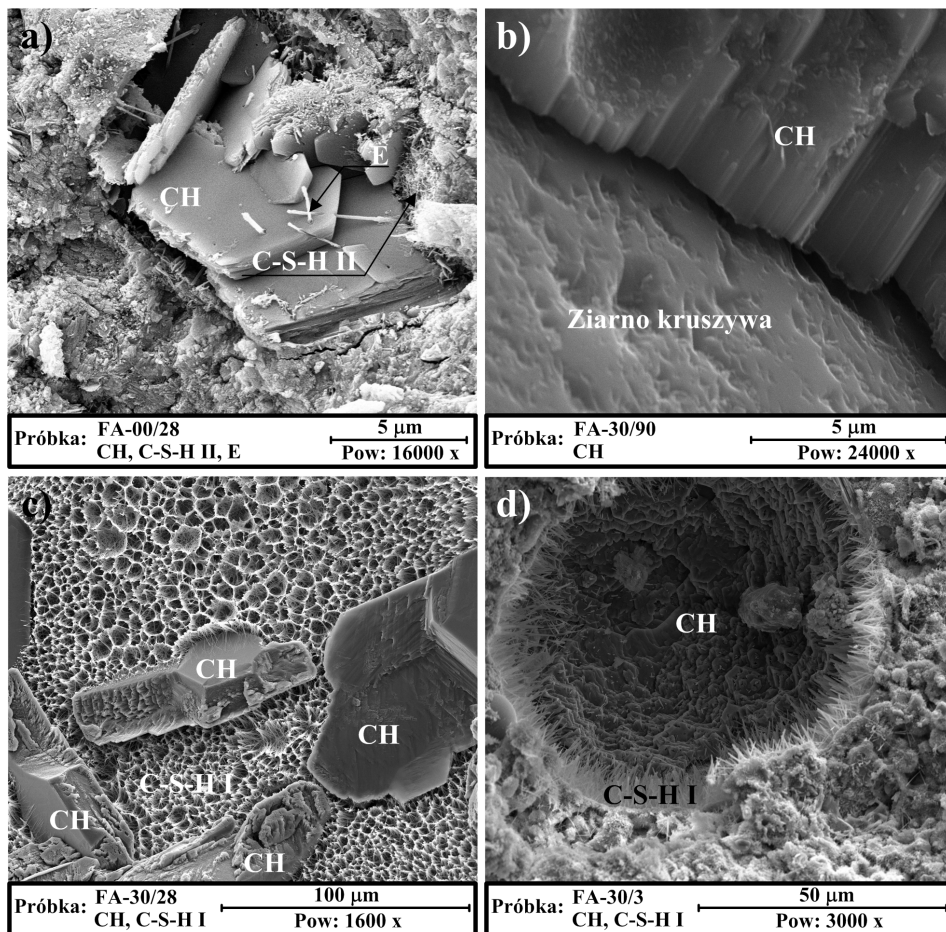
Klasyfikacja wg S. Diamonda [71]				
Rodzaj fazy	I	II	III	IV
Charakterystyka	Budowa włóknista	Budowa sieciowa w formie „plastra miodu pszczelego”	Małe nieregularne izometryczne lub spłaszczone ziarna	Postać aglomeratów kulistych w formie zbitego żelu



**Rys. 3.1. Obrazy morfologiczne fazy C-S-H: a) C-S-H I i C-S-H IV, b) C-S-H II, c) C-S-H III (źródło: badania własne)**

Drugą z faz występujących w zaczynie, która w dużym stopniu decyduje o jego parametrach mechanicznych jest tworzący się w reakcji krzemianów wapnia z wodą wodorotlenek wapnia. Portlandyt występuje głównie w postaci heksagonalnych płytek o wielkości od 0,01 do 1,0 mm, często z charakterystycznie przerastającymi igłami ettringitu (Rys. 3.2.a). Spotykane są również kolumnowe CH ze szczelinami dekohezyjnymi w obszarze ITZ z kruszywem grubym (Rys. 3.2.b), a z uwagi na znaczną kruchość CH może ponadto przybierać masywne formy o kształtach nieregularnych rozproszone w strukturze fazy C-S-H (Rys. 3.2.c). Z uwagi na fakt, że kryształy jakiegokolwiek fazy, a w szczególności portlandytu, do wykształcenia swoich prawidłowych form krystalicznych potrzebują miejsca, często najładniejsze skupiska CH obser-

wowane są w dużych porach powietrznych [198]. Takie struktury portlandytu, wykształcone w porze w otocze włókien fazy C-S-H I, przedstawia Rys. 3.2.d.



Rys. 3.2. Postacie fazy CH: a) płytki heksagonalne, b) kolumny, c) formy nieregularne d) kryształy w porze (źródło: badania własne)

Na parametry mechaniczno-wytrzymałościowe i odporność na pękanie dwóch głównych faz osnowy mają wpływ czynniki związane zarówno z ich budową jak i miejscem występowania w strukturze matrycy. S. Mindess we wnioskach przedstawionych w pracy [228] stwierdził, że portlandyt ma zbliżoną wytrzymałość do fazy C-S-H, natomiast o rozwoju uszkodzeń w ITZ kruszywa z CH decyduje morfologia kryształów tej fazy występujących wokół kruszywa. Również J.J. Beaudoin [26], w wyniku swoich doświadczeń, ustalił,

że parametry CH są zbliżone do wyników uzyskanych dla zaczynu z cementu portlandzkiego. Uzyskał on podobne rezultaty w ocenie modułów sprężystości i wytrzymałości na zginanie obu faz [26].

Porównanie wyników badań odporności na pękanie dla CH i C-S-H wskazuje jednak na znacznie gorsze wartości otrzymane w przypadku portlandytu w porównaniu do C-S-H. Autorzy prac [26, 27] wykazali, że współczynnik intensywności napężeń  $K_c$  jest mniejszy dla fazy CH w porównaniu do C-S-H, mieszaniny C-S-H/CH [27] i zaczynu cementowego [26]. Z wniosków przedstawionych w [27] wynika również, że w przypadku C-S-H najwyższą odporność na pękanie można uzyskać gdy stosunek C/S w tej fazie wynosi 0,99.

Ponieważ faza CH jest fazą słabszą, o niższej odporności na pękanie, w stosunku do C-S-H, przeto pęknięcia w tych strefach zaczynu pojawiają się najczęściej wzdłuż płaszczyzn łupliwości fazy CH [401]. Szczególnie niekorzystne są skupiska dużych kryształów portlandytu, występujące w obszarze ITZ, które mogą powodować znaczące jej osłabienie i większą podatność na korozję i kruche uszkodzenia.

### **Warstwa stykowa jako kluczowe miejsce powstawania pęknięć w betonie**

W procesie tężenia i dojrzewania betonu, w jego heterogenicznej strukturze, powstaje na styku matrycy i inkluzji odrębna faza kompozytu tzn. warstwa stykowa (Interfacial Transition Zone - ITZ), której parametry mechaniczne znacząco różnią się od właściwości dwóch głównych składników kompozytu tzn. zaczynu i kruszywa. Wg prac [41, 42, 227] strefa pomiędzy zaczynem a ziarnami kruszywa jest jedną z czterech rodzajów ITZ, które mogą występować w strukturze kompozytów betonowych. Pozostałymi trzema są ITZ pomiędzy: poszczególnymi fazami w betonie, np. między zaczynem a niezhydratyzowanymi ziarnami cementu i dodatków pucolanowych; zaczynem i prętami, kablami lub włóknami uzbrojenia (np. w elementach fibrobetonowych, żelbetonowych i sprężonych); warstwami starego i nowego betonu (np. w elementach zespolonych).

Tworzenie się ITZ rozpoczyna się zaraz po zmieszaniu cementu i kruszywa z wodą w wyniku złożonych procesów fizycznych, fizykochemicznych i chemicznych zachodzących na granicy kruszywa z osnową. Grubość ITZ w betonach zwykłych wynosi zazwyczaj 40÷50  $\mu\text{m}$  [41]. Potwierdzają to m.in. prace badaczy rosyjskich [210], którzy na podstawie powiązania wyników z badań mikrotwardości (wykonanych w obszarze do 5 mm od ziarna kruszywa) z analizą zdjęć mikroskopowych wykazali, że grubość ITZ wynosi około 50  $\mu\text{m}$ .

Mimo iż ITZ jest częścią matrycy cementowej to jej budowa znacząco różni się od składu zaczynu położonego w dalszej odległości od ziaren kruszywa. W literaturze dostępnych jest kilka modeli, które opisują morfologię i strukturę ITZ, np. [19, 403], natomiast dogłębny ich przegląd przedstawiono w [41]. Na podstawie dokładnej analizy mikrostruktury ITZ przedstawionej w pracy [202] stwierdzono, że bezpośrednio przy powierzchni kruszywa występuje war-

stwa zorientowanych kryształów CH o grubości około 0,5  $\mu\text{m}$ , poza którą jest warstwa C-S-H o podobnej grubości. Układ ten jest określany jako podwójna błona. W dalszej odległości od ziaren kruszywa występuje główna ITZ zawierająca produkty hydratacji cementu z większymi kryształami portlandytu. Wg [93] przy styku kruszywa z zaczynem procentowa zawartość fazy CH jest ponad dwukrotnie wyższa w porównaniu do C-S-H. Budowa ITZ jest zależna od licznych czynników technologicznych, oraz od rodzaju i składu betonu w jakim występuje, w odniesieniu zarówno do matrycy jak i kruszywa [41, 192]. Ponadto znaczącą rolę mającą wpływ na grubość jak i mikrostrukturę ITZ przypisuje się ilości wody w mieszance betonowej [82]. Najistotniejsze czynniki decydujące o budowie i właściwościach ITZ zestawiono w pracy [145]. Zalicza się do nich:

- skład mineralogiczny cementu i obecność w nim domieszek,
- rodzaj, wielkość, skład mineralogiczny i chropowatość kruszywa oraz, zanieczyszczenie i wysuszenie ziaren wypełniaczy,
- wskaźnik w/c betonu,
- sposób zagęszczenia mieszanki betonowej,
- obecność w składzie betonu domieszek plastyfikujących i dodatków mikro-wypełniających,
- kinetykę twardnienia, czas i sposób dojrzewania oraz warunki cieplno-wilgotnościowe panujące podczas dojrzewania betonu.

Z przytoczonych powyżej czynników mających wpływ na budowę ITZ pierwszorzędą rolę należy przypisać największym inkluzjom występującym w betonie. O budowie ITZ w głównej mierze decyduje adhezja pomiędzy kruszywem a matrycą. Na przyczepność stwardniałego zaczynu cementowego do kruszywa główny wpływ ma: mechaniczne szepianie się zaczynu z szorstką powierzchnią kruszywa, powstawanie produktów reakcji chemicznych pomiędzy tymi materiałami oraz przyczepność kapilarna. Czwartym czynnikiem, który może decydować o tworzeniu się silnych ITZ w strukturze betonu jest tzw. zjawisko epitaksji, czyli proces chemiczny powodujący budowę i wzrost nowych sieci kryształów na powierzchni ziaren kruszywa. W dotychczasowych badaniach stwierdzono, że adhezja zaczynu w betonach z zastosowaniem kruszyw łamanych jest większa niż w kompozytach z udziałem kruszyw otoczkowych [123, 125, 126, 128, 292-294, 326]. Szczególnie dobrą przyczepnością ziaren kruszywa do zaczynu charakteryzują się wapienie i inne wypełniacze węglanowe [123, 125, 126, 128, 293, 326]. Ma to głównie związek z tym, że kruszywa tego typu mają bardziej rozwiniętą powierzchnię w stosunku do innych wypełniaczy, a ponadto są silnie aktywne chemicznie. W wyniku badań ITZ, w oparciu o metodę przewodnictwa elektrycznego udowodniono, że w betonach z wypełniaczami węglanowymi zachodzą reakcje chemiczne między wapieniem a zaczynem cementowym dzięki czemu mikrostruktura na styku obu faz jest bardziej zwarta [279]. Pod uwagę wzięto kruszywa o bar-

dzo różnych zakresach uziarnienia od #16 ÷ #20 do #60 ÷ #100. W wyniku przeprowadzonych eksperymentów ustalono, że korzystne interakcje w ITZ wapieni dotyczą głównie kruszyw o bardzo małym uziarnieniu, natomiast grubość styku między ziarnami a zaczynem zmniejsza się wraz z zastosowaniem mniejszych wypełniaczy [279].

Oceniając wpływ największych inkluzji na kształtowanie się ITZ w betonie należy zwrócić uwagę na wielkość ziaren zastosowanego kruszywa, ponieważ grubość ITZ ma ścisły związek z przyjętym stosem okrucowym. Dzieje się tak, gdyż wokół kruszywa grubego gromadzi się, znacznie większa warstwa wody niż wokół np. drobnych ziaren piasku. Ma to szczególne znaczenie w przypadku np. gładkich kruszyw otoczkowych. Grubsza ITZ występująca w obrębie dużych inkluzji, zawierająca większą ilość wody, powoduje zwiększoną porowatość w tej strefie kompozytu. Dodatkowym czynnikiem, który wpływa na wyższy wskaźnik porowatości w ITZ jest efekt ściany. Powoduje on, że w sąsiedztwie dużych inkluzji ziarenka cementu nie mogą być upakowane ciasno w obszarze zewnętrznych powierzchni kruszywa. W literaturze dostępne są wyniki badań, z których wynika, że porowatość zaczynu na styku z kruszywem może wynosić od 30% [330] do nawet 50% [93]. Udowodniono również, że rozkład porowatości w tej strefie przyjmuje tendencję spadkową, wraz z oddalaniem się od powierzchni styku. Już w odległości 40  $\mu\text{m}$  od granicy ziarna zawartość porów w zaczynie wynosi około kilkunastu procent by dalej sukcesywnie spadać do poziomu wynoszącego blisko 5% w części oddalonej od ziarna o 70  $\mu\text{m}$  [93, 330]. Wysoka porowatość ITZ wpływa m.in. na uaktywnienie się w tym obszarze betonu jego właściwości reologicznych. Wokół dużych ziaren kruszywa pojawia się, w znaczącym stopniu skurcz i pęcznienie, co powoduje, że pod wpływem naprężeń obszar ten staje się podstawowym punktem neutralnym betonu podatnym na uszkodzenia. Wysoka porowatość ITZ wraz z nagromadzonymi w tej strefie kruchymi kryształami portlandytu obniża niewątpliwie jakość ITZ i powoduje, że właśnie w tym obszarze betonu dochodzi do inicjacji pierwszych pęknięć w materiale.

W pracach [272, 294, 332] można znaleźć przykłady analizy wpływu rodzaju powierzchni zastosowanego kruszywa na różne parametry mechaniki betonu. W Tab.3.5. zestawiono o ile obniżyły się poziomy naprężenia krytyczne ( $\sigma_{22}^I$  i  $\sigma_{22}^{II}$ ) oraz parametry mechaniki pęknięcia ( $K_{Ic}$ ,  $J_{Ic}$  oraz  $K_{IIc}$ ,  $J_{IIc}$ ) w kompozytach, do których wykonania użyto wypełniaczy otoczkowych o wcześniej, sztucznie spreparowanej powierzchni. Przedstawione wyniki odniesiono do badań betonów wykonanych przy zastosowaniu tych samych kruszyw, ale o powierzchni naturalnej. Na podstawie analizy danych zawartych w Tab.3.5. można stwierdzić, że powierzchnia zastosowanych do wykonania betonu kruszyw ma bardzo istotne znaczenie, szczególnie jeżeli chodzi o jego odporność na pęknięcie. Wynika z tego, że wartości parametrów mechanicznych – wytrzymałościowych kompozytu cechuje duża zależność nie tylko od ro-

dzaju i wielkości zastosowanego wypełniacza, ale przede wszystkim od jego powierzchni, która ma decydujący wpływ na budowę ITZ z zaczynem cementowym.

**Tab. 3.5. Wpływ powierzchni zastosowanego kruszywa na wybrane parametry betonów**

Powierzchnia kruszywa	Spadki parametrów mechaniki betonu [%]					
	$K_{Ic}$	$J_{Ic}$	$K_{IIc}$	$J_{IIc}$	$\sigma_{22}^I$	$\sigma_{22}^{II}$
Pokryta warstwą parafiny [294]	196	272	48	49	-	-
Wymyta w wodzie i acetonie [332]	-	-	-	-	53	13
Posmarowana pastą krzemowo-kauczukową [332]	-	-	-	-	77	82
Wypolerowana [272]	-	-	-	-	20	4

Dodatkowo należy zwrócić uwagę, że ITZ tworzy się również przy powierzchni ziaren kruszywa drobnego [234]. Mimo, że jej grubość jest w tym przypadku znacznie mniejsza od rozmiarów ITZ powstającej w okolicy kruszyw grubych, to jednak efekty wynikające z występowania tej strefy w obrębie ziaren piasku nakładają się na procesy powstawania ITZ przy większych inkluzjach. W konsekwencji może to powodować dodatkowe zwiększenie obszaru kontaktu na granicy kruszywa grubego z zaczynem [234].

Oprócz analiz kompozycji ITZ, na podstawie badań mikrostruktury [19, 403], w literaturze znajdują się również propozycje analitycznego i matematycznego opisu roli tej fazy w kształtowaniu cech kompozytów z matrycami cementowymi. Wg zaproponowanego w pracach [204, 305] czterofazowego modelu sferycznego betonu znajomość parametrów ITZ takich jak: moduł sprężystości czy iloraz Poissona ma bezpośredni związek z charakterystykami mechanicznymi betonu traktowanego jako czwarta ekwiwalentna homogeniczna faza. Z wniosków przedstawionych w [204] wynika, że na efektywny moduł sprężystości betonu wpływa: uziarnienie kruszywa i maksymalna wielkość inkluzji, oraz w wyraźny sposób ITZ; natomiast na podstawie zależności podanych w [305] możliwe jest ustalenie modułu sprężystości ITZ, jeśli znana jest wartość tego parametru dla betonu lub zaprawy.

Ponieważ rola ITZ ma fundamentalny wpływ na kształtowanie cech mechaniczno – wytrzymałościowych betonu, oraz w głównej mierze decyduje o trwałości i procesach destrukcji materiału, tym samym wymaga ona precyzyjnych badań. Wg prac [42, 277] stosowanych jest kilka różnych metod oceniających właściwości ITZ pomiędzy kruszywem a zaczynem cementowym.

Zaliczyć do nich można:

- badania mechaniczne (pomiarы wytrzymałości na ścinanie i odrywanie, analizy mikrotwardości),
- badania przy zastosowaniu technik proszkowych (dyfraktometria rentgenowska, termiczna analiza różnicowa),
- analizy mikroskopowe (elektronowa, mikrosondą rentgenowską).

Z grupy przytoczonych powyżej metod efektywnym sposobem pozwalającym na ocenę parametrów matrycy cementowej w obszarze styku z kruszywem są badania mikro- i nanotwardości. Wg autorów pracy [42] wykorzystanie metody badań mikrotwardości pozwala na ocenę cech mechanicznych ITZ i ze względu na swoją skalę okazuje się użytecznym narzędziem do określania takich parametrów ITZ jak moduł sprężystości i wytrzymałość, oraz pozwala na wyznaczenie szerokości tej strefy. Natomiast wg [175] niezastąpionymi w przypadku analizy stref kontaktowych we wszystkich kompozytach betonowych są badania twardości tych miejsc wykonane przy zastosowaniu nanowgłębników. Biorąc powyższe pod uwagę również w badaniach własnych, w Roz. 6.3.2. przedstawiono opis eksperymentów oceniających nanotwardość ITZ w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych.

Warstwa stykowa ma istotny wpływ na właściwości mechaniczne zwłaszcza w betonach powszechnie stosowanych tzn. o wytrzymałości 30÷40 MPa [42]. A. M. Brandt twierdzi, że rola ITZ w betonach wysokowartościowych jest mniejsza i możliwe jest ograniczenie wpływu tej strefy na odkształcalność i wytrzymałość kompozytów poprzez modyfikacje struktury betonu, składu i rodzaju stosowanych dodatków, a także technologii wykonania betonu [41]. Dokładna analiza mikrostruktury betonu, na styku kruszywa grubego z matrycą cementową, wynika głównie z roli jaką pełni w przenoszeniu przez przyczepność sił i przemieszczeń między łączonymi fazami [41]. Większe zwrócenie uwagi na ten obszar w betonie wiąże się również z zaobserwowaniem udziału ITZ w przekazywaniu naprężeń z kruszywa na stwardniały zaczyn cementowy, co ma bezpośredni związek z powstawaniem pierwszych uszkodzeń pojawiających się w tej fazie kompozytu [192]. Początek zarysowania, występujący w ITZ, wynika ponadto ze znacznie gorszych jej parametrów wytrzymałościowych. Wg pracy [145] zależność między wytrzymałościami poszczególnych faz kompozytu betonowego zapisać można następującą zależnością:

$$f_{c1} > f_{c3} > f_{c2} \quad (3.1)$$

gdzie:  $f_{c1}$  – wytrzymałość kruszywa,  $f_{c2}$  – wytrzymałość ITZ,  $f_{c3}$  – wytrzymałość zaczynu cementowego.



Mimo, iż w początkowym okresie twardnienia wytrzymałość ITZ jest niewielka (wzór 3.1.) a jej szerokość znaczna parametry tej strefy betonu mogą ulec poprawie w wyniku występujących reakcji CH z dodatkami pucolanowymi [227]. Dobre rezultaty uzyskiwane są m.in. w przypadku stosowania do betonu: mikrokrzemionki, granulowanego żużla wielkopiecowego i popiołów lotnych.

W pracy [222] przedstawiono wyniki badań, w których oceniano wpływ modyfikacji początkowej struktury betonu na parametry ITZ. Podczas eksperymentów stosowano do wykonania mieszanek betonowych dwa różne rodzaje cementów i kruszywa oraz trzy różne rodzaje dodatków. W części badań dotyczących wpływu drobnoziarnistych wypełniaczy na budowę ITZ wykorzystano jako substytuty spoiwa: popiół lotny klasy C i F w ilości 20%, oraz żużel i mikrokrzemionkę w dwóch różnych zakresach procentowych (10 i 30% masowo w przypadku żużli oraz 5 i 16% masowo w przypadku mikrokrzemionki).

Oceniając wpływ poszczególnych dodatków najlepsze wyniki uzyskano w przypadku stosowania mikrokrzemionki, która reagowała bardzo szybko nawet w młodym wieku powodując redukcję zasięgu ITZ z 50  $\mu\text{m}$  do mniej niż 8  $\mu\text{m}$ . Mniej efektywna okazała się modyfikacja matrycy dodatkiem żużli. W tym przypadku korzystne efekty uzyskano jedynie przy zastosowaniu większej ilości, czyli 30% dodatku zarówno po 7 jak i 65 dniach dojrzewania. W przypadku popiołów lotnych o powierzchni właściwej wynoszącej około 400  $\text{m}^2/\text{kg}$  oba rodzaje tego dodatku okazały się efektywnymi modyfikatorami ITZ, ale dopiero po okresie 28 dni i późniejszym. W wyniku reakcji pucolanowej w betonach z popiołami nastąpiła redukcja dużych porów w obszarze ITZ dzięki czemu strefa w obszarze kruszywa grubego stała się bardziej homogeniczna i mniej przepuszczalna [222].

Ponadto w kontekście analizy ITZ, w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, z informacji podanych w [236] wynika, że drobne ziarna popiołów powodują rozproszenie energii powodującej rozwój uszkodzeń co skutkuje tym, że pęknięcia rozwijają się zazwyczaj w obszarach styku popiołów z zaczynem, nie zaś bezpośrednio przez ziarna. Taki sam sposób rozwoju defektów występuje również w kompozytach wysokopopiołowych, w których dodatek ten traktowany jest jako aktywne mikrokruszywo, np. [398]. Na podstawie wyników badań przedstawionych w pracach [222, 236] można wnioskować że dodatek popiołów lotnych do betonu w korzystny sposób modyfikuje mikrostrukturę ITZ w obszarze kruszywa grubego, poprawiając jej parametry.

Nie ulega jednak wątpliwości, że ITZ pomiędzy kruszywem grubym a matrycą stanowi najsłabsze miejsce w materiale, w którym dochodzi do inicjacji pierwszych mikrorys. W dalszej części pracy opisano zatem główne rodzaje uszkodzeń występujące w tej strefie kompozytu, oraz przeanalizowano etapy ich rozwoju. Również w trakcie przeprowadzonych eksperymentów własnych skupiono się na ocenie wielkości mikropęknięć występujących w ITZ pomiędzy inkluzjami kruszywa grubego a zaczynem.

### 3.3.2. Rodzaje rys

Obniżenie wytrzymałości materiałów kruchych takich jak beton związane jest z występowaniem w ich mikrostrukturze sieci płaskich i przestrzennych defektów. W analizie pęknięć występujących w kompozytach betonowych istotne jest poznanie budowy, kształtu oraz liczby pęknięć.

**Pierwsze rysy** występujące w betonie można podzielić wg następujących kryteriów:

a) *ze względu na usytuowanie w elemencie:*

- na powierzchni elementu konstrukcyjnego,
- wewnętrzne,

b) *ze względu na zakres zdefektowania materiału:*

- płytkie,
- głębokie,

c) *z uwagi na szerokość rozwarcia:*

- submikrorysy,
- mikrorysy,
- makrorysy,

d) *ze względu na geometrię:*

- zaokrąglone,
- zakończone ostro,

e) *ze względu na ilość:*

- pojedyncze,
- wielokrotne,

f) *ze względu na układ i kierunek położenia w stosunku do krawędzi elementu:*

- podłużne,
- poprzeczne,
- skośne,
- rozgałęzione.

W wyniku występowania czynników katalizujących rozwój defektów pierwotnych opisanych w Roz. 3.2. następuje wzrost mikrorys w strukturze materiału. Przy opisie struktury mikrospektań zdeformowanego betonu ważne jest określenie: położenia defektów, rodzaju pęknięcia, kierunków szczelin, oraz liczby uszkodzeń. W przestrzeni elementu betonowego propagacja szczeliny trójwymiarowej może występować w dwóch, trzech lub czterech kierunkach od miejsca inicjacji uszkodzenia [248]. W przypadku analizy dwuwymiarowej w obszarach ITZ kruszywa grubego wyróżnia się: **pęknięcia prostoliniowe** (straight crack) i **pęknięcia skrzydłowe** (wing crack) [21, 117, 123, 128, 148, 325, 326]. Szybkość wzrostu tego typu mikrorys i ich propagacja przebiega wieloetapowo i zależna jest głównie od budowy ITZ, oraz wielkości panujących obciążeń. Szczegółowy opis poszczególnych etapów rozwoju pęknięć w ITZ kruszywo – zaczyn zaprezentowano w Roz. 3.3.3.

Dodatkowo z uwagi na rodzaj i teksturę zastosowanego do betonu kruszywa, oraz występowanie złożonych zjawisk fizycznych na styku kruszywa grubego z zaczynem można wyróżnić następujące rodzaje szczelin [128, 148, 325]:

- dylatacyjne, tzn. otwierające się na skutek: działania obciążeń zewnętrznych, chropowatości powierzchni kruszywa lub ciśnienia wewnętrznego wody,
- z tarcie kontaktowym, gdy dociśnięte brzegi szczeliny doznają poślizgu,
- z warstwą kohezyjną pomiędzy brzegami szczeliny,
- z tzw. „strefą procesową” w wierzchołku makroszczeliny powodowaną rozwojem deformacji plastycznych lub układów mikrouszkodzeń.

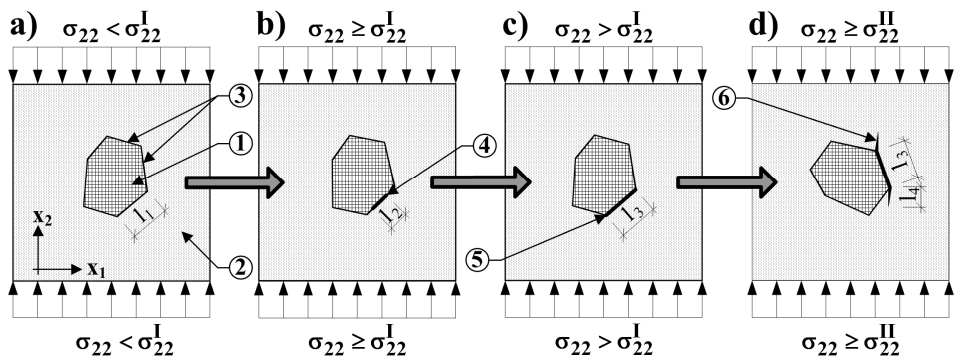
### 3.3.3. Etapy rozwoju pęknięć w warstwie stykowej zdeformowanego betonu

W betonach zwykłych inicjacja procesów pęknięcia ma miejsce najczęściej w ITZ pomiędzy kruszywem grubym a zaczynem. Potwierdzają to wyniki analiz uzyskane zarówno w badaniach doświadczalnych [123, 128, 229, 294] jak i podczas modelowania rozwoju uszkodzeń w elementach betonowych [128, 326]. Idealnym potwierdzeniem tezy o początku rozwoju defektów w betonach w obszarze granicy międzyfazowej kruszywo – zaczyn jest m.in. jedna z pierwszych prac prezentujących zdjęcia pęknięć wykonane mikroskopem skaningowym [229]. W wyniku analizy struktury uszkodzonych próbek autorzy [229] stwierdzili, że proces rozwoju pęknięć w kompozytach o matrycach cementowych jest zagadnieniem bardzo skomplikowanym ponieważ kierunki propagacji szczelin są zakrzywione, wężykowate z występującymi często rozgałęzieniami oraz nieciągłościami. Lokalnie dochodzi również do odrywania małych kawałków matrycy w okolicach stref propagacji rys [229]. Podobny sposób rozwoju pęknięć wewnątrzmaterialowych zaobserwowano również przy zastosowaniu techniki repliki i SEM podczas badania rozwoju zarysowania w zaprawach [20].

Wzrost i rozwój poszczególnych typów rys jest ściśle powiązany z tzw. poziomami naprężeń krytycznych, które wg pracy [145] są uważane za mierniki stanu struktury betonu globalnie opisujące proces jego zniszczenia. Poziomy naprężeń krytycznych  $\sigma_{22}^I$  i  $\sigma_{22}^{II}$  są skorelowane z momentami inicjacji pęknięć prostych i skrzydłowych co potwierdzają badania eksperymentalne wykonane z zastosowaniem metody emisji akustycznej [126].

Rysunki 3.3. i 3.4. obrazują kolejne etapy rozwoju pęknięć, pojawiające się w ITZ reprezentatywnego ziarna kruszywa wraz ze wzrostem obciążenia, natomiast na Rys. 3.5. pokazano charakterystyczne poziomy naprężeń krytycznych z opisem poszczególnych etapów, przy których dochodzi do rozwoju rys.

Rysunek 3.3.a przedstawia pojedynczą inkluzję o wymiarze boku  $l_1$ , w chwili, gdy naprężenia występujące w materiale są równe zero bądź są znacznie mniejsze od pierwszego poziomu naprężeń krytycznych, tzn.  $\sigma_{22} < \sigma_{22}^I$ . Na Rys. 3.3.a zaznaczono również układ współrzędnych odniesienia.



Rys. 3.3. Proces rozwoju pęknięć prostych w ITZ ziarna kruszywa: 1 - kruszywo, 2 - matryca, 3 - warstwa stykowa, 4 - mikropęknięcie, 5 - mezopęknięcie, 6 - pęknięcie skrzydłowe

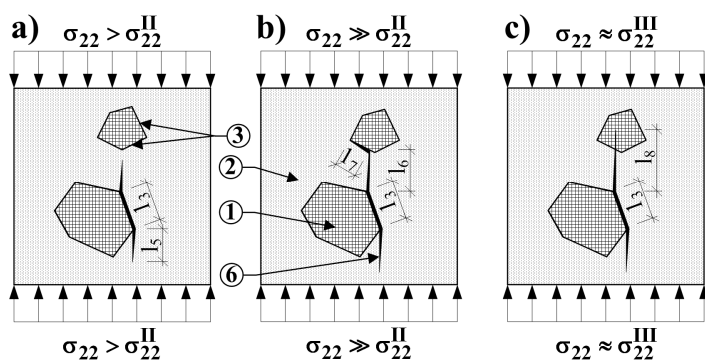
W pierwszej fazie obciążania elementu mikrorysy i sybmikrorysy występujące w ITZ kruszywa grubego (por. Roz. 3.1.) pozostają w stanie stabilnym. W tym czasie ilość mikrorys występujących przed obciążeniem prawie się nie zmienia, natomiast ich długość i szerokość rozwarcia zwiększają się nieznacznie. Proces ten trwa do wystąpienia w przekroju elementu konstrukcyjnego pierwszego poziomu naprężeń krytycznych, tzn. gdy  $\sigma_{22} = \sigma_{22}^I$ . Po przekroczeniu naprężeń  $\sigma_{22}^I$  następuje w materiale intensywny, ale stabilny rozwój mikrorys [10, 145]. Powiększeniu ulegają zarówno długości jak i szerokości pęknięć prostych. Wzrasta również systematycznie ich ilość.

W wyniku przeprowadzonych badań doświadczalnych potwierdzonych późniejszymi symulacjami komputerowymi [395] ustalono, że proces rozwoju pęknięć jest zjawiskiem wieloetapowym, powiązaniem bezpośrednio z wartościami przykładowych obciążeń. Rys. od 3.3.b do 3.3.d pokazują jak rozwija się uszkodzenie na granicy ziarna pod wpływem wzrastającego obciążenia zewnętrznego. W procesie tym można wyróżnić następujące etapy:

- przy obciążeniu przekraczającym pierwszy poziom naprężeń krytycznych, tzn. gdy  $\sigma_{22} \geq \sigma_{22}^I$  następuje inicjacja prostego mikropęknięcia o długości  $l_2$ . Długość mikropęknięcia jest znacznie mniejsza od wymiaru ziarna, a charakter uszkodzenia jest tylko lokalny (Rys. 3.3.b),
- rozwój mikropęknięcia w mezopęknięcie o długości  $l_3$  występujące na całej długości ziarna (Rys. 3.3.c),
- wzrost mezopęknięcia pierwotnego w pęknięcie wtórne przy zmianie kierunku propagacji w wyniku napotkania bariery energetycznej. Na tym etapie rozwoju uszkodzenia, przy obciążeniu przekraczającym drugi poziom naprężeń krytycznych, tzn. gdy  $\sigma_{22} \geq \sigma_{22}^II$ , tworzy się pęknięcie typu skrzydłowego o niewielkiej początkowej długości skrzydełka  $l_4$  (Rys. 3.3.d).

Dalszy proces rozwoju pęknięcia skrzydłowego zależy od: rodzaju naprężeń powodujących propagację uszkodzenia (modelu pęknięcia), poziomu działającego obciążenia, kierunku propagacji skrzydełek, właściwości mechaniczno-wytrzymałościowych poszczególnych faz kompozytu. Wyróżnić można trzy przypadki wzrostu pęknięć skrzydełkowych:

- propagację skrzydełka poprzez matrycę o długości  $l_5$  (Rys. 3.4.a), przy poziomie naprężeń wyraźnie przekraczających drugi poziom naprężeń krytycznych, tzn.  $\sigma_{22} > \sigma_{22}^{II}$ ,
- propagację skrzydełka o długości  $l_6$  poprzez matrycę, do chwili kontaktu z innym ziarnem, a następnie dalszy rozwój pęknięcia o długości  $l_7$  wzdłuż ITZ napotkanej inkluzji (Rys. 3.4.b). W tym przypadku poziom naprężeń występujących w uszkodzonym elemencie jest znacznie większy od  $\sigma_{22}^{II}$ , tzn.  $\sigma_{22} \gg \sigma_{22}^{II}$
- propagację skrzydełka poprzez matrycę oraz kruszywo grube o długości  $l_8$  (Rys. 3.4.c). W tym przypadku poziom naprężeń występujących w uszkodzonym elemencie bliski jest wytrzymałości materiału, tzn.  $\sigma_{22}^{III} \approx f_c$ .



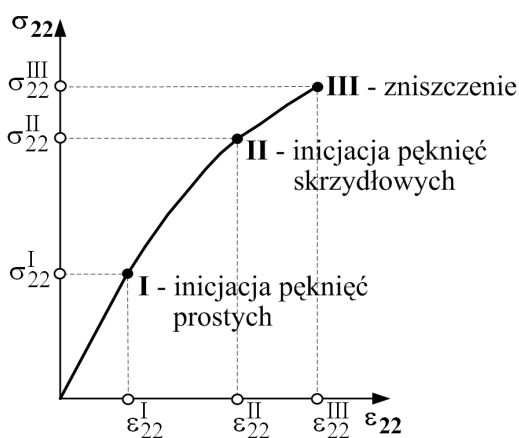
Rys. 3.4. Rozwój pęknięć skrzydłowych: 1,2,3,6 - jak na Rys. 3.3.

W momencie gdy obciążenia zewnętrzne powodują występowanie w przekrojach elementu konstrukcyjnego naprężeń krytycznych  $\sigma_{22}^{II}$  dochodzi do gwałtownego wzrostu długości pęknięć prostych oraz sukcesywnego rozwoju pęknięć skrzydłowych. Proces ten prowadzi do powstania łańcuchów rys.

W końcowej fazie obciążenia elementu, na krótko przed zniszczeniem materiału, pęknięcia przechodzą zarówno przez ITZ, matrycę jak i ziarna kruszywa. Skumulowana długość rys jest wtedy bardzo duża co potwierdzają m.in. badania wykonane za pomocą radiografii neutronowej [245]. W wyniku eksperymentów oceniających rozwój wewnętrznych pęknięć w próbkach

cylicydrycznych poddanych różnym rodzajom obciążeń ściskających ustalono, że istnieje wyraźna korelacja pomiędzy wartościami naprężeń a łączną długością mikropęknięć [245].

Na etapie obciążenia elementu betonowego, gdy  $\sigma_{22} \geq \sigma_{22}^{\text{II}}$ , propagacja pęknięć prostych i skrzydłowych staje się procesem dynamicznym prowadzącym do całkowitej dezintegracji struktury betonu, niezależnie od tego czy obciążenie wzrasta, czy zachowuje przez pewien okres wartość stałą. Krótko po pojawieniu się naprężeń  $\sigma_{22}^{\text{II}}$  część pęknięć skrzydłowych rozwija się w sposób niekontrolowany co powoduje, że moment zniszczenia materiału jest w tym przypadku tylko kwestią czasu działania obciążenia [85].



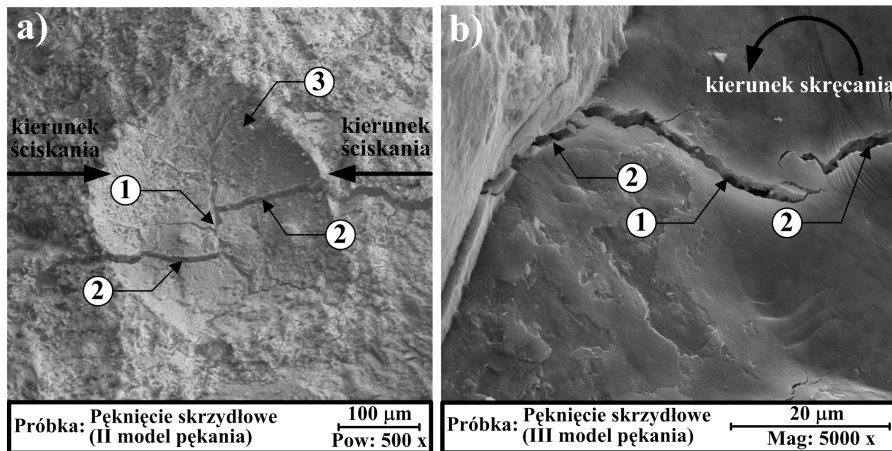
Rys. 3.5. Związek poziomów naprężeń krytycznych z procesem rozwoju pęknięć.

Omawiane powyżej wartości poziomów naprężeń krytycznych  $\sigma_{22}^{\text{I}}$  i  $\sigma_{22}^{\text{II}}$  (Rys. 3.5.) są zależne od wielu czynników technologicznych i eksploatacyjnych [146]. Pierwszy poziom naprężeń wynosi zazwyczaj od 30% do 50% obciążenia granicznego, natomiast drugi od 70% do 90%. Bardziej szczegółowe analizy pozwalają wyróżnić, w każdej z grup naprężeń, dodatkowe ich przedziały. Względne wartości poziomów naprężeń krytycznych można zatem podzielić na: niskie, przeciętne i wysokie [146]. Szczegółowe zestawienie zakresów  $\sigma_{22}^{\text{I}}$  i  $\sigma_{22}^{\text{II}}$  przedstawiono w Tab. 3.6.

Tab. 3.6. Przedziały, w których zawierają się względne poziomy naprężenia krytycznych [146]

Oznaczenie przedziału	Przedziały poziomów naprężeń krytycznych $\sigma_{22}^I / f_c$ i $\sigma_{22}^{II} / f_c$	
	$0,17 \leq \sigma_{22}^I \leq 0,60$	$0,66 \leq \sigma_{22}^{II} \leq 0,91$
Niskie	$\leq 0,35$	$\leq 0,74$
Przeciętne	$0,36 \div 0,50$	$0,75 \div 0,83$
Wysokie	$\geq 0,51$	$\geq 0,84$

Wg pracy [328] największy wzrost długości rys w procesie kruchego pęknięcia materiału występuje po przekroczeniu naprężeń równych 0,85 wytrzymałości kostkowej. Przy mniejszych obciążeniach obserwuje się nieznaczny rozwój pęknięć [328]. Taki poziom naprężeń odpowiada zatem etapowi rozwoju uszkodzeń, w którym występują już głównie pęknięcia typu skrzydłowego. Na podstawie przeprowadzonych analiz można stwierdzić, że szczeliny skrzydłowe pełnią decydującą rolę w procesie destrukcji kompozytu betonowego. Ich rozwój występuje najczęściej, gdy w elemencie powstają złożone stany naprężeń. W związku z tym inicjacja i propagacja tych pęknięć ma miejsce przy II, III bądź mieszanym modelu pęknięcia. Rodzaj siły wewnętrznej, która ma dominujący wpływ na rozwój mikrorys skrzydłowych powoduje, że różnią się one: długością prostej części uszkodzenia i długością skrzydełek, kątem nachylenia skrzydełek, strukturą w obszarze pęknięcia. Na Rys. 3.6. pokazano przykładowe pęknięcia skrzydłowe, które zaobserwowano pod mikroskopem skaningowym po badaniach odporności betonów na pękanie przy II (Rys. 3.6.a) i III (Rys. 3.6.b) modelu pęknięcia.



Rys. 3.6. Przykład pęknięć skrzydłowych powstałych przy badaniach odporności na pękanie: a) wg II modelu, b) wg III modelu; 1 - centralna prosta część rysy, 2 - skrzydełka, 3 - ślad wgłębienia po separacji ziarna żwiru z matrycy (źródło: badania własne)

## 3.4. Prognozowanie rozwoju pęknięć w elementach betonowych metodami mechaniki pękania

### 3.4.1. Informacje ogólne

Kompozyty betonowe zawierają w swojej strukturze różnego rodzaju mikro-risy, które scharakteryzowano w Roz. 3.3.2. Defekty takie są rozproszone w elemencie betonowym w sposób przypadkowy, co może sprawiać znaczne trudności z antycypacją miejsca i momentu początku destrukcji materiału. W związku z tym zagadnienie rozwoju (wzrostu) i propagacji mikrouszkodzeń staje się ważnym problemem badawczym w analizie zniszczenia kompozytów betonowych. Problem ten nabiera dodatkowego znaczenia gdyż podstawowe parametry charakteryzujące beton takie jak: wytrzymałość na ściskanie, wytrzymałość na rozciąganie czy moduł sprężystości nie dają dostatecznych informacji mogących określić próg naprężenia wywołującego rozwój rys pierwotnych. Również wartości naprężeń średnich, którymi często operuje się w przypadku klasycznych teorii wytrzymałościowych nie są miarodajnym narzędziem dzięki któremu możliwe jest określenie poziomu wyężenia materiału, przy którym dochodzi do rozwoju pęknięć. Potwierdzają to wcześniejsze badania przedstawione przez M. Dantu [67] w wyniku których ustalono, że lokalne wartości naprężeń, oraz lokalne ekstrema odkształceń występujące np. w obszarze dużych inkluzji mogą być wielokrotnie większe od wartości średnich tych parametrów odniesionych do całego elementu.

Możliwość dokładnej analizy rozwoju uszkodzeń wewnątrzmaterialowych stwarza **mechanika pękania** (fracture mechanics) pozwalając na dokładne zrozumienie procesów destrukcji elementów betonowych, co w praktyce może się przyczyniać do uzyskiwania bardziej trwałych i niezawodnych materiałów. Mechanika pękania jako dyscyplina naukowa znajduje zastosowanie głównie w analizie zarysowania i efektów lokalnych, w obszarze szczelin na poziomie mikrostruktury, które mogą być poddane różnego rodzaju obciążeniom i mediom, np.:

- mechanicznym (statycznym, dynamicznym, zmęczeniowym),
- termicznym (jednostajne przyrosty temperatury, szoki termiczne, cykliczne zmiany temperatury),
- środowiskowym (wilgoć, karbonatyzacja, substancje agresywne, korozje).

Zaletą mechaniki pękania jest możliwość określenia odporności betonów na pęknięcie. Wykorzystuje się do tego celu specjalnie przygotowane próbki o niedużych rozmiarach. Mając informacje o wielkości defektu i poziomie występujących naprężeń możliwe jest określenie warunków inicjacji pęknięcia. Znając założenia mechaniki pękania można w sposób doświadczalny określić szereg charakterystycznych parametrów. Do opisu procesów pękania w kompozytach betonowych stosuje się najczęściej wskaźniki odporności na pęknięcie



takie jak: współczynnik intensywności naprężeń  $K_c$ , energia pęknięcia  $G_c$ , jednostkowa praca niszczenia  $J_c$ , przemieszczenie rozwarcia wierzchołka szczeliny  $CTOD_c$  (indeksy c dla poszczególnych wielkości oznaczają ich wartości krytyczne tzn. w momencie nagłego niekontrolowanego rozwoju rysy pierwotnej).

Proces rozwoju uszkodzeń może być opisywany przy pomocy [386]:

- **liniowo-sprężystej mechaniki pęknięcia**, w której zakłada się liniowo-sprężysto-kruchy model materiału,
- **nieliniowej mechaniki pęknięcia**, zakładając, że materiał w otoczeniu rys uplastycznia się lub zostaje osłabiony.

### 3.4.2. Analiza wzrostu pęknięć wg liniowo-sprężystej mechaniki pęknięcia

Liniowo-sprężysta mechanika pęknięcia jest w praktyce wykorzystywana do szacowania przyczyn powodujących rozwój defektów w strukturze betonu. Może być również pomocna w projektowaniu i doborze kompozytów odpornych na uszkodzenia.

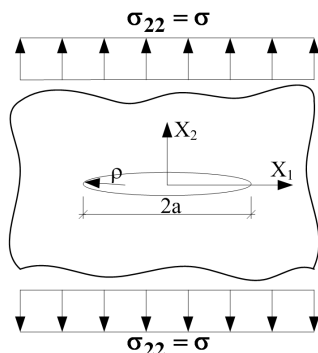
W ramach mechaniki pęknięcia można wyróżnić różne kryteria pęknięcia [128, 247, 386]. Najczęściej zagadnienie rozwoju uszkodzeń w materiałach kruchych w zakresie liniowo-sprężystym jest analizowane na podstawie kryterium energetycznego określanego również jako kryterium bilansu energii, bądź w wyniku analizy rozkładu naprężeń w bliskim sąsiedztwie wierzchołka mikro-rysy, przy zastosowaniu kryterium siłowego wykorzystującego koncepcję tzw. współczynnika intensywności naprężeń (WIN).

#### Energetyczne kryterium pęknięcia

W energetycznym kryterium pęknięcia, którego podstawy przedstawił A. A. Griffith [133], zakłada się, że aby możliwy był rozwój istniejącej szczeliny energia wprowadzona w obszar defektu musi być równa lub większa od energii uwalnianej w procesie propagacji szczeliny. A. A. Griffith [133] analizując problem pęknięć w kruchych ośrodkach sprężystych przyjął hipotezę, że o wytrzymałości materiału decyduje najsłabsze miejsce w jego strukturze. W swoich pracach badaniom poddał obciążoną tarczę o grubości jednostkowej zawierającą najprostszy typ defektu w kształcie wydłużonej elipsy o promieniu zaokrąglenia  $\rho$  i długości większej osi równej  $2a$ , Rys. 3.7. Całkowitą energię potencjalną analizowanego układu wyrażono jako następującą sumę części składowych:

$$U = U_0 + U_a + U_\gamma - W, \quad (3.2)$$

gdzie:  $U_0$  – energia sprężysta materiału bez szczeliny,  $U_a$  – energia sprężysta wynikająca z obecności szczeliny o długości  $2a$ ,  $U_\gamma$  – energia powierzchniowa związana z przyrostem powierzchni szczeliny,  $W$  – praca wykonana przez naprężenia zewnętrzne  $\sigma_{22}$ .



Rys. 3.7. Tarcza ze szczeliną o długości  $2a$

Wielkość energii sprężystej wynikającej z istnienia szczeliny o długości  $2a$  można wyznaczyć z poniższego wzoru:

$$U_a = -\frac{\pi\sigma^2 a^2}{E}. \quad (3.3)$$

Jeżeli szczelina zaczyna wzrastać, to nagromadzona w układzie energia sprężysta, zmienia się w energię powierzchniową pęknięcia. Gdy proces ten odbywa się przy braku przemieszczeń brzegów tarczy, to  $W = 0$  i wzór (3.2) upraszcza się do następującej postaci:

$$U = U_0 - \frac{\pi\sigma^2 a^2}{E} + 4a\gamma_e, \quad (3.4)$$

gdzie:  $\gamma_e$  – sprężysta energia powierzchniowa pęknięcia materiału,  $E$  – moduł sprężystości materiału.

Analiza równania bilansu energii potencjalnej (3.4) [247] prowadzi do wniosku, że wraz ze wzrostem naprężeń  $\sigma = \sigma_{22}$  zwiększa się długość szczeliny istniejącej w materiale, wzrasta energia powierzchniowa i maleje energia sprężysta układu. Wzrost defektu jest stabilny do momentu, gdy ilość energii sprężystej zakumulowanej w tarczy będzie tak duża, że spowoduje niekontrolowany jego rozwój. Graniczna długość szczeliny charakteryzująca jej przejście ze stanu stabilnej propagacji do stanu niestabilnego wzrostu określana jest jako jej efektywna długość krytyczna (critical effective crack length)  $a_c$ . Jej wartość wyznacza się różniczkując (3.4) względem długości szczeliny  $a$ . Uzyskuje się wówczas zależność (3.5) określającą wartość naprężeń wywołujących kruche pęknięcie przy podejściu energetycznym:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma_e}{\pi a}}, \quad (3.5)$$

Teorię A. A. Griffitha rozwinął G. R. Irwin [155]. W swoich analizach uwzględnił on występowanie odkształceń plastycznych w wierzchołku szczeliny i wprowadził tzw. współczynnik prędkości wyzwiania energii sprężystej  $G$  (elastic energy release rate), który wyznacza się ze wzoru (3.6):

$$G = \frac{dU_{\gamma}}{da} . \quad (3.6)$$

W praktyce wartość  $G$  można obliczać korzystając z jednego z poniższych wzorów:

- w płaskim stanie naprężeń:

$$G = \frac{\pi\sigma^2 a}{E} . \quad (3.7)$$

- w płaskim stanie odkształceń:

$$G = (1 - \nu^2) \frac{\pi\sigma^2 a}{E} , \quad (3.8)$$

gdzie:  $\nu$  – współczynnik Poissona.

Rozpatrywana szczelina zacznie wzrastać, gdy współczynnik prędkości wyzwiania energii sprężystej  $G$  osiągnie poziom krytyczny  $G_c$  .

### Współczynnik intensywności naprężeń – $K$

Współczynnik intensywności naprężeń określany również jako **odporność materiału na pękanie** (fracture toughness) jest podstawowym parametrem mechaniki pęknięcia za pomocą którego można opisać pola naprężeń wokół wierzchołka szczeliny. Wartość  $K$  jest zależna od obciążeń działających na element, wymiarów rysy i rozmiarów próbki. Zakładając, że warunki pęknięcia określa iloczyn  $\sigma^2 a$ , natomiast geometrię pęknięcia liczba  $\pi$  uzyskuje się wartość współczynnika  $K$  :

$$K = \sigma\sqrt{\pi a} . \quad (3.9)$$

W przypadku próbek zawierających szczeliny pierwotne, które są poddawane narastającym obciążeniom może wystąpić sytuacja kiedy w materiale dojdzie do nagłego i niekontrolowanego rozwoju pęknięć, a w konsekwencji rozpoczęcia procesu jego zniszczenia. Obciążenie wywołujące poziom naprężeń, przy którym rozpoczyna się inicjacja uszkodzeń w elemencie nazywa się obciążeniem krytycznym, natomiast parametr  $K$  w tym przypadku, **krytycznym**

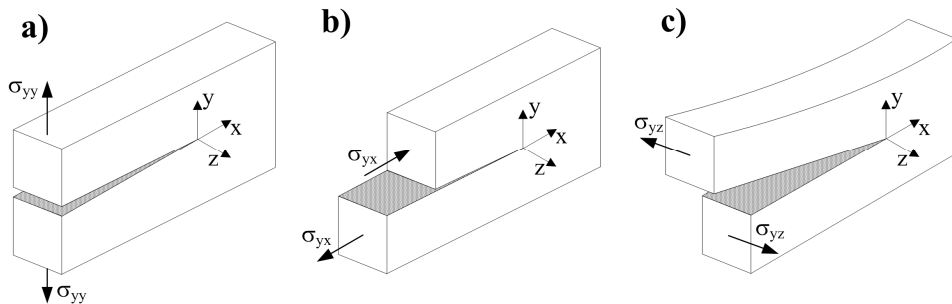
współczynnikiem intensywności naprężeń (critical stress intensity factor)  $K_c$ . Miarą odporności na pękanie materiału jest zatem kryterium dane wzorem (3.10):

$$K = K_c . \quad (3.10)$$

Parametr  $K_c$  jest obok omówionego wcześniej  $G_c$ , najczęściej stosowanym współczynnikiem charakteryzującym odporność materiałów na kruche pękanie wg założeń liniowo-sprężystej mechaniki pękania. Oba parametry są również ze sobą ściśle powiązane co oznacza, że można je stosować ekwiwalentnie. Szczegółowe zależności opisujące wzajemne relacje pomiędzy  $K_c$  i  $G_c$  przedstawiono m.in. w pracach [128, 292, 295].

### Stan naprężenia w wierzchołku szczeliny - modele pękania

Rozwój pęknięć w ośrodku ciągłym można przedstawić za pomocą trzech podstawowych schematów obciążenia, które określane są również jako modele pękania. Schematy pokazane na Rys. 3.8. przedstawiają trójwymiarowe stany naprężenia w sąsiedztwie wierzchołka szczeliny i obrazują kierunki propagacji rysy w zależności od miejsca, w którym przyłożone jest obciążenie.



Rys. 3.8. Schematy opisujące sposób obciążenia elementu ze szczeliną (modele pękania): a) model I, b) model II, c) model III

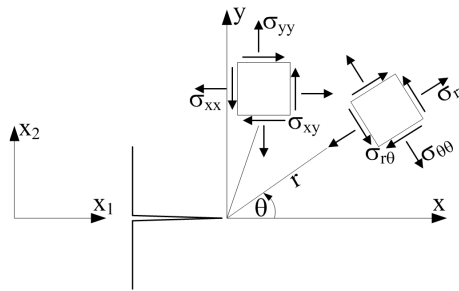
**I model pękania** opisuje stan rozciągania. W tym schemacie, określanym również jako symetryczny, obciążenia przykładane są prostopadłe do płaszczyzny szczeliny, a pęknięcie następuje w wyniku działania naprężeń  $\sigma_{yy}$ .

**II model pękania** przedstawia przypadek ścinania podłużnego, natomiast obciążeniami zewnętrznymi są siły styczne przyłożone wzdłuż brzegów szczeliny. W tym modelu pęknięcie ma charakter poślizgowy i następuje w kierunku prostopadłym do krawędzi szczeliny na skutek działania naprężeń stycznych  $\sigma_{yx}$ .

**III model pękania** dotyczy przypadku ścinania poprzecznego. Obciążeniem zewnętrznym jest siła styczna skierowana prostopadłe do płaszczyzny  $(x,y)$ ,

a pęknięcie pojawia się na skutek naprężeń stycznych  $\sigma_{yz}$  wywołujących poślizg w kierunku prostopadłym do płaszczyzny ze szczeliną.

W celu określenia odporności materiałów na kruche pęknięcie konieczne jest wyznaczenie stanu naprężenia wokół wierzchołka szczeliny pierwotnej przy I, II i III modelu pęknięcia. Rozkłady tych naprężeń zgodnie z Rys. 3.9. można odnieść do kartezjańskiego  $(x,y)$ , lub biegunowego układu współrzędnych  $(r,\theta)$ .



**Rys. 3.9.** Oznaczenia składowych naprężeń wokół wierzchołka szczeliny w układach kartezjańskim  $(x,y)$  i biegunowym  $(r, \theta)$

Pola naprężeń w materiale idealnie sprężystym, w pobliżu wierzchołka szczeliny dla I modelu pęknięcia wyrażają się następującymi wzorami:

- w układzie kartezjańskim:

$$\begin{aligned}\sigma_{11} = \sigma_{xx} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \left[ \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \right], \\ \sigma_{22} = \sigma_{yy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \left[ \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \right], \\ \sigma_{12} = \sigma_{xy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \left[ \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right].\end{aligned}\quad (3.11)$$

- w układzie biegunowym:

$$\begin{aligned}\sigma_{rr} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{1}{2} \theta \left( 1 + \sin^2 \frac{1}{2} \theta \right), \\ \sigma_{\theta\theta} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{1}{2} \theta \left( 1 - \sin^2 \frac{1}{2} \theta \right), \\ \sigma_{r\theta} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{1}{2} \theta \cos^2 \frac{1}{2} \theta.\end{aligned}\quad (3.12)$$

Pola naprężeń przed wierzchołkiem szczeliny dla II modelu pęknięcia wyrażają się następującymi wzorami:

- w układzie kartezjańskim:

$$\begin{aligned}\sigma_{11} = \sigma_{xx} &= -\frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \left( 2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right), \\ \sigma_{22} = \sigma_{yy} &= \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}, \\ \sigma_{12} = \sigma_{xy} &= \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right).\end{aligned}\tag{3.13}$$

- w układzie biegunowym:

$$\begin{aligned}\sigma_{rr} &= \frac{K_{II}}{4\sqrt{2\pi r}} \left( -5 \sin \frac{\theta}{2} + 3 \sin \frac{3\theta}{2} \right), \\ \sigma_{\theta\theta} &= \frac{K_{II}}{4\sqrt{2\pi r}} \left( -3 \sin \frac{\theta}{2} - 3 \sin \frac{3\theta}{2} \right), \\ \sigma_{r\theta} &= \frac{K_{II}}{4\sqrt{2\pi r}} \left( \cos \frac{\theta}{2} + 3 \cos \frac{3\theta}{2} \right).\end{aligned}\tag{3.14}$$

Z kolei pola naprężeń przed wierzchołkiem szczeliny dla III modelu pęknięcia wyrażają się następującymi wzorami:

- w układzie kartezjańskim:

$$\begin{aligned}\sigma_{13} = \sigma_{xz} &= -\frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2}, \\ \sigma_{23} = \sigma_{yz} &= \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2}.\end{aligned}\tag{3.15}$$

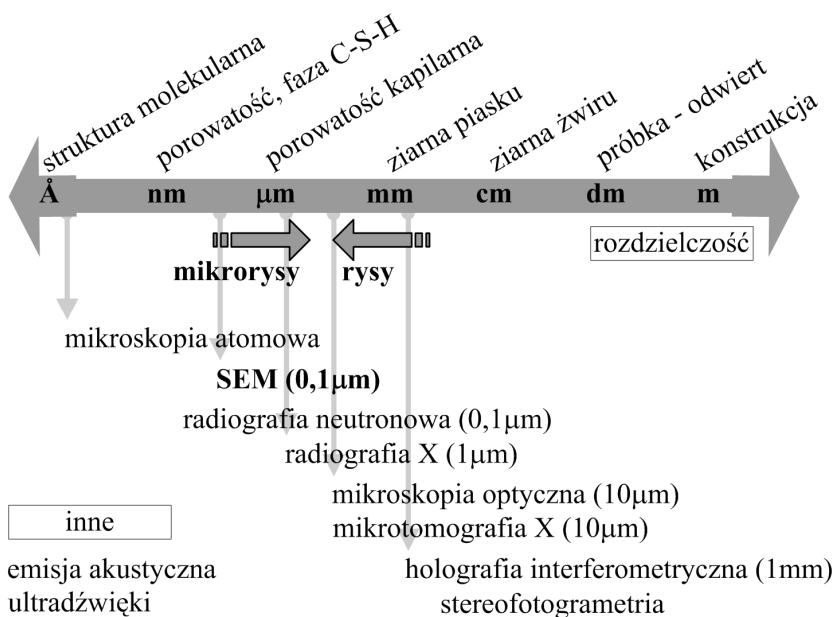
- w układzie biegunowym:

$$\begin{aligned}\sigma_{rz} &= \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2}, \\ \sigma_{\theta z} &= \frac{K_{III}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2}.\end{aligned}\tag{3.16}$$

Odporność na pękanie, dla wszystkich modeli pękania, wyznaczana jest doświadczalnie na specjalnie przygotowanych próbkach z zamodelowanymi wcześniej rysami pierwotnymi. Przegląd elementów badawczych najczęściej stosowanych w ocenie odporności na pękanie betonów przedstawiono w pracach [128, 295].

### 3.5. Detekcja i obserwacja rys i mikrorys w betonie

W zależności od przyjętej skali odniesienia, dokładności obserwacji, oraz założonych celów badawczych, dostępne są różne metody, które można zastosować do wykrywania i analizy rys i mikrorys w betonach. Narzędzia służące identyfikacji i obserwacji pęknięć występujących na powierzchni i w mikrostrukturze kompozytów z matrycami cementowymi były sukcesywnie rozwijane już od lat 60. XX w. Większość ze znanych i stosowanych do tej pory metod obserwacji defektów w elementach i konstrukcjach betonowych pokazano na Rys. 3.10. [316].



Rys. 3.10. Metody obserwacji struktury betonu [316]

W ostatnich latach z uwagi na niepokojąco pogarszający się stan światowej infrastruktury betonowej, szczególnie nacisk położono na rozwój nieniszczących metod, które mogłyby być zastosowane w diagnostyce konstrukcji, oraz rozpoznaniu i analizie poziomu ich zdefektowania [48]. W tym celu starano się adaptować nowe nieniszczące techniki służące do oceny struktury materiałów, które wcześniej były efektywnie wykorzystywane m.in.: w medycynie, przemyśle lotniczym, geotechnice i badaniach metali [48].

W przypadku uszkodzeń występujących na powierzchni elementów betonowych istotne znaczenie ma ich rozwartość, gdyż rysy o dużych szerokościach mogą powodować znaczące obniżenie sztywności, wytrzymałości i szczelności konstrukcji, co z kolei może być przyczyną postępującej korozji prętów zbrojeniowych. Z tego powodu szerokości rozwarcia takich rys są normowo ograniczane najczęściej do wartości od 0,2 do 0,4 mm, natomiast w przypadku konstrukcji pracujących w środowiskach agresywnych, bądź takich w których wymagane jest zapewnienie szczelności graniczny poziom zarysowania wynosi jedynie 0,1 mm. Również metody diagnostyczne stosowane do oceny rys powierzchniowych i podpowierzchniowych dysponują dużym zakresem, częściowo znormalizowanych, różnych narzędzi pomiarowych. Stosowane techniki można ogólnie podzielić na: nieniszczące, seminiszczące i niszczące, natomiast do najczęściej wykorzystywanych zalicza się: badania wizualne, metodę ultradźwiękową i nowoczesne metody stosowane od niedawna w analizie pęknięć powierzchniowych tzn.: termograficzną i cyfrowej korelacji obrazu (Digital Image Correlation System – DICS). Opis metody termografii z przykładem zastosowania kamery termowizyjnej do analizy pęknięć przypowierzchniowych w elemencie zginanym przedstawiono w pracy [3], natomiast metodę DICS dokładniej opisano w Roz. 6.2.3. i 6.2.4. Wykorzystano ją również do opisu kształtu i kierunków propagacji uszkodzeń w badaniach odporności na pękanie przy I i II modelu pękania.

W przeciwieństwie do rys powierzchniowych szerokości mikrorysów, które występują wewnątrz struktury betonu nie są normowo ograniczane. Nie ma również przyjętych jednolitych standardów ich wykrywania i obserwacji. W literaturze dostępne są liczne sposoby identyfikacji rys w elementach betonowych, które klasyfikuje się na podstawie różnych kryteriów. Wg pracy [112] metody wykrywania rys w betonie można podzielić na trzy kategorie: radiografia, replika, impregnacja, natomiast wg [42] badania takie obejmują metody: mikroskopowe, akustyczne i radiograficzne. Jednym ze sposobów lokalizacji rys wewnątrzmaterialowych zaproponowanym przez autora pracy [214] są również metody oparte o zjawiska akustyczne. Dodatkowo studiowanie mikropęknięć w betonie może być prowadzone w oparciu o techniki interferometrii [214]. Część z możliwych sposobów badania mikropęknięć w betonie zestawiono na Rys. 3.10. Większość metod badawczych znana jest już od kilkadziesiąt lat, jak np. metody: mikroskopowe, radiograficzne, ultradźwiękowa czy emisji akustycznej. Część z dostępnych sposobów analizy mikropęknięć uległa na przestrzeni lat modyfika-



com i sukcesywnemu rozwojowi. W związku z tym poniżej zestawiono w skrócie przegląd większości metod służących do wykrywania i obserwacji mikrorys w betonie. W przygotowanej klasyfikacji zwrócono uwagę zarówno na dobrze już znane metody analizy pęknięć, np. radiografii rentgenowskiej i neutronowej jak i te zawierające nowy potencjał technik pomiarowych, w analizie zarysowania, np. możliwość przestrzennego modelowania uszkodzeń w betonie przy wykorzystaniu tomografów komputerowych, np. [81, 221, 235, 237, 343, 393], bądź rezonansu magnetycznego [280].

Jednym z pierwszych sposobów analizy mikropeknięć w betonie były **badania radiograficzne**. Metoda ta została wprowadzona na początku lat 60. XX w. przez F. O. Stale i S. Olsefski [336] i polegała (podobnie jak ma to miejsce w medycynie) na rejestracji osłabienia natężenia promieniowania  $\gamma$  lub X, które przeniknęło przez analizowany element betonowy. Stosując zasady „przejaśnienia” i „zaciemnienia” wykorzystywane w radiografii i analizie zdjęć rentgenowskich możliwe było oszacowanie miejsc w próbkach betonowych, które stanowiły nieciągłości w strukturze materiału w postaci porów lub pęknięć. Miejsca takie na wykonywanych zdjęciach charakteryzowały się czarnymi punktami bądź liniami co świadczyło o tym, że promieniowanie w tym obszarze nie zostało zaabsorbowane przez próbkę i mogło dotrzeć przez występującą pustkę w betonie do błony fotograficznej. Autorzy pracy [336] swoje pionierskie badania wykonywali na cienkich próbkach o grubości 0,4 cm, które były wycinane w płaszczyźnie pionowej i poziomej z betonowych walców o średnicy 10 cm i wysokości 20 cm. W latach 80. i 90. XX w. istotny wkład w analizę procesów pęknięcia w betonach z wykorzystaniem metody radiograficznej miał K. Otsuka. W swoich badaniach zajmował się on głównie oceną rozwoju strefy pęknięcia przed wierzchołkiem szczeliny i wpływem maksymalnego wymiaru ziarna kruszywa  $D_{\max}$  na jej rozmiary i strukturę. W eksperymentach analizował kompozyty o wymiarach ziaren  $D_{\max} = 5, 10, 15$  i 20 mm. Na podstawie wykonanych zdjęć ustalił, że jeszcze przed wyraźnym załamaniem na krzywej  $F - CMOD$  widoczny jest już początek rozwoju uszkodzenia. Ponadto wartość energii pęknięcia rośnie proporcjonalnie do wielkości zastosowanego kruszywa grubego. Wyniki swoich prac K. Otsuka prezentował na licznych sympozjach m.in. w materiałach konferencyjnych Międzynarodowego Stowarzyszenia Mechaniki Pęknięcia Betonu i Konstrukcji Betonowych – FraMCoS-1, które po raz pierwszy obradowało w 1992 r. w Breckenridge (USA). W celu jeszcze bardziej wnikliwego przeanalizowania strefy pęknięcia w elementach betonowych autorzy w pracy [266] do badań oprócz metody radiograficznej z kontrastem wykorzystali również przestrzenny analizator emisji akustycznej. Interpretacja uzyskanych wyników z obu urządzeń pomiarowych wykazała, że w miarę wzrostu obciążenia strefa procesowa składa się z licznych pęknięć, a skutkiem ich rozwoju towarzyszą zdarzenia AE. Ponadto wraz ze wzrostem  $D_{\max}$  w betonach, rośnie również szerokość strefy pęknięcia, natomiast maleje jej długość. Tym samym

jest ona krótsza, lecz zajmuje większą objętość w strukturze uszkodzonego materiału [266]. Główną zaletą metody radiografii rentgenowskiej jest możliwość zobrazowania nieciągłości występujących w materiale i wizualna ich ocena. Jednak defekty betonu takie jak: rysy, pory, raki mogą być analizowane jedynie w obrazach płaskich i tylko w kierunku korzystnie zorientowanym względem wiązki fal. Wadą metody radiograficznej jest ponadto jej słaba rozdzielczość i niska czułość wykrywania defektów.

Kolejnym istotnym krokiem w zakresie rozwoju narzędzi służących do oceny rozkładu defektów w betonie było opracowanie metody radiograficznej, jednak z wykorzystaniem zamiast promieni X, aktywnych neutronów. Neutrony czyli cząstki będące składnikami jąder atomowych zostały odkryte w 1932 r., a więc prawie 40 lat po tym jak w 1895 r. W. Roentgen odkrył promienie X. Metoda **radiografii neutronowej** w początkowym okresie po jej wynalezieniu nie rozwijała się jednak tak dynamicznie jak **radiografia rentgenowska** i dopiero w ostatnim dwudziestoleciu XX w. stała się jedną z powszechniejszych metod w badaniach defektoskopowych zarówno betonu jak i innych materiałów. Częstsze wykorzystywanie promieni X wynikało głównie z dwóch powodów: łatwego sposobu wytwarzania tego promieniowania, oraz prostej rejestracji obrazu rentgenowskiego na kliszach fotograficznych lub ekranach fluoroskopowych [168]. Zastosowanie neutronów w badaniach radiograficznych jest o wiele trudniejsze na co wpływ mają głównie wysokie koszty źródeł neutronów odpowiednich do celów radiografii. Dodatkowo neutrony jako cząstki pozbawione ładunku elektrycznego nie oddziałują z elektronami powłok atomu i łatwo przenikają materię (są bardzo przenikliwe), co może powodować problemy związane z bezpieczeństwem przy ich stosowaniu [168]. Mimo to z czasem radiografia neutronowa stała się zdecydowanie bardziej konkurencyjną metodą służącą do odwzorowywania obrazów, w porównaniu do radiografii wykorzystującej promienie X. Wynikało to głównie z faktu, że obrazy uzyskiwane w badaniach z zastosowaniem neutronów są o wiele lepszej jakości i ostrości, w porównaniu do wyników otrzymywanych w starszej metodzie radiograficznej. Obecnie radiografia neutronowa wykorzystywana jest nie tylko w budownictwie, czy badaniach jądrowych, ale również w biologii oraz przemyśle lotniczym i raketowym.

Publikacje prezentujące praktyczne możliwości wykorzystania radiografii neutronowej w badaniach uszkodzeń betonu pojawiły się w drugiej połowie lat 80. XX wieku. W pierwszym z artykułów, przedstawionym w 1986 r. w czasopiśmie „Cement, Concrete and Aggregates”, autorzy zreferowali głównie podstawy i istotę metody w odniesieniu do badań próbek betonowych, oraz zaprezentowali jej aplikacyjne możliwości [244]. W wyniku badań ustalono, że metoda radiografii neutronowej jest użyteczna w ocenie uszkodzeń betonu i jest bardziej skuteczna niż tradycyjna metoda radiografii rentgenowskiej [244]. Kluczem do osiągnięcia powodzenia w metodzie radiografii neutronowej okazała się impregnacja elementów badawczych środkiem kontrastowym tłumiącym neutrony w postaci wodnego roztworu azotanu gadolinu. Dzięki temu podczas

badan powstawał duży kontrast pomiędzy defektami występującymi w próbce a jej monolityczną masą, co pozwoliło na dokładne wychwycenie występujących w niej nieciągłości. Metoda radiografii neutronowej służąca do rozpoznawania wewnętrznej struktury betonu, z wykorzystaniem kontrastu, była rozwijana przez kolejne lata na Uniwersytecie Cornella (USA), głównie przez W.S. Najjara, który w roku 1987 opublikował monografię z tego zakresu tematycznego [243]. Oprócz przedstawionych wyników badań eksperymentalnych, związanych z pomiarem mikropęknięć w betonie metodą radiografii neutronowej, W.S. Najjar opracował również model analityczny, który był zbieżny z rezultatami przeprowadzonych przez niego doświadczeń [243]. Istotną publikacją pokazującą możliwości zastosowania metody radiografii neutronowej do oceny rozwoju pęknięć w obciążonych elementach betonowych jest praca [245]. Autorzy przedstawili w niej wyniki pomiarów mikrorys występujących w betonowych próbkach walcowych poddanych działaniu obciążeń osiowych i mimośrodowych. Zastosowanie techniki radiografii neutronowej wykazało wyraźną korelację pomiędzy wartością przykładowych naprężeń a łączną długością mikropęknięć, co było potwierdzeniem wyników wcześniejszych badań. O wyższej czułości, oraz większych możliwościach metody radiografii neutronowej w stosunku do metody radiografii rentgenowskiej, w kontekście identyfikacji mikropęknięć w strukturze betonu, świadczą również rezultaty badań przedstawione w pracy [299]. Wynika z nich, że minimalna wielkość defektu jaką można zidentyfikować metodą radiografii neutronowej jest 25 x mniejsza w stosunku uszkodzeń, które są widoczne w obrazach wykonanych metodą radiografii promieniami X. Oprócz badań wielkości wewnętrznych mikropęknięć w betonie metoda radiografii neutronowej znalazła również szerokie zastosowanie w ocenie trwałości kompozytów poprzez pomiar przenikania wody bądź substancji agresywnych do jego struktury, np. [172, 174]. Wg [172] jest to doskonały sposób na ocenę penetracji mediów przez beton, gdyż osłabiają one neutrony o wiele bardziej niż podstawowe składniki tworzące jego strukturę czyli cement i kruszywo. Badania takie mają szczególnie istotne znaczenie w konstrukcjach żelbetowych gdyż tam nagły transport wilgoci bądź czynników korozyjnych może doprowadzić do szybkiej destrukcji zbrojenia i wystąpienia stanów awaryjnych w konstrukcji. Przykład zastosowania metody radiografii neutronowej w ocenie przenikania wody w obszar prętów zbrojeniowych pokazano m.in. w pracy [174].

Do dokładnej obserwacji mikropęknięć występujących w strukturze betonów od wielu lat wykorzystywane są **mikroskopy**. Największe zalety posiadają **mikroskopy skaningowe** (SEM), które pozwalają na obserwację powierzchni różnych materiałów przy powiększeniach od 50 do nawet 500000 x przy bardzo dużej głębi ostrości. W mikroskopach skaningowych wiązka elektronów analizuje próbkę skanując wybrany obszar jej powierzchni, linia po linii. Strumień elektronów przyspieszany jest w polu elektrycznym o potencjale od 0,1 do 30 kV (najczęściej około 20 kV) i skupia się na powierzchni badanego materiału w niewielki punkt o średnicy około 0,1 nm. W badaniach SEM wykorzystywane

są dwa rodzaje detektorów elektronowych: wtórne (secondary electrons) pozwalające na analizę topografii próbki, oraz wstecznie rozproszone (backscattered electrons), dzięki którym możliwa jest analiza chemiczna jej składu. Mimo, że początek rozwoju mikroskopii skaningowej datuje się na rok 1935 to jednak pierwszą pracę, przedstawiającą praktyczne wykorzystanie SEM w badaniach uszkodzeń w betonie, przedstawiono dopiero w 1980 r. [229]. Obecnie ta metoda obserwacji procesów pęknięcia w betonach stosowana jest dosyć często, m.in.: do oceny wpływu początkowej struktury kompozytu na wielkość występujących uszkodzeń [123, 125, 128, 292-294], bądź oceny stopnia zdefektowania materiałów poddanych ekspozycji czynników korozyjnych [162, 211].

Diagnostykę uszkodzeń w elementach betonowych można przeprowadzać również z wykorzystaniem mikroskopów innych typów np. **mikroskopów optycznych** [111, 113]. W pracy [111] przedstawiono wnikliwą analizę parametrów geometrycznych charakteryzujących rysy na poziomie mezoskali, m.in.: długość, szerokość, pole powierzchni i gęstość. Przeprowadzone badania wykonano dla trzech rodzajów betonów wykonanych na: czystym cemencie portlandzkim CEM I, cemencie z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych CEM II/B-V oraz cemencie z dodatkiem żużli CEM III/A. Wyniki przedstawionych w pracy [111] badań laboratoryjnych wykazały m.in. dobrą korelację pomiędzy gęstością pęknięcia i wytrzymałością betonów na ściskanie.

Kolejną grupą metod wykorzystywanych do analizy rozwoju pęknięć w betonach są techniki oparte o zjawiska akustyczne. Zalicza się do nich **metodę ultradźwiękową**, oraz **metodę emisji akustycznej** (acoustic emission – AE).

Metoda ultradźwiękowa polega na ocenie jakości betonu na podstawie analizy zachowania i pomiaru prędkości rozchodzenia się fali ultradźwiękowej w strukturze materiału. W badaniach dokonuje się pomiaru czasu przejścia fali przez element betonowy pomiędzy nadajnikiem a odbiornikiem urządzenia badawczego. Najczęściej impulsy akustyczne generowane są z częstotliwością przekraczającą 20 kHz. Do badań typowych konstrukcji stosuje się zakresy częstotliwości pomiędzy 40 a 500 kHz, co pozwala na badanie elementów o grubościach nawet do kilku metrów. Im wyższa jest częstotliwość impulsu tym dokładniejszy jest pomiar, ale jednocześnie mniejsza energia fali i większe jej tłumienie. W badaniach stosuje się zatem najczęściej fale o wysokiej częstotliwości ale takie, które pozwalają po przejściu przez badany element na wyraźny odbiór sygnału. Wysokie częstotliwości fal stosuje się zazwyczaj przy badaniu dużych masywnych konstrukcji i betonów o niższej jakości.

Metody ultradźwiękowe są od wielu lat wykorzystywane jako jedno ze sposobów nieniszczących do oceny wytrzymałości betonu. Posiadają również tę zaletę, że są w stanie wykryć wewnętrzne wady w konstrukcji, a nawet z dużym przybliżeniem oszacować ich wielkość.

Detekcja uszkodzeń wewnątrz struktury betonu polega na analizie czasu przejścia fali ultradźwiękowej. W przypadku jednorodnej struktury betonu czasy mierzone w kolejnych przekrojach są do siebie zbliżone. Jeżeli natomiast fala

napotka na swojej drodze przeszkodę lub pustkę w postaci defektu może nastąpić jej ugięcie, a w przypadku dużych uszkodzeń nawet odbicie i rozproszenie fali. Takie sytuacje świadczą o występowaniu w badanej strefie wyraźnych nieciągłości w betonie.

Metody ultradźwiękowe są na tyle dokładne, że przy ich pomocy możliwe jest ustalenie tak subtelnych różnic w wykonywanych pomiarach jak rodzaj obciążenia wywołującego pęknięcia (rysy występujące na skutek zginania lub ścięcia) [259] bądź różnice w długości szczeliny [366]. Metoda ultradźwiękowa może służyć do analizy rozwoju uszkodzeń w obciążonym betonie, ale również w zaprawach i zaczynach.

Innym ze sposobów wykorzystujących zjawiska akustyczne w badaniach pęknięć betonu jest metoda AE. Bazuje ona na zjawisku powstawania i rozprzestrzeniania się w danym ośrodku fal sprężystych, powstających w materiale w efekcie wyzwolenia zmagazynowanej energii sprężystej. Jedną z przyczyn występowania AE w materiałach konstrukcyjnych jest inicjowanie się i rozwój mikrorys pojawiających się w procesach pęknięcia. Jako początek badań, nad związkiem AE z rozwojem uszkodzeń w betonie, przyjmuje się rok 1970, kiedy to A. T. Green przeprowadził wszechstronne eksperymenty świadczące jednoznacznie o związku pomiędzy generowanym sygnałem AE i rozwojem zniszczenia w obciążonym elemencie betonowym [132]. W Polsce prace nad zastosowaniem metody AE, do oceny procesów pęknięcia występujących w obciążonym betonie, zostały zapoczątkowane przez J. Ranachowskiego i Z. Świącickiego, na początku lat 80. XX w. Ujęte zostały również szczegółowo przez J. Hołę w pracy [144]. Pełniejszy rys historyczny opisujący rozwój metod AE w badaniach betonu przedstawił w swojej pracy A. Moczko [230]. Obecnie spektrum zastosowań zjawiska AE w badaniach defektów kompozytów betonowych jest dosyć szerokie. Analizatory AE wykorzystywane są głównie w badaniach laboratoryjnych [126, 128, 145, 147, 230]. Bardzo dobre wyniki uzyskuje się np. w ocenie tą metodą poziomów naprężeń krytycznych w betonie [126, 128, 145, 147]. Metoda AE stosowana jest również do oceny odporności betonów na pęknięcie przy I, II i mieszanych modelach pęknięcia [125, 128, 301]. Analizie rozwoju uszkodzeń poddawane są różne rodzaje kompozytów betonowych, np. polimerowych [45] lub z dodatkami mineralnymi [140]. W pracy [140] przedstawiono wyniki badań z wykorzystaniem AE, które opisywały wpływ czasu dojrzewania próbek na zmiany procesów destrukcyjnych w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Wykazały one, że wraz z postępującym procesem narastania produktów reakcji pucolanowej, w betonach z popiołami lotnymi, ograniczeniu ulega w tych materiałach ilość występujących mikropęknięć co z kolei koresponduje z obniżeniem poziomu sygnałów AE [140]. Oprócz zastosowań w badaniach laboratoryjnych zjawisko AE stosowane jest ponadto w ocenie uszkodzeń w obiektach i konstrukcjach inżynierskich, głównie mostach, np. [258].

W latach 80. i 90. XX w. dużą popularnością w wykrywaniu zewnętrznych uszkodzeń w betonie cieszyły się metody oparte o zjawisko interferencji fal elektromagnetycznych. Główne założenia dotyczące holografii i innych sposobów opartych na interferometrii w zastosowaniu do studiowania deformacji elementów betonowych przedstawili P. Jacquot i P. K. Rastogi w jednym z rozdziałów monografii dotyczącej mechaniki pęknięcia betonu [158].

**Interferometria** stanowi grupę metod takich jak: holografia, interferometria plamkowa, interferometria moiré i inne, które znajdują zastosowanie w mechanice eksperymentalnej do obserwacji przemieszczeń elementów konstrukcyjnych. W badaniach tego typu w pierwszym etapie następuje oświetlenie powierzchni badanego obiektu wiązką fali nośnej, która jest traktowana jako pierwotny sygnał; w przypadku holografii tworzony jest tzw. wzór prążków. Następnie, na skutek zmian powierzchni badanego elementu poddanego obciążeniom, dochodzi do zaburzeń sygnału pierwotnego. Zlokalizowanie i analiza występujących anomalii w wiązce światła może być podstawą do wykrycia nawet bardzo niewielkich uszkodzeń.

Interferometria znalazła zastosowanie do lokalizacji pęknięć zarówno w elementach betonowych [141, 215] jak i zbrojonych [216], które mogłyby być obserwowane nawet w czasie rzeczywistym [141]. Obszerny przegląd publikacji, w których opisano wykorzystanie powyższych metod w badaniach procesów destrukcyjnych betonu przedstawił A. K. Maji w [214].

Efektywnym sposobem pozwalającym na dokładną wizualizację defektów występujących wewnątrz struktury betonu jest **tomografia komputerowa**. Ta metoda nieinwazyjna pozwala na uzyskiwanie przekrojów w badanym elemencie poprzez złożenie projekcji obiektu wykonanych z różnych kierunków. Wynikiem przeprowadzonych badań mogą być obrazy płaskie 2D bądź przestrzenne 3D. Bardziej korzystnym rozwiązaniem jest uzyskanie, w wyniku badań, tomogramów trójwymiarowych, które pozwalają na dokładne zlokalizowanie najmniejszych defektów materiałowych w całej objętości badanej próbki.

Pierwsze badania struktury betonów z zastosowaniem tomografów komputerowych były prowadzone na początku lat 80. XX w. [237]. Informacje prezentowane na trójwymiarowych tomogramach wykorzystywano również do oceny położenia zbrojenia w elementach żelbetowych [221]. Z czasem ten dział badań nieniszczących betonu stał się na tyle istotny, że poświęcono mu cały rozdział w piątej części monografii, opisującej zaawansowane techniki eksperymentalne w zastosowaniu do badań kompozytów betonowych [235]. Obecnie tomografy komputerowe wykorzystuje się m.in. do oceny stopnia zdefektowania mikrostruktury betonu poddanego ekspozycji niekorzystnych warunków atmosferycznych bądź czynników korozyjnych. W pracy [343] przedstawiono wyniki badań oceniające poziom uszkodzeń w betonach narażonych na cykliczne zamrażanie i rozmrażanie.

W ostatnich latach do analizy procesów pękania w betonie wykorzystuje się również metody bazujące na ocenie powierzchni przełomów w zniszczonych elementach betonowych. Do tego typu technik zaliczana jest: **stereologia** oraz **fraktografia** [292, 295].

Bazując na informacjach, dostępnych w literaturze, można stwierdzić, że obecnie do najważniejszych sposobów służących do wykrywania i analizy mikropęknięć w elementach betonowych zalicza się metody:

a) *radiograficzne:*

- radiografia rentgenowska,
- radiografia neutronowa,

b) *mikroskopowe:*

- mikroskopia optyczna,
- mikroskopia skaningowa,

c) *oparte o analizę fal akustycznych::*

- metoda emisji akustycznej,
- metoda ultradźwiękowa,

d) *oparte na interferometrii:*

- holografia,
- interferometria plamkowa,
- interferometria moiré,
- elastooptyka,
- techniki z użyciem czujników światłowodowych,

e) *tomografii komputerowej*

f) *mikrotomografii*

g) *magnetycznego rezonansu jądrowego*

h) *termograficzne*

i) *impregnacji*

j) *cyfrowej korelacji obrazu*

k) *stereometryczne*

l) *faktograficzne.*

Aby osiągnąć zamierzony efekt eksperymentu i prawidłowo oszacować wielkość i morfologię rys należy dobrać odpowiednią technikę analizy uszkodzeń, która powinna być – ekonomiczna, szybka i charakteryzować się dużą rozdzielczością tzn. wykrywać bardzo małe rysy, a także powinna łatwo wiązać się z systemem analizy obrazu, żeby dostarczyć informacji ilościowych [112].

Ponadto sposób obserwacji zarysowania powinien być ustalony w zależności od panujących obciążeń, por. Roz. 3.4.1. Dzięki temu możliwe jest wychwytnie nawet bardzo subtelnych różnic w uzyskiwanych wynikach badawczych. Np. w pracy [304], na podstawie analizy zdjęć uzyskanych pod mikroskopem optycznym, ustalono, że długości pęknięć w ITZ betonów poddanych obciążeniom zmęczeniowym są o 15% większe w stosunku do rys powstających w elementach, na które działają obciążenia statyczne.

Często, w celu dokładnego oszacowania występujących uszkodzeń, do ich oceny stosuje się równolegle dwie lub nawet trzy metody badawcze łącząc np. metody radiograficzne, holografii laserowej bądź tomografii komputerowej z AE [81, 215, 343]. W wielu przypadkach do analizy miejsc występowania uszkodzeń i kierunków ich rozprzestrzeniania wykorzystuje się łącznie metodę AE i ultradźwiękową, np. [259].

Dokładny obraz ścieżek pękania uzyskuje się poprzez zestawienie ze sobą kilku niezależnych urządzeń śledzących zarysowanie betonu. W tym celu można wykorzystać stanowisko badawcze składające się z analizatora AE, mikrotomografu komputerowego i mikroskopu skaningowego [81]. Podczas analizy struktury próbek betonowych czujnik AE określa miejsca występowania uszkodzeń, tomograf umożliwia przestrzenne skanowanie powstałych defektów, natomiast mikroskop wykonuje zdjęcia mikrostruktury uszkodzonego materiału [81].

Obecnie dzięki zastosowaniu tomografów komputerowych możliwe jest dokładne rozpoznanie struktury mikropęknięć w trójwymiarowej przestrzeni próbki. Wykorzystując następnie program do wizualizacji wykrytych uszkodzeń zostaje wygenerowany dokładny, przestrzenny obraz występujących w betonie nieciągłości [393].

Korzystając z powyższych doświadczeń, w badaniach własnych, dokonano analizy procesów pękania na podstawie wyników uzyskanych w trakcie badań eksperymentalnych, por. Roz. 6., oraz symulacji numerycznych, por. Roz. 7. W trakcie przeprowadzonych eksperymentów powstawanie i rozwój uszkodzeń w elementach betonowych prześlędzono z wykorzystaniem: pras wytrzymałościowych, systemu cyfrowej korelacji obrazu ARAMIS, oraz mikroskopu skaningowego. W przypadku symulacji numerycznych skupiono się na ocenie rozwoju mikrorys w próbkach – od momentu ich inicjacji, aż do zniszczenia wykonanych modeli.



## 4. Zakres badań własnych i stosowana metodyka pracy

### 4.1. Zakres eksperymentów

Na podstawie przeglądu literatury, związanej z tematem monografii, który przedstawiono w Roz. 1. stwierdzono, że dotychczasowe nieliczne prace eksperymentalne nie wyjaśniają jednoznacznie jaki wpływ na mikrostrukturę i parametry mechaniki pękania wywiera dodatek do betonów krzemionkowych popiołów lotnych. Ponadto w literaturze brakuje pełnych wyników badań dotyczących wpływu czasu dojrzewania tego typu kompozytów na ich budowę wewnętrzną i parametry mechaniczne.

Niedostatek wyczerpujących informacji związanych z powyższymi zagadnieniami stanowił dwie główne przesłanki (por. Roz. 1.3.) do podjęcia wnikliwych badań doświadczalnych nad rolą krzemionkowych popiołów lotnych jako aktywnych modyfikatorów struktury materiałów z matrycami cementowymi.

W celu dokładnego poznania procesów pękania w analizowanych kompozytach przeprowadzono bogaty zakres badań eksperymentalnych. Wszystkie badania przeprowadzono na trzech rodzajach betonów różniących się między sobą ilością dodatku krzemionkowych popiołów lotnych (Fly ash – FA):

- bez dodatku popiołów lotnych – FA-00,
- z 20% dodatkiem popiołów lotnych – FA-20,
- z 30% dodatkiem popiołów lotnych – FA-30.

Wcześniej betony z taką samą ilością dodatku krzemionkowych popiołów lotnych badano, m.in.: pod kątem ich odporności na korozję chlorkowe i siarczanowe [405], czy możliwości wykorzystania tych dodatków do wytwarzania trójskładnikowych mieszanek cementowych [12]. Szeroki zakres eksperymentów oceniających m.in. jaki wpływ wywiera dodatek 20 i 30% popiołów lotnych na zmianę konsystencji mieszanki betonowej, oraz opóźnienie wiązania zaczynów przedstawił również S. Bastian w monografii [22].

W przypadku betonów oceniano makroskopowo ich parametry wytrzymałościowe, oraz odporność na pęknięcie dla wszystkich modeli pęknięcia, na podstawie wartości krytycznych współczynników intensywności naprężeń. Uzyskane wyniki badań pozwoliły w dalszej kolejności na ustalenie dla każdego z betonów uogólnionej odporności na pęknięcie  $K_c$ .

Następnie, w wyniku analizy mikroskopowej kawałków betonów pobranych ze stref zniszczenia próbek przy II modelu pęknięcia, mierzono szerokość występujących szczelin w ITZ kruszywa grubego z zaczynem. Efektem podjętych badań było ustalenie zależności pomiędzy wielkością występujących uszkodzeń a uogólnioną odpornością na pęknięcie. Uzupełnieniem oceny parametrów mechanicznych w obszarze ITZ betonów były badania nanotwardości wykonane w tej strefie kompozytów.

Zestawienie wszystkich zaplanowanych eksperymentów obejmowało wykonanie następujących badań:

- wytrzymałości na ściskanie,
- wytrzymałości na rozciąganie,
- odporności na pękanie wg I modelu pękania,
- odporności na pękanie wg II modelu pękania,
- odporności na pękanie wg III modelu pękania,
- mikroskopowej oceny wielkości pęknięć w ITZ ziaren kruszywa grubego,
- nanotwardości w strefie ITZ ziaren kruszywa grubego,

Pełny zakres badań parametrów mechaniczno-wytrzymałościowych betonów wykonano dla wszystkich typów analizowanych kompozytów w sześciu okresach czasowych, tzn. po: 3, 7, 28, 90, 180 i 365 dniach dojrzewania.

W związku z bardzo obszernym zakresem zrealizowanych badań, oraz ze względu na przejrzystość pracy, w niniejszym punkcie ograniczono się jedynie do podania ogólnych informacji związanych z przeprowadzonymi eksperymentami. Skupiono się głównie na zestawieniu danych dotyczących rodzaju i liczby próbek wykorzystanych w badaniach, istotnych parametrów dotyczących materiałów zastosowanych do wykonania betonów, oraz danych odnoszących się do większości badań zaprezentowanych w dalszej części pracy. Szczegółowe opisy badań betonów przedstawiono w Roz. 6 i 7. Z uwagi na dużą ilość eksperymentów, oceniających właściwości zastosowanych popiołów lotnych, wydzielono odrębny Roz. 5, w którym scharakteryzowano ich istotne parametry.

## 4.2. Charakterystyka betonów stosowanych w badaniach

### 4.2.1. Materiały wykorzystane w badaniach

Do wykonania betonów zastosowano:

- cement portlandzki CEM I 32,5R z cementowni Chełm,
- kruszywo naturalne żwirowe o maksymalnym uziarnieniu do 8 mm ze złóż Las Suwalski,
- piasek kopalny ze złóż Markuszów,
- **krzemionkowy popiół lotny z Elektrociepłowni Puławy,**
- plastyfikator BASF Liquol BV 18.

### Cement

Szczegóły dotyczące parametrów fizycznych, chemicznych i składu fazowego cementu zastosowanego do wykonania zaczynów i mieszanek betonowych zestawiono w Tab. 4.1. i 4.2. Gęstość objętościową cementu oznaczono metodą piknometryczną, zgodnie z zaleceniami [289]. Średnia wartość gęstości z 3 uzyskanych wyników wyniosła 3,11 g/cm<sup>3</sup>.

**Tab. 4.1. Parametry fizyczne cementu CEM I 32,5R**

Parametry fizyczne cementu		Wartości średnie
Powierzchnia właściwa wg Blaine'a [ $\text{cm}^2/\text{g}$ ]		3280
Początek czasu wiązania [min]		207
Koniec czasu wiązania [min]		298
Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	po 2 dniach	23,3
	po 28 dniach	50,0
Zmiana objętości [mm]		0,56

**Tab. 4.2. Skład chemiczny i fazowy cementu CEM I 32,5R**

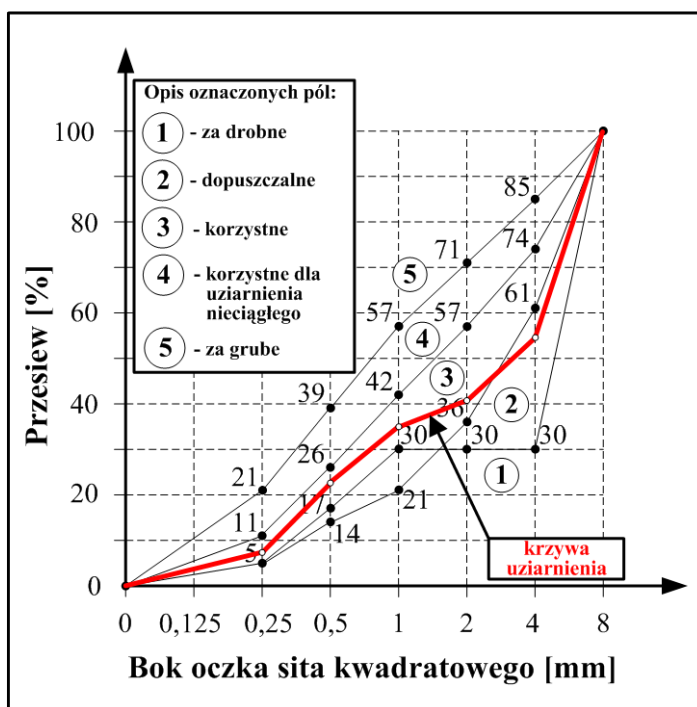
Składnik	Zawartość składnika [% mas.]	Udział faz mineralnych [% mas.]
$\text{SiO}_2$	21,37	$\text{C}_3\text{S}$ - 60,69
$\text{Al}_2\text{O}_3$	5,02	$\text{C}_2\text{S}$ - 15,82
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	2,40	$\text{C}_3\text{A}$ - 9,24
$\text{CaO}$	63,95	$\text{C}_4\text{AF}$ - 7,28
$\text{MgO}$	2,47	$\text{CaSO}_4$ - 5,10 (gips)
$\text{SO}_3$	3,0	Uwaga: Skład fazowy przeliczony ze wzorów Bogue'a
$\text{Na}_2\text{O}$	0,18	
$\text{K}_2\text{O}$	0,91	
Cl	0,057	
Części nierozpuszczalne	1,11	
Strata prażenia	1,24	

## Kruszywo

Gęstość objętościową kruszywa grubego i piasku oznaczono metodą piknometryczną zgodnie z [284]. Wyniosła ona:  $2,65 \text{ g/cm}^3$  dla żwiru i  $2,60 \text{ g/cm}^3$  dla piasku. Skład ziarnowy obu rodzajów kruszyw oznaczono metodą przesiewania na sucho podaną w [283]. Przy ustalaniu składu mieszanki kruszywa grubego i piasku stopy okruchowe starano się tak dobrać, aby zawierały się w jak najkorzystniejszym polu pomiędzy granicznymi krzywymi uziarnienia i posiadały jak najmniej przestrzeni międzyziarnowych. Podczas tych prac oparto się na zaleceniach podanych w normie niemieckiej DIN 4226-1 [74], która w bardzo dokładny i precyzyjny sposób podaje zakresy uziarnienia, korzystnego i nie zalecanego do zastosowania w składzie betonów. Wszystkie betony zostały zaprojektowane z jednej frakcji kruszywa grubego oraz piasku. Uziarnienie kruszyw przedstawiono w Tab. 4.3., natomiast krzywą uziarnienia pokazano na Rys. 4.1. Punkt piaskowy mieszanki kruszyw był równy 40,7%. Jamiistość kruszywa, wyznaczona metodą pośrednią – bazującą na wynikach gęstości nasypowej, wyniosła 25%.

Tab. 4.3. Uziarnienie zastosowanych kruszyw

Fracja [mm]	Zawartość frakcji [%]		
	Piasek	Kruszywo grube	Mieszanka
0÷0,125	2,9	0,7	1,7
0,125÷0,25	14,8	0,4	5,6
0,25÷0,5	41,1	0,4	15,3
0,5÷1,0	32,7	1,6	12,4
1,0÷2,0	4,5	6,9	5,7
2,0÷4,0	4,0	19,9	13,9
4,0÷8,0	0,0	63,1	40,2
8,0÷16,0	0,0	7,0	5,2
Punkt piaskowy	96,0	10,0	40,7



Rys. 4.1. Krzywa uziarnienia mieszanki zastosowanego kruszywa

### Domieszka

W celu poprawy urabialności mieszanek betonowych zastosowano domieszkę plastyfikującą skomponowaną na bazie lignosulfonianów wapniowych o gęstości  $1,16 \text{ g/cm}^3$  i zakresie dozowania  $0,1 \div 1,0\%$  masy cementu. Plastyfikator stosowano w ilości  $0,6\%$  masy spoiwa.

#### 4.2.2. Metodyka przygotowania próbek i podstawowe parametry mieszanek

Przy komponowaniu składu mieszanek betonowych założono, że w każdym przypadku zostanie zachowana stała wartość składnika wodno-spoiwowego  $w/s = 0,4$ . Taką proporcję wody do spoiwa zastosowano głównie ze względu by ograniczyć maksymalnie zawartości porów kapilarnych w strukturze osnowy cementowej [159, 192]. Zjawisko zerowej porowatości kapilarnej znacznie zmniejsza późniejszy wpływ matrycy cementowej na procesy uszkodzeń w betonie. Dodatkowo taka wartość wskaźnika  $w/s$  jest wg pracy [192] podstawowym kryterium dzielącym betony na zwykłe i wysokowartościowe.

Skład mieszanki podstawowej bez dodatku popiołów lotnych ustalono metodą trzech równań, natomiast kompozycja pozostałych betonów stanowiła korektę składu mieszanki FA-00. W kompozytach FA-20 i FA-30 przyjęto metodę prostego - wagowego zastępowania cementu popiołem lotnym. Taki sam sposób dozowania popiołów stosowano również w badaniach innych autorów, np.: analizie betonów podwodnych [87], ocenie mrozoodporności betonów [254], czy badaniach karbonatyzacji [16].

Składy wagowe mieszanek betonowych do wykonania próbek betonowych zestawiono w Tab. 4.4.

Tab. 4.4. Składy wagowe mieszanek betonowych

Seria betonu	Składnik mieszanki betonowej [kg/m <sup>3</sup> ]					
	Cement	Popiół lotny	Woda	Piasek	Żwir	Plastyfikator
FA-00	352	0	141	676	1205	2
FA-20	282	70	141	676	1205	2
FA-30	246	106	141	676	1205	2

Mieszanie składników odbywało się przez 3 minuty w betoniarnie przeciwbieżnej DZB-300 o ładowności 150 l i mocy 1,1 kW w temperaturze 20°C i wilgotności względnej powyżej 60%. Podczas mieszania składników mieszanki stosowano trój etapową procedurę wykonania zarobów, która składała się z 3 jednoczynowych etapów, tzn.:

- mieszanie suchych składników (kruszywo + cement + popiół) do ich zhomogenizowania,
- mieszanie z dodatkiem części wody zarobowej,
- dodanie plastyfikatora z 2 dm<sup>3</sup> wody zarobowej.

Po 15 minutach od wymieszania składników przeprowadzono badania mieszanki betonowej w zakresie konsystencji zgodnie z PN-EN 12350-3 [286]. Próbki do badań pobierano zgodnie z PN-EN 12350-1 [285]. Wszystkie zaroby wykonano o konsystencji V2. Czasy mierzone aparatem Vebe podano w Tab. 4.5. Na podstawie uzyskanych wyników z badań konsystencji można

stwierdzić, że dodatek popiołów lotnych zwiększył ciekłość mieszanki, co było prawdopodobnie spowodowane „efektem łożyskowania” ziaren krzemionkowych popiołów lotnych, które mają prawie idealne kuliste formy (Rys. 2.2, 2.3, 2.6.).

**Tab. 4.5. Wyniki z badań konsystencji mieszanek betonowych**

Badanie	Seria betonu		
	FA-00	FA-20	FA-30
Vebe [s]	19	17	16
Klasa konsystencji V	V2	V2	V2

W dalszej kolejności z wykonanej mieszanki formowano próbki wszystkich zaplanowanych rodzajów zgodnie z PN-EN 12390-2 [282]. Próbki wykonywano przy zastosowaniu układania świeżej mieszanki w dwóch warstwach i wibrowania każdej kolejnej ułożonej warstwy przez około 30 s na stole wibracyjnym SWE-08 o częstotliwości drgań 52,7 Hz oraz amplitudzie drgań 0,67 mm. Zaformowane próbki umieszczano na posadzce w laboratorium i do czasu rozformowania podlewano sukcesywnie co kilka godzin wodą. Dodatkowo (zgodnie z normą [282]), w celu zapewnienia próbkom wysokiej wilgotności w zakresie 90-95%, w okresie pierwszych kilkunastu godzin od zaformowania były one od góry przykrywane arkuszami folii polietylenowej. Wszystkie próbki były rozformowywane po upływie 2 dni od zabetonowania, a następnie dojrzewały przez pierwsze 14 dni w kąpeli wodnej. Przez kolejne dni do terminu badań po: 28, 90, 180 i 365 dniach próbki dojrzewały w warunkach laboratoryjnych w temperaturze  $20^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ , oraz przy wilgotności względnej  $90\%\pm 5\%$ . W przypadku próbek badanych po 3 i 7 dniach wyjmowano je z wody na co najmniej kilka godzin przed planowanym badaniem. Pozostałe szczegóły dotyczące przygotowania próbek betonowych do badań odporności na pękanie i mikrotwardości zostaną przedstawione w Roz. 6 i 7.

#### **4.2.3. Próbki wykorzystane w badaniach**

Zarówno próbki do badań makroskopowych jak i mikrostrukturalnych wykonano z 3 mieszanek betonowych różniących się między sobą ilością dodatku krzemionkowych popiołów lotnych (por. Roz. 4.1.).

Przy doborze liczby próbek do badań doświadczalnych starano się uzyskać kompromis pomiędzy kosztami ich wykonania, a minimalną ilością niezbędną do zagwarantowania wiarygodnych statystycznie wartości, oraz możliwości uogólniania wyników uzyskanych na próbkach na całą populację betonów. W związku z tym, we wszystkich badaniach makroskopowych, średnie wartości z przeprowadzonych eksperymentów oceniano na podstawie wyników uzyskanych na 6 próbkach.

## Próbki do badań makroskopowych

Asortyment próbek do badań wytrzymałościowych i badań odporności na pękanie betonów, dla każdej z mieszanek, we wszystkich okresach czasowych, był następujący:

- 6 kostek sześciennych o boku 150 mm do badań wytrzymałości na ściskanie –  $f_{cm}$ ,
- 6 kostek sześciennych o boku 150 mm do badań wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu –  $f_{ctm}$ ,
- 6 belek o wymiarach 80 x 150 x 700 mm z jedną szczeliną pierwotną do badań odporności na pękanie wg I modelu pękania –  $K_{Ic}^S$ ,
- 6 kostek sześciennych o boku 150 mm z dwiema szczelinami pierwotnymi do badań odporności na pękanie wg II modelu pękania –  $K_{IIc}$ ,
- 6 walców o średnicy 150 i wysokości 300 mm z jedną szczeliną pierwotną do badań odporności na pękanie wg III modelu pękania –  $K_{IIIc}$ .

## Próbki do badań mikrostrukturalnych

Asortyment próbek do badań mikroskopowych SEM, oraz nanotwardości, był następujący:

- 3 prostopadłościennie kosteczki betonowe o wymiarach 10 x 10 x 3 mm, pobrane ze stref zniszczenia, do badań wielkości pęknięć w ITZ kruszywa grubego z zaczynem,
- 12 prostopadłościennych kosteczek w formie zgładów o wymiarach 20 x 20 x 10 mm do badań nanotwardości betonów.

Wszystkie próbki, dla wszystkich typów eksperymentów, były badane w sześciu okresach czasowych (por. Roz. 4.1.). W związku z tym do przeprowadzenia badań makroskopowych wykonano łącznie: 324 kostki sześciennie, 108 belek i 108 walców. Do eksperymentów mikrostrukturalnych przygotowano: 54 małe kosteczki betonowe o grubości 3 mm i 216 większych kostek o grubości 10 mm.

## Koncepcja analizy wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych

W analizie statystycznej wyników badań parametry statystyczne tj.: odchylenie standardowe i współczynnik zmienności wyznaczono jak dla małej liczby próbek, korzystając z rozkładu t-studenta, przy założonym poziomie istotności  $\alpha = 0,05$ . Dokładność uzyskanych pomiarów we wszystkich badaniach wynosiła 0,01. W celu lepszego scharakteryzowania uzyskanych istotności zestawiono również rozrzuty wyników.

Przy zestawianiu rezultatów z badań – wytrzymałościowych, odporności na pękanie, pomiaru szerokości pęknięć i nanotwardości – tabele do dalszych analiz dla każdego rodzaju przeprowadzonych eksperymentów zawierały:

- wartości średnie uzyskanych wyników,
- parametry statystyczne tj.: odchylenie standardowe  $s$  i współczynnik zmienności  $v$ ,
- maksymalne – max. i minimalne – min. wyniki uzyskane w badaniach.

Ponadto dla wartości średnich, w poszczególnych badaniach, sporządzano wykresy pokazujące zestawienia danego parametru dla wszystkich serii betonów, we wszystkich okresach czasowych. W celu lepszego unaocznienia zmian zachodzących w betonach, w trakcie ich dojrzewania, w formie graficznej pokazano zależności analizowanych wskaźników w funkcji wieku betonów. Przedstawiono również zmiany procentowe poszczególnych parametrów, w trakcie dojrzewania kompozytów, przyjmując za 100% wartości tych parametrów po 365 dniach.



## 5. Charakterystyka zastosowanych krzemionkowych popiołów lotnych

### 5.1. Zakres wykonanych badań

W celu scharakteryzowania właściwości fizykochemicznych i aktywności krzemionkowych popiołów lotnych, oraz sprawdzenia możliwości ich bezpiecznego wykorzystania jako dodatku do betonów (w kontekście zawartości w składzie popiołów krzemionkowych pierwiastków promieniotwórczych) wykonano następujące badania popiołów:

- składu chemicznego,
- składu fazowego,
- analizy granulometrycznej,
- morfologii ziaren,
- gęstości objętościowej,
- powierzchni właściwej,
- struktury mikroporów,
- pucolanowości,
- promieniotwórczości naturalnej.

### 5.2. Właściwości fizykochemiczne popiołów lotnych

#### 5.2.1. Skład chemiczny popiołów lotnych

Skład chemiczny popiołów został oznaczono metodą spektroskopii fluorescencji rentgenowskiej XRF. W Tab. 5.1. zestawiono wagowy skład chemiczny zastosowanych popiołów lotnych, w których dominującymi związkami są krzemionka ( $\text{SiO}_2$ ) oraz tlenki glinu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) i żelaza ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Suma tych tlenków, która wynosi 85,09%, oraz zawartości procentowe  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , wskazują jednoznacznie, iż zastosowany w badaniach popiół lotny zaliczany jest wg norm [15, 36] do popiołów krzemionkowych. Proporcja podstawowych tlenków, która wynosi:  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,97$ , jak również zawartość  $\text{CaO}$  i  $\text{SO}_3$  świadczą natomiast, że wykorzystany dodatek należy do grupy popiołów lotnych glinianowo – krzemianowych [100, 135].

**Tab. 5.1. Skład chemiczny popiołów lotnych wykorzystanych w badaniach**

Składnik	Zawartość [% wag.]
LOI*	3,20
SiO <sub>2</sub>	50,96
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	25,88
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,25
Na <sub>2</sub> O	1,26
K <sub>2</sub> O	2,65
SO <sub>3</sub>	0,65
MgO	2,60
CaO	2,15
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,35
Cs <sub>2</sub> O	0,09
BaO	0,32
TiO <sub>2</sub>	1,36
Suma:	99,72
SiO <sub>2</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> = 85,09% ≥ 70%	

\*Loss of Ignition – Strata prażenia, 1000°C/1h

### 5.2.2. Skład mineralny popiołów lotnych

Ocenę składu fazowego krzemionkowych popiołów lotnych wykonano w oparciu o wyniki analizy dyfraktograficznej.

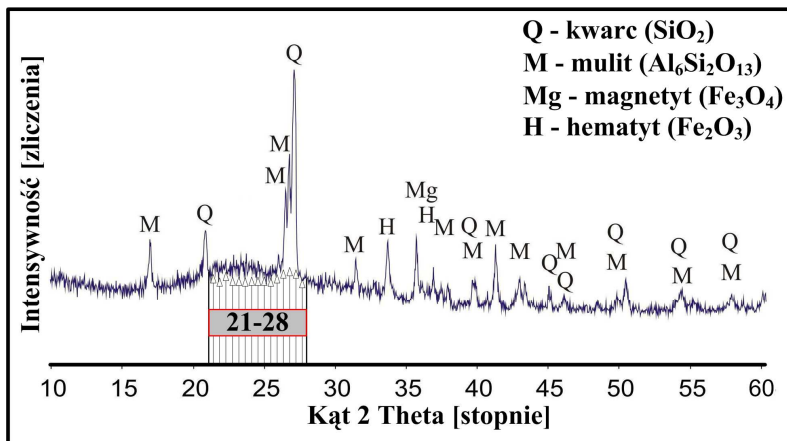
Proszkowa dyfrakcja rentgenowska (X ray diffraction – XRD) stosowana jest do analizy substancji krystalicznych, oraz określania mineralnego składu próbek. Metoda ta wykonywana za pomocą aparatu rentgenowskiego wykorzystuje promieniowanie rentgenowskie o znanej długości fali do badania nieznanymi fazami krystalicznymi. Badaniu poddaje się próbki polikrystaliczne w formie sproszkowanego materiału, skały, próbki lite drobnoziarniste, minerały drobnokrystaliczne, np. popioły lotne [344]. Metoda opiera się na założeniu, że w próbce złożonej z ziaren zorientowanych w sposób przypadkowy, określona ich liczba jest usytuowana względem wiązki monochromatycznego promieniowania rentgenowskiego padającego na preparat tak, że określone płaszczyzny sieciowe  $hkl$  spełniają warunek interferencji Bragga. Każdej fazie krystalicznej przypisuje się zbiór płaszczyzn sieciowych obsadzonych w sposób określony atomami bądź jonami tworzącymi tę fazę. Charakterystyczną cechą każdego materiału są odchyłone od pierwotnego kierunku padania promieniowania wiązki interferencyjne zarejestrowane na filmie (technika filmowa) bądź za pomocą licznika (dyfraktometria). Wiązki te odchyłone pod kątem  $2\theta$  umożliwiają identyfikację badanej substancji. W wyniku takiego badania uzyskuje się zapis w postaci widma czyli dyfraktogramu w formie graficznej i liczbowej [176]. Na podstawie dyfraktogramu będącego zapisem ekstremów dyfrakcyjnych można dokonać identyfikacji składu fazowego badanego preparatu.

Do badań dyfrakcyjnych wymagane jest aby próbki materiału składały się z ziaren o średnicach wynoszących około 5  $\mu\text{m}$ . W przypadku elementów o większych rozmiarach należy je wcześniej rozdrobnić na proszek wykorzystując do tego celu młódkę agatową lub ceramiczną.

Urządzeniem służącym do określenia analizy dyfrakcyjnej jest dyfraktometr rentgenowski składający się z 3 podstawowych elementów: źródła promieniowania rentgenowskiego, detektora promieniowania, oraz goniometru, który umożliwia płynną zmianę wzajemnej orientacji źródła promieniowania, próbki oraz detektora. Praca goniometru pozwala na realizację pomiarów w szerokim zakresie kątów dyfrakcji.

W badaniach własnych do analizy składu mineralnego krzemionkowych popiołów lotnych metodą rentgenograficzną pobrano losowo 1g materiału. Analizy przeprowadzono w temperaturze pokojowej stosując dyfraktometr rentgenowski X'Pert PRO MPD firmy PANalytical z goniometrem PW 3050 i lampą ceramiczną Cu LFF oraz monochromatorem giętym dla lampy z anodą Cu. Badania wykonywano w zakresie kątowym  $5^\circ \div 65^\circ 2\theta$  z szybkością skanowania  $0,05^\circ$ . Do obróbki danych dyfrakcyjnych użyto oprogramowania PANalytical X'Pert HighScore oraz programu ClayLab ver. 1.0. Identyfikację faz mineralnych oparto na bazie danych PCPDFWIN ver. 2.1 sformalizowanej przez ICPDS-ICDD.

Na podstawie przeprowadzonej analizy rentgenograficznej można stwierdzić, że w składzie fazowym popiołów lotnych obok szkła występują cztery składniki krystaliczne: kwarc, mulit, magnetyt i hematyt (Rys. 5.1.). Na dyfraktogramie można ponadto zaobserwować charakterystyczne podniesienie tła refleksów w zakresie kąta  $21^\circ \div 28^\circ 2\theta$  [99], oraz relatywnie małą intensywność pików faz kwarcu i mulitu. Taki obraz składu fazowego popiołów świadczyć może o ich drobnym uziarnieniu, oraz wysokiej aktywności pucolanowej [352].



Rys. 5.1. Dyfraktogram XRD zastosowanych popiołów lotnych (źródło: badania własne)

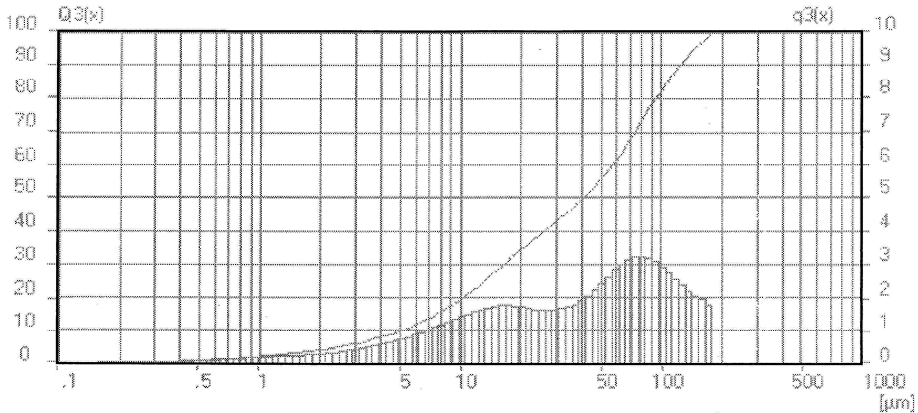
### 5.2.3. Charakterystyka składu ziarnowego popiołów lotnych

Uziarnienie materiałów pylistych jest obecnie wykonywane przy wykorzystaniu zjawiska dyfrakcji światła laserowego. Badania takie przeprowadza się laserowymi analizatorami cząstek, które dają pełną ocenę składu ziarnowego badanej próbki. Analizatory składają się z następujących podzespołów: lasera helowo-neonowego, systemu optycznego, przepływowej celi pomiarowej oraz jednostki dyspergującej. Zasada pomiaru rozkładu ziaren polega na dyfrakcji strumienia światła laserowego na mierzonych cząstkach. Strumień światła laserowego prześwietlając celę pomiarową ulega dyfrakcji na cząstkach proporcjonalnie do ich wielkości. W momencie, gdy światło lasera napotyka na populację ziaren, rozkład objętościowy ich wielkości wyrażony jest intensywnością rozkładu rozproszonego na nich światła. Rozproszenie powstaje na krawędziach rozgraniczających dwa media o różnych współczynnikach załamania światła, które to krawędzie są nowym źródłem fali. Dzięki występującej przy tym zjawisku interferencji powstają dyfraktogramy. Zgodnie z zasadą dyfrakcji, małe cząstki załamują światło wiązki laserowej pod większymi kątami, a większe cząstki są źródłem mniejszych kątów odchylenia od osi strumienia światła. Natężenie strumienia światła jest natomiast proporcjonalne do zawartości (ilości) poszczególnych cząstek. Powstały obraz dyfrakcyjny identyfikowany jest przez układ światłoczułych detektorów, a otrzymywane sygnały są wykorzystywane do obliczenia rozkładu wielkości ziaren. Stosowana jest do tego celu transformacja Fraunhofera, opisująca zjawisko dyfrakcji światła przechodzącego przez siatkę dyfrakcyjną, którą w tym przypadku jest badana próbka. Pozwala to na ścisłe przeliczenie zależności między stałą siatki dyfrakcyjnej, parametrami geometrycznymi układu pomiarowego, długością fali światła a efektem dyfrakcji rejestrowanym w detektorze. W czasie określania składu ziarnowego wyznacza się częstość występowania wybranych klas ziarnowych. Wyniki analizy składu ziarnowego mogą być zestawione w tabelach lub przedstawione w postaci wykresów. Graficzna interpretacja uzyskanych wyników z analizy laserowej może być wykonana:

- w formie histogramów pokazujących procentową zawartość ziaren, których wielkości mieszczą się w wybranych przedziałach klasowych,
- w postaci krzywej kumulacyjnej czyli ciągłej funkcji obrazującej zawartość w badanym materiale ziaren o średnicach mniejszych bądź większych od wybranej średnicy,
- jako zróżniczkowana krzywa kumulacyjna, która jest równoważna statystycznej funkcji gęstości tzw. krzywej rozkładu ziarnowego.

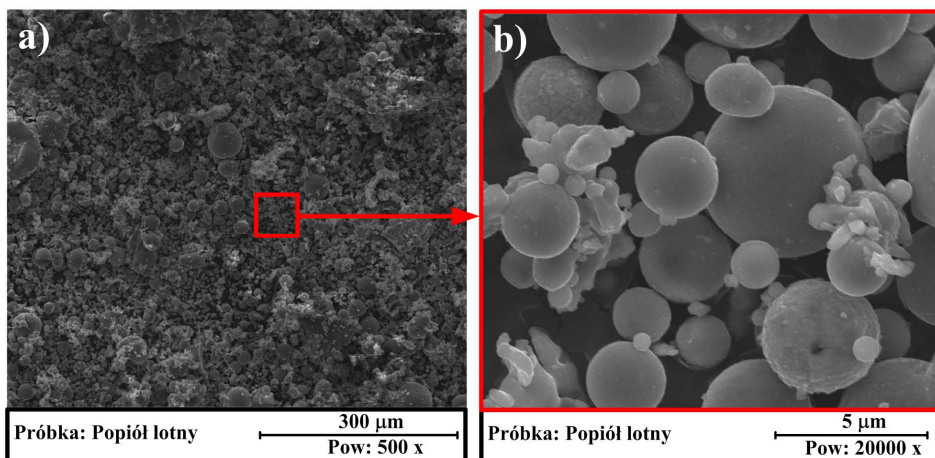
Analizę granulometryczną badanych popiołów przeprowadzono na 3 próbkach przy użyciu laserowego analizatora cząstek Analysette 22. Następnie dokonano oceny uzyskanych wyników i ustalono wartości średnie istotnych parametrów uziarnienia popiołów. Na Rys. 5.2. pokazano przykładowy rozkład składu ziarnowego. W wyniku przeprowadzonych badań ustalono, że wielko-

ści ziaren w popiołach są zawarte w przedziale 0÷180  $\mu\text{m}$ . 2% ziaren jest mniejsze niż 1  $\mu\text{m}$ , a 20% mniejsze niż 10 $\mu\text{m}$ . 55% ziaren ma wymiary mniejsze niż 50  $\mu\text{m}$ , a 82% to ziarna poniżej 100 $\mu\text{m}$ . Rozkład ziarnowy popiołu ma jedno maksimum wynoszące około 75  $\mu\text{m}$ , czyli jest to rozkład jenomodalny. Średnia wartość wymiaru ziarna wynosi 30  $\mu\text{m}$ , a odchylenie standardowe 7  $\mu\text{m}$ . Na podstawie Rys. 5.2. i powyższych informacji popiół można uznać za drobno uziarniony.



**Rys. 5.2. Analiza granulometryczna popiołu (źródło: badania własne)**

Drobne uziarnienie badanych popiołów zaobserwowano również w badaniach SEM. Na Rys. 5.3. pokazano charakterystyczną morfologię ziaren popiołów lotnych przy dwóch znacząco różnych powiększeniach. Przedstawione zdjęcia obrazują ziarna popiołów o wielkości od kilku do około 50  $\mu\text{m}$ , oraz charakterystyczne cenosfery. Morfologicznie, w całym zbiorze cząstek, dominują popioły o sferycznych i regularnych kształtach z zeszkliwionymi powierzchniami.



Rys. 5.3. Morfologia ziaren zastosowanych popiołów lotnych; a) Pow: 500 x, b) Pow. 20000 x (źródło: badania własne)

Wyniki z analizy granulometrycznej oraz badań mikroskopowych wskazują na drobne uziarnienie popiołów i dowodzą o wysokiej aktywności tych dodatków mineralnych.

#### 5.2.4. Gęstość objętościowa popiołów lotnych

Gęstość objętościową popiołów oznaczono metodą piknometryczną, wg [289]. Średnia wartość gęstości z 3 uzyskanych wyników wyniosła  $2,14 \text{ g/cm}^3$ .

#### 5.2.5. Parametry teksturalne popiołów lotnych

Powierzchnię właściwą popiołów lotnych wyznaczono dwoma metodami pomiarowymi. Należy zwrócić uwagę, że najczęściej do analizy powierzchni właściwej proszków wykorzystuje się metodę opartą o teorię wielowarstwowej adsorpcji par Braunauera-Emmetta-Tellera, tzw. BET. Jednak w przypadku badań popiołów określenie ich powierzchni właściwej jest znacznie utrudnione. Pomiar metodą BET dają zazwyczaj zawyżone wartości z uwagi na czynniki opisane w Roz. 2.2.3. W związku z tym wartość tego parametru oszacowano dodatkowo metodą Blaine'a, która jest metodą przepływową bazującą na własnościach przepływu laminarnego przez warstwę porowatą. Polega ona na pomiarze oporu powietrza przepływającego przez sprasowaną próbkę badanego materiału. Oznaczenie metodą Blaine'a wykonuje się zgodnie z normą [289] dla dwóch materiałów tj. próbki wzorcowej a następnie próbki badanej.

Powierzchnię właściwą, metodą BET –  $S_{\text{BET}}$ , oraz pozostałe badania teksturalne, które obejmowały ustalenie rozkładu i struktury mikroporów, wyznaczono na podstawie przebiegu izotermy adsorpcji/desorpcji par azotu w temperaturze

ciekłego azotu (-194°C), po wcześniejszym odgazowaniu próbki, w warunkach ściśle kontrolowanej temperatury (250°C przez okres 24 godzin) i obniżonego ciśnienia ( $10^{-3}$  hPa). W obliczeniach  $S_{BET}$  wykorzystano dane uzyskane z izotermy adsorpcji z zakresu ciśnień względnych  $p/p_0$  pomiędzy 0,06 i 0,3 ( $p, p_0$  - ciśnienie równowagowe i ciśnienie pary nasyconej azotem).

Objętość mikroporów –  $V_{mic}$  została określona z objętości zaadsorbowanego azotu przy ciśnieniu  $p/p_0 = 0,98$ . Średnice mikroporów –  $D_{mic}$  wyznaczono z wzoru:  $D_{mic} = 4V_{mic}/S_{BET}$ , po czym obliczono powierzchnie mikroporów –  $S_{mic}$ . Badania tekstury popiołów przeprowadzono przy użyciu sorptometru ASAP 2020. Powierzchnię właściwą metodą Blaine’a –  $S_{Blaine'a}$  oznaczono na aparacie Blaine’a 114q NIST, który został skalibrowany przy użyciu cementu wzorcowego. Wyniki z badań powierzchni właściwej popiołów i oceny ich mikroporowości zestawiono w Tab. 5.2.

**Tab. 5.2. Parametry tekstury popiołu lotnego**

Materiał	Analizowany parametr			
	$S_{BET}$ [ $m^2/g$ ]	$S_{Blaine'a}$ [ $m^2/g$ ]	$V_{mic}$ [ $cm^3/g$ ]	$S_{mic}$ [ $m^2/g$ ]
Popiół lotny	2,767	0,364	0,0005	0,1672

### 5.3. Aktywność pucolanowa popiołów lotnych

#### 5.3.1. Zakres przeprowadzonych eksperymentów

Właściwe określenie aktywności pucolanowej popiołów lotnych wymaga zbadania tej właściwości na podstawie co najmniej dwóch wzajemnie uzupełniających się metod pomiarowych, por. Roz. 2.3.2. Do oceny aktywności pucolanowej zastosowanych popiołów lotnych wytypowano po dwie techniki pomiarowe zarówno z grupy metod chemicznych jak i fizycznych. Uzupełnieniem oceny wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych było określenie aktywności popiołów na podstawie wskaźnika potencjału pucolanowego, który wprowadzili F. H. Hubbard i R. K. Dhir [152]. Pełny zakres badań, które posłużyły do ustalenia aktywności pucolanowej popiołów lotnych, obejmował następujące metody:

- wg amerykańskiej normy ASTM C379-65T [14],
- florentyńską,
- wg polskiej normy PN-EN 450-1 [290],
- wytrzymałościową Fratiniego,
- wskaźnika potencjału pucolanowego.

W każdej z metod doświadczalnych badania przeprowadzono na trzech próbkach. Dokładność pomiarów we wszystkich badaniach wynosiła 0,01.

### 5.3.2. Badanie aktywności pucolanowej wg normy ASTM C379-65T

W metodzie tej aktywność pucolanowa popiołów lotnych określana jest na podstawie oznaczenia w nich ilości  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , które zostaną wyługowane z badanej próbki, w wyniku ogrzewania jej w roztworze 0,5 molowym NaOH przez 1,5 godziny, w temperaturze  $80^\circ\text{C}$ . Za aktywne w tym badaniu, czyli wchodzące w reakcję z wodorotlenkiem wapnia, uznaje się te części krzemionki i tlenku glinu, wyrażone w procentach masowych, które ulegną rozpuszczeniu w NaOH.

W Tab. 5.3. zestawiono średnie wartości z uzyskanych wyników. Na podstawie przeprowadzonych badań aktywności ustalono, że sumaryczna zawartość reaktywnych tlenków w analizowanym materiale nieznacznie przekracza 20%. Uzyskany wynik wskazuje niewątpliwie na pucolanowy charakter badanych popiołów lotnych [352].

Tab. 5.3. Aktywność pucolanowa popiołów lotnych wg ASTM C379-65T

Tlenek aktywny	Uzyskany wynik [%]
$\text{SiO}_2$ reakt.	13,31
$\text{Al}_2\text{O}_3$ reakt.	7,22
$\text{SiO}_2$ reakt. + $\text{Al}_2\text{O}_3$ reakt.	20,53

### 5.3.3. Badanie aktywności pucolanowej metodą florentyńską

W metodzie tej do oznaczenia aktywności pucolanowej popiołów, wykorzystuje się różnice w przepuszczalności w roztworze HCl (1,12) w temperaturze pokojowej pucolany i produktów reakcji pucolany z CH.

Oznaczenie zawartości reaktywnych tlenków w popiołach wykonuje się początkowo dla tzw. próbki wyjściowej. Wysuszoną naważkę zmielonej pucolany wytrząsa się przez 10 minut w  $100\text{ cm}^3$  HCl (1,12) a następnie oznacza ilość  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , jakie przeszły do roztworu. W dalszej kolejności ze świeżej pucolany i CH przygotowuje się mieszaninę w proporcji 1:1, zarabiając ją wodą i formując belecзки z zaczynu o konsystencji plastycznej. Próbki zaczynu, określane jako porównawcze, przechowuje się początkowo przez 3 dni w wilgotnym powietrzu, a następnie w wodzie o temperaturze  $15^\circ\text{C}$  przez: 1, 4 i 26 tygodni od momentu wykonania zaczynów. Po każdym z okresów sezonowania belecзки, po wyjęciu z wody, suszy się, miele i oznacza w nich zawartość  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  jakie przeszły do roztworu podczas wytrząsania zmielonego materiału w HCl (1,12), w warunkach analogicznych jak w przypadku oznaczenia dla próbki wyjściowej. Miarą aktywności pucolanowej badanego popiołu jest przyrost ilości wyługowanych tlenków w stosunku do próbki wyjściowej.

W celu ustalenia aktywności pucolanowej popiołów metodą florentyńską procentowe wartości tlenków, uzyskane we wszystkich okresach czasowych, zsumowano a następnie określono różnicę w ilości wyługowanych składników



między wartościami wyznaczonymi dla danego okresu wegetacji beleczek, a próbki wyjściowej. Sumę aktywnych tlenków dla wszystkich badań wyznaczono z wzoru 5.1., natomiast aktywności pucolanowe z zależności 5.2. Średnie wartości aktywnych tlenków wylugowanych z próbki wyjściowej i próbek porównawczych oraz obliczone aktywności pucolanowe zestawiono w Tab. 5.4.

$$\sum t_i = \text{SiO}_{2_i} + \text{Fe}_2\text{O}_{3_i} + \text{Al}_2\text{O}_{3_i}, \quad (5.1)$$

$$\text{Ap}_i = \sum t_i - \sum t_w, \quad (5.2)$$

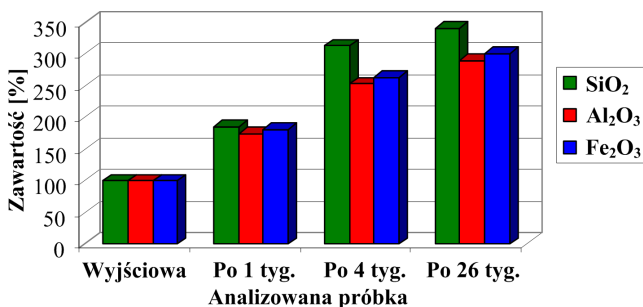
gdzie: i – rodzaj próbki: w – wyjściowa, 1 – po 1 tygodniu, 4 – po 4 tygodniach, 26 – po 26 tygodniach.

**Tab. 5.4. Aktywność pucolanowa popiołów lotnych wg metody florentyńskiej**

Parametr	Analizowana próbka			
	Wyjściowa [%]	Po 1 tyg. [%]	Po 4 tyg. [%]	Po 26 tyg. [%]
$\text{SiO}_{2_i}$	1,50	2,78	4,70	5,10
$\text{Al}_2\text{O}_{3_i}$	0,19	0,33	0,48	0,55
$\text{Fe}_2\text{O}_{3_i}$	0,16	0,29	0,42	0,48
$\sum t_i$	1,85	3,05	5,61	6,13
$\text{Ap}_i$	-	1,19	3,76	4,27

Analizując wyniki uzyskane metodą florentyńską należy zwrócić uwagę na wyraźny wzrost aktywności pucolanowej popiołów w kolejnych okresach czasowych, w których dokonywano oznaczenia zawartości tlenków aktywnych. W stosunku do ilości materiału w próbkach wyjściowych po tygodniu nastąpił przyrost  $\text{SiO}_2$  o 85%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o 74 % i  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  o 81%. Po kolejnych 3 tygodniach wzrost zawartości poszczególnych tlenków w stosunku do ilości wyjściowych wyniósł odpowiednio:  $\text{SiO}_2$  o 213%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o 153 % i  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  o 163%. Po ostatnim pomiarze, wykonanym po upływie 26 tygodni od początku badań, wzrost zawartości składników pucolanowych przedstawiał się w następujący sposób:  $\text{SiO}_2$  o 240%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o 189 % i  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  o 200%. Na podstawie przedstawionych wyników można zauważyć iż w każdym przypadku krzemionka osiąga największy przyrost, natomiast najmniejszy tlenek glinu. Ciągłe zwiększanie się ilości poszczególnych składników popiołów świadczy o nieprzerwanej reakcji związków pucolanowych w ciągu całego okresu dojrzewania próbek. Początkowo w momencie wykonania pierwszego oznaczenia (po 7 dniach) przyrost ilości wylugowanych tlenków wynosił kilkadziesiąt procent. Podczas kolejnych analiz zawartość związków reaktywnych ulegała sukcesywnemu powiększaniu. Po czterech tygodniach następował już wyraźny przyrost składników pucolano-

wych wynoszący w przypadku tlenku glinu i tlenku żelaza ponad 100%, natomiast dla  $\text{SiO}_2$  osiągał on poziom powyżej 200%. Po okresie pół roku szybkość reakcji pucolanowej ulegała już wyraźnej stabilizacji co sprawiało, że nie obserwowano już gwałtownych skoków w przyroście ilości składników aktywnych. Wartość Ap po czterech tygodniach, w porównaniu do wyniku uzyskanego po siedmiu dniach, wzrasta o 216%, natomiast po 26 tygodniach przyrost wynosi 259%. Aktywność materiału rośnie zatem w przeciągu pięciu i pół miesiąca jedynie o 43% w porównaniu do wyników po 4 tygodniach, podczas gdy po jednym miesiącu jej przyrost jest pięciokrotnie większy. Na Rys. 5.4. zestawiono procentowe zawartości tlenków aktywnych dla próbek badanych po: 1, 4 i 26 tygodniach odniesione do wartości uzyskanych dla próbki wyjściowej. Widać na nim wyraźnie w jakim stopniu następował przyrost tlenków pucolany w poszczególnych okresach czasowych.



Rys. 5.4. Względne zmiany zawartości tlenków aktywnych w metodzie florentyńskiej

### 5.3.4. Badanie aktywności pucolanowej wg normy PN-EN 450-1

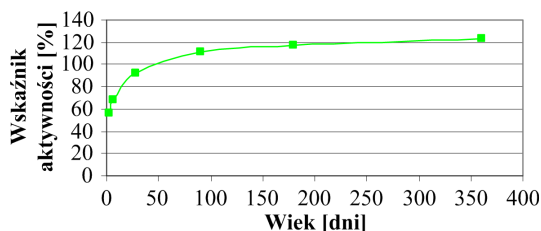
Określenie pucolanowości krzemionkowych popiołów lotnych wg zapisów normy PN-EN 450-1 [290] polega na wyznaczeniu tzw. wskaźnika aktywności pucolanowej. Wskaźnik ten jest wyrażony jako stosunek w procentach wytrzymałości na ściskanie beleczek z zaprawy normowej, wykonanej z użyciem mieszanki 75% masy cementu porównawczego i 25% masy popiołów lotnych, do wytrzymałości na ściskanie badanych beleczek ze znormalizowanej zaprawy, będących w tym samym wieku, wykonanych z użyciem 100% cementu porównawczego. Jako cementu porównawczego należy użyć cementu portlandzkiego CEM I 42,5 R, który powinien spełniać wymagania normy [290]. Wskaźnik aktywności pucolanowej popiołów lotnych powinien osiągnąć po 28 dniach wartość  $\geq 75\%$ , natomiast po 90 dniach wartość  $\geq 85\%$ .

Ponieważ badania: wytrzymałościowe, odporności na pękanie i mikrostrukturalne, opisane w Roz. 6 i 7, przeprowadzono po sześciu okresach dojrzewania próbek w przedziale pomiędzy 3. a 365. dniem, wskaźnik aktywności pucolanowej został również wyznaczony w takich samych interwałach czasowych

tn. po: 3, 7, 28, 90, 180 i 365 dniach. W Tab. 5.5. zestawiono średnie wartości wskaźnika aktywności pucolanowej uzyskane we wszystkich okresach czasowych, natomiast na Rys. 5.5. pokazano jak wyglądało tempo jego wzrostu.

**Tab. 5.5. Aktywność pucolanowa popiołów lotnych wg PN-EN 450-1**

Wiek [dni]	Wskaźnik aktywności [%]
3	56,73
7	68,36
28	92,13
90	111,84
180	116,72
365	123,53



**Rys. 5.5. Wskaźnik aktywności pucolanowej w funkcji wieku zapraw**

Linia łącząca punkty na wykresie wskazuje na sukcesywny, nieliniowy przyrost aktywności popiołów pomiędzy 3. a 365. dniem dojrzewania próbek. Po 3 dniach wskaźnik aktywności znajduje się na bardzo niskim poziomie co jest z pewnością spowodowane powolnym wzrostem produktów reakcji po tak krótkim okresie dojrzewania. Wg [205] krzemionkowy popiół lotny po jednym dniu jest jeszcze nieaktywny, a wg [257] w okresie od pierwszego do 3. dnia od wykonania zarobów pojawiają się dopiero pierwsze oznaki reakcji pucolanowej. Na podstawie uzyskanych wartości wskaźnika aktywności można stwierdzić, że początkowe efekty tych reakcji (polegające na wzmocnieniu matrycy) w kompozytach, zawierających dodatek krzemionkowych popiołów lotnych, występują dopiero po 7 dniach. Potwierdzają to również wyniki badań przedstawione w innych pracach, np. [398]. Po tym czasie widoczny jest znaczny wzrost aktywności materiału o ponad 20%. W okresie pomiędzy 7. a 28. dniem następuje już intensywny przyrost wytrzymałości zapraw z dodatkiem popiołów lotnych, a wskaźnik aktywności w porównaniu do wartości tygodniowej rośnie o prawie 35%. Znaczący wzrost badanego parametru uwiadcza się jeszcze pomiędzy 28. a 90. dniem dojrzewania próbek. W dalszym okresie czasowym, pomiędzy 3. a 6. miesiącem, jak również po roku, notuje się nieznaczne kilkuprocentowe wzrosty pucolanowości popiołów. Można zatem

stwierdzić, że podobnie jak w przypadku badań chemicznych metodą florentyńską po 6 miesiącach następuje już stabilizacja zachodzących reakcji. Mimo to obserwuje się ich powolną kontynuację nawet po 365 dniach [398].

W wyniku przeprowadzonych badań można stwierdzić, że aktywność pucolanowa badanego popiołu spełnia wymagania normy [290]. Wskaźnik aktywności wyniósł po 28 dniach: 92,13%, natomiast po 90 dniach: 111,84%, co oznacza że przekracza on znacznie minimalne wartości podane w wymaganiach normy [290].

### **5.3.5. Badanie aktywności pucolanowej metodą wytrzymałościową Fratiniiego**

W metodzie Fratiniiego aktywność pucolanową popiołów analizuje się w sposób przyśpieszony już po 7 dniach. Badanie polega na ocenie różnicy w szybkości twardnienia zaprawy wykonanej z czystego cementu portlandzkiego i zaprawy z cementem modyfikowanym dodatkiem pucolanowym w podwyższonej temperaturze. W metodzie tej wykorzystuje się zjawisko nieznacznego przyrostu wytrzymałości próbek z dodatkiem pucolanym po tygodniu ich dojrzewania w warunkach normowych i gwałtownego jej wzrostu w sytuacji przechowywania beleczek wykonanych z zaprawy w podwyższonej temperaturze, tj. 50°C. Zaobserwowano, że przy takich warunkach wegetacji próbek przyrost wytrzymałości cementu z dodatkami aktywnymi znacznie przewyższa wytrzymałość materiału wykonanego na bazie jedynie cementu portlandzkiego. Co więcej różnice w uzyskiwanych wynikach są bardziej widoczne przy kompozycji składu zaprawy, która będzie zawierała większą ilość materiału pucolanowego. Oszacowano, że w metodzie Fratiniiego optymalna ilość dodatku powinna oscylować pomiędzy 30 a 50%.

Eksperyment polega na przygotowaniu dwóch serii beleczek normowych 4 x 4 x 16 cm. Po upływie 24 godzin beleczki rozformowuje się i umieszcza w wodzie w temperaturze 18°C. Po kolejnych 48 godzinach jedną serię próbek przenosi się do wody o temperaturze 50°C. Po upływie 7 dni od chwili zaformowania beleczek obie ich serie bada się na wytrzymałość na zginanie i ściskanie. Otrzymane pomiędzy seriami próbek różnice wytrzymałości świadczą o aktywności pucolanowej dodatków [319].

W badaniach własnych aktywność pucolanową metodą Fratiniiego przeprowadzono dla dwóch rodzajów zapraw zawierających dodatek 30 i 50% popiołów. Zgodnie z zaleceniami metody dla każdej zaprawy przygotowano po dwie serie beleczek. Próbki serii I (SI-30, SI-50; wartość liczbową oznacza ilość zastosowanego dodatku) były przechowywane przez 7 dni do czasu badań w warunkach normowych, natomiast beleczki serii II (SII-30, SII-50; oznaczenia liczbowe jak dla próbek SI) od 4. do 7. dnia w podwyższonej temperaturze. W celu zapewnienia próbkom SII przez okres 4 dni stałej temperatury umieszczono je początkowo w metalowym naczyniu z wodą i postawiono na płycie grzejnej.

W chwili gdy temperatura w naczyniu osiągnęła wartość 50°C przeniesiono je do suszarki i tam utrzymywano stałą wartość temperatury aż do momentu badań wytrzymałościowych. Aby uniknąć wyparowania wody z naczynia z próbkami, zamknięto je szczelnie przykrywką. Ponadto przez okres dojrzewania próbek SII stale kontrolowano poziom wody w naczyniu i zgodność temperatury wody z temperaturą, którą wskazywał termometr suszarki.

Zadaniem metody wytrzymałościowej Fratiniego była ocena wpływu warunków dojrzewania próbek, z dodatkiem popiołów lotnych, na poziom ich pucolanowości. Wyniki uzyskane w badaniach wskaźnika aktywności podano w Tab. 5.6. Podobnie jak to miało miejsce w metodzie normowej również w wynikach badań metodą Fratiniego widać wyraźnie, że aktywność popiołów po 7 dniach dojrzewania zapraw w temperaturze pokojowej znajduje się na niskim poziomie, a wartość wskaźnika maleje wraz ze wzrostem ilości dodatku. Zwiększenie zawartości popiołów z 30 do 50% spowodowało spadek aktywności pucolanowej o ponad 50%. Wynik uzyskany dla próbek serii SI-30 jest częściowo zbliżony z wartością wskaźnika aktywności oszacowanego po 7 dniach wg PN-EN 450-1 [290]. W przypadku metody normowej bada się aktywność zapraw z dodatkiem 25% popiołów. Wynik w tym przypadku różnił się w porównaniu do wartości uzyskanej dla zaprawy z 30% dodatkiem pucolanowy w metodzie Fratiniego jedynie o 6%. Na podstawie pomiarów wytrzymałościowych zapraw uzyskanych dwoma metodami fizycznymi tzn. normową i Fratiniego można stwierdzić, że każde zwiększenie ilości dodatku krzemionkowych popiołów lotnych powyżej 25% będzie powodowało znaczący spadek wskaźnika aktywności pucolanowej.

**Tab. 5.6. Aktywność pucolanowa popiołów lotnych wg metody wytrzymałościowej Fratiniego**

Rodzaj próbek	Wskaźnik aktywności [%]
SI-30	62,28
SI-50	30,12
SII-30	125,33
SII-50	93,54

W badaniach aktywności popiołów metodą Fratiniego zaobserwowano korzystny wpływ zmiany warunków dojrzewania próbek na uzyskiwane wyniki. W tym przypadku zarówno próbki z 30% jak i 50% dodatkiem popiołów wykazują zdecydowany przyrost wskaźnika aktywności w przypadku podwyższenia temperatury w jakiej dojrzewały belecзки z 18°C do 50°C. Zgodnie z założeniami metody Fratiniego większy poziom wzrostu wskaźnika o ponad 210% zanotowano w przypadku serii z 50% dodatkiem popiołów. Dla zapraw z mniejszą ilością dodatku poziom aktywności wzrósł niewiele ponad 100%.

Ponieważ wyniki uzyskane w metodzie Fratiniiego są mocno zbieżne z wartościami wskaźnika aktywności określanego w sposób normowy [290] po 7 dniach, można uznać tą metodę fizyczną za idealne rozwiązanie w przypadku konieczności oszacowania aktywności materiałów pucolanowych w krótkim okresie czasowym.

### 5.3.6. Oznaczenie aktywności popiołów na podstawie wskaźnika potencjału pucolanowego

Oprócz procentowej ilości reaktywnych tlenków krzemionki, glinu i żelaza o wysokiej aktywności popiołów decyduje również zawartość w ich składzie alkaliów. Główną rolę odgrywa w tym względzie tlenek potasu  $K_2O$ . Korzystny wpływ tego związku w popiołach lotnych potwierdziły badania autorów pracy [152]. Na podstawie licznych testów przeprowadzonych na dużej grupie popiołów angielskich uznali oni, że o reaktywności tych dodatków decyduje m.in. wzajemna proporcja tlenków  $K_2O/Al_2O_3$ , która przy występowaniu określonych wartości umożliwia wiązanie przez popiół jonów wapnia. Autorzy [152] wprowadzili tzw. wskaźnik potencjału pucolanowego, który dzieli popioły na 3 klasy i wyraża się stosunkiem  $(K_2O/Al_2O_3) \cdot 10$ . Zaproponowany wskaźnik może stanowić dobrą wskazówkę przy kompozycji składu spoiwa do produkcji betonów, w których planowane jest zastąpienie części cementu dodatkiem popiołów lotnych. Na podstawie pracy [152] w Tab. 5.7. zestawiono klasyfikację popiołów wg wartości wskaźnika potencjału pucolanowego.

Tab. 5.7. Klasyfikacja popiołów lotnych wg wskaźnika potencjału pucolanowego [152]

Klasa popiołu	Poziom reaktywności	Wartość wskaźnika
Klasa 1	Duża reaktywność	$(K_2O/Al_2O_3) \cdot 10 \geq 1,0$
Klasa 2	Średnia reaktywność	$0,5 < (K_2O/Al_2O_3) \cdot 10 < 1,0$
Klasa 3	Słaba reaktywność	$(K_2O/Al_2O_3) \cdot 10 < 0,5$

Na podstawie informacji dotyczących składu chemicznego popiołów podanych w Tab. 5.1. stwierdzono, że zawartość procentowa tlenków potrzebnych do ustalenia wskaźnika potencjału pucolanowego wynosi:  $K_2O = 2,65\%$ ,  $Al_2O_3 = 25,88\%$ . Po przeliczeniu 10-krotnego ilorazu proporcji  $K_2O/Al_2O_3$  ustalono, że wartość wskaźnika wynosi 1,02. Otrzymany wynik przekraczający 1,0 wg Tab. 5.7. świadczy o wysokiej reaktywności popiołu, który można wg [152] zaliczyć do klasy 1.

### 5.3.7. Podsumowanie i wnioski z badań aktywności pucolanowej

Badania aktywności pucolanowej popiołów lotnych pozwalają ocenić wartość użytkową materiału, a tym samym możliwość jego zastosowania w przemy-

śle cementowym. Wg zapisów polskiej normy [290] o jakości popiołów świadczą wyniki uzyskane w metodzie fizycznej, na podstawie której określa się wskaźnik aktywności pucolanowej jako stosunek wytrzymałości zaprawy wykonanej na bazie czystego cementu portlandzkiego do wytrzymałości zaprawy zawierającej 25% mas. popiołu. Wymagane jest aby pucolanowość materiału określić po 28 i 90 dniach. Termin 90-dniowy związany jest z wolnym reagowaniem aktywnych składników popiołu z wodorotlenkiem wapnia a tym samym wolniejszym przyroście wytrzymałości kompozytów popiołowych.

Zgodnie z ogólnie przyjętymi założeniami badania aktywności pucolanowej przeprowadzono kilkoma wzajemnie uzupełniającymi się metodami. Oceny dokonano korzystając zarówno z metod chemicznych jak i fizycznych. W badaniach opierano się na wytycznych dotyczących pomiarów pucolanowości podanych w normach [14, 290], oraz przedstawionych w literaturze [152, 319, 352].

W przypadku określania aktywności pucolanowej popiołów metodami chemicznymi wyznaczano ilość wyługowanych składników aktywnych, którymi były: krzemionka oraz tlenki glinu i żelaza. Wyniki uzyskane na podstawie wytycznych normy [14] były zbieżne z wysoką aktywnością popiołów, którą zaobserwowano w badaniu metodą florentyńską. Dzięki analizom ilości wyługowanych tlenków, w różnych okresach czasowych, możliwe było określenie pucolanowości popiołów zarówno po tygodniu jak i po pół roku. Stwierdzono, że już po 7 dniach następuje częściowy przyrost aktywnych związków w badanych próbkach co może świadczyć o rozpoczęciu – właśnie w tym okresie – reakcji pucolanowej. Potwierdzają to również wyniki wytrzymałościowe uzyskane po 7 dniach zarówno w metodzie normowej [290] jak i wytrzymałościowej Fratiniego. Dzięki zastosowaniu w badaniach różnych metod chemicznych i fizycznych możliwe było również ustalenie aktywności popiołów w dłuższych okresach czasowych. Przyrost tlenków aktywnych w metodzie florentyńskiej wskazuje na przyspieszenie reaktywności materiału pomiędzy 7. a 28. dniem, natomiast wg normowej metody fizycznej procesy te są jeszcze wyraźnie zauważalne po 90 dniach. W wyniku późniejszych badań aktywności popiołów, tzn. po pół roku i po roku, zarówno wartości uzyskane w metodzie chemicznej (po 26 tygodniach), jak i fizycznej (po 180 i 365 dniach) wskazują na stabilizację i stopniowe „wyciszenie” reaktywności badanego materiału. Należy jednak zwrócić uwagę że nadal są one zauważalne, jednak na zdecydowanie niższym poziomie. Oprócz wykonanych eksperymentów doświadczalnych analizę aktywności popiołów przeprowadzono dodatkowo w oparciu o wartość wskaźnika potencjału pucolanowego [152]. Parametr ten związany jest bezpośrednio ze składem chemicznym popiołów i określa procentowe proporcje tlenku potasu do tlenku glinu. Na tej podstawie uznano, że badany popiół lotny zaliczany jest do klasy 1. czyli materiału o wysokiej reaktywności.

Biorąc pod uwagę wyniki aktywności pucolanowej popiołów uzyskane ze wszystkich metod pomiarowych, oraz oceny ich reaktywności na podstawie wskaźnika potencjału pucolanowego można stwierdzić że:

- aktywność pucolanowa popiołów lotnych ulega ciągłemu nieliniowemu wzrostowi pomiędzy 3. a 365. dniem,
- z uwagi na uzyskane wartości wskaźników aktywności po 28 i 90 dniach popioły lotne spełniają wymagania dotyczące aktywności pucolanowej wg PN-EN 450-1 [290],
- popioły lotne charakteryzują się wysoką zawartością tlenków aktywnych wchodzących w reakcję z wodorotlenkiem wapnia,
- początek reakcji pucolanowej w kompozytach z tymi dodatkami występuje pomiędzy 1. a 3. dniem, a pierwsze korzystne oznaki tej reakcji po tygodniu,
- popioły lotne wykazują bardzo wysoką aktywność pucolanową pomiędzy 7. a 28. dniem i wysoką pomiędzy 28. a 90. dniem,
- po 90 dniach aktywność popiołu lotnego ulega stabilizacji,
- wzrost zawartości popiołów lotnych w kompozycie powyżej 25% powoduje spadek jego aktywności,
- aktywność popiołów lotnych rośnie wraz ze wzrostem temperatury dojrzewania zapraw,
- z uwagi na skład chemiczny – popioły lotne można zaliczyć do grupy dodatków o wysokiej reaktywności.

## **5.4. Ocena promieniotwórczości naturalnej popiołów lotnych i betonów z ich dodatkiem**

### **5.4.1. Istota problemu**

Nieodłącznym elementem życia na Ziemi jest promieniowanie jonizujące, którego źródłami są: promieniowanie kosmiczne, oraz niektóre pierwiastki występujące w skorupie ziemskiej, skałach, glebie wodzie, powietrzu, organizmach żywych i pożywieniu. Materiały budowlane pochodzenia mineralnego zawierają naturalne pierwiastki promieniotwórcze, których obecność wpływa na moc dawki promieniowania otrzymywanej przez człowieka. Istotne znaczenie ze względu na poziom naturalnego tła promieniowania w środowisku mieszkalnym mają potas  $^{40}\text{K}$ , uran  $^{238}\text{U}$  i izotopy szeregu uranowego: rad  $^{226}\text{Ra}$  i radon  $^{222}\text{Rn}$ , a także tor  $^{232}\text{Th}$  wraz z izotopami, m.in.  $^{228}\text{Th}$ . Rozpad izotopów jest źródłem cząstek promieniowania, które powodują zmiany chemiczne i biologiczne w komórkach i tkankach organizmów żywych. Dla ludzi największe znaczenie mają 2 składowe promieniowania jonizującego: gamma działające na ciało człowieka i alfa działające na układ oddechowy [396]. Zwiększone dawki promieniowania są szkodliwe dla zdrowia i życia ludzi, dlatego istotne znaczenie mają kontrola i ochrona



radiologiczna. Zawartość naturalnych radionuklidów: potasu  $^{40}\text{K}$ , radu  $^{226}\text{Ra}$  oraz toru  $^{228}\text{Th}$ , jaka może się znajdować w surowcach oraz materiałach stosowanych w budynkach przeznaczonych na pobyt ludzi i inwentarza żywego, podlega ograniczeniom prawnym zawartym w rozporządzeniu Rady Ministrów z dnia 2. stycznia 2007 r. [320] i obowiązkowej kontroli promieniotwórczości naturalnej.

W Roz. 2.3.3. przedstawiono możliwości zastosowania popiołów lotnych w różnych obszarach przemysłu. Ustalono, że obecnie głównym odbiorcą tych odpadów jest branża budowlana, która z każdym rokiem na coraz większą skalę stosuje popiół lotny jako suplement spoiw w produkcji kompozytów betonowych. Znaczące wykorzystanie popiołów w przemyśle budowlanym, wpisujące się w strategię zrównoważonego rozwoju, każe jednak stawiać pytanie czy ten uboczny produkt spalania jest również surowcem bezpiecznym dla ludzi przebywających w budynkach, do których zbudowania użyto materiały wykonane z tym dodatkiem. W licznych publikacjach, np. [262] zaobserwowano bowiem dużą ilość pierwiastków promieniotwórczych, głównie uranu i toru występujących w węglach kamiennych oraz produktach jego spalania. Trzeba bowiem mieć świadomość, że popiół lotny jako materiał odpadowy, a jednocześnie surowiec budowlany pochodzenia mineralnego zawiera naturalne pierwiastki promieniotwórcze, których obecność wpływa na moc dawki promieniowania otrzymywaną przez człowieka. Zazwyczaj poziom radioaktywności popiołów jest wyższy niż węgla, ponieważ w trakcie spalania węgiel ulega utlenieniu do postaci gazowej. Izotopy promieniotwórcze oraz zanieczyszczenia pozostają w produktach spalania w postaci stałej, dlatego odpady charakteryzują się podwyższoną w stosunku do materiału wyjściowego zawartością naturalnych izotopów promieniotwórczych. Na podstawie pracy [150] w Tab. 5.8. zestawiono średnie stężenia pierwiastków promieniotwórczych występujących w pyłach pochodzących ze spalania węgla kamiennego.

**Tab. 5.8. Średnie stężenia radionuklidów naturalnych występujących w pyłach emitowanych podczas spalania węgla kamiennego [150]**

Radionuklid	$^{40}\text{K}$	$^{238}\text{U}$	$^{226}\text{Ra}$	$^{210}\text{Pb}$	$^{210}\text{Po}$	$^{232}\text{Th}$	$^{228}\text{Th}$	$^{228}\text{Ra}$
Stężenie [Bq/kg]	256	200	240	930	1700	70	110	130

Przebywanie w otoczeniu materiałów, które w sposób ciągły emanują szkodliwym promieniowaniem może po dłuższym czasie być przyczyną wielu chorób, a nawet zgonów. Promieniowanie, po wnikięciu w materię, wywołuje różne efekty fizyczne, z których głównym jest jonizacja atomów i molekuł [396]. Jej następstwem, w przypadku organizmów żywych, są niekorzystne procesy biologiczne i chemiczne. Jonizacja i pobudzenie atomów żywej materii wywołują szereg następujących po sobie stadiów rozwojowych. W skrajnych przypadkach, przy narażeniu organizmu żywego na dużą dawkę promieniowania może

dochodzić do zmian biologicznych, obumierania komórek i zmian genetycznych, których skutki mogą objawić się po dość długim okresie czasu, a nawet w następnych pokoleniach. Niekorzystny wpływ na ludzi przebywających w obszarach o zwiększonej dawce promieniowania, głównie radonu przedstawiono w [209]. W pracy tej opublikowano wyniki badań przeprowadzonych na grupie 1,2 mln górników pracujących przy wydobywaniu uranu i innych rud. Wśród badanych osób miało miejsce 2701 zgonów na raka płuc. Zaobserwowano również, że większe ryzyko zachorowania jest ponoszone głównie przez górników, którzy są narażeni na oddziaływanie niższych dawek promieniowania przez długi okres czasu, niż w przypadku otrzymywania większej dawki promieniowania w krótkim czasie. Efekt ten spowodowany jest prawdopodobnie skutkiem wielokrotnego kontaktu komórki organizmu ludzkiego z cząstkami promieniowania alfa.

Mając świadomość związaną z niekorzystnym oddziaływaniem pierwiastków promieniotwórczych zawartych w popiołach lotnych, należy przed podjęciem decyzji o dopuszczeniu ich do stosowania przeprowadzić badania oceniające czy dany odpad może być wykorzystany w przemyśle. Ponadto należałoby sprawdzić czy materiał budowlany wykonany z dodatkiem popiołów spełnia również wymagania w zakresie ograniczenia promieniotwórczości naturalnej. W Polsce [397] i na świecie [250] od wielu lat są prowadzone badania oceniające możliwość wykorzystania betonów komórkowych wykonanych na bazie popiołów lotnych. Wykazały one, że materiały te z punktu widzenia radiologicznego są bezpieczne i nie stanowią żadnego zagrożenia dla osób przebywających w budynkach wykonanych z tych elementów konstrukcyjnych. Podobne wnioski uzyskano w odniesieniu do kruszyw w postaci mikrosfer popiołowych [76] i materiałów ceramicznych [390] wykonanych na bazie popiołów nawet z 70% i więcej ich dodatkiem. Na podstawie badań przedstawionych w pracy [390] wykazano, że poziom radioaktywności popiołów lotnych występujących w węglach z Górnośląskiego Zagłębia Węglowego występuje na poziomie dopuszczalnym i materiał ten może być bez obaw stosowany do produkcji ceramicznych materiałów budowlanych.

Poza informacjami dotyczącymi badań nad wpływem dodatku popiołów lotnych na poziom radioaktywności w betonach komórkowych i materiałach ceramicznych w literaturze polskiej mało jest prac dotyczących analiz wielkości promieniowania radioaktywnego występującego w betonach cementowych wykonanych z dodatkiem popiołów. Więcej informacji na ten temat można znaleźć w czasopismach anglojęzycznych. Np. w pracy [362] opisano badania dopuszczalnego poziomu promieniotwórczości betonów wykonanych z dodatkiem 10, 20 i 30 % popiołów lotnych pochodzących z 11 różnych tureckich elektrowni węglowych. Wyniki tych eksperymentów wykazały, że poza jednym betonem z 30% dodatkiem popiołów wskaźniki promieniotwórczości wszystkich pozostałych zawierały się w dopuszczalnych granicach. Interesujące wyniki badań przedstawiono w pracy [186] gdzie oceniano koncentrację pierwiastków promieniotwórczych w betonach z dodatkiem popiołów lotnych, oraz współczynnik

rozchodzenia się radonu w powietrzu czyli emanację radonu. W wyniku badań ustalono, że wartość analizowanego współczynnika była wyższa w przypadku betonu wykonanego na bazie czystego cementu portlandzkiego w porównaniu z betonem, który zawierał w swoim składzie popioły.

W przypadku badań dotyczących oceny poziomu radioaktywności betonów wykonanych z dodatkiem odpadów przemysłowych pochodzących z polskich elektrowni w literaturze napotkano tylko na dwie publikacje, w których przedstawiono wyniki takich eksperymentów, przy czym w jednej z prac podano rezultaty z badań radioaktywności i eshalacji radonu w betonach cementowych wykonanych z dodatkiem żużli. W [104] zaprezentowano natomiast wyniki badań poziomu radioaktywności betonów wykonanych na bazie 3 rodzajów cementów: portlandzkiego CEM I, popiołowego CEM II/B-V i hutniczego CEM III/A o stałej ilości spoiwa równej  $350 \text{ kg/m}^3$ . Ponieważ analizowane betony zawierały cementy normowe dostarczone bezpośrednio z cementowni we wszystkich przypadkach wskaźniki radioaktywności zawierały się w dopuszczalnych granicach. Często jednak dodatek popiołów lotnych stosuje się w różnych ilościach jako substytut części cementu już bezpośrednio w procesie wytwarzania mieszanki [362]. Możliwe jest wtedy, że poziom promieniotwórczości takiego betonu, przy większej ilości dodatku, może okazać się dosyć wysoki [362] i w związku z tym należałoby przeprowadzać badania takich kompozytów oceniające ich stopień radioaktywności.

#### **5.4.2. Promieniotwórczość naturalna i ograniczenia prawne z nią związane**

Z punktu widzenia oceny narażenia na promieniowanie naturalne, należy zwrócić szczególną uwagę na rad i radon [209]. Obydwa te pierwiastki związane są z promieniotwórczością węgla i produktów jego spalania. Radon i jego pochodne obecne są: w procesach związanych z energetyką opartą na węglu (wydobycie, wody kopalniane, pyły przedostające się do atmosfery w procesie spalania), popiołach i materiałach budowlanych z dodatkiem popiołów. Izotopy radu:  $^{223}\text{Ra}$ ,  $^{224}\text{Ra}$ ,  $^{226}\text{Ra}$  i  $^{228}\text{Ra}$  należą do szeregów promieniotwórczych  $^{235}\text{U}$  oraz  $^{238}\text{U}$ . Najbardziej stabilny i najczęściej spotykany w biosferze jest izotop  $^{226}\text{Ra}$ . Jak niekorzystny wpływ może mieć radon na środowisko naturalne i zdrowie człowieka opisano w pracy [209].

W 1980 r. Ministerstwo Zdrowia i Opieki Społecznej oraz Ministerstwo Budownictwa i Materiałów Budowlanych wprowadziły system kontroli materiałów i surowców budowlanych stosowanych w budownictwie [397]. System ten opracowany został przez Instytut Techniki Budowlanej we współpracy z Centralnym Laboratorium Ochrony Radiologicznej – CLOR.

Obecnie ograniczeniom prawnym podlega zawartość naturalnych izotopów promieniotwórczych potasu  $^{40}\text{K}$ , radu  $^{226}\text{Ra}$  oraz toru  $^{228}\text{Th}$ , jaka może się znajdować w surowcach oraz materiałach stosowanych w budynkach przeznaczono-

nych na pobyt ludzi, inwentarza żywego, oraz w odpadach przemysłowych. Ilość izotopów ustala się na podstawie wartości wskaźników aktywności  $f_1$  i  $f_2$  [47].

Wskaźnik  $f_1$  uwzględnia zawartość naturalnych izotopów promieniotwórczych, a jego wartość informuje o narażeniu organizmu na promieniowanie gamma emitowane przez radionuklidy naturalne:  $^{40}\text{K}$ ,  $^{226}\text{Ra}$  oraz  $^{228}\text{Th}$ . Wskaźnik  $f_2$  podaje natomiast informację o zawartości radu, który jest izotopem macierzystym radonu, dlatego wartość tego wskaźnika określa stopień narażenia na promieniowanie alfa radonu. Wartości wskaźników dane są poniższymi wzorami:

$$f_1 = \frac{S_K}{3000\text{Bq/kg}} + \frac{S_{\text{Ra}}}{300\text{Bq/kg}} + \frac{S_{\text{Th}}}{200\text{Bq/kg}}, \quad (5.3)$$

$$f_2 = S_{\text{Ra}}, \quad (5.4)$$

gdzie:  $S_K$ ,  $S_{\text{Ra}}$ ,  $S_{\text{Th}}$  – stężenia promieniotwórcze izotopów potasu, radu, toru w Bq/kg.

Dla surowców i materiałów budowlanych wskaźniki  $f_1$  i  $f_2$  wynoszą odpowiednio 1 i 200 Bq/kg i nie mogą przekraczać o więcej niż o 20% tych wartości. Oznacza to, że graniczne stężenia radionuklidów wynoszą  $f_1=1,2$ , oraz  $f_2=240$  Bq/kg.

W Polsce oprócz ograniczeń dotyczących stężenia pierwiastków promieniotwórczych w materiałach, rozporządzenie Rady Ministrów [319] ogranicza również poziom tzw. dawki pochłoniętej promieniowania. Dawkę pochłoniętą wyrażaną w jednostce: grej (1 Gy=1 J/kg) definiuje się jako energię promieniowania jonizującego pochłoniętą przez jednostkową masę napromieniowanej materii [47]. Rozporządzenie [319] nakazuje ograniczenie mocy dawki promieniowania, czyli dawki pochłoniętej w jednostce czasu, na wysokości 1 m nad powierzchnią terenu, drogi lub obiektu w przypadku stosowania odpadów przemysłowych do niwelacji terenu, budowy dróg, obiektów sportowych i rekreacyjnych. W sytuacji przekroczenia wartości 0,3 mikrogreja na godzinę (300 nGy/h) wymagane może być położenie na górze takiej strefy dodatkowej warstwy innego materiału.

#### **5.4.3. Badania własne promieniotwórczości naturalnej krzemionkowych popiołów lotnych**

Celem badań była ocena poziomu promieniotwórczości naturalnej w krzemionkowych popiołach lotnych, oraz betonach wykonanych z ich dodatkiem w ilości 20 i 30% masowo, por. Roz. 4.1. Na podstawie uzyskanych wyników starano się ustalić przydatność badanego popiołu jako bezpiecznego składnika betonu z punktu widzenia ochrony radiologicznej [118].

Badania przeprowadzono zgodnie z instrukcją ITB 455/2010 [47]. Biorąc pod uwagę wszystkie wymagania zawarte w rozporządzeniu [320] dotyczące ograniczenia stężenia izotopów promieniotwórczych w materiałach i ograniczenia w ilości dopuszczalnej dawki pochłoniętej, w badaniach własnych oceniano:

- stężenie pierwiastków promieniotwórczych potasu, radu i toru,
- wskaźniki radioaktywności  $f_1$  i  $f_2$ ,
- moc dawki promieniowania.

W badaniach wykorzystano miernik promieniotwórczości naturalnej typu MAZAR-01. Analizator ten spełnia wymagania rozporządzenia [320] i jest przeznaczony do badania materiałów budowlanych, skał, gleby oraz odpadów przemysłowych. Na Rys. 5.6. pokazano stanowisko badawcze składające się z części pomiarowej oraz części odczytowej. Część pomiarowa znajduje się w ołowianym domku osłonowym (2), który zawiera: sondę scyntylacyjną typu SSU-70-2 z kryształem NaJ/Tl, przedwzmacniaczem i zasilaczem wysokiego napięcia, oraz kalibracyjne źródło izotopowe Cs 137 wykorzystywane do stabilizacji toru pomiarowego. W części odczytowej znajduje się sterownik mikroprocesorowy wraz z klawiaturą i wyświetlaczem (1). Analizator jest przystosowany do współpracy z komputerem PC (4), dzięki czemu możliwa jest wizualizacja widma spektrometrycznego i zapis wyników pomiarów na dysku twardym. Analizator współpracuje również z drukarką (5), co umożliwia wydruk raportów po wykonaniu analiz.



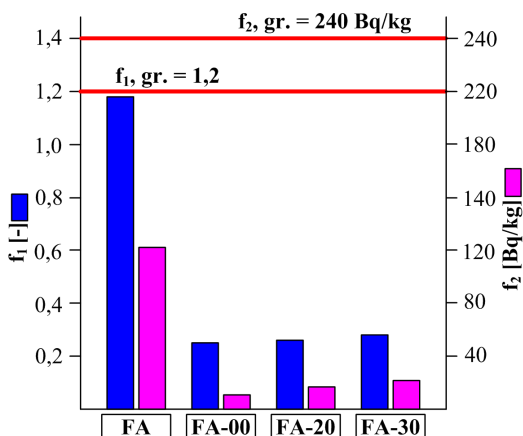
**Rys. 5.6. Widok stanowiska badawczego; 1 – sterownik mikroprocesorowy, 2 – domek osłonowy, 3 – pojemniki z próbkami, 4 – komputer, 5 – drukarka**

Badania promieniotwórczości rozpoczęto od kalibracji analizatora, gdyż instrukcja ITB [47] zaleca wykonywanie okresowej kalibracji przynajmniej raz w roku, oraz pomiarów kontrolnych z użyciem wzorców raz w miesiącu i po 24 godzinach od ustalenia nowych warunków (np. zmiany temperatury w laboratorium). W dalszej kolejności przygotowano próbki. Proszek do badań promieniotwórczości betonów uzyskano z kostek, na których zostały uprzednio wykonane badania wytrzymałości na ściskanie omówione w Roz. 6.1. W tym celu zniszczono kostki i rozdrobniono materiał za pomocą kruszarki szczękowej. Pokruszony materiał przesiewano przez sito laboratoryjne oddzielając frakcje o wymiarze ziaren mniejszych od 2 mm, a pozostałą część wsypywano do kruszarki do momentu rozdrobnienia całej próbki. Uzyskany w ten sposób materiał oraz próbki popiołów lotnych suszono do stałej masy w temperaturze 105°C i pozostawiano w warunkach laboratoryjnych do wystygnięcia i osiągnięcia stanu powietrzno-suchego. Po ostudzeniu materiał przesypywano do naczyń pomiarowych typu Marinelli o objętości 1700 cm<sup>3</sup>, które pokazano na Rys. 5.6. (3). W celu późniejszego ustalenia masy poszczególnych próbek umieszczonych w naczyniach, naczynia były wcześniej umyte, wysuszone i zważone wraz z przykrywką z dokładnością do 1g. Materiał w każdym naczyniu zagęszczano poprzez lekkie ubijanie, tak aby zajmował objętość pojemnika do poziomu około 5 mm poniżej górnej krawędzi. Później naczynia zamykano, oczyszczano, zabezpieczano brzegi taśmą samoprzylepną i oznaczano. Każdy z pojemników ważono i obliczono masę materiału próbki. Po zakończeniu przygotowań naczynia pomiarowe leżały w odległości większej niż 2 m od domku pomiarowego, Rys. 5.6. (2) przez okres dłuższy niż 5 dni. Przed rozpoczęciem badań wykonywano kalkulację tła dla próbek na aluminiowym wzorcu masy. Następnie próbki umieszczano w komorze pomiarowej domku osłonowego i kolejno badano. W trakcie eksperymentów sonda scyntylicyjna zamieniała energię fotonów powstałych w procesie rozpadu pierwiastków promieniotwórczych na amplitudy impulsów, które następnie były selekcjonowane i przypisywane do odpowiednich okien pomiarowych. Pomiar polegał na analizie porównawczej liczby impulsów, które były uzyskane w oknach pomiarowych, oddzielnie dla próbki badanego materiału i dla trzech wzorców pomiarowych: potasowego, radowego i torowego. Widmo pomiarowe zbierane było w zadanym czasie 2000 s. Metoda uwzględniała masę próbki, a dokładnie jej wpływ na ilość impulsów tła i autoabsorpcję promieniowania, a także złożoność widma energii fotonów naturalnych rodzin promieniotwórczych. Po zebraniu widma pomiarowego miernik analizował ilość impulsów zarejestrowanych w oknach potasowym, radowym, torowym, które były podstawą do obliczenia przez program stężeń potasu, radu i toru oraz współczynników kwalifikacyjnych  $f_1$  i  $f_2$ .

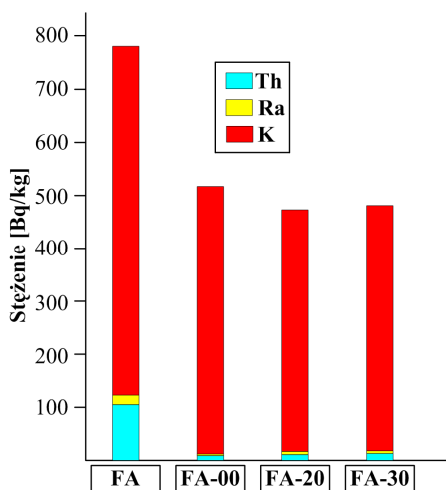
W Tab. 5.9. zestawiono średnie wyniki badań promieniotwórczości naturalnej krzemionkowych popiołów lotnych i betonów wykonanych z ich dodatkiem. Na podstawie badań stwierdzono, że popioły cechuje kilkakrotnie wyższy poziom promieniotwórczości w porównaniu z wynikami uzyskanymi dla betonów. Można to dokładnie zaobserwować na Rys. 5.7. i 5.8., na których zestawiono wskaźniki radioaktywności (Rys. 5.7.) i stężenia izotopów promieniotwórczych (Rys. 5.8) dla wszystkich analizowanych materiałów. Dodatkowo na Rys. 5.7.znaczono graniczne wartości wskaźników  $f_1$  i  $f_2$ .

**Tab. 5.9. Wyniki badań promieniotwórczości naturalnej**

Materiał	Stężenie pierwiastków [Bq/kg]			$f_1$ [-]	$f_2$ [Bq/kg]	Moc dawki [nGy/h]
	potasu	radu	toru			
FA	778,26	125,98	103,91	1,18	122,59	156,94
FA-00	516,30	11,02	9,31	0,25	11,02	33,34
FA-20	472,97	16,62	10,29	0,26	16,62	34,54
FA-30	471,12	16,90	13,35	0,28	16,90	36,61



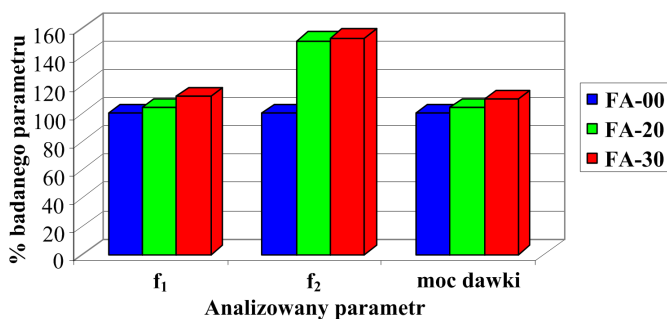
**Rys. 5.7. Wskaźniki radioaktywności  $f_1$  i  $f_2$  badanych materiałów**



**Rys. 5.8. Poziom stężenia radionuklidów w badanych materiałach**

Z 6 przebadanych próbek popiołów wartości wskaźnika aktywności  $f_1$  zawierały się w zakresie od 1,17 do 1,20 i nie przekroczyły o więcej niż o 20% wartości dopuszczalnej rozporządzeniem [320] dla surowców przeznaczonych do zastosowania w budynkach przeznaczonych na pobyt ludzi i inwentarza żywego. Ich średni wynik wyniósł 1,18 co oznacza, że był bliski wartości granicznej. Poziom wskaźnika  $f_2$  wahał się w zakresie od 113,08 Bq/kg do 125,98 Bq/kg. Jego wartość średnia wyniosła 122,59 Bq/kg, co świadczy, że również w tym przypadku uzyskany wynik znajdował się w dopuszczalnych granicach. Wyznaczona moc dawki promieniowania oscylowała w granicach od 154,58 nGy/h do 158,24 nGy/h, a jej wartość średnia była równa 156,94 nGy/h. W przypadku wszystkich przebadanych próbek zaobserwowano wysokie stężenie potasu w porównaniu z kilkakrotnie niższymi stężeniami radu i toru (Rys. 5.8.), co wykazano również w pracy [186]. Na wartość wskaźnika  $f_1$  decydujący wpływ mają jednak stężenia radu i toru, dzięki czemu w żadnym z analizowanych materiałów nie została przekroczona dopuszczalna wartość  $f_1$ . Można stwierdzić, że wyniki eksperymentów uzyskane w badaniach własnych są zbliżone do wartości podanych w pracy [104]. Na Rys. 5.9. przedstawiono zmiany procentowe poszczególnych wskaźników w zależności od ilości zastosowanego dodatku. Za 100% przyjęto wartości parametrów uzyskane w badaniach promieniotwórczości dla betonu referencyjnego.





**Rys. 5.9.** Względne zmiany parametrów radioaktywności w analizowanych betonach

Z analizy Tab. 5.9. i Rys. 5.9. wynika, że wskaźnik aktywności  $f_1$  dla badanych betonów zmieniał się w zakresie od 0,25 dla FA-00 do 0,28 dla FA-30. Zaobserwowano zatem nieznaczne wzrosty wartości tego parametru w przypadku betonów modyfikowanych, które wyniosły: 4% dla betonu z 20% dodatkiem popiołów i 12% w przypadku betonu FA-30. Podobna niska tendencja wzrostowa wystąpiła w przypadku analizy mocy dawki promieniowania, która zmieniała się od 33,34 nGy/h dla betonu wykonanego na czystym CEM I do 36,61 nGy/h dla kompozytu z 30% ilością dodatku popiołów. Największy wzrost tego parametru w przypadku betonu FA-30 wyniósł tylko 10% w porównaniu do betonu referencyjnego. Najbardziej znaczący wpływ na zmianę promieniotwórczości betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych zaobserwowano przy analizie wskaźnika  $f_2$ , którego wartości znalazły się w przedziale od 11,02 Bq/kg do 16,90 Bq/kg. W tym przypadku wzrosty tego parametru dla betonów z popiołami były bardzo wyraźne i wyniosły odpowiednio 51% dla FA-20 i 53% dla FA-30. Mimo to nadal znajdowały się wyraźnie poniżej wartości dopuszczalnej podanej w rozporządzeniu [320] i poradniku [47].

#### 5.4.4. Podsumowanie i wnioski z badań promieniotwórczości naturalnej

Krzemionkowe popioły lotne, będące wynikiem spalania węgla kamiennych, zawierają w swoim składzie dużą ilość różnych pierwiastków promieniotwórczych, Tab. 5.8. Bezpieczne wykorzystanie takich materiałów jako surowców budowlanych wymaga wg zaleceń prawnych i zdrowotnych sprawdzenia ich przydatności pod kątem ochrony radiologicznej. Należy przy tym zwrócić uwagę, że ocenie powinien podlegać zarówno sam odpad paleniskowy jak i betony wykonane na bazie tych materiałów.

Na podstawie oceny wyników badań promieniotwórczości naturalnej popiołów lotnych i betonów wykonanych na bazie spoiw cementowo-popiołowych wykazano, że krzemionkowe popioły lotne stosowane jako dodatek do betonów w ilości do 30% masy cementu nie wpływają znacząco na wzrost wskaźników radioaktywności w tych materiałach. Mimo, iż promieniotwórczość samego

popiołu występuje na poziomie, który jest bliski wartościom dopuszczalnym to wskaźniki dla kompozytów wykonanych z jego dodatkiem znajdują się na bardzo niskim poziomie radioaktywności. Stąd materiały te nie stanowią zagrożenia radiologicznego i mogą być bez żadnych obaw stosowane w budownictwie [118]. Nieznaczny wpływ popiołów lotnych na wzrost promieniowania różnych materiałów wykonanych z jego dodatkiem jest potwierdzeniem wyników opisanych we wcześniejszych publikacjach [76, 104, 186, 250, 362, 390, 397]. Przedstawione w pracy wyniki eksperymentów dowodzą, że w przypadku badanych popiołów zostały spełnione kryteria dotyczące odpadów przemysłowych, które mogłyby być użyte w wykonawstwie budynków przeznaczonych na pobyt ludzi i inwentarza żywego i w związku z tym można postawić przeczącą odpowiedź na pytanie, które zadał autor w tytule pracy [186], a mianowicie: „Czy wykorzystanie popiołów lotnych z węgla w konstrukcjach betonowych stanowi zagrożenie promieniowaniem?”

Na podstawie przeprowadzonych badań można wyprowadzić następujące wnioski:

- krzemionkowe popioły lotne charakteryzują się wysokim poziomem promieniotwórczości, ale w dopuszczalnych granicach,
- betony z dodatkiem popiołów do 30% mas. mają wskaźniki radioaktywności na bardzo niskim poziomie i mogą być stosowane jako bezpieczny materiał budowlany,
- zarówno popioły lotne jak i betony wykonane z ich dodatkiem charakteryzują się wysokim stężeniem izotopu potasu i niskimi stężeniami izotopów radu i toru,
- wskaźniki radioaktywności w betonach rosną proporcjonalnie do ilości dodatku popiołów,
- dodatek popiołów lotnych największy wpływ ma na wzrost wskaźnika  $f_2$  (Rys. 5.9.),
- dodatek popiołów lotnych powoduje w betonach niewielki kilkunastoprocentowy wzrost mocy dawki promieniowania i wskaźnika  $f_1$  (Rys. 5.9.).

## **5.5. Podsumowanie badań oceniających właściwości popiołów lotnych**

Charakterystykę popiołów, wykorzystanych do wykonania mieszanek betonowych, przeprowadzono na podstawie oceny ich składu chemicznego i fazowego, badań teksturalnych, oraz analizy granulometrycznej. Dodatkowo określono aktywność pucolanową popiołów zarówno metodami chemicznymi jak i fizycznymi. Sprawdzone również czy dany materiał odpadowy spełnia wymagania zawarte w Rozporządzeniu Rady Ministrów [320]. Wg zapisów tego aktu prawnego [320] wymagane jest ograniczenie dopuszczalnego poziomu radioaktywności naturalnej w surowcach odpadowych, służących do produkcji

materiałów budowlanych, które miałyby być później wykorzystane do wznoszenia budynków przeznaczonych na pobyt ludzi bądź inwentarza żywego.

Analiza związków chemicznych występujących w popiołach wskazuje, że składają się one głównie z krzemionki oraz tlenków glinu i żelaza (Tab. 5.1.). Mineralogicznie zbudowane są w przeważającej części ze szkła, kwarcu i mulitu. W popiołach występują również takie fazy jak magnetyt i hematyt (Rys. 5.1.). Ziarna popiołów charakteryzują się owalnymi regularnymi kształtami o drobnym uziarnieniu (Rys. 5.3.). Ponad 50% ziaren ma wymiary mniejsze od  $50\mu\text{m}$ , a ich wartość średnia wynosi  $30\mu\text{m}$  (Rys.5.2.). Sprawia to, że w popiołach dominują cząstki o najbardziej pożądanym średnicach – poniżej  $45\mu\text{m}$ , które charakteryzują się ponadto zwiększoną pucolanowością [103, 353, 356]. Wysoką aktywność popiołów o drobniejszym uziarnieniu i wzajemną korelację obu tych parametrów potwierdzają m.in. badania przedstawione w pracy [102], oraz wyniki badań własnych. W toku eksperymentów oceniających aktywność pucolanową popiołów czterema metodami ustalono, że zawierają one w swoim składzie ponad 20% składników, które wykazują wyraźną aktywność już po 7 dniach. Następnie oceniając wpływ popiołów na wytrzymałość kompozytów po 4 tygodniach i dłuższych okresach czasowych do roku ustalono, że zaprawy wykonane z tymi dodatkami charakteryzują się zdecydowanie wyższymi wytrzymałościami w stosunku do wytrzymałości zapraw wykonanych na jednoskładnikowym spoiwie CEM I. Wskaźniki aktywności ustalane wg zapisów [290] zarówno po 28 jak i 90 dniach wyraźnie przekraczają wymagania normowe (Tab.5.5., Rys. 5.5.).Drobne uziarnienie popiołów wpływa korzystnie na wzrost ich powierzchni właściwej. Wysoką wartość tego parametru zaobserwowano zarówno w badaniach metodą BET jak i Blaine'a (Tab. 5.2.).

W toku przeprowadzonych badań właściwości popiołów ustalono również, że materiał ten zawiera w swoim składzie znaczne stężenie pierwiastków promieniotwórczych (głównie potasu) i charakteryzuje się bliskim granicznym wskaźnikiem aktywności promieniotwórczej. Mimo to w żadnym z kompozytów nie są przekroczone wartości graniczne wskaźników promieniotwórczych. Wartości  $f_1$  oraz moc dawki promieniowania wzrastają nieznacznie w betonach z dodatkiem popiołów lotnych i kształtują się na poziomie od kilku do 12% w porównaniu do tych samych parametrów otrzymanych dla betonu FA-00. Bardziej odczuwalny jest wpływ dodatku popiołów lotnych na wartości uzyskane dla  $f_2$ . W przypadku tego parametru daje się zauważyć około 50% wzrosty tego wskaźnika w betonach FA-20 i FA-30, w porównaniu do wartości uzyskanych dla betonu referencyjnego [118].

Na podstawie wyników badań opisanych w powyższym rozdziale można stwierdzić, iż zastosowany krzemionkowy popiół lotny jest materiałem bezpiecznym do zastosowania w przemyśle materiałów budowlanych. Charakteryzuje się drobnym uziarnieniem i wysoką aktywnością pucolanową co pozwala antycypować, że kompozyty wykonane z jego dodatkiem będą się charakteryzowały korzystnymi parametrami mechanicznymi, szczególnie po dłuższym okresie dojrzewania.

## 6. Badania odporności na pękanie betonów

### 6.1. Badania charakterystyk wytrzymałościowych

#### 6.1.1. Metodyka badań

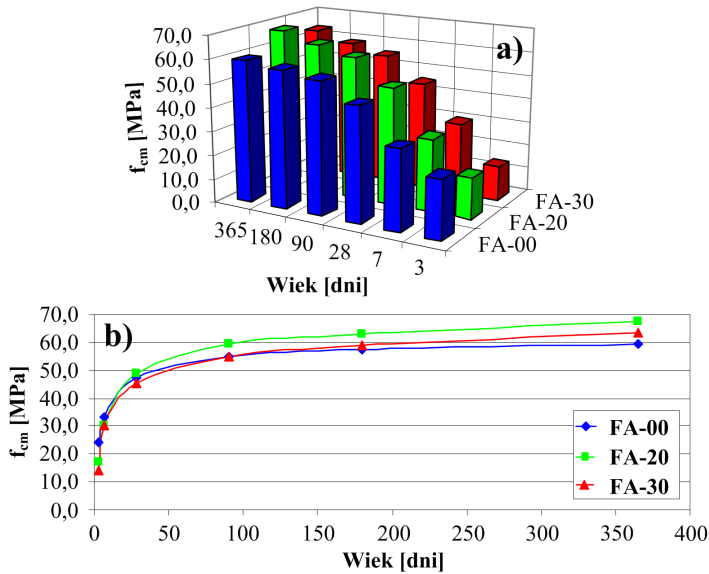
W ramach pomiarów cech wytrzymałościowych betonów przeprowadzono badania wytrzymałości na ściskanie –  $f_{cm}$ , oraz wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu –  $f_{cm}$ . Oba rodzaje testów wykonano zgodnie z zaleceniami norm z serii PN-EN 12390, na próbkach scharakteryzowanych w Roz. 4.2.3. Badania zrealizowano na maszynie wytrzymałościowej Walter + Bai ag o maksymalnej sile nacisku 3000 kN.

#### 6.1.2. Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie i ich analiza

W Tab. 6.1. zestawiono komplet wyników z badań wytrzymałości na ściskanie betonów, dla poszczególnych okresów ich dojrzewania, natomiast rysunki 6.1.a i 6.1.b pokazują odpowiednio średnie wartości z przeprowadzonych testów i zależności  $f_{cm}$  w funkcji wieku betonów.

Tab. 6.1. Wyniki badań wytrzymałości betonów na ściskanie

Beton	Wiek [dni]	$f_{cm}$ [MPa]	$s$ [MPa]	$\nu$ [%]	$f_{c, max.}$ [MPa]	$f_{c, min.}$ [MPa]
FA-00	3	24,23	2,60	10,73	26,86	21,11
	7	33,18	2,57	7,74	35,42	30,71
	28	47,51	2,55	4,58	49,24	45,97
	90	55,13	2,51	4,55	57,02	53,18
	180	57,22	2,48	4,33	59,64	55,34
	365	59,25	2,46	4,15	61,43	57,79
FA-20	3	16,95	3,05	17,99	19,62	13,53
	7	30,12	3,03	10,06	26,84	33,15
	28	48,96	3,02	6,17	50,25	46,89
	90	59,35	2,80	4,72	61,21	58,65
	180	62,81	2,52	4,01	64,04	60,68
	365	67,29	2,35	3,49	69,32	66,13
FA-30	3	14,23	3,59	25,23	16,95	11,66
	7	30,06	3,57	11,88	32,28	27,84
	28	45,10	3,55	7,87	47,01	42,93
	90	55,11	3,10	5,63	56,72	53,49
	180	58,83	2,86	4,86	60,23	57,12
	365	63,27	2,50	3,95	65,31	62,09



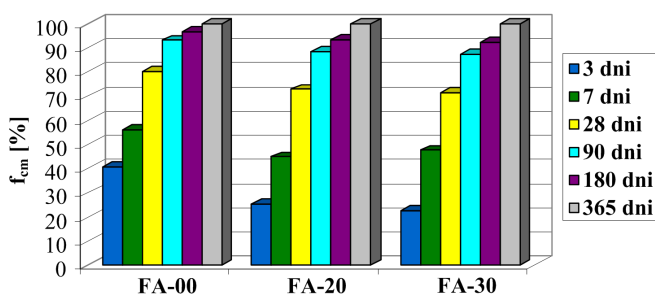
**Rys. 6.1. Wytrzymałość na ściskanie betonów: a) średnia, b) w funkcji wieku**

Dodatek popiołów lotnych do betonu spowodował wyraźny spadek wytrzymałości na ściskanie w betonach analizowanych w młodym wieku a więc po 3 i 7 dniach. Wg Tab. 6.1. wartość  $f_{cm}$  po 72 godzinach dojrzewania była o prawie 8 i równo 10 MPa wyższa, w betonie bez dodatku popiołów w porównaniu odpowiednio do FA-20 i FA-30. Po tygodniu różnice między betonem referencyjnym i betonami modyfikowanymi wynosiły już tylko 3 MPa. Wg prac [115, 124], w których przedstawiono bardziej szczegółową analizę zmian parametrów wytrzymałościowych w betonach z dodatkiem popiołów lotnych w młodym wieku, wyraźne dysproporcje w uzyskiwanych wynikach występują w okresie do 14 dnia dojrzewania. Po 3 tygodniach 20% dodatek popiołów lotnych powoduje już wzmocnienie struktury kompozytów betonowych w takim stopniu, że wartości  $f_{cm}$  są nieznacznie wyższe w tego typu betonach w porównaniu do FA-00. Również po 28 dniach i w kolejnych okresach czasowych zdecydowanie najwyższą wytrzymałość miał FA-20, co było prawdopodobnie spowodowane gwałtownym przyrostem produktów reakcji pucolanowej, po dłuższym okresie dojrzewania. Beton z większą ilością popiołów charakteryzował się najniższą wytrzymałością w okresie do 3 miesięcy. Dopiero po półrocznym dojrzewaniu wartość  $f_{cm}$  dla tego kompozytu była wyższa w porównaniu z betonem bez dodatków, jednak nadal niższa w odniesieniu do FA-20. Dalszy przyrost wytrzymałości FA-30 spowodował, że po roku materiał ten charakteryzował się już wyższą o 4 MPa wartością  $f_{cm}$  w porównaniu do FA-00 i o tyle samo

niższą w stosunku do FA-20. Na podstawie Rys. 6.1.b można stwierdzić, że moment kiedy beton FA-30 zrównuje się wytrzymałością na ściskanie z FA-00 przypada po około 100 dniach od wykonania zarobów.

Uzyskane wyniki wytrzymałości na ściskanie są zbieżne z wnioskami zaprezentowanymi przez V. G. Papadakis [270], który badał wytrzymałość zapraw cementowych z dodatkiem niskowapniowych popiołów lotnych, w okresie pomiędzy 3. a 364. dniem dojrzewania, stosując popiół w ilości 10, 20 i 30% jako zamiennik kruszywa drobnego bądź spoiwa. We wnioskach z przeprowadzonych testów stwierdził on, że wyższą wytrzymałość w badanych materiałach obserwuje się: po 14 dniach w przypadku zapraw, w których stosowano popiół jako substytut kruszywa, oraz 91 dniach przy zaprawach ze zmienioną strukturą matrycy.

Przeprowadzone badania własne wykazały, że w miarę dojrzewania następował wzrost wytrzymałości na ściskanie betonów. Dynamika przyrostu tego parametru różniła się jednak znacząco w poszczególnych rodzajach analizowanych kompozytów. Można to łatwo zaobserwować porównując względne zmiany wytrzymałości na ściskanie w czasie, które pokazano na Rys. 6.2.



Rys. 6.2. Względne zmiany w czasie wytrzymałości na ściskanie

Po pierwszym pomiarze a więc po 3 dniach beton FA-00 posiadał już ponad 40% rocznej wytrzymałości na ściskanie, podczas gdy w betonach z dodatkiem popiołów lotnych wytrzymałość ta nie stanowiła nawet 30% wytrzymałości końcowej. Również po tygodniu beton, bez dodatku popiołów lotnych, charakteryzował się wyższą wytrzymałością względną, jednak w analizie uzyskanych wartości zaczęła się już zaznaczać wyraźniejsza dynamika narastania wytrzymałości w kompozytach z popiołami. Mimo, że beton zwykły posiadał już ponad 50% swojej wytrzymałości 365-dniowej co było o 10% lepszym wynikiem w stosunku do betonów z dodatkami to jednak pomiędzy 3. a 7. dniem dojrzewania zaobserwowano większy wzrost  $f_{cm}$  w betonach z popiołami lotnymi. Uzyskane wyniki mogą zatem potwierdzać wysoką aktywność popiołów, którą zaobserwowano już po tygodniu w trakcie pomiarów metodą florentyńską, por. Roz. 5.3.3. Również w przedziale pomiędzy 7. a 28. dniem dojrzewania betony z dodatkami charakteryzowały się znaczącymi przyrostami  $f_{cm}$  (wynoszą-

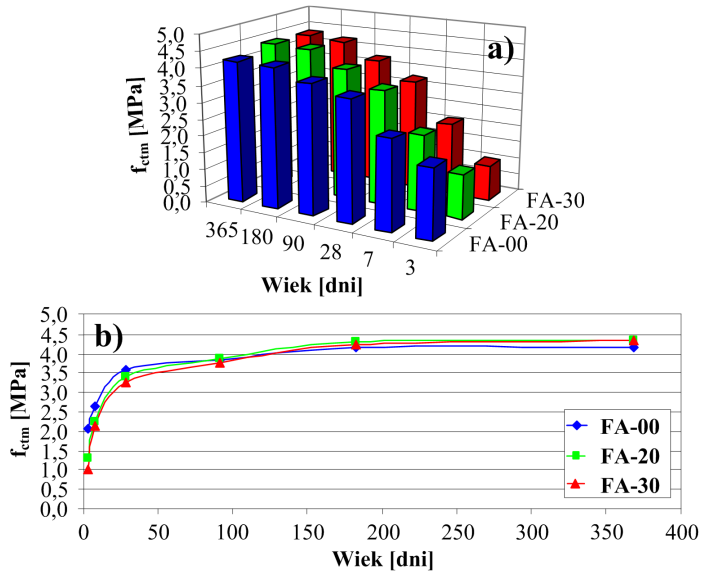
cymi w przypadku: FA-20 – 50%, FA-30 – 62%), co koreluje z wynikami aktywności pucolanowej popiołów uzyskanymi zarówno metodami chemicznymi jak i metodą normową wg PN-EN 450-1. Wyraźne tendencje wzrostowe wytrzymałości na ściskanie, w kompozytach modyfikowanych, zaobserwowano jeszcze po 90 dniach od początku badań. Zarówno 20 jak i 30% dodatek popiołów lotnych spowodował w ciągu 2 miesięcy przyrost  $f_{cm}$  o ponad 20%, co było lepszym wynikiem o 6% w stosunku do FA-00. Po pół roku we wszystkich rodzajach kompozytów przyrost wytrzymałości na ściskanie był już niewielki i wynosił 6% w betonach modyfikowanych i tylko 3% w betonie referencyjnym. Podobną tendencję zaobserwowano również w stosunku do betonów rocznych gdzie przyrost wytrzymałości w betonach z popiołami lotnymi wyniósł 7% i był o połowę wyższy w stosunku do wyniku uzyskanego dla FA-00.

### 6.1.3. Wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu i ich analiza

Wyniki z badań wytrzymałości betonów na rozciąganie przy rozłupywaniu  $f_{ctm}$  zestawiono w Tab. 6.2. i na Rys. 6.3.

Tab. 6.2. Wyniki badań wytrzymałości betonów na rozciąganie

Beton	Wiek [dni]	$f_{ctm}$ [MPa]	$s$ [MPa]	$v$ [%]	$f_{ct, max.}$ [MPa]	$f_{ct, min.}$ [MPa]
FA-00	3	2,05	0,23	11,22	3,23	1,28
	7	2,64	0,21	7,95	3,51	1,92
	28	3,58	0,19	5,31	4,05	2,94
	90	3,84	0,18	4,69	4,79	3,08
	180	4,15	0,17	4,10	5,02	3,36
	365	4,18	0,17	4,07	5,07	3,53
FA-20	3	1,30	0,27	20,77	2,15	0,62
	7	2,26	0,27	11,95	3,09	1,21
	28	3,36	0,26	7,74	4,28	2,45
	90	3,86	0,22	5,70	4,34	2,91
	180	4,31	0,20	4,64	4,65	3,82
	365	4,36	0,18	4,13	5,03	3,87
FA-30	3	1,03	0,27	26,21	1,96	0,43
	7	2,12	0,26	12,26	3,26	1,29
	28	3,27	0,26	7,95	4,75	2,51
	90	3,78	0,23	6,09	4,42	2,83
	180	4,24	0,21	4,95	5,02	3,78
	365	4,33	0,19	4,39	5,15	3,81



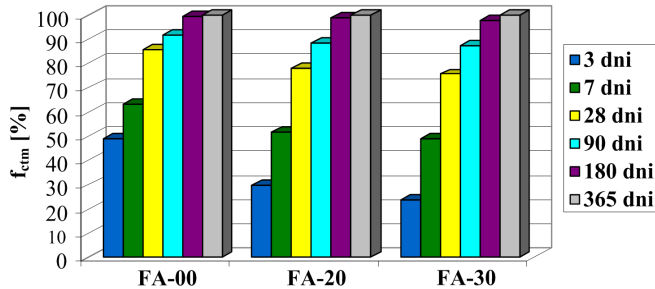
**Rys. 6.3. Wytrzymałość betonów na rozciąganie przy rozłupywaniu: a) średnia, b) w funkcji wieku**

Podobnie jak w przypadku wytrzymałości na ściskanie najniższe wartości  $f_{ctm}$  w młodym wieku zanotowano w przypadku betonów z popiołami lotnymi. Po 3 dniach wytrzymałość na rozciąganie betonu FA-30 była prawie dwukrotnie niższa w porównaniu do FA-00. Na podstawie analizy wykresów pokazanych na Rys.6.1.b i 6.3.b można stwierdzić występowanie różnic, w uzyskanych wynikach  $f_{cm}$  i  $f_{ctm}$ , w analizowanych betonach. Rozbieżności są widoczne głównie po 28 dniach gdzie wytrzymałość na rozciąganie najwyższą wartość osiąga dla betonu FA-00, podczas gdy na ściskanie dla FA-20. W kolejnych okresach czasowych wyniki obu wytrzymałości wykazują już wyraźne zbieżności. Podobnie jak w przypadku wytrzymałości na ściskanie po: 90, 180 i 365 dniach dojrzewania najwyższe wartości  $f_{ctm}$  uzyskiwały betony z 20% dodatkiem popiołów lotnych. Wytrzymałość betonu FA-30 kształtowała się na najniższym poziomie do 90 dni, natomiast już po 180 i 365 dniach była odpowiednio o kilka i kilkanaście procent wyższa w porównaniu do wytrzymałości uzyskanej dla betonów zwykłych.

Na Rys. 6.4 zestawiono względne wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu uzyskane dla badanych betonów. W przypadku analizy zmian w czasie  $f_{ctm}$  jeszcze wyraźniej zaznacza się wysoka wczesna wytrzymałość betonu FA-00, która już po 3 dniach stanowi połowę wytrzymałości rocznej. W przypadku FA-20 wytrzymałość 3-dniowa na rozciąganie to tylko 30% wytrzymałości końcowej, natomiast beton z 30% dodatkiem popiołów osiągnął przy pierwszym pomiarze



jedynie 25% wytrzymałości uzyskanej podczas ostatniego badania. Na podstawie Rys.6.4. można stwierdzić, że betony modyfikowane charakteryzowała bardzo wyraźna dynamika przyrostu wytrzymałości pomiędzy, 3. a 90. dniem dojrzewania. Wszystkie, z analizowanych betonów, osiągały już po 180 dniach poziom wytrzymałości bliski wartości dla betonów rocznych. Przyrost  $f_{cm}$  po ostatnich 6 miesiącach wegetacji był już minimalny, a największą 2% wartość odnotowano w przypadku FA-30.



Rys. 6.4. Względne zmiany w czasie wytrzymałości betonów na rozciąganie przy rozłupywaniu

#### 6.1.4. Podsumowanie i wnioski z badań wytrzymałościowych

Dodatki mineralne modyfikują skład betonów cementowych i mają istotny wpływ na ich parametry wytrzymałościowe. W przypadku kompozytów zawierających substytut krzemionkowych popiołów lotnych korzystne działanie tych wypełniaczy, w obszarze mikrostruktury matrycy cementowej i ITZ, związane jest ze złożonością kilku zjawisk, które szczegółowo omówiono w Roz. 2.3.3.

Na podstawie analizy wyników badań wytrzymałościowych można stwierdzić, że w początkowych okresach dojrzewania dodatek popiołów lotnych dosyć wyraźnie obniża zarówno wytrzymałość na ściskanie jak i na rozciąganie. Jest to niewątpliwie związane z dłuższym okresem inkubacji tych materiałów czyli opóźnionym ich wpływem na przyrost wytrzymałości kompozytu. Zjawisko niskiej wczesnej wytrzymałości w betonach z dodatkiem popiołów lotnych opisano m.in. w pracy [90]. W przypadku obu analizowanych wytrzymałości beton referencyjny już po 3 dniach osiągał bardzo wysokie wartości, które stanowiły prawie połowę wytrzymałości rocznych. W betonach modyfikowanych wytrzymałości 3-dniowe były średnio 3 x mniejsze niż wartości uzyskiwane po roku. Po 3 dniach wytrzymałość na ściskanie betonu z 20% dodatkiem popiołów lotnych stanowiła prawie 70% wytrzymałości betonu odniesienia, podczas gdy w betonie z 30% substytutem spoiwa wartość ta wynosiła jedynie 58%. Podobne tendencje odnotowano podczas analizy w betonach 3-dniowych wyników wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu. W przypadku kompozytu, w którym zastosowano proporcje spoiwa – 70% CEM I + 30% popiół lotny,

takie wartości są potwierdzeniem wyników wcześniejszych badań przedstawionych przez G. Caretta i V. M. Malhotre [50], którzy zajmowali się oceną wpływu niskowapniowych popiołów lotnych i mikrokrzemionki na wczesną wytrzymałość betonu pomiędzy 1. a 28. dniem dojrzewania.

Po 4 tygodniach i w późniejszych okresach czasowych najwyższą wytrzymałość odnotowywano już dla betonu z 20% dodatkiem popiołów lotnych, natomiast beton FA-30 osiągał wyższą wytrzymałość od FA-00 dopiero po półrocznym dojrzewaniu.

Na podstawie uzyskanych wyników badań można stwierdzić, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych w ilości do 20% masy cementu podnosi wytrzymałość kompozytu zarówno po 28 dniach jak i w późniejszych okresach czasowych, co jest potwierdzeniem stwierdzeń podanych w pracach [95, 98, 100, 221, 273]. Sukcesywny przyrost wytrzymałości w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, szczególnie po dłuższym dojrzewaniu, jest charakterystyczny dla tych materiałów. Wyraźne tendencje wzrostowe analizowanych parametrów w betonach FA-20, po okresie 4 tygodni, są typowe dla betonów z tymi dodatkami i odmienne np. od właściwości kompozytów z popiołami fluidalnymi, w których zasadniczy przyrost wytrzymałości występuje jedynie w pierwszych 28 dniach [183]. Korzystny wpływ na wytrzymałość betonów z dodatkiem 20% krzemionkowych popiołów lotnych o niskich stratach prażenia, w okresie pomiędzy 28. a 365. dniem dojrzewania, zaobserwowano m.in. w badaniach przedstawionych w pracy [151].

Większy 30% dodatek popiołów lotnych obniża wyraźnie początkową wytrzymałość betonu [50], a korzystny wpływ takiej ilości substytutu cementu występuje dopiero po 180 dniach.

Przy ocenie parametrów wytrzymałościowych betonów zwrócono uwagę na wzajemne proporcje  $f_{cm} / f_{cm}$  czyli tzw. wskaźniki kruchości, które zestawiono w Tab. 6.3. Stosunek wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu do wytrzymałości na ściskanie zawierał się w przedziale od 0,06 do 0,09. Analizując Tab.6.3. widać, że betony referencyjne charakteryzowały się wyższą kruchością, natomiast dodatek popiołów lotnych spowodował, że kompozyty te były bardziej plastyczne [151]. Na podstawie badań ustalono również, że betony wszystkich serii poniżej 28 dnia dojrzewania charakteryzowały się wyższą kruchością, na co zwrócili uwagę również inni autorzy, np. [404].

Tab. 6.3. Wskaźnik kruchości betonów

Beton	Wiek [dni]	$f_{ctm}$ [MPa]	$f_{cm}$ [MPa]	kruchość [%]
FA-00	3	2,05	24,23	8,46
	7	2,64	33,18	7,96
	28	3,58	47,51	7,54
	90	3,84	55,13	6,97
	180	4,15	57,22	7,25
	365	4,18	59,25	7,05
FA-20	3	1,30	16,95	7,67
	7	2,26	30,12	7,50
	28	3,36	48,96	6,92
	90	3,86	59,35	6,50
	180	4,31	62,81	6,86
	365	4,36	67,29	6,48
FA-30	3	1,03	14,23	7,24
	7	2,12	30,06	7,05
	28	3,27	45,10	7,25
	90	3,78	55,11	6,86
	180	4,24	58,83	7,21
	365	4,33	63,27	6,84

Na podstawie przeprowadzonych badań wytrzymałościowych przedmiotowych betonów można stwierdzić że:

- betony z dodatkiem popiołów lotnych charakteryzują się w młodym wieku niższymi parametrami wytrzymałościowymi,
- pomiędzy 28. a 365. dniem, z wyjątkiem wytrzymałości na rozciąganie przy rozłupywaniu badanej po 4 tygodniach, wszystkie pozostałe wartości  $f_{cm}$  i  $f_{ctm}$  osiągają najwyższy poziom w przypadku betonu z 20% dodatkiem popiołów lotnych,
- betony z 30% dodatkiem popiołów lotnych charakteryzują się w pierwszej połowie roku najniższymi wskaźnikami wytrzymałości, natomiast po 180 i 365 dniach wytrzymałość na ściskanie i rozciąganie przy rozłupywaniu w tych materiałach jest wyższa w porównaniu do wartości uzyskanych dla FA-00,
- betony w młodym wieku, oraz kompozyty z popiołami lotnymi, charakteryzują się większymi rozrzutami wyników,
- dodatek popiołów lotnych obniża kruchość betonów, która dodatkowo po krótkim okresie dojrzewania jest wyższa w stosunku do wartości uzyskanych dla betonów dojrzałych.

## 6.2. Badania odporności na pękanie wg I modelu pękania

### 6.2.1. Metodyka badań

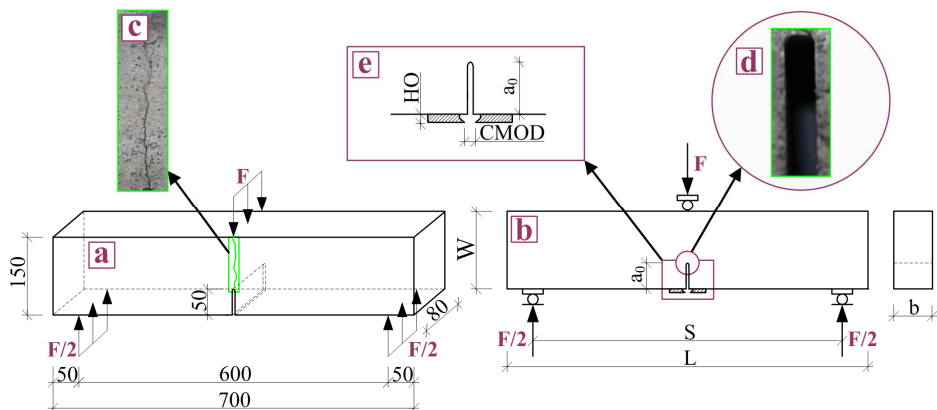
Badania odporności na pękanie wg I modelu pękania (rozciąganie przy zginaniu) przeprowadzono zgodnie z wytycznymi projektu zaleceń RILEM [70]. Na podstawie procedury opisanej w [70] możliwe jest wyznaczenie parametrów charakteryzujących beton takich jak: moduł Younga  $E$ , krytyczna długość efektywnej szczeliny  $a_c$ , krytyczna wartość współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}^S$ , krytyczne przemieszczenie rozwarcia wierzchołka szczeliny  $CTOD_c$ .

W badaniach własnych odporność na pękanie kompozytów z dodatkiem popiołów lotnych ustalono w oparciu o wyniki doświadczeń  $K_{Ic}^S$ . Na podstawie tego wskaźnika, we wcześniejszych pracach, opisano wpływ na parametry mechaniki pękania betonu innych dodatków mineralnych, m.in.: mikrokrzemionki [137, 298], metakaolinitu [183], popiołów fluidalnych [183, 184], krzemionkowych popiołów lotnych aktywowanych mechanicznie [407]. W wyniku przeprowadzonych eksperymentów ustalono, że aktywne dodatki mineralne, stosowane do betonu, powodują wzmocnienie ITZ pomiędzy kruszywem a zaczynem cementowym dzięki czemu te miejsca w strukturze kompozytu są bardziej zwarte i posiadają mniejszą ilość mikrouszkodzeń. Materiały takie charakteryzują się również wyższą odpornością na pękanie w porównaniu do betonów zwykłych.

Szczegółowy opis testów przeprowadzonych wg projektu zaleceń RILEM przedstawiono w pracach [127, 128, 138, 295], a pozostałe, istotne informacje dotyczące badań własnych przeprowadzonych tą metodą, zostaną opisane w poniższych podrozdziałach.

### 6.2.2. Próbkki wykorzystane w badaniach i ich przygotowanie

Do oceny odporności betonów na pękanie, przy I modelu pękania, użyto bełek z jedną szczeliną pierwotną obciążonych siłą skupioną w środku rozpiętości. Schemat zastosowanej próbki oraz jej geometrię z istotnymi szczegółami i przykładową ścieżką pękania zaobserwowaną w badaniach pokazano na Rys. 6.5.



**Rys. 6.5.** Próbkę do badania odporności na pęknięcie przy I. modelu pęknięcia, a – schemat statyczny, b – geometria, c – przykładowa ścieżka pęknięcia, d – płaska końcówka rysy, e – zamocowanie uchwytych sprawdzianu zaciskowego;  $a_0$ ,  $HO$ ,  $CMOD$  – opis w tekście

Wymiary próbek podane w Roz. 4.2.3. i na Rys. 6.5. dobrano w oparciu o wytyczne podane w [70]. Zgodnie z zawartymi tam wymaganiami przeprowadzenie badań odporności na pęknięcie betonów możliwe jest na dwóch rodzajach belek różniących się między sobą wymiarami gabarytowymi tzn.: wysokością –  $W$ , szerokością –  $b$  i długością –  $L$ . Zmienny jest również w zależności od wielkości belki rozstaw między jej podporami –  $S$ . Wybór właściwego typu próbki związany jest bezpośrednio z wymiarem maksymalnego ziarna kruszywa  $D_{max}$  użytego do wykonania betonów. Zalecane wymiary belek do badania odporności na pęknięcie wg [70] podano w Tab. 6.4.

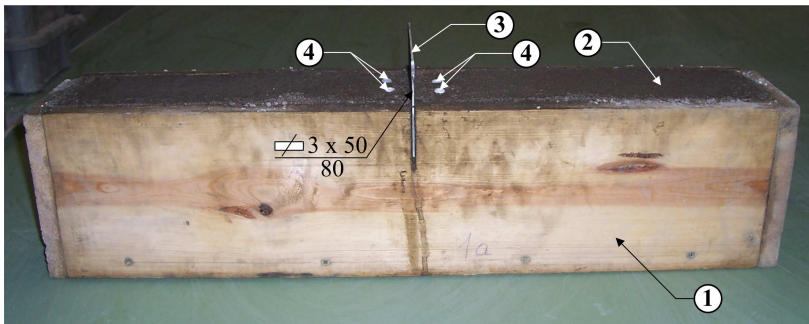
**Tab. 6.4.** Zalecane wymiary belek do badań odporności na pęknięcie wg [70]

$D_{max}$ [mm]	$W$ [mm]	$b$ [mm]	$L$ [mm]	$S$ [mm]
1÷25	150±5	80±5	700±10	600±5
25,1÷50	250±5	150±5	1100±10	1000±5

Ponieważ do wykonania wszystkich kompozytów betonowych wykorzystano kruszywo o maksymalnym uziarnieniu do 8 mm, por. Roz. 4.2.1., przeto do badań odporności na pęknięcie, przy I modelu pęknięcia, wybrano belki o wymiarach zawartych w drugim wierszu Tab. 6.4.

Belki wykonywano w rozbielanych skręcanych formach drewnianych. Założony wymiar rysy pierwotnej w belkach uzyskano poprzez zabetonowanie w nich stalowych płaskowników o grubości 3 mm. Płaskowniki wciskano w mieszankę zaraz po ułożeniu jej w formach i zagęszczeniu, co czasami napotykało na trudności związane z oporem ziaren kruszywa grubego znajdujących

się w strefie gdzie umieszczana była stalowa wkładka. W celu precyzyjnego przeprowadzenia tej operacji płaskowniki zaostbrano na końcach. Kąt wierzchołkowy ostrza wkładki wynosił 30°. Przykładową belkę po zabetonowaniu z umieszczonym płaskownikiem pokazano na Rys. 6.6. Po przeprowadzonym procesie formowania elementów badawczych metalowe wkładki modelujące kształt rysy pierwotnej usuwano. Powodowało to, że pod ciężarem własnym tężejącej mieszanki betonowej kształt wierzchołka szczeliny z pierwotnie wyostrzonego stawał się coraz bardziej stępiony i płaski. Na Rys. 6.5.d widać, że w trakcie badania koniec szczeliny miał wyraźnie spłaszczony kształt tzw. „blunted notch”, a nie wyostrzony czyli „sharp notch”. Prawdopodobnie było zatem w tym przypadku zastosowanie w obliczeniach odporności na pęknięcie teorii płaskich pęknięć.

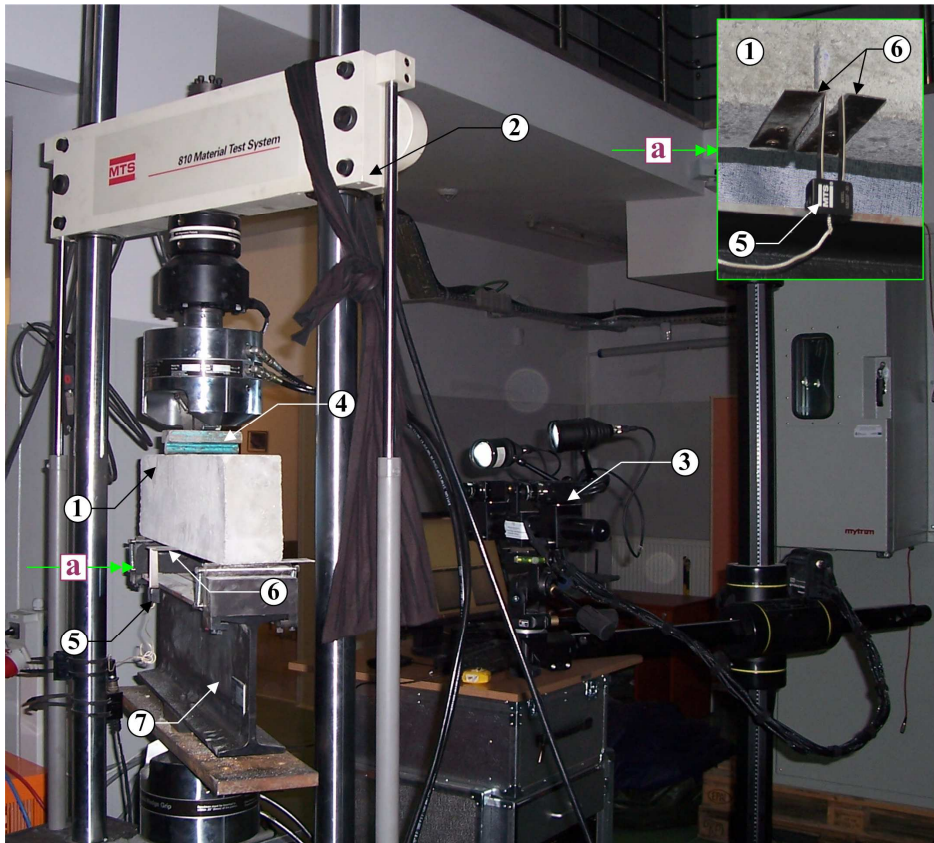


**Rys. 6.6. Widok belki po zafornowaniu; 1 – forma drewniana, 2 – belka betonowa, 3 – wkładka stalowa formująca rysę pierwotną, 4 – kołki**

W trakcie formowania belek po obu stronach rysy pierwotnej zostały umieszczone po 2 kołki rozporowe o wymiarach koszulki 8 x 40 mm. Przed badaniem do kołków wkrętami z łbem stożkowym 4 x 45 mm były przykręcane uchwyty sprawdzianu zaciskowego, których grubość wraz z podkładkami wynosiła 5 mm. W trakcie eksperymentów na uchwyty zawieszony był blaszkowy ekstensometr osiowy. Przed badaniem rozstaw blaszek uchwytu w świetle powinien być skorelowany z nominalnym rozwarciem ekstensometru. Można to dokładnie sprawdzić dzięki specjalnemu wzornikowi pokazanemu w pracy [127].

### **6.2.3. Stanowisko badawcze**

Do badań odporności na pęknięcie przy I modelu pęknięcia przygotowano specjalne stanowisko, którego widok pokazano na Rys. 6.7. Wszystkie niezbędne wyniki potrzebne do ustalenia krytycznych współczynników intensywności naprężeń dla betonów uzyskano na podstawie eksperymentów przeprowadzonych na maszynie wytrzymałościowej o dużej sztywności, ze sprzężeniem zwrotnym i komputerową rejestracją wyników.



Rys. 6.7. Widok stanowiska badawczego: a) szczegół zamocowania ekstensometru osiowego; 1 – próbka, 2 – prasa MTS 810, 3 – elementy systemu ARAMIS, 4 – układ przekazujący siłę na próbkę, 5 – ekstensometr osiowy, 6 – blaszki sprawdzianu zaciskowego, 7 – układ wsporczy

Z uwagi na znaczny ciężar elementów badawczych na prasie ustawiono dodatkowy układ wsporczy. Składał się on z dwuteownika stalowego I 180, na którym umieszczono oryginalną belkę firmy MTS o maksymalnej nośności 300 kN. Belka podparła bezpośrednio próbkę betonową.

Szerokość rozwarcia rysy pierwotnej w trakcie badań mierzono za pomocą czujnika rozwarcia pęknięcia czyli blaszkowego ekstensometru osiowego MTS, model 632,03F-3, który był umieszczany na uchwytach sprawdzianu zaciskowego. Zastosowany ekstensometr może być wykorzystywany w badaniach odporności na pęknięcie do wyznaczania m.in.: parametrów mechaniki pęknięcia  $K_{Ic}$  i  $J_{Ic}$ , ustalenia przebiegu rozwoju pęknięcia bądź wyznaczenia krzywej  $R$ . Eksperymenty z jego zastosowaniem mogą być prowadzone na różnego typu próbkach, np. typu compact tension lub belkach trójpunkto-wo zginanych. Główne parametry ekstensometru czyli nominalne rozwarcie

i zakres pomiarowy wynoszą 12 mm. Na Rys. 6.7.a pokazano widok belki przed badaniem z przykręconymi uchwytami i zawieszonym ekstensometrem blaszkowym.

Proces propagacji rys pierwotnych od momentu ich inicjacji aż do zniszczenia belek śledzono dzięki wykorzystaniu systemu cyfrowej korelacji obrazu ARAMIS. Z uwagi na konieczność specjalnego przygotowania próbek do tych badań oraz potrzebę uzyskania przez czujnik systemu niezakłóconego dostępu w obszar rysy pierwotnej, bazę do zamocowania kamer ARAMISa umieszczono po przeciwnej stronie belki, Rys. 6.7.

### **Prasa hydrauliczna**

Badania przeprowadzono na prasie MTS 810, która jest maszyną o napędzie hydraulicznym i maksymalnej sile nacisku 100 kN. Pozwala ona na prowadzenie wielorakiego typu badań własności mechanicznych materiałów takich jak: stal, aluminium, ceramika, plastik, beton i różnego rodzaju kompozyty. Obciążenia z prasy mogą być przekazywane na próbki w sposób statyczny bądź dynamiczny i stąd jest ona często wykorzystywana do przeprowadzania analiz zmęczenia materiałów. W przypadku prób zmęczeniowych maksymalna częstotliwość zmian obciążenia jest zależna od amplitudy cyklu i może wynosić do 1500 cykli/sekundę. Badania na MTS 810 można prowadzić pod kontrolą przemieszczenia tłoka prasy, bądź też realizować eksperymenty sterowane siłą. Na maszynie dopuszczalne jest wykonywanie klasycznych testów rozciągania, natomiast przy wykorzystaniu dodatkowego oprzyrządowania możliwe jest prowadzenie na niej badań zginania trój- i czteropunktowego, oraz ściskania. Dużą przestrzeń roboczą zapewnia skok tłoka prasy, który wynosi do 160 mm.

### **System ARAMIS**

ARAMIS jest systemem do bezkontaktowych, trójwymiarowych pomiarów odkształceń. Podczas badań analizuje, oblicza i dokumentuje deformacje próbek, po czym uzyskane wyniki przedstawia w formie graficznej. Dzięki temu istnieje możliwość pełniejszego zrozumienia zachowań badanego elementu w procesie jego obciążania. ARAMIS na podstawie zdjęć wykonanych cyfrowymi kamerami rozpoznaje strukturę powierzchni mierzonego obiektu (każdemu pikselowi na zdjęciu są przypisane odpowiednie współrzędne). Jako stan zerowych odkształceń system przyjmuje pierwsze zdjęcie wykonane przed obciążeniem, czyli przy braku deformacji próbki. Kolejne zdjęcia wykonywane są sukcesywnie podczas postępującego procesu obciążania badanego elementu aż do jego zniszczenia. Za pomocą algorytmu korelacji i matematycznych obliczeń regulacji obliczany jest automatycznie dokładny model z przecięć promieni, pozycji kamery i dystorsji obiektywu. Wynikowe współrzędne przedmiotu na części powierzchni są ustawione w siatkę o wysokiej rozdzielczości odzwierciedlającą powierzchnię badanego przedmiotu. Porównanie współrzędnych 3D punktów



elementu skutkuje rzeczywistymi przesunięciami i odkształceniami 3D. Naprężenia oblicza się uwzględniając kształt geometryczny próbki zgodnie z zasadami teorii plastyczności. Przekształcenia współrzędnych pozwalają uzyskać zróżnicowany widok zachowania się elementu. Gdy badany przedmiot był analizowany na różnych etapach obciążenia, wszystkie wyniki można przedstawić jako animacje. Dostępne są również wartości zależne od czasu, np. prędkość odkształceń. Dla określonych punktów wszystkie wyniki pomiarów mogą być pokazane na wykresach. W zależności od wymaganej dokładności przed rozpoczęciem testów ustawiana jest częstotliwość z jaką robione będą zdjęcia. Po nagraniu wszystkich zdjęć ARAMIS porównuje je i oblicza przemieszczenia oraz odkształcenia w punktach i przekrojach charakterystycznych dla danego obiektu.

ARAMIS jest szczególnie przydatny do pomiarów trójwymiarowych odkształceń powodowanych obciążeniami statycznymi, dynamicznymi lub długotrwałymi. W przypadku badań kompozytów betonowych wykorzystywany jest on często do pomiarów szerokości pęknięć w obciążonych elementach, np. [39]. Większość funkcji, całego systemu pomiarowego, jest kontrolowana przez oprogramowanie np. pomiar, obliczenia, drukowanie. Wszystkie funkcje są łatwo dostępne za pomocą rozwijanych list, skrótów klawiszowych czy okien dialogowych. ARAMIS z uwagi na prostotę obsługi, oraz łatwość przygotowania próbek do badań znajduje zastosowanie zarówno w badaniach elementów betonowych jak i żelbetowych.

System ARAMIS wyróżnia się następującymi cechami:

- może być użyty do pomiarów dwu- i trójwymiarowych,
- zdjęcia porównywane są między sobą przypisując charakterystycznym punktom kwadratowe lub prostokątne małe płaszczyzny (np. 15 x 15 pikseli) zwane fasetkami, które następnie odnajdywane są przez system na kolejnych zdjęciach,
- automatycznie kompensuje ewentualne zmiany w oświetleniu podczas prowadzonych badań,
- prostym przygotowaniem próbki do badań; podobnie jak w metodzie rastrowej, w przypadku zbyt jednorodnej tekstury należy stworzyć na powierzchni próbki jednorodny lub losowy deseń,
- bardzo dużym polem pomiarowym, które umożliwia obiektom od 1 do 2000 mm przeprowadzanie badań za pomocą tego samego czujnika,
- odkształcenia względne są mierzalne w zakresie od 0,01% do kilkuset procent,
- pełnym polem pomiarowym i przedstawianiem wyników w sposób trójwymiarowy oraz gęstym rastrem zbierania pomiarów,
- lepszym zrozumieniem pracy oraz stanu przemieszczenia badanego obiektu, dzięki graficznemu przedstawieniu wyników pomiarów,

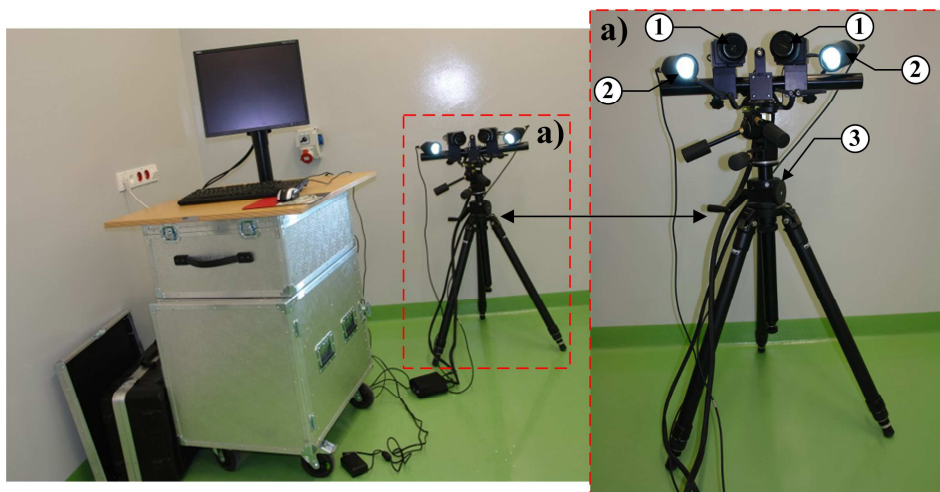
- wysoką mobilnością systemu dzięki wykorzystaniu specjalnych walizek, w które system w krótkim czasie może być zapakowany i bez problemu przetransportowany w inne miejsce,
- odwzorowaniem zgodnym z metodą 3-2-1,
- obliczenia i wyniki pomiarów mogą być przedstawione za pomocą kolorów standardowych bądź wybranych przez użytkownika,
- generuje raporty, funkcje pomiarowe, wyniki,
- możliwością zautomatyzowania często powtarzanych czynności dzięki wprowadzeniu makr,
- możliwością zbierania dodatkowych sygnałów za pomocą własnej elektroniki; do siedmiu kanałów analogowych jednocześnie.

Na system ARAMIS składa się następujący sprzęt i oprogramowanie [13]:

- czujnik pomiarowy pokazany na Rys. 6.8. w postaci dwóch kamer cyfrowych (dla 3D) o rozdzielczości do 2048 x 2048 pikseli, które pozwalają zapisywać zdjęcia z częstotliwością do 12Hz; wymiary czujnika wynoszą 500 x 190 x 125 mm, a jego waga 3 kg,
- baza służąca do zamocowania czujnika pomiarowego i zapewniająca mu niezmienną pozycję, Rys. 6.8.,
- urządzenie wyzwalająco – sterujące (UWS), które zasila kamery i odpowiada za zapis zdjęć,
- wydajny komputer wyposażony w 8Gb pamięci Ram, oraz 2 procesory dwurdzeniowe,
- oprogramowanie ARAMIS działające w systemie Linux,
- zestaw płytek kalibracyjnych dla różnych pól pomiarowych,
- wyzwalacz optyczny.

Z uwagi na szeroki zakres możliwości pomiarowych system ARAMIS znajduje zastosowanie w wielu pracach badawczych. Zalicza się do nich:

- badania materiałowe,
- określanie wytrzymałości,
- wymiarowania części składowych,
- badanie zachowań nieliniowych,
- charakteryzowanie procesów pełzania i starzenia,
- określanie granicznej krzywej tłoczenia,
- sprawdzanie modeli wykonanych przy pomocy metody elementów skończonych,
- określanie charakterystyk materiałowych,
- analiza zachowań materiałów jedno- i niejednorodnych podczas procesu deformacji,
- obliczanie odkształceń.



**Rys. 6.8. System ARAMIS: a) elementy czujnika pomiarowego; 1 – kamera cyfrowa, 2 – oświetlenie, 3 – baza**

Aby dokonać pomiaru przemieszczeń czujnik ARAMIS musi być ustawiony na nieruchomym statywie bazy, Rys. 6.8. Każdy nawet minimalny ruch, bądź drgania mogą powodować błędy w uzyskiwanych wynikach. Do pomiarów odkształceń w trzech wymiarach potrzebne są dwie kamery. Przed przystąpieniem do badań system ARAMIS musi zostać skalibrowany na pole pomiarowe odpowiednie dla badanego przedmiotu, tak aby analizowany obszar mieścił się w skalibrowanej przestrzeni pomiarowej 3D. Czynność tą określa się definiowaniem maski obliczeniowej czyli powierzchni, na której będą prowadzone obliczenia. Kalibracja jest procesem pomiarowym, podczas którego przy pomocy tzw. przedmiotów kalibracyjnych dokonuje się regulacji systemu pomiarowego. Proces ten zapewnia prawidłowość wymiarową w trakcie trwania badań. Każdy z przedmiotów kalibracyjnych wyposażony jest w punkty referencyjne, które określają wzorce długości. Istotne jest aby podczas wykonywania czynności kalibracyjnych nie dopuścić do zabrudzenia bądź zarysowania przedmiotów kalibracyjnych. Należy również unikać ich dotykania szczególnie w obszarze punktów referencyjnych. Niedopełnienie tych czynności mogłoby zaburzyć proces kalibracji i spowodować, że uzyskane wyniki z badań mogłyby być obciążone grubymi błędami.

Przed początkiem wykonania pierwszych zdjęć w obszarze maski należy również wybrać punkt startowy, od którego rozpocznie się proces obliczania, oraz ustalić w programie wielkość fasetek. Do każdej fasetki jest przypisywana niepowtarzalna sekwencja szarych punktów pomiarowych. W trakcie trwania badań zdjęcia z dwóch kamer są nagrywane i zapisywane na dysku twardym komputera w poszczególnych stadiach obciążenia próbki. Na kolejnych zdję-

ciach fasetki, dzięki unikalnej strukturze szarych punktów, są rozpoznawane przez system ARAMIS. Określa on współrzędne 2D fasetek w ich środku na podstawie informacji o punktach narożnych. W kolejnym etapie pracy systemu wyznaczane są współrzędne 3D fasetek dzięki zastosowaniu fotogrametrii ze współrzędnych dwuwymiarowych. Odczytywane są one z lewej i prawej kamery czujnika uwzględniając kąt występujący pomiędzy osiami kamer. W trakcie doświadczeń system ARAMIS odczytuje siły z prasy, co umożliwi wykonanie takich samych wykresów zależnościowych jakie uzyskuje się w przypadku badań w prasie MTS, np. siła – przemieszczenie. Po skończonym badaniu dane z pomiarów można dodatkowo poddać obróbce, której celem jest najczęściej zmniejszenie szumu pomiarowego, bądź wyeliminowanie innych nieprawidłowości powstałych w trakcie wykonywania zdjęć. Następnie uzyskane wyniki można edytować w różny sposób, m.in. w formie: wykresów, przekrojów lub przedstawiać jako mapy graficzne.

Podczas badania procesów pęknięcia w elementach betonowych analiza wykonanych zdjęć pozwala m.in. na ustalenie:

- przemieszczeń próbki na kierunkach X, Y, Z.,
- wartości odkształceń głównych występujących próbce,
- zmian kształtu próbki w trakcie postępującego procesu jej obciążania,
- kształtu i kierunku propagacji zamodelowanej rysy pierwotnej.

Bardzo ważne w badaniach z wykorzystaniem systemu ARAMIS, jest odpowiednie przygotowanie próbek do badań. Na ich powierzchnię musi zostać naniesiony losowy deseń, dzięki któremu będą mogły być przeliczane przez program przemieszczenia charakterystycznych punktów. Najczęściej deseń taki rozpylany jest na próbce przy pomocy ciemnej farby w sprayu, przy czym powierzchnia próbki jest uprzednio pomalowana farbą białą lub wapnem. Przykład powierzchni z naniesionym deseniem pokazano na Rys. 6.23. na przykładzie próbki sześcienniej z dwoma szczelinami pierwotnymi badanej przy II modelu pęknięcia.

#### **6.2.4. Procedura badawcza**

##### **Badanie z wykorzystaniem prasy MTS 810**

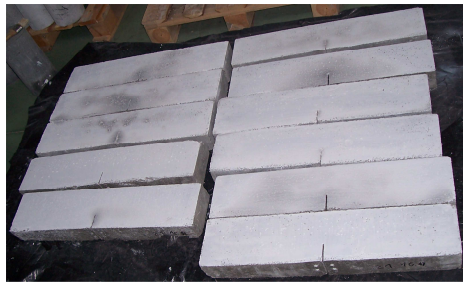
Obciążanie belek miało charakter statyczny. W trakcie badań wzrost siły stopniowano przemieszczeniem tłoka prasy z szybkością, którą dobrano w taki sposób, aby siłę maksymalną osiągnąć w czasie około 5 minut. Następnie element był odciążany, gdy obciążenie przekroczyło maksimum i wynosiło około 95% obciążenia maksymalnego. Po zmniejszeniu obciążenia do 0 kN, ponownie obciążano próbkę i stosując tą samą zasadę cykle powtarzano aż do zniszczenia belek. W toku przeprowadzonych badań dla każdej próbki rejestrowano dwie zależności, które następnie były przedstawiane w formie wykresów:

- obciążenie ( $F$ ) – przemieszczenie rozwarcia wylotu szczeliny ( $CMOD$ ),
- obciążenie – przemieszczenie punktu przyłożenia siły ( $f$ ).

Szczególnie istotne w tego typu badaniach jest ustalenie zależności  $F - CMOD$ , która jest ważnym parametrem w analizie kompozytów betonowych zarówno niezbrojonych jak i zbrojonych, np. zbrojeniem rozproszonym [77]. Dokładny pomiar  $CMOD$  możliwy jest dzięki zastosowaniu ekstensometru osiowego umieszczonego na krawędziach uchwytu sprawdzianu zaciskowego, Rys. 6.7.a. Rozwarcie pęknięcia powoduje odginanie sprężystych nóżek czujnika i przekazywanie danych o szerokości rozwarcia szczeliny do komputera. Na podstawie informacji uzyskanych w wyniku badań na prasie MTS możliwe jest wyznaczenie parametru  $K_{Ic}^S$ .

### Ocena procesów pęknięcia z wykorzystaniem systemu ARAMIS

Przed przystąpieniem do badań wszystkie próbki były odpowiednio przygotowywane, zgodnie z zaleceniami opisanymi w Roz. 6.2.3. W tym celu strony belek, na których miały być wykonywane pomiary ich deformacji pomalowano wapnem malarskim. Następnie po wyschnięciu belek, ale jeszcze przed ustawieniem na prasie nanoszono na ich powierzchni czarne kropki przy użyciu farby w sprayu. Na Rys. 6.9. pokazano widok partii belek przygotowanych do badań.

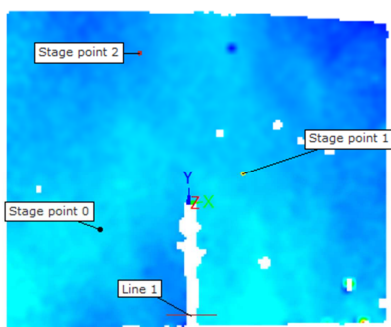


Rys. 6.9. Partia próbek przygotowana do badań

W pierwszej kolejności należało określić zakres pola pomiarowego, na którym system ARAMIS będzie prowadził obliczenia odkształceń i przemieszczeń. Ponieważ efektem badań miały być informacje o rozwoju szczelin w obszarze strefy pęknięcia, oraz procesach propagacji uszkodzeń w kolejnych krokach czasowych, za obszar pomiarowy przyjęto strefę środkową belki położoną w pobliżu rysy pierwotnej zarówno po jej prawej jak i lewej stronie. Po ustawieniu belek na stanowisku pomiarowym, Rys. 6.7. dokonano skalibrowania systemu ARAMIS przy wykorzystaniu płytki z krzyżem kalibracyjnym. Krzyż kalibracyjny ustawiono w środku przestrzeni pomiarowej tak żeby wskaźnik laserowy wskazywał jego środek. Kamery cyfrowe ustawiono w taki sposób, aby możliwe było jak najdokładniejsze wykonywanie zdjęć środkowej strefy belki. Po przeprowadzonym procesie kalibracji przystąpiono do zasadniczej części badań.

W tym celu stworzono w programie projekt pomiarowy 3D i określono jego główne parametry. Zdjęcia procesów pęknięcia w belkach wykonywano od początku ich obciążenia aż do zniszczenia. Przebieg całego badania trwał zazwyczaj kilkanaście minut i w tym czasie system ARAMIS zapisywał zdjęcia w sposób ciągły z częstotliwością próbkowania 0,2 Hz.

Po wykonanych badaniach przeprowadzono obliczenia całego projektu. Przekształcono go na wybrany układ współrzędnych. Przeanalizowano jak wyglądają przemieszczenia wydzielonego środkowego obszaru belek zarówno na kierunku X jak i Y, oraz odkształcenia tej strefy. Na badanej powierzchni w programie umieszczono trzy punkty pomiarowe, oraz wykonano linię badającą rozwarcie rysy pierwotnej. Dla każdego z obranych punktów możliwe było zrobienie wykresów zależności czasu od przemieszczenia na kierunku X i Y. Linia w obszarze rysy posłużyła natomiast do zaprezentowania funkcji  $F - CMOD$ , którą porównano później z wynikami uzyskanymi z badań na prasie MTS. Rozmieszczenie punktów pomiarowych w analizowanej strefie próbki pokazano na Rys. 6.10.



**Rys. 6.10. Punkty pomiarowe umieszczone na próbce**

Możliwość śledzenia **strefy pęknięcia** (fracture process zone) z wykorzystaniem systemów cyfrowej korelacji obrazu pozwala na dokładne przeanalizowanie procesu wzrostu szczeliny na kolejnych poziomach obciążenia. Procedura taka wymaga pomiarów rozwarcia pęknięcia na całej jego wysokości. Dzięki temu możliwe jest stworzenie cyfrowego obrazu kształtu rysy, który zazwyczaj wykazuje dużą zbieżność z trajektoriami pęknięć zaobserwowanymi podczas badań doświadczalnych [389].

Na podstawie informacji uzyskanych w wyniku badań z wykorzystaniem systemu ARAMIS możliwe było opisanie charakterystycznych ścieżek pęknięcia dla poszczególnych rodzajów kompozytów, oraz dokładna analiza strefy pęknięcia w sąsiedztwie propagacji rysy.

### 6.2.5. Wyznaczenie odporności na pękanie

Odporność na pękanie, wg zaleceń RILEM [70], można wyznaczyć korzystając z krzywej zniszczenia  $F - CMOD$ , Rys. 6.11.a. W celu ustalenia  $K_{Ic}^S$  należy najpierw obliczyć ile wynosi  $E$  i  $a_c$  z poniższych wzorów:

$$E = \frac{6Sa_0V_1(\alpha)}{(C_iW^2b)}, \quad (6.1)$$

gdzie: 
$$V_1(\alpha) = 0,76 - 2,28\alpha + 3,87\alpha^2 - 2,04\alpha^3 + \frac{0,66}{(1-\alpha)^2}, \quad (6.2)$$

$$\alpha = \frac{(a_0 + HO)}{(W + HO)}, \quad (6.3)$$

$C_i$  - podatność początkowa określona na podstawie krzywej  $F - CMOD$ , równa kotangensowi kąta nachylenia stycznej do pierwszej fazy wykresu  $F - CMOD$  zgodnie z Rys. 6.11.a,  $S$  - rozstaw podpór,  $W$  - wysokość próbki,  $b$  - szerokość próbki,  $HO$  - grubość uchwytów sprawdzianu zaciskowego,  $a_0$  - głębokość rysy pierwotnej,

$$a_c = \frac{EC_uW^2b}{6SV_1(\alpha)}, \quad (6.4)$$

gdzie:  $C_u$  - podatność obciążenia określona przy spadku siły maksymalnej o 5% zgodnie z Rys. 6.11.a.

Krytyczną wartość współczynnika intensywności naprężeń wyznacza się z następującej zależności:

$$K_{Ic}^S = 3(F_{\max} + 0,5\varpi) \frac{S(\pi a_c)^{1/2} F(\alpha_1)}{2W^2b}, \quad (6.5)$$

gdzie: 
$$F(\alpha_1) = \frac{1,99 - \alpha_1(1 - \alpha_1)(2,15 - 3,93\alpha_1 + 2,7\alpha_1^2)}{\sqrt{\pi^{0,5}(1 + 2\alpha_1)(1 - \alpha_1)^{3/2}}}, \quad (6.6)$$

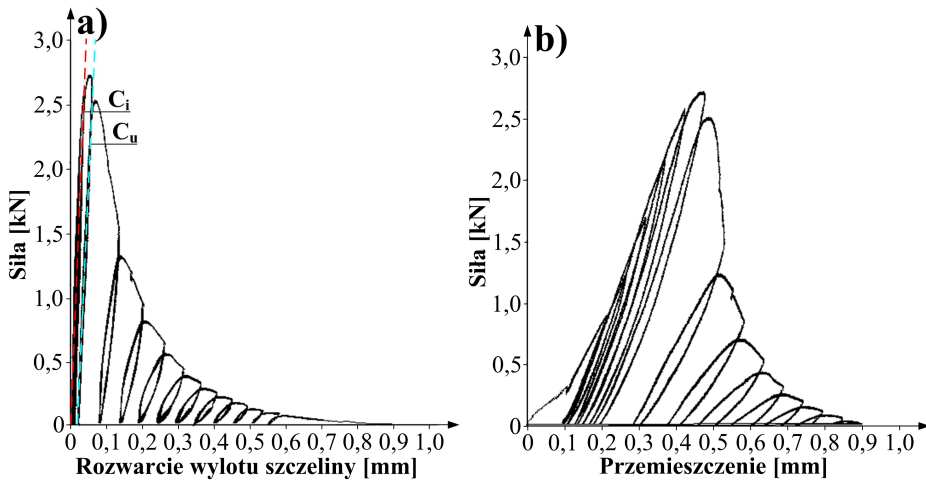
$$\alpha_1 = \frac{a_c}{W}, \quad (6.7)$$

$F_{\max}$  - zmierzone obciążenie maksymalne,  $\varpi = \frac{W_0S}{L}$ ,  $W_0$  - ciężar próbki.

## 6.2.6. Wyniki badań i ich analiza

### Analiza odporności na pękanie

Na Rys. 6.11. pokazano przykładowe wykresy funkcji  $F-CMOD$  i  $F-f$  wykonane dla jednej z próbek serii FA-20. Na wykresie zależności szerokości rozwarcia rysy od wartości działającej siły na czerwono zaznaczono styczną w pierwszej fazie wykresu, a na niebiesko w drugiej. Dzięki znajomości pochylenia krzywej  $F-CMOD$  w początkowych cyklach obciążenia próbki możliwe było wyznaczenie współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}^S$ .



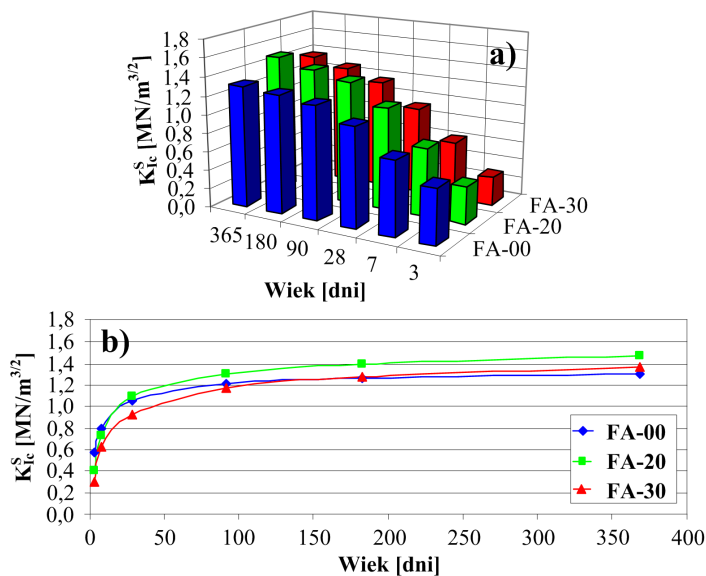
Rys. 6.11. Przykładowe krzywe zniszczenia dla betonu serii FA-20: a) zależność obciążenie – rozwarcie wylotu szczeliny ( $F-CMOD$ ), b) zależność obciążenie – przemieszczenie punktu przyłożenia siły ( $F-f$ )

W Tab. 6.5. i na Rys. 6.12. zestawiono i zobrazowano wyniki odporności na pękanie przy I modelu pękania.



Tab. 6.5. Wyniki badań odporności na pęknięcie przy I modelu pęknięcia

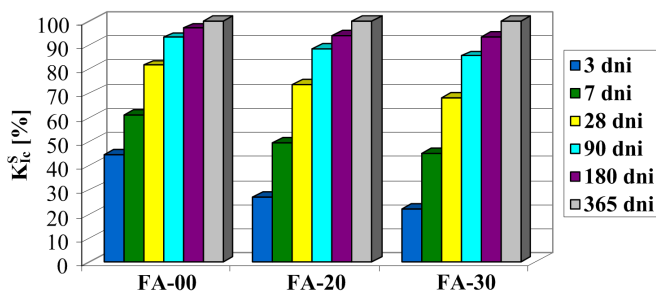
Beton	Wiek [dni]	$K_{Ic}^S$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$s$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$\nu$ [%]	$K_{Ic}^S, \text{max.}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_{Ic}^S, \text{min.}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]
FA-00	3	0,58	0,08	13,79	0,92	0,36
	7	0,79	0,09	11,39	1,14	0,57
	28	1,06	0,10	9,43	1,30	0,91
	90	1,21	0,08	6,61	1,49	1,02
	180	1,26	0,06	4,76	1,53	1,04
	365	1,30	0,05	3,85	1,51	1,10
FA-20	3	0,40	0,09	22,50	0,95	0,19
	7	0,73	0,09	12,33	1,02	0,60
	28	1,09	0,11	10,09	1,39	0,97
	90	1,31	0,10	7,63	1,52	0,99
	180	1,39	0,07	5,04	1,58	1,01
	365	1,48	0,06	4,05	1,62	1,07
FA-30	3	0,30	0,08	26,67	1,02	0,16
	7	0,62	0,08	12,90	1,22	0,36
	28	0,93	0,10	10,75	1,28	0,61
	90	1,17	0,09	7,69	1,43	0,98
	180	1,28	0,08	6,25	1,50	1,00
	365	1,37	0,07	5,11	1,61	1,01



Rys. 6.12. Odporność na pęknięcie  $K_{Ic}^S$  betonów: a) średnia, b) w funkcji wieku

Podobnie jak w przypadku wyników z badań wytrzymałościowych również wartości  $K_{lc}^S$  były w początkowych okresach dojrzewania betonów bardzo niskie. Wyraźnie było to widoczne w kompozytach z dodatkiem popiołów lotnych, w których po 3 dniach odporność na pękanie była o 30 i 50 % niższa odpowiednio dla FA-20 i FA-30, w porównaniu do wartości uzyskanej dla FA-00. W kolejnych okresach czasowych, już dla betonów dojrzałych następował szybki wzrost odporności na pękanie w betonie z 20% dodatkiem popiołów lotnych, dla którego wartości  $K_{lc}^S$  wyraźnie przewyższały wyniki uzyskiwane dla dwóch pozostałych materiałów. Większa ilość mikrowypełniacza w strukturze betonu powodowała, że FA-30 w pierwszych 3 miesiącach osiągnął wyraźnie najniższą odporność na pękanie. Z analizy Rys. 6.12.b można wnioskować, że moment kiedy beton FA-30 zaczyna przewyższać FA-00 w wartości  $K_{lc}^S$  występuje po około 140 dniach od wykonania zarobów. Okres dojrzewania kiedy beton z 30% dodatkiem popiołów lotnych uzyskuje taką samą wartość odporności na pękanie jak beton zwykły przypada zatem w zbliżonym czasie do odczytanego z Rys. 6.3.b w przypadku  $f_{cm}$  i znacznie później niż wynikało to z analizy przyrostu wytrzymałości na ściskanie  $f_{cm}$  (Rys. 6.1.b).

Porównując względne zmiany w czasie odporności na pękanie przy I modelu pęknięcia, Rys. 6.13. można stwierdzić, że tempo przyrostu tego parametru było w dużym stopniu zależne od rodzaju analizowanego kompozytu. Ponieważ beton FA-00 osiągnął prawie 45% końcowej wartości  $K_{lc}^S$  już po 3 dniach to późniejszy przyrost odporności na pękanie dla tego materiału był już dosyć stabilny. Wartości 3-dniowe  $K_{lc}^S$  w stosunku do 365-dniowych wynosiły odpowiednio 27% i 22% dla FA-20 i FA-30, a betony te charakteryzowały się gwałtownym wzrostem analizowanego parametru do 90. dnia dojrzewania. Po tym czasie ich odporność na pękanie stanowiła już ponad 80% wartości końcowych. Po między 90. a 365. dniem dojrzewania wyraźny przyrost  $K_{lc}^S$  widoczny był jedynie w betonie z 30% dodatkiem popiołów lotnych, Rys. 6.13.

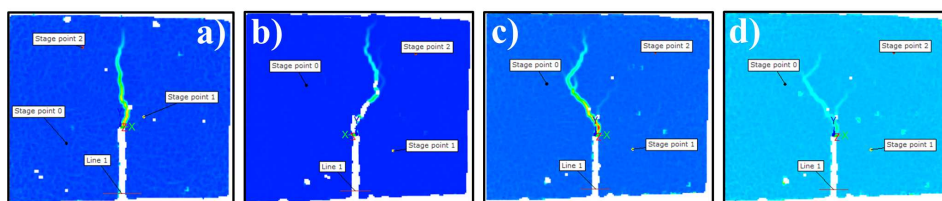


Rys. 6.13. Względne zmiany w czasie odporności na pękanie  $K_{lc}^S$  badanych betonów

## Analiza propagacji pęknięć

Dzięki wykorzystaniu systemu ARAMIS, w badaniach odporności na pękanie, możliwe było dokładne prześledzenie kolejnych etapów rozwoju rys pierwotnych w belkach. Analiza procesów propagacji pęknięć polegała na wygenerowaniu zdjęć, które były robione w trakcie obciążania próbek, a następnie porównaniu zmian jakie występowały w ścieżkach pęknięcia na kolejnych etapach obciążenia. Pozwoliło to m.in. na ustalenie czy propagacja rys przebiegała jednopłaszczyznowo, czy z zakrzywieniem trajektorii pęknięć. Na wykonanych zdjęciach było również dokładnie widać czy kształt rysy był jednorodny, czy z rozgałęzieniami, czyli w postaci tzw. „branches cracks”. Na Rys.6.14. pokazano wybrane różne rodzaje ścieżek pęknięcia zaobserwowane w trakcie badań. Wśród nich można było wyróżnić następujące ich typy:

- rysa quasi-prosta, Rys. 6.14.a,
- rysa zakrzywiona bez rozgałęzień lub z niewielkimi rozgałęzieniami, Rys. 6.14.b,
- rysa zakrzywiona z licznymi rozgałęzieniami, Rys. 6.14.c,
- rysa biegnąca dwukierunkowo, Rys. 6.14.d.



**Rys. 6.14. Przykładowe kształty rys zaobserwowane w badaniach systemem ARAMIS przy I modelu pęknięcia (opis w tekście)**

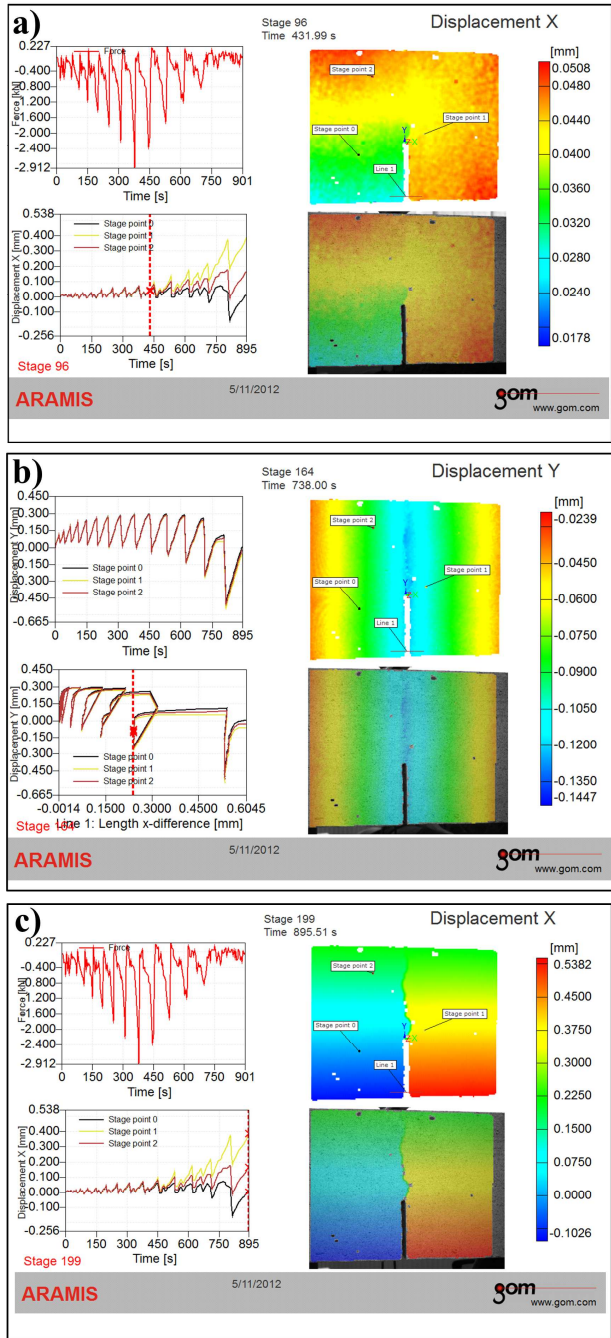
Należy zwrócić uwagę, że w większości przypadków o zniszczeniu belek decydowała jedna rysa biegnąca od wierzchołka szczeliny pierwotnej w kierunku miejsca przyłożenia siły, wyglądająca jak na Rys. 6.14.a. lub b. Były to więc pęknięcia z niewielkimi rozgałęzieniami i lekko zakrzywioną trajektorią propagacji. Taki kształt pęknięć makroskopowych był prawdopodobnie spowodowany inkluzjami występującymi w strukturze betonu występującymi na drodze bądź w sąsiedztwie ścieżek pęknięcia. Podobny sposób rozwoju uszkodzeń przy I modelu pęknięcia zaobserwowano również w badaniach SEM przedstawionych w pracy [20].

Wykonywanie zdjęć systemem ARAMIS, w krótkich odstępach czasu, umożliwiało ocenę dynamiki wzrostu rysy, oraz uchwycenie dokładnego momentu, w którym dochodziło do inicjacji rozwoju pęknięcia i zniszczenia elementu. Dzięki zastosowaniu tej metody możliwe było również zaobserwowanie różnic w procesach powstawania i propagacji rys dla poszczególnych rodzajów kompozytów w każdym z okresów ich dojrzewania.

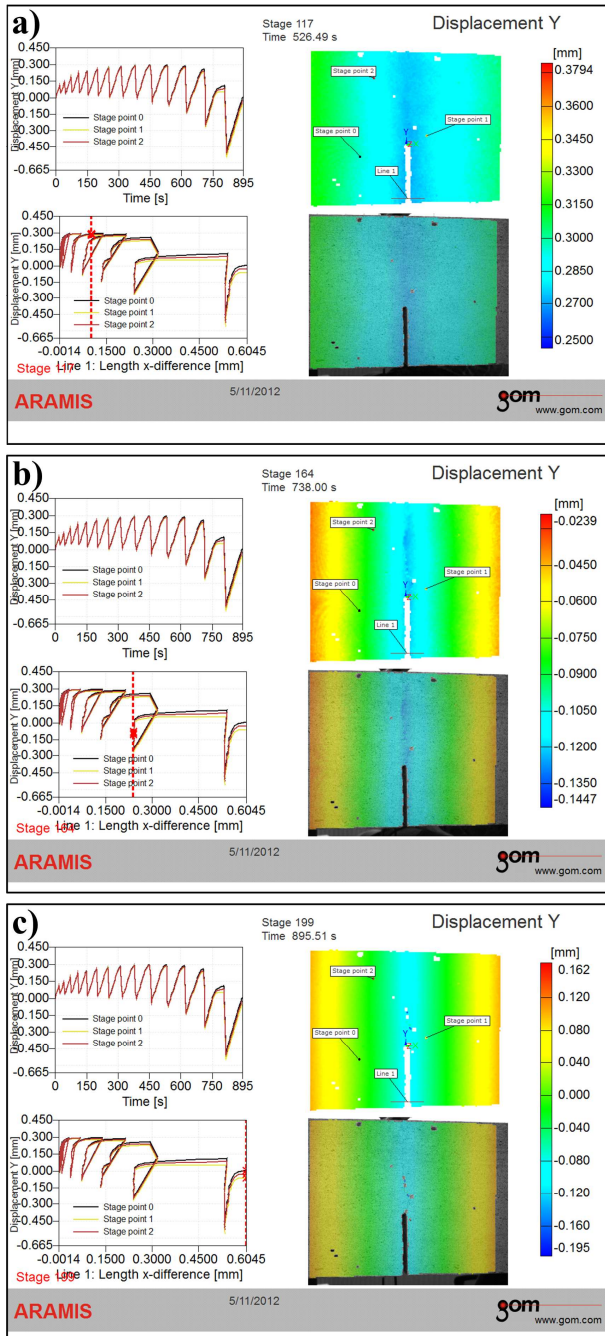
Na Rys. od 6.15. do 6.17. pokazano przykładowe i najczęściej występujące etapy rozwoju rysy pierwotnej, wykonane dla jednej z próbek FA-20/90. Rysunki 6.15. i 6.16. przedstawiają odpowiednio wygląd przemieszczeń względem osi X i Y, natomiast Rys. 6.17. odkształcenia główne dla tej samej próbki. Intensywność przemieszczeń i odkształceń w belce, której wycinek znajduje się po prawej stronie na każdym ze zdjęć, można ocenić na podstawie zamieszczonej w pobliżu skali kolorów. Każde zdjęcie w górnej części zawiera informacje o etapie badania, czyli numerze Stage, oraz czasie w jakim było ono wykonywane; licząc od rozpoczęcia testu. Po lewej stronie znajdują się dwa wykresy, z których górny pokazuje jak zmieniała się siła w trakcie badania, natomiast dolny przedstawia przemieszczenia obranych wcześniej punktów pomiarowych, por. Roz. 6.2.4.

Informacje o dokładnym czasie badania belek były istotne przy porównaniu propagacji uszkodzeń w próbkach dojrzewających w różnych wieku. Najczęściej całe badanie trwało około kilkunastu minut. Wyjściowy okres po którym powinno się pojawić pierwsze uszkodzenie ustalono na około 5 min i na tej podstawie dobrano szybkość przemieszczenia tłoka prasy. Taki schemat eksperymentu przyjęto dla belek 28-dniowych. Próbki w młodym wieku, o niskich opornościach na pękanie, ulegały zazwyczaj szybciej zniszczeniu, natomiast elementy starsze były w stanie pracować dłużej. Na Rys. 6.15.÷6.17. widać, że w belce badanej po 90 dniach rysa rozwija się jeszcze w sposób stabilny nawet po niemal 900 s czyli 15 min.

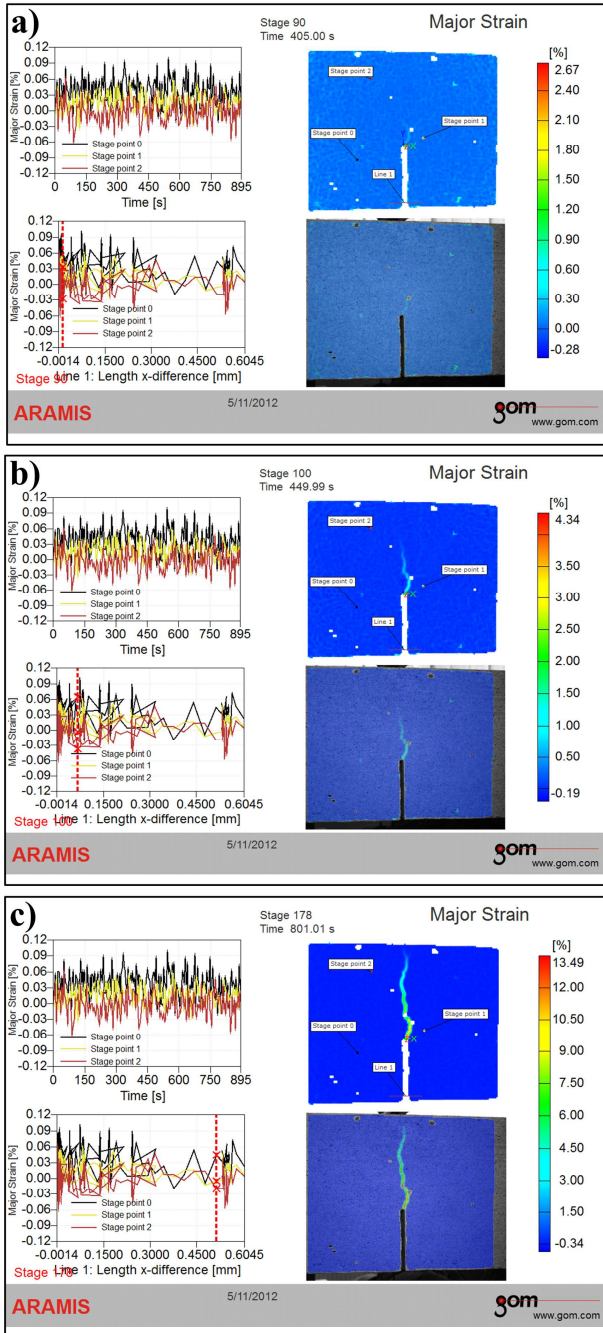
Szczególnie pomocne w ocenie kształtu i kierunku propagacji rys okazały się zdjęcia pokazujące odkształcenia główne w obszarze zamodelowanej szczeliny, Rys. 6.17. Wyraźny wygląd pęknięć posłużył m.in. do porównania wyników doświadczalnych z obliczeniami numerycznymi, które zostały zamieszczone w Roz. 8.3.4.



Rys. 6.15. Przykładowa propagacja rysy. Przemieszczenia względem osi X w wybranych krokach czasowych dla próbki FA-20/90

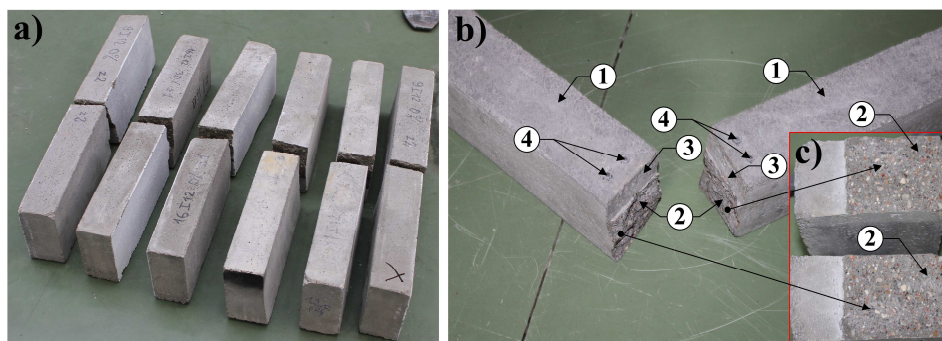


Rys. 6.16. Przykładowa propagacja rysy. Przemieszczenia względem osi Y w wybranych krokach czasowych dla próbki FA-20/90



Rys. 6.17. Przykładowa propagacja rysy. Odształcenia główne w wybranych krokach czasowych dla próbki FA-20/90

Widok zniszczonych belek po wykonanych badaniach pokazano na Rys. 6.18. Rys. 6.18.a przedstawia partię 6 zniszczonych próbek jednej serii betonu, natomiast Rys. 6.18.b i c zawierają charakterystyczne szczegóły belek wraz ze zbliżeniem pękniętych powierzchni.



**Rys. 6.18. Widok belek po przeprowadzonych badaniach: a) partia belek, b) szczegóły belek, c) zbliżenie pękniętych powierzchni; 1 – belka, 2 – powierzchnia pęknięcia, 3 – miejsce w którym umieszczona była stalowa wkładka, 4 – kolki**

Makroskopowa ocena zniszczonych stref w belkach wykazała, że uszkodzenia występowały w ITZ pomiędzy kruszywem grubym a zaczynem, oraz bezpośrednio w matrycy cementowej. W betonach dłużej dojrzewających serii FA-20 i częściowo FA-00 widoczne były pęknięcia typu łupliwego. Młode betony z 30% dodatkiem popiołów lotnych zawierały w strukturze osnowy pęknięcia dekohezyjne, oraz kawerny powstałe po separacji ziaren wypełniaczy podczas procesu destrukcji materiału.

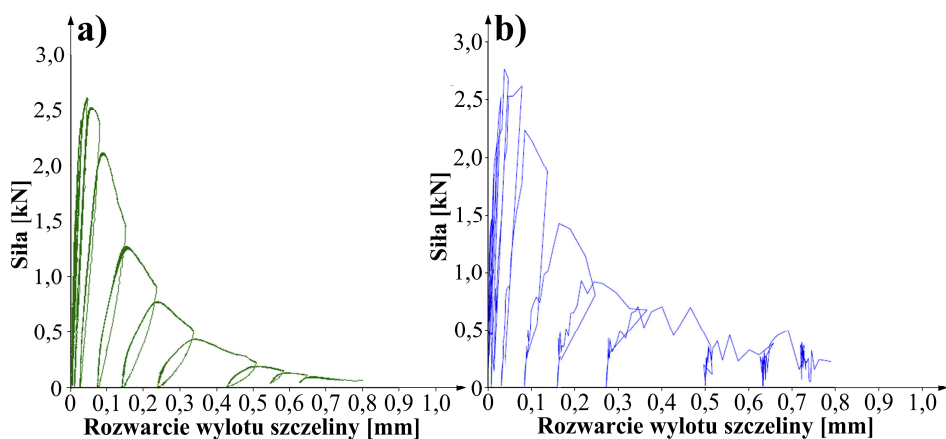
Zaobserwowane makroskopowo rodzaje pęknięć w poszczególnych kompozytach mogą świadczyć o wysokiej wytrzymałości matrycy cementowej w dojrzałych betonach referencyjnych i z 20% dodatkiem popiołów lotnych, oraz słabych parametrach tej fazy w przypadku FA-20 i FA-30 po 3 i 7 dniach dojrzewania. Więcej szczegółowych informacji o mikrostrukturze pęknięć w analizowanych betonach dostarczyły badania mikroskopowe, które zostaną omówione w Roz. 7.1.

### **Porównanie wyników z prasy MTS 810 i systemu ARAMIS**

Na Rys. 6.19. pokazano porównanie przykładowych wykresów  $F - CMOD$  tzn. uzyskanego na prasie MTS z podłączonym ekstensometrem osiowym (Rys. 6.19.a), oraz stworzonego w systemie ARAMIS (Rys. 6.19.b) dzięki zastosowaniu linii pomiarowej umiejscowionej w strefie wylotu rys, por. Roz. 6.2.4. Wykresy wykonano dla jednej z próbek FA-20/28 i widać, że charakteryzują się one dosyć dobrą zbieżnością. Podobieństwa dotyczą kształtu obu wykresów i pochylenia krzywych, szczególnie w istotnych dla wyników odporności



na pękanie pierwszych dwóch cyklach obciążenia. W obu przypadkach zaobserwowano również te same wartości sił maksymalnych, na podstawie których oblicza się wartość współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}^S$ . Po kilku cyklach zmęczeniowych podobieństwa w wykresach zaczynają się wyraźnie zacieśniać. Z uwagi na zewnętrzne uszkodzenia w warstwie belki z naniesionym deseniem wykres  $F - CMOD$  otrzymany w systemie ARAMIS przybiera w końcowej fazie chaotyczny kształt. W momencie kiedy badanie zbliżało się do końca i makroskopowo widoczne już były odspojenia betonu w obszarze propagacji rys, system ARAMIS przestawał w tych momentach odnajdywać współrzędne zapisanych przez program punktów bazowych. W miejscach, w których nie było już betonu z deseniem, pojawiały się na zdjęciach białe piksele. Sytuację taką można zaobserwować na Rys. 6.14.b w dolnej części rysy. Innym objawem występujących uszkodzeń i związanych z tym ubytkiem wierzchniej warstwy betonu były zaburzenia na wykresie  $F - CMOD$  widoczne w końcowych cyklach obciążenia belki na Rys. 6.19.b.



Rys. 6.19. Wykresy zależności  $F - CMOD$  dla próbki FA-20/28: a) na podstawie odczytów z ekstensometru, b) na podstawie wyników z systemu ARAMIS

### 6.2.7. Podsumowanie badań odporności na pękanie wg I modelu pęknięcia

W prezentowanych badaniach wartości współczynnika intensywności naprężeń zawierały się w przedziale od 0,3 do 1,48  $\text{MN}/\text{m}^{3/2}$ . Największą odporność na pękanie osiągnął beton z 20% dodatkiem popiołów lotnych po: 28, 90, 180 i 365 dniach. Najniższe wartości  $K_{Ic}^S$  odnotowano w przypadku kompozytu FA-30 badanego w młodym wieku; jednak po dłuższym okresie dojrzewania odporność na pękanie tego materiału wyraźnie zaczęła wzrastać. Po pół roku i po roku wartości  $K_{Ic}^S$  dla FA-30 były już wyższe w porównaniu

do FA-00. Po makroskopowej ocenie uszkodzeń na powierzchniach zniszczenia belek można stwierdzić, że o zachowaniu się betonów w trakcie obciążania próbek decydowała głównie struktura matrycy cementowej i ITZ w obszarze ziaren kruszywa grubego.

W badaniach, do oceny powierzchniowej propagacji rys w belkach, wykorzystano system cyfrowej korelacji obrazu ARAMIS. Pozwolił on na wyodrębnienie czterech różnych ścieżek pęknięcia w trakcie badań belek. Najczęściej o zniszczeniu próbek decydowała rysa propagująca się z niewielkim odchyleniem od pionu wzdłuż linii łączącej wierzchołek rysy pierwotnej i miejsce, w którym przyłożone było obciążenie skupione, Rys. 6.14.a, b. Jej kształt przypominał często płomień palącej się świecy. Część z występujących uszkodzeń miała formę w postaci pęknięć zakrzywionych z rozbudowaną siatką rozgałęzień. Dzięki analizie zdjęć wygenerowanych w systemie ARAMIS możliwe było ciągłe śledzenie procesu rozwoju pęknięć w belkach na różnych płaszczyznach odniesienia, oraz dokładna analiza uszkodzenia próbki na dowolnym etapie jej obciążenia. Porównanie wykresów  $F-CMOD$  otrzymanych na podstawie odczytów z ekstensometru blaszkowego oraz systemu ARAMIS wykazało wyraźne zbieżności w wynikach uzyskanych z obu urządzeń pomiarowych.

### **6.3. Badania odporności na pęknięcie wg II modelu pęknięcia**

#### **6.3.1. Metodyka badań**

Dotychczasowe badania nad wpływem dodatku krzemionkowych popiołów lotnych na procesy pęknięcia w betonach cementowych związane były przede wszystkim z oceną ich odporności na pęknięcie przy I modelu pęknięcia tzn. rozciąganiu. Na ten temat ukazały się opracowania dotyczące wpływu tych suplementów spoiwa na pracę zarówno betonów zwykłych [201, 407] jak i wysokowartościowych [33, 347, 371].

Z danych literaturowych wynika, że efekt oddziaływania popiołów lotnych na kruche pęknięcie betonu przy ścinaniu był do tej pory badany niesystematycznie. Ponieważ w praktyce inżynierskiej problem awarii powstających na skutek przekroczenia dopuszczalnych naprężeń ścinających może dotyczyć różnych rodzajów konstrukcji takich jak np.: belki żelbetowe, belki ściany, stropy głowicowe [242] bądź zapory wodne, w pracy podjęto próbę oceny zachowania się kompozytów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych poddanych oddziaływaniu tego rodzaju naprężeń. W teorii mechaniki pęknięcia występuje rozróżnienie na: II model pęknięcia obrazujący ścinanie w kierunku podłużnym do krawędzi szczeliny, oraz model III, w którym dochodzi w istocie do rozdzielania materiału, por. Roz. 3.4.2. Z tego względu ocenę odporności na pęknięcie przy ścinaniu w przedmiotowych betonach wykonano w oparciu zarówno o II jak i III model pęknięcia.

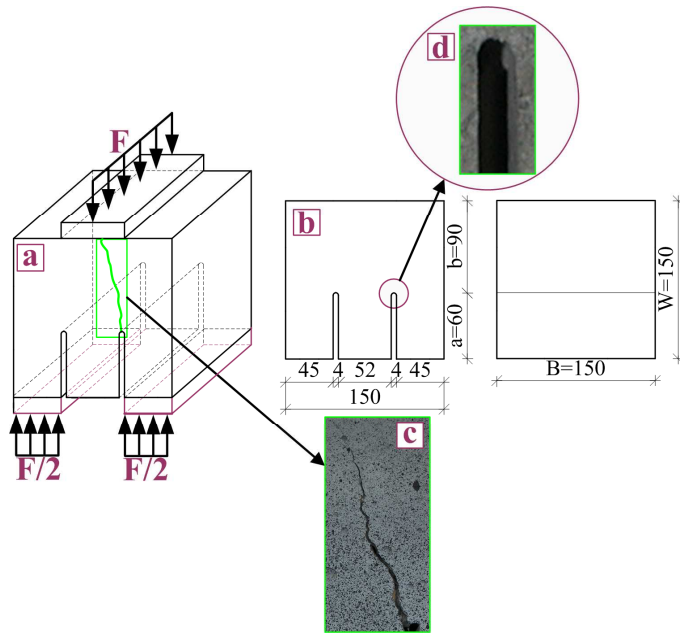
W bieżącym rozdziale zostaną przedstawione badania odporności na pękanie betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych przy II modelu pękania zrealizowane na tej samej maszynie wytrzymałościowej, na której były wykonywane testy rozciągania, na belkach trójpunktowo zginanych. Również w tych badaniach, do analizy propagacji rys w próbkach, wykorzystano system ARAMIS. Przy jego pomocy wykonano dodatkowo wykresy krzywych zniszczenia dla każdej z próbek, które porównano później z wynikami uzyskanymi na prasie MTS 810. Makroskopową odporność na pękanie w betonach wyznaczano na podstawie znajomości współczynników intensywności naprężeń  $K_{IIC}$ , które były zależne od wartości sił powodujących rozwój uszkodzeń w badanych próbkach.

### 6.3.2. Wybór próbki do badań i jej przygotowanie

Aby prawidłowo i dokładnie przeanalizować procesy pękania betonu przy II modelu pękania należy przeprowadzić prace eksperymentalne z zastosowaniem odpowiednich elementów badawczych. Różne typy próbek do badania betonu wg II modelu pękania można znaleźć w publikacjach [23, 44, 115, 119, 122, 124, 125, 128, 129, 292-295, 308, 311-313, 381] i książce opisującej sposoby określania współczynników intensywności naprężeń w materiałach [240]. W przypadku betonu najbardziej popularną jest próbka typu Compact Shear (Compact Shear Specimen – CSS) [44, 115, 119, 122, 124, 125, 128, 129, 292-295, 311, 381]. Na takich próbkach wykonano do tej pory wiele istotnych badań doświadczalnych oceniających wpływ różnych czynników na wartość parametru  $K_{IIC}$  [44, 125, 128, 292-295, 381]. Dla modeli typu CSS prowadzono również rozważania teoretyczne i analizy numeryczne dotyczące m.in.: kierunków ścieżek pękania i kątów ich pochylenia. Interesujące symulacje tego typu opisano w pracy [273] traktując beton jako materiał idealnie sprężysty. Bardziej realistyczne rozwiązanie zaproponowano w [124, 129], gdzie przedstawiono wyniki analiz numerycznych wykonanych w programie Abaqus, wykorzystując w obliczeniach rozszerzoną metodę elementów skończonych – Extended Finite Element Method (XFEM). Opracowany w tym programie przestrzenny model 3D kostki pozwalał na bardzo dokładne prześledzenie procesów pękania w obciążonym elemencie, dzięki zamodelowaniu próbki w taki sposób, że możliwe było obserwowanie poszczególnych etapów jej uszkodzania od momentu inicjacji pęknięcia, poprzez etap jego propagacji aż do zniszczenia próbki. W przedstawionym modelu wyniki analiz numerycznych były zbieżne zarówno ilościowo jak i jakościowo z wynikami badań eksperymentalnych. Zaobserwowano ściśle podobieństwo, co do: kształtu występujących rys, wartości sił krytycznych, wykresów siła – przemieszczenie, sposobów zniszczenia próbek. Szczegółowe informacje dotyczące wspomnianego modelu zostaną przedstawione w Roz. 8.4.

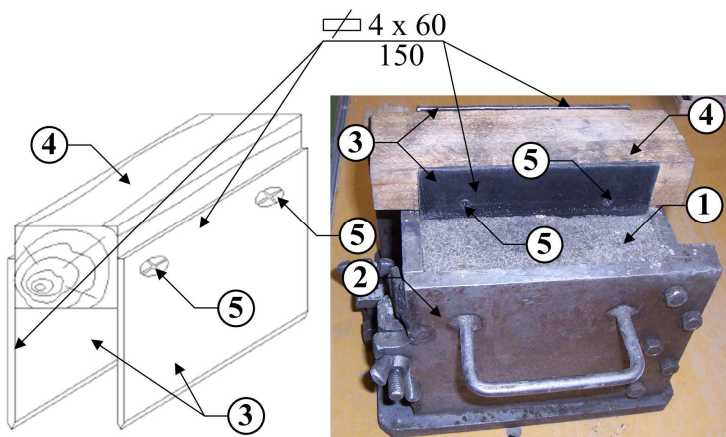
W oparciu o przegląd literatury i analizy teoretyczne do badania odporności na pękanie przy II modelu pękania zastosowano elementy sześciennie o boku 150 mm z dwoma rysami pierwotnymi, które były obciążane siłą roz-

łożoną równomiernie w środkowej strefie kostki pomiędzy rysami. Schemat zastosowanej próbki oraz jej wymiary i geometrię z istotnymi szczegółami pokazano na Rys. 6.20.



**Rys. 6.20.** Próbkę do badania odporności na pęknięcie przy II modelu pęknięcia, a – schemat statyczny i obciążenia, b – geometria z wymiarami, c – przykładowa ścieżka pęknięcia, d – płaska końcówka rysy pierwotnej

Próbki wykonywano w formach stalowych. Założone wymiary rys pierwotnych uzyskano poprzez zabetonowanie w formowanych sześcianach dwóch stalowych zaokrąglonych płaskowników mających grubość 4 mm i kąt wierzchołkowy ostrza równy  $30^\circ$ . Aby zapewnić dokładne umieszczenie stalowych wkładek w konkretnych strefach próbki, oraz nie dopuścić do ich niekontrolowanego przemieszczania się w strukturze świeżej mieszanki betonowej przymocowano je do drewnianego klina  $30 \times 52 \times 150$  mm wkrętami uniwersalnymi z łbem stożkowym  $4 \times 45$  mm. Etap formowania próbek pokazano na Rys. 6.21.



**Rys. 6.21. Widok próbki w trakcie formowania; 1 – próbka, 2 – forma, 3 – wkładka stalowa formująca szczelinę, 4 – klin drewniany, 5 – wkręty**

Podobnie jak miało to miejsce przy formowaniu fikcyjnych pęknięć w belkach, również w przypadku wykonywania sześciątów wkładki stalowe były usuwane z kostek niedługo po ich zabetonowaniu. W wyniku tego powierzchnie rys miały podczas badania stępiony płaski kształt, co dokładnie widać na Rys. 6.20.d.

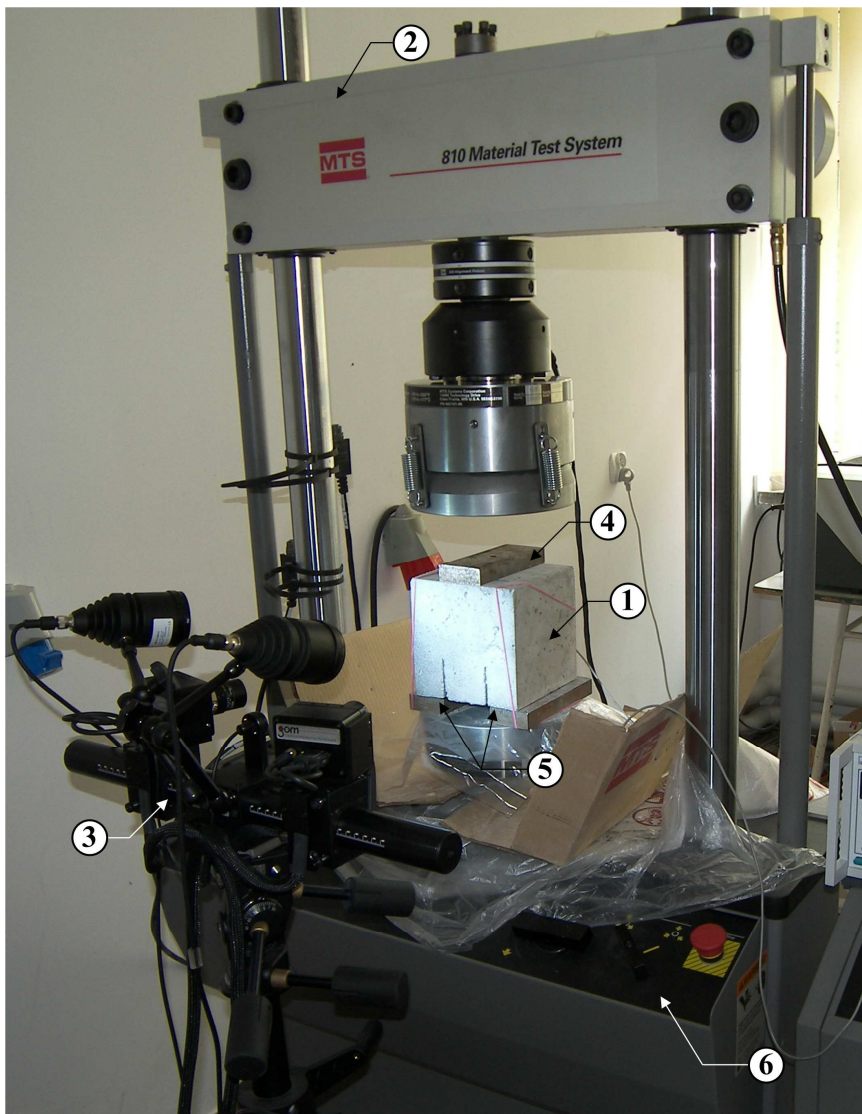
Przygotowanie rys pierwotnych w próbkach badanych przy II modelu pęknięcia, poprzez zabetonowanie w nich stalowych płaskowników, jest jednym z dwóch sposobów na przeprowadzenie tej czynności. Rysy takie mogą również zostać wykonane w wyniku nacięcia powierzchni betonu piłą diamentową [308]. W takim przypadku wymagane jest jednak zastosowanie odpowiedniego specjalistycznego sprzętu, oraz dużej precyzji w trakcie nacinania próbki.

### 6.2.3. Stanowisko badawcze

Do badań odporności na pękanie przy II modelu pęknięcia przygotowano stanowisko, którego widok pokazano na Rys. 6.22.

Na dolnej głowicy prasy umieszczono układ podpierający kostki, który składał się z dwóch sztywnych stalowych płyt o wymiarach 10 x 45 x 150 mm, z których jedna była podporą ruchomą zaś druga stałą. Siła na próbkę była przekazywana przez płytę górną – 10 x 52 x 150 mm umieszczoną w obszarze pomiędzy rysami pierwotnymi. Cały proces propagacji pęknięć, tak jak w przypadku badań przy I modelu pęknięcia, zapisywano w postaci zdjęć dzięki systemowi ARAMIS. Aby uzyskać jak najlepszą jakość wyników – czujnik systemu ustawiono w bardzo bliskiej odległości od obserwowanej powierzchni próbki, Rys. 6.22.

Ponieważ część próbek podczas badań ulegała wyraźnym uszkodzeniom, czego wynikiem były odspojenia zewnętrznej warstwy betonu, aby nie dopuścić do zanieczyszczenia dolnej głowicy prasy oraz pulpitu sterownia ręcznego przesterzeń w najbliższej okolicy próbki zabezpieczono kartonem i folią, Rys. 6.22.



Rys. 6.22. Widok stanowiska badawczego; 1 – próbka, 2 – prasa MTS 810, 3 – elementy systemu ARAMIS, 4 – płyta przekazująca siłę na próbkę, 5 – układ wsporczy, 6 – pulpit prasy

### 6.3.4. Procedura badawcza

#### Badanie z wykorzystaniem prasy MTS 810

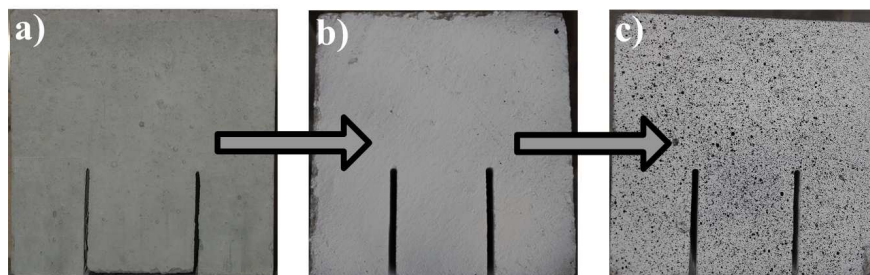
Badania polegały na statycznym obciążaniu próbek przez jednostajny przyrost siły, który był regulowany za pomocą szybkości przemieszczenia głowicy prasy w funkcji czasu. Wartość przemieszczenia założono na poziomie 0,25 mm/min tak aby czas od momentu przyłożenia obciążenia do chwili wystąpienia w próbce siły krytycznej  $F_Q$ , powodującej rozwój rysy pierwotnej, wyniósł około kilku minut. MTS w trakcie badań dokonywał zapisu siły i przemieszczenia dolnej głowicy tłoka w czasie. Uzyskane w ten sposób dane pozwoliły na wykonanie wykresów zależności:

- obciążenie ( $F$ ) – czas ( $t$ ),
- obciążenie – przemieszczenie ( $f$ )

oraz określenie wartości  $F_Q$ , a w konsekwencji wyznaczenie  $K_{IIc}$ .

#### Badania za pomocą systemu ARAMIS

Powierzchnie próbek z rysami, które miały być badane systemem ARAMIS przygotowano poprzez pomalowanie ich wapnem a następnie naniesienie desena w postaci czarnych kropek. Na Rys. 6.23. pokazano widok surowej próbki oraz kostki w kolejnych etapach jej przygotowania do badań.



Rys. 6.23. Etapy przygotowania próbek do badań: a) próbka surowa, b) próbka pomalowana wapnem, c) próbka z naniesionym deseniem

W przypadku próbek o wymiarach 150 x 150 mm ustawienie zakresu pola pomiarowego oraz kalibracja systemu było zadaniem o wiele prostszym niż miało to miejsce w przypadku belek o długości 700 mm. Przy badaniach kostek pole pomiarowe stanowiła cała powierzchnia próbki, nie było zatem konieczności wydzielenia odrębnej przestrzeni do obserwacji rozwoju rys pierwotnych. Kalibrację systemu przeprowadzono przy pomocy płytki z krzyżem kalibracyjnym wg zasady opisanej w Roz. 6.2.4. Następnie przystąpiono do utworzenia w programie projektu pomiarowego 3D, co było poprzedzone zeskanowaniem po-

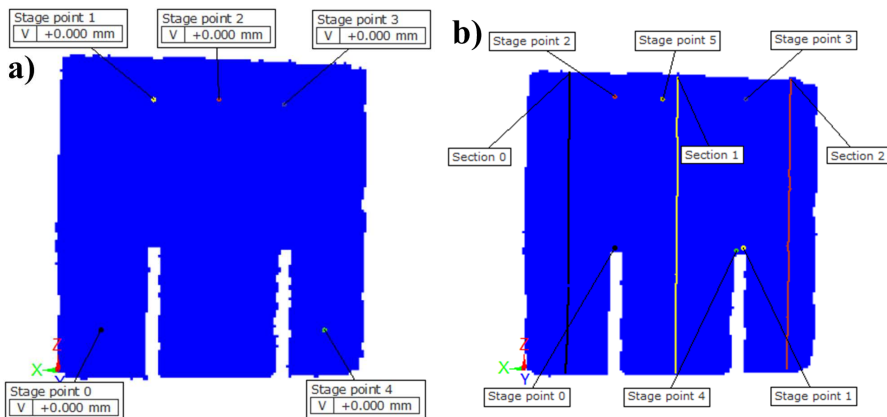
wierzchni sześcianu. Ten etap przygotowań do badań pokazano na Rys. 6.24. Zdjęcia procesów pęknięcia w próbkach wykonywano, od początku ich obciążenia aż do zniszczenia, w sposób ciągły. W przypadku większości kostek badanie trwało od 5 do 10 minut.



**Rys. 6.24. Widok próbek do zeskanowania przez program systemu ARAMIS**

Po zebraniu wyników z przeprowadzonych eksperymentów wykonano dla każdej z próbek obliczenia w systemie ARAMIS. Podobnie jak miało to miejsce w przypadku badań belek, na powierzchni kostek umieszczono punkty pomiarowe a następnie analizowano ich przemieszczenia wraz z narastającym obciążeniem. Wygenerowano również zdjęcia pokazujące odkształcenia kostki i wgląd ścieżek pęknięcia. Aby dokładnie poznać zachowanie się całej próbki podczas jej obciążania na jej powierzchni obrano pięć punktów pomiarowych usytuowanych w kilku odrębnych jej strefach. W przypadku analizy przemieszczeń w programie umieszczono również trzy przekroje – Section, jeden w środkowej części pomiędzy rysami i dwa w obszarach bocznych próbki. Rozmieszczenie punktów pomiarowych i przekrojów pokazano na Rys. 6.25. Dla każdej z próbek wykonano wykresy: siła – czas i siła – przemieszczenie, które porównano później z wynikami uzyskanymi na prasie MTS.





Rys. 6.25. Miejsca pomiarowe umieszczone na próbce: a) w analizie przemieszczeń, b) w analizie odkształceń

### 6.3.5. Wyznaczenie odporności na pękanie

Znając wartości sił  $F_Q$ , które odczytano z wykresów  $F - f$  odporność na pękanie  $K_{IIC}$  przy II modelu pęknięcia wyznaczono z wzoru 6.8. podanego w [381] przez J. Watkinsa

$$K_{IIC} = \frac{5,11F_Q}{2Bb} \sqrt{\pi a}, \quad (6.8)$$

gdzie:  $F_Q$  – siła krytyczna powodująca rozwój rysy pierwotnej, identyfikowana na wykresach zniszczenia jako niewielkie załamanie lub ekstremum krzywej (Rys. 6.26.),  $B$  – grubość próbki,  $b$  – wysokość próbki powyżej rysy pierwotnej,  $a$  – długość rysy pierwotnej.

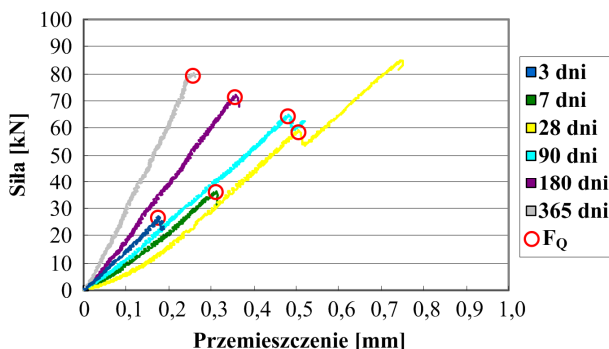
### 6.3.6. Wyniki badań i ich analiza

#### Analiza odporności na pękanie

Na Rys. 6.26. pokazano przykładowe wykresy funkcji  $F - f$  wykonane dla przykładowych próbek betonu FA-20, w analizowanych okresach czasowych. Dodatkowo, na każdej z krzywych zniszczenia, zaznaczono miejsca, w których występowały siły  $F_Q$  niezbędne do wyznaczenia parametru  $K_{IIC}$ .

Analizując wykresy  $F - f$  uzyskane dla wszystkich badanych betonów w przedziale pomiędzy 3. a 365. dniem, można zaobserwować dwa odmienne przypadki opisujące kształt krzywych, oraz moment, w którym dochodziło do wystąpienia sił krytycznych. Betony z dodatkiem popiołów lotnych charakteryzowały się głównie quasi-plastycznym sposobem zniszczenia. Rozwój rys

pierwotnych w tych kompozytach przebiegał najczęściej dwuetapowo, tzn. rysa rozwijała się z wyraźnym podziałem na: moment wstępnego uszkodzenia przy siłę  $F_Q$  i końcowy etap propagacji trwający do wystąpienia siły niszczącej. Ten przypadek jest wyraźnie widoczny na Rys. 6.26. w odniesieniu do betonu 7- i 28-dniowego. Betony bez dodatku popiołów lotnych charakteryzowały się kruchym sposobem zniszczenia. W takich sytuacjach rysy początkowo rozwijały się stabilnie, po czym zauważalne było gwałtowne załamanie na wykresie  $F - f$  i wyraźny rozwój pęknięcia. Drugi sposób zniszczenia próbek, charakterystyczny był również dla betonu FA-20 po: 3, 180 i 365 dniach dojrzewania, Rys. 6.26.



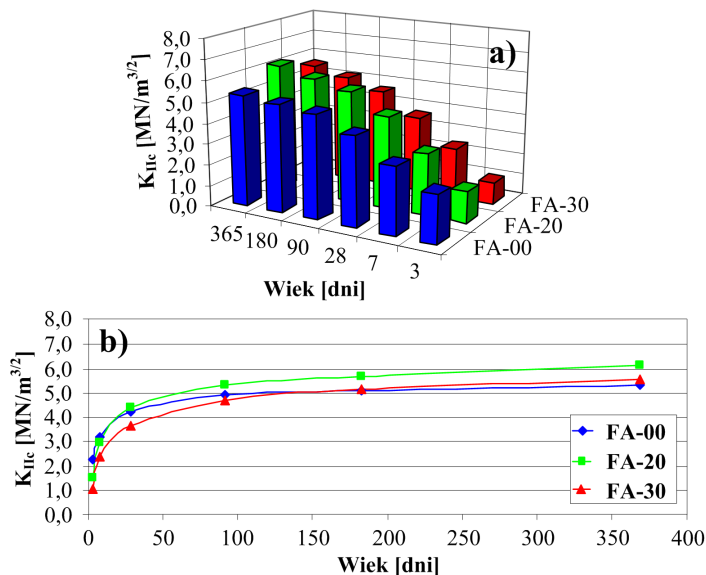
Rys. 6.26. Wykresy zależności siła – przemieszczenie dla betonu FA-20

W przypadku kompozytów, które miały wysoką odpornością na pęknięcie wartości sił krytycznych dochodziły do 80 kN, natomiast dla materiałów o niskim  $K_{IIc}$  mieściły się w przedziale od 10 do 20 kN. Dla betonów z najwyższymi wartościami współczynników intensywności naprężeń tzn. FA-20/365 odnotowywano siły krytyczne powyżej 80 kN, natomiast w przypadku kilku próbek z serii FA-30/3 siły  $F_Q$  nie przekraczały nawet wartości 10 kN.

W Tab. 6.6. i na Rys. 6.27. zestawiono wyniki odporności na pęknięcie przy II modelu pęknięcia. Po 3 i 7 dniach wyraźnie najniższą odpornością na pęknięcie charakteryzował się beton z 30% dodatkiem popiołów lotnych, natomiast najwyższą beton referencyjny. Od 28. dnia do roku we wszystkich okresach czasowych najwyższą wartość  $K_{IIc}$  odnotowano dla FA-20. W betonach z większą ilością dodatku charakterystyczny jest znaczny przyrost odporności na pęknięcie w późniejszych czasie. Wg Rys. 6.27. beton FA-30 zaczyna przewyższać FA-00 w wartości  $K_{IIc}$  po około 150 dniach od wykonania zarobów co jest prawie identycznym rezultatem jak w przypadku analizy rozkładu  $K_{Ic}^S$  dla tych kompozytów.

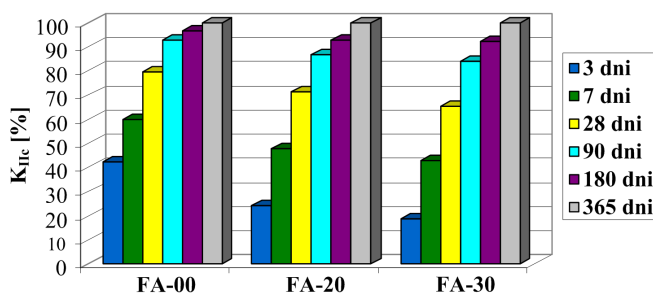
Tab. 6.6. Wyniki badań odporności na pękanie przy II modelu pękania

Beton	Wiek [dni]	$K_{IIc}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$s$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$\nu$ [%]	$K_{IIc, max.}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_{IIc, min.}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]
FA-00	3	2,26	0,38	16,81	2,50	1,96
	7	3,18	0,41	12,89	3,47	2,88
	28	4,24	0,40	9,43	4,66	3,92
	90	4,93	0,35	7,10	5,19	4,80
	180	5,12	0,30	5,86	5,31	4,89
	365	5,31	0,24	4,52	5,45	5,22
FA-20	3	1,48	0,34	22,97	1,79	1,03
	7	2,93	0,40	13,65	3,18	2,61
	28	4,39	0,51	11,62	4,72	4,11
	90	5,33	0,41	7,69	5,72	5,19
	180	5,70	0,32	5,61	5,94	5,52
	365	6,14	0,29	4,72	6,30	5,96
FA-30	3	1,05	0,25	23,81	1,28	0,71
	7	2,40	0,31	12,92	2,62	2,11
	28	3,65	0,42	11,51	3,89	3,37
	90	4,68	0,38	8,12	4,93	4,36
	180	5,16	0,34	6,59	5,29	5,01
	365	5,58	0,27	4,84	5,75	5,44



Rys. 6.27. Odporność na pękanie  $K_{IIc}$  betonów: a) średnia, b) w funkcji wieku

Porównując względne zmiany odporności na pękanie przy II modelu pękania, Rys. 6.28. można zauważyć szybki przyrost  $K_{IIc}$  po 3 i 7 dniach dojrzewania w betonie FA-00 i niski w kompozytach z dodatkiem popiołów lotnych. Bardzo niską odporność na pękanie zanotowano w odniesieniu do betonu FA-30 po 3 dniach. Stanowiła ona jedynie 18% wartości 365-dniowej. W przypadku betonu referencyjnego największy przyrost odporności na pękanie występuje w okresie pierwszych 28 dni, natomiast w pozostałych dwóch betonach znaczące tendencje wzrostowe są charakterystyczne dla betonów dojrzewających w okresie powyżej 4 tygodni.



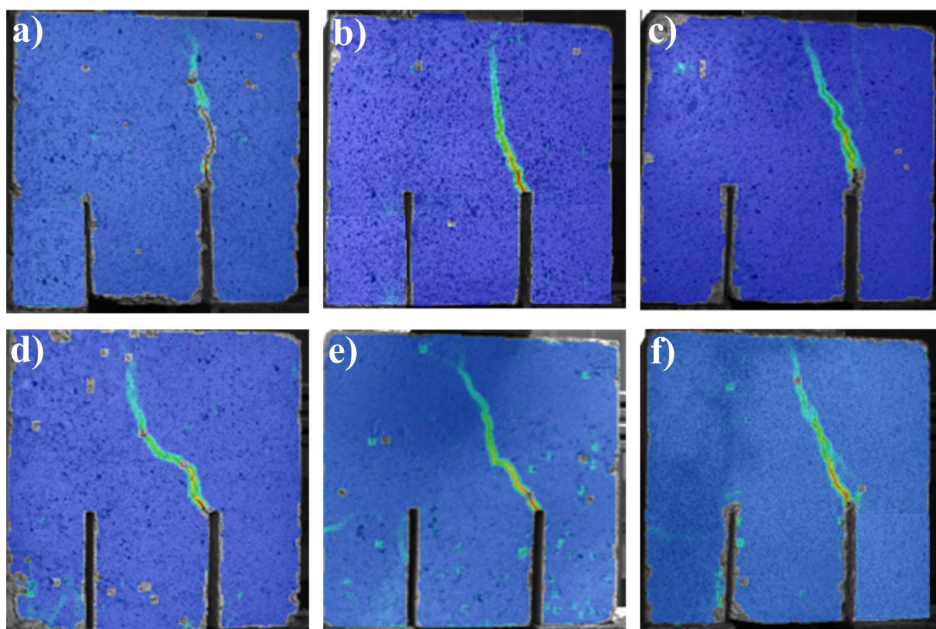
Rys. 6.28. Względne zmiany w czasie odporności na pękanie  $K_{IIc}$  badanych betonów

### Analiza propagacji pęknięć

W badaniach odporności na pękanie betonów przy II modelu pękania, wykonywanych uprzednio na próbkach typu CSS, zaobserwowano kilka różnych przypadków rozwoju zamodelowanych fikcyjnych rys. W trakcie eksperymentów oceniających wpływ kruszywa grubego na procesy pękania betonów próbki ulegały uszkodzeniom głównie wzdłuż, bądź pod kątem do rysy pierwotnej [44, 125, 128, 292]. W innych badaniach przeprowadzonych na próbkach typu CSS zaobserwowano pęknięcia w postaci dwóch rys bliźniaczych, gwałtowne zniszczenie (ścięcie) próbki na przedłużeniu rysy pierwotnej [125, 128, 292] i występowanie pęknięć symetrycznych [122, 381].

Na Rys. 6.29. przedstawiono wybrane charakterystyczne kształty rys zaobserwowane w badaniach odporności na pękanie betonów z dodatkiem popiołów lotnych przy II modelu pękania. Ponieważ analizowane materiały ulegały zniszczeniom głównie w sposób quasi-plastyczny w większości próbek kształty rys były niejednorodne natomiast ich kierunki propagacji występowały pod kątem do rysy pierwotnej. Tylko w próbkach z betonu FA-00 i w części betonów z dodatkiem popiołów lotnych o wysokim wskaźniku kruchości można było zaobserwować proste bądź quasi-proste kierunki rozwoju rys. Taki przypadek pokazano na Rys. 6.29.a. Na Rys. 6.29.b i c widoczne są kształty pęknięć propagujących się pod kątem z odchyleniem w lewą bądź prawą stronę. Na obu zdję-

ciach kierunek rysy na długości jest względnie stały. Często w kompozytach o bardziej heterogenicznych strukturach i mniejszej kruchości rysy zmieniały kształt i kierunek propagacji co było prawdopodobnie powodowane napotykaniami w trakcie rozwoju pęknięć dużych inkluzji w postaci ziaren kruszywa grubego, które dodatkowo mogły ulegać obrotowi w strukturze matrycy betonu. Widać to wyraźnie na Rys. 6.29.d i częściowo na Rys. 6.29.e. W przypadku betonów z dodatkiem popiołów lotnych, w kilku przypadkach, zaobserwowano występowanie rozgałęzień w okolicach końca rysy (Rys. 6.29.e), lub jej początku (Rys. 6.29.f). Kształty rys z Rys. 6.29.a-c odpowiadają z dużym przybliżeniem krzywemu zniszczeniu z Rys. 6.26. dla betonów badanych po 180 i 365 dniach, natomiast kierunki propagacji pęknięć z Rys. 6.29.d-f można korelować z quasi-plastycznym sposobem zniszczenia próbek zaobserwowanym dla betonu FA-20/28, Rys. 6.26.



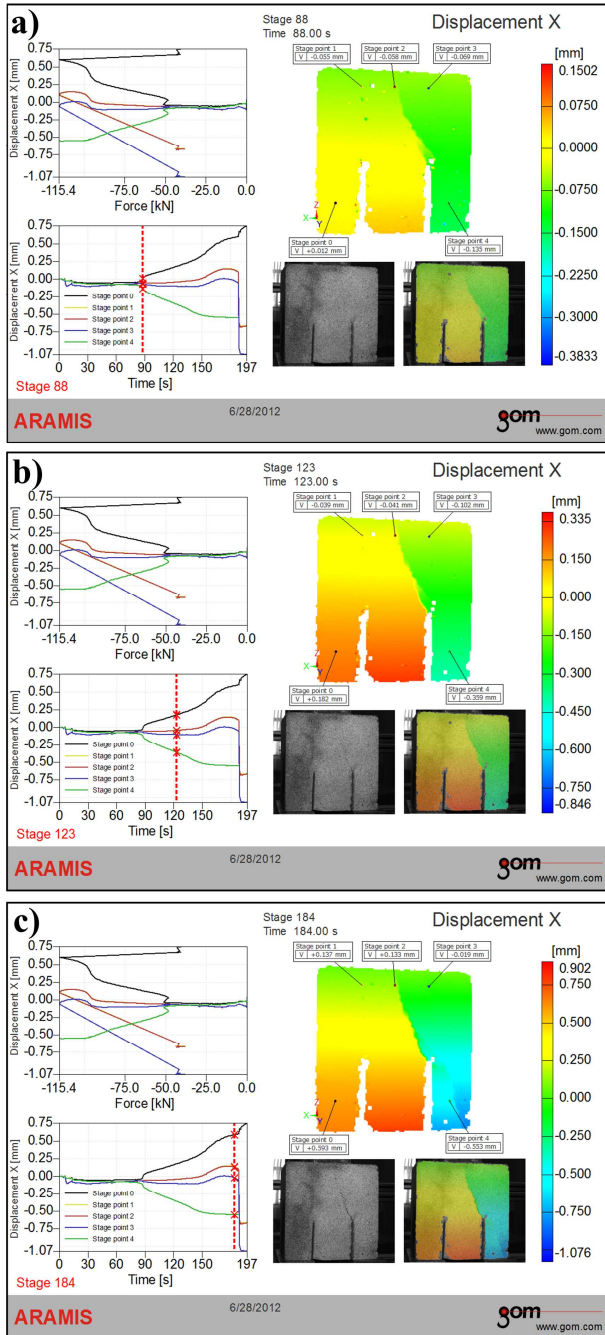
**Rys. 6.29. Przykładowe kształty szczelin zaobserwowane w badaniach systemem ARAMIS (opis w tekście)**

Charakter rozwoju rys pierwotnych w próbkach typu CSS uzyskany w badaniach doświadczalnych skonfrontowano również z wartościami otrzymanymi w obliczeniach MES. Na podstawie wyników uzyskanych podczas symulacji numerycznych, Roz. 8.4., oraz analizy zdjęć wykonanych systemem ARAMIS, można stwierdzić, że największe odkształcenia występują w wierzchołkach pęknięć. Następnie strefy skoncentrowanych deformacji rozchodzą się, a ich rozwój

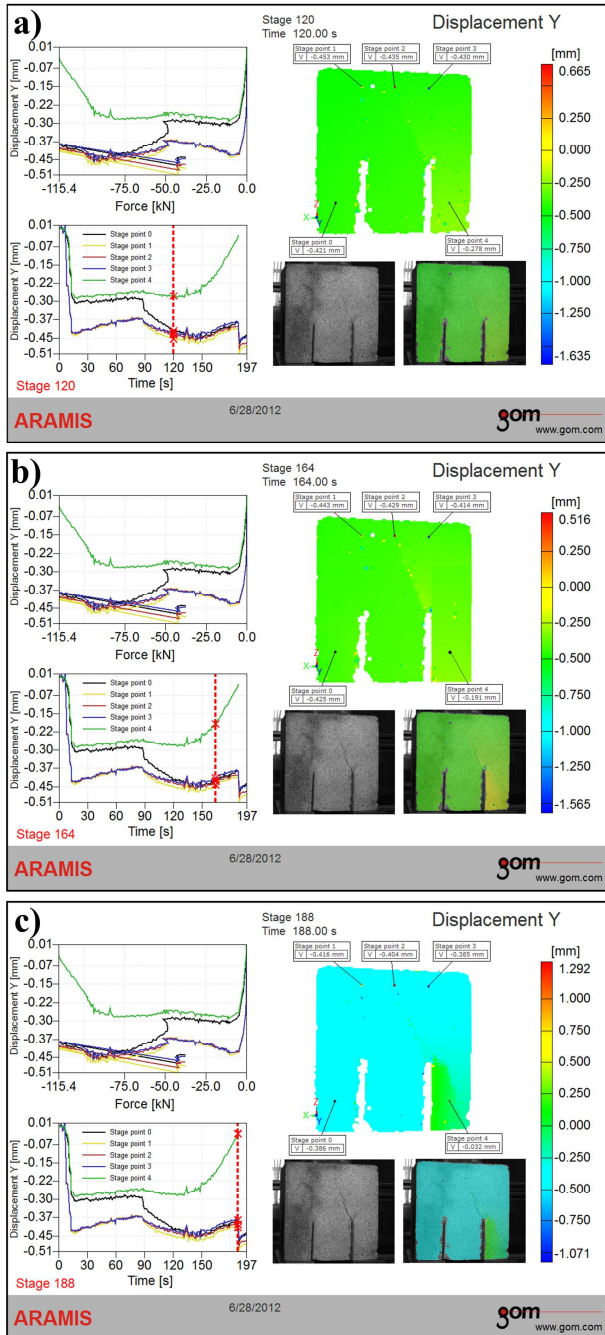
przebiega w kierunku miejsca przyłożenia obciążenia na górnej powierzchni próbek. Proces zniszczenia betonu rozpoczyna się w wierzchołku rysy, a następnie kierunek rozwoju obszarów uszkodzonych nieco zakrzywia się i propaguje pod kątem do płaszczyzny rysy pierwotnej w kierunku górnych ściskanych włókien.

Na Rys. od 6.30. do 6.32. pokazano przykładowe etapy rozwoju rysy pierwotnej, która propagowała się z odchyleniem od osi pionowej. Zdjęcia wykonano dla jednej z próbek betonu z 30% dodatkiem popiołów lotnych, badanej po 90 dniach. Rys. 6.30. i 6.31. przedstawiają odpowiednio wygląd przemieszczeń względem osi X i Y, natomiast Rys. 6.32. odkształcenia główne. Dzięki zastosowaniu w analizie rozwoju odkształceń funkcji Section możliwe było dokładne prześledzenie zmian w każdej z trzech wyodrębnionych części próbki. Na zdjęciach starano się pokazać po trzy charakterystyczne etapy dla każdego z trzech analizowanych parametrów.

Duże możliwości wykorzystania systemu ARAMIS, do badań propagacji pęknięć w elementach i konstrukcjach betonowych, potwierdzają zdjęcia odkształceń głównych próbki z Rys. 6.32. Na Rys.6.32.a widać etap obciążania kostki z zaobserwowanym momentem inicjacji uszkodzenia. Obraz taki jest jednak tylko widoczny na zdjęciu wykonanym w systemie ARAMIS. Makroskopowo na powierzchni sześcianu nie widać jeszcze żadnych objawów początku pęknięcia, podczas gdy na zdjęciu pojawia się już smuga o podwyższonej wartości odkształceń. Po kolejnych 30 s na Rys. 6.32.b w wierzchołku rysy widać niewielkie uszkodzenie, jednak zdjęcie z systemu ARAMIS sygnalizuje występowanie pęknięcia biegnącego już przez prawie całą wysokość próbki. Na krótko przed wystąpieniem siły maksymalnej, Rys. 6.32.c, w wierzchołku rysy pierwotnej powstają już odspojenia betonu co powoduje, że na zdjęciach z systemu ARAMIS występują w tych miejscach białe plamy. Wynika to z niemożności odnalezienia przez system punktów bazowych, które na skutek dużych uszkodzeń uległy odseparowaniu od zewnętrznej powierzchni próbki.

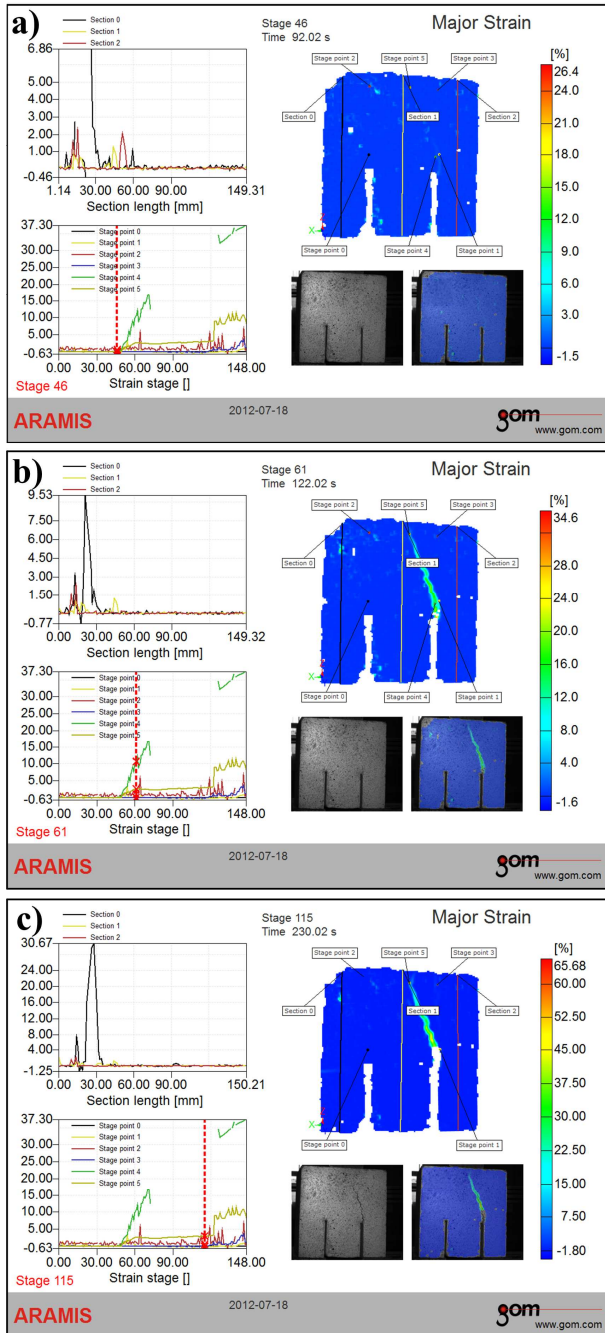


Rys. 6.30. Przykładowa propagacja rąsy. Przemieszczenia względem osi X w wybranych krokach czasowych dla próbki FA-30/90



Rys. 6.31. Przykładowa propagacja rysy. Przeszczenia względem osi Y w wybranych krokach czasowych dla próbki FA-30/90

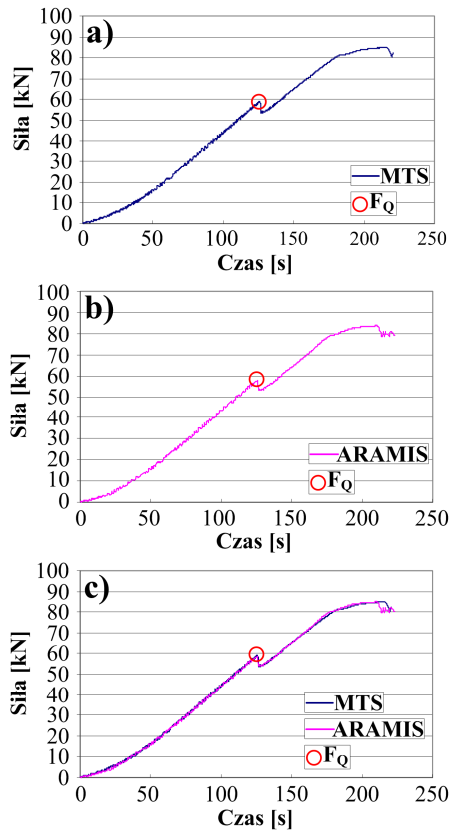




Rys. 6.32. Przykładowa propagacja szczeliny. Odształcenia główne w wybranych krokach czasowych dla próbki FA-30/90

### 6.3.7. Porównanie wyników z prasy MTS 810 i systemu ARAMIS

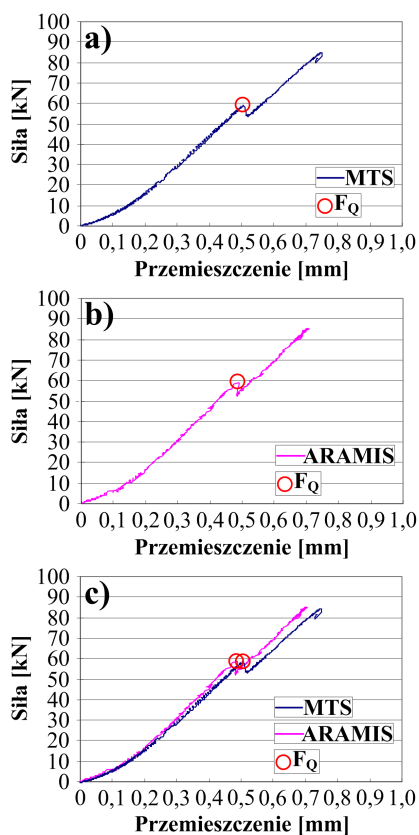
Na Rys. 6.33 i 6.34. zestawiono przykładowe wykresy siła – czas ( $F-t$ ) i siła – przemieszczenie ( $F-f$ ) wykonane dla jednej z próbek betonu FA-20/28. Na rysunkach pokazano zarówno krzywe uzyskane w badaniach na prasie MTS 810 (Rys. 6.33.a i 6.34.a) jak i wynikające z obliczeń systemu ARAMIS (Rys. 6.33.b i 6.34.b). Dla porównania uzyskanych wyników zestawiono również badane zależności z obu pomiarów razem (Rys. 6.33.c i 6.34.c).



Rys. 6.33. Wykresy zależności siła – czas dla pomiarów uzyskanych dla próbki FA-20/28: a) na prasie MTS 810, b) w systemie ARAMIS, c) w obu badaniach

Analizując wykresy  $F-t$  można zauważyć, że odczyt przyrostu siły jest zgodny dla obu systemów pomiarowych, co potwierdza również (pokazane na Rys. 6.33.c) idealne pokrycie się wykresów z obu badań. Zależności  $F-f$  nie pokazują już tak idealnych konwergencji w uzyskanych wynikach. Wykresy w całości są zbieżne jedynie w dolnych obszarach krzywych, gdy próbki praco-

wały jeszcze w obszarze sprężystym. Przy wzroście obciążeń wynoszących około  $0,5 F_Q$ , wykres uzyskany w systemie ARAMIS wyraźnie zaczął pochylać się pod większym kątem do osi odciętych, niż zależność  $F - f$  wyznaczona na podstawie pomiarów MTS 810. Różnica wynikająca z porównania przemieszczeń w momencie uszkodzenia próbki jest nieduża. Wynosi ona około 3% i może być spowodowana np.: odchyłkami w pionowości ścianek próbki, nierównościami występującymi na jej powierzchni, bądź pojawianiem się mikrouszkodzeń zaburzających prawidłowe odczyty ARAMISA w trakcie narastania obciążenia. Niewielki błąd wynikający z obu pomiarów nie wpływa jednak w żaden sposób na końcową wartość współczynnika intensywności naprężeń  $K_{IIc}$ . Różnica taka może natomiast rzutować na zmiany w wynikach wartości jednostkowej pracy zniszczenia  $J_{IIc}$ . Potwierdzają to wyniki przedstawione w pracy [119].



Rys. 6.34. Wykresy zależności siła – przemieszczenie dla pomiarów uzyskanych dla próbki FA-20/28: a) na prasie MTS 810, b) w systemie ARAMIS, c) w obu badaniach

### 6.3.8. Podsumowanie badań odporności na pękanie wg II modelu pękania

W ocenie makroskopowej, odporności na pękanie przy II modelu pękania, najwyższe wartości odnotowano w betonie z 20% dodatkiem popiołów lotnych zarówno po 28 dniach jak i w późniejszych okresach. Natomiast po 3 i 7 dniach wyniki współczynników intensywności naprężeń dla betonu referencyjnego wyraźnie przekraczały wartości parametru  $K_{IIC}$  uzyskanego w betonach modyfikowanych. W przypadku betonu FA-20 badanego po 90 i 180 dniach uzyskane wartości  $K_{IIC}$  znacznie przekraczały  $5,0 \text{ MN/m}^{3/2}$ , natomiast maksimum tego parametru wynoszące  $6,14 \text{ MN/m}^{3/2}$  uzyskano również dla FA-20 po 365 dniach. Wysokie wartości współczynników  $K_{IIC}$  dochodzące do  $6,0 \text{ MN/m}^{3/2}$  są charakterystyczne dla kompozytów o bardzo dobrych parametrach mechanicznych. Można je uzyskać stosując np. jako wypełniacz do betonów kruszywo łamane o uziarnieniu do 16 mm ze skał magmowych tzn. granitowe bądź bazaltowe [128, 292-294], lub reaktywne kruszywo wapienne [125, 128, 292, 294]. Najniższą odpornością na pękanie na wszystkich etapach badawczych do 90 dnia odznaczał się beton z 30% dodatkiem popiołów lotnych. W przypadku tego materiału odnotowano jednak największy przyrost  $K_{IIC}$  od wartości  $1,05 \text{ MN/m}^{3/2}$  po 3 dniach do  $5,58 \text{ MN/m}^{3/2}$  po 365 dniach.

Wyniki zależności siła – przemieszczenie uzyskane na prasie MTS 810 wykazały że charakter pracy i zniszczenia większości kompozytów miał znamiona materiałów quasi-plastycznych. O inicjacji rysy pierwotnej decydowała siła krytyczna  $F_Q$  po czym próbka do końcowego momentu zniszczenia przenosiła dalej obciążenie. Jedynie w betonach charakteryzujących się wysokimi wskaźnikami kruchości, głównie po 180 i 365 dniach, dało się zaobserwować odmienny kształt krzywych zniszczenia. Potwierdzeniem wyników badań z prasy są obrazy pęknięć zaobserwowane systemem ARAMIS. Zdjęcia pokazane na Rys. 6.29. przedstawiają ścieżki pękania odchylające się od pionowego kierunku. Ich kształt jest jednotorowy bądź też o zmiennej trajektorii. Rozwój uszkodzeń rozpoczyna się w wierzchołkach rys pierwotnych, natomiast ich koniec występuje w strefie przyłożenia obciążenia, Rys. 6.29.

W badaniach do szacowania parametrów mechaniki pękania betonu, oraz analizy rozwoju rys pierwotnych w próbkach, wykorzystano system ARAMIS. Okazał się on pomocny szczególnie do oceny deformacji próbek jak również analizy procesu powstawania i rozwoju zamodelowanych rys pierwotnych. Zdjęcia wykonane w czasie badań (Rys. 6.30.-6.32.) potwierdziły założenia przyjęte w pracy [130], że trajektorie propagacji pęknięć odchylają się od płaszczyzny pionowej w przedziale od  $0^\circ$  do  $15^\circ$ . Świadczą o tym również wyniki obliczeń teoretycznych [273].

Dzięki zastosowaniu systemu ARAMIS można było uchwycić dokładnie moment wystąpienia sił krytycznych, oraz wykonać szczególnie istotne w tego typu badaniach wykresy  $F-t$  i  $F-f$ . Porównanie  $F_Q$  odczytanych w obu systemach pomiarowych wykazało idealną zgodność co do uzyskanych wartości (Rys. 6.33.c).

Niewielkie różnice wystąpiły natomiast podczas zestawienia wykresów przemieszczeń próbek. Zależności  $F - f$  pokazane na 6.34.c pokazują, że odczyty dokonywane na prasie MTS 810 charakteryzują się większym pochyleniem krzywej oraz większymi wartościami przemieszczeń próbki w momencie wystąpienia sił  $F_Q$ . Niewielka niezgodność w uzyskiwanych wartościach może być związana np. z niemożnością wykonania próbek o idealnie prostopadłych ściankach, bądź z nierównościami występującymi na powierzchniach zewnętrznych kostek.

## 6.4. Badania odporności na pękanie wg III modelu pękania

### 6.4.1. Przesłanki podjęcia badań i ich metodyka

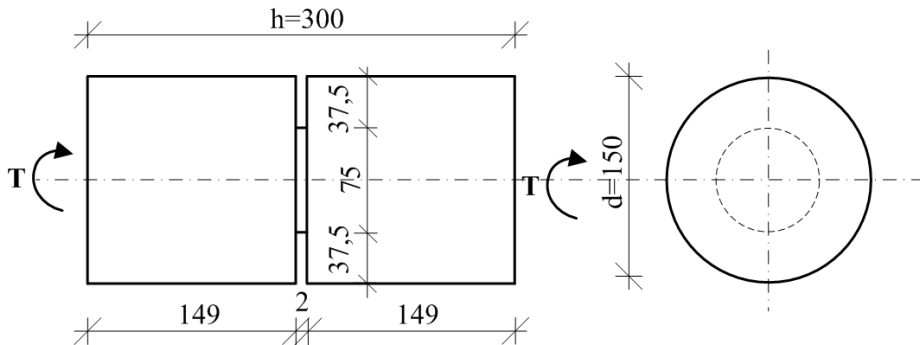
Badania odporności na pękanie przy III modelu pękania dla różnego typu materiałów są prowadzone od lat 80. XX w. Przy tym schemacie zniszczenia analizowano np. odporność na pękanie materiałów: ceramicznych [342], drewnianych [80], piezoelektrycznych [376] i wykonanych ze stopów stalowych [310]. W pracach [56, 370] przedstawiono natomiast badania doświadczalne [370] i obliczenia numeryczne [56] okrągłych wałów stalowych poddanych skracającym obciążeniom zmęczeniowym.

Pierwsze i jedyne dostępne w literaturze wyniki badań odporności na pękanie betonów przy III modelu pękania przedstawił Z. P. Bazant wraz ze współautorami w pracach [24, 25]. Na podstawie studiów literaturowych ustalono, że nie było do tej pory prowadzonych badań odporności na pękanie przy III modelu pękania dla betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Skłoniło to autora pracy do podjęcia badań oceniających procesy destrukcyjne tego typu betonów przy III modelu pękania [114]. Znajomość odporności na pękanie przy antypłaskim ścinaniu [25] jest szczególnie istotna w analizie konstrukcji takich jak np.: belki załamane w planie, skrajne belki stropów, rygle ram przestrzennych, belki podsuwnicowe i inne. Dzięki doświadczalnemu oszacowaniu współczynników intensywności naprężeń  $K_{IIIc}$  możliwe było, dla przedmiotowych betonów, obliczenie uogólnionej odporności na pękanie  $K_c$ .

Podobnie, jak w pionierskich doświadczeniach przedstawionych w pracach [24, 25], odporność na pękanie w betonach przy III modelu pękania, badano na próbkach walcowych z jedną rysą pierwotną. Do przeprowadzenia testów wykonano specjalne urządzenie [121], którego szczegóły konstrukcyjne zostaną przedstawione w Roz. 6.4.3. W badaniach własnych, inaczej niż miało to miejsce wcześniej [24, 25] procesy pękania przy skręcaniu oceniano na przystosowanej do takich eksperymentów maszynie osiowo skrętnej. Odporność na pękanie  $K_{IIIc}$  obliczano na podstawie wyników z badań doświadczalnych, w których oceniano: moment skręcający, przy którym pojawiało się pierwsze uszkodzenie oraz kąt obrotu próbki.

#### 6.4.2. Wymiary próbek wykorzystanych w badaniach i ich przygotowanie

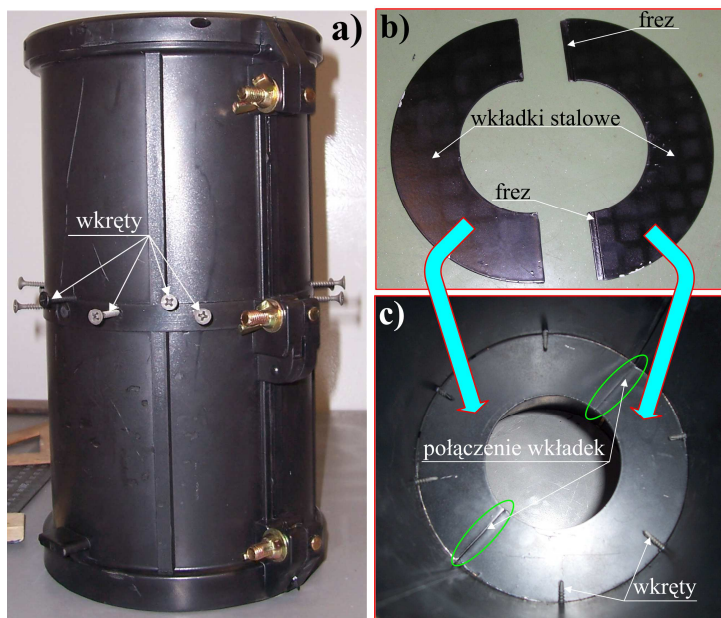
W celu określenia odporności na pękanie przy III modelu pękania, w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych przygotowano próbki walcowe o średnicy 150 i wysokości 300 mm z obwodową płaską rysą pierwotną o grubości 2 mm wykonaną w połowie wysokości próbek. Głębokość rysy była równa  $\frac{1}{4}$  średnicy walców. Schemat próbki ze wszystkimi wymiarami pokazano na Rys. 6.35.



Rys. 6.35. Schemat próbki wykorzystanej w badaniach (wymiały w mm)

Rysy pierwotne w próbkach powstały w trakcie ich formowania poprzez zabetonowanie w nich dwóch półokrągłych wkładek stalowych. Stalowe wkładki były umieszczane w specjalnie przygotowanych cylindrycznych formach (Rys. 6.36.a). Wszystkie etapy przygotowania form do umieszczenia w nich wkładek stalowych pokazano na Rys. 6.36.

1 mm powyżej i poniżej połowy wysokości form umieszczono na ich obwodzie po 6 stalowych uniwersalnych wkrętów z łbem stożkowym 4 x 25 mm, tworzących półkę do umieszczenia na niej wkładek (Rys. 6.36.a). W celu precyzyjnego ułożenia wkładek na półce pomiędzy rzędami wkrętów końce wkładek sfrezowano do połowy ich grubości (Rys. 6.36.b). Dzięki temu wkładki dokładnie łączyły się ze sobą formując, na całym obwodzie próbki, pełny okrąg o grubości 2 mm. Szczegół połączenia wkładek zaznaczono na zielono na Rys. 6.36.c.

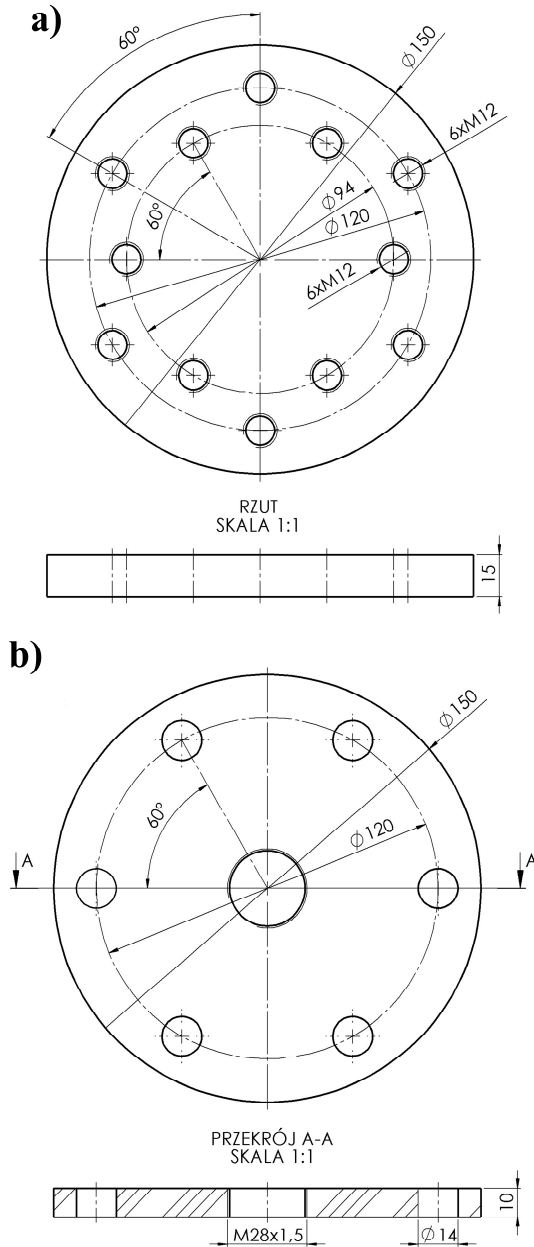


Rys. 6.36. Etapy przygotowania form do zamocowania wkładek: a) forma z umieszczonymi obwodowo wkrętami, b) wkładki stalowe, c) wkładki stalowe zamocowane w połowie wysokości formy

### 6.4.3. Urządzenie do badania odporności na pękanie

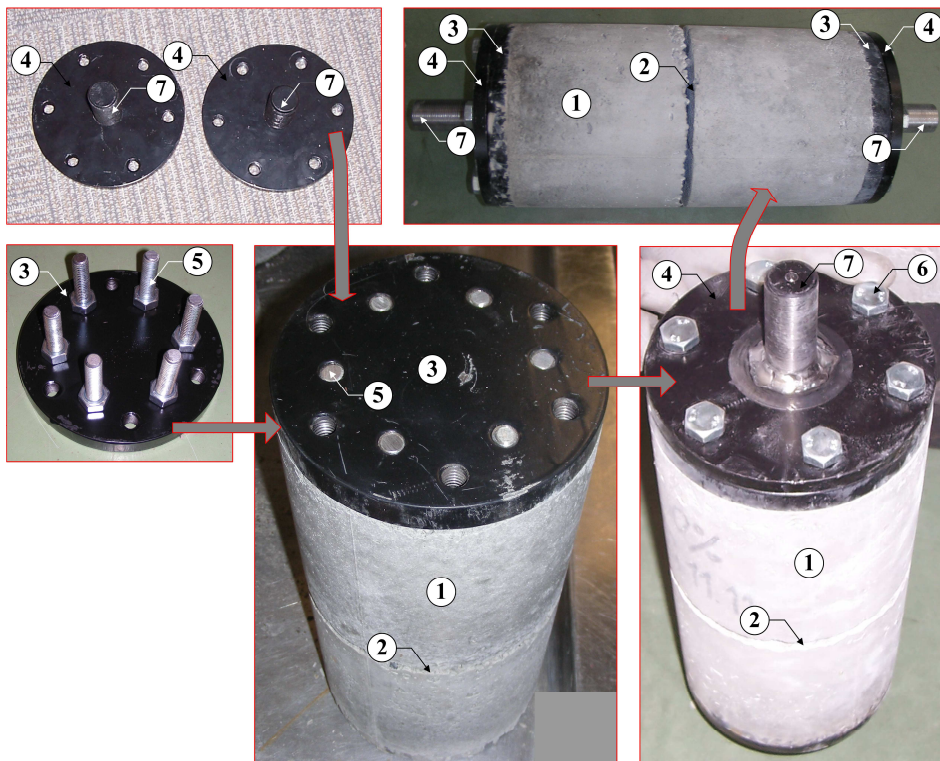
Urządzenie do badania odporności na pękanie przy III modelu pękania składało się z walca betonowego z zaformowaną rysą pierwotną (Rys. 6.35.) oraz płyt stalowych i śrub z podkładkami mocujących próbkę w uchwytach prasy. Do zamocowania próbek zaprojektowano i wykonano dwa rodzaje okrągłych płyt stalowych z nawierconymi otworami o wymiarach pokazanych na Rys. 6.37. Dolne płyty o gr. 15 mm (Rys. 6.37.a) były kotwione w próbkach na ich górze i spodzie podczas formownia za pomocą 6 śrub M12/65. Następnie do tych płyt były przykręcane płyty górne o grubości 10 mm (Rys. 6.37.b) za pomocą 6 śrub M12/20. Płyty górne mocowały bezpośrednio próbkę w uchwytach prasy od góry i od dołu za pomocą śrub M28/70.

Na Rys. 6.38. pokazano kolejne etapy montażu urządzenia do badania odporności na pękanie przy III modelu pękania, natomiast jego pełny schemat złożeniowy widoczny jest na Rys. 6.39.

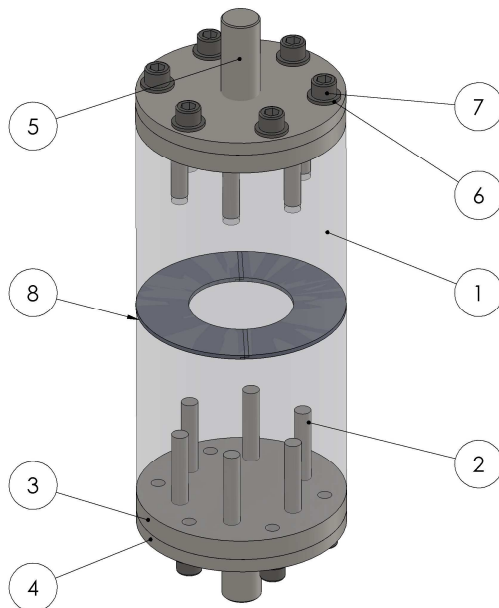


**Rys. 6.37. Wymiary płyt stalowych (w mm) służących do zamocowania próbek w prasie:  
a) płyta dolna, b) płyta górna**





**Rys. 6.38. Etapy montażu urządzenia do badania odporności na pękanie przy III modelu pękania opisane w tekście; 1 – próbka betonowa, 2 – szczelina pierwotna, 3 – płyta dolna, 4 – płyta górna, 5 – śruba M12/65, 6 – śruba M12/20, 7 – śruba M28/70, szare strzałki pokazują kolejne etapy montażu urządzenia**



**Rys. 6.39. Rysunek złożeniowy urządzenia do badania odporności na pęknięcie przy III modelu pęknięcia; 1 – próbka betonowa, 2 – śruba M12/65, 3 – dolna płyta, 4 – górna płyta, 5 – śruba M28/70, 6 – podkładka, 7 – śruba M/12/20, 8 – wkładka**

#### 6.4.4. Stanowisko badawcze

Do badań odporności na pęknięcie przy III modelu pęknięcia przygotowano nowe stanowisko pomiarowe, które przedstawia Rys. 6.40. Po lewej stronie rysunku pokazany jest widok prasy przygotowanej do rozpoczęcia eksperymentów, natomiast po prawej szczegół zamocowanego w uchwytach prasy urządzenia do badania odporności na pęknięcie.

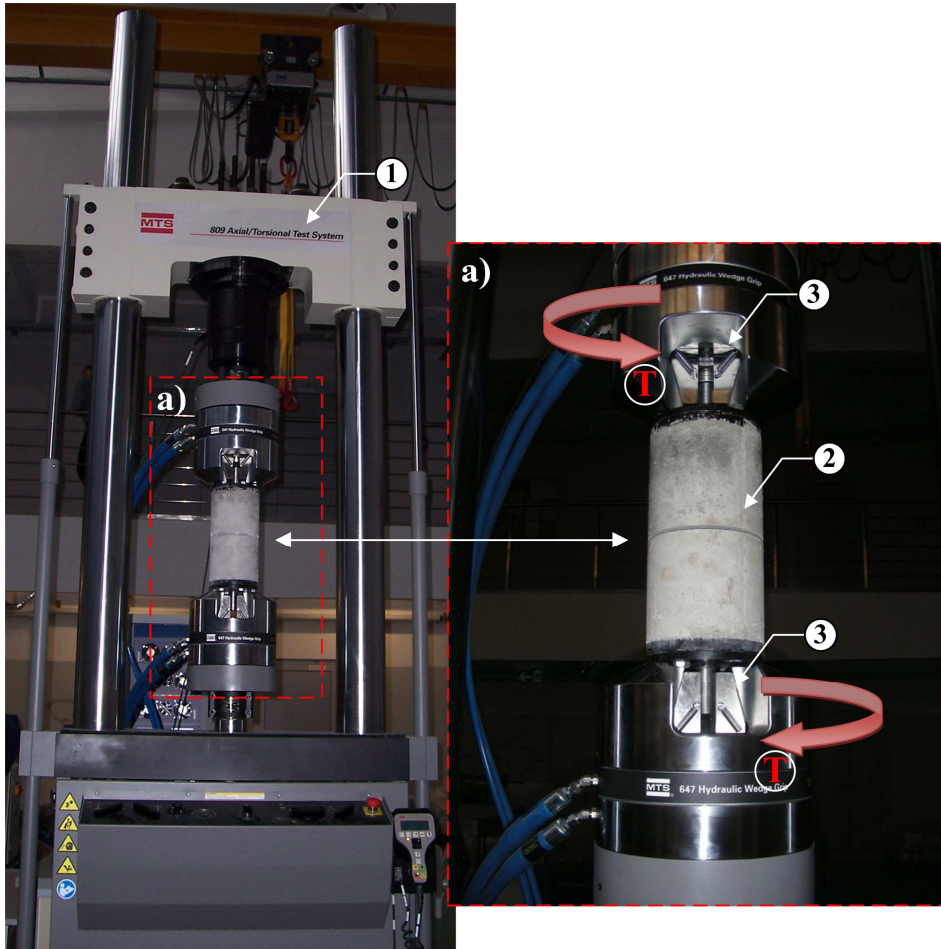
Badania przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej osiowo-skrętnej MTS 809 Axial/Torsional Test System wg schematu obciążenia pokazanego na Rys. 6.40.a. Wcześniej w podobny sposób prowadzono badania odporności na pęknięcie na próbkach walcowych ze spiralnymi rysami pierwotnymi, w których oceniano wartość parametru  $K_{Ic}$  [378].

Prasa MTS 809 jest sztywną maszyną o napędzie hydraulicznym z komputerowym zapisem wyników badań. Jej głównymi parametrami są:

- maksymalna siła osiowa – 250 kN,
- maksymalny kąt obrotu – 270°.

Na urządzeniu tego typu możliwe jest prowadzenie osiowych testów ściskania i rozciągania, oraz badań, w których podczas obciążenia występują momenty skręcające. Dzięki specjalnym hydraulicznym tulejkom dopuszczalne jest wykonywanie badań na próbkach okrągłych. W przypadku prowadzenia pomiarów

z wykorzystaniem sił osiowych obsługa maszyny polega na sterowaniu siłą, bądź przemieszczeniem tłoka prasy. W trakcie wykonywania badań, w których występuje skręcanie, możliwe jest natomiast sterowanie momentem skręcającym bądź kątem skręcenia. Prasa MTS 809 przystosowana jest również do badań w warunkach ze zmienną temperaturą. Osiowo skrętne uchwyty klinowe umożliwiają pracę urządzenia w zakresie temperatur  $-40 \div 121^{\circ}\text{C}$ , podczas gdy uchwyty do badań osiowych pozwalają na prowadzenie badań w większym zakresie temperatur, tzn.  $-129 \div 540^{\circ}\text{C}$ .



Rys. 6.40. Widok stanowiska badawczego: a) szczegół zamocowania urządzenia do badania odporności na pęknięcie i schemat jego obciążenia; 1 – prasa MTS 809, 2 – urządzenie do badania odporności na pęknięcie, 3 – uchwyty prasy

### 6.4.5. Realizacja badań na prasie MTS 809

Na Rys. 6.41. pokazano partię próbek z zabetonowanymi płytami górnymi, przygotowaną do badań odporności na pękanie przy III modelu pękania.

Obciążanie walców miało charakter statyczny. Podczas eksperymentów sterowano kątem skręcenia  $T$ , przy zerowej sile osiowej. Założono mały przyrost  $T$  na poziomie  $0,5^\circ/\text{min}$  tak żeby moment krytyczny  $T_Q$ , powodujący rozwój rysy pierwotnej, osiągnąć po czasie kilku minut od momentu rozpoczęcia badania. W badaniach analizowano wartości  $T_Q$  oraz kąty obrotu  $\theta$ , przy których następowało uszkodzenie próbek. Na podstawie uzyskanych wyników sporządzano wykresy trzech zależności:

- kąt obrotu ( $\theta$ ) – czas ( $t$ ),
  - moment skręcający ( $T$ ) – czas,
  - moment skręcający – kąt obrotu,
- oraz obliczano odporności na pękanie  $K_{IIIc}$ .

Dodatkowo po wykonanych eksperymentach oceniano makroskopowo i mikroskopowo powierzchnie pękniętych próbek.



Rys. 6.41. Partia próbek walcowych przygotowana do badań odporności na pękanie; 1 – próbka betonowa, 2 – rysa pierwotna, 3 – zabetonowana dolna płyta

### 6.4.6. Wyznaczenie odporności na pękanie

Odporność na pękanie przy III modelu pękania może być oceniana na podstawie znajomości następujących parametrów mechaniki pękania: współczynnika intensywności naprężeń  $K_{IIIc}$  [342, 370] lub energii pękania  $G_{IIIc}$  [24, 25, 80].

W badaniach własnych odporność na pękanie wyznaczano na podstawie współczynnika intensywności naprężeń  $K_{IIIc}$ , obliczanego z wzoru 6.9., bazując na wynikach badań eksperymentalnych. Istotne parametry niezbędne do wykonania obliczeń  $K_{IIIc}$  odczytano z wykresów omówionych w Roz. 6.4.7. i pokazanych na Rys. 6.42. Do ustalenia naprężeń przy których dochodziło do rozwoju rysy pierwotnej niezbędna była znajomość  $T_Q$ , którą można było ustalić z wy-

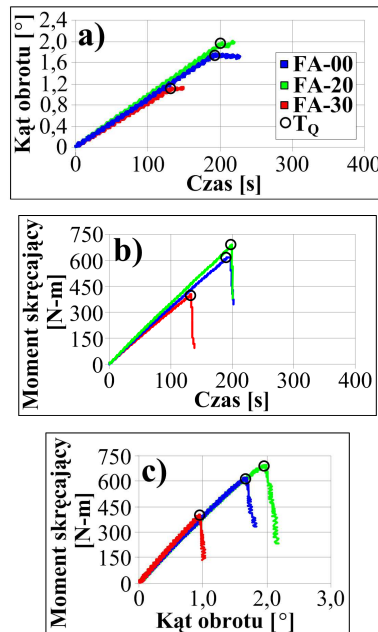
kreślu:  $T-t$ , lub  $T-\theta$ . Kąt obrotu próbki w momencie zniszczenia odczytywano natomiast z zależności  $\theta-t$  bądź  $T-\theta$ .

$$K_{IIIc} = \frac{\tau_{\max} \cdot \sqrt{2\pi r}}{\cos \frac{\theta}{2}}, \quad (6.9)$$

gdzie:  $\tau_{\max}$  – maksymalne naprężenie,  $r$  – promień powierzchni skręcającej,  $\theta$  – kąt, przy którym nastąpiło uszkodzenie próbki.

#### 6.4.7. Wyniki badań odporności na pęknięcie i ich analiza

Na Rys. 6.42. pokazano przykładowe wykresy:  $\theta-t$ ,  $T-t$  i  $T-\theta$ . Z uwagi na występowanie nieznacznych jakościowych różnic w kształcie funkcji dla poszczególnych okresów czasowych, ograniczono się do przedstawienia wybranych przykładowych zależności dla betonów 28-dniowych. Na Rys. 6.42. porównano wykresy wykonane dla wszystkich serii kompozytów z oznaczeniem na krzywych  $T-t$  i  $T-\theta$  miejsc, w których występowały momenty  $T_Q$  niezbędne do wyliczenia parametru  $K_{IIIc}$ . W prawym rogu na wykresie  $\theta-t$  zamieszczono również legendę z objaśnieniami do wszystkich wykresów.



Rys. 6.42. Przykładowe wykresy zależności dla wszystkich serii betonów po 28 dniach dojrzewania: a)  $\theta-t$ , b)  $T-t$ , c)  $T-\theta$

Wykresy dla poszczególnych betonów miały podobne kształty bez względu na wiek dojrzewania. Różnice polegały jedynie na zmieniających się wartościach momentów skręcających i kątów, przy których występowało uszkodzenie próbek. Próbki pękały po kilku minutach od przyłożenia obciążenia. Moment uszkodzenia charakteryzował się najczęściej:

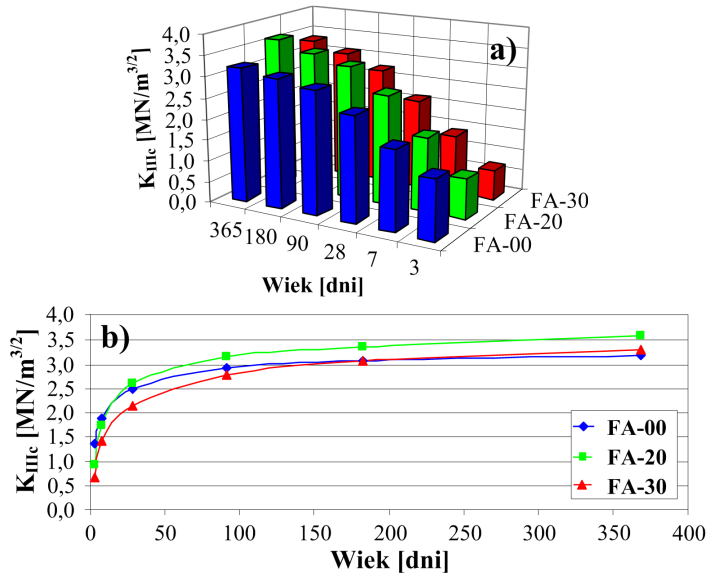
- gwałtownym załamaniem na wykresach  $T-t$  i  $T-\theta$ , Rys. 6.42.b, c.
- stałą wartością  $\theta$  utrzymującą się przez minimum kilkanaście sekund, Rys. 6.42.a.

Często o wystąpieniu zniszczenia walców sygnalizowała również praca prasy MTS 809. W przypadku kiedy próbka nie przenosiła już momentu skręcającego tłok maszyny obracał się w jednym miejscu. Słyszalne były wtedy charakterystyczne dźwięki. Zjawisko to dawało również odzwierciedlenie na wykresach  $T-\theta$ , na których w opadającej części widać krzywe w postaci spiral.

Zakres momentów  $T_Q$  zawierał się w przedziale 100÷700 kNm, natomiast kąty, przy których dochodziło do powstania pierwszych pęknięć oscylowały w granicach 0,8÷2,5°. W Tab. 6.7. i na Rys. 6.43. zestawiono wyniki odporności na pękanie przy III modelu pęknięcia.

**Tab. 6.7. Wyniki badań odporności na pękanie przy III modelu pęknięcia**

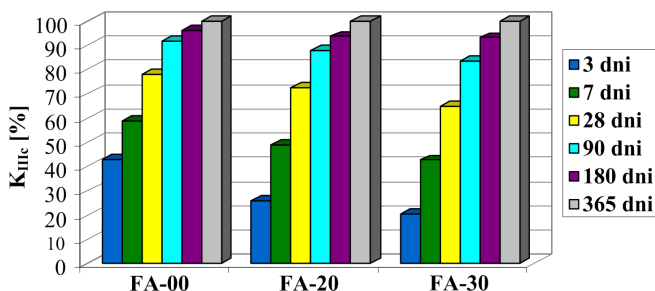
Beton	Wiek [dni]	$K_{IIIc}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$s$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$\nu$ [%]	$K_{IIIc, max.}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_{IIIc, min.}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]
FA-00	3	1,36	0,19	13,97	1,58	1,16
	7	1,88	0,18	9,57	2,11	1,67
	28	2,49	0,20	8,03	2,61	2,33
	90	2,92	0,19	6,51	3,09	2,78
	180	3,06	0,17	5,56	3,15	2,97
	365	3,19	0,14	4,38	3,28	3,05
FA-20	3	0,92	0,19	20,65	0,69	1,11
	7	1,75	0,21	12,00	2,03	1,53
	28	2,60	0,24	9,23	2,83	2,40
	90	3,16	0,22	6,96	3,40	2,93
	180	3,36	0,19	5,65	3,55	3,10
	365	3,59	0,18	5,01	3,76	3,41
FA-30	3	0,68	0,16	23,52	0,85	0,50
	7	1,41	0,19	13,48	1,63	1,20
	28	2,14	0,21	9,81	2,29	2,01
	90	2,77	0,20	7,22	2,96	2,58
	180	3,08	0,18	5,84	3,27	2,90
	365	3,31	0,17	5,14	3,49	3,14



Rys. 6.43. Odporność na pękanie  $K_{IIIc}$  badanych betonów: a) średnia, b) w funkcji wieku

Podobnie jak we wcześniejszych badaniach odporności na pękanie przy I i II modelu, w przypadku betonów w młodym wieku najniższe wartości  $K_{IIIc}$  odnotowano dla kompozytów z dodatkiem popiołów lotnych. W betonach dojrzałych najwyższą odpornością na pękanie charakteryzowały się FA-20, oraz FA-30 po 180 i 365 dniach.

Wykres względnych zmian  $K_{IIIc}$  pokazany na Rys. 6.44. również wykazuje dużą zbieżność w porównaniu do wyników przedstawionych dla  $K_{Ic}^S$  na Rys. 6.13. i  $K_{IIc}$  na Rys. 6.28. Odporność na pękanie przy III modelu pęknięcia dla betonu referencyjnego po tygodniu stanowiła już prawie 60% wartości uzyskanej po roku. W przypadku FA-20 proporcja ta wyniosła niecałe 50%, a dla FA-30 zaledwie ponad 40%. Szybki przyrost  $K_{IIIc}$  dla betonów z dodatkiem popiołów lotnych zanotowano pomiędzy 7. a 90. dniem dojrzewania. W tym czasie odporność na pękanie dla tych materiałów wzrosła odpowiednio o 80% dla FA-20 i 96% dla FA-30. We wszystkich z analizowanych betonów wartości  $K_{IIIc}$  po 180 dniach osiągnęły już ponad 90% wyników rocznych.



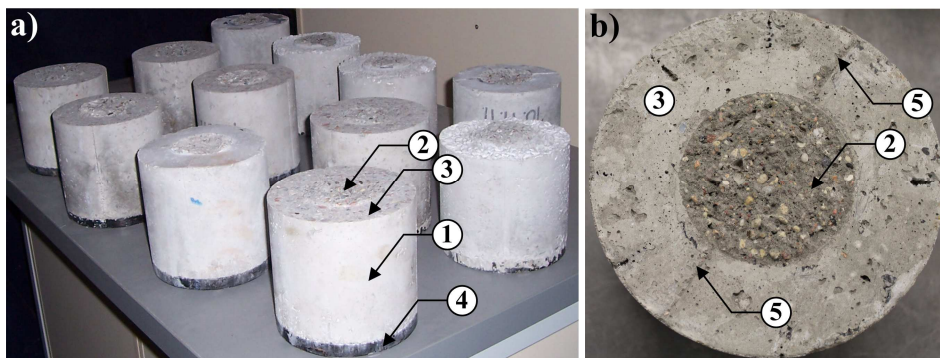
Rys. 6.44. Względne zmiany w czasie odporności na pęknięcie  $K_{IIIc}$  badanych betonów

## 6.4.8. Analiza pękniętych powierzchni w badanych próbkach

### Powierzchnia pęknięć w ujęciu makroskopowym

Na Rys. 6.45.a pokazano widok partii dwunastu połówek walców po przeprowadzonych badaniach z opisanymi istotnymi szczegółami. Wszystkie próbki podczas badań ulegały uszkodzeniom w miejscu zaformowania rys pierwotnych.

Rys. 6.45.b przedstawia widok zbadanej próbki z zaznaczonymi miejscami połączenia zabetonowanych wkładek formujących rysy pierwotne. Widać na nim charakterystyczną płaską powierzchnię zniszczenia. Taki sam sposób uszkodzenia przy badaniach odporności na pęknięcie betonu przy III modelu pęknięcia zaprezentowano również w pracy [25].



Rys. 6.45. Widok walców po przeprowadzonych badaniach: a) zniszczona partia próbek, b) widok powierzchni pękniętej próbki; 1 – połowa walca, 2 – powierzchnia pęknięcia, 3 – miejsce w którym umieszczona była wkładka, 4 – płyta dolna, 5 – miejsce połączenia wkładek

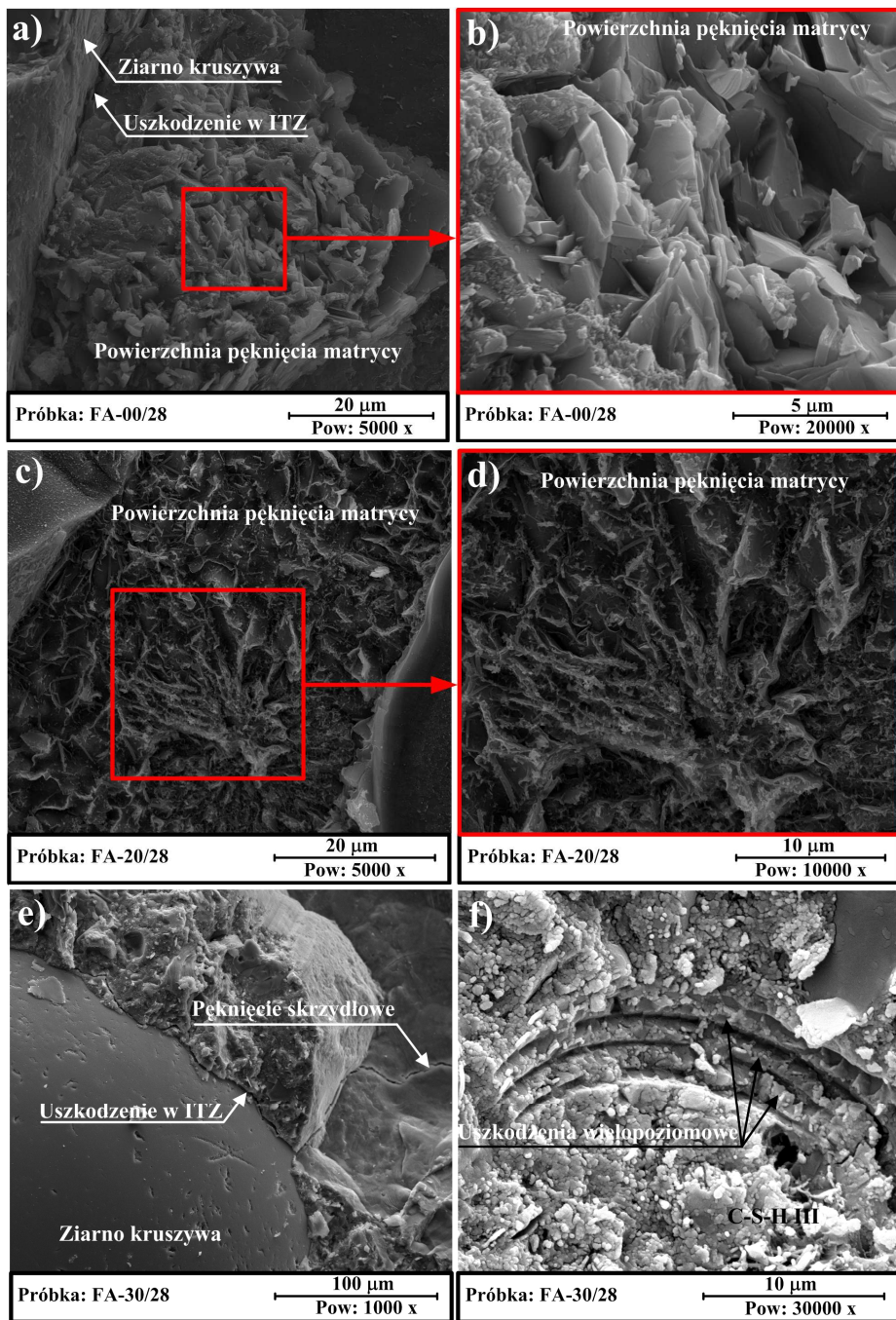


## Mikroskopowa ocena pękniętych powierzchni

Dokładna analiza mikroskopowa wielkości uszkodzeń w betonach z dodatkiem popiołów lotnych zostanie przedstawiona w Roz. 7.1. Tam opisane będą również szczegóły dotyczące: sposobu przygotowania próbek, stanowiska do tego typu badań, oraz metodyki ich wykonania. W poniższym rozdziale zaprezentowano natomiast zdjęcia mikroskopowe uszkodzonych powierzchni betonów poddanych wcześniej działaniu momentu skręcającego. Obrazy ilustrujące mikrostrukturę tego typu pęknięć są wielce interesujące, gdyż w literaturze światowej mało jest publikacji prezentujących wyniki tego typu badań w odniesieniu do materiałów z matrycami cementowymi.

Na Rys. 6.46. pokazano charakterystyczne powierzchnie zniszczenia dla każdego z analizowanych kompozytów wykonane pod mikroskopem skaningowym. Zdjęcia zrobiono na kawałkach betonów pobranych ze stref zniszczenia tych samych próbek, dla których krzywe z badań makroskopowych przedstawiono na Rys. 6.42. Zdjęcia z Rys. 6.46. pokazują powierzchnie zniszczenia, przy różnych powiększeniach, głównie w obszarze matrycy cementowej, oraz ITZ zaobserwowane po badaniach odporności na pękanie przy III modelu pękania.

W przypadku betonu FA-00 widoczne były bardzo kruche pęknięcia w strukturze matrycy cementowej ograniczone do miejsc występowania ziaren kruszywa grubego, przy którego powierzchni zaznaczały się uszkodzenia w ITZ (Rys. 6.46.a,b). W betonie FA-20/28, o niższym wskaźniku kruchości, powierzchnie zniszczenia były wygładzone a rozwój uszkodzeń propagował się promieniście od środka próbki na zewnątrz (Rys. 6.46.c,d) [370]. W betonie z 30% ilością dodatku popiołów lotnych można było zaobserwować wielopoziomowe uszkodzenia w kształcie półkręgów. Podobny sposób rozwoju uszkodzeń kolistych zaobserwowano również w przypadku skręcania próbek wykonanych ze stopów stalowych [310]. W betonie o najsłabszej matrycy cementowej, tzn. FA-30/28 widoczne były również pęknięcia skrzydłowe (Rys. 6.46.e) wyglądające podobnie jak modelowa rysa pokazana na Rys. 3.6.b. Kształt pęknięć skrzydłowych powstałych po skręcaniu różnił się od typowych mikrorys tego rodzaju widocznych w próbkach poddanych badaniom odporności na pękanie przy II modelu pękania, Rys. 3.6.a [122]. W przypadku betonów badanych wg III modelu miejsca gdzie dochodzi do inicjacji skrzydełek, na końcach mezopęknięć, są skręcone zgodnie z kierunkiem działania momentu skręcającego (Rys. 6.46.e).



Rys. 6.46. Zdjęcia SEM uszkodzonych powierzchni betonów po badaniach wg III modelu pęknięcia: a,b) FA-00/28, c,d) FA-20/28, e,f) FA-30/28

#### 6.4.9. Podsumowanie badań odporności na pękanie wg III modelu pękania

Do oceny odporności na pękanie betonów, z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, przy III modelu pękania, wykonano specjalne urządzenie składające się z walca betonowego oraz elementów stalowych, Rys. 6.38. i 6.39. Stalowe części urządzenia w formie okrągłych płyt posłużyły do zamocowania walców w uchwytach prasy osiowo-skrętnej MTS 809, na której przeprowadzono eksperymenty. W trakcie wykonywania badań możliwe było dokładne śledzenie zachowania się próbek w trakcie narastającego obciążenia, oraz ciągły komputerowy zapis wartości momentów skręcających i kątów obrotu próbek. Na podstawie znajomości momentów krytycznych  $T_Q$ , które doprowadziły do uszkodzenia walców wyznaczono makroskopową odporność na pękanie przy III modelu pękania.

Najwyższe wartości współczynników intensywności naprężeń po 3 i 7 dniach miał beton referencyjny, natomiast pomiędzy 28. a 365. dniem dojrzewania beton z 20% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Wartość współczynnika  $K_{IIIc}$  w przypadku FA-30 była początkowo bardzo niska i stanowiła po 3 dniach 20% wartości końcowej, oraz tylko połowę odporności na pękanie dla betonu FA-00. W kolejnych okresach czasowych dało się zaobserwować wysoką dynamikę wzrostu  $K_{IIIc}$  dla tego materiału, Rys. 6.44. Po pół roku odporność na pękanie betonu z 30% dodatkiem popiołów lotnych była już nieznacznie wyższa, a po roku zdecydowanie przekraczała wynik uzyskany dla FA-00.

Makroskopowy sposób uszkodzenia próbek był bardzo podobny bez względu na czas ich dojrzewania. O rozwoju zamodelowanej rysy pierwotnej w walcach sygnalizowało wystąpienie momentu krytycznego  $T_Q$  po przekroczeniu którego kąt obrotu utrzymywał się na niezmiennym poziomie, natomiast krzywe  $T-t$  i  $T-\theta$  zaczynały opadać. Po kilkunastu sekundach, z uwagi na obrót uszkodzonych połówek walców, przy niezmiennym kącie  $\theta$ , na wykresach  $T-\theta$  widoczne były charakterystyczne spirale, Rys. 6.42.

Powierzchnie zniszczenia badanych próbek oceniane makroskopowo były płaskie (Rys. 6.45.b), natomiast w obrazach mikroskopowych zaobserwowano:

- kruche pęknięcia w betonie FA-00,
- pęknięcia z wygładzonymi powierzchniami w betonie FA-20,
- uszkodzenia wielopoziomowe i pęknięcia skrzydłowe w betonie FA-30.

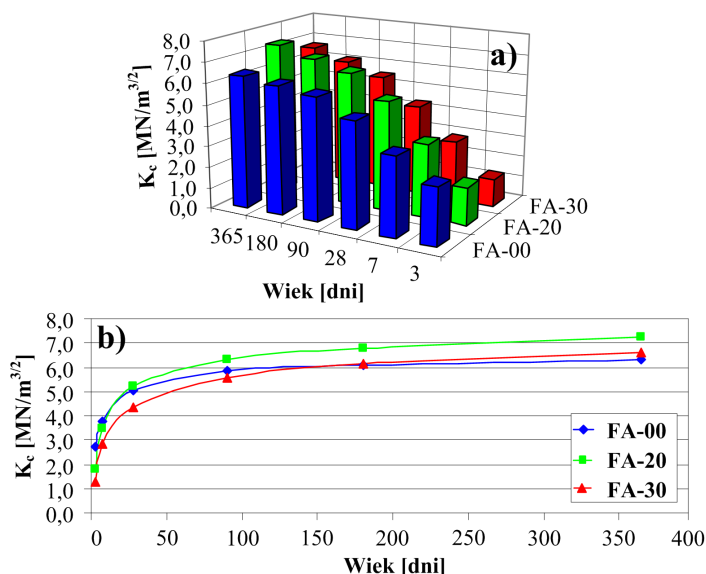
## 6.5. Wyznaczenie uogólnionej odporności na pękanie

Mając informacje na temat wartości współczynników intensywności naprężeń dla wszystkich trzech modeli pęknięcia, możliwe było oszacowanie uogólnionej odporności na pękanie  $K_c$ . Parametr ten obliczono z wzoru 1.2.

Na podstawie średnich wartości współczynników:  $K_{Ic}^S$ ,  $K_{IIc}$  i  $K_{IIIc}$  w Tab. 6.8. i na Rys. 6.47. podano wyniki uogólnionej odporności na pękanie, dla każdego z analizowanych betonów, we wszystkich okresach czasowych. Dodatkowo w Tab. 6.8 zestawiono również wartości parametrów mechaniki pęknięcia uzyskane w badaniach dla wszystkich trzech modeli pęknięcia.

**Tab. 6.8. Zestawienie parametrów mechaniki pęknięcia dla badanych betonów**

Beton	Wiek [dni]	$K_{Ic}^S$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_{IIc}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_{IIIc}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_c$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]
FA-00	3	0,58	2,26	1,36	2,70
	7	0,79	3,18	1,88	3,78
	28	1,06	4,24	2,49	5,03
	90	1,21	4,93	2,92	5,86
	180	1,26	5,12	3,06	6,10
	365	1,30	5,31	3,19	6,33
FA-20	3	0,40	1,48	0,92	1,79
	7	0,73	2,93	1,75	3,49
	28	1,09	4,39	2,60	5,22
	90	1,31	5,33	3,16	6,33
	180	1,39	5,70	3,36	6,76
	365	1,48	6,14	3,59	7,26
FA-30	3	0,30	1,05	0,68	1,29
	7	0,62	2,40	1,41	2,85
	28	0,93	3,65	2,14	4,33
	90	1,17	4,68	2,77	5,56
	180	1,28	5,16	3,08	6,14
	365	1,37	5,58	3,31	6,63



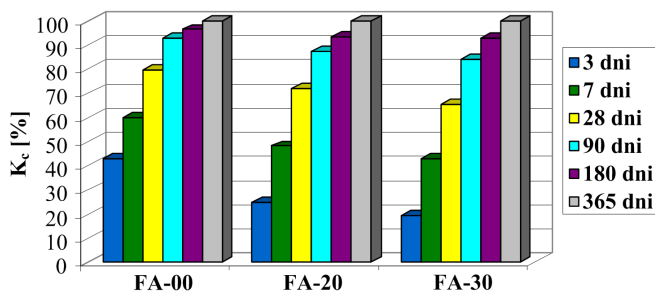
Rys. 6.47. Uogólniona odporność na pękanie  $K_c$  betonów: a) średnia, b) w funkcji wieku

Analizując wartości  $K_c$  dla poszczególnych betonów i zmiany tego parametru pomiędzy 3. a 365. dniem dojrzewania można zauważyć duże podobieństwo do rozkładu wyników uzyskanych w przypadku badań odporności na pękanie przy II i III modelu pękania. Wykresy zależności  $K_{IIc}$  i  $K_{IIIc}$  w funkcji wieku betonów z Rys. 6.27. i 6.43. są bardzo podobne do kształtu krzywych dla  $K_c$  z Rys. 6.47. Na takie wyniki uogólnionej odporności na pękanie wpływ mają niewątpliwie wartości współczynników intensywności naprężeń betonów uzyskane przy II i III modelu pękania, które znacznie przewyższają rezultaty uzyskane dla  $K_{Ic}^S$ .

Po 3 i 7 dniach najwyższą odpornością na pękanie charakteryzuje się beton FA-00, natomiast w pozostałych czterech okresach czasowych FA-20. Beton FA-30 ma najniższe wartości  $K_c$  w przedziale od 3 do 90 dni, natomiast po 180 i 365 dniach odporność na pękanie dla tego betonu ustępuje tylko wynikom uzyskanym w przypadku kompozytu z 20% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych.

Dynamika zmian uogólnionej odporności na pękanie w czasie (Rys. 6.48.) wskazuje na bardzo szybki przyrost  $K_c$  po 3 i 7 dniach w betonie referencyjnym i opóźnienie tych procesów w przypadku betonów z dodatkami. Beton FA-00 po 3 dniach osiągnął już ponad 40% wartości końcowej, podczas gdy w betonach z krzemionkowymi popiołami lotnymi było to niecałe 25% w przypadku FA-20 i mniej niż 20% dla FA-30. Również po tygodniu odznaczały się duże dysproporcje w uzyskanych wynikach. Wartość  $K_c$  w beto-

nie FA-00 stanowiła wtedy już prawie 60% w stosunku do wyniku rocznego. W tym samym czasie w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych uogólniona odporność na pękanie była wartością mniejszą niż 50%  $K_c$  uzyskanego dla tych betonów po 365 dniach. W analizie zmian wartości  $K_c$  w kolejnych okresach, w których były wykonywane badania, odznacza się stabilny przyrost tego parametru w betonie porównawczym i szybki skokowy wzrost w betonach modyfikowanych. W wyniku zaistniałych procesów, we wszystkich z analizowanych betonów, po półrocznym okresie dojrzewania uogólniona odporność na pękanie przekraczała już 90% wartości rocznych.



Rys. 6.48. Względne zmiany w czasie uogólnionej odporności na pękanie  $K_c$  badanych betonów

## 6.6. Podsumowanie i wnioski z badań odporności na pękanie

Procesy rozwoju pęknięć, w obciążonych elementach betonowych, związane są z występującymi w ich strukturze złożonymi stanami naprężeń. Ocena odporności na pękanie kompozytów z matrycami cementowymi wymaga w takich przypadkach oszacowania wartości parametrów mechaniki pęknięcia dla wszystkich modeli pęknięcia.

Ocenę makroskopowej odporności na pękanie w betonie referencyjnym oraz betonach modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych przeprowadzono w oparciu o wyniki z badań doświadczalnych. W ich trakcie ustalano wartości sił krytycznych, które powodowały rozwój pęknięć i na tej podstawie wyznaczano współczynniki intensywności naprężeń dla trzech modeli pęknięcia.

Odporność na pękanie przy I modelu pęknięcia oceniano na belkach trójpunktowo zginanych wg zaleceń RILEM [70]. Eksperymenty przy II modelu pęknięcia przeprowadzono na kostkach sześciennych typu CSS z dwoma rysami pierwotnymi [44, 115, 119, 122, 124, 125, 128, 292-295, 311, 381]. Do badań wg III modelu pęknięcia zaprojektowano i wykonano oryginalne urządzenie [114, 121], które posłużyło do przeprowadzenia testów na osiowo-skrętnej maszynie wytrzymałościowej MTS 809 Axial/Torsional Test System. Głównym elementem urządzenia był walec betonowy z obwodową rysą pierwotną

wykonaną w połowie jego wysokości. Znając wartości współczynników intensywności naprężeń:  $K_{Ic}^S$ ,  $K_{IIc}$  i  $K_{IIIc}$  obliczono dla każdego z betonów uogólnioną odporność na pękanie  $K_c$ .

Ponieważ kompozyty z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych wykazują odmienne tempo przyrostu wytrzymałości, w porównaniu do betonów wykonanych na czystym CEM I, w trakcie przeprowadzonych badań oceniano również zmiany ich odporności na pękanie w różnych okresach dojrzewania. Harmonogram badań zakładał wykonanie wszystkich pomiarów 6 x, przy czym dwukrotnie badania dotyczyły betonów młodych tzn. po 3 i 7 dniach dojrzewania, natomiast pozostałe cztery przypadki betonów dojrziałych pomiędzy 28. a 365. dniem.

Na podstawie wyników przedstawionych w Tab. 6.8. można stwierdzić, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych do betonu wyraźnie zmienia jego uogólnioną odporność na pękanie. W młodym wieku zaznacza się zdecydowanie osłabienie struktury materiałów z tymi komponentami. Przy dodatku 20% popiołów lotnych parametr  $K_c$  po 3 dniach był niższy o 33,7%, natomiast po 7 dniach o 7,67% w stosunku do wartości uzyskanych dla FA-00. Bardziej wyraźną zmianę uogólnionej odporności na pękanie spowodowało zwiększenie w betonie ilości substytutu cementu o 10%. Skutkowało to dalszym prawie 20% spadkiem  $K_c$  w betonach 3-,i 7-dniowych w porównaniu do wyników dla betonu porównawczego. Kolejna analiza  $K_c$  wykonana już dla betonu dojrziałego świadczy również o negatywnym wpływie dodatku 30% krzemionkowych popiołów lotnych, ale w odniesieniu do FA-20/28 przedstawia już zupełnie odmienną tendencję. 20% dodatek krzemionkowych popiołów lotnych powoduje po miesiącu dojrzewania wzrost odporności na pękanie o 3,78%, natomiast 30% dodatek wyraźny spadek  $K_c$  o 13,92%. Świadczy to, iż po 28 dniach dodatek tych popiołów lotnych w ilości do 20% masy cementu powoduje korzystne skutki wynikające z zaistniałej reakcji pucolanowej, natomiast powyżej tej wartości w dalszym ciągu zaznacza się spadek parametrów mechanicznych w betonach modyfikowanych. W celu ustalenia optymalnej ilości dodatku krzemionkowych popiołów lotnych, przy której występowałoby maksimum 28-dniowej odporności na pękanie w pracy [122] przedstawiono wyniki badań, w których oceniano parametr  $K_{IIc}$  w betonach z dodatkiem 0, 10, 20 i 30% krzemionkowych popiołów lotnych. Na podstawie uzyskanych wyników ustalono, że najwyższa odporność na pękanie, po 4 tygodniach dojrzewania, występuje w betonach z 17% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Analiza uogólnionej odporności na pękanie w kolejnych okresach czasowych wskazuje, że w przypadku betonów 90-dniowych widać kolejny wzrost  $K_c$  w betonach z popiołami w takim stopniu, że wartość tego parametru uzyskana dla FA-20 jest większa w stosunku do wartości dla FA-00 o 8%. Porównując wartość  $K_c$  dla betonu referencyjnego i FA-30 stwierdza się, że jest on nadal większy w FA-00. Różnica jest już jednak nieznaczna i wynosi tylko 5%. Dla betonów badanych po: 180 i 365 dniach zazna-

cza się już korzystny wpływ dodatku popiołów lotnych zarówno w przypadku mniejszej jak i większej procentowej jego zawartości. Uogólniona odporność na pękanie w betonach z popiołami przekracza już wartości uzyskane dla FA-00/180 i FA-00/365 odpowiednio: o kilka i kilkanaście procent w przypadku FA-20/180 i FA-20/365, oraz 1 i 5% w odniesieniu do FA-30/180 i FA-30/365.

Porównując wpływ krzemionkowych popiołów lotnych na wartości uogólnionej odporności na pękanie (Tab. 6.8.), oraz wytrzymałość betonów na ściskanie (Tab. 6.1.) daje się zauważyć wyraźne podobieństwo we wpływie zastosowanych dodatków mineralnych na wyniki uzyskane w obu badaniach.

Analizując współczynniki zmienności z Tab. 6.5.÷6.7. i porównując je z wartościami z Tab. 6.1. i 6.2. można stwierdzić podobną rozbieżność w uzyskiwanych wynikach odporności na pękanie w porównaniu z wartościami otrzymanymi w badaniach wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie przy rozluptywaniu. Ponownie maksymalne 26% rozrzuty (dla I modelu pękania) występowały w FA-30 po 3 dniach dojrzewania. Również w przypadku dwóch pozostałych betonów współczynniki  $\nu$  były największe w betonach trzydniowych, a ich wartości zbliżone do uzyskanych w badaniach wytrzymałościowych. Porównując wyniki badań dla I, II i III modelu pękania zaobserwowano relatywnie największą dokładność i zbieżność (mniejsze współczynniki zmienności) wyników w przypadku  $K_{IIIc}$  w porównaniu do  $K_{Ic}^S$  i  $K_{IIc}$ . Wpływ na to mogło mieć np.: precyzyjne przygotowanie próbek do badań, dzięki wykonaniu specjalnych uchwytów, oraz wykorzystanie bardzo dokładnej prasy osiowo skrętnej MTS 809 z komputerowym zapisem wyników.

Dzięki zastosowaniu, w trakcie badań odporności na pękanie (przy I i II modelu pękania) systemu cyfrowej korelacji obrazu ARAMIS możliwe było dokładne uchwycenie momentu inicjacji rys, oraz ich kształtu i kierunków propagacji. Analiza przemieszczeń i odkształceń próbek na kolejnych etapach ich obciążenia pozwoliła na wyodrębnienie w przypadku badań belek czterech różnych ścieżek pękania, mimo że w większości przypadków o zniszczeniu decydowała pojedyncza rysa propagująca się pionowo w kierunku przyłożonego obciążenia (Rys. 6.14.). Podczas badań odporności na pękanie przy II modelu pękania większość rys była odchylna od linii pionowej pod niedużymi kątami, co świadczyło o quasi-plastycznym zniszczeniu materiału. Część próbek badanych po 180 i 365 dniach, oraz próbki serii FA-00 pękały w sposób kruchy (Rys. 6.29.). Wyraźnie było to widoczne na wykresach  $F - f$  (Rys. 6.26.).

Porównanie wykresów uzyskanych podczas badań odporności na pękanie przy I i II modelu pękania na prasie MTS 810 z wynikami z systemu ARAMIS wskazuje na dobrą korelację wyników otrzymanych z obu urządzeń pomiarowych.

Po wykonanych badaniach odporności na pękanie przy III modelu pękania przeprowadzono makroskopową i mikroskopową analizę uszkodzonych po-



wierzchni walców. Wykazała ona że makroskopowo wszystkie próbki ulegały płaskim pęknięciom, natomiast pod mikroskopem zaobserwowane struktury różniły się w zależności od rodzaju badanego kompozytu (Rys. 6.46.). Beton FA-00 miał powierzchnię zniszczenia kruchą, natomiast beton z 20% dodatkiem popiołów lotnych wygładzoną. W betonie FA-30/28 zaobserwowano wielopoziomowe uszkodzenia oraz pęknięcia skrzydłowe.

Na podstawie porównania wartości odporności na pękanie, dla wszystkich trzech modeli pękania, ustalono że stosunek  $K_{IIIc} / K_{Ic}^S$  mieścił się w przedziale od 2,27 do 2,45, natomiast wartość  $K_{IIIc} / K_{IIc}$  od 0,58 do 0,65. Należy jednak zaznaczyć, że graniczne wartości dotyczyły najczęściej proporcji odnoszących się do betonów 3- bądź 365-dniowych. W okresach pośrednich analizowane ilorazy parametrów mechaniki pękania były do siebie bardzo zbliżone. Przedstawione proporcje współczynników intensywności naprężeń świadczą, iż największą odporność na pękanie mają betony przy II modelu pękania, natomiast najniższą przy I modelu.

Na podstawie przeprowadzonych kompleksowo badań odporności na pękanie betonów, w których część spoiwa zastępowano aktywnymi pucolanowo krzemionkowymi popiołami lotnymi można stwierdzić że:

- dodatek krzemionkowych popiołów lotnych w ilości 20 i 30% masy cementu wpływa w istotny sposób na zmianę odporności betonów na pękanie przy rozciąganiu, ścinaniu i skręcaniu,
- uzyskiwane wartości parametrów mechaniki pękania zależne są od wieku betonu w trakcie wykonywania badań,
- dodatek popiołów lotnych w ilości do 30% masy cementu obniża drastycznie odporność betonów na pękanie w młodym wieku,
- 20% dodatek popiołów lotnych gwarantuje wysoką odporność na pękanie w betonach dojrzałych,
- betony z 30% dodatkiem popiołów lotnych charakteryzują się największą dynamiką wzrostu parametru  $K_c$ , Rys. 6.44.,
- po 180 i 365 dniach odporność betonu FA-30 jest wyższa w porównaniu z wartościami uzyskanymi dla betonu FA-00,
- proporcje współczynników intensywności naprężeń wskazują, że największą odporność na pękanie mają betony przy II modelu pękania, natomiast najniższą przy I modelu,
- do makroskopowej analizy rozwoju pęknięć w elementach betonowych pomocnym narzędziem jest system cyfrowej korelacji obrazu ARAMIS.

## 7. Badania mikrostruktury betonów

### 7.1. Mikroskopowa ocena wielkości pęknięć na styku kruszywa grubego z matrycą

#### 7.1.1. Stan zagadnienia i istota problemu

Z punktu widzenia własności mechanicznych materiałów o matrycach cementowych ważnym zagadnieniem jest obserwacja defektów struktury, gdyż jako koncentratory naprężeń są przyczyną rozwoju pęknięć, powodując zniszczenie materiału [292]. Na podstawie analiz przedstawionych w Roz. 3.3.1. ustalono, że miejscem inicjacji pierwszych mikrorys w betonach zwykłych jest ITZ pomiędzy największymi ziarnami kruszywa grubego i zaczynu. Rola tej fazy betonu jest na tyle istotna, że wg [44] odporność materiału na pękanie jest nie tylko związana z wytrzymałością komponentów tworzących strukturę betonu, ale w dużej mierze z parametrami wszystkich stref styku w kompozycie, oraz defektami materiałowymi występującymi jeszcze przed przyłożeniem obciążenia.

Do obserwacji mikrorys i submikrorys w ITZ betonu wykorzystuje się najczęściej mikroskopy optyczne bądź skaningowe, por. Roz. 3.5. Dzięki ich zastosowaniu możliwe jest poznanie parametrów geometrycznych charakteryzujących rysy, z których najistotniejszymi są:

- w odniesieniu do pojedynczych defektów: długość i szerokość rysy,
- przy analizie układu pęknięć: pole powierzchni i gęstość rys.

Zastosowanie mikroskopu skaningowego do oceny morfologii przełomów betonowych pozwala ocenić sposób zniszczenia materiału i daje odpowiedź na pytanie jaki rodzaj mikropęknięcia powstał w kompozycie, por. Roz. 3.3.2. [123]. Wg pracy [83] analiza pęknięć występujących w obszarze ITZ może być istotnym parametrem mogącym posłużyć do głębszego zrozumienia procesów uszkodzania i pęknięcia w obciążonym betonie. W literaturze można znaleźć publikacje, które prezentują wyniki pomiarów pęknięć w ITZ betonów poddanych ekspozycji różnego rodzaju czynników zewnętrznych. W pracach tych zwraca się przede wszystkim uwagę na wielkość występujących uszkodzeń w najbliższym sąsiedztwie kruszywa z zaczynem, gdyż znajomość defektów w tej strefie kompozytów betonowych w skali mikro-, nano-, a nawet piko- pozwala na późniejsze prognozowanie etapów destrukcji materiału w elementach i konstrukcjach rozpatrywanych w skali makro [333].

W dotychczasowych badaniach wielkości pęknięć w ITZ betonu dokładnie przeanalizowano wpływ rodzaju i uziarnienia kruszywa grubego [123, 125, 128, 291-293]. Na podstawie badań mikrostrukturalnych dowiedziono m.in. że betony wykonane na reaktywnych kruszywach wapiennych charakteryzują się szczelnymi ITZ [123, 125, 128, 292-295], natomiast kruszywa żwirowe od-

znaczą się niskimi siłami spójności. W wyniku występowania ITZ o słabych parametrach, często w betonach wykonanych na kruszywach otoczkowych, może dochodzić do separacji ziaren z matrycy cementowej [123, 125, 128]. W przeciwieństwie do wypełniaczy zwirowych kruszywa wapienne łamane, nawet przy spreparowanym pogorszeniu ich powierzchni styku, wykazują wysokie zdolności kohezji [294]. Na podstawie analizy obrazów zniszczenia próbek wykonanych na różnych kruszywach G. Prokopski [293] stwierdził, że w procesie zniszczenia betonu w związku z rozwojem pęknięć w ITZ mogą zachodzić trzy typy zjawisk:

- dekohezja na granicy ziaren kruszywa i zaprawy,
- pękanie na wskroś ziaren kruszywa,
- pękanie zaprawy.

Pęknięcia w matrycy cementowej są często wynikiem oddziaływania środowisk agresywnych. Znacząc wielkość powstałych uszkodzeń można ocenić odporność zastosowanego spoiwa na czynniki korozyjne. Na podstawie wyników badań przedstawionych w pracach [162, 211] wykazano, że cementy drogowe i hutnicze z grupy MSR i HSR wykazują większą odporność korozyjną na działanie soli odladzających w porównaniu do zwykłego cementu. W przedstawionych obrazach mikroskopowych widać, że zaprawy przebywające w środowisku chlorkowym:

- wykonane na CEM I posiadają luźną strukturę z pęknięciami o dużych szerokościach rozwarcia,
- wykonane na bazie MSR i HSR charakteryzują się wyraźnie mniejszymi uszkodzeniami [162, 211].

Na poprawę właściwości ITZ, w wyniku jej homogenizacji i ograniczenia wielkości występujących w tej strefie pęknięć, korzystny wpływ wywierają stosowane do betonu aktywne dodatki mineralne [222, 227].

Uzyskanie w kompozycie zwartej struktury wytrzymałego zaczynu, który dobrze przylega do ziaren kruszywa możliwe jest dzięki zastosowaniu mikrokrzemionki [137, 138, 298], która dodatkowo może wpływać na obniżenie poziomu uszkodzeń w betonach poddanych ekspozycji wysokich temperatur [238]. W ostatnich latach do wykonywania szczelnych kompozytów wykorzystuje się również dodatek nanokrzemionki. Wg pracy [2] zastosowanie dodatku tego typu powoduje dziesięciokrotne zmniejszenie wielkości pęknięć w ITZ oddalonej od kruszywa o 30  $\mu\text{m}$ , a co za tym idzie wzrost wytrzymałości na ściskanie materiału.

Również w betonach z dodatkiem popiołów lotnych wykonywano pomiary szerokości pęknięć, których wyniki posłużyły do oceny skuteczności zastosowania tych dodatków jako aktywnych modyfikatorów mikrostruktury matrycy. Autorzy w pracy [171] wykazali, że dodatek wapiennych popiołów lotnych przyspiesza proces samozarastania rys, a zwłaszcza mikrorys, co objawia się m.in. w postaci tworzenia się mostków łączących ich brzegi o rozwarości

mniejszej od 30  $\mu\text{m}$ . Korzystny efekt mostkowania rys zaobserwowano również w obrazach mikroskopowych, przy pomiarach szerokości pęknięć w nanokompozytach cementowych, do których wykonania zastosowano nanowłókna i nanorurki węglowe [360].

W pracy [122] analizowano związek pomiędzy odpornością na pękanie  $K_{IIc}$ , a szerokością pęknięć w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Wyniki badań przeprowadzonych po 28 dniach dojrzewania wykazały na wyraźne zależności pomiędzy mechanicznymi parametrami betonów a wielkością zmierzonych mikrorys.

Jak pokazują wyniki wytrzymałościowe i odporności na pękanie przedstawione w Roz. 6.1. i 6.2. duży wpływ na uzyskane rezultaty charakterystyk makroskopowych ma wiek betonu w chwili przeprowadzenia badań. Zasadne wydaje się zatem domniemanie, że w przypadku analiz mikrostrukturalnych betonów w różnym wieku widoczne będą również istotne zmiany w uzyskiwanych wynikach. Mogą to potwierdzać m.in. wnioski przedstawione w pracy [297], w której opisano badania w obszarze ITZ betonów wysokowartościowych wykonane po: 7, 14, 28 i 90 dniach dojrzewania. Wykazały one znaczące różnice w budowie matrycy przy styku z kruszywem grubym oraz w poziomie zdefektowania tej strefy betonu w zależności od jego wieku. W próbkach 7-dniowych widoczne były liczne defekty strukturalne, stosunkowo dużych rozmiarów oraz nie w pełni zhydratyzowane ziarna cementu. W trakcie 28-dniowego dojrzewania mikrorysy ulegały zmniejszeniu, natomiast ziarna cementu podlegały dalszej hydratacji. W betonie 90-dniowym mikropęknięcia miały jeszcze mniejszą szerokość wynoszącą około 2  $\mu\text{m}$  [297].

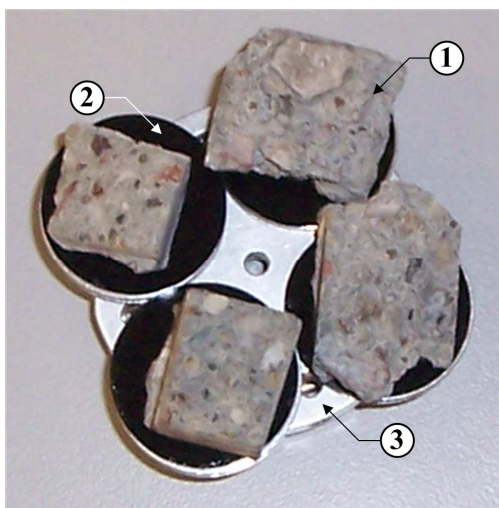
Biorąc powyższe pod uwagę w badaniach własnych oszacowano szerokość mikrorys występujących w obszarze ITZ wszystkich serii betonów w tych samych okresach czasowych, w jakich prowadzone były wcześniej (opisane w Roz. 6.1. i 6.2.) badania makroskopowe.

### **7.1.2. Badania szerokości rys w ITZ kruszywa grubego**

Powierzchnie przełomów próbek uzyskane podczas badań odporności na pękanie wg II modelu pękania poddano obserwacjom mikroskopowym. Analizowano obszary znajdujące się w bezpośrednim sąsiedztwie rys pierwotnych. Z każdej serii betonu przygotowano po 3 próbki o wymiarach równych w przybliżeniu 10 x 10 x 3 mm. Kawałki betonów przyklejano do specjalnych holderów (podstawek) obustronną węglową taśmą przewodzącą, której zadaniem było odprowadzenie ładunków elektrycznych z próbek podczas wykonywania zdjęć, osiągnięcie przewodnictwa powierzchni próbki. Holdery z próbkami były następnie ustawiane na stoliku mikroskopu, który przed rozpoczęciem badań umieszczano w komorze mikroskopu. Widok przygotowanych próbek pokazano na Rys. 7.1.

Dla każdej próbki wykonano po 30 zdjęć, z których następnie wybrano zdjęcia reprezentatywne pokazujące miejsca z wyraźnymi uszkodzeniami w obszarach

ITZ kruszywa grubego. W trakcie badań SEM wszystkie zaobserwowane rysy w próbkach były mierzone, a następnie dla każdego rodzaju betonu ustalano z 30 pomiarów średnią szerokość pęknięcia (Width of cracks) –  $W_c$ . Łącznie obserwacjom poddano około 3000 mm<sup>2</sup> powierzchni każdej serii betonu. Na zdjęciach reprezentatywnych oznaczano miejsce występowania ziarna kruszywa oraz ITZ. W przypadku widocznych w obrazach SEM faz, będących częścią matrycy cementowej, również opisywano je na zdjęciach.

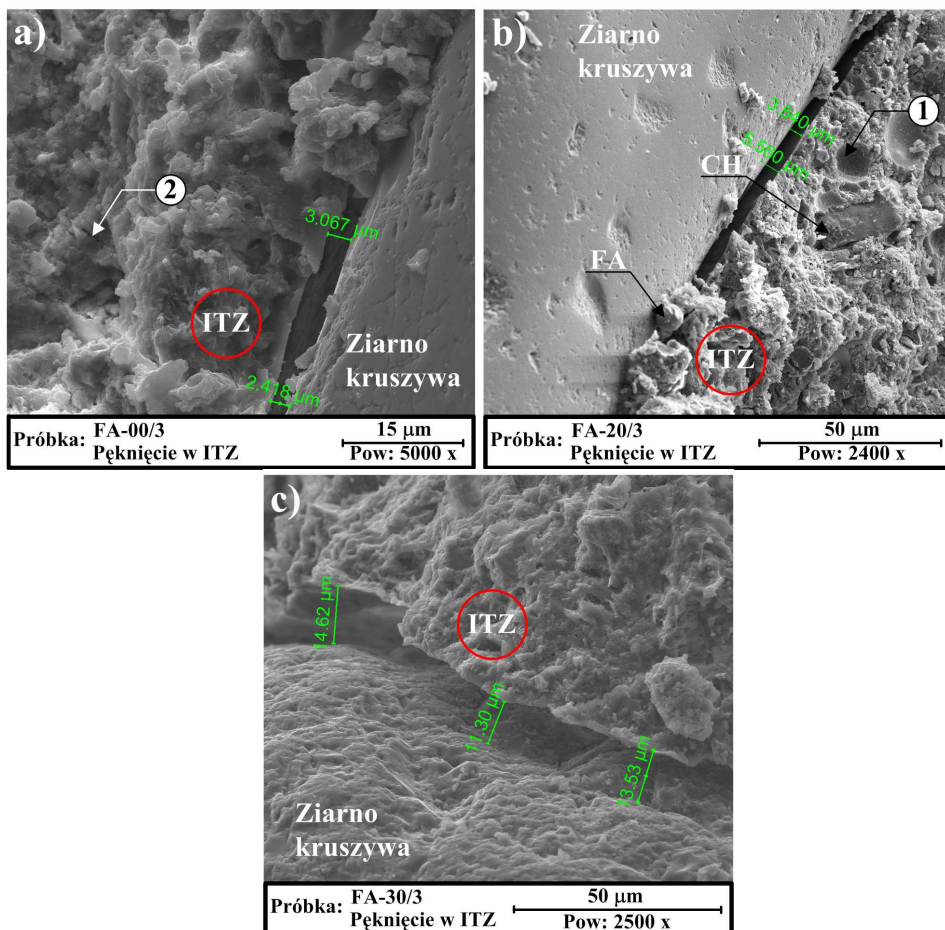


**Rys. 7.1. Widok próbek przygotowanych do badań SEM; 1 – próbka, 2 – holder z przyklejoną taśmą węglową, 3 – stolik mikroskopu**

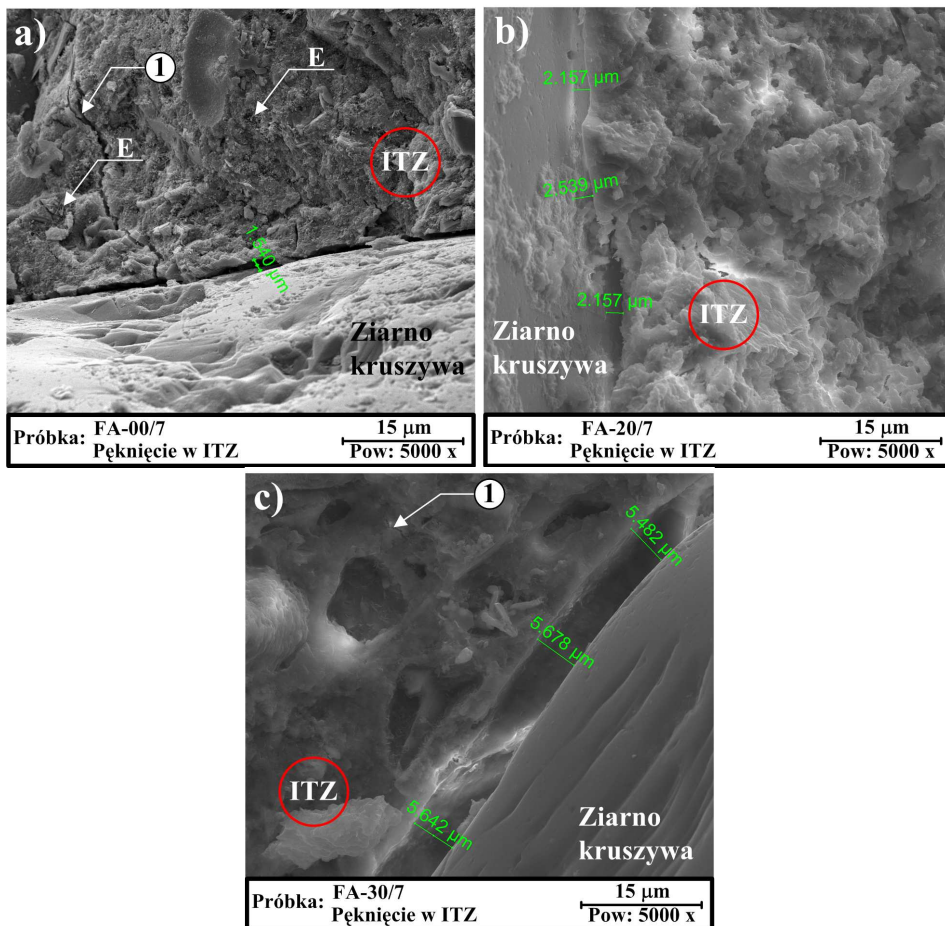
Badania mikrostrukturalne wykonano za pomocą mikroskopu skaningowego FEI Quanta 250 FEG wyposażonego w system analizy składu chemicznego oparty na dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego – EDS EDAX. Badania wykonano przy powiększeniach od 200 do 80000 x zarówno w niskiej jak i wysokiej próżni. W celu osiągnięcia przewodnictwa powierzchni próbek, badanych w wysokiej próżni, były one przed badaniami suszone przez godzinę w temp. 70°C i napyłane węglem bądź stopem złota i palladu w napyłarce wysokopróżniowej Q 150 E. Grubość napyłonej warstwy wynosiła ok. 50 nm. Próbkę badane w niskiej próżni nie wymagały wcześniejszego suszenia i napyłania.

### **7.1.3. Wyniki badań i ich analiza**

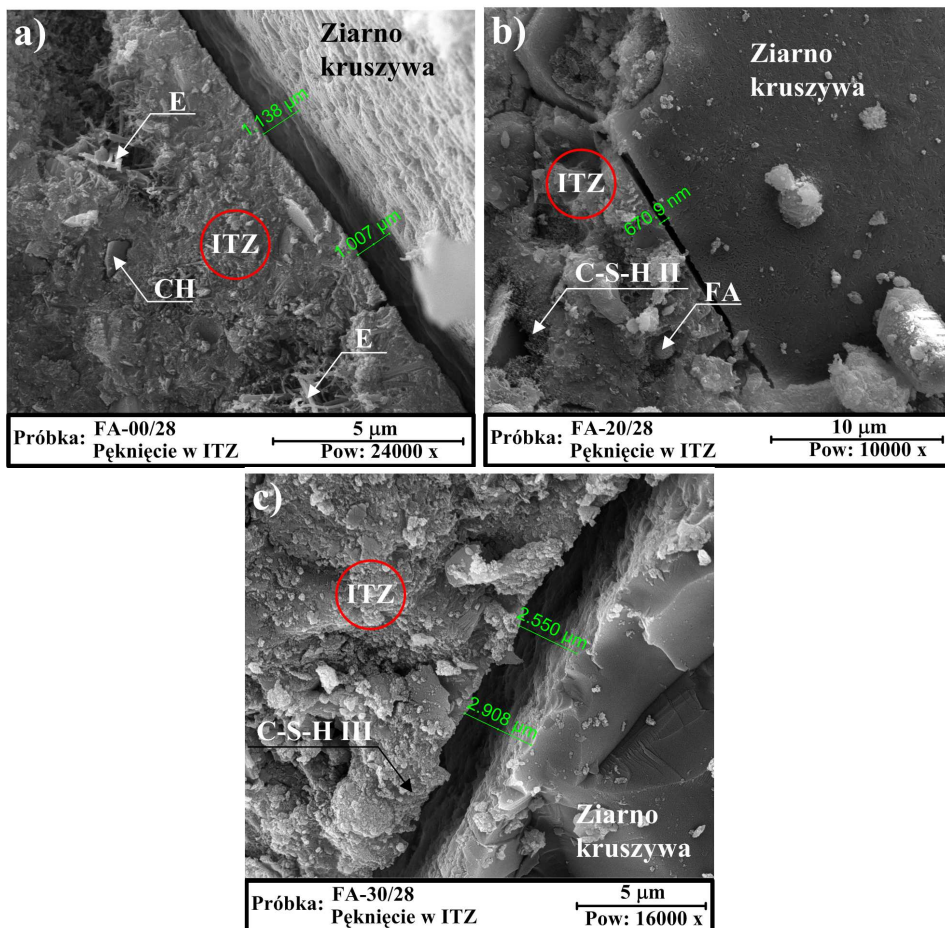
Na Rys. od 7.2. do 7.7. pokazano przykładowe reprezentatywne zdjęcia SEM wykonane dla wszystkich rodzajów analizowanych kompozytów. W Tab. 7.1. i na Rys. 7.8 zestawiono zaobserwowane średnie szerokości pęknięć. Podano również parametry statystyczne  $s$  i  $\nu$ , oraz rozrzuty wyników.



Rys. 7.2. Mikrostruktury pokazujące uszkodzenia w obszarze ITZ badanych betonów po 3 dniach dojrzewania: a) FA-00/3, b) FA-20/3, c) FA-30/3; 1 – miejsce separacji ziarna popiołów lotnych, 2 – mikrorysa w ITZ

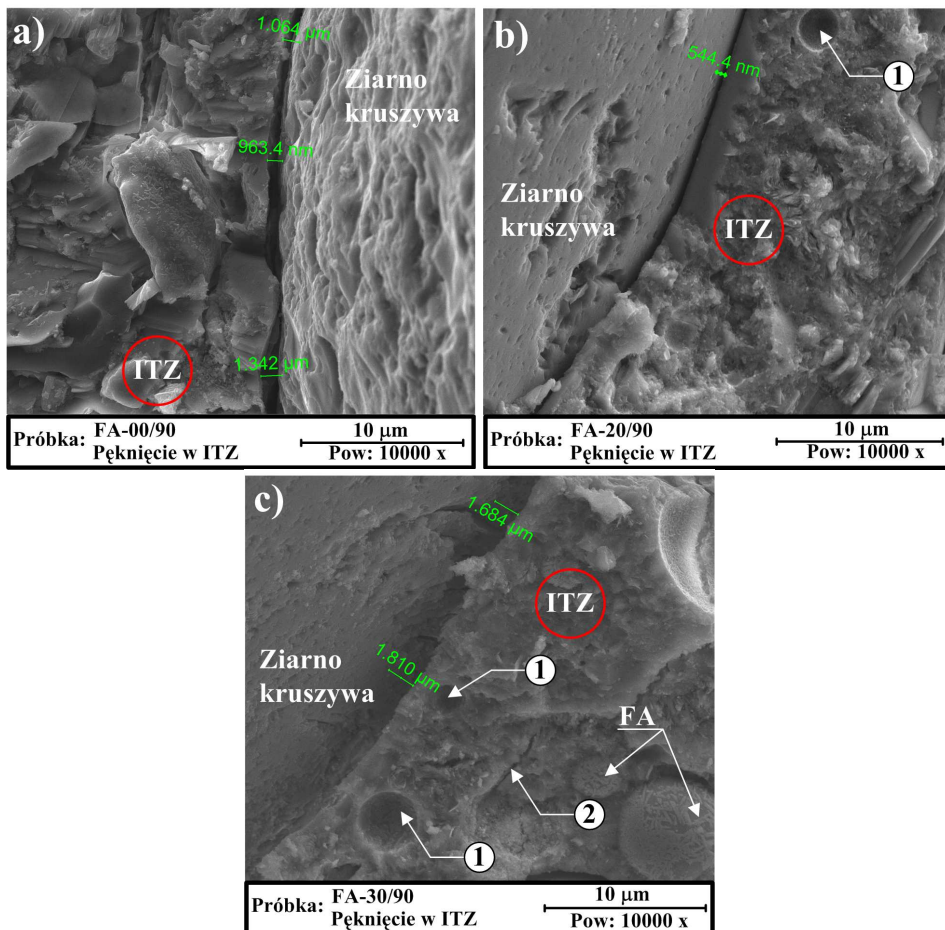


Rys. 7.3. Mikrostruktury pokazujące uszkodzenia w obszarze ITZ badanych betonów po 7 dniach dojrzewania: a) FA-00/7, b) FA-20/7, c) FA-30/7; 1 – mikrorysa w ITZ

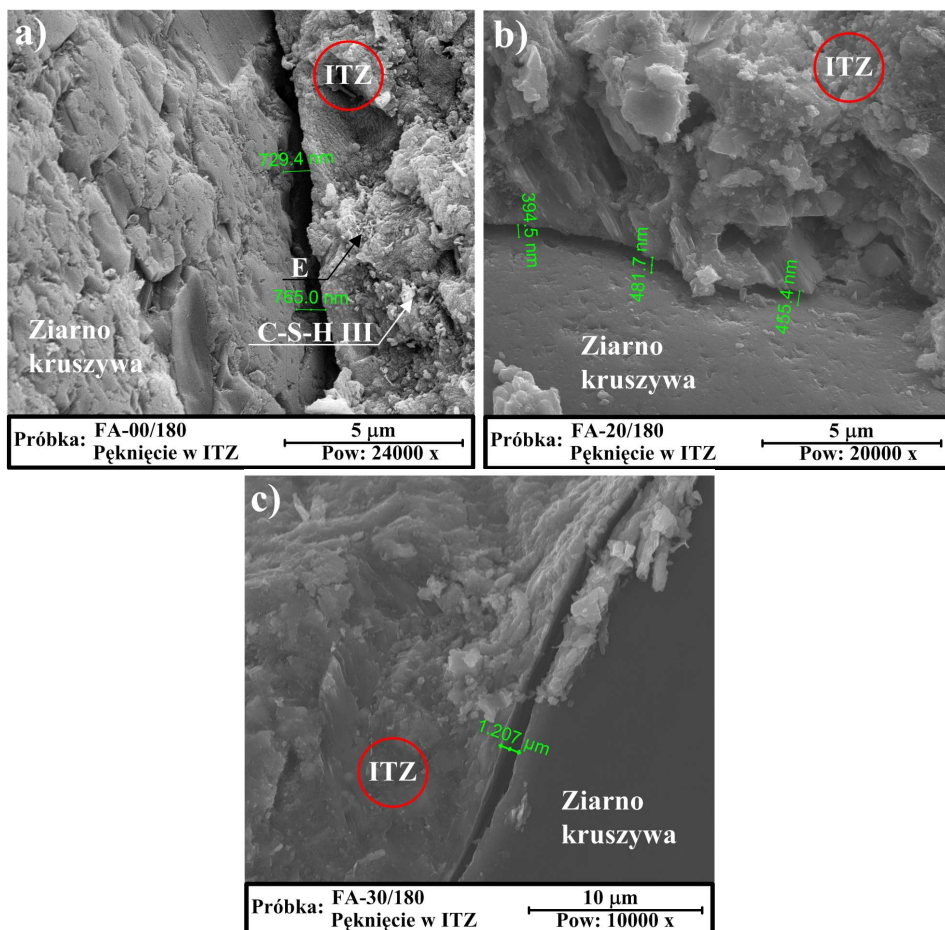


Rys. 7.4. Mikrostruktury pokazujące uszkodzenia w obszarze ITZ badanych betonów po 28 dniach dojrzewania: a) FA-00/28, b) FA-20/28, c) FA-30/28

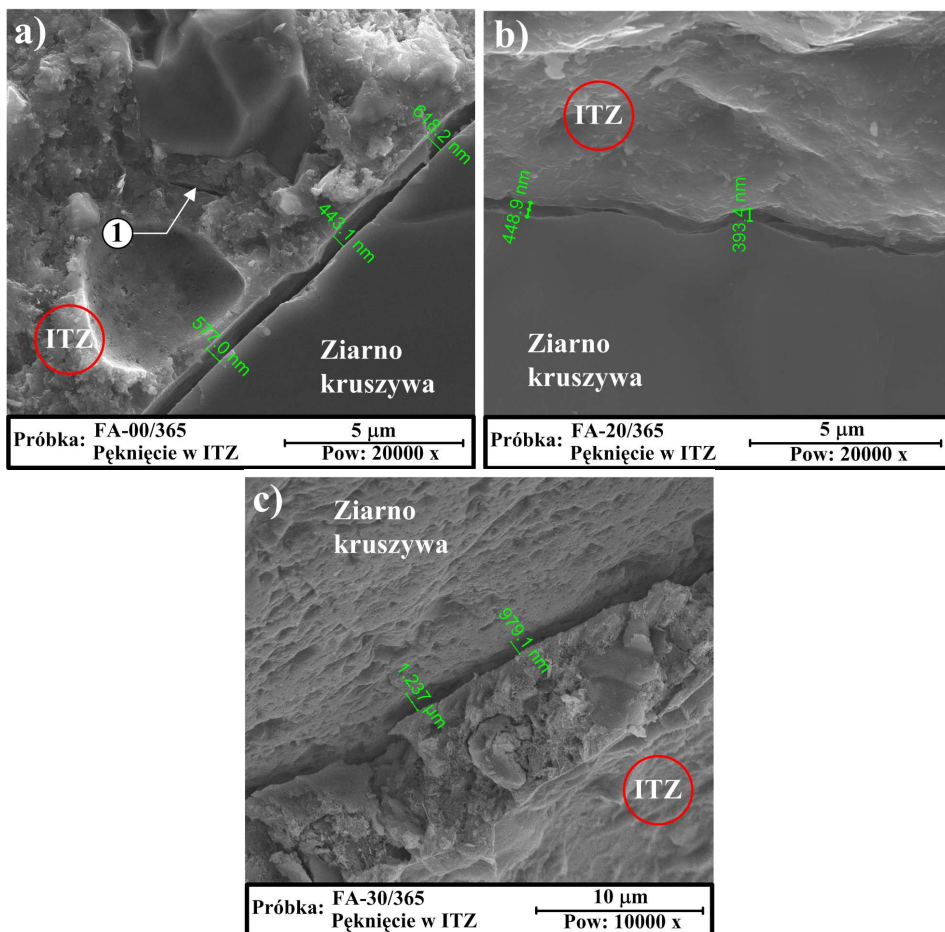




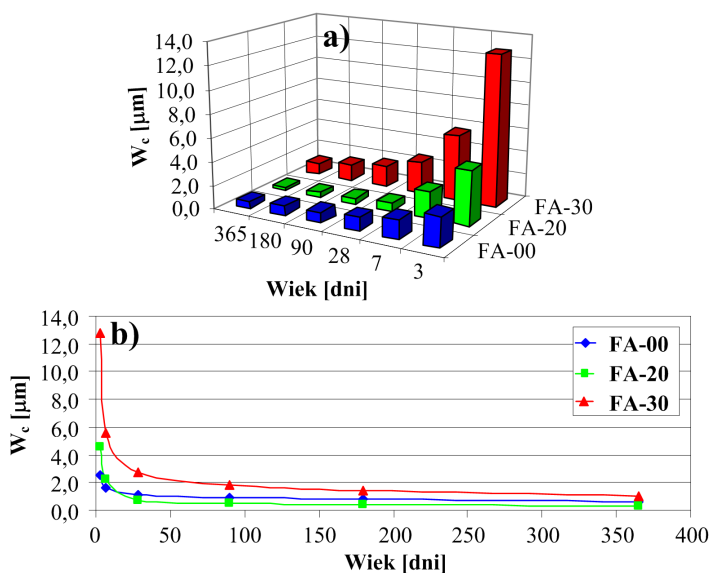
Rys. 7.5. Mikrostruktury pokazujące uszkodzenia w obszarze ITZ badanych betonów po 90 dniach dojrzewania: a) FA-00/90, b) FA-20/90, c) FA-30/90; 1 – miejsce separacji ziarna popiołów lotnych, 2 – mikrorysa w ITZ



Rys. 7.6. Mikrostruktury pokazujące uszkodzenia w obszarze ITZ badanych betonów po 180 dniach dojrzewania: a) FA-00/180, b) FA-20/180, c) FA-30/180



Rys. 7.7. Mikrostruktury pokazujące uszkodzenia w obszarze ITZ badanych betonów po 365 dniach dojrzewania: a) FA-00/365, b) FA-20/365, c) FA-30/365; 1 – mikrorysa w ITZ



Rys. 7.8. Szerokości pęknięć  $W_c$  w ITZ betonów: a) średnie, b) w funkcji wieku

Tab. 7.1. Wyniki pomiarów szerokości pęknięć

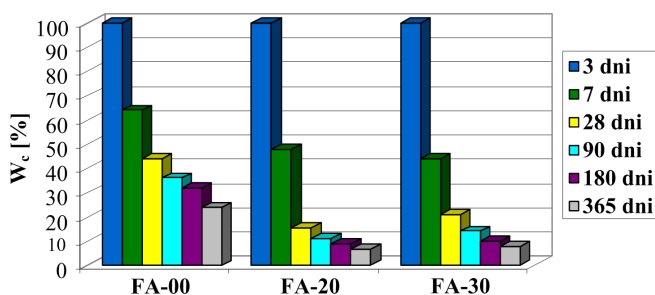
Beton	Wiek [dni]	$W_c$ [ $\mu\text{m}$ ]	$s$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\nu$ [%]	$W_{c, \text{max.}}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$W_{c, \text{min.}}$ [ $\mu\text{m}$ ]
FA-00	3	2,56	0,23	8,81	3,07	2,33
	7	1,64	0,12	7,43	1,85	1,52
	28	1,13	0,05	4,63	1,19	1,01
	90	0,93	0,04	4,60	1,34	0,82
	180	0,84	0,04	4,50	0,89	0,73
	365	0,60	0,03	4,49	0,62	0,44
FA-20	3	4,65	0,45	9,68	5,56	3,54
	7	2,23	0,18	8,28	2,54	2,08
	28	0,74	0,04	6,12	0,82	0,67
	90	0,52	0,03	5,80	0,58	0,51
	180	0,44	0,02	5,72	0,48	0,39
	365	0,30	0,02	5,65	0,42	0,29
FA-30	3	12,82	1,27	9,94	14,62	11,28
	7	5,64	0,41	7,30	6,08	5,30
	28	2,72	0,19	6,89	2,90	2,51
	90	1,83	0,11	6,17	1,91	1,68
	180	1,40	0,09	6,13	1,51	1,21
	365	0,90	0,06	6,01	1,22	0,96

Na podstawie analizy rozkładów średnich wartości  $W_c$  widać wyraźnie, że maksymalne szerokości rozwarcia rys występowały w betonie z największą ilością popiołów lotnych o najkrótszym okresie dojrzewania. Po 3 dniach wielkość  $W_c$  wynosiła w FA-30/3 12,82  $\mu\text{m}$ , co było wynikiem prawie 6 x i około 3 x większym w stosunku do uzyskanego odpowiednio dla betonu FA-00/3 i FA-20/3. W młodym wieku pęknięcia o największych szerokościach występowały w betonach z dodatkami. W FA-30/3 miały one formę dużych uskoków występujących przy granicy z ziarnami kruszywa (Rys. 7.2.c). W miarę postępującego procesu dojrzewania wielkości uszkodzeń we wszystkich kompozytach ulegały zmniejszeniu a ich struktura, widoczna w obrazach SEM, była bardziej homogeniczna, co jest potwierdzeniem wniosków z badań przedstawionych w pracy [297]. Z uwagi na niski poziom reaktywności popiołów krzemionkowych w początkowych okresach dojrzewania w betonie FA-20 i FA-30 widoczne były nieprzereagowane ziarna popiołów bądź kawerny po ich odseparowaniu od struktury matrycy, która miała niską wytrzymałość (Rys. 7.2.b). W przypadku betonu z większą ilością dodatku obrazy takie można było zaobserwować nawet w kompozytach starszych tzn. po 90 dniach dojrzewania (Rys. 7.5.c). Beton referencyjny już po 7 i 28 dniach wyróżniał się dużą ilością faz w postaci etryngitu i portlandytu. W objętości matrycy tego materiału widoczne były jednak wyraźne mikrorysy. Kompozyty z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych posiadały po 28 dniach w swojej strukturze miejsca z wykształconymi strukturami fazy C-S-H typu II i III. Wyniki badań mikroskopowych przedstawione w pracy [122] pokazują również, że po 4 tygodniach dojrzewania beton z 20% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych zawiera duże ilości włóknistej fazy C-S-H I (Rys. 3.1.a), natomiast beton FA-00 portlandyt w postaci heksagonalnych płytek (Rys. 3.2.a). Na podstawie analizy zdjęć SEM, w kolejnych okresach czasowych, można wnioskować, że w trakcie postępujących procesów tężenia kompozytów matryca w betonach staje się coraz bardziej jednorodna i sztywna. Po 365 dniach jedynie w betonie FA-30/365 można zaobserwować heterogeniczne obszary w ITZ (Rys. 7.7.c).

Po 28 dniach dojrzewania i w kolejnych badaniach, najniższe wartości  $W_c$  odnotowano dla betonu z 20% dodatkiem popiołów lotnych. Ulegały one sukcesywnemu zmniejszeniu od wartości 0,74  $\mu\text{m}$  dla betonu badanego po 4 tygodniach do poziomu 0,30  $\mu\text{m}$  w przypadku betonu rocznego. Występowanie zwartej struktury przy styku kruszywa grubego z matrycą w betonie z 20% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych zaobserwowano również w badaniach SEM wykonywanych w kontekście oceny wpływu dodatków mineralnych na ekspansję zapraw, które dojrzewały w podwyższonej temperaturze [267].

We wszystkich okresach czasowych największe szerokości pęknięć zaobserwowano dla betonu FA-30. Mimo to analizując względne zmiany  $W_c$  na przestrzeni roku (Rys. 7.9.) należy zwrócić uwagę, że relatywnie najintensywniejsza homogenizacja struktury betonów wystąpiła w przypadku FA-20 i FA-30.

Na Rys. 7.9. za 100% przyjęto szerokość pęknięcia pomierzoną po 3 dniach. W kolejnych okresach czasowych oceniano jakie były procentowe zmiany  $W_c$  w stosunku do wartości pierwotnych. Mimo, że beton porównawczy początkowo odznaczał się najmniejszą szerokością rozwarcia pomierzonych rys to jednak w trakcie procesu dojrzewania wielkość pęknięć zmniejszała się w o wiele mniejszym stopniu niż miało to miejsce w betonach modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Po 4 dniach od wykonania pierwszego pomiaru  $W_c$  w FA-00/7 stanowiła aż 64% wartości początkowej podczas gdy w betonach modyfikowanych poniżej 50% (Rys. 7.9.). W kolejnych okresach czasowych dało się zaobserwować podobne tendencje, co miało swoje wyraźne odzwierciedlenie przy ostatnim porównaniu. Pomiary szerokości pęknięć wykonane po roku wskazują, że  $W_c$  w FA-00/365 stanowi jeszcze prawie 25% wartości 3-dniowej, natomiast w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych nie przekracza nawet 10% (Rys. 7.9.).



Rys. 7.9. Względne zmiany w czasie średniej szerokości pęknięć  $W_c$  badanych betonów

#### 7.1.4. Związek szerokości rozwarcia rys $W_c$ w ITZ kruszywa grubego z uogólnioną odpornością betonów na pęknięcie $K_c$

Na podstawie analizy wyników z badań mikroskopowych (Tab.7.1.) i odporności na pęknięcie (Tab. 6.8.) w Tab. 7.2. przedstawiono w jakim stopniu ulegały zmianie parametry  $K_c$  i  $W_c$  w poszczególnych okresach dojrzewania betonów w wyniku modyfikacji ich struktury krzemionkowymi popiołami lotnymi. Za wartości porównawcze, stanowiące 100%, przyjęto wyniki uzyskane dla FA-00. Rezultaty uzyskane dla betonów modyfikowanych charakteryzował spadek bądź wzrost danego parametru w stosunku do wartości bazowej.

**Tab. 7.2. Związek szerokości pęknięć w obszarze ITZ z odpornością betonów na pęknięcie**

Beton	Wartości analizowanych parametrów w poszczególnych okresach czasowych odniesione do betonu FA-00 [%]											
	3 dni		7 dni		28 dni		90 dni		180 dni		365 dni	
	$K_c$	$W_c$	$K_c$	$W_c$	$K_c$	$W_c$	$K_c$	$W_c$	$K_c$	$W_c$	$K_c$	$W_c$
FA-00	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
FA-20	66	182	92	136	104	65	108	56	111	52	115	50
FA-30	48	501	75	344	86	241	95	197	101	167	105	150

Podczas oceny zmian uogólnionej odporności na pęknięcie i średniej szerokości rysy powstałych w wyniku modyfikacji struktury matrycy cementowej analizowanych betonów można zaobserwować wyraźny związek pomiędzy oboma parametrami. Jest on szczególnie wyraźny w materiałach o krótszym okresie dojrzewania, natomiast ulega częściowemu zatarciu w betonach półrocznych i rocznych. W kompozytach modyfikowanych 3- i 7-dniowych zmiana ich mikrostruktury na skutek dodatku krzemionkowych popiołów lotnych spowodowała, że charakteryzowały się one znacznie większymi uszkodzeniami na styku kruszywa grubego i matrycy. Zjawisko to było wyraźniej dostrzegalne w betonie z 30% dodatkiem popiołów lotnych, w którym wartość  $W_c$  była większa w stosunku do uzyskanej dla FA-00 odpowiednio o 400% po 3 dniach i prawie 250% po tygodniu. W przypadku FA-20 procentowe wzrosty średniej szerokości rysy wyniosły w tych samych okresach czasowych 82% i 36%. Znaczący wzrost wielkości pęknięć w betonach, z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, badanych w młodym wieku spowodował prawdopodobnie, że w tym okresie materiały te charakteryzowały się znacznie niższymi wskaźnikami uogólnionej odporności na pęknięcie. Na podstawie wyników zestawionych w Tab. 7.2. widać że  $K_c$  uległy zmniejszeniu w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych po 3 i 7 dniach dojrzewania o: 44% i 8% w FA-20, oraz 52% i 25% w FA-30. Podobne zależności pomiędzy  $K_c$  i  $W_c$ , które zaobserwowano we wczesnych okresach dojrzewania, widoczne są również w betonie z 30% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych badanych po 28 i 90 dniach. W przypadku tego materiału w dalszym ciągu średnia szerokość rysy znacznie przekracza wartości uzyskane dla betonu FA-00. Po 28 dniach jest ona większa o 141%, natomiast po 3 miesiącach o 97%. W tym samym czasie odporność na pęknięcie betonu FA-30 jest niższa w stosunku do wartości uzyskanych dla betonu referencyjnego o 14% i 5%. W betonie z mniejszą ilością dodatku od 4. tygodnia dojrzewania widoczne jest już sukcesywne zmniejszanie się wartości  $W_c$ , co skutkuje wzrostem odporności na pęknięcie tego materiału. Po 28 i 90 dniach dojrzewania średnie szerokości rysy w FA-20 były mniejsze w porównaniu do FA-00 o 35% i 44%, natomiast wartości wskaźnika  $K_c$  wzrosły odpowiednio o 4% i 8%. Z uwagi na wzmożony przebieg reakcji pucolanowej w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych po dłuższym okre-

sie dojrzewania tzn. po 180 i 365 dniach, zmierzona średnia szerokość pęknięć uległa dalszym zmniejszeniom, co skutkowało wzrostem odporności na pękanie w tych betonach. Z uwagi na nieduże początkowe różnice w wartościach  $W_c$  pomiędzy FA-00 i FA-20 średnia szerokość rysy w betonie z 20% dodatkiem popiołów lotnych była mniejsza w stosunku do wielkości rysy dla betonu odniesienia o 48% po 180 dniach i 50% po roku. W tym samym czasie odporność na pękanie dla FA-20 zwiększyła się w stosunku do FA-00 o 11% i 15%. W przypadku betonu z 30% dodatkiem popiołów lotnych pomimo sukcesywnego i dynamicznego spadku wielkości pęknięć po 180 i 365 dniach, wartości  $W_c$  w FA-30 były nadal większe w porównaniu do zaobserwowanych w FA-00 - odpowiednio o 67% i 50%. Mimo to zachodzące w materiale intensywne reakcje pucolanowe spowodowały, że dla betonu z większą ilością dodatku podobnie jak w FA-20 w ostatnich dwóch terminach badawczych otrzymano wyższe wartości  $K_c$ . Przekraczały one nieznacznie wyniki uzyskane dla FA-00, o 1% po 180 i 5% po 365 dniach.

### 7.1.5. Podsumowanie badań mikroskopowych

Wytrzymałość betonów i ich odporność na pękanie jest bezpośrednio zależna od wewnętrznego układu mikrorys, które decydują o momencie zniszczenia materiału. Najistotniejsze są mikropęknięcia występujące na styku kruszywa grubego i matrycy cementowej, gdyż właśnie w tej części kompozytu dochodzi do rozpoczęcia procesów destrukcyjnych.

W badaniach własnych wykazano, że istnieje bezpośredni związek pomiędzy zaobserwowaną szerokością pęknięć a uogólnioną odpornością betonu na pękanie. Na podstawie wyników uzyskanych z 30 pomiarów ustalono, że wraz ze zwiększaniem się średniej szerokości rysy maleje parametr  $K_c$ . Największe uszkodzenia w obszarze ITZ wynoszące średnio prawie 13  $\mu\text{m}$  zaobserwowano w betonie z 30% dodatkiem popiołów lotnych po 3 dniach. Najbardziej zwartą była struktura kompozytu FA-20 po roku ich dojrzewania. W przypadku tego materiału średnie szerokości pęknięć wynosiły już tylko 300 nm. Podczas pierwszych dwóch pomiarów tzn., dla betonów w młodym wieku, najmniejsze szerokości rys występowały w betonie referencyjnym. Pomiędzy 28. a 365. dniem, kompozytem o najbardziej szczelnej strukturze był FA-20. We wszystkich z analizowanych betonów wielkość pęknięć malała wraz z upływem czasu dojrzewania próbek [297].

Dzięki wykonaniu dużej ilości prób i przebadaniu, z punktu widzenia skali mikro, znacznych obszarów betonów, udało się uzyskać wyniki pomiarów szerokości rys o bardzo zbliżonych wartościach. W żadnym z analizowanych betonów współczynnik zmienności nie przekraczał 10% (Tab. 7.1.).



## 7.2. Analiza nanotwardości warstw stykowych

### 7.2.1. Metody indentacji i ich zastosowanie w badaniach betonów

Badania twardości są od wielu lat ważnym narzędziem służącym do oceny właściwości materiałów konstrukcyjnych. Twardość jest istotną charakterystyką, która świadczy o odporności na działanie obciążeniem skupionym i jest prostą metodą polegającą głównie na dotknięciu danego materiału (którego właściwości mechaniczne takie jak moduł sprężystości i twardość nie są znane) innym materiałem, którego właściwości są znane. Metoda ta ma swoje korzenie w skali twardości Mohsa z 1822 roku, w której to materiały będące w stanie zostawić stałą rysę na innym materiale zostały odpowiednio sklasyfikowane; np. w skali tej talk miał najniższą twardość – 1, natomiast diamentowi przypisano maksymalną wartość w skali – 10. Twardość jako wielkość fizyczna wyrażana jest w jednostkach naprężenia. Wartość tego parametru wyznaczana jest jako iloraz siły przekazywanej poprzez specjalny wgłębnik, który umieszczany jest w materiale do powierzchni odcisku, pozostawionego przez wgłębnik. W zależności od struktury badanego materiału i przyjętej skali odniesienia w praktyce wykorzystywanych jest kilkanaście różnego typu wgłębników, których przegląd przedstawiono w pracach [42, 175]. Do oceny mikro- bądź nanotwardości materiałów najczęściej wykorzystuje się wgłębniki: Vickersa, Knoopa lub Berkovicha.

Badania twardości są realizowane na różnych poziomach obserwacji począwszy od skali makro, gdzie działające siły są rzędu kilkudziesięciu kN, a rozmiary odcisku mierzone są w mm, poprzez próby mikrotwardości z siłami dochodzącymi do 50 N i obszarem po wykonaniu badania mierzonym w mikronach, aż do badań nanotwardości prowadzonych w nano skali i przy siłach wynoszących setne części niutona.

W odniesieniu do badań ITZ w betonach, których wyróżnia się 3 rodzaje [41, 42], najwięcej uwagi poświęcane jest ocenie mikrotwardości na styku kruszywa z zaczynem, oraz w warstwach pomiędzy zaczynem a prętami lub włóknami zbrojeniowymi.

Pierwsze próby badań mikrotwardości betonu były podejmowane już ponad 50 lat temu przez badaczy rosyjskich, m.in. [210]. W swoich pracach analizowali oni mikrotwardość zarówno matrycy cementowej, jak również ITZ [210]. Wyniki przedstawione w [210] pozwoliły m.in. na potwierdzenie teorii dotyczących grubości ITZ. Dodatkowo ustalono, że w dużej bliskości od sztywnego ziarna kruszywa mikrotwardość przyjmuje relatywnie duże wartości, zbliżone do wyników uzyskiwanych w matrycy oddalonej od inkluzji o ponad 50  $\mu\text{m}$ , po czym następuje gwałtowny spadek jej wartości. W pracy [210] minimalne wyniki z badań uzyskano w przedziale odległości od około 10 do 40  $\mu\text{m}$ , po czym mikrotwardość materiału wyraźnie rosła. Potwierdzeniem przedstawionych w [210] rozkładów mikrotwardości na długości ITZ były wykonane 20 i 40 lat później badania w obszarach styku zbrojenia z matrycą cementową

w elementach fibrobetonowych [383] i żelbetonowych [399], oraz prezentowane w 2013 r. rezultaty badań mikrotwardości w strefie ITZ betonów z dodatkami mineralnymi [78, 377]. Na podstawie przeprowadzonych wcześniej eksperymentów możliwe jest z dużym przybliżeniem wyodrębnić w obszarze ITZ 3 strefy mikrotwardości różniącymi się między sobą wynikami badań. Są to:

- **strefa pierwsza** – znajdująca się w najbliższym sąsiedztwie ziarna kruszywa, bądź zbrojenia, tzn.  $0 \div 10 \mu\text{m}$ ,
- **strefa druga** – w odległości  $10 \div 50 \mu\text{m}$ ,
- **strefa trzecia** – oddalona od ziarna kruszywa o ponad  $50 \mu\text{m}$ .

W trakcie realizacji tradycyjnych badań mikrotwardości istotnym problemem jest ustalenie dokładnych wymiarów odcisku powstałego po umieszczeniu wgłębnika w materiale. Zadanie to jest szczególnie trudne w przypadku heterogenicznych struktur kompozytów cementowych, w których zarys odcisku o niewielkich rozmiarach jest zazwyczaj mało wyraźny. Trudności wynikające z oceny miejsca odcisku po badaniu mikrotwardości były prawdopodobnie jedną z głównych przyczyn, która spowodowała znaczące ograniczenie wykonywania tego typu badań po wstępnych eksperymentach przeprowadzonych przez autorów pracy [210].

Ponowne zainteresowanie tymi zagadnieniami nastąpiło z końcem XX i na początku XXI w. wraz z rozwojem nowoczesnych technik indentacji, które znacząco różniły się od typowych prób twardości [154, 399]. Wyraźny progres w zakresie oceny mikro- a nawet nanomechanicznych właściwości materiałów możliwy był głównie dzięki zastosowaniu nowych urządzeń, które pozwalały na ciągły pomiar siły i przemieszczenia w trakcie trwania procesu indentacji. Metoda po angielsku określana jako Depth-Sensing Indentation – DSI wyklucza występowanie problemów związanych z identyfikacją wymiarów odcisku po umieszczeniu wgłębnika, gdyż pozwala na wyznaczenie właściwości badanego materiału nawet w przypadku, gdy uzyskane pole odcisku, nie nadaje się do pomiaru jego powierzchni w sposób konwencjonalny, np.: gdy jest zbyt małe, lub jeżeli materiał jest zbyt niejednorodny [42]. Przebieg badania, zasady pomiaru i graficzną interpretację procesu indentacji podano w pracy [261]. Badanie przy pomocy techniki DSI, polega na ciągłym zapisie parametrów pracy urządzenia takich jak: przyrost siły i przemieszczenie wgłębnika najczęściej w formie wykresów, które obejmują trzy fazy eksperymentu:

- obciążenie, podczas którego wgłębnik jest umieszczany w materiale przy założonej prędkości wciskania aż do osiągnięcia zadanej siły maksymalnej,
- zablokowanie wgłębnika w materiale przez założony czas pauzy,
- powolne odciążenie wgłębnika, najczęściej z taką samą prędkością z jaką poruszał się w fazie pierwszej.

Sukcesywne śledzenie procesu indentacji w funkcji siły normalnej pozwala na ustalenie zależności graficznej, na podstawie której można m.in. ocenić: rodzaj materiału poddanego analizie, np.: kruszywo, matryca, włókno zbrojeniowe [379], poprawność przeprowadzenia badania poprzez akceptację wykresu indentacji [233], rodzaj fazy betonu, która była badana, np. CH, C-S-H [391]. Ponadto w przypadku zastosowania metody DSI w badaniach betonu możliwe jest ustalenie takich parametrów materiałowych jak: wytrzymałość, moduł sprężystości i pełzanie, np. [261, 359, 372, 399].

W przypadku badań mikrotwardości matrycy cementowej betonu najczęściej wykorzystywany jest wgłębnik Vickersa mający formę diamentowej piramidy o kącie rozwarcia  $\varphi=136^\circ$  co powoduje, że odcisk w materiale ma kształt kwadratu z dwiema przekątnymi. Metodę pomiaru mikrotwardości betonu szczegółowo opisano w [109]. Eksperymenty tego typu mogą służyć zarówno do oceny mikrostruktury kompozytów poddanych wpływom czynników zewnętrznych, jak również do ustalania zależności między mikrotwardością a parametrami betonu bądź zaczynu [42, 109]. Możliwe jest również na podstawie badania mikrotwardości ustalenie odporności na pękanie materiału  $K_{Ic}$ .

Do prawidłowej klasyfikacji faz w betonie (matryca cementowa, ziarna kruszywa) w badaniach wgłębnikiem Vickersa pomocnym dodatkowym urządzeniem jest analizator emisji akustycznej [307], natomiast na podstawie statystycznego rozkładu wyników mikrotwardości możliwe jest wyodrębnienie w matrycy faz C-S-H o niskiej i wysokiej gęstości [110].

Analizy, mające na celu identyfikację jakościową i ilościową składników mikrostruktury betonów, stały się obecnie domeną badań z wykorzystaniem metod nanoindentacji. Pozwalają one, podobnie jak w przypadku prób wgłębnikiem Vickersa [110] na rozróżnienie typów C-S-H w zależności od ich gęstości i sztywności [57, 232, 233], czy wyodrębnienie kilku różnych rodzajów faz w betonie [340]. Możliwe jest również tworzenie map rozkładu badanych parametrów (modułu sprężystości, nanotwardości) co może być szczególnie pomocne w analizach ITZ [400].

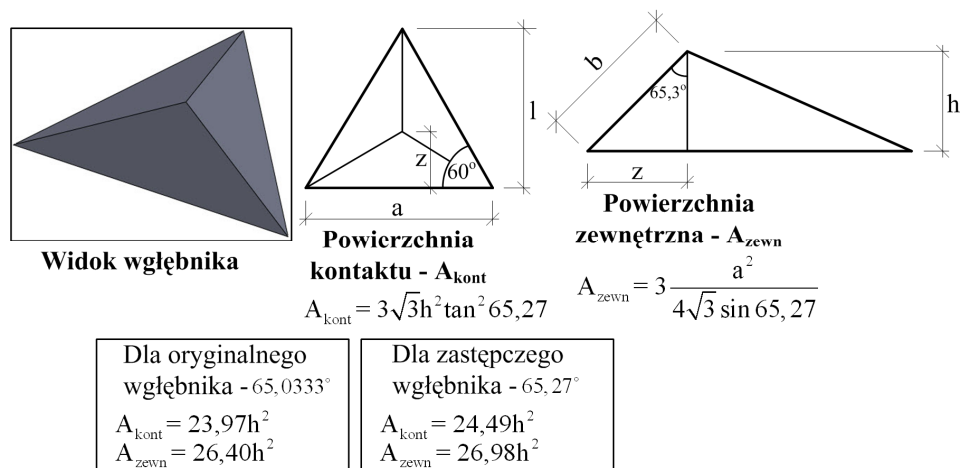
### **7.2.2. Sprzęt wykorzystywany w badaniach nanotwardości i metodyka przeprowadzania pomiarów w obszarze warstw stykowych**

W wyniku przedstawionego w Roz. 3.3.1. przeglądu dostępnych metod służących do oceny właściwości ITZ w betonach ustalono, że jednym ze sposobów eksperymentalnych umożliwiających wnikliwie przeanalizowanie tej niewralgicznej strefy betonu są badania mikro- bądź nanotwardości. Jednak z uwagi na niewielkie rozmiary ITZ i jej dużą heterogeniczność częściej do tego typu testów wykorzystuje się nanowgłębniki [175].

Szersze zastosowanie metod indentacji w skali nano związane jest niewątpliwie z gwałtownym w ostatnich latach rozwojem nanotechnologii, m.in. w technologii materiałów budowlanych [58]. Ogólne założenia dotyczące

badania nanotwardości materiałów przedstawił w swojej monografii A. C. Fischer-Cripps [84]. Zasada wykonywania pomiarów twardości techniką DSI jest podobna jak przy badaniu mikrotwardości, przy czym w badaniach nanoindentacji siły są zwykle wyrażone w mN i mierzone z rozdzielczością kilku nN. Próby twardości metodą nanoindentacji zazwyczaj są wykonywane przy użyciu węgłników kulistych lub piramidalnych.

W badaniach nanotwardości betonu jednym z powszechniej używanych jest węgłnik Berkovicha [57, 139, 232, 233, 340, 372, 379, 391]. Ma on tę zaletę, że krawędzie jego piramidy w kształcie czworoscianu foremego spotykają się w jednym punkcie, w przeciwieństwie do czworobocznej piramidy Vickersa. Węgłnik Berkovicha jest zazwyczaj stosowany w próbach nanoindentacji, ponieważ łatwiej jest go uformować do ostrzejszego ostrza niż czworoboczny węgłnik Vickersa, co zapewnia bardziej precyzyjną kontrolę w czasie procesu indentacji. Średnia siła nacisku jest zazwyczaj ustalana na podstawie pomiaru plastycznej głębokości penetracji  $h_p$ . Pierwszy węgłnik Berkovicha opisany w pracy [31] został zaprojektowany w taki sposób, aby miał ten sam stosunek rzeczywistej powierzchni do głębokości wgniecenia, oraz ten sam kąt wierzchołkowy  $65,0333^\circ$ , co węgłnik Vickersa. Odkąd przyjęło się stosowanie średniej siły nacisku jako definicję twardości w nanoindentacji, węgłniki Berkovicha projektowane są w taki sposób, aby mieć ten sam stosunek przewidywanej powierzchni kontaktu  $A_{kont}$  do głębokości wgniecenia co węgłnik Vickersa, w którym to przypadku kąt wierzchołkowy wynosi  $65,27^\circ$ . Promień końcówki dla typowego nowego węgłnika Berkovicha jest rzędu  $50 \div 100$  nm i zazwyczaj zwiększa się wraz ze zużyciem do 200 nm [84]. Charakterystyki geometryczne węgłnika Berkovicha przedstawiono na Rys. 7.10, natomiast rzeczywisty kształt odcisku po badaniu, w postaci trójkąta równobocznego na Rys. 7.13.a.

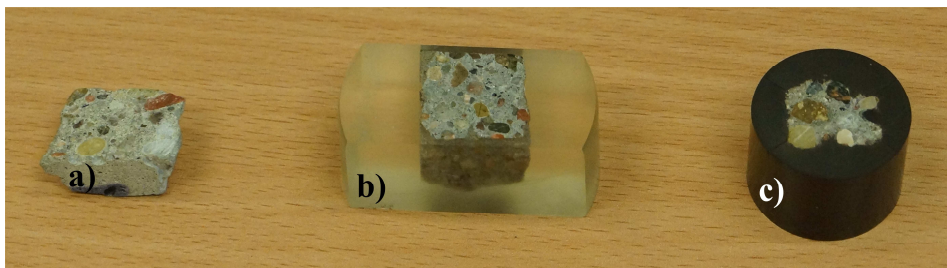


Rys. 7.10. Geometria nanowęgłnika Berkovicha [84]

Z uwagi na wymiary ITZ badania tej strefy z wykorzystaniem metod nanoindentacji okazują się optymalnym rozwiązaniem. Eksperymenty takie wymagają jednak użycia specjalistycznego sprzętu oraz zachowania odpowiednich procedur dotyczących: przygotowania próbek, wyboru miejsc do badań i przeprowadzenia pomiarów. Próbki do badań w kształcie małych prostopadłościanów są zazwyczaj wycinkami z większych elementów betonowych. Wymiary ich krawędzi bocznych w rzucie wynoszą najczęściej od 10 do nawet 100 mm, a grubość 10÷20 mm. Specjalnie wypolerowane próbki mogą być umieszczone w zaciskach stolika maszyny, po wcześniejszym ich przygotowaniu, z wykorzystaniem jednego z trzech poniższych sposobów:

- poprzez **precyzyjne wycięcie próbek** tak żeby ich powierzchnie boczne były idealnie równe (w takim przypadku nie są już potrzebne dodatkowe zabiegi przygotowawcze),
- poprzez wcześniejsze **inkludowanie próbek na zimno** w żywicy epoksydowej lub akrylowej,
- poprzez wcześniejsze **inkludowanie próbek na gorąco** w żywicy termoutwardzalnej lub temoplastycznej.

W przypadku próbek inkludowanych czas potrzebny na związanie masy żywicznej użytej do tego procesu wynosi w zależności od rodzaju żywicy od kilkunastu minut do jednego dnia i jest to czas, który trzeba odczekać żeby można było wykonać badanie. Ponieważ beton jest materiałem czułym na wysokie temperatury częściej stosowane jest przygotowanie próbek poprzez ich inkludowanie na zimno. Dodatkowym problemem związanym z przygotowaniem próbek inkludowanych na gorąco jest konieczność posiadania odpowiedniej prasy, która nie jest stosowana w metodzie inkludowania na zimno. W przypadku inkludowania na zimno próbkę umieszcza się w specjalnej foremce a następnie zalewa żywicą i czeka na jej stwardnienie. Na Rys. 7.11. pokazano próbki betonowe do badań nanotwardości przygotowane w trzech możliwych wariantach.



Rys. 7.11. Widok próbek przygotowanych do badań nanotwardości: a) bez dodatkowej obróbki, b) inkludowana na zimno, c) inkludowana na gorąco

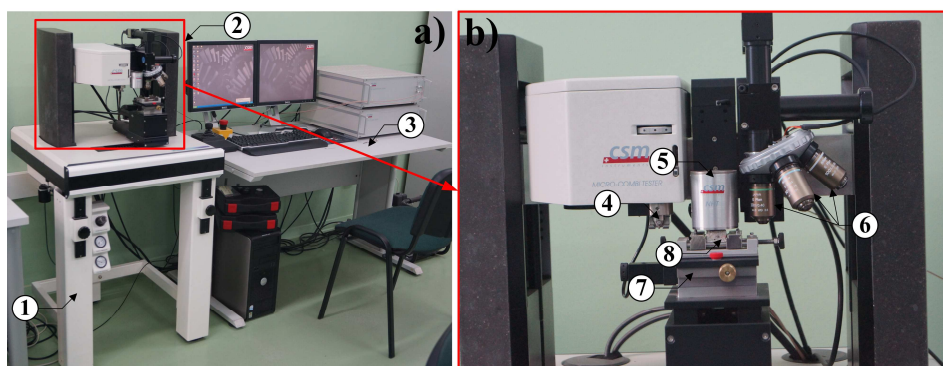
Urządzenie do przeprowadzenia prób nanotwardości powinno umożliwiać stały pomiar siły w zakresie do 10 N oraz przemieszczenie w zakresie do 50  $\mu\text{m}$  z rozdzielczością wynoszącą 1 mN dla siły i 2 nm dla przemieszczenia. Typowy zakres obciążeń w przypadku badania ITZ wynosi od 20 do 50 mN [42, 175]. Dolna granica wynika z minimalnej powierzchni odcisku i ewentualnych późniejszych trudności z pomiarem przekątnych. Górne ograniczenie wynika natomiast z faktu, że wykonane odciski powinny być odpowiednio małe, aby była możliwość przeprowadzenia kilku testów w obrębie danej strefy [42]. Trzeba mieć na uwadze, że skoro planowane jest wykonanie kilku odcisków w przestrzeni ITZ, której grubość wynosi mniej więcej 50  $\mu\text{m}$  (por. Roz. 3.3.1.), to rozmiar pojedynczego odcisku nie powinien przekroczyć 10÷15  $\mu\text{m}$  (Rys. 7.13.a). Ponadto aby nie dopuścić do wzajemnego oddziaływania pomiędzy kolejnymi próbami wymagane jest zachowanie odpowiedniej odległości między odciskami, która wg normy ASTM E384: Standard Test Method for Microhardness of Materials równa jest co najmniej dwukrotnej długości przekątnej odcisku. Możliwe trzy strategie wykonywania pomiarów w obszarze ITZ zaprezentowano graficznie w pracy [154].

### **7.2.3. Badania nanotwardości warstw stykowych w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych**

Podczas studiów literaturowych napotkano na dwie publikacje dotyczące badania ITZ w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych metodami indentacji [377, 380]. W pracy [380] oceniano procentowy wpływ tego substytutu spoiwa (w ilości od 20 do 60%) na parametry strefy stykowej badane w różnych okresach czasowych (po: 28, 56 i 90 dniach dojrzewania), natomiast artykuł [377] prezentuje wyniki badań betonów wysokowartościowych z dodatkiem popiołów lotnych o różnych wskaźnikach w/c. Z wniosków przedstawionych w tych pracach wynika, że popiół lotny podnosi jednorodność matrycy w strefie styku kruszywa z zaczynem [377], natomiast najwyższe wskaźniki twardości we wszystkich okresach dojrzewania występują gdy ilość dodatku wynosi 20% [380]. Obydwie z powyższych prac [377, 380] dotyczą testów z wykorzystaniem węgelnika Vickersa, a więc badań mikrotwardości.

Celem badań własnych było przeanalizowanie zmian nanotwardości w obszarach ITZ pomiędzy kruszywem a zaczynem cementowym w betonie wykonanym na czystym CEM I, oraz betonach modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. W pracy [120] przedstawiono wyniki badań nanotwardości w przedmiotowych betonach po 28 dniach, natomiast poniżej zostaną przedstawione analizy oceniające jaki wpływ wywiera czas dojrzewania próbek na badany parametr.

Do badań nanotwardości betonu wykorzystano kompaktową platformę CSM Instruments (Rys. 7.12.a) wyposażoną we wgłębniki do badań, zarówno mikro- jak i nanotwardości (Rys. 7.12.b). Taki sam sprzęt stosowano wcześniej m.in. w badaniach oceniających postęp karbonatyzacji zaczynów [139]. W korpusie urządzenia pokazanym na Rys. 7.12.b znajduje się wgłębnik Vickersa (4) i Berkovicha (5), oraz zestaw trzech lunet o powiększeniach: 5, 20 i 50 x (6). Lunety służą do precyzyjnego wyboru miejsca do badań na próbce (8), która jest umieszczana na stoliku urządzenia o wymiarach 120 x 20 mm (7). Nanowgłębnik Berkovicha charakteryzuje się następującymi parametrami: maksymalna wartość siły 500 mN przy rozdzielczości 0,04  $\mu$ N, maksymalna głębokość odcisku 20  $\mu$ m przy rozdzielczości 0,04 nm.

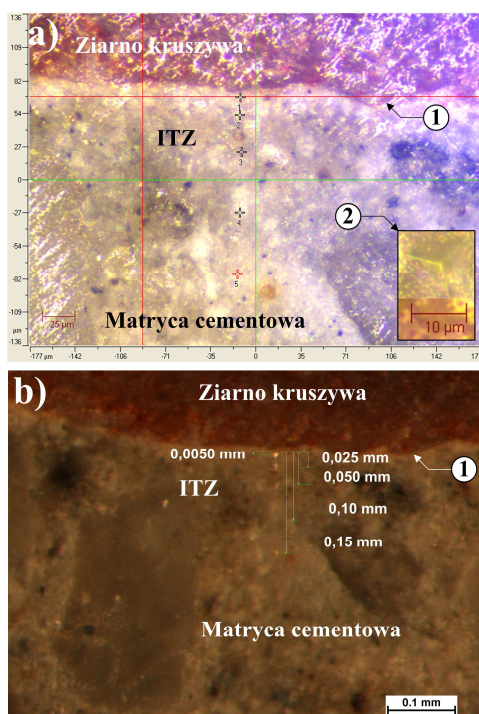


**Rys. 7.12. Urządzenie do badania mikro- i nanotwardości: a) widok stanowiska badawczego, b) szczegóły korpusu urządzenia; 1 – kompaktowa platforma CSM, 2 – korpus urządzenia, 3 – pulpit z oprzyrządowaniem sterującym i komputerem, 4 – wgłębnik Vickersa, 5 – wgłębnik Berkovicha, 6 – lunety, 7 – stolik, 8 – próbka**

Eksperymenty przeprowadzono przy zastosowaniu techniki DSI opisanej w [260]. Rejestrowany automatycznie pomiar obejmował: umieszczanie wgłębnika w próbce do momentu osiągnięcia maksymalnej założonej siły równej 50 mN, utrzymanie wgłębnika przez 10 s, oraz odciążenie. Zarówno przy obciążeniu jak i odciążeniu przyrost i spadek siły wynosił 100 mN/min. Materiał do badań pobrano z kostek, wykorzystanych wcześniej do oceny odporności betonów na pęknięcie przy II modelu pęknięcia, por. Roz. 6.4. [122]. Z sześciątów wycięto tzw. zgłady o wymiarach: 20 x 20 x 10 mm. W celu uzyskania jak najbardziej miarodajnych wyników z każdej serii betonu w każdym z sześciu terminów badań przygotowano 12 kostek. Następnie wybierano próbki z takimi obszarami gdzie występowały duże ziarna kruszywa grubego z przyległymi ITZ. Jeżeli powierzchnie boczne kostek były gładkie przystępowano do badań nanotwardości bez dodatkowych prac. W przypadku próbek o nierównych krawędziach musiały być one wcześniej zainkludowane. W większości przypadków

stosowano metodę inkludowania na zimno. Próbki umieszczano w żywicy epoksydowej EpoFix Kit i badano po 24 godzinach od wykonania tej operacji. W przypadku kilku próbek wykorzystano również z powodzeniem metodę inkludowania na gorąco. Procedurę tą przeprowadzano na specjalnej prasie LaboPress-3 stosując żywicę Duro Fast. Przy takim przygotowaniu próbek badania wykonywano po około kilkunastu minutach od zainkludowania kostek.

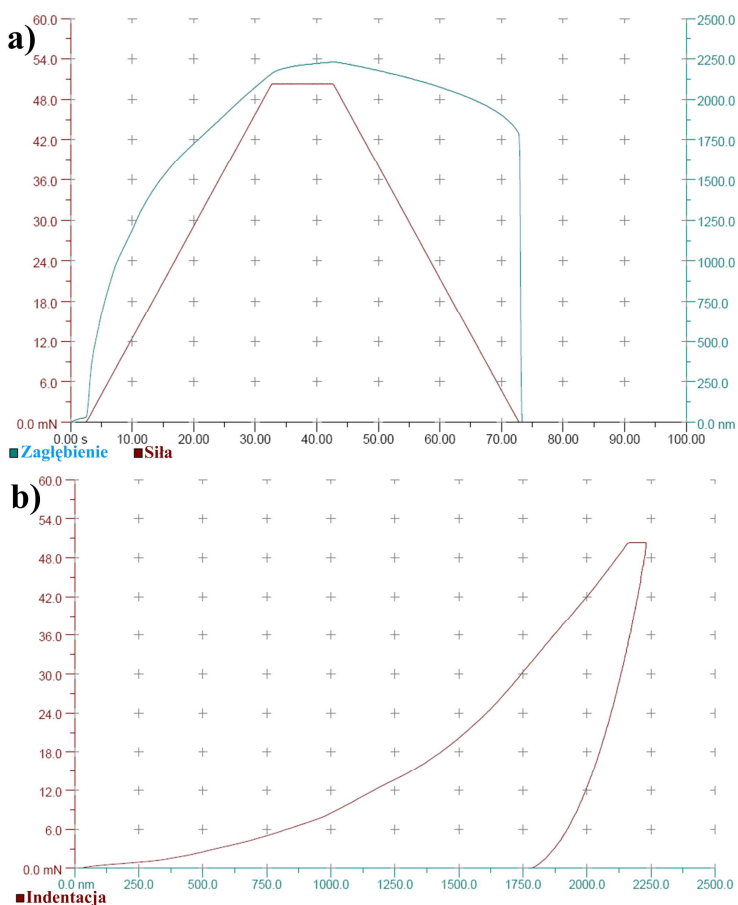
Chcąc dokładnie przeanalizować rozkłady nanotwardości ustalono, że próby będą wykonywane w każdej z 3 wyszczególnionych stref ITZ (por. Roz. 7.2.1.) oraz w zasadniczej matrycy. Założono, że nanotwardość będzie badana w następujących odległościach od ziarna kruszywa: 5, 25, 50, 100 i 150  $\mu\text{m}$ . Dzięki lunetom (Rys. 7.12.b) możliwe było dokładne zaplanowanie miejsca wykonania testu, a potwierdzeniem poprawności wyboru były zdjęcia z pomiarami odległości wykonywane po zakończonym badaniu. Na Rys. 7.13. pokazano dla przykładowej próbki oznaczenia miejsc, w których przeprowadzone były badania nanotwardości wraz z pomiarem odległości wybranych punktów od granicy ziarna kruszywa. Dodatkowo Rys. 7.13.a zawiera zdjęcie odcisku nanowęglownika Berkovicha.



**Rys. 7.13.** Zdjęcia pokazujące przykładowy obszar ITZ z zaznaczonymi punktami pomiarowymi: a) oznaczenia cyfrowe punktów, b) pomierzone odległości punktów pomiarowych od granicy ziarna; 1 – granica ziarna kruszywa, 2 – widok odcisku



Ponieważ badany materiał był silnie niejednorodny testy wymagały częstych powtórzeń, a poprawność uzyskanych wyników oceniano m.in. na podstawie kształtu krzywych z indentacji [359, 372, 391] (Rys. 7.14.b). Na podstawie pomiaru głębokości na jaką wciśnięty został wgłębnik w próbkę przy sile maksymalnej, a w konsekwencji znając powierzchnię jego odcisku [261] program dołączony do urządzenia sam wyznaczał nanotwardość i przedstawiał wyniki wraz z wykresami (Rys. 7.14.) w formie raportów. Dla każdego z pomiarów program generował dwa rodzaje wykresów, których przykłady przedstawiono na Rys. 7.14. Zależności graficzne pokazywały jak zmieniała się siła i poziom penetracji próbki przez wgłębnik w funkcji czasu (Rys. 7.14.a), oraz jak wyglądała krzywa indentacji (Rys. 7.14.b).



**Rys. 7.14. Przykładowe wykresy z badań nanotwardości: a) zagłębienia wgłębniaka i siły w funkcji czasu, b) indentacji.**

Ostateczne wartości uzyskane z badań dla każdego punktu w obszarze ITZ stanowiły średnią z 12 pomiarów. Oprócz sprawdzenia odległości punktów pomiarowych od ziarna kruszywa, po skończonych pomiarach oceniano również wygląd odcisków wgłębnika (Rys. 7.13.a). Prace te wykonywano na mikroskopie stereoskopowym wyposażonym w kamerę Nikon SMZ 1000, przy powiększeniach od 20 do 80 x.

## 7.2.4. Wyniki badań i ich analiza

W Tab. 7.3. zestawiono średnie wartości nanotwardości badanej wgłębnikiem Berkovicha – HB w strefie ITZ wszystkich betonów wraz z rozrzutami wyników  $\delta$  [MPa] i współczynnikami zmienności  $\nu$  [%].

Tab. 7.3. Nanotwardość w obszarze warstw stykowych analizowanych betonów

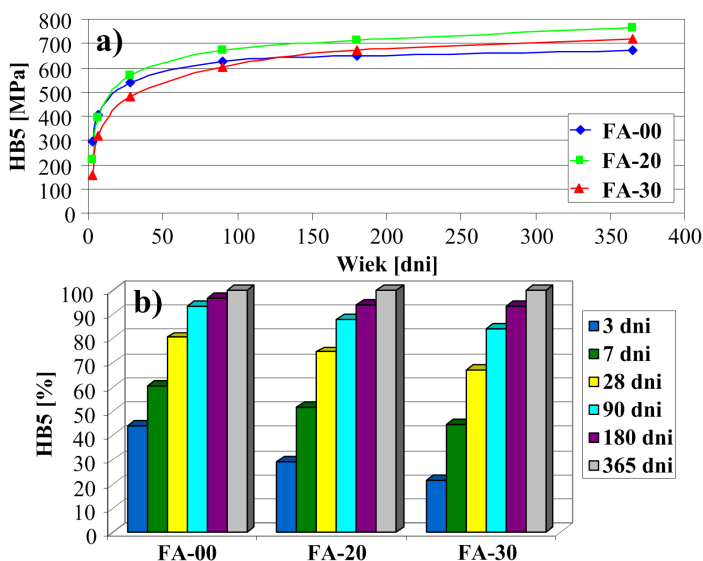
Beton	Wiek [dni]	Nanotwardość [MPa]				
		HB5 $\pm\delta$ ; $\nu$	HB25 $\pm\delta$ ; $\nu$	HB50 $\pm\delta$ ; $\nu$	HB100 $\pm\delta$ ; $\nu$	HB150 $\pm\delta$ ; $\nu$
FA-00	3	295 $\pm$ 34; 9,6	222 $\pm$ 42; 10,6	286 $\pm$ 38; 10,0	293 $\pm$ 40; 10,4	298 $\pm$ 39; 10,1
	7	408 $\pm$ 32; 9,0	306 $\pm$ 38; 10,2	394 $\pm$ 34; 9,5	405 $\pm$ 35; 9,8	412 $\pm$ 34; 9,7
	28	542 $\pm$ 30; 8,9	407 $\pm$ 35; 9,7	525 $\pm$ 28; 9,2	541 $\pm$ 31; 9,4	548 $\pm$ 30; 9,3
	90	628 $\pm$ 28; 8,0	464 $\pm$ 30; 8,8	604 $\pm$ 24; 8,4	620 $\pm$ 28; 8,7	633 $\pm$ 27; 8,4
	180	652 $\pm$ 26; 7,2	476 $\pm$ 28; 8,0	626 $\pm$ 22; 7,8	634 $\pm$ 26; 7,9	657 $\pm$ 25; 7,6
	365	674 $\pm$ 22; 5,8	495 $\pm$ 24; 7,6	650 $\pm$ 20; 7,4	658 $\pm$ 25; 7,5	680 $\pm$ 22; 6,2
FA-20	3	222 $\pm$ 40; 10,2	170 $\pm$ 44; 12,8	212 $\pm$ 38; 10,8	218 $\pm$ 42; 11,6	224 $\pm$ 38; 11,4
	7	394 $\pm$ 36; 9,8	295 $\pm$ 40; 12,0	374 $\pm$ 35; 10,6	388 $\pm$ 38; 11,2	395 $\pm$ 36; 10,8
	28	568 $\pm$ 32; 9,5	431 $\pm$ 38; 11,6	555 $\pm$ 32; 10,4	570 $\pm$ 35; 10,8	576 $\pm$ 35; 10,5
	90	670 $\pm$ 30; 9,1	512 $\pm$ 34; 10,8	652 $\pm$ 28; 9,6	678 $\pm$ 30; 9,8	685 $\pm$ 29; 9,6
	180	715 $\pm$ 28; 8,5	548 $\pm$ 30; 10,0	698 $\pm$ 24; 8,8	722 $\pm$ 28; 9,2	732 $\pm$ 26; 8,6
	365	763 $\pm$ 23; 6,5	580 $\pm$ 25; 9,2	745 $\pm$ 22; 7,4	768 $\pm$ 26; 8,9	778 $\pm$ 24; 8,0
FA-30	3	155 $\pm$ 42; 11,6	108 $\pm$ 48; 13,4	144 $\pm$ 45; 13,2	143 $\pm$ 45; 13,0	147 $\pm$ 43; 12,2
	7	319 $\pm$ 38; 11,2	226 $\pm$ 46; 13,0	305 $\pm$ 42; 12,5	302 $\pm$ 43; 12,4	312 $\pm$ 41; 11,8
	28	480 $\pm$ 35; 10,7	344 $\pm$ 45; 12,8	462 $\pm$ 40; 11,9	458 $\pm$ 42; 12,1	473 $\pm$ 40; 11,6
	90	604 $\pm$ 32; 9,5	440 $\pm$ 38; 12,0	585 $\pm$ 36; 10,4	583 $\pm$ 36; 11,6	603 $\pm$ 35; 11,0
	180	670 $\pm$ 30; 8,8	488 $\pm$ 34; 11,2	644 $\pm$ 33; 9,8	642 $\pm$ 33; 10,4	668 $\pm$ 33; 10,2
	365	718 $\pm$ 25; 7,0	524 $\pm$ 28; 10,0	690 $\pm$ 26; 8,7	687 $\pm$ 30; 9,8	716 $\pm$ 30; 9,6

W celu wyraźniejszego zobrazowania różnic występujących w uzyskiwanych wynikach, dla każdego z analizowanych punktów ITZ przedstawiono jak zmieniają się wartości HB w betonach pomiędzy 3. a 365. dniem dojrzewania. Rozkłady nanotwardości w czasie pokazano na Rys. od 7.15.a do 7.19.a.

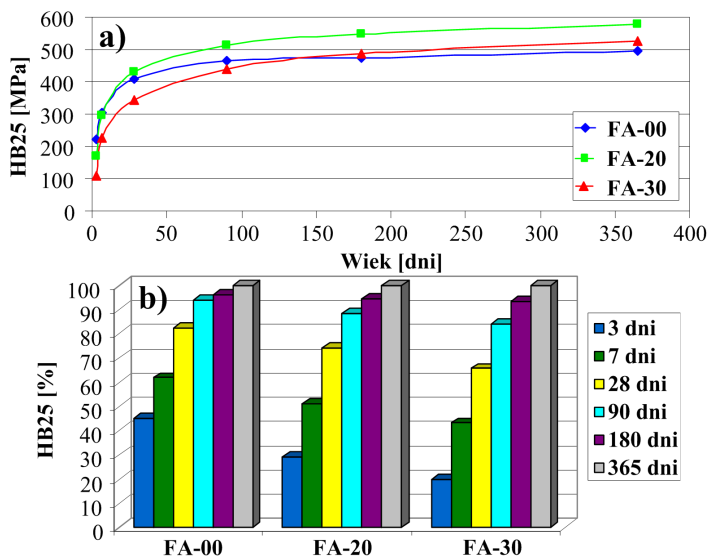
W betonach 3- i 7-dniowych, w każdym z analizowanych punktów, najwyższe wartości HB odnotowano dla FA-00, natomiast nanotwardość betonów z dodatkami była w tych okresach bardzo niska. W kompozytach dojrzałych z krzemionkowymi popiołami lotnymi następował gwałtowny wzrost HB.

Dynamikę przyrostu nanotwardości w poszczególnych betonach, dla wszystkich punktów pomiarowych, pokazano na Rys. od 7.15.b do 7.19.b. Beton z 20% dodatkiem popiołów lotnych od 28. dnia dojrzewania aż do ostatniego pomiaru, charakteryzował się najwyższymi wskaźnikami nanotwardości. Kompozyt z większą ilością popiołów lotnych, w pierwszych sześciu miesiącach od wykonania zarobów, miał najniższe wartości HB.

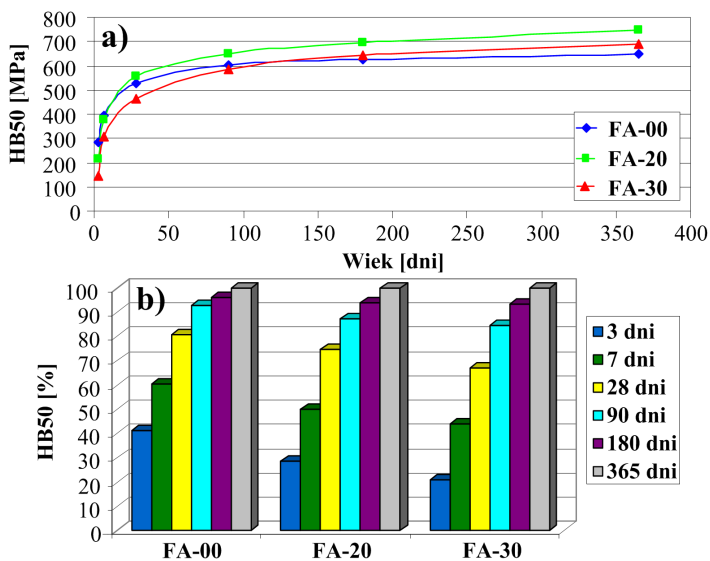
Na podstawie analizy Rys. od 7.15.a do 7.19.a widać, że w zależności od badanej strefy ITZ w okresie pomiędzy 130. a 160. dniem wskaźniki HB dla FA-30 zaczynały przewyższać wyniki uzyskane dla FA-00. W związku z tym po 180 i 365 dniach we wszystkich punktach ITZ nanotwardość w FA-30 była wyższa od HB uzyskanej dla betonu referencyjnego.



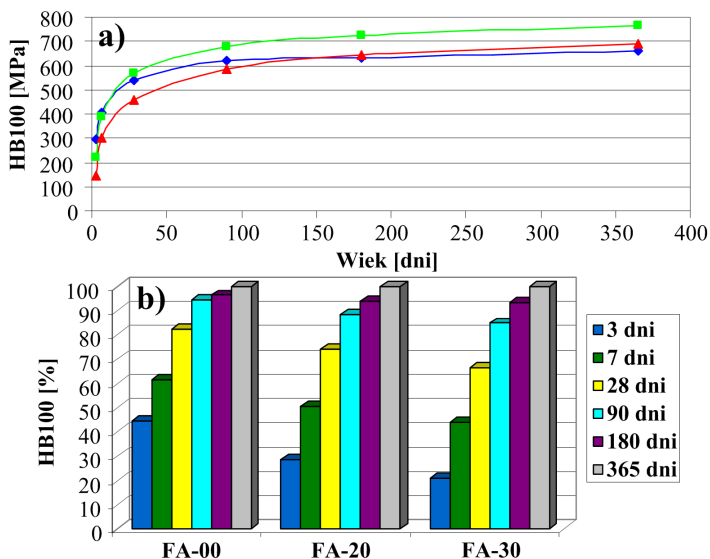
Rys. 7.15. Nanotwardość betonów HB5: a) w funkcji wieku, b) względna



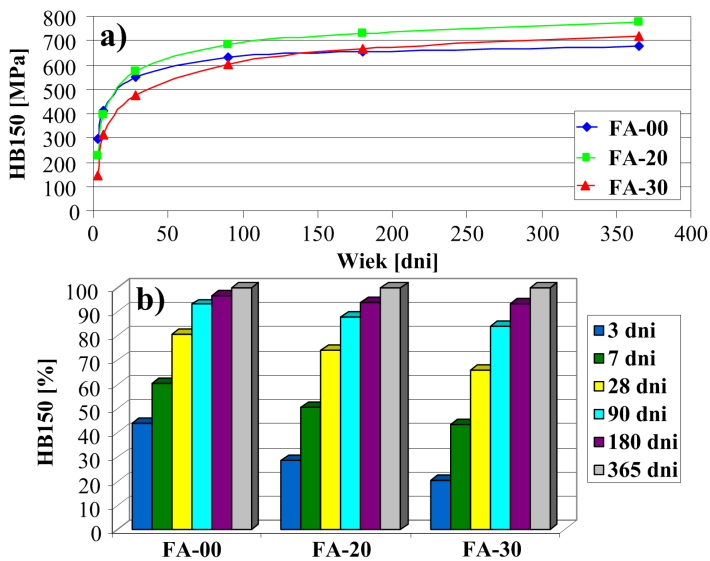
Rys. 7.16. Nanotwardość betonów HB25: a) w funkcji wieku, b) względna



Rys. 7.17. Nanotwardość betonów HB50: a) w funkcji wieku, b) względna

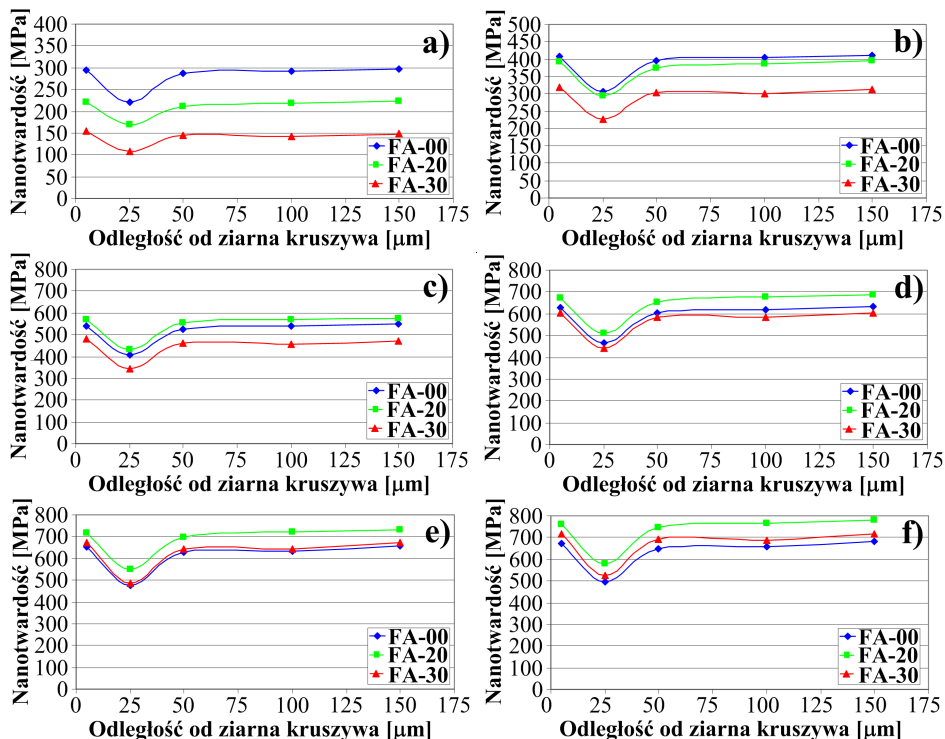


Rys. 7.18. Nanotwardość betonów HB100: a) w funkcji wieku, b) względna



Rys. 7.19. Nanotwardość betonów HB150: a) w funkcji wieku, b) względna

Na Rys. 7.20. pokazano porównanie rozkładów nanotwardości na długości ITZ dla wszystkich badanych betonów, we wszystkich dniach, w których wykonywane były testy.



Rys. 7.20. Rozkłady nanotwardości w strefie warstw stykowych analizowanych betonów po okresie: a) 3 dni, b) 7 dni, c) 28 dni, d) 90 dni, e) 180 dni, f) 365 dni

Otrzymane wykresy są bardzo podobne do wyników prezentowanych w innych pracach [78, 209, 376, 382, 398] i pokazują, że duże wartości HB odnotowano przy styku kruszywa z matrycą (co jest prawdopodobnie spowodowane wiązaniami, które występują w poprzek ITZ [154]), oraz poza strefą ITZ, w odległości: 50, 100 i 150 μm od kruszywa. Bardzo zbieżne tendencje w rozkładach HB występują w betonach FA-00 i FA-20, natomiast nieco inaczej wyglądają wykresy dla FA-30. W przypadku betonu porównawczego i z dodatkiem 20% popiołów lotnych, w odległości 50 μm od granicy z kruszywem grubym, następuje sukcesywny wzrost HB matrycy i w najbardziej oddalonym z analizowanych punktów wyniki HB przyjmują najwyższe wartości. Tendencja taka jest potwierdzeniem wyników badań przedstawionych w pracy [205], z których wynika, że wzrost parametrów mechanicznych i jednorodności struktury matrycy zwiększa się wraz z oddalaniem się od granicy ziarna. Nieznacznie inaczej

wygląda rozkład nanotwardości na grubości ITZ w betonie z 30% dodatkiem popiołów lotnych. W przypadku FA-30 w odległości 50÷100  $\mu\text{m}$  widoczny jest jeszcze nieznaczny spadek HB, po czym następuje jego wzrost. Mimo to w przypadku dodatku 30% popiołów lotnych HB jest najwyższa w odległości 5  $\mu\text{m}$  od ziarna kruszywa a nie tak jak w pozostałych betonach 150  $\mu\text{m}$ . Na podstawie Rys. 7.20. można stwierdzić, że prawdopodobnie obszar ITZ w betonach FA-00 i FA-20 wynosi około 50  $\mu\text{m}$ , natomiast większa ilość dodatku powoduje wzrost grubości tej strefy i pogorszenie jej charakterystyk mechanicznych. Ponieważ parametry ITZ w istotny sposób rzutują na właściwości wytrzymałościowe betonu, uzyskane wyniki potwierdzają rezultaty badań wytrzymałościowych i odporności na pękanie przedstawionych w Roz. 6.

Na podstawie rysunków od 7.15 do 7.20 widać, że wyniki nanotwardości ulegały sukcesywnemu wzrostowi wraz z wiekiem betonów co było odzwierciedleniem poprawy parametrów mechanicznych ITZ w trakcie postępującego procesu dojrzewania [205]. Rozkłady nanotwardości z Rys.7.20. pokazują również w jakim stopniu następowały zmiany tego parametru w poszczególnych betonach. Największe dysproporcje w uzyskiwanych wynikach widoczne są po 3 dniach gdzie nanotwardość betonu FA-00 we wszystkich punktach ITZ znacznie przekracza wartości uzyskane w betonach modyfikowanych. W stosunku do FA-20 różnice wynoszą około 25%, natomiast w odniesieniu do FA-30 nawet 50% (Rys. 7.20.a). Po 7 dniach wyniki nanotwardości dla betonu z 20% dodatkiem popiołów lotnych są już bliskie wynikom otrzymanym dla FA-00 (Rys. 7.20.b), natomiast w pozostałych czterech okresach czasowych widać wyraźnie, że na wykresach najwyższej znajduje się linia łącząca wyniki nanotwardości dla FA-20 (Rys. 7.20.c-f). W betonie z 30% dodatkiem popiołów lotnych wyraźny, korzystny wzrost nanotwardości występuje dopiero po 180 dniach (Rys. 7.20.e,f). Po pół roku i po roku wyniki HB dla FA-30 ustępują już tylko rezultatom otrzymanym dla FA-20 (Rys. 7.20.e,f).

### **7.2.5. Podsumowanie badań nanotwardości**

Warstwa stykowa pomiędzy ziarnami kruszywa grubego a matrycą cementową jest w betonach zwykłych głównym miejscem, w którym dochodzi do powstawania pierwszych uszkodzeń. Dlatego bardzo istotne jest dokładne poznanie jej właściwości. Jednym z dostępnych sposobów, dzięki któremu możliwa jest ocena wielu parametrów ITZ, jest metoda indentacji [42]. W jej zakres wchodzi badania mikro- bądź nanotwardości pozwalające zarówno na określenie cech mechanicznych ITZ jak i wyznaczenie szerokości tej strefy.

W badaniach własnych oceniano nanotwardość ITZ przy pomocy czworosiennego nanowgłębnika Berkovicha w odległości od 5 do 150  $\mu\text{m}$  od granicy ziaren kruszywa grubego. Na podstawie analizy rozkładów nanotwardości w ITZ starano się ustalić w przybliżeniu jej grubość.

Z wyjątkiem betonu z 30% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych we wszystkich pozostałych betonach maksima nanotwardości występowały w odległości 150  $\mu\text{m}$  od ziaren kruszywa, natomiast minimalne odczyty zanotowano w odległości 25  $\mu\text{m}$  od inkluzji. Uzyskane wartości średnie mieściły się w przedziale od 108 do 778 MPa i charakteryzowały się stosunkowo wysokimi parametrami  $\delta$  i  $\nu$ , na co zwrócono również uwagę w innych pracach [110, 175]. Mimo, że wyniki zamieszczone w Tab. 7.3. stanowiły średnią z 12 pomiarów to współczynniki zmienności oscylowały w granicach od kilku do kilkunastu procent. Miały zatem podobnie wysokie wartości do wskaźników  $\nu$  uzyskanych podczas badań odporności na pękanie. Najniższe wartości HB odnotowano w przypadku betonu FA-30/3 w odległości 25  $\mu\text{m}$  od granicy ziarna, natomiast najwyższe w FA-20/365 przy HB150. Na podstawie analizy rozrzutów wyników badań stwierdzono, że największe odchylenia od średniej występowały w betonie z 30% dodatkiem popiołów lotnych, a najmniejsze w kompozycie FA-00. We wszystkich betonach maksymalne rozrzuty występowały w wynikach HB25 co może świadczyć, iż ta strefa matrycy jest najbardziej heterogeniczna, a w przypadku betonu FA-30 jej struktura charakteryzuje się również niską gęstością [110].

Na podstawie rozkładów nanotwardości w poszczególnych betonach ustalono, że grubość ITZ w betonie FA-20 jest zbliżona do grubości ITZ występującej w betonie odniesienia. Większa ilość dodatku popiołów lotnych powoduje że strefa ta zajmuje większy obszar przy styku z kruszywem grubym.

### 7.3. Wnioski z badań mikrostrukturalnych betonów

Analizy mikrostruktury betonów w obszarze ITZ miały na celu ustalenie zależności pomiędzy właściwościami matrycy cementowej, w bezpośrednim sąsiedztwie z ziarnami kruszywa grubego, ocenianymi na poziomie mikro- i nanoskali, a parametrami mechanicznymi betonów w ujęciu makroskopowym.

Do oceny parametrów mechanicznych ITZ oraz oszacowania jej grubości wykorzystano metodę indentacji, natomiast do zbadania szerokości rozwarcia mikrorys na styku kruszywa z matrycą Skaningowy Mikroskop Elektronowy.

Na podstawie analizy mikrostruktury stref betonu pobranych z obszarów znajdujących się w pobliżu rys pierwotnych można stwierdzić że:

- istnieją wyraźne zależności pomiędzy uogólnioną odpornością betonów na pękanie, a szerokością rozwarcia rys na styku kruszywa grubego z matrycą i nanotwardością ITZ,
- dodatek krzemionkowych popiołów lotnych modyfikuje mikrostrukturę ITZ, oraz ma wpływ na zmianę jej parametrów mechanicznych i grubości,
- betony z popiołami lotnymi charakteryzują się w młodym wieku większą szerokością rozwarcia mikrorys i niższą nanotwardością w strefie ITZ w porównaniu do betonu niemodyfikowanego,



- w betonach dojrzałych najmniejsze pęknięcia i wysokie wskaźniki nanotwardości występują w betonie z 20% dodatkiem popiołów lotnych,
- zwiększenie dodatku popiołów z 20 do 30% powoduje, że mikrostruktura ITZ tych betonów, w okresie od 3. do 90. dnia, ma najniższą nanotwardość, oraz posiada największe pęknięcia przy styku z kruszywem grubym,
- po 180 i 365 dniach ITZ w betonie z 30% dodatkiem popiołów lotnych odznacza się wysoką nanotwardością,
- w miarę postępującego procesu dojrzewania daje się zaobserwować, we wszystkich z analizowanych betonów proces zmniejszania wielkości pęknięć w obszarze ITZ i wzrost nanotwardości tej fazy betonu,
- ograniczenie średniej szerokości mikrorys przy styku kruszywa z matrycą ma o wiele szybszy przebieg w przeciągu roku w przypadku betonów z dodatkiem popiołów lotnych,
- najbardziej heterogeniczna strefa ITZ o najniższej nanotwardości, występuje w odległości 25  $\mu\text{m}$  od ziarna kruszywa,
- grubość ITZ wynosi: w betonach FA-00 i FA-20 około 50  $\mu\text{m}$ , natomiast w betonie FA-30 ponad 50  $\mu\text{m}$ .

## 8. Numeryczna analiza propagacji pęknięć w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych

### 8.1. Wprowadzenie

Rozwój i rozpowszechnienie elektronicznych technik obliczeniowych umożliwia szerokie zastosowanie metod numerycznych w wielu pracach badawczych, inżynierskich i dydaktycznych. Dysponując specjalistycznymi narzędziami obliczeniowymi i umiejętnością ich zastosowania można na komputerze obliczyć rozkłady wielkości fizycznych w projektowanym (badanym) obiekcie. Wyznaczenie np. trajektorii naprężeń w przekroju elementu konstrukcyjnego, czy rozkładu temperatur w przegrodzie budowlanej, uzyskuje się poprzez kształtowanie geometrii elementów dyskretnych dostosowanych do kształtu modelowanego obiektu, a następnie serię obliczeń symulacyjnych. Wg pracy [180] do głównych metod zajmujących się rozwiązywaniem zagadnień brzegowo początkowych zalicza się:

- metodę elementów skończonych (MES) – Finite Element Method,
- metodę elementów brzegowych (MEB) – Boundary Element Method,
- metodę różnic skończonych (MRS) – Finite Difference Method,
- metody bezsiatkowe (MB) – Meshless Method.

Dzięki zastosowaniu nowoczesnych programów komputerowych wykorzystujących w swoich modułach powyższe metody możliwe jest modelowanie złożonych części i całych konstrukcji w wielu obszarach przemysłu, np. maszynowego bądź budowlanego, a także w medycynie i stomatologii. Metody numeryczne znajdują szczególne zastosowanie przy analizie elementów o skomplikowanych kształtach, w przypadku których przeprowadzenie obliczeń analitycznych jest bardzo trudne i pracochłonne, a w niektórych przypadkach wręcz niemożliwe.

Symulacje numeryczne pozwalają również na analizę zachowania się elementów konstrukcyjnych w poszczególnych fazach ich pracy. Zaletą takich badań jest oszczędność czasu oraz materiałów i energii potrzebnych na wykonanie modelu rzeczywistego. Model przestrzenny sparametryzowany może służyć do prześledzenia różnych wariantów występujących podczas pracy elementu, oraz pozwala zlokalizować miejsca najbardziej wyężone będące w rezultacie ogniskami uszkodzeń.

Śród czterech dostępnych metod numerycznych najczęściej stosowaną jest MES. Programy oparte o MES mogą być z powodzeniem wykorzystywane w analizie i projektowaniu zarówno złożonych konstrukcji budowlanych, np. garaży [116] jak również prostych przedmiotów powszechnego i codziennego użytku. Sukces MES, oraz jej szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach nauki i w praktyce, w przeciwieństwie do pozostałych metod dyskretnych świadczy o jej zaletach, które można scharakteryzować w następujący sposób:

- własności materiału elementów niekoniecznie muszą być takie same, co daje możliwość modelowania materiałów wielofazowych,
- elementy o skomplikowanych kształtach mogą być aproksymowane z dużą dokładnością za pomocą elementów krzywoliniowych,
- dzięki zastosowaniu procedury zwanej adaptacją siatki elementów skończonych możliwe jest modelowanie elementów objętościowo różnych,
- przy pomocy MES możliwe jest uwzględnianie nieliniowych warunków brzegowych.

W projektowaniu i analizie pracy – konstrukcyjnych elementów budowlanych – analizy numeryczne oparte o MES są najczęściej prowadzone w takich programach jak: Abaqus, Ansys, Solidworks Simulation, T-Flex Analysis bądź PlaTo.

Występowanie złożonych rodzajów uszkodzeń w betonie spowodowało zastosowanie różnych modeli teoretycznych mikropęknięć do modelowania zachowania się tego typu materiałów. W tym celu konieczne jest prowadzenie zarówno badań doświadczalnych jak i obliczeń numerycznych opartych na I, II oraz III modelu pęknięcia.

## **8.2. Zakres przeprowadzonych symulacji numerycznych i stosowane metody modelowania**

Aby dokładniej przeanalizować mechanizmy powstawania i propagacji uszkodzeń w kompozytach betonowych, z dodatkiem popiołów lotnych, przeprowadzono symulacje komputerowe wykorzystujące MES. W tym celu, w programie Abaqus, zbudowano trzy nowe geometryczne modele odpowiadające kształtem, wymiarami i schematami obciążenia próbkom betonowym stosowanym w badaniach odporności na pęknięcie. Model kostki sześcienniej z dwoma rysami pierwotnymi, oraz walca z obwodową rysą fikcyjną, wykorzystywane do badań odpowiednio przy II i III modelu pęknięcia, były modelami trójwymiarowymi. Belkę, stosowaną w badaniach odporności na pęknięcie przy I modelu pęknięcia obliczano jako ustrój płaski.

Głównym celem analiz numerycznych była weryfikacja uzyskanych wyników z badań doświadczalnych, czemu miało służyć znalezienie korelacji pomiędzy wartościami otrzymanymi podczas eksperymentów oraz obliczeń numerycznych. W trakcie przeprowadzonych symulacji uzyskane wyniki porównywano z rezultatami z doświadczeń w zakresie m.in.: wielkości sił, przy których dochodziło do uszkodzenia próbek, kształtu ścieżek pęknięcia, zależności siła – przemieszczenie, sposobu zniszczenia próbek. Obliczenia numeryczne wykonano w programie Abaqus 6.13. z wykorzystaniem dwóch kryteriów zniszczenia materiału tzn.: maksymalnych naprężeń głównych i kruchego pęknięcia (brittle cracking), oraz dwóch metod modelowania:

- konwencjonalnej metody elementów skończonych (MES),
- rozszerzonej metody elementów skończonych (Extended Finite Element Method – XFEM).

Konwencjonalna MES jest od kilkadziesiąt lat stosowana w projektowaniu i analizie elementów zarówno w budownictwie jak i innych działach przemysłu. Na jej temat ukazało się do tej pory wiele monografii i publikacji, w których dosyć wyczerpująco została ona scharakteryzowana, np. [181, 402]. Znacznie nowszą koncepcją modelowania numerycznego, która została opracowana dopiero pod koniec XX wieku, jest metoda XFEM. Poniżej przedstawiono ogólne założenia i najistotniejsze informacje dotyczące MES, oraz szczegółowo opisano metodę XFEM.

### 8.2.1. Konwencjonalna metoda elementów skończonych

Metoda elementów skończonych jest jedną z metod dyskretyzacji układów geometrycznych ciągłych czyli podziału kontinuum na skończoną liczbę podobszarów. Dzięki temu możliwe jest modelowanie nawet bardzo złożonych konstrukcji poprzez zastąpienie ich rzeczywistych rozmiarów układem prostych geometrycznie elementów składowych w łączących się węzłach. Kształt i wielkość elementów skończonych są zależne od wymiarów analizowanego obszaru. Przyjmują one zatem postać odcinków dla zagadnień jednowymiarowych, figur płaskich (trójkąta bądź kwadratu) dla obliczeń dwuwymiarowych i przestrzennych brył w postaci czworościanów, sześciątów bądź graniastostupów w przypadku zagadnień trójwymiarowych. Koncepcja MES zakłada, że każdą wielkość (np. odkształcenie, przemieszczenie, naprężenie), opisaną za pomocą funkcji ciągłej (pierwotnej) w danym obszarze (fragmencie ciągłym modelu fizycznego), aproksymuje się modelem dyskretnym. Model dyskretny złożony jest ze zbioru funkcji ciągłych, w skończonej liczbie podobszarów, zwanych elementami, na jakie podzielono rozpatrywany obszar. Poszczególne funkcje ciągłe z podobszarów definiuje się przez wartość funkcji pierwotnej w skończonej liczbie punktów z wnętrza rozważanego obszaru, zwanych węzłami. Budowa układu równań różniczkowych dla stopni swobody w węzłach przebiega po elementach. Niezbędnym warunkiem otrzymania żądanej dokładności jest przyjęcie funkcji kształtu dostatecznie dokładnie odwzorowujących rzeczywiste wielkości fizyczne w elemencie. Przy spełnieniu tego warunku i coraz gęstszym podziale obszaru na elementy, otrzymane wartości wyników zbliżają się do rozwiązania dokładnego [323].

## 8.2.2. Rozszerzona metoda elementów skończonych [1]

### Podstawy metody i jej zalety

Modelowanie nieruchomych defektów takich jak pęknięcia przy użyciu konwencjonalnej MES wymaga aby siatka była zgodna z nieciągłościami geometrycznymi. Konieczne jest także zagęszczenie siatki w wierzchołku pęknięcia. Modelowanie rozwoju uszkodzenia jest jeszcze bardziej uciążliwe, gdyż wymagane jest ciągłe aktualizowanie siatki odpowiednio do geometrii postępującego pęknięcia.

Rozszerzona MES łagodzi wyżej wspomniane niedogodności. Metoda ta została po raz pierwszy wprowadzona w 1999 r. przez T. Belytschko i T. Black [28]. Jest ona rozszerzeniem konwencjonalnej MES opartej o koncepcję podziału jedności [223], która pozwala na to aby lokalna funkcja wzbogacania była łatwo włączona do aproksymacji nieciągłego pola przemieszczeń elementu skończonego. Obecność nieciągłości jest zapewniona przez specjalne funkcje wzbogacające w połączeniu z dodatkowymi wirtualnymi stopniami swobody.

Geometria modelu i nieciągłości w metodzie XFEM nie muszą być zgodne z siatką elementów skończonych a dołożenie lub likwidacja nieciągłości w modelu nie wymaga przebudowy siatki. Stosunkowo „niewielkim kosztem” dodatkowych stopni swobody uzyskuje się znaczną poprawę dokładności rozwiązania w pobliżu np. miejsca uszkodzenia. Uszkodzenia w metodzie XFEM są odwzorowywane w inny sposób niż w klasycznej MES i oddziaływania na kontakcie pomiędzy powierzchniami tych nieciągłości muszą być również inaczej obsługiwane. Najczęściej stosuje się różne modele z tarcieniem na kontakcie lub ze strefą kontaktową. Niewątpliwymi zaletami XFEM w zastosowaniu do modelowania procesów pęknięcia w materiałach są:

- zdolności do odwzorowywania geometrii nieciągłości niezależnie od siatki elementów skończonych,
- zależna od rozwiązania inicjacja i propagacja pęknięcia (ścieżka pęknięcia nie musi być odgórnie definiowana),
- dokładność estymacji w pobliżu nieciągłości,
- zastosowanie metody do nieliniowych geometrii i nieliniowych materiałów,
- możliwość aplikacji zarówno dla materiałów plastycznych jak i kruchych.

Ponadto metoda XFEM wykorzystuje zalety tradycyjnej MES w symulacji niejednorodności i nieliniowości materiału oraz łatwość zadawania warunków brzegowych. Łączy zatem zalety standardowych metod siatkowych i metod bezsiatkowych.

## Wprowadzenie funkcji wzbogacania

Funkcja wzbogacania, dla celów analizy zniszczenia, typowo składa się z funkcji asymptotycznych do wierzchołka pęknięcia (wychwytyjących osłabłość wokół niego) oraz z nieciągłej funkcji, która reprezentuje skok przemieszczeń całej powierzchni pęknięcia. Aproksymacja wektora funkcji przemieszczenia  $u$  jest podana następującą zależnością:

$$u = \sum_{I=1}^N N_I(x) \left[ u_I + H(x) a_I + \sum_{\alpha=1}^4 F_{\alpha}(x) b_I^{\alpha} \right], \quad (8.1)$$

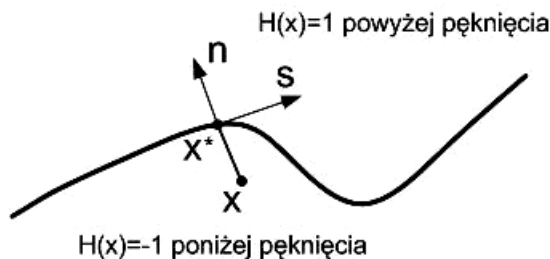
gdzie:  $N_I(x)$  – podstawowa funkcja kształtu dla węzłów,  $u_I$  – wektor przemieszczenia węzła dla podstawowej funkcji kształtu,  $H(x)$  – funkcja skokowa Heaviside'a,  $a_I$  – wektor wprowadzający dodatkowe stopnie swobody (skok nieciągłości),  $F_{\alpha}(x)$  – funkcja asymptotyczna do wierzchołka pęknięcia,  $b_I^{\alpha}$  – wektor wprowadzający dodatkowe stopnie swobody (wierzchołek pęknięcia).

Pierwsze wyrażenie po prawej stronie równania dotyczy wszystkich węzłów w modelu, natomiast drugie jest ważne dla węzłów przecinających pęknięcie. Trzecia część równania jest używana tylko dla węzłów znajdujących się w wierzchołku pęknięcia. Funkcja skokowa Heaviside'a jest określona równaniem (8.2).

$$H(x) = \begin{cases} 1 & \text{jeżeli } (x - x^*) \cdot n \geq 0 \\ -1 & \text{jeżeli } (x - x^*) \cdot n < 0 \end{cases}, \quad (8.2)$$

gdzie:  $x$  – punkt integracji,  $x^*$  – punkt w obszarze pęknięcia położony najbliżej od punktu  $x$ .

Ilustrację współrzędnych normalnych i stycznych do powierzchni pęknięcia pokazano na Rys. 8.1.

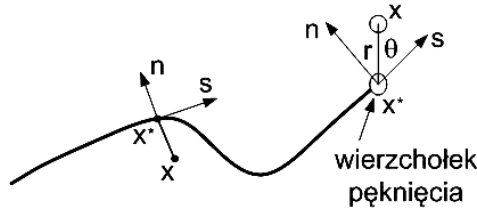


Rys. 8.1. Schemat współrzędnych normalnych i stycznych do powierzchni pęknięcia

Funkcję wzbogacającą wierzchołek pęknięcia zapisano we wzorze 8.3.

$$[F_\alpha(x), \alpha = 1-4] = \left[ \sqrt{r} \sin \frac{\theta}{2}, \sqrt{r} \cos \frac{\theta}{2}, \sqrt{r} \sin \theta \sin \frac{\theta}{2}, \sqrt{r} \sin \theta \cos \frac{\theta}{2} \right], \quad (8.3)$$

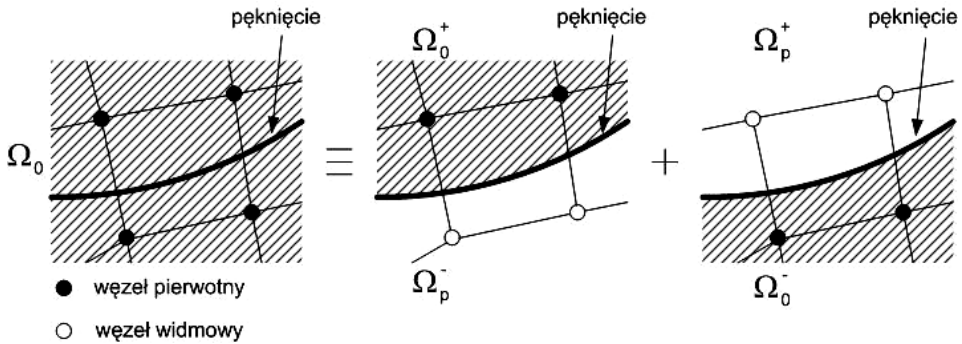
gdzie:  $r, \theta$  – współrzędne biegunowe układu współrzędnych w wierzchołku pęknięcia pokazane na Rys.8.2.



Rys. 8.2. Schemat współrzędnych biegunowych układu współrzędnych w wierzchołku pęknięcia

### Modelownie propagacji pęknięcia przy wykorzystaniu węzłów widmowych

Do reprezentacji nieciągłości, wywołanej przez pęknięcie, wprowadza się węzły widmowe, których położenie jest zgodne z węzłami pierwotnymi (Rys. 8.3.).



Rys. 8.3. Schemat metody węzłów widmowych

Gdy struktura materiału jest nienaruszona, każdy węzeł widmowy jest całkowicie związany z odpowiadającym mu węzłem pierwotnym. Gdy element jest przecięty przez pęknięcie, dochodzi do jego podziału na dwie części. Każda część jest utworzona przez połączenie pierwotnych i widmowych węzłów w zależności od orientacji uszkodzenia. W tym przypadku każdy węzeł widmo-

wy i odpowiadający mu węzeł rzeczywisty nie są już ze sobą powiązane i mogą się niezależnie przemieszczać. Wielkość separacji węzłów jest regulowana prawami ewolucji uszkodzenia do czasu aż siły kohezyjne osiągną zero. Po tym etapie węzły widmowe i pierwotne przemieszczają się niezależnie.

Aby mieć pełny obraz podstaw interpolacji przemieszczeń należy dodać, że ta część, która należy do rzeczywistej dziedziny  $\Omega_0$  jest rozszerzona do dziedziny widmowej  $\Omega_p$ . Wtedy przemieszczenie w domenie rzeczywistej  $\Omega_0$  może być interpolowane przy użyciu stopni swobody węzłów domeny widmowej  $\Omega_p$ . Skok w polach przemieszczeń jest realizowany przez ich włączenie tylko po stronie węzłów pierwotnych aż do pęknięcia  $(\Omega_0^+, \Omega_0^-)$ .

### Zastosowanie koncepcji opisu materiału kohezyjnego dla XFEM

Wzory i prawa regulujące działanie metody XFEM podczas propagacji pęknięcia są bardzo podobne do tych, które stosowane są dla elementów i powierzchni kohezyjnych przy zastosowaniu opisu typu siła rozrywająca – rozdzielanie. Podobieństwo dotyczy liniowo – sprężystego opisu modelu, kryterium inicjacji uszkodzenia oraz praw jego ewolucji. Liniowo – sprężyste własności mogą być przedstawione w postaci poniższej macierzy:

$$t = \begin{Bmatrix} t_n \\ t_s \\ t_t \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} K_{nn} & 0 & 0 \\ 0 & K_{ss} & 0 \\ 0 & 0 & K_{tt} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \delta_n \\ \delta_s \\ \delta_t \end{Bmatrix} = K \delta. \quad (8.4)$$

Wektor naprężeń  $t$  składa się z trzech składowych:  $t_n$  – normalnej, oraz dwóch stycznych  $t_s$  i  $t_t$ . Odpowiadające im separacje są oznaczone następująco:  $\delta_n$ ,  $\delta_s$  i  $\delta_t$ . Normalne i styczne składowe macierzy sztywności nie są ze sobą sprzężone tzn. czyste naprężenia normalne nie powodują powstawania sił kohezyjnych na kierunkach stycznych, zaś czyste ścinanie o zerowej normalnej separacji nie powoduje powstawania sił na kierunku normalnym. Wartości:  $K_{nn}$ ,  $K_{ss}$  i  $K_{tt}$  są obliczane w oparciu o własności sprężyste materiału.

### Inicjacja pęknięcia i kierunek jego propagacji

Inicjacja pęknięcia odnosi się do początku odpowiedzi na kohezyjną degradację wzbogaconego elementu. Proces ten rozpoczyna się kiedy naprężenia lub odkształcenia spełnią jedno z założonych kryteriów, do których zalicza się:



- **kryterium maksymalnych naprężeń głównych:**

$$f = \left\{ \frac{\langle \sigma_{\max} \rangle}{\sigma_{\max}^0} \right\}, \quad (8.5)$$

gdzie:  $\sigma_{\max}^0$  – maksymalne dopuszczalne naprężenia główne, symbol  $\langle \rangle$  reprezentuje nawias Macaulay-ego z następującą interpretacją:

$$\langle \sigma_{\max} \rangle = 0 \text{ jeżeli } \sigma_{\max} < 0, \text{ oraz } \langle \sigma_{\max} \rangle = \sigma_{\max} \text{ jeżeli } \sigma_{\max} \geq 0.$$

Nawias Macaulay-ego stosowany jest aby podkreślić, że czyste naprężenia ściskające nie powodują powstawania inicjacji uszkodzenia.

- **kryterium maksymalnych odkształceń głównych:**

$$f = \left\{ \frac{\langle \varepsilon_{\max} \rangle}{\varepsilon_{\max}^0} \right\}, \quad (8.6)$$

gdzie:  $\varepsilon_{\max}^0$  – maksymalne dopuszczalne odkształcenia główne.

- **kryterium maksymalnych naprężeń nominalnych:**

$$f = \max \left\{ \frac{\langle t_n \rangle}{t_n^0}, \frac{t_s}{t_s^0}, \frac{t_t}{t_t^0} \right\}. \quad (8.7)$$

Według tego kryterium wektor naprężeń  $t$  można rozłożyć na trzy składowe (dwie dla dwuwymiarowego problemu), gdzie  $t_n$  jest to składowa normalna, natomiast  $t_s$  i  $t_t$  są to dwie składowe styczne.  $t_n^0, t_s^0, t_t^0$  reprezentują dopuszczalne wartości poszczególnych składowych. Podobnie jak w przypadku kryterium maksymalnych naprężeń głównych nawias Macaulay-ego informuje, że czyste ścinanie nie spowoduje inicjacji uszkodzenia.

- **kryterium maksymalnych odkształceń nominalnych:**

$$f = \max \left\{ \frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_n^0}, \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s^0}, \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_t^0} \right\}, \quad (8.8)$$

- **naprężeniowe sprzężone kryterium inicjacji uszkodzenia:**

$$f = \left\{ \frac{\langle t_n \rangle}{t_n^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{t_s}{t_s^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{t_t}{t_t^0} \right\}^2, \quad (8.9)$$

- **odkształceniowe sprzężone kryterium inicjacji uszkodzenia:**

$$f = \left\{ \frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_n^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s^0} \right\}^2 + \left\{ \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_t^0} \right\}^2. \quad (8.10)$$

We wszystkich opisanych powyżej kryteriach zniszczenia, stosowanych w metodzie XFEM, do inicjacji uszkodzenia dochodzi gdy wartość  $f = 1$ . Jeżeli natomiast zadane kryterium uszkodzenia spełni zależność 8.11. to wtedy wprowadzone zostanie następne pęknięcie lub zwiększy się długość istniejącego.

$$1 + f_{tol.} \leq f \leq 1, \quad (8.11)$$

gdzie:  $f_{tol.}$  – wartość tolerancji (domyślnie 0,05).

Przy stosowaniu i spełnieniu kryterium maksymalnych naprężeń głównych lub maksymalnych odkształceń głównych, pęknięcie, które się pojawia jest zawsze prostopadłe do kierunku głównego naprężenia lub odkształcenia. W przypadku użycia pozostałych kryteriów można określić kierunek nowego pęknięcia jako prostopadły do lokalnego pierwszego kierunku elementu (ustawienie domyślne) lub do drugiego.

### Ewolucja uszkodzenia

Prawo ewolucji uszkodzenia opisuje szybkość z jaką degradowana jest kohezijna sztywność po etapie inicjacji uszkodzenia. Skalarna zmienna uszkodzenia  $D$  ma początkowo wartość 0. Normalne i styczne składowe stanu naprężenia są wyrażone poniższymi zależnościami:

$$t_n = \begin{cases} (1-D)T_n & ; T_n \geq 0 \\ T_n & ; T_n < 0 \end{cases}, \quad (8.12)$$

$$t_s = (1-D)T_s, \quad (8.13)$$

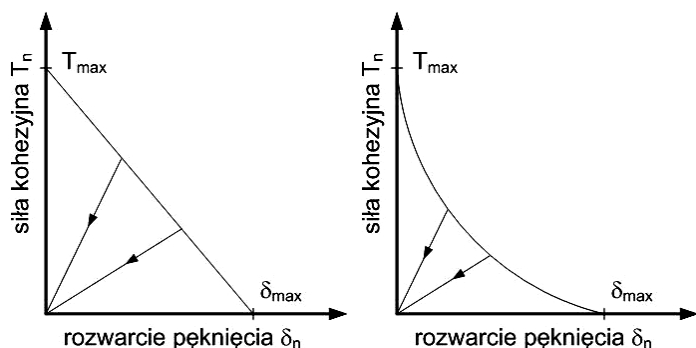
$$t_t = (1-D)T_t, \quad (8.14)$$

gdzie:  $T_n, T_s, T_t$  – składowe stanu naprężenia.

Aby opisać ewolucję uszkodzenia za pomocą normalnych i stycznych przemieszczeń stosuje się tzw. efektywne przemieszczenie  $\delta_m$ :

$$\delta_m = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_s^2 + \delta_t^2}. \quad (8.15)$$

Modelowanie zniszczenia składa się zatem z dwóch etapów: kryterium inicjacji uszkodzenia i jego ewolucji, która może mieć przebieg liniowy (Rys. 8.4.a) lub nieliniowy (Rys. 8.4.b).



Rys. 8.4. Schematy ewolucji uszkodzenia: a) liniowy, b) nieliniowy

### Przykłady zastosowania metody XFEM w analizie elementów betonowych i żelbetowych

Możliwości metody XFEM pozwalające na obserwację inicjacji i ewolucji pęknięć, bez konieczności wprowadzania wcześniejszych warunków początkowych dotyczących np. miejsca inicjacji uszkodzenia sprawiają, że jest ona wykorzystywana do analizy powstawania i propagacji uszkodzeń zarówno w elementach betonowych jak i żelbetowych. Podstawowe możliwości aplikacyjne tej metody, wraz z przeglądem kryteriów pęknięcia w zastosowaniu do analizy rozwoju pęknięć w elementach betonowych, przedstawiono w pracach [37, 364]. Obecnie metoda XFEM jest cennym narzędziem, dzięki któremu możliwa jest symulacja pęknięć zarówno w betonowych elementach rozciąganych [394], ścinanych [124, 129, 394] jak i skręcanych [341]. Zastosowanie metody XFEM pozwala również na modelowanie współpracy zbrojenia i betonu w elementach żelbetowych, oraz analizę kształtu i rozkładu rys w konstrukcjach zbrojonych [263].

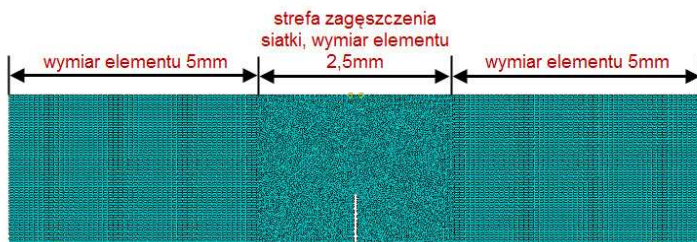
## 8.3. Numeryczna analiza rozwoju uszkodzeń w próbkach betonowej wykorzystanej w badaniach wg I modelu pęknięcia

### 8.3.1. Opis modelu numerycznego i stosowane kryterium zniszczenia

Podczas numerycznego badania trójpunktowego zginania belki o wymiarach 80 x 150 x 700 mm zastosowano konwencjonalną MES. Celem przeprowadzonych symulacji była analiza sił występujących podczas inicjacji pęknięcia, oraz obserwacje przebiegu ścieżek pęknięcia w trakcie procesu obciążania zamodelowanych próbek. Kształt i trajektorie rys prześlędzono od momentu ich inicjacji w wierzchołku fikcyjnej rysy aż do zniszczenia belek.

Do zrealizowania założonych celów wykonano płaski model z rysą pierwotną umieszczoną w osi belki o wymiarach 50 x 3 mm. W obliczeniach skupiono

się głównie na analizie środkowej części belki, w strefie propagacji pęknięcia, po wystąpieniu uszkodzenia. W tym celu zagęszczono siatkę elementów skończonych w bezpośrednim sąsiedztwie rysy. Aby wydzielić strefę dla zagęszczenia siatki, dokonano partycjonowania pokazanego na Rys. 8.5. Założono, że siatka będzie zagęszczona na długości 100 mm po obu stronach rysy. W tej strefie elementy skończone miały wymiar 2,5 mm, natomiast w pozostałym obszarze 5,0 mm. Przy doborze parametrów do modelu przyjęto, że będzie on złożony z matrycy cementowej jako materiału sprężystego z uszkodzeniem, oraz kruszywa o kształtach owalnych traktowanego jako materiał sprężysty. Założono zatem, że będzie to kompozyt dwufazowy i nie uwzględniano w nim wpływu ITZ pomiędzy kruszywem a matrycą. W związku z tym przy styku z inkluzjami zostały odebrane wszystkie stopnie swobody. Ciekawy sposób modelowania belki trójpunktowo zginanej, przy założeniu, że jest ona wykonana z betonu jako materiału trójfazowego, pokazano w pracy [335].



**Rys. 8.5. Próbką zamodelowana do obliczeń numerycznych z zaznaczoną strefą zagęszczenia siatki elementów skończonych**

Ważnym etapem przy wykonywaniu modelu było zagadnienie realizacji warunków brzegowych. Dla dwóch podpór, oraz obciążenia, dokonano partycjonowania krawędzi o długości 10 mm. Następnie utworzono trzy punkty referencyjne i „związano” je z wyżej wspomnianymi partycjami odbierając wszystkie stopnie swobody. Taki zabieg miał na celu dystrybucję obciążenia i reakcji podporowych na większą powierzchnię, tak by nie dochodziło do nadmiernych koncentracji naprężeń. Dodatkowo, posiadając punkty referencyjne, można było łatwo zadać warunki brzegowe, oraz po przeprowadzeniu symulacji w sposób czytelny uzyskać wyniki sił reakcji oraz przemieszczenia. Podobnie jak w przypadku badań doświadczalnych w symulacji stosowano obciążenie przemieszczeniem. Założono lewą podporę jako nieprzesuwную, zaś prawą przesuwную odbierając odpowiednie stopnie swobody punktom referencyjnym.

Najczęściej materiały kruche z uszkodzeniem modelowane są przy założeniu kryterium wyężeniowego Rankine’a, czyli kruchego pęknięcia. Takie kryterium założono również przy modelowaniu matrycy cementowej. Poniżej przedstawiono ogólną charakterystykę i możliwości tej hipotezy wyężeniowej.

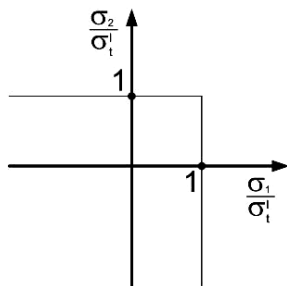
## Model kruchego pęknięcia [1]

Model kruchego pęknięcia występujący w programie Abaqus posiada następujące właściwości:

- umożliwia modelowanie uszkodzeń dla wszystkich typów struktur jak np.: elementy bryłowe, powłoki, belki,
- jest szczególnie pomocny przy modelowaniu symulacji pęknięć w materiałach kruchych takich jak: beton, ceramika, skały,
- jest stosowany głównie do rozwiązywania zagadnień, w których dominują naprężenia rozciągające,
- pozwala na modelowanie zbrojenia wewnątrz struktury materiałów co umożliwia analizę pracy konstrukcji żelbetowych,
- model ten musi być użyty z liniowym modelem sprężystym,
- pozwala na usuwanie elementów z siatki.

Model kruchego pęknięcia jest modelem typu rozmytego reprezentującym nieciągłości w kruchym materiale. Występowanie defektów wpływa na poziom naprężeń w badanym elemencie, oraz jego sztywność. Samo pojęcie pęknięcia jest użyte w znaczeniu kierunku w jakim się ono odbywa i zakłada się, że wzdłuż niego znajduje się pewne kontinuum mikropęknięć.

Inicjacja uszkodzenia następuje w oparciu o prostą hipotezę Rankina schematycznie przedstawioną na Rys. 8.6. Zakłada ona, że pęknięcie powstaje wtedy gdy maksymalne naprężenia rozciągające osiągną wytrzymałość materiału na rozciąganie.



Rys. 8.6. Kryterium Rankina dla płaskiego stanu naprężenia;  $\sigma_1, \sigma_2$  – naprężenia na kierunkach 1 i 2,  $\sigma_t^I$  – naprężenia dla I modelu pęknięcia

Powierzchnia powstałego pęknięcia, po osiągnięciu kryterium, jest prostopadła do kierunku naprężeń rozciągających. W rozpatrywanym modelu pęknięcia nie mogą się zamykać i pozostają do końca symulacji, z wyjątkiem przypadków gdy naprężenia zmieniają znak z rozciągania na ściskanie. Główną przesłanką do użycia modelu kruchego pęknięcia jest jego możliwa pomoc w obliczeniach

w sytuacjach gdy nieusunięcie elementu z siatki (który nie może już przenosić obciążenia) mogłoby prowadzić do jego nadmiernych deformacji i przetrwania obliczeń.

Ewolucja uszkodzenia w modelu kruchego pęknięcia może być definiowana na trzy sposoby za pomocą: odkształceń, energii pęknięcia lub przemieszczenia:

*a) kryterium typu naprężenia – odkształcenia*

Ma zastosowanie głównie dla betonów zbrojonych przy założeniu, że każdy z elementów skończonych posiada zbrojenie. W przypadku gdy zbrojenia jest mało lub nie ma go wcale dochodzi do braku zbieżności rozwiązania,

*b) kryterium energii pęknięcia*

W tym przypadku definiuje się bezpośrednio energię pęknięcia otrzymaną z badań wg I modelu pęknięcia jako daną materiałową. Ten model zakłada liniową utratę wytrzymałości po pojawieniu się pęknięcia.

*c) kryterium przemieszczeniowe*

Przy zastosowaniu tego kryterium energia pęknięcia może być wyrażona alternatywnie przez określenie naprężeń w funkcji przemieszczenia. Stosowanie kryterium przemieszczeniowego wymaga także zdefiniowania tzw. charakterystycznej długości pęknięcia. Jest ona związana z siatką elementów skończonych oraz zastosowanym rodzajem elementu. Dla elementów pierwszego rzędu, charakterystyczną długością pęknięcia będzie jego przekątna, zaś dla elementów drugiego rzędu, będzie to połowa przekątnej. Najbardziej zalecany jest podział na elementy o kształtach kwadratów (w przypadku powłok) lub sześciątów (w przypadku elementów bryłowych).

Aby skalibrować podstawową wersję modelu kruchego pęknięcia potrzebne są informacje wynikające z jednego rodzaju eksperymentu, tzn. jednoosiowego rozciągania. W przypadku betonu testy takie są trudne do wykonania, gdyż wymagają użycia bardzo sztywnej maszyny wytrzymałościowej. Dlatego częściej stosowany jest test jednoosiowego ściskania i brany pod uwagę fakt, że wytrzymałość na rozciąganie stanowi 7÷10 % wartości wytrzymałości na ściskanie.

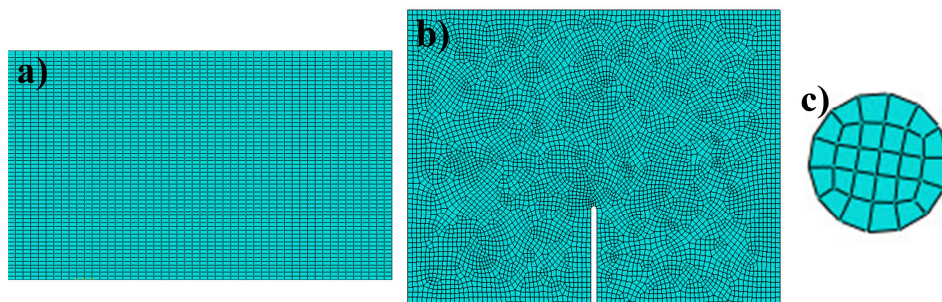
### **8.3.2. Siatki elementów skończonych**

Przy wykonywaniu modelu numerycznego elementów składowych belki założono, że zarówno matryca jak i kruszywo będą zbudowane z elementów czterowęzłowych płaskiego stanu naprężenia typu CPS4R. W Tab. 8.1. zestawiono ile wynosiła max. liczba węzłów i elementów dla kruszywa i matrycy belki w strefie zagęszczonej i niezagęszczonej.

Przy charakterystyce elementów skończonych zarówno w belce, jak i w pozostałych modelach numerycznych wykonanych dla kostki sześcienniej (por. Roz. 8.4.2.) i walca (por. Roz. 8.5.2.) podawano ich oryginalne angielskie nazwy. Na Rys. 8.7. pokazano jak wyglądały siatki elementów skończonych dla belki oraz kruszywa.

**Tab. 8.1. Rodzaje elementów skończonych oraz ilość węzłów zastosowanych obliczeniach numerycznych**

Część Modelu	Max. liczba węzłów	Max. liczba elementów	Rodzaj elementu skończonego
Belka	12430	12168	CPS4R – A4-node bilinear plane stress quadrilateral, reduced integration, hourglass control
Belka w strefie zagęszczonej	6330	6168	
Kruszywo	110	85	



**Rys. 8.7. Siatki elementów skończonych w modelu dla: a) belki, b) belki w strefie zagęszczonej, c) kruszywa**

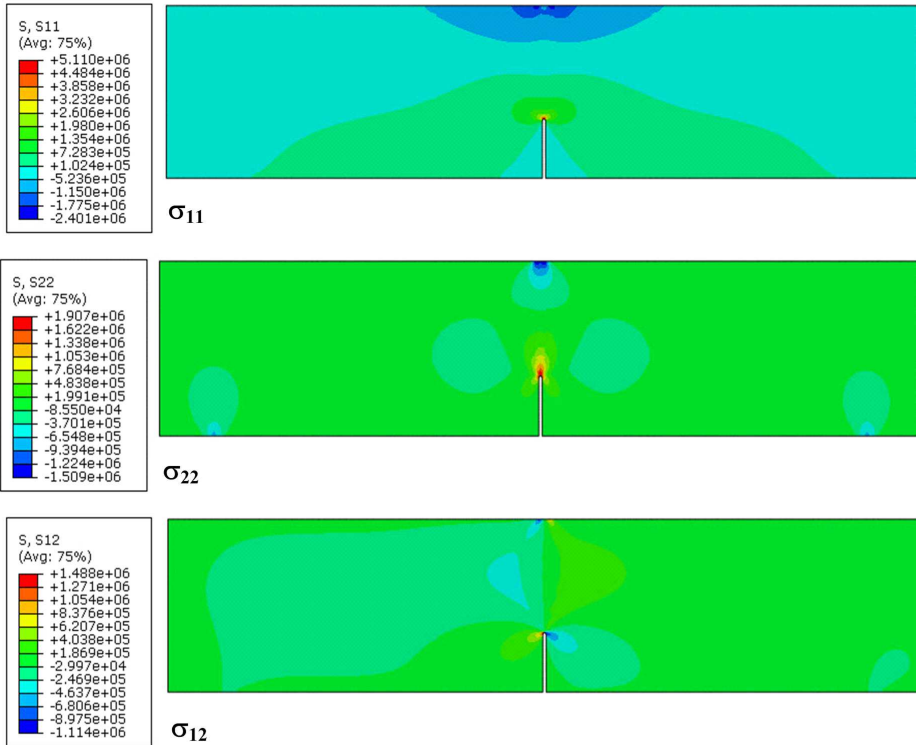
### 8.3.3. Ewolucja pęknięcia

W trakcie wykonywania obliczeń przeanalizowano poszczególne etapy wzrostu rysy pierwotnej. Zwrócono uwagę na występujące różnice w rozkładach naprężeń normalnych i stycznych w belce w trzech stadiach jej obciążenia tzn.:

- na krótko przed momentem inicjacji pęknięcia (Rys. 8.8.),
- zaraz po pojawieniu się uszkodzenia (Rys. 8.9.),
- w trakcie wzrostu rysy i jej propagacji (Rys. 8.10.).

Dodatkowo prześledzono - jak zmieniał się kształt rysy na poszczególnych etapach jej rozwoju. Wyniki z przeprowadzonych symulacji pokazano na Rys. od 8.8. do 8.10.

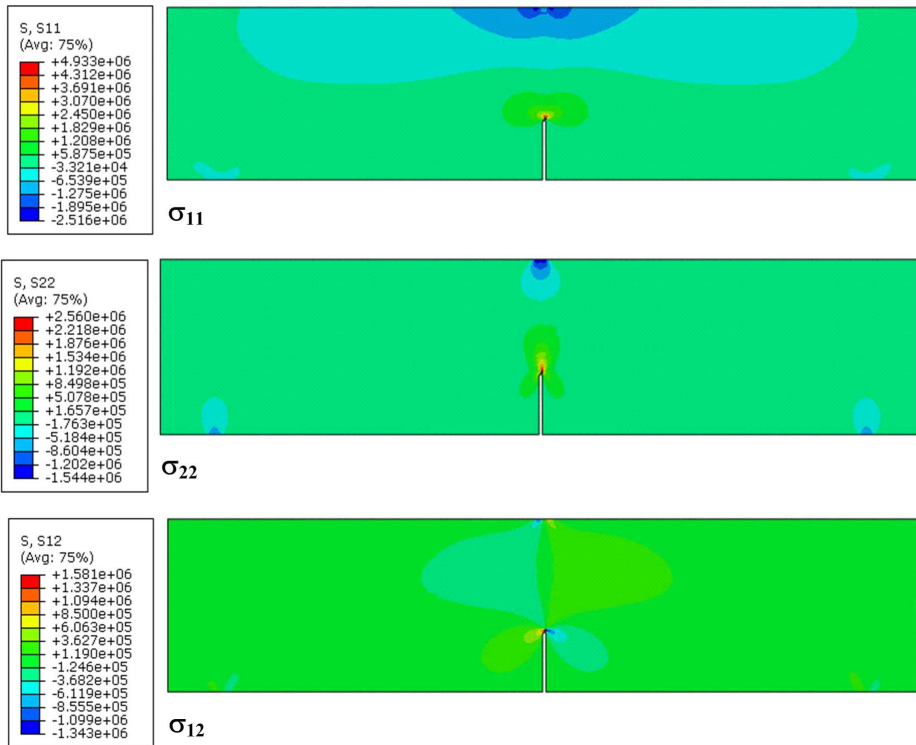
Początkowo przed wystąpieniem uszkodzenia widoczna jest w wierzchołku rysy pierwotnej wyraźna koncentracja naprężeń. Ich największe wartości występują na samym czubku karbu, ale częściowo obejmują również obszary przyległe do górnej części rysy pierwotnej (Rys. 8.8.).



**Rys. 8.8. Naprężenia główne w belce przed inicjacją pęknięcia**

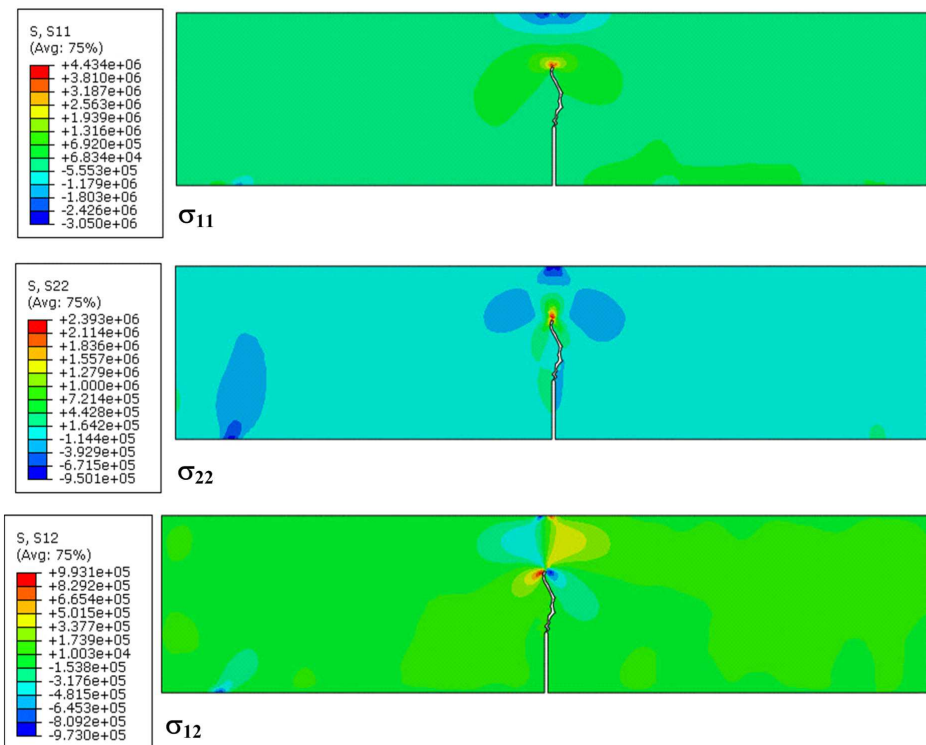
W momencie inicjacji pęknięcia daje się już zauważyć wyraźną strefę procesową, w pobliżu rysy, która zaczyna sukcesywnie wzrastać (Rys. 8.9.). Zaobserwowany kształt strefy pęknięcia jest podobny do wyników uzyskanych dla próbek rozciąganych w badaniach metodą radiografii rentgenowskiej [266].





**Rys. 8.9. Naprężenia główne w belce tuż po inicjacji pęknięcia**

Dalszy rozwój pęknięcia pokazany na Rys. 8.10. zaczyna się wyraźnie zakrzywiać i zmieniać kształt na wysokości belki. Trajektoria pęknięcia wyglądem staje się bardzo podobna do ścieżek pęknięcia zaobserwowanych w badaniach doświadczalnych pokazanych na Rys. 6.5. i 6.14. W trakcie wzrostu obciążeń w belce końcówka rysy obiera kierunek miejsca, w którym przyłożona jest siła, a na czubku pęknięcia naprężenia przyjmują wartości maksymalne. Dodatkowo strefa pęknięcia zaczyna się powiększać zajmując coraz większą powierzchnię w sąsiedztwie rysy.



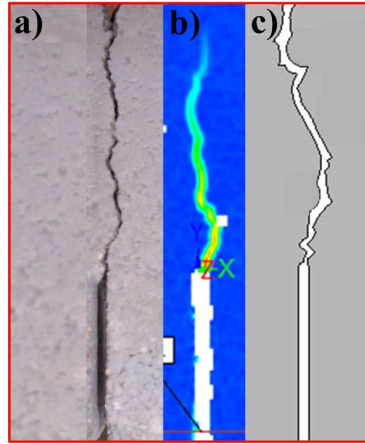
Rys. 8.10. Naprężenia główne w belce w trakcie propagacji rysy

### 8.3.4. Porównanie wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych i obliczeniach numerycznych

Przy porównaniu wyników uzyskanych w trakcie eksperymentów i podczas modelowania numerycznego zaobserwowano zbieżności w stosunku do: wartości sił powodujących rozwój rys pierwotnych, oraz zarysu występujących ścieżek pękania.

W prezentowanym modelu siła powodująca inicjację uszkodzenia wyniosła 1,95 kN, co korelowało z wartościami odczytanymi z wykresów  $F - CMOD$  i  $F - f$  (Rys. 6.11.).

Na Rys. 8.11.a pokazano przykładowe kształty rys zaobserwowane w trakcie eksperymentów na prasie MTS 810 (Rys. 8.11.a) i w systemie ARAMIS (Rys.8.11.b), oraz uzyskane w programie Abaqus (Rys. 8.11.c). Zestawienie ze sobą ścieżek pękania uzyskanych trzema metodami pomiarowymi wskazuje na dobrą korelację wyników i potwierdza poprawność przyjętego modelu numerycznego.

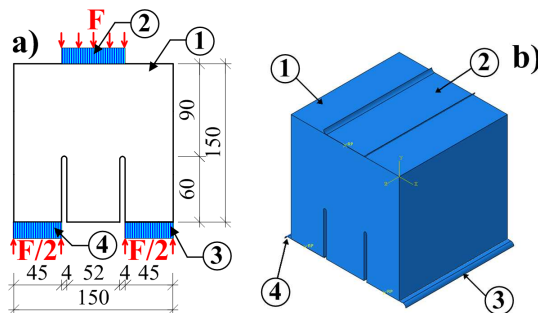


Rys. 8.11. Kształty pęknięć uzyskanych: a) podczas badań na prasie MTS 810, b) podczas badań systemem ARAMIS, c) w trakcie obliczeń w programie Abaqus

## 8.4. Numeryczna analiza rozwoju uszkodzeń w próbce betonowej wykorzystanej w badaniach wg II modelu pęknięcia

### 8.4.1. Opis modelu numerycznego

W celu dokładnego przeanalizowania procesów pęknięcia, w kostce sześcienniej stosowanej w badaniach odporności na pęknięcie przy II modelu pęknięcia, zbudowano nowy przestrzenny model numeryczny. Odpowiadał on dokładnie zarówno geometrii jak i schematowi obciążenia próbki wykorzystanej w badaniach doświadczalnych (por. Roz. 6.2.2.). Na Rys. 8.12.a pokazano w rzucie z przodu charakterystyczne szczegóły próbki, natomiast na Rys. 8.12.b jej model wykonany w programie Abaqus.

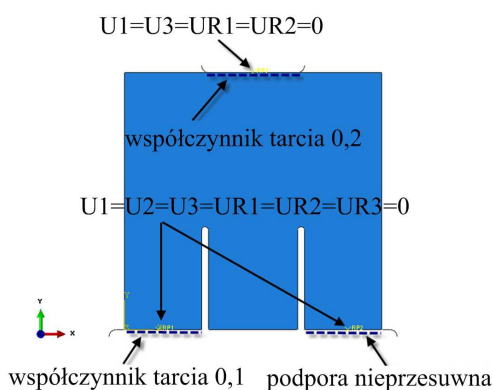


Rys. 8.12. Próbką zamodelowana do obliczeń numerycznych: a) geometria i wymiary, b) widok 3D; 1 – próbka, 2 – płyta górna, 3 – podpora nieruchoma, 4 – podpora ruchoma

Numeryczny przestrzenny model próbki składał się z 3 części (Rys. 8.12.b):

- sześcienniej kostki betonowej z dwoma szczelinami pierwotnymi typu CSS,
- sztywnej płyty górnej przekazującej obciążenie z prasy, zamodelowanej w środkowej części próbki pomiędzy szczelinami pierwotnymi,
- dwóch sztywnych podpór.

W trakcie prowadzonych symulacji próbka była obciążana statycznie poprzez wymuszenie przemieszczeniowe górnej płyty narastające liniowo. W trakcie modelowania uwzględniono różne wartości współczynników tarcia pomiędzy podporą (3) a próbką i podporą (4) a próbką, tak by można było traktować jedną z podpór jako ruchomą zaś drugą jako stałą. Pomiędzy podporą (4) a próbką współczynnik tarcia założono równy 0,1, natomiast pomiędzy płytą górną a próbką 0,2. Zbiór wszystkich warunków brzegowych założonych w obliczeniach pokazano na Rys. 8.13.



Rys. 8.13. Warunki brzegowe założone w modelu numerycznym; U – przemieszczenie, UR – obrót

W analizach procesów pęknięcia stosowano metodę XFEM, oraz kryterium maksymalnych naprężeń głównych (por. Roz. 8.2.2.) z wykorzystaniem informacji uzyskanych w badaniach eksperymentalnych dotyczących: parametrów wytrzymałościowych betonu i energii pęknięcia.

#### 8.4.2. Siatki elementów skończonych

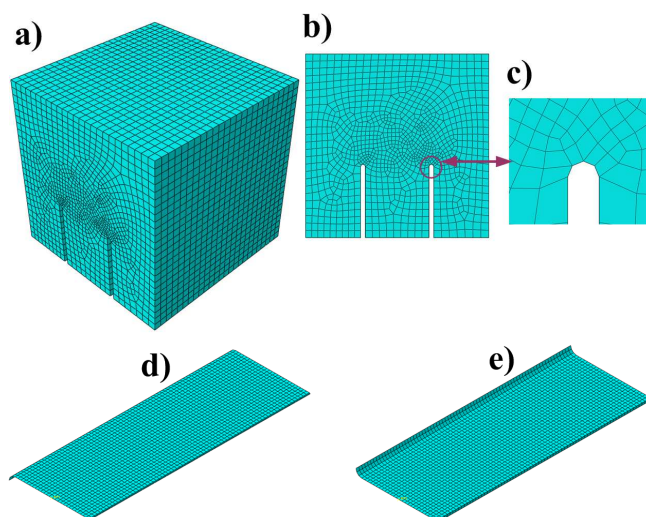
Przy tworzeniu modelu numerycznego próbki, wykorzystanej w badaniach wg II modelu pęknięcia, założono, że siatki elementów skończonych podpór i płyty górnej będą zbudowane z typowych płaskich czworobocznych elementów skończonych typu quadrilateral. Model kostki był natomiast zaprojektowany z elementów trójwymiarowych sześciennych ośmiowęzłowych typu hexahedral. Tak przygotowany model pozwolił na przestrzenne obserwowanie procesów pęknięcia w analizowanych próbkach, a jednocześnie (dzięki zastosowaniu ele-

mentów płaskich w podporach i płycie górnej) możliwe było ograniczenie czasu potrzebnego na przeprowadzenie obliczeń symulacyjnych. Rodzaje elementów skończonych wykorzystanych do zbudowania modelu zestawiono w Tab.8.2.

**Tab. 8.2. Rodzaje elementów skończonych oraz ilość węzłów zastosowanych obliczeniach numerycznych**

Część modelu	Max. liczba węzłów	Max. liczba elementów	Rodzaj elementu skończonego
Kostka	30446	27400	Linear hexahedral; C3D8R – 8-node linear brick with reduced integration, first order accuracy, hourglass control
Podpora	2432	2325	R3D4 – 4-node 3-D bilinear rigid quadrilateral
Płyta górna	2508	2400	

Na Rys. 8.14. pokazano układ elementów skończonych w poszczególnych częściach modelu, tzn.: kostce, podporach i płycie górnej. Zestawiono na nim również (Rys. 8.14.c) w zbliżeniu jak zamodelowany był wierzchołek rysy pierwotnej. Podobnie jak w przypadku badań eksperymentalnych (por. Rys. 6.20.d) miał on powierzchnię płaską.

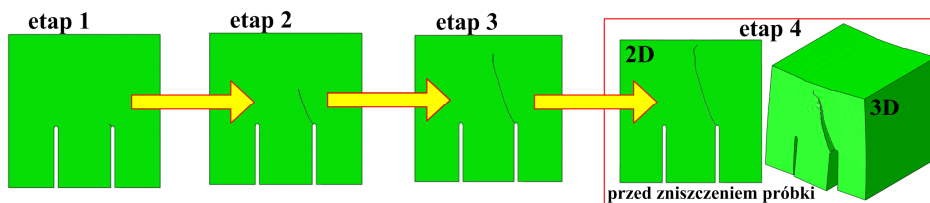


**Rys. 8.14. Siatki elementów skończonych w modelu dla: a) całej kostki, b) kostki w widoku z przodu, c) szczegółu wierzchołka szczeliny, d) podpory, e) płyty górnej**

W celu precyzyjnego uchwycenia momentu inicjacji rysy pierwotnej, oraz uwydatnienia kształtu pęknięcia w trakcie jego propagacji, siatka elementów skończonych została zagęszczona w strefie zamodelowanych rys oraz w środkowej części próbki (Rys. 8.14.b).

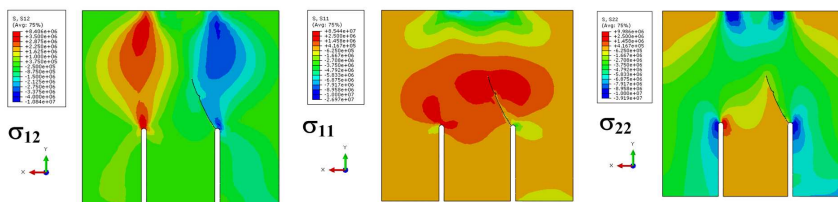
### 8.4.3. Ewolucja pęknięcia

Podczas symulacji numerycznych uszkodzenie pojawiało się zawsze po stronie próbki z podporą nieprzesuwaną. Taki sposób wzrostu pęknięć zaobserwowano również w badaniach doświadczalnych. Na Rys. 8.15. pokazano poszczególne etapy rozwoju rysy od momentu jej inicjacji, aż do poziomu występującego na krótko przed zniszczeniem kostki. Próbkę widoczną na rys. 8.15. w rzucie płaskim 2D na poziomie czwartym obciążenia pokazano dodatkowo w obrazie trójwymiarowym 3D w 100-krotnym powiększeniu. Na ostatnim zaobserwowanym etapie rozwoju pęknięcia widać charakterystyczną rysę propagującą się z odchyleniem około  $15^\circ$  od pionu. Ten sposób zniszczenia kostek przy II modelu pęknięcia potwierdziły również inne analizy numeryczne wykonane w programie FRANC 2D [130], oraz badania laboratoryjne (por. Roz. 6.2.2.).



Rys. 8.15. Etapy rozwoju rysy pierwotnej

Spośród czterech wyodrębnionych etapów rozwoju rysy pierwotnej najistotniejszym (z punktu widzenia odporności na pęknięcie materiału) jest drugi poziom obciążenia ponieważ wtedy dochodzi do gwałtownego wzrostu pęknięcia na skutek występowania siły krytycznej  $F_Q$ . Dla tego etapu na Rys. 8.16 pokazano rozkłady naprężeń normalnych i stycznych występujące w sąsiedztwie rysy.



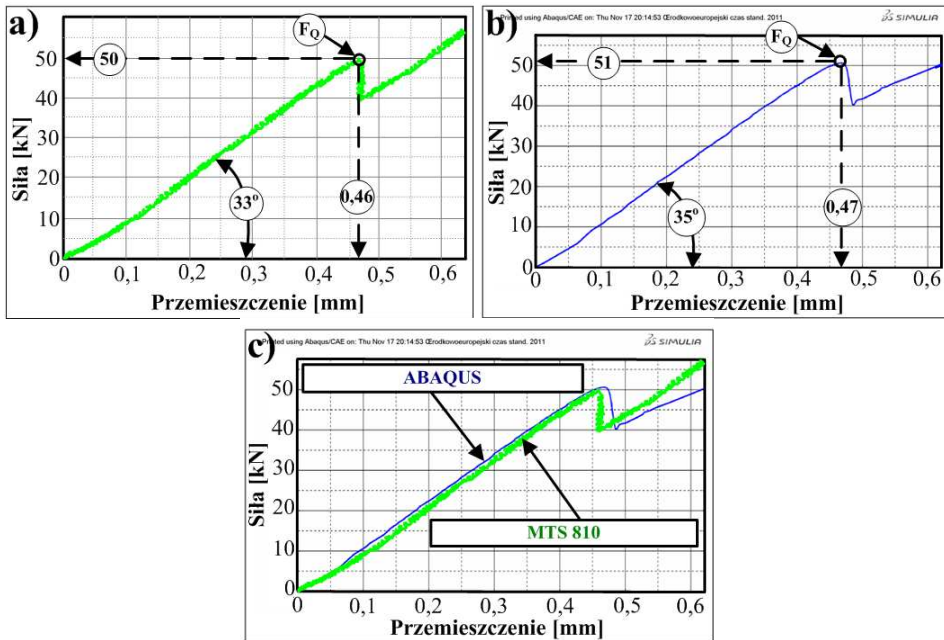
Rys. 8.16. Naprężenia główne dla drugiego etapu rozwoju rysy

### 8.4.5. Porównanie wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych i obliczeniach numerycznych

Przeprowadzone obliczenia numeryczne były w dużej części zgodne z wynikami uzyskanymi w badaniach doświadczalnych. Zaobserwowano zbieżność co do:

- kształtu występujących pęknięć (Rys. 8.18.),
- wartości sił krytycznych  $F_Q$  (Rys. 8.17.),
- wykresów siła – przemieszczenie (Rys. 8.17.).

Na Rys. 8.17.a pokazano przykładową zależność  $F - f$  uzyskaną w trakcie badań eksperymentalnych dla jednej z próbek betonu FA-20, natomiast na Rys. 8.17.b widać ten sam wykres otrzymany w obliczeniach numerycznych. Rys. 8.17.c przedstawia porównanie wyników otrzymanych z obu metod pomiarowych.



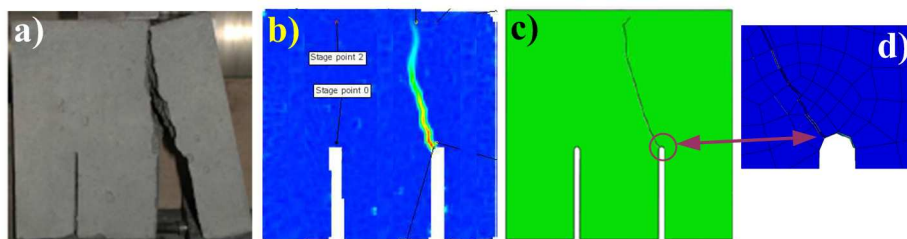
Rys. 8.17. Wykresy siła - przemieszczenie dla próbki FA-20/28: a) otrzymany w badaniach na prasie MTS 810, b) wykonany w programie Abaqus c) porównanie wykresów

Analizując oba wykresy można stwierdzić poprawność założeń przyjętych w modelu numerycznym, ponieważ zależności siła – przemieszczenie wykazują wyraźne zbieżności w odniesieniu do następujących parametrów: wartości siły  $F_Q$ , nachylenia krzywych  $F - f$ , wartości przemieszczeń, przy których docho-

dziło do uszkodzenia próbek. Zarówno procentowe jak i bezwzględne różnice w uzyskiwanych wynikach są minimalne.

Wartość siły krytycznej w modelu numerycznym była wyższa o 1kN w porównaniu do eksperymentu, natomiast przemieszczenie w trakcie wystąpienia tej siły większe o 0,01 mm. Stopień pochylenia krzywej  $F - f$  charakteryzował się również większym o  $2^\circ$  kątem w przypadku wyniku uzyskanego dla modelu numerycznego. Wszystkie z analizowanych wielkości osiągały zatem wyższe wartości w toku symulacji numerycznych. Ich względny przyrost w stosunku do wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych wyniósł: 2% w przypadku porównania sił  $F_Q$  i przemieszczeń występujących w momencie uszkodzenia próbki, oraz 6% w odniesieniu do kątów pochylenia krzywych  $F - f$ . Były to zatem różnice nieznaczne.

Wyraźne zbieżności przy porównaniu wyników badań doświadczalnych i obliczeń numerycznych zaobserwowano również w ocenie ścieżek pęknięcia próbek. Na Rys. 8.18. pokazano kształty rys będące wynikiem eksperymentów (Rys. 8.18.a,b) oraz modelowania numerycznego (Rys. 8.18.c,d).



**Rys. 8.18. Kształty pęknięć uzyskanych: a) podczas badań na prasie MTS 810, b) podczas badań systemem ARAMIS, c) w trakcie obliczeń w programie Abaqus, d) pęknięcie w wierzchołku rysy pierwotnej**



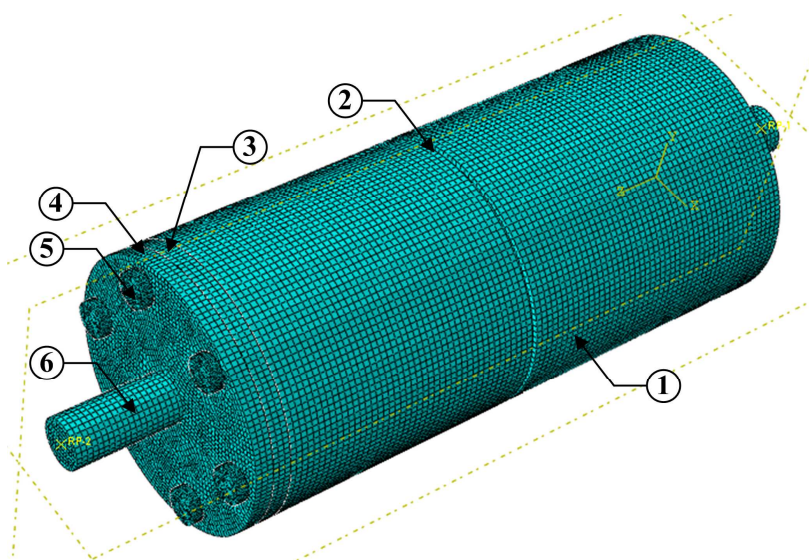
## 8.5. Numeryczna analiza rozwoju uszkodzeń w próbce betonowej wykorzystanej w badaniach wg III modelu pęknięcia

### 8.5.1. Opis modelu numerycznego

Model stworzony do analizy rozwoju pęknięć w próbce skręcanej był najbardziej rozbudowany ze wszystkich trzech ponieważ zawierał komplet elementów, które występowały w urządzeniu do badania odporności na pęknięcie opisanym w Roz. 6.4.3. Numeryczny przestrzenny model próbki składał się z 6 części (Rys. 8.19):

- betonowego walca z rysą pierwotną,
- stalowych płyt dolnej i górnej,
- trzech rodzajów stalowych śrub.

Na Rys. 8.19. pokazano w całości model numeryczny próbki walcowej zawierający wszystkie elementy składowe. Prezentowany rysunek nie pokazuje jedynie śrub M12/65 łączących płytę dolną z próbką, ponieważ są one umieszczone wewnątrz walca.



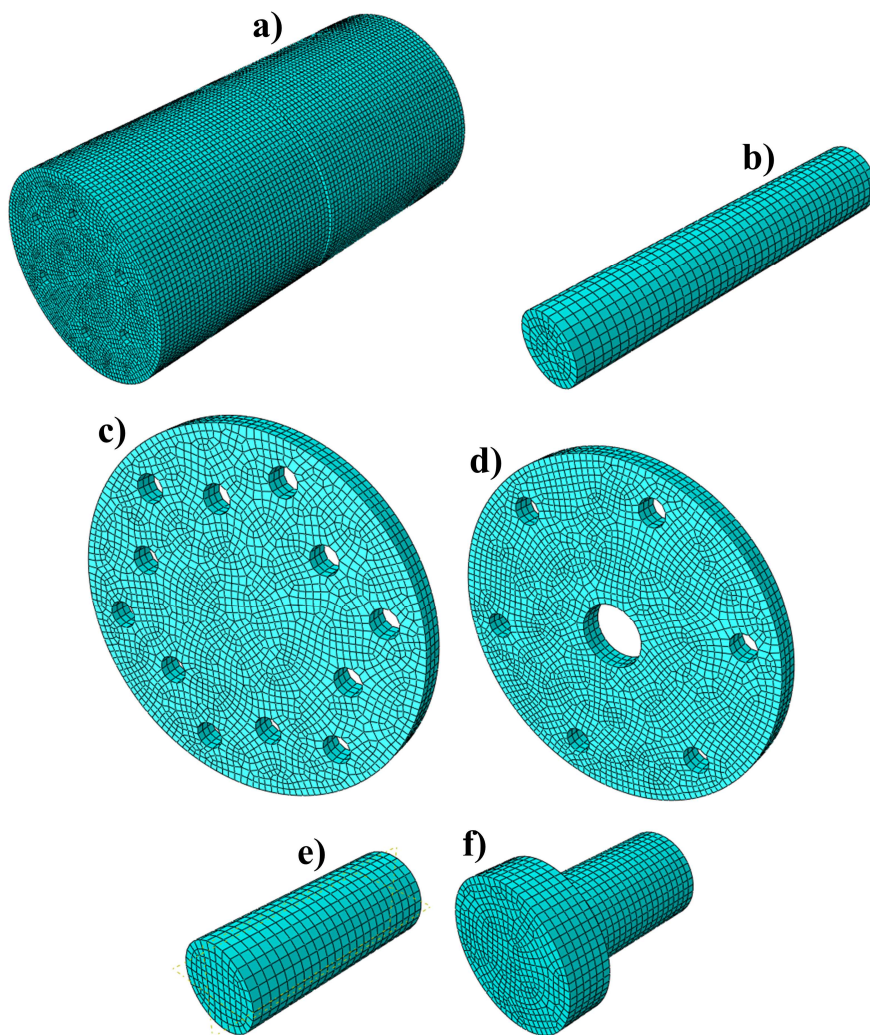
Rys. 8.19. Próbkę zamodelowaną do obliczeń numerycznych; 1 – walec, 2 – szczelina pierwotna, 3 – płyta dolna, 4 – płyta górna, 5 – śruba M12/20, 6 – śruba M28/70

W trakcie prowadzonych symulacji wykorzystano, podobnie jak w przypadku obliczeń belki, tradycyjną MES oraz kryterium kruchego pęknięcia. Próbkę była obciążana statycznie poprzez powolny przyrost kąta skręcenia aż do pojawienia się uszkodzenia.

### 8.5.2. Siatki elementów skończonych

Wszystkie elementy składowe modelu były modelowane jako przestrzenne. Zaprojektowano je, podobnie jak w przypadku kostki z II modelu, z sześciennych ośmiowzłowych elementów typu hexahedral.

Na Rys. 8.20. pokazano układy elementów skończonych, natomiast w Tab. 8.3. zestawiono max. liczbę elementów i węzłów w poszczególnych częściach modelu.



Rys. 8.20. Siatki elementów skończonych w modelu dla: a) walca, b) śruby M12/65, c) płyty dolnej, d) płyty górnej, e) śruby M28/70, f) śruby M12/20

**Tab. 8.3. Rodzaje elementów skończonych oraz ilość węzłów zastosowanych obliczeniach numerycznych**

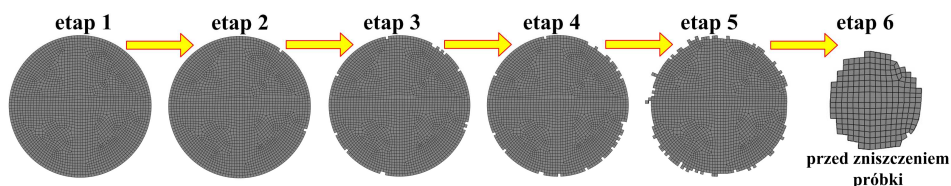
Część modelu	Max. liczba węzłów	Max. liczba elementów	Rodzaj elementu skończonego
Walec	113116	105356	Linear hexahedral; C3D8R – 8-node linear brick with reduced integration, first order accuracy, hourglass control
Śruba M12/65	1700	1320	
Dolna płyta	5828	4047	
Górna płyta	5644	3951	
Śruba M28/70	1387	1082	
Śruba M12/20	1170	862	

### 8.5.3. Ewolucja pęknięcia

Rozwój uszkodzenia w próbce analizowano na podstawie:

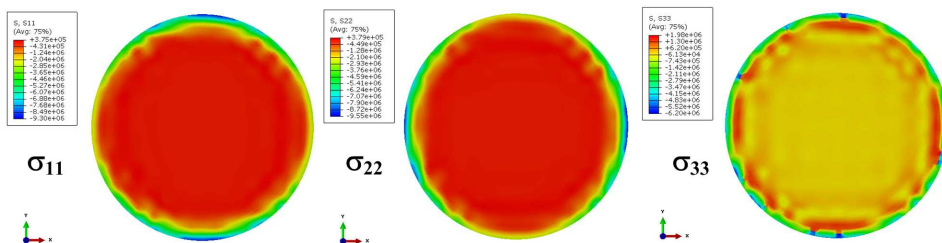
- oceny zmian w strukturze siatki elementów skończonych w przewężeniu próbki na kolejnych etapach jej obciążenia,
- analizy rozkładów naprężeń w przewężeniu próbki,
- analizy rozkładów naprężeń w całym przekroju walca.

Na Rys. 8.21. pokazano jak następowało wyłączanie elementów, które nie przenosiły już naprężeń w osłabionej części przekroju walca. Widać że początkowo po wystąpieniu uszkodzenia całkowita liczba elementów ulega niewielkim zmianom. W miarę wzrostu pęknięcia następuje sukcesywne zmniejszanie się powierzchni pracującej i na krótko przed zniszczeniem próbki, na etapie szóstym, naprężenia przenosi już tylko mniej więcej połowa pierwotnego przekroju.

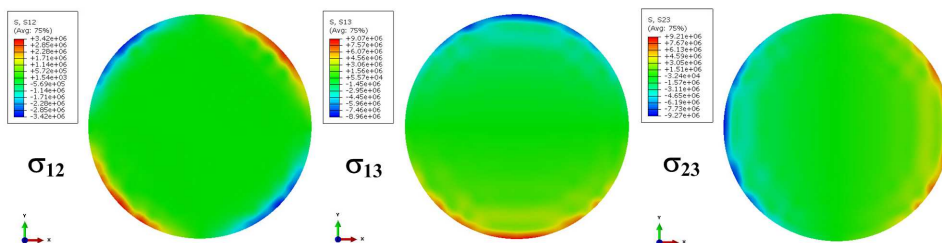


**Rys. 8.21. Etapy rozwoju rysy pierwotnej**

Wyniki przedstawione na Rys. 8.21. można połączyć z rozkładami naprężeń normalnych i stycznych, które pokazano na Rys. 8.22. i 8.23. Na przedstawionych mapach naprężeń widać wyraźnie, że proces destrukcji przekroju zaczyna się w jego zewnętrznej części. Koncentracje naprężeń, w obwodowych strefach próbki skręcanej, są naturalnym zjawiskiem wynikającym z praw wytrzymałości materiałów i stanowią potwierdzenie procesu pęknięcia walca widocznego na Rys. 8.21.

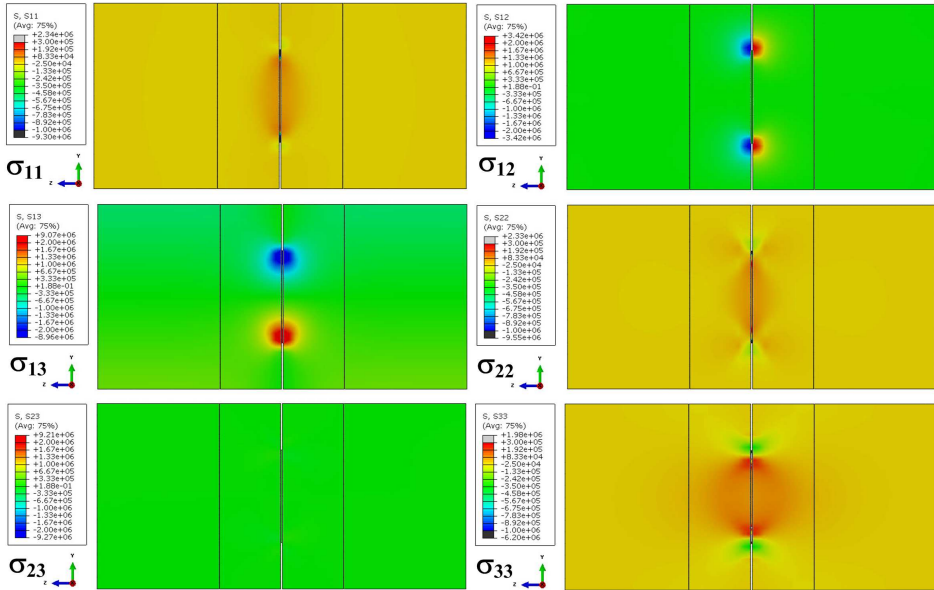


Rys. 8.22. Naprężenia normalne w przewężeniu przed inicjacją pęknięcia



Rys. 8.23. Naprężenia styczne w przewężeniu przed inicjacją pęknięcia

Porównując wartości naprężeń zestawione na Rys. 8.22. i 8.23. widać wyraźnie mocniejsze oddziaływanie naprężeń stycznych (głównie  $\sigma_{12}$  i  $\sigma_{13}$ , Rys. 8.23.), które decydują w o wiele większym stopniu o zainicjowaniu procesu pęknięcia. Potwierdzeniem tego są również wyniki obliczeń uzyskane dla całego przekroju próbki (Rys. 8.24.), na których widać, że w wierzchołkach rysy pierwotnej największe koncentracje naprężeń występują dla  $\sigma_{12}$  i  $\sigma_{13}$ .



Rys. 8.24. Naprężenia w całym przekroju przed inicjacją pęknięcia

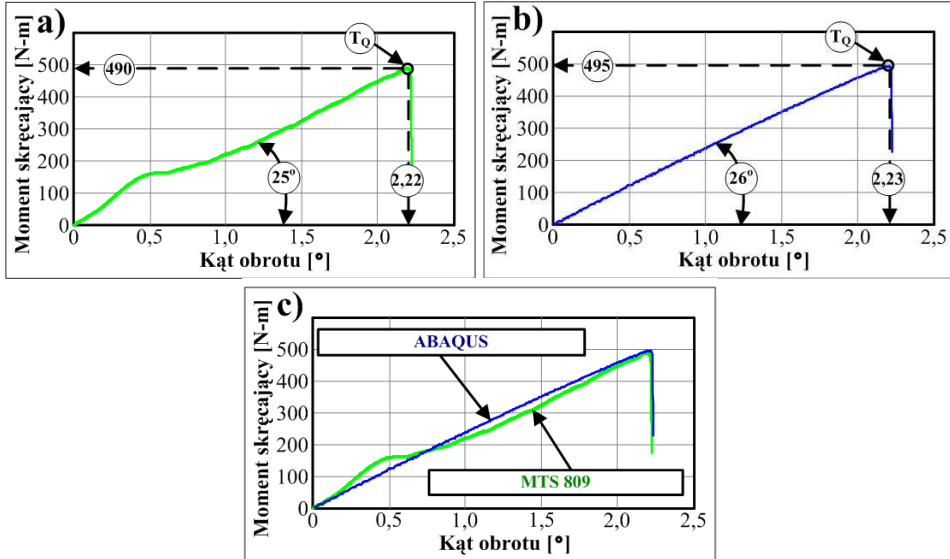
### 8.5.4. Porównanie wyników uzyskanych w badaniach doświadczalnych i obliczeniach numerycznych

Poprawność zastosowanego modelu numerycznego oceniano w podobny sposób jak przy porównaniu wyników otrzymanych dla trójwymiarowej kostki sześcienniej. W ocenie zbieżności wyników uzyskanych podczas eksperymentów i obliczonych z powyższego modelu zwrócono uwagę na następujące parametry:

- wartości krytycznych momentów skręcających  $T_Q$ ,
- kąty obrotu próbek, przy których dochodziło do ich uszkodzenia,
- pochylenie wykresów moment skręcający – kąt obrotu.

Z uwagi na dosyć nietypowy rodzaj badań nie było możliwości śledzenia w trakcie ich trwania propagacji rysy. W związku z tym dla tego modelu pominięto porównanie ścieżek pękania.

Na Rys. 8.25.a pokazano przykładową zależność  $T - \theta$  uzyskaną w trakcie badań eksperymentalnych dla jednej z próbek betonu FA-00. W początkowej części wykresu widoczny jest charakterystyczny „garb”, który można było zaobserwować w trakcie badań dla kilku próbek. Takie zaburzenie było prawdopodobnie spowodowane początkowym „układaniem się” próbki w szczękach maszyny wytrzymałościowej. Na Rys. 8.25.b widać ten sam wykres otrzymany w obliczeniach numerycznych, natomiast Rys. 8.25.c przedstawia porównanie wyników otrzymanych z obu metod pomiarowych.



Rys. 8.25. Wykresy moment skręcający - kąt obrotu dla próbki FA-00/28: a) otrzymany w badaniach na prasie MTS 809, b) wykonany w programie Abaqus c) porównanie wykresów

Analizując oba wykresy można stwierdzić duże zbliżenie w uzyskanych wynikach, z wręcz znikomymi różnicami. Dla wszystkich z analizowanych parametrów uzyskano wyższe wartości w obliczeniach MES. Różnice w wynikach wyniosły odpowiednio: 5 kN przy porównaniu momentów krytycznych, 0,01° w przypadku analizy kątów obrotu przy których dochodziło do rozwoju pęknięcia i 1° w ocenie kątów nachylenia krzywych  $T-\theta$ . Względny przyrost poszczególnych analizowanych parametrów w modelu w stosunku do wyników eksperymentalnych to odpowiednio: 1%, 0,5% i 4%, co świadczy o bardzo wysokiej konwergencji uzyskanych rezultatów.

## 8.6. Podsumowanie i wnioski z obliczeń numerycznych

W celu przeanalizowania procesów pęknięcia w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, oraz oceny poprawności wyników uzyskanych w trakcie eksperymentów stworzono trzy modele numeryczne, które odpowiadały zarówno geometrią jak i schematami obciążenia elementom badawczym.

Dla belki trójpunktowo zginanej przyjęto model płaski natomiast dla kostki sześciiennej i walca modele trójwymiarowe. W trakcie badań wykorzystano zarówno z konwencjonalnej MES jak również rozszerzonej XFEM. Obydwa zastosowane sposoby obliczeń okazały się użyteczne, a wykonane modele numeryczne bardzo efektywne. Podczas tworzenia modeli starano się zagęszczać siatki elementów skończonych w strefach przewidywanej propagacji rysy.

Porównanie wyników uzyskanych w wyniku symulacji komputerowych, oraz badań eksperymentalnych wykazało wyraźne zbieżności szczególnie w przypadku modeli trójwymiarowych. Najbardziej zbliżone wyniki otrzymano dla złożonego z 6 części modelu walca skręcanego.

Zaprojektowane modele pozwoliły na ocenę kształtu rys i kierunków ich propagacji od momentu zainicjowania pęknięcia aż do zniszczenia próbek. W tym przypadku porównywano ścieżki pęknięcia otrzymane w modelach z obrazami uzyskanymi w trakcie badań tak na prasie MTS 810 jak i w systemie ARAMIS. Zarówno w jednym jak i drugim przypadku trajektorie rys zaobserwowane podczas eksperymentów były zbieżne z obrazami wirtualnymi uzyskanymi w programie Abaqus (Rys. 8.11., 8.18.). Korzystne wyniki w zakresie modelowania strefy pęknięcia w belkach betonowych z wykorzystaniem obliczeń numerycznych, oraz systemu cyfrowej korelacji obrazu, przedstawiono również w pracy [334].

Na podstawie wykonanych obliczeń i przeprowadzonych analiz można wyprorowadzić następujące wnioski:

- wartości uzyskane w trakcie modelowania numerycznego są zbieżne jakościowo i ilościowo z wynikami uzyskanymi w trakcie eksperymentów,
- zarówno płaskie jak i przestrzenne modele numeryczne umożliwiają dobrą ocenę procesów pęknięcia w elementach betonowych,
- do wnikliwej analizy propagacji rys korzystnym rozwiązaniem jest zagęszczenie siatki elementów skończonych w badanym obszarze,
- do dokładnego opisu procesów pęknięcia konieczna jest znajomość rozkładów naprężeń w próbkach na czterech etapach jej obciążenia, tzn.: przed inicjacją pęknięcia, zaraz po wystąpieniu uszkodzenia, w trakcie rozwoju rysy, przed zniszczeniem próbki.

## 9. Podsumowanie

W niniejszej pracy po przeprowadzeniu studiów literaturowych, oraz bazując na wynikach badań eksperymentalnych i obliczeniach numerycznych, dokonano oceny procesów pękania w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. W Roz. 1.4. zestawiono ogólny cel pracy i cele szczegółowe, które podzielono na cztery grupy. Dotyczyły one badań właściwości popiołów lotnych, zastosowanych do wykonania betonów, oraz oceny procesów pękania w przedmiotowych kompozytach.

Ponieważ konstrukcje betonowe w trakcie pracy poddawane są zazwyczaj ekspozycji obciążeń, które wywołują w przekrojach elementów złożone stany naprężeń, w toku przeprowadzonych analiz scharakteryzowano odporność na pęknięcie i przebieg zarysowania na próbkach modelowych, które odpowiadały rozwojowi pęknięć w materiale wg: I, II i III modelu pęknięcia.

W pracy przeanalizowano, jaki wpływ wywiera modyfikacja matrycy cementowej aktywnymi dodatkami, w postaci krzemionkowych popiołów lotnych, którymi zastępowano spoiwo podstawowe – cement portlandzki CEM I – w ilości 20 i 30% jego masy.

Z uwagi na zmienne tempo przyrostu wytrzymałości w betonach, zawierających krzemionkowe popioły lotne, zbadano również jaki wpływ, na analizowane procesy, wywiera czas dojrzewania takich materiałów. W tym celu wszystkie badania przeprowadzono w 6 interwałach czasowych, zarówno dla betonów młodych (w 2 terminach) jak i dojrziałych (w 4 terminach).

Ponieważ najistotniejszą rolę w procesie rozwoju pęknięć w betonach odgrywa ITZ kruszywa grubego, szczególnie wnikliwie, przeanalizowano ten obszar w betonach. W tym celu przeprowadzono badania mikroskopowe ITZ, pod kątem zdiagnozowania wielkości pęknięć, występujących w tej strefie kompozytów, oraz innowacyjne testy nanotwardości na całej grubości ITZ.

Do numerycznego opisu rozwoju pęknięć, rozwijających się w trakcie obciążania betonów, zaprojektowano w programie Abaqus 6.13., modele numeryczne próbek, które były skorelowane z parametrami elementów badawczych stosowanych w trakcie eksperymentów.

Po przeprowadzeniu wszystkich eksperymentów, oraz wykonaniu obliczeń numerycznych, można stwierdzić, że w pracy zrealizowano wszystkie cele zapisane w Roz. 1.4.



## 9.1. Podsumowanie w zakresie badań doświadczalnych

W pracy zreferowano wyniki badań doświadczalnych, które obejmowały:

- badania parametrów wytrzymałościowych betonów na ściskanie i rozciąganie przy rozłupywaniu,
- badania odporności na pękanie betonów przy: I, II i III modelu pękania,
- badania mikrostruktury ITZ betonów w obszarze ziaren kruszywa grubego,
- badania nanotwardości ITZ.

Do oceny odporności na pękanie betonów, zorganizowano trzy oddzielne stanowiska pomiarowe. Odporność na pękanie przy I modelu pękania (rozciąganie przy zginaniu) badano na belkach trójpunktowo zginanych z jedną rysą pierwotną. Przy II modelu pękania (ściananie w kierunku podłużnym do krawędzi rysy) stosowano kostki sześciennie z dwoma rysami pierwotnymi typu Compact Shear Specimen. Do testów wg III modelu pękania (ściananie w kierunku poprzecznym do krawędzi rysy), które w betonach są stosowane incydentalnie, zaprojektowano i wykonano oryginalne urządzenie składające się z walca betonowego z obwodową rysą pierwotną, umieszczoną w połowie jego wysokości, oraz stalowych elementów służących do zamocowania próbki w maszynie wytrzymałościowej. Badania doświadczalne wg I i II modelu pękania przeprowadzono na prasie MTS 810, natomiast wg III modelu pękania na prasie osiowo-skrętnej MTS 809 – Axial Torsional Test System. Odporność na pękanie betonów ustalano na podstawie obliczonych współczynników intensywności naprężeń:  $K_{Ic}^S$ ,  $K_{IIc}$  i  $K_{IIIc}$ , których znajomość posłużyła następnie do wyznaczenia, dla każdego z kompozytów, uogólnionej odporności na pękanie  $K_c$ .

Do zbadania ewolucji pęknięć w betonach, w trakcie postępującego procesu obciążania, wykorzystano system do optycznej, trójwymiarowej analizy odkształceń i przemieszczeń ARAMIS. Dzięki temu możliwe było dokładne prześledzenie ścieżek pękania, w każdej z próbek, oraz analiza odkształceń i przemieszczeń kostek na kierunku X i Y.

W celu ustalenia związku, między strukturą betonów a ich parametrami mechanicznymi, dokonano zbadania wycinków materiałów, pobranych ze stref zniszczenia betonów, po badaniach odporności na pękanie wg II modelu pękania. Badania mikrostrukturalne przeprowadzono z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego, oraz kompaktowej platformy wyposażonej we wgłębniaki Vickersa i Berkovicha. W trakcie badań mikroskopowych oceniano wielkość uszkodzeń występujących w ITZ kruszywa grubego z matrycą cementową. Szerokość zaobserwowanych pęknięć ustalono jako średnią z 30 pomiarów, co miało zapewnić uzyskanie miarodajnych i dokładnych wyników.

W badaniach nanotwardości testowano mikrostrukturę betonów w obszarze ITZ. Odciski w betonie wykonywano wgłębniakiem Berkovicha z zastosowaniem techniki DSI. Podczas eksperymentów przeanalizowano ITZ, kruszywa grubego z zaczynem w pięciu punktach pomiarowych, tzn. w odległości: 5, 25, 50, 100 i 150  $\mu\text{m}$  od granicy ziarna. Pozwoliło to na ustalenie rozkładu nanotwardości na całej grubości ITZ.

## 9.2. Dyskusja uzyskanych wyników badań

Praca zawiera obszerny zakres badań doświadczalnych dotyczących betonów konstrukcyjnych wykonanych na bazie matrycy z cementu portlandzkiego z dodatkiem aktywnych pucolanowo krzemionkowych popiołów lotnych. W trakcie eksperymentów przeprowadzono trzy serie badań:

- I seria dotyczyła kompozytów wykonanych na bazie czystego cementu portlandzkiego CEM I 32,5 R,
- II seria badań odpowiadała betonom wykonanym ze zmodyfikowanym składem matrycy, w której 20% cementu zastąpiono krzemionkowymi popiołami lotnymi,
- III seria badań odpowiadała betonom wykonanym ze zmodyfikowanym składem matrycy, w której 30% cementu zastąpiono krzemionkowymi popiołami lotnymi.

We wszystkich seriach badań stosowano stały wskaźnik w/c, natomiast w betonach modyfikowanych cement zastępowano popiołami lotnymi wagowo. Dla każdej z trzech wymienionych serii wszystkie badania doświadczalne przeprowadzono w sześciu okresach czasowych, gdy wiek betonów wynosił: 3, 7, 28, 90, 180 i 365 dni.

Przed przystąpieniem do wykonania mieszanek betonowych, dokonano oceny podstawowych właściwości zastosowanych krzemionkowych popiołów lotnych takich jak: skład chemiczny, skład fazowy, uziarnienie, parametry teksturalne, aktywność pucolanowa, promieniotwórczość naturalna. Głównymi związkami w popiołach są: krzemionka, oraz tlenki glinu i żelaza, natomiast w ich składzie mineralnym występują obok szkła, kwarc, mulit, magnetyt i hematyt. Popiół charakteryzuje się drobnym uziarnieniem, oraz wysoką aktywnością pucolanową, potwierdzoną wynikami badań z dwóch metod fizycznych i dwóch chemicznych. Aktywność popiołów ulega ciągłemu nieliniowemu wzrostowi pomiędzy 3.a 365. dniem, przy czym wykazują one bardzo wysoką aktywność pucolanową pomiędzy 7. a 28. dniem i wysoką pomiędzy 28. a 90. dniem. Po trzech miesiącach aktywność popiołu ulega stabilizacji.

Analizę procesów pękania, w przedmiotowych betonach, oparto przede wszystkim o wyniki badań makroskopowej odporności na pęknięcie, wyznaczonej dla trzech modeli pęknięcia. Pozwoliło to na oszacowanie uogólnionej odporności na pęknięcie  $K_c$ . Uzupelnieniem badań parametrów mechaniki pęknięcia, były ana-

lizy makroskopowe uszkodzeń, powstałych w betonach na powierzchniach zniszczenia próbek, oraz mikroskopowa ocena wielkości mikrorys w strefach styku inkluzji z matrycą.

W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych w ilości 20 i 30% masy cementu modyfikuje w znacznym stopniu mikrostrukturę betonów w obszarze ITZ kruszywa grubego i wpływa w istotny sposób na zmianę odporności betonów na pękanie – przy rozciąganiu, ścinaniu i skręcaniu. Wartości parametrów mechaniki pęknięcia zależne są od wieku betonów w trakcie wykonywania badań.

Zaobserwowano, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych w ilości do 30% masy cementu obniża odporność betonów na pękanie po 3 i 7 dniach od wykonania zarobów. W przypadku betonów tych serii daje się również zaobserwować większe uszkodzenia w obszarze ITZ ziaren kruszywa, oraz niższe wyniki nanotwardości w stosunku do betonu bez dodatków. Z uwagi na wysoką aktywność popiołów, po miesiącu i w późniejszym okresie, 20% dodatek substytutu spoiwa gwarantuje wysoką odporność na pękanie w betonach dojrzałych. Kompozyt z mniejszą ilością dodatku charakteryzuje się również o wiele lepszymi wynikami badań mikrostrukturalnych pomiędzy 28. a 365. dniem, w porównaniu do wyników uzyskanych dla pozostałych dwóch rodzajów kompozytów.

Korzystny wpływ częściowej substytucji cementu krzemionkowymi popiołami lotnymi zaobserwowano również w badaniach innych autorów. Na podstawie wyników z tych badań stwierdzono, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych, w ilości 20% wpływa korzystnie na:

- wzrost powierzchni właściwej popiołów aktywowanych mechanicznie [331] (por. Roz. 2.2.3.),
- przyrost fazy tobermorytu w strukturze matrycy betonów poddanych obróbce hydrotermalnej [169],
- czterokrotne zmniejszenie ekspansji naparzonej zaprawy [267],
- zmniejszenie grubości warstwy korozji w prętach zbrojenionych w ITZ z betonem [392],
- przyrost fazy C-S-H po: 28, 56 i 91 dniach dojrzewania [203],
- wzrost mikrotwardości betonów [380],
- znaczny wzrost oporu elektrycznego w betonach samozagęszczalnych wysokowartościowych – SCHP [324].

Na pozytywny efekt modyfikacji mikrostruktury betonów, 20% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, w okresie 28 dni i późniejszym zwrócono również uwagę w pracy [222].

W betonach z 30% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych jego korzystny wpływ, na wskaźnik uogólnionej odporności na pękanie, występuje dopiero po 180 dniach. Betony serii FA-30/180 i FA-30/365 osiągają również w tym okresie korzystniejsze wyniki w ocenie  $W_c$  i HB w stosunku do betonów wykonanych na czystym CEM I.

Do zbadania procesów powstawania i rozwoju rys na powierzchniach próbek badanych wg I i II modelu pęknięcia wykorzystano system do optycznej, trójwymiarowej analizy odkształceń i przemieszczeń ARAMIS. Ta metoda badawcza pozwoliła na dokładne zaobserwowanie momentów inicjacji pęknięć w wierzchołkach rys pierwotnych, oraz obserwację propagacji rys w próbkach, aż do całkowitej ich destrukcji. Wyniki otrzymane z obróbki danych w systemie ARAMIS dowiodły, że o zniszczeniu belek, badanych wg I modelu pęknięcia, decyduje zazwyczaj rysa mająca lekko zakrzywioną trajektorię i nieznaczne rozgałęzienia, której kierunek propagacji przebiega do strefy górnych włókien belki w miejsce przyłożenia siły zewnętrznej. Przy II modelu pęknięcia rysy propagowały się najczęściej z lekkim odchyleniem od osi pionowej a tylko w nielicznych przypadkach zaobserwowano pęknięcia quasi-proste.

Analiza wyników uzyskanych w badaniach wytrzymałościowych i odporności na pęknięcie wskazuje na znaczące rozrzuty w rezultatach uzyskanych parametrów. Mimo, że wszystkie badania makroskopowe przeprowadzono na 6 próbkach, to współczynniki zmienności, z uzyskanych pomiarów, wynosiły nawet ponad 20%. Najmniejszą zbieżność wyników otrzymano w badaniach betonów z dodatkiem 30% popiołów lotnych po 3 dniach dojrzewania. Nieco lepiej przedstawiały się wartości  $\nu$  uzyskane w badaniach nanotwardości podczas testów wgłębnikiem Berkovicha. W tym przypadku do badań zastosowano 12 próbek, co spowodowało zmniejszenie wskaźnika zmienności do maksymalnego poziomu 13,4%. Zdecydowanie najbardziej zbieżne wyniki testów, ze współczynnikami zmienności poniżej 10%, uzyskano w przypadku oceny szerokości pęknięć w ITZ. W tych badaniach wartości średnie obliczono z 30 przeprowadzonych pomiarów.

Znaczące rozbieżności w wynikach badań, szczególnie makroskopowych, wskazują na konieczność prowadzenia tego typu eksperymentów na liczbie próbek większej niż 6. Wg pracy [295] sugeruje się, że liczba próbek, w badaniach makroskopowej odporności na pęknięcie, powinna wynosić min. 12 sztuk. Na podstawie analizy wyników badań własnych można stwierdzić, że jest to właściwa tendencja, do uzyskania bardziej zbieżnych wyników tego typu badań. Wydaje się jednak, że optymalnym rozwiązaniem byłaby liczba elementów badawczych wynosząca 15 lub nawet 30 sztuk, szczególnie w przypadku badań odporności na pęknięcie betonów z dodatkiem popiołów lotnych.

### **9.3. Podsumowanie dotyczące modelowania numerycznego**

Analiza procesów pęknięcia z wykorzystaniem modeli numerycznych umożliwi dokładne poznanie etapów rozwoju rys w całym przedziale działającego obciążenia. W wyniku modelowania możliwe jest precyzyjne uchwycenie wartości naprężeń, przy których następuje inicjacja uszkodzenia, oraz ustalenie momentu kiedy dochodzi do zniszczenia elementu. W czasie

między początkiem wzrostu rysy, a jej ostatnim etapem rozwoju, następuje sukcesywny wzrost pęknięcia. Proces ten można śledzić wirtualnie, dzięki prowadzonym symulacjom komputerowym.

Do oceny procesów pęknięcia w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych zbudowano:

- płaski model belki, który odpowiadał próbce stosowanej w badaniach wg I modelu pęknięcia,
- modele trójwymiarowe kostki sześcienniej, oraz walca, zbieżne z elementami badawczymi wykorzystanymi do eksperymentów przy II i III modelu pęknięcia.

Procesy pęknięcia w belce i walcu modelowano przy zastosowaniu konwencjonalnej metody elementów skończonych. W przypadku kostki, z dwoma rysami pierwotnymi, wykorzystano zalety rozszerzonej metody elementów skończonych, którą dokładnie scharakteryzowano w Roz. 8.2.2.

Dla każdego z wykonanych modeli numerycznych przedstawiono:

- szczegółowy opis modelu z charakterystyką geometrii próbki i jej warunków brzegowych,
- zestawienie siatek elementów skończonych, dla wszystkich części danego modelu, wraz z wykazem rodzaju zastosowanych elementów skończonych, oraz liczbą węzłów i elementów skończonych wykorzystanych do zbudowania danego modelu,
- opis ewolucji pęknięcia w próbce,
- porównanie wyników uzyskanych w trakcie obliczeń numerycznych z wynikami otrzymanymi podczas eksperymentów.

W trakcie przeprowadzonych obliczeń numerycznych zwracano uwagę na: wartości sił, które powodowały rozwój uszkodzenia, oraz kształty rys. Do uchwycenia różnic, występujących w trakcie propagacji pęknięć, zastosowano zagęszczenie siatek elementów skończonych.

Wnioskowania o procesach pęknięcia, w poszczególnych kompozytach, dokonywano również na podstawie analizy zmian naprężeń w próbkach. Za punkt bazowy obierano moment na krótko przed inicjacją rysy. Następnie oceniano wartości naprężeń normalnych i stycznych w otoczeniu rysy, aż do ostatniego etapu poprzedzającego destrukcję materiału.

Wykonane modele numeryczne umożliwiły również wykonanie wykresów:  $F - f$  w przypadku II modelu pęknięcia, oraz  $T - \theta$  dla III modelu pęknięcia. Pozwoliło to na poznanie wartości sił  $F_Q$  i  $T_Q$ , które doprowadziły do zainicjowania pęknięć. Uzyskane wykresy porównywano z wynikami otrzymanymi podczas badań doświadczalnych. Oprócz oceny sił krytycznych, zwracano uwagę na wartości przemieszczeń (dla II modelu pęknięcia) i kątów obrotu (dla III modelu pęknięcia), w momencie wystąpienia uszkodzenia, oraz kąty pochylenia wykresów. W toku porównania ustalono, że różnice występujące pomiędzy wartościami otrzymanymi w trakcie eksperymentów,

oraz podczas modelowania są niewielkie, w przypadku porównania wartości uzyskanych dla II modelu pęknięcia i znikomo małe dla III modelu pęknięcia.

Z pełnym przekonaniem można stwierdzić, że przeprowadzone symulacje komputerowe, wykonane zarówno na modelach 2D jak i 3D wykazały, że wartości uzyskane w trakcie modelowania numerycznego są zbieżne jakościowo i ilościowo z wynikami uzyskanymi w trakcie badań doświadczalnych.

#### **9.4. Możliwości praktycznego wykorzystania przedstawionych wyników badań**

Betony z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych stosowane są w wykonawstwie konstrukcji budowlanych zarówno kubaturowych jak i przemysłowych. Jak bogaty jest asortyment kompozytów, wykonywanych na bazie spoiw modyfikowanych, tym odpadem przemysłowym, podano w Roz. 2.3.3. Betony takie znajdują zastosowanie w budownictwie: betonowym, żelbetowym i sprężonym; konstrukcjach: monolitycznych, prefabrykowanych, zespolonych i sprężonych.

Z uwagi na szerokie wykorzystanie betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych w technologii betonów – na podstawie przeprowadzonych badań własnych – można zaproponować praktyczne wskazówki dotyczące zastosowania tych materiałów w przemyśle betonowym.

- w przypadku betonów, w których planowane jest ich oddanie do eksploatacji po okresie 28 dni, bądź późniejszym, korzystnym rozwiązaniem jest zastosowanie kompozytów modyfikowanych 20% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych,
- możliwe jest stosownie w typowych konstrukcjach betonów z 30% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, jednak należy liczyć się z możliwością ich obniżonej wytrzymałości i odporności na pęknięcie – w porównaniu do betonów tradycyjnych – w okresie do pół roku,
- nie jest wskazane wykonywanie konstrukcji z betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, jeżeli planowane jest ich oddanie do eksploatacji w okresie przed 28. dniem od ułożenia mieszanki betonowej,
- nie zaleca się wykorzystywania kompozytów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, w elementach prefabrykowanych, w których transportowa wytrzymałość międzyoperacyjna byłaby krótsza niż tydzień,
- w żadnym razie nie jest wskazane stosowanie betonów z 20% i 30% dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, jeżeli miałyby być one poddane jakimkolwiek obciążeniom poniżej 3. dnia od wykonania zarobów.

## 10. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań doświadczalnych makroskopowych i mikrostrukturalnych, oraz obliczeń numerycznych, można wyprowadzić następujące wnioski:

1. Dodatek krzemionkowych popiołów lotnych do betonu modyfikuje mikrostrukturę matrycy cementowej, oraz ITZ w obszarze kruszywa grubego. Powoduje to wyraźne zmiany w wynikach badań makroskopowych i mikrostrukturalnych.
2. Istotny wpływ, na uzyskiwane wyniki doświadczalne, w betonach z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych, ma czas dojrzewania kompozytów. W przypadku betonów 28-dniowych, dodatek 20% krzemionkowych popiołów lotnych powoduje kilkuprocentowy wzrost parametrów wytrzymałościowych i odporności na pękanie betonów – przy I, II i III modelu pękania – natomiast dodatek 30% krzemionkowych popiołów lotnych, wyraźny kilkunastoprocentowy spadek tych parametrów. W betonach o krótkim okresie dojrzewania, tzn. po 3 i 7 dniach, dodatek krzemionkowych popiołów lotnych wpływa na pogorszenie charakterystyk wytrzymałościowych kompozytów i ich odporności na pękanie. 20% dodatek krzemionkowych popiołów lotnych pozwala na osiągnięcie wysokich parametrów mechanicznych, w betonach dojrzewających powyżej 28 dni. W betonach z 30% substytutem spoiwa zaznacza się wzrost, w uzyskiwanych wynikach wytrzymałościowych i odporności na pękanie, po 180 dniach dojrzewania.
3. Dodatek krzemionkowych popiołów lotnych powoduje obniżenie wskaźnika kruchości betonów.
4. O odporności na pękanie betonów decyduje w dużym stopniu szerokość mikrorys występujących w ITZ kruszywa grubego. Udowodniono, że występuje współzależność pomiędzy pomierzoną, mikroskopem skaningowym, średnią szerokością pęknięcia  $W_c$ , a uogólnioną odpornością na pękanie  $K_c$ . Betony z większymi mikrorysami, przy styku kruszywa grubego z matrycą, charakteryzują się niższą uogólnioną odpornością na pękanie. Zmniejszenie wielkości pęknięć, w strefie ITZ kruszywa grubego, powoduje natomiast wzrost makroskopowej odporności betonów na pękanie.

5. Istnieje związek pomiędzy wartościami nanotwardości uzyskanymi w strefie ITZ, a parametrami mechaniki pęknięcia betonów modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych. Wyższa nanotwardość ITZ, zmierzona nanowgłębnikiem Berkovicha, odpowiada większym wartościom uogólnionej odporności betonów na pęknięcie.
6. W trakcie badań eksperymentalnych, do oceny procesu zarysowania w próbkach betonowych, pomocnym narzędziem jest system cyfrowej korelacji obrazu ARAMIS. Dokładny ogląd zdjęć wykonywanych przez system ARAMIS, w trakcie trwania całego eksperymentu, pozwala przeanalizować procesy deformacji próbek, w postaci odkształceń i przemieszczeń, na każdym z etapów ich obciążenia.
7. Analizę ewolucji pęknięć w betonach można obserwować dokonując symulacji numerycznych – konwencjonalną lub rozszerzoną metodą elementów skończonych. W tym celu należy wykonać płaski lub przestrzenny model badanej próbki, z zagęszczeniem siatki elementów skończonych w obszarze rys pierwotnych i w strefie przewidywanej propagacji pęknięcia. Modelowanie numeryczne pozwala na obserwację uszkodzenia, w całym przedziale działającego obciążenia, poczynając od inicjacji rysy, poprzez jej wzrost, aż do zniszczenia próbki.



## Bibliografia

1. Abaqus 6.13., *Documentation*, Dassault Systèmes Simulia Corporation, USA, 2013.
2. Adili E., Sohrabi M. R., *Effect of nano-sio<sub>2</sub> on crack width in ITZ (SEM Observation)*, „Journal of Basic and Applied Scientific Research”, 2012, vol. 2 (4), s. 3386–3390.
3. Aggelis D. G., Kordatos E. Z., Strantza M., Soulioti D. V., Matikas T. E., *NDT approach for characterization of subsurface cracks in concrete*, „Construction and Building Materials”, 2011, vol. 25, s. 3089–3097.
4. Ahmaruzzaman M., *A review on the utilization of fly ash*, „Progress in Energy and Combustion Science”, 2010, vol. 36, s. 327–363.
5. Aitcin P.C., *Cements of yesterday and today. Concrete of tomorrow*, „Cement and Concrete Research”, 2000, vol. 30, s. 1349–1359.
6. Ajdukiewicz A., *Aspekty trwałości i wpływu na środowisko w projektowaniu konstrukcji betonowych*, „Przegląd Budowlany”, 2011, nr 2, s. 20–29.
7. Ajdukiewicz A., *Beton a rozwój zrównoważony*, „Budownictwo Technologie Architektura”, 2004, nr 3, s. 38–44.
8. Ajdukiewicz A., „Zielony beton” w konstrukcjach – aspekty materiałowe i technologiczne, „Materiały Budowlane”, 2012, nr 12, s. 2–6.
9. Ajdukiewicz A., „Zielony beton” w konstrukcjach - aspekty projektowe i przykłady, „Materiały Budowlane”, 2013, nr 1, s. 76–79.
10. Alexander K. M., *Microcracking in concrete*, „ACI Journal”, 1963, vol. 60, s. 1787–1798.
11. Alonso J. L., Wesche K., *Characterization of fly ash*, [in:] Fly ash in concrete. Properties and performance. Wesche K. (Ed.), E & FN Spon, London 1991, s. 3–23.
12. Antiohos S., Maganari K., Tsimas S., *Evaluation of blends of high and low calcium fly ashes for use as supplementary cementing materials*, „Cement and Concrete Composites”, 2005, vol. 27, s. 349–356.
13. ARAMIS v6, *Podręcznik użytkownika – Oprogramowanie*. Germany, 2007.
14. ASTM C 379-65T. *Specification for fly ash for use as a pozzolanic material with lime*.
15. ASTM C 618-03. *Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete*. Annual Book of ASTM Standard; 2008.
16. Atis C. D., *Accelerated carbonation and testing of concrete made with fly ash*, „Construction and Building Materials”, 2003, vol. 17, s. 147–152.
17. Attiobe E. K., Darwin D., *Submicrocracking in cement paste and mortar*, „ACI Materials Journal”, 1987, vol. 84, s. 491–500.

18. Baran T., *Wpływ różnej zawartości części palnych w popiele lotnym krzemionkowym na właściwości cementów popiołowych*, „Budownictwo Technologie Architektura”, 2010, nr 2, s. 67–69.
19. Barnes B. D., Diamond, S., Dolch W. L., *The contact zone between Portland cement paste and glass “aggregate” surfaces*, „Cement and Concrete Research” 1978, vol. 8, s. 233–243.
20. Bascoul A., Turatsinze A., *Microstructural characterization of mode I crack opening in mortar*, „Materials and Structures”, 1994, vol. 27, s. 71–78.
21. Basista M., Gross D., *The sliding crack model of brittle deformation: An internal variable approach*, „International Journal of Solids and Structures”, 1998, vol. 35, s. 487–509.
22. Bastian S., *Betony konstrukcyjne z popiołem lotnym*. Arkady, Warszawa 1980.
23. Bazant Z. P., Pfeiffer P. A., *Shear fracture tests of concrete*, „Materials and Structures”, 1986, vol. 19, s. 111–121.
24. Bazant Z. P., Prat P. C., *Measurement of mode III fracture energy of concrete*, „Nuclear Engineering and Design”, 1988, vol. 106, s. 1–8.
25. Bazant Z. P., Prat P. C., Tabbara M. R., *Antiplane shear fracture tests (Mode III)*, „ACI Materials Journal”, 1990, vol. 87, s. 12–19.
26. Beaudoin J. J., *Comparison of mechanical properties of compacted calcium hydroxide and Portland cement paste systems*, „Cement and Concrete Research”, 1983, vol. 13, s. 319–324.
27. Beaudoin J. J., Gu P., Myers R. E., *The fracture of C-S-H and C-S-H/CH mixtures*, „Cement and Concrete Research”, 1998, vol. 28, s. 341–347.
28. Belytschko T., Black T., *Elastic crack growth in finite elements with minimal remeshing*, „International Journal for Numerical Methods in Engineering”, 1999, vol. 45, s. 601–620.
29. Benhelal E., Zahedi G., Shamsaei E., Bahadori A., *Global strategies and potentials to curb CO<sub>2</sub> emissions in cement industry*, „Journal of Cleaner Production”, 2013, vol. 51, s. 142–161.
30. Bentur A., Katz A., Mindess S., *Przyszłość betonu. Wizja i wyzwania*, „Cement Wapno Beton”, 2006, nr 2, s. 102–121.
31. Berkovich E. S., *Three faced diamond pyramid for micro-hardness testing*, „Industrial Diamond Reviews”, 1951, vol. 11, s. 129–133.
32. Berry E. E., Malhotra V. M., *Fly ash for use in concrete - a critical review*, „ACI Journal”, 1980, vol. 77, s. 59–73.
33. Bharatkumar B. H., Raghuprasad B. K., Ramachandramurthy D. S., Narayanan R., *Effect of fly ash and slag on the fracture characteristics of high performance concrete*, „Materials and Structures”, 2005, vol. 38, s. 63–72.
34. Biańkiewicz J., Kuna-Ciskał H., *Tensorowy model rozwoju uszkodzeń betonu*, 41 Konferencja Naukowa KILiW PAN i KN PZITB, Kraków-Krynica 1995, s. 17–24.

35. Błaszczczyński T., Łowińska-Kluge A., Runkiewicz L., *Diagnostyka korozyjna obiektów żelbetowych*, „Przegląd Budowlany”, 2010, nr 12, s. 41–45.
36. BN-79/6722-09. *Popioły lotne i żużle z kotłów opalanych węglem kamiennym i brunatnym. Podział, nazwy i określenia*.
37. Bobiński J., Tejchman J., *Modeling cracks in concrete elements with XFEM*, 19th International Conference on Computer Methods in Mechanics, CMM 2011, Warsaw 2011, s. 139–140.
38. Bocheńczyk D., Łagosz A., Sypek M., *Wpływ zmienności strat prażenia popiołów lotnych krzemionkowych na właściwości betonów*, Konferencja Naukowo-Techniczna *Dni Betonu*, Stowarzyszenie Producentów Cementu, Wisła 2010, s. 111–123.
39. Boshoff W. P., Adendorff Ch. J., *Effect of sustained tensile loading on SHCC crack widths*, „Cement and Concrete Composites”, 2013, vol. 37, s. 119–125.
40. Brandt A. M., *Uwagi o trwałości konstrukcji betonowych*, „Drogi i Mosty”, 2004, nr 3, s. 5–14.
41. Brandt A. M., *Wpływ warstwy przejściowej na właściwości mechaniczne betonów wysokowartościowych (BWW)*, II Konferencja Naukowo-Techniczna *Zagadnienia Materiałowe w Inżynierii Lądowej MATBUD'98*, Kraków-Mogilany 1998, s. 21–30.
42. Brandt A. M., Kasperkiewicz J. (red.), *Metody diagnozowania betonów i betonów wysokowartościowych na podstawie badań strukturalnych*. IPPT PAN, Warszawa 2003.
43. Brandt A. M., Kucharska L., *Współczesne kierunki projektowania trwałości betonu*, XVII konferencja *Beton i Prefabrykacja*, CEBET, Popowo 2000, t. 1, s. 109–121.
44. Brandt A. M., Pokropski G., *Critical values of stress intensity factor in mode II fracture of cementitious composites*, „Journal of Materials Science”, 1990, vol. 25, s. 3605–3610.
45. Broniewski T., Hoła J., Śliwiński J., *Application of the method of acoustic emission for evaluation of behavior of polymer impregnated concrete under compressive load*, „Materials and Structures”, 1994, vol. 27, s. 331–337 (in French).
46. Brzozowski P., Szczotkowska M., *Wpływ nanokryształów CSH na wytrzymałość betonów cementowych stosowanych w budownictwie komunikacyjnym*, „Przegląd Budowlany”, 2013, nr 7–8, s. 43–46.
47. Brunarski L., Dohojda M., *Badania promieniotwórczości naturalnej wyrobów budowlanych*. Poradnik ITB 455/2010. ITB, Warszawa 2010.
48. Büyükoztürk O., *Imaging of concrete structures*, „NDT&E International”, 1998, vol. 31, s. 233–243.
49. Cao J., Chung D. D. L., *Use of fly ash an admixture for electromagnetic interference shielding*, „Cement and Concrete Research”, 2004, vol. 34, s. 1889–1892.

50. Carette G., Malhotra V. M., *Early-age strength development of concrete incorporating fly ash and condensed silica fume*, Proceedings of The use of fly ash, silica fume, slag and other mineral by-products in concrete, Montebello, 1983, ACI SP-79-41, vol. II, s. 765–784.
51. CEMBUREAU Activity Report – 2011, *Cement na świecie – 2011 rok*, Budownictwo Technologie Architektura, 2012, nr 3, 78.
52. Chavez-Valdez A., Arizmendi-Morquecho A., Vargas G., Almanza J. M., Alvarez-Quintana J., *Ultra-low thermal conductivity thermal barrier coatings from recycled fly-ash cenospheres*, „Acta Materialia”, 2011, vol. 59, s. 2556–2562.
53. Chindaprasirt P., Jaturapitakkul Ch., Sinsiri T., *Effect of fly ash fineness on compressive strength and pore size of blended cement paste*, „Cement and Concrete Composites”, 2005, vol. 27, s. 425–428.
54. Chindaprasirt P., Jaturapitakkul Ch., Sinsiri T., *Effect of fly ash fineness on microstructure of blended cement paste*, „Construction and Building Materials”, 2007, vol. 21, s. 1534–1541.
55. Chrabczyński G., *Charakterystyka współczesnej technologii betonów*, „Przegląd Budowlany”, 1987, nr 10, s. 427–429.
56. Citarella R., Cricri G., *Comparison of DBEM and FEM crack path predictions in a notched shaft under torsion*, „Engineering Fracture Mechanics”, 2010, vol. 77, s. 1730–1749.
57. Constantinides G., Ulm F.-J., *The effects of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials: Results from nanoindentation and micromechanical modeling*, „Cement and Concrete Research”, 2004, vol. 34, s. 67–80.
58. Czarnecki L., *Nanotechnologia – wyzwaniem inżynierii materiałów budowlanych*, „Inżynieria i Budownictwo”, 2006, nr 9, s. 465–469.
59. Czarnecki L., *Przyszłość betonu w warunkach zrównoważonego rozwoju*, „Materiały Budowlane”, 2006, nr 11, s. 22–24,52.
60. Czarnecki L., *Wyzwania inżynierii materiałów budowlanych*, „Inżynieria i Budownictwo”, 2008, nr 7, s. 404–408.
61. Czarnecki L., Emmons P. H., *Naprawa i ochrona konstrukcji betonowych*. Polski Cement Sp. z o.o., Kraków 2002.
62. Czarnecki L., Kaproń M., *Definiowanie zrównoważonego budownictwa*, „Materiały Budowlane”, 2010, nr 1, s. 69–71.
63. Czarnecki L., Kaproń M., *Definiowanie zrównoważonego budownictwa (cz. 2)*, „Materiały Budowlane”, 2010, nr 2, s. 46–47.
64. Czarnecki L., Kaproń M., *Budownictwo przyszłości ≡ zrównoważone budownictwo*, „Materiały Budowlane”, 2012, nr 1, s. 69–73.
65. Czarnecki L., Kurdowski W., *Tendencje kształtujące przyszłość betonu*, Konferencja Naukowo-Techniczna *Dni Betonu*, Stowarzyszenie Producentów Cementu, Wisła 2006, s. 47–64.

66. Czarnecki L., Więclawski R., *Możliwości wykorzystania popiołów lotnych w budownictwie*, „Materiały Budowlane”, 2005, nr 9, s. 83–85.
67. Dantu M., *Etude des contraintes dans les milieux heterogenes . Application au beton*, Annales de l'Institut Technique du Batiment et des Travaux Publics, No. 1 (121), 1958, s. 55–77.
68. Davis R. E., Carlson R. W., Kelly J. W., Davis H. E., *Properties of cements and concretes containing fly ash*, „ACI Journal”, 1937, vol. 33, s. 577–612.
69. Deja J., Uliasz-Bocheńczyk A., Mokrzycki E., *CO<sub>2</sub> emissions from Polish cement industry*, „International Journal of Greenhouse Gas Control”, 2010, vol. 4, s. 583–588.
70. *Determination of fracture parameters ( $K_{Ic}$  and  $CTOD_c$ ) of plain concrete using three-point bend tests. RILEM Draft Recommendations, TC 89-FMT Fracture Mechanics of Concrete Test Methods*. „Materials and Structures”, 1990, vol. 23, s. 457–460.
71. Diamond S., *Cement paste microstructure: An overview at several levels*, [in:] Hydraulic Cement Pastes: Their Structure and Properties, Proc. of Conference at University of Sheffield, 1976, Cement and Concrete Ass., Wexham Springs, s. 2–31.
72. Diamond S., *Particle morphologies in Fly ash*, „Cement and Concrete Research”, 1986, vol. 16, s. 569–579.
73. Diamond S., *The utilization of flyash*, „Cement and Concrete Research”, 1984, vol. 14, s. 455–462.
74. DIN 4226-1:2001-07 *Gesteinskörnungen für Beton und Mörtel – Teil 1: Normale und schwere Gesteinskörnungen*.
75. Di Prisco M., Ferrara L., Meftah F., Pamin J., De Borst R., Mazars J., Reynouard J. M., *Mixed mode fracture in plain and reinforced concrete: some results on benchmark test*, „International Journal of Fracture”, 2000, vol. 103, s. 127–148.
76. Dohojda M., Rubin J. A., *Promieniotwórczość naturalna wybranych kruszyw budowlanych*, „Materiały Ceramiczne (Ceramic Materials)”, 2009, vol. 61, nr 1, s. 55–58.
77. Domski J., Katzer J., Fajto D., *Load-CMOD characteristics of fibre reinforced concrete cementitious composites based on waste ceramic aggregate*, „Rocznik Ochrona Środowiska”, 2012, vol. 14, s. 69–80.
78. Duan P., Shui Z., Chen W. Shen Ch., *Effects of metakaolin, silica fume and slag on pore structure, interfacial transition zone and compressive strength of concrete*, „Construction and Building Materials”, 2013, vol. 44, s. 1–6.
79. Dudas M. J., Warren C. J., *Submicroscopic model of fly ash particles*, „Geoderma”, 1987, vol. 40, s. 101–114.

80. Ehart R. J. A., Stanzl-Tschegg S. E., Tschegg E. K., *Crack face interaction and mixed-mode fracture of wood composites during mode III loading*, „Engineering Fracture Mechanics”, 1988, vol. 61, s. 253–278.
81. Elagra H., Godin N., Peix G., ‘Mili M. R., Fantozzi G., *Damage evolution analysis in mortar, during compressive loading using acoustic emission and X-ray tomography: Effects of the sand/cement ratio*, „Cement and Concrete Research”, 2007, vol. 37, s. 703–713.
82. Elsharief A., Cohen M. D., Olek J., *Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone*, „Cement and Concrete Research”, 2003, vol. 33, s. 1837–1849.
83. Erdem S., Dawson A. R., Thom N. H., *Influence of the micro- and nano scale local mechanical properties of the interfacial transition zone on impact behavior of concrete made with different aggregates*, „Cement and Concrete Research”, 2012, vol. 42, s. 447–458.
84. Fischer-Cripps A. C., *Nanoindentation*. Second Edition. Springer – Verlag, New York, LLC 2010.
85. Flaga K., Furtak K., *Wpływ rodzaju kruszywa na poziomy naprężenie krytycznych w betonie ściskanym*, „Archiwum Inżynierii Lądowej”, 1981, z. 4, s. 653–666.
86. Flaga K., Mierzwa J., *Betony o dużej trwałości i wysokiej wytrzymałości jako realizacja nowej materiałowo-technologicznej koncepcji kompozytu konstrukcyjnego*, „Przegląd Budowlany”, 1992, nr 8–9, s. 342–344.
87. Freidenberg E., Freidenberg P., *Wpływ popiołów lotnych na wybrane właściwości betonów podwodnych*, „Przegląd Budowlany”, 2007, nr 10, s. 32–36.
88. Frias M., Sanchez de Rojas M. I., Luxan M. P., Garcia N., *Determination of specific surface area by laser diffraction technique. Comparison with the Blaine permeability method*, „Cement and Concrete Research”, 1991, vol. 21, s. 709–717.
89. Galos K., Uliasz-Bocheńczyk A., *Źródła i użytkowanie popiołów lotnych ze spalania węgla w Polsce*, „Gospodarka Surowcami Mineralnymi”, 2005, tom. 21, z. 1, s. 23–42.
90. Ganesh Babu K., Siva Nageswara Rao G., *Early strength behaviour of fly ash concretes*, „Cement and Concrete Research”, 1994, vol. 24, s. 277–284.
91. Ganesh Babu K., Siva Nageswara Rao G., *Efficiency of fly ash in concrete with age*, „Cement and Concrete Research”, 1996, vol. 26, s. 465–474.
92. Garbacik A., Baran T., *Wpływ dodatku popiołu lotnego krzemionkowego z różną zawartością części palnych na właściwości cementu*, „Budownictwo Technologia Architektura”, 2008, nr 4, s. 62–65.
93. Garboczi E. J., Bentz D. P., *Digital simulation of the aggregate-cement paste interfacial zone in concrete*, „Journal of Material Research”, 1991, vol. 6, s. 196–201.
94. Giergiczny Z., *Cementy z dodatkami mineralnymi składnikiem trwałego betonu*, „Inżynieria i Budownictwo”, 2010, nr 5–6, s. 275–279.

95. Giergiczny Z., *Dodatki mineralne - niezastąpione składniki współczesnego cementu i betonu*, „Materiały Budowlane”, 2009, nr 3, s. 46–50.
96. Giergiczny Z., *Nowe cementy i technologie wytwarzania spoiw alternatywnych*. Konferencja Naukowo-Techniczna *Dni Betonu*, Stowarzyszenie Producentów Cementu, Wisła 2012, s. 513–525.
97. Giergiczny Z., *Popiół lotny aktywnym składnikiem cementu*, IV Symposium Naukowo-Techniczne *Reologia w Technologii betonu*, Gliwice 2002, s. 5–17.
98. Giergiczny Z., *Popiół lotny w składzie cementu i betonu*. Politechnika Śląska, Gliwice 2013.
99. Giergiczny Z., *Popioły lotne z dużą zawartością związków wapnia*, „Cement Wapno Beton”, 2005, nr 5, s. 271–282.
100. Giergiczny Z., *Rola popiołów lotnych wapniowych i krzemionkowych w kształtowaniu właściwości współczesnych spoiw budowlanych i tworzyw cementowych*. Seria: Inżynieria Lądowa. Monografia 325. Politechnika Krakowska, Kraków 2006.
101. Giergiczny Z., *The wastes from power plants as substitute of natural raw materials*, „Studies in Environmental Science”, 1991, vol. 48, s. 619–620.
102. Giergiczny Z., Gawlicki M., *Racjonalne wykorzystanie popiołu lotnego w betonie*, „Budownictwo Technologie Architektura”, 2004, nr 4, s. 35–39.
103. Giergiczny E., Giergiczny Z., *Wpływ zmiennej jakości popiołów lotnych na właściwości kompozytów cementowo-popiołowych*, „Cement Wapno Beton”, 2010, nr 3, s. 157–163.
104. Giergiczny Z., Król A., *Beton a środowisko naturalne*, IX Międzynarodowa Konferencja Naukowo-Techniczna *Infrastruktura podziemna miast*, Wrocław 2005, s. 132–141.
105. Giergiczny Z., Król A., *Immobilization of heavy metals (Pb, Cu, Cr, Zn, Cd, Mn) in the mineral additions containing concrete composites*, „Journal of Hazardous Materials”, 2008, vol. 160, s. 247–255.
106. Giergiczny Z., Małolepszy J., Szwabowski J., Śliwiński J., *Cementy z dodatkami mineralnymi w technologii betonów nowej generacji*. Instytut Śląski Sp. z o.o. w Opolu, Opole 2002.
107. Giergiczny Z., Pużak T., *Popiół lotny jako składnik betonu z cementów żużlowych*, „Cement Wapno Beton”, 2009, nr 2, s. 67–74.
108. Glinicki M. A., *Tendencje rozwojowe technologii betonu*, „Przegląd Budowlany”, 2007, nr 12, s. 24–30.
109. Glinicki M. A., Kasperkiewicz J., Sobczak M., Zieliński M., *Badanie mikro-twardości betonu za pomocą węgelnika Vickersa*, 49 Konferencja Naukowa KILiW PAN i KN PZITB, Warszawa-Krynica 2003, t. III, s. 139–146.
110. Glinicki M. A., Krzywobłocka-Laurów R., Ranachowski Z., Dąbrowski M., Wołowicz J., *Analiza mikrostruktury betonów modyfikowanych dodatkiem popiołów lotnych wapiennych*, „Drogi i Mosty”, 2013, nr 2, s. 173–189.

111. Glinicki M. A., Litorowicz A., *Crack system evaluation in concrete elements at mesoscale*, „Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences”, 2006, vol. 54, nr 4, s. 371–379.
112. Glinicki M. A., Litorowicz A., *Cyfrowa analiza rys a w betonie wywołanych przez działanie termiczne*, XVIII konferencja Naukowo-Techniczna *Beton i Prefabrykacja*, CEBET, Jadwisin 2002, t. 1, s. 112–119.
113. Glinicki M. A., Litorowicz A., *Diagnostyka rys w kompozytach o matrycy cementowej metodą komputerowej analizy obrazu*, „Drogi i Mosty”, 2007, nr 3, s. 45–76.
114. Golewski G. L., *Analiza odporności na pękanie, przy III modelu pękania betonów z dodatkiem popiołów lotnych*, „Budownictwo i Architektura”, 2013, nr 12 (3), s. 145–152.
115. Golewski G. L., *Badania odporności na pękanie kompozytów betonowych w młodym wieku z dodatkiem popiołów lotnych*, „Przegląd Budowlany”, 2012, nr 3, s. 38–42.
116. Golewski G. L., *Konstrukcja żelbetowego garażu naziemnego obliczanego jako ustrój płytowo – słupowy MES*, „Drogownictwo”, 2011, nr 6, s. 204–208.
117. Golewski G. L., *Mikrostruktura uszkodzeń w kompozytach betonowych z osnowami cementowymi*, „Kompozyty (Composites)”, 2008, nr 1, s. 93–98.
118. Golewski G. L., *Ocena promieniotwórczości naturalnej krzemionkowych popiołów lotnych i betonów z ich dodatkiem*, „Materiały Budowlane”, 2014, nr 11, s. 30–32.
119. Golewski G. L., *Wykorzystanie systemu ARAMIS do analizy propagacji rys pierwotnych w betonach z dodatkiem popiołów lotnych*, „Przegląd Budowlany”, 2010, nr 11, s. 30–35.
120. Golewski G. L., *Zastosowanie nanowęglownika Berkovicha do badań warstw stykowych w betonach z dodatkiem popiołów lotnych*, „Budownictwo i Architektura”, 2014, nr 13 (2), s. 85–92.
121. Golewski G., Zgłoszenie Patentowe PL P.404402: *Urządzenie do badania odporności na pękanie, zwłaszcza przy skręcaniu*. Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej, Warszawa, 2013.
122. Golewski G. L., Sadowski T., *An analysis of shear fracture toughness  $K_{IIc}$  and microstructure in concretes containing fly-ash*, „Construction and Building Materials”, 2014, vol. 51, s. 207–214.
123. Golewski G., Sadowski T., *Analiza uszkodzeń betonów na mineralnych kruszywach naturalnych i łamanych z wykorzystaniem metod mikroskopii skaningowej*, „Inżynieria Materiałowa”, 2007, nr 1, s. 33–38.
124. Golewski G. L., Sadowski T., *Experimental investigation and numerical modelling fracture processes under Mode II in concrete composites containing fly-ash additive at early age*, „Solid State Phenomena”, 2012, vol. 188, s. 158–163.



125. Golewski G., Sadowski T., *Fracture toughness at shear (mode II) of concretes made of natural and broken aggregates*, The Eight International Symposium on Brittle Matrix Composites, Warsaw 2006, s. 537–546.
126. Golewski G., Sadowski T., *Mechanizm zniszczenia kompozytów betonowych przy ściskaniu w aspekcie teorii naprężeń krytycznych*, „Przegląd Budowlany”, 2006, nr 5, s. 26–33.
127. Golewski G., Sadowski T., *Parametry mechaniki pękania betonów określone na podstawie badań doświadczalnych według I modelu pękania*, „Przegląd Budowlany”, 2005, nr 7–8, s. 28–35.
128. Golewski G. L., Sadowski T. S., *Rola kruszywa grubego w procesie destrukcji kompozytów betonowych poddanych obciążeniom doraźnym*. IZT Sp. z o.o., Lublin 2008.
129. Golewski G. L., Golewski P., Sadowski T., *Numerical modelling crack propagation under Mode II fracture in plain concretes containing siliceous fly-ash additive using XFEM method*, „Computational Materials Science”, 2012, vol. 62, s. 75–78.
130. Golewski G. L., Sadowski T., Marsavina L., *Experimental investigation and numerical modeling of microcracking and fracture processes of plain concretes under CS*, 20<sup>th</sup> International Workshop on Computational Mechanics of Materials, Loughborough 2010, s. 32–34.
131. Gołaszewski J., Szwabowski J., *Wpływ wybranych dodatków mineralnych na właściwości reologiczne mieszanek betonów nowej generacji*, IV Konferencja Naukowo-Techniczna Zagadnienia Materiałowe w Inżynierii Lądowej MATBUD 2003, Kraków 2003, s. 160–169.
132. Green A. T., *Stress wave emission and fracture of pre-stressed concrete reactor vessel materials*, Second Inter-American Conference on Materials Technology, ASME, vol. 1, 1970, Mexico City, Technical Report, DRC-73-3, Livermore 1971, s. 635–649.
133. Griffith A. A., *The phenomena of rupture and flow in solids*, “Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A”, vol. 221, London 1921, s. 163–198.
134. Grzeszczyk S., *Wybrane materiały kompozytowe stosowane w budownictwie*, „Inżynieria i Budownictwo”, 2002, nr 10, s. 544–550.
135. Grzeszczyk S., Lipowski G., *Popioły lotne i ich wpływ na reologię i hydratację cementów*. Politechnika Opolska, Opole 2002.
136. Grzeszczyk S., Podkowa P., *Wpływ mikrowypełniaczy na płynność zawieszin cementowych*, „Cement Wapno Beton”, 2004, nr 2, s. 78–81.
137. Halbiniak J., Prokopski G., *Zastosowanie metod inżynierii materiałowej do oceny wpływu mikrokrzemionki na pękanie betonów*, III Konferencja Naukowo-Techniczna Zagadnienia Materiałowe w Inżynierii Lądowej MATBUD’ 2000, Kraków 2000, s. 132–139.

138. Halbiniak J., Langier B., Prokopski G., *Badania odporności betonów na pękanie (według projektu zaleceń RILEM)*, XLIV Konferencja Naukowa KILiW PAN i KN PZITB, Poznań-Krynica 1998, s. 43–50.
139. Han J. D., Pan G. H., Sun W., Wang C. H., Cui D., *Application of nanoindentation to investigate chemomechanical properties change of cement paste in the carbonation reaction*, „Science China. Technological Sciences”, 2012, vol. 55 (3), s. 616–622.
140. Haneef T. K., Kumari K., Mukhopadhyay C. K., Venkatachalapathy, Purnachandra Rao B., Jayakumar T., *Influence of fly ash and curing on cracking behavior of concrete by acoustic emission technique*, „Construction and Building Materials”, 2013, vol. 44, s. 342–350.
141. Hansen E. A., *A holographic real time study of crack propagation in concrete*, „Cement and Concrete Research”, 1989, vol. 19, s. 611–620.
142. Hemmings R. T., Berry E. E., *On the glass in coal fly ashes: Recent advances*, Symposium Proceedings of Materials Research Society, 1987, vol. 113, s. 3–38.
143. Ho D. W. S., Lewis R. K., *Effectiveness of fly ash for strength and durability of concrete*, „Cement and Concrete Research”, 1985, vol. 15, s. 793–800.
144. Hoła J., *Emisja akustyczna w betonach*, [w:] *Emisja akustyczna. Źródła, metody, zastosowania*, red. Malecki I., Ranachowski J., IPPT PAN, Warszawa 1994, s. 223–240.
145. Hoła J., *Naprężenia inicjujące i krytyczne a destrukcja naprężeniowa w betonie ściskanym*. Politechnika Wrocławska, Wrocław 2000.
146. Hoła J., *Wpływ czynników technologicznych i eksploatacyjnych na poziomy naprężen inicjujących i krytycznych w betonie ściskanym w świetle dotychczasowych badań*, „Cement Wapno Beton”, 2001, nr 2, s. 49–52.
147. Hoła J., Moczko A., Pysznik J., *Możliwości wykorzystania metody emisji akustycznej w badaniach betonu*, „Przegląd Budowlany”, 1988, nr 11, s. 477–479.
148. Hori H., Nemat-Nasser S., *Compression – induced microcrack growth in brittle solids: axial splitting and shear failure*, „Journal of Geophysical Research”, 1985, vol. 90, s. 3105–3125.
149. Hornain H., Miersman F., Marchand J., *Influence of residual carbon in fly ash on microstructure and strength development of mortars and concretes*, Fourth International Conference on Fly ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete, Istanbul 1992, s. 21–36.
150. Hryniewicz A. Z. (red.), *Człowiek i promieniowanie jonizujące*. PWN, Warszawa 2001.
151. Huang Ch.-H., Lin S.-K., Chang Ch.-S., Chen H.-J., *Mix proportions and mechanical properties of concrete containing very high-volume of Class F fly ash*, „Construction and Building Materials”, 2013, vol. 46, s. 71–78.

152. Hubbard F. H., Dhir R. K., *A compositional index of the pozzolanic potential of pulverized-fuel ash*, „Journal of Materials Science Letters”, 1984, vol. 3, s. 958–960.
153. Hycnar J., *Wykorzystanie popiołów lotnych w świecie i w Polsce*, „Materiały Budowlane”, 1984, nr 6, s. 4–5.
154. Igarashi S., Bentur A., Mindess S., *Microhardness testing of cementitious materials*, „Advanced Cement Based Materials”, 1996, vol. 4, s. 48–57.
155. Irwin G. R., *Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate*, „Journal of Applied Mechanics”, 1957, vol. 24, s. 361–364.
156. Iyer R. S., Stanmore B. R., *Surface area of flyashes*, „Cement and Concrete Research”, 1995, vol. 25, s. 1403–1405.
157. Jackiewicz-Rek W., *Stosowanie dodatków mineralnych do betonu*, „Materiały Budowlane”, 2010, nr 11, s. 35,74.
158. Jacquot P., Rastogi P. K., *Speckle metrology and holographic interferometry applied to the study of cracks in concrete*, [in:] *Fracture Mechanics of Concrete*. Ed. Wittmann F. H., Elsevier science Publishers, Amsterdam 1983, s. 113–155.
159. Jamróży Z., *Beton i jego technologie*, Wydanie trzecie. PWN, Warszawa 2008.
160. Jamróży Z., *Beton obecnej i przyszłej ery*, „Inżynieria i Budownictwo”, 2001, nr 4, s. 215–217.
161. Jankowiak T., Łodygowski T., *Quasi-static failure criteria for concrete*, „Archives of Civil Engineering”, 2010, z. 2, s. 123–154.
162. Jasiczak J., Łowińska-Kluge A., *Ocena zapraw wykonanych z cementów specjalnych CEMENT OŻARÓW*, „Materiały Budowlane”, 2004, nr 12, s. 50–53.
163. Jasiczak J., Mikołajczyk P., *Technologia betonu modyfikowanego domieszkami i dodatkami. Przegląd tendencji krajowych i zagranicznych*. Politechnika Poznańska. Poznań 1997.
164. Jasiczak J., Ślosarczyk A., Wołowicki W., *Przypadki braku mrozoodporności betonu w nowych wiaduktach drogowych wykonanych w latach 2002-2012*, Konferencja Naukowo-Techniczna *Dni Betonu*, Stowarzyszenie Producentów Cementu, Wiśła 2014, s. 871–880.
165. Jasiczak J., Wdowska A., Rudnicki T., *Betony ultrawysokowartościowe. Właściwości Technologie Zastosowania*. Stowarzyszenie Producentów Cementu, Kraków 2008.
166. Jasieńko S. (red.), *Chemia i fizyka węgla*. Politechnika Wrocławska. Wrocław 1995.
167. Jayapalan A. R., Lee B. Y., *Can nanotechnology be 'green'? Comparing efficacy of nano and microparticles in cementitious materials*, „Cement and Concrete Composites”, 2013, vol. 36, s. 16–24.
168. Jezierski G., *Radiografia neutronowa*, „Dozór Techniczny”, 2008, nr 4, s. 88–95.

169. Jing Z., Jin F., Hashida T., Yamasaki N., Ishida E. H., *Influence of addition of coal fly ash and quartz on hydrothermal solidification of blast furnace slag*, „Cement and Concrete Research”, 2008, vol. 38, s. 976–982.
170. Joshi R. C., Lohtia R. P., *Fly ash in concrete. Production, properties and uses*, [in:] *Advanced in concrete technology*. vol. 2. Ed. Malhotra V. M., Gordon and Breach science Publishers, Amsterdam 1997.
171. Józwiak-Niedźwiecka D., Brandt A. M., Ranachowski Z., *Zarastanie rys w zaprawach cementowych z popiołem wapiennym zbrojonych rozproszonymi włóknami*, „Cement Wapno Beton”, 2012, nr 1, s. 38–49.
172. Justnes H., Bryhn-Ingebrigsten K., Rosvold G. O., *Neutron radiography: an excellent method of measuring water penetration and moisture in cementitious materials*, „Advances in Cement Research”, 1994, vol. 6., s. 67–72.
173. Kajfasz S., *O konstrukcjach z betonu – osiągnięcia i perspektywy*, „Inżynieria i Budownictwo”, 2008, nr 7, s. 397–398.
174. Kanematsu M., Maruyama I., Noguchi T., Iikura H., Tsuchiya N., *Quantification of water penetration into concrete through cracks by neutron radiography*, „Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A”, 2009, vol. 605, s. 154–158.
175. Kasperkiewicz J., Sobczak M., *O możliwości oceny wytrzymałości betonu na podstawie badania mikrotwardości*, „Cement Wapno Beton”, 2004, nr 3, s.138–142.
176. Kędzior A., Trybalski K., Konieczny A., *Zastosowanie nowoczesnych metod badawczych w inżynierii mineralnej*, „Inżynieria Mineralna”, 2003, nr S.3, s. 155–165.
177. Kiernożycki W., *Betonowe konstrukcje masywne. Teoria, wymiarowanie, realizacja*. Polski Cement, Kraków 2003.
178. Kiernożycki W., *Trwałość konstrukcji żelbetowych*, „Materiały Budowlane”, 2000, nr 5, s. 50–53.
179. Kim J. K., Lee Y., Yi S. T., *Fracture characteristics of concrete at early ages*, „Cement and Concrete Research”, 2004, vol. 34, s. 507–519.
180. Kleiber M. (red.), *Handbook of computational solid mechanics*. Springer – verlag, Berlin 1998.
181. Kleiber M., *Metoda elementów skończonych w nieliniowej mechanice kontinuum*. IPPT PAN, Warszawa – Poznań 1985.
182. Kohutek Z. (red.), *Beton przyjazny środowisku*. Stowarzyszenie Producentów Betonu Towarowego w Polsce, Kraków 2008.
183. Konkol J., Pokropski G., *Wpływ wieku betonów z dodatkiem popiołu fluidalnego lub metakaolinitu na ich właściwości wytrzymałościowe*, „Drogi i Mosty”, 2014, nr 1, s. 49–67.
184. Konkol J., Prokopski G., *Właściwości wytrzymałościowe betonów bazaltowych z dodatkiem Flubetu*, „Przegląd Budowlany”, 2010, nr 11, s. 25–29.

185. Kosior-Kazberuk M., *Nowe dodatki mineralne do betonu*, „Civil and Environmental Engineering (Budownictwo i Inżynieria Środowiska)”, 2011, nr 2, s. 47–55.
186. Kovler K., *Does the utilization of coal fly ash in concrete construction present a radiation hazard?*, „Construction and Building Materials”, 2012, vol. 29, s. 158–166.
187. Król M., *Naprawy i wzmocnienia konstrukcji budowlanych*, „Przegląd Budowlany”, 2009, nr 3, s. 30–36.
188. Król M., *Struktura i właściwości wytrzymałościowe młodego betonu*. Prace naukowe Politechniki Lubelskiej nr 205. Politechnika Lubelska, Lublin 1990.
189. Kubik J., Perkowski Z., *Opis narastania uszkodzeń betonu*, III Konferencja Naukowo-techniczna *Zagadnienia Materiałowe w Inżynierii Lądowej MATBUD 2000*, Kraków 2000, s. 208–215.
190. Kucharska L., *Katastrofy, awarie i uszkodzenia, a beton i jego rozwój*, XX Konferencja Naukowo-Techniczna *Awarie Budowlane*, Szczecin-Międzyzdroje 2001, Politechnika Szczecińska, 2001, s. 89–118.
191. Kucharska L., *Kształtowanie struktury wysokosprawnych betonów. Rola dodatków i domieszek*, „Przegląd Budowlany”, 1992, nr 8–9, s. 351–354.
192. Kucharska L., *W/C – wskaźnik wpływu warstwy przejściowej na właściwości mechaniczne betonów zwykłych i BWW i ich podział*, „Cement Wapno Beton”, 1999, nr 2, s. 39–45.
193. Kurdowski W., *Chemia cementu i betonu*. Polski Cement, PWN, Kraków 2010.
194. Kurdowski W., *Dodatki mineralne do cementu a trwałość betonu*. Monografia 106. Politechnika Krakowska. Kraków 1990.
195. Kurdowski W., *Poradnik Technologa Przemysłu Cementowego*. Arkady, Warszawa 1981.
196. Kurdowski W., Garbacik A., *Najczęstsze błędy w ocenie przyczyn uszkodzeń betonu i jego zagrożenia awarią*, XXIII Konferencja Naukowo-Techniczna *Awarie Budowlane*, Szczecin-Międzyzdroje 2007, Politechnika Szczecińska, 2007, s. 81–92.
197. Kurdowski W., Trybalska B., *Skład fazowy zaczynu cementowego a właściwości betonu*. Konferencja Naukowo-Techniczna *Dni Betonu*, Stowarzyszenie Producentów Cementu, Wisła 2004, s. 66–78.
198. Kurdowski W., Trybalska B., *Zastosowanie elektronowej mikroskopii skaningowej do badania zaczynu cementowego*, III Konferencja Naukowo-Techniczna *Zagadnienia Materiałowe w Inżynierii Lądowej MATBUD' 2000*, Kraków 2000, s. 13–28.
199. Kurzawa J., Kaszyńska M., *Ciepło hydratacji i wytrzymałość betonu z popiołem lotnym w konstrukcjach masywnych*, „Cement Wapno Gips”, 1990, nr 10–11, s. 214–218.

200. Kutchko B. G., Kim A. G., *Fly ash characterization by SEM-EDS*, „Fuel”, 2006, 85, s. 2537–2544.
201. Lam L., Wong Y. L., Poon C. S., *Effect of fly ash and silica fume on compressive and fracture behaviors of concrete*, „Cement and Concrete Research”, 1998, vol. 28, s. 271–283.
202. Larbi J. A., *Microstructure of the interfacial zone around aggregate particles in concrete*, „Heron”, 1993, vol. 38 (1), s. 1–69.
203. Lee H. J., Lee J. H., Kim D. G., *Study on the change in microstructure of fly ash concrete depending on ages and degree of hydration using XRD and SEM*, „Advanced Materials Research”, 2012, vol. 486, s. 350–355.
204. Li G., Zhao Y., Pang S.-S., *Four-phase sphere modeling of effective bulk modulus of concrete*, „Cement and Concrete Research”, 1999, vol. 29, s. 839–845.
205. Liao K.-Y., Chang P.-K., Peng Y.-N., Yang Ch.-Ch., *A study on characteristics of interfacial transition zone in concrete*, „Cement and Concrete Research”, 2004, vol. 34, s. 977–989.
206. Sear Lindon K. A., *Properties and use of coal fly ash. A valuable industrial by-product*. Thomas Telford Ltd, London 2001.
207. Litewka A., Bogucka J., Dębiński J., *Deformation induced damage and anisotropy of concrete*, „Archives of Civil Engineering”, 1996, z. 4, s. 427–445.
208. Lo K. W., Zhong K., Tamilselvan T., Ong K. C. G., Wee T. H., *Mixed mode I-III fracture testing of cement mortar*, „ACI Materials Journal”, 2002, vol. 99, s. 435–440.
209. Lubin J. H. i inni, *Radon exposed underground miners and inverse dose-rate (protraction enhancement) effects*, „Health Physics”, 1995, vol. 69 (4), s. 494–500.
210. Lyubimova T. J., Pinus E. R., *Crystallization processes in the contact zone between aggregate and matrix in the cement concrete*, „Kolloidnyi Zhurnal”, 1962, vol. 24 (5), s. 578–587 (in Russian).
211. Łowińska-Kluge A., Józwiak K., *A study of the resistance of concrete to corrosion using SEM and microanalysis*, „Microscopy and Analysis”, 2006, vol. 20(1), s. 9–11.
212. Łowińska-Kluge A., Kropiwnicki J., Tomanek G., *Aktywacja popiołów lotnych przez mikronizację*, „Przemysł Chemiczny”, 2012, vol. 91, (12), s. 2320–2326.
213. Machajski J., *Problematyka rekultywacji mokrych składowisk odpadów paleniskowych na przykładzie składowiska CE Czechnica w Siechnicach*, „Przegląd Budowlany”, 2010, nr 5, s. 27–31.
214. Maji A. K., *Review of noninvasive techniques for detecting microfracture*, „Advanced Cement Based Materials”, 1995, vol. 2, s. 201–209.

215. Maji A. K., Shah S. P., *Application of acoustic emission and laser holography to study microfracture of concrete*, ACI-SP 112 Nondestructive Testing, 1989, s. 83–109.
216. Maji A. K., Wang J., Lovato J., *Electronic speckle pattern interferometry for fracture mechanics testing*, „Experimental Techniques”, 1991, vol. 15, s. 19–23.
217. Malhotra V. M., Zhang M. H., Leaman G. H., *Long-term performance of steel reinforcing bars in portland cement concrete and concrete incorporating moderate and volumes of ASTM class F fly ash*, „ACI Materials Journal”, 2000, vol. 97, s. 409–417.
218. Małolepszy J., *Wybrane zagadnienia z trwałości betonów*, Konferencja Naukowo-Techniczna *Beton na progu nowego milenium*, Stowarzyszenie Producentów Cementu, Kraków 2000, s. 333–359.
219. Małolepszy J., Tkaczewska E., *Wpływ struktury fazy szklistej krzemionkowych popiołów lotnych na ich właściwości pucolanowe*, 53 Konferencja Naukowa KILiW PAN i KN PZITB, Białystok-Krynica 2007, t. III, s. 119–126.
220. Małolepszy J., Tkaczewska E., *Wpływ uziarnienia krzemionkowych popiołów lotnych na proces hydratacji i właściwości cementu*, „Cement Wapno Beton”, 2007, nr 6, s. 296–302.
221. Martz H. E., Schneberk D. J., Roberson G. P., Monteiro P. J. M., *Computerized tomography analysis of reinforced concrete*, „ACI Materials Journal”, 1993, vol. 90, s. 259–263.
222. Mehta P. K., Monteiro P. J. M., *Effect of aggregate, cement, and mineral admixture on the microstructure of the transition zone*, Symposium Proceedings of Materials Research Society, 1987, vol. 114, s. 65–75.
223. Melenk J. M., Babuška I., *The partition of unity finite element method: Basic theory and applications*, „Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering”, 1996, vol. 139, s. 289–314.
224. Meyer C., *The greening of the concrete industry*, „Cement and Concrete Composites”, 2009, vol. 31, s. 601–605.
225. Meyer Z., Coufal R., Szczygielski T., *Wykorzystanie popiołów energetycznych dla celów budowlanych*, „Przegląd Budowlany”, 2012, nr 5, s. 23–26.
226. Mikoś J., *Kształtowanie trwałości betonu*, Sympozjum Naukowo-Techniczne *Reologia w Technologii Betonu*, Gliwice 1999, s. 5–23.
227. Mindess S., *Bonding in cementitious composites: How important is it*, Symposium Proceedings of Materials Research Society, 1988, vol. 114, s. 3–10.
228. Mindess S., *The strength and fracture of concrete: The role of calcium hydroxide*, [in:] *Materials science of concrete, Special volume, Calcium Hydroxide in concrete*. Eds. Skalny J., Gebauer J., Odler I., The American Ceramic Society, Westerville 2001, s. 143–154.
229. Mindess S., Diamond S., *A preliminary SEM study of crack propagation in mortar*, „Cement and Concrete Research”, 1980, vol. 10, s. 509–519.

230. Moczko A., *Emisja akustyczna w badaniach betonu*, „Inżynieria i Budownictwo”, 1996, nr 1, s. 42–46.
231. Mokrzycki E., Uliasz-Bocheńczyk A., *Gospodarka pierwotnymi nośnikami energii w Polsce a ochrona środowiska przyrodniczego*, „Rocznik Ochrona Środowiska”, 2009, t. 11, s. 103–131.
232. Mondal P., Shah S. P., Marks L., *A reliable technique to determine the local mechanical properties at the nanoscale for cementitious materials*, „Cement and Concrete Research”, 2007, vol. 37, s. 1440–1444.
233. Mondal P., Shah S. P., Marks L. D., *Nanoscale characterization of cementitious materials*, „ACI Materials Journal”, 2008, vol. 105, s. 174–179.
234. Monteiro P. J. M., Maso J. C., Olivier J. P., *The aggregate-mortar interface*, „Cement and Concrete Research”, 1985, vol. 15, s. 953–958.
235. Monteiro P. J. M., Pichot, C. Y. Belkebir K., *Computer Tomography of Reinforced Concrete*, Chapter 12, [in:] *Materials Science of Concrete V.* (Eds.) Skalny J., Mindess S., The American Ceramic Society, Westerville 1998, s. 537–572.
236. Montgomery D., Diamond S., *The influence of fly ash cenospheres on the details of cracking in flyash-bearing cement pastes*, „Cement and Concrete Research”, 1984, vol. 14, s. 767–775.
237. Morgan I. L., Ellinger H., Klinksiek R., Neils Thomson J., *Examination of concrete by computerized tomography*, „ACI Materials Journal”, 1980, vol. 77, s. 23–27.
238. Morsy M. S., Alsayed S. H., Aqel M., *Effect of elevated temperature on mechanical properties and microstructure of silica flour concrete*, „International Journal of Civil & Environmental Engineering”, 2010, vol. 10, s. 1–6.
239. Mostafavi M., Baimpas N., Tarleton E., Atwood R. C., McDonald S. A., Korsunsky A. M., Marrow T. J., *Three dimensional crack observation, quantification and simulation in a quasi-brittle material*, „Acta Materialia”, 2013, vol. 61, s. 6276–6289.
240. Murakami Y., *Stress Intensity Factors Handbook*. Pergamon Press, Oxford 1987.
241. Müller Ch., *Środowiskowe i techniczne aspekty stosowania cementów mieszanych w konstrukcjach*, „Drogi i Mosty”, 2006, nr 3, s. 43–72.
242. Naga Satish Kumar Ch., Gunneswara Rao T. D., *Punching shear resistance of concrete slabs using mode-II fracture energy*, „Engineering Fracture Mechanics”, 2012, vol. 83, s. 75–85.
243. Najjar W. S., *The development and application of neutron radiography to study concrete, with emphasis on microcracking*. Cornell University, Ithaca 1987.



244. Najjar W. S., Aderhold H. C., Hover K. C., *The application of neutron radiography to study of microcracking in concrete*, „Cement, Concrete and Aggregates”, 1986, vol. 8, s. 103–109.
245. Najjar W. S., Hover K. C., *Neutron radiography for microcrack studies of concrete cylinders subjected to concentric and eccentric compressive loads*, „ACI Materials Journal”, 1989, vol. 86, s. 354–359.
246. Nasibulin A. G., Koltsova T., Nasibulina L. I., Anoshkin I. V., Semencha A., Tolochko O. V., Kauppinen E. I., *A novel approach to composite preparation by direct synthesis of carbon nanomaterial on matrix or filler particles*, „Acta Materialia”, 2013, vol. 61, s. 1862–1871.
247. Neimitz A., *Mechanika pękania*, PWN, Warszawa 1998.
248. Nemati K. M., Monteiro P. J. M., Scrivener K. L., *Analysis of compressive stress – induced cracks in concrete*, „ACI Materials Journal”, 1988, vol. 95, s. 617–630.
249. Neville A. M., *Właściwości betonu*. Stowarzyszenie Producentów Cementu, Kraków 2012.
250. Nisnevich M., Sirotin G., Schlesinger T., Eshel Y., *Radilogical safety aspects of utilizing coal ashes for production of lightweight concrete*, „Fuel”, 2008, vol. 87, s. 1610–1616.
251. Nocuń-Wczelik W., *Beton – materiał przyjazny środowisku*. Konferencja Naukowo-Techniczna *Dni Betonu*, Stowarzyszenie Producentów Cementu, Wisła 2002, s. 457–464.
252. Nonat A., *C-S-H i właściwości betonu*, „Cement Wapno Beton”, 2010, nr 6, s. 315–326.
253. Nonat A., Courault A.-Ch., Damidot D., *Nowy model opisujący zmiany stosunku Ca/Si w C-S-H ze zmianami stężenia CaO w roztworze*, „Cement Wapno Beton”, 2001, nr 5, s. 184–191.
254. Nowak-Michta A., *Mrozoodporność betonów z dodatkiem krzemionkowych popiołów lotnych*, 55 Konferencja Naukowa KILiW PAN i KN PZITB, Kielce-Krynica 2009, s. 439–446.
255. Nowak-Michta A., *Wytrzymałość na ściskanie betonów z dodatkiem popiołu lotnego krzemionkowego*, „Czasopismo Techniczne”, 2012, 1-B, nr 2, s. 77–98.
256. Obla K. H., Hill R. L., Thomas M. D. A., Shashiprakash S. G., Perebatova O., *Properties of concrete containing ultra-fine fly ash*. „ACI Materials Journal”, 2003, vol. 100, s. 426–433.
257. Ogawa K., Uchikawa H., Takemoto K., Yasui I., *The mechanism of the hydration in the system C<sub>3</sub>S-pozzolana*, „Cement and Concrete Research”, 1980, vol. 10, s. 683–696.
258. Ohtsu M., Okamoto T., Yuyama S., *Moment tensor analysis of acoustic emission for cracking mechanisms in concrete*, „ACI Structural Journal”, 1998, vol. 95, s. 87–95.

259. Ohtsu M., Shigeishi M., Sakata Y., *Nondestructive evaluation of defects in concrete by quantitative acoustic emission and ultrasonics*, „Ultrasonics”, 1998, vol. 36, s. 187–195.
260. Ojdrovic R. P., Stojimirovic A. L., Petroski H. J., *Effect of age on splitting tensile strength and fracture resistance of concrete*, „Cement and Concrete Research”, 1987, vol. 17, s. 70–76.
261. Oliver W. C., Pharr G. M., *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*, „Journal of Materials Research”, 1992, vol. 7, s. 1564–1583.
262. Olkusi T., Stala-Szlugaj K., *Pierwiastki promieniotwórcze w węglu oraz w produktach odpadowych powstających podczas jego spalania*, „Rocznik Ochrona Środowiska”, 2009, t. 11, s. 913–922.
263. Ooi E. T., Yang Z. J., *Modelling crack propagation in reinforced concrete using a hybrid finite element-scaled boundary finite element method*, „Engineering Fracture Mechanics”, 2011, vol. 78, s. 252–273.
264. Osiecka E., *Pucolanowość. Przegląd metod badania aktywności pucolanowej materiałów*, „Cement Wapno Gips”, 1983, nr 6, s. 165–168.
265. Osiecka E., *Wybrane zagadnienia z technologii mineralnych kompozytów budowlanych*. Politechnika Warszawska, Warszawa 2000.
266. Otsuka K., Date H., *Fracture process zone in concrete tension specimen*, „Engineering Fracture Mechanics”, 2000, vol. 65, s. 111–131.
267. Owsiak Z., *Wpływ dodatków mineralnych na ekspansję zapraw cementowych dojrzewających w podwyższonej temperaturze*, „Cement Wapno Beton”, 2008, nr 1, s. 1–7.
268. Pachowski J., *Popioły lotne i ich zastosowanie w budownictwie drogowym*. Komunikacja i Łączność. Warszawa 1976.
269. Pampuch R., *Zarys nauki o materiałach. Materiały ceramiczne*. PWN, Warszawa 1977.
270. Papadakis V G., *Effect of fly ash of Portland cement systems. Part I. Low- calcium fly ash*, „Cement and Concrete Research”, 1999, vol. 29, s. 1727-1736.
271. Peng J., Wu Z., Zhao G., *Fractal analysis of fracture in concrete*, „Theoretical and Applied Fracture Mechanics”, 1997, vol. 27, s. 135–140.
272. Perry C., Gillott E., *The influence of mortar-aggregate bond strength on the behaviour of concrete in uniaxial compression*, „Cement and Concrete Research”, 1977, vol. 7, s. 553–564.
273. Petrova V., Marsavina L., Sadowski T., *Reviset of compact Mode II crack specimen: Analysis and fracture interpretation*, „Theoretical and Applied Fracture Mechanics”, 2012, vol. 59, s. 41–48.
274. Peukert S., *Cementy powszechnego użytku i specjalne*. Polski Cement Sp. z o.o., Kraków 2000.
275. Piasta W. G., *Korozja siarczanowa betonu pod obciążeniem długotrwałym*. Politechnika Świętokrzyska. Kielce 2000.

276. Pichór W., *The interfacial transition zone between filler and matrix in cement based composites with cenospheres*, „Kompozyty (Composites)”, 2006 nr 3, s. 71–77.
277. Pichór W., Dyczek J., *Wybrane metody badań granicy kruszywo-zaczyn w betonie*, „Cement Wapno Beton”, 1995, nr 6, s. 193–195.
278. Pichór W., Petri M., *Właściwości kompozytów cementowo-włóknistych z dodatkiem mikrosfer*, „Kompozyty (Composites)”, 2004 nr 4, s. 319–325.
279. Ping X., Beaudoin J. J., Brosseau R., *Efect of aggregate size on the transition zone properties at the Portland cement paste interface*, „Cement and Concrete Research”, 1991, vol. 21, s. 999–1005.
280. Piślewski N., Grabiec A. M., *Wykorzystanie techniki magnetycznego rezonansu jądrowego w badaniach kompozytów cementowych*, „Cement Wapno Beton”, 1998, nr 5, s. 171–174.
281. Pluta J., *Metoda strukturalnych punktów charakterystycznych – badanie, opis i diagnostyka rys budowli*, „Inżynieria i Budownictwo”, 1970, nr 2, s. 72–78.
282. PN-EN 12390-2:2001 *Badania betonu. Część 2. Wykonywanie i pielęgnacja próbek do badań wytrzymałościowych*.
283. PN-EN 933-1:2000 *Badania geometrycznych właściwości kruszyw. Oznaczenie składu ziarnowego. Metoda przesiewania*.
284. PN-EN 1097-6:2002 *Badania mechanicznych i fizycznych właściwości kruszyw – Część 6: Oznaczenie gęstości ziarn i nasiąkliwości*.
285. PN-EN 12350-1:2001 *Badania mieszanki betonowej. Część 1. Pobieranie próbek*.
286. PN-EN 12350-3:2001 *Badania mieszanki betonowej. Część 3. Badanie konsystencji metodą Vebe*.
287. PN-EN 206:2014-04 *Beton – Wymagania, właściwości, produkcja i zgodność*.
288. PN-EN 197-1:2012 *Cement. Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku*.
289. PN-EN 196-6:1997 *Metody badania cementu. Oznaczenie stopnia zmielenia*.
290. PN-EN 450-1:2012 *Popiół lotny do betonu. Część 1: Definicje, specyfikacje i kryteria zgodności*.
291. Prokopski G., *Analiza zmian właściwości mechanicznych betonów zwykłego i wysokowartościowego w okresie między 7 a 90 dniem dojrzewania*, „Drogi i Mosty”, 2003, nr 2, s. 111–125.
292. Prokopski G., *Analiza związku struktury z odpornością betonów na pękanie*. Seria: Monografie, nr 14. Politechnika Częstochowska, Częstochowa 1990.
293. Prokopski G., *Badanie wpływu rodzaju i ilości kruszywa grubego na odporność betonów na pękanie*, „Archiwum Inżynierii Lądowej”, 1990, z. 1–2, s. 121–135.
294. Prokopski G., *Badanie wpływu warstwy stykowej kruszywo-zaprawa na odporność betonów na pękanie*, „Archiwum Inżynierii Lądowej”, 1989, z. 3–4, s. 349–372.

295. Pokropski G., *Mechanika pękania betonów cementowych*. Politechnika Rzeszowska, Rzeszów 2007.
296. Pokropski G., Halbiniak J., *Interfacial transition zone in cementitious materials*, „Cement and Concrete Research”, 2000, vol. 30, s. 579–583.
297. Prokopski G., Halbiniak J., Langier B., *Właściwości wytrzymałościowe betonu wysokowartościowego w jego procesie dojrzewania*, „Przegląd Budowlany”, 2003, nr 3, s. 40–43.
298. Prokopski G., Langier B., *Effect of water/cement ratio and silica fume addition on the fracture toughness and morphology of fractured surfaces of gravel concretes*, „Cement and Concrete Research”, 2000, vol. 30, s. 1427–1433.
299. Pugliesi R., Andrade M. L. G., *Study of cracking in concrete by neutron radiography*, „Applied Radiation and Isotopes”, 1997, vol. 48, s. 339–344.
300. Pużak T., *Nanotechnologia – przyszłość prefabrykacji betonowej*, „Materiały Budowlane”, 2010, nr 11, s. 16–18.
301. Quyang C., Landis E., Shah S. P., *Detection of microcracking in concrete by acoustic emission*, „Experimental Techniques”, 1991, vol. 15, s. 24–28.
302. Radomski W., *Światowe tendencje rozwojowe technologii betonu*, „Przegląd Budowlany”, 1995, nr 8–9, s. 23–29.
303. Rajamma R., Ball R. J., Tarelho L. A. C., Allen G. C., Labrincha J. A., Ferreira V. M., *Characterisation and use of biomass fly ash in cement based-materials*, „Journal of Hazardous Materials”, 2009, vol. 172, s. 1049–1060.
304. Raju N. K., *Microcracking in concrete under repeated compressive loads*, „Building Science”, 1970, vol. 5, s. 51–56.
305. Ramesh G., Sotelino E. D., Chen W. F., *Effect of transition zone on elastic moduli of concrete materials*, „Cement and Concrete Research”, 1996, vol. 26, s. 611–622.
306. Ranachowski J. (red.), *Problemy i metody współczesnej akustyki*. PWN, Warszawa – Poznań 1989.
307. Ranachowski Z., Glinicki M. A., Nowowiejski G., *Zastosowanie metody emisji akustycznej do identyfikacji składników betonu przy pomiarach mikrotwardości*, „Cement Wapno Beton”, 2010, nr 4, s. 202–209.
308. Rao G. A., Rao A. S., *Toughness indices of steel fiber reinforced concrete under mode II loading*, „Materials and Structures”, 2009, vol. 42, s. 1173–1184.
309. Rao K. B., Desai V. B., Mohan D. J., *Probabilistic analysis of Mode II fracture of concrete with crushed granite stone fine aggregate replacing sand*, „Construction and Building Materials”, 2012, vol. 27, s. 319–330.
310. Reardon A. C., Quesnel D. J., *Fracture surface interference effects in mode III*, „Mechanics of Materials”, 1995, vol. 19, s. 213–226.
311. Reinhardt H. W., *A New Compact Shear Specimen*, „International Journal of Fracture”, 1981, vol. 17, s. R105–R107.

312. Reinhardt H. W., Ozbolt J., Xu S., Dinku A., *Shear of structural concrete members and pure mode II testing*, „Advanced Cement Based Materials”, 1997, vol. 5, s. 75–85.
313. Reinhardt H. W., Xu S., *Experimental Determination of  $K_{Ic}$  of Normal Strength Concrete*, „Materials and Structures”, 1998, vol. 31, s. 296–302.
314. Richartz W., Zumarzmensetzung und Eigenschaften von Flugaschen, „Zement Kalk Gips“, 1984, no. 2, s. 62–71.
315. Riding K. A., Poole J. L., Schindler A. K., Juenger M. C. G., Folliard K. J., *Quantification of effects of fly ash type on concrete early-age cracking*, „ACI Materials Journal”, 2008, vol. 105, s. 149–155.
316. Ringot E., Bascoul A., *About the analysis of microcracking in concrete*, „Cement and Concrete Composites”, Special Issue: Image Analysis, 2001, vol. 23, s. 261–266.
317. Roesler J., Paulino G. H., Park K., Gaedicke C., *Concrete fracture prediction using bilinear softening*, „Cement and Concrete Composite”, 2007, vol. 29, s. 300–312.
318. Roskovic R., Bjegovic D., *Role of mineral additions in reducing CO<sub>2</sub> emission*, „Cement and Concrete Research”, 2005, vol. 35, s. 974–978.
319. Roszczynialski W., *Metody badania aktywności pucolanowej*, [w:] Laboratorium materiałów wiążących. Red. Nocuń-Wczelik W., Akademia Górniczo-Hutnicza Kraków 2003, s. 98–112.
320. Rozporządzenie Rady Ministrów z dnia 2 stycznia 2007 r. (Dz. U. z 2007 r., nr 4, poz. 29) w sprawie wymagań dotyczących zawartości naturalnych izotopów promieniotwórczych potasu K-40, radu Ra-226 i toru Th-228 w surowcach i materiałach stosowanych w budynkach przeznaczonych na pobyt ludzi i inwentarza żywego, a także w odpadach przemysłowych stosowanych w budownictwie, oraz kontroli zawartości tych izotopów.
321. Runkiewicz L., *Najczęstsze awarie i katastrofy konstrukcji budowlanych w ostatnich latach*, „Przegląd Budowlany”, 1997, nr 5, s. 6–10.
322. Runkiewicz L., Błaszczński T., Łowińska-Kluge A., *Awaria stropów monolitycznych w budynku użyteczności publicznej w wyniku destrukcji wewnętrznej*, XXIV Konferencja Naukowo-Techniczna *Awarie Budowlane*, Szczecin-Międzyzdroje 2009, Politechnika Szczecińska, 2009, s. 521–528.
323. Rusiński E., Czmochoński J., Smolnicki T., *Zaawansowana metoda elementów skończonych w konstrukcjach nośnych*. Politechnika Wroclawska, Wrocław 2000.
324. Sabet F. A., Libre N. A., Shekarchi M., *Mechanical and durability properties of self consolidating high performance concrete incorporating natural zeolite, silica fume and fly ash*, „Construction and Building Materials”, 2013, vol. 44, s. 175–184.
325. Sadowski T., *Opis rozwoju uszkodzeń i stany graniczne materiałów ceramicznych*. Politechnika Lubelska, Lublin 1999.

326. Sadowski T., Golewski G., *Effect of aggregate kind and graining on modeling of plain concrete under compression*, „Computational Materials Science”, 2008, vol. 43, s. 119–126.
327. Sahmaran M., Keskin S. B., Ozerkan G., Yaman I. O., *Self-healing of mechanically-loaded self consolidating concretes*, „Cement and Concrete Composites”, 2008, vol. 30, s. 872–879.
328. Santiago S. D., Hilsdorf H. K., *Fracture mechanisms of concrete under compressive loads*, „Cement and Concrete Research”, 1973, vol. 3, s. 363–388.
329. Sarkar M., Acharya P., *Equilibrium process optimisation for adsorption of phenol from aqueous solution on fly ash during bath operation*, „Rocznik Ochrona Środowiska”, 2000, t. 2, s. 103–112.
330. Scrivener K. L., Gartner E. M., *Microstructural gradients in cement paste around aggregate particles*, Symposium Proceedings of Materials Research Society, 1988, vol. 114, s. 77–85.
331. Sekulic Z., Popov S., Duricic M., Rosic A., *Mechanical activation of cement with addition of fly ash*, „Materials Letters”, 1999, vol. 39, s. 115–121.
332. Shah S. P., Chandra S., *Critical stress volume change and microcracking of concrete*, „ACI Journal”, 1968, vol. 65, s. 770–781.
333. Sih G. C., *Use specification of multiscale materials for life spanned over macro, micro-, nano- and pico-scale*, „Theoretical and Applied Fracture Mechanics”, 2010, vol. 53, s. 94–112.
334. Skarżyński Ł., Syroka E., Tejchman J., *Measurements and calculations of the width of the fracture process zones on the surface of notched concrete beams*, „Strain”, 2011, vol. 47, s. e319–e332.
335. Skarżyński Ł., Tejchman J., *Calculation of fracture process zones on meso-scale in notched concrete beams subjected to three-point bending*, „European Journal of Mechanics A/Solids”, 2010, vol. 29, s. 746–760.
336. Slate F. O., Olsefski S., *X-rays for study of internal structure and microcracking of concrete*, „ACI Journal”, 1963, vol. 60, s. 575–587.
337. Sokołowski J., Łuczaj K., *Technologia otrzymywania lekkiego kruszywa budowlanego z surowców odpadowych metodą wysokotemperaturowego spiekania*, „Przemysł Chemiczny”, 2003, t. 82, nr 8–9, s. 1168–1170.
338. Solomon P. R., Fletchert T. H., Pugmire R. J., *Progress in coal pyrolysis*, „Fuel”, 1993, vol. 72, s. 587–597.
339. Song L., Huang S. M., Yang S. C., *Experimental investigation on criterion of three-dimensional mixed-mode fracture for concrete*, „Cement and Concrete Research”, 2004, vol. 34, s. 913–916.
340. Sorelli L., Constantinides G., Ulm F.-J., Toutlemonde F., *The nano-mechanical signature of Ultra High Performance Concrete by statistical nanoindentation techniques*, „Cement and Concrete Research”, 2008, vol. 38, s. 1447–1456.

341. Su X., Yang Z., Liu G., *Finite element modelling of complex 3D static and dynamic crack propagation by embedding cohesive elements in ABAQUS*, „Acta Mechanica Solida Sinica”, 2010, vol. 23, s. 271–282.
342. Suresh S., Tschegg E. K., *Combined mode I – mode III fracture of fatigue-precracked alumina*, „Journal of American Ceramic Society”, 1987, vol. 70, s.726–733.
343. Suzuki T., Ogata H., Takada R., Aoki M., Ohtsu M., *Use of acoustic emission and X-ray computed tomography for damage evaluation of freeze-thawed concrete*, „Construction and Building Materials”, 2010, vol. 24, s.2347–2352.
344. Szponder D. K., Trybalski K., *Określanie właściwości popiołów lotnych przy użyciu różnych metod i urządzeń badawczych*, „Górnictwo i Geoinżynieria”, 2009, vol. 33, nr 4, s. 287–298.
345. Ściślewski Z., *Ochrona konstrukcji żelbetowych*. Arkady, Warszawa 1999.
346. Śliwiński J., *Podstawowe właściwości betonu i jego trwałość*, „Cement Wapno Beton”, 2009, nr 5, s. 245–254.
347. Tang W. C., Lo T. Y., Chan W. K., *Fracture properties of normal and lightweight high-strength concrete*, „Magazine of Concrete Research”, 2008, vol. 60, s. 237–244.
348. Tangapatis J., Cheerarot R., Jaturapitakkul Ch., Kiattikomol K., *Packing effect and pozzolanic reaction of fly ash in mortar*, „Cement and Concrete Research”, 2005, vol. 35, s. 1145–1151.
349. Tanyildizi H., Coskun A., *The effect of high temperature on compressive strength and splitting tensile strength of structural lightweight concrete containing fly ash*, „Construction and Building Materials”, 2008, vol. 22, s. 2269–2275.
350. Taylor H. F. W., *The Chemistry of Cements*. Academic Press, New York 1964.
351. Taylor P. C., Tait R. B., *Effects of fly ash on fatigue and fracture properties of hardened cement mortar*, „Cement and Concrete Composites”, 1999, vol. 21, s. 223–232.
352. Tkaczewska E., *Metody badań aktywności pucolanowej dodatków mineralnych*, „Materiały Ceramiczne (Ceramic Materials)”, 2011, vol. 63, nr 3, s. 536–541.
353. Tkaczewska E., *Właściwości cementów zawierających różne frakcje ziarnowe krzemionkowych popiołów lotnych*, „Drogi i Mosty”, 2008, nr 4, s. 47–80.
354. Tkaczewska E., Małolepszy J., *Hydration of coal-biomass fly ash cement*, „Construction and Building Materials”, 2009, vol. 23, s. 2694–2700.
355. Tkaczewska E., Małolepszy J., *Właściwości szkła w krzemionkowych popiołach lotnych*, „Cement Wapno Beton”, 2009, nr 3, s. 148–153.
356. Tkaczewska E., Małolepszy J., *Wpływ uziarnienia krzemionkowych popiołów lotnych na proces hydratacji i właściwości cementu*, „Cement Wapno Beton”, 2007, nr 6, s. 296–302.

357. Tkaczewska E., Mróz R., Łój G., *Coal-biomass fly ashes for cement production of CEM II/A-V 42.5 R*, „Construction and Building Materials”, 2012, vol. 28, s. 633–639.
358. Tkaczewska E., Pyzalski M., Małolepszy J., *Metody ekstrakcji chemicznej i Rietvelda w badaniach zawartości szkła w krzemionkowych popiołach lotnych*, „Materiały Ceramiczne (Ceramic Materials)”, 2010, vol. 62, nr 2, s. 171–175.
359. Trik P., Bartos P. J. M., *Micromechanical properties of cementitious composites*, „Materials and Structures”, 1999, vol. 32, s. 388–393.
360. Tyson B. M., Abu Al-Rub R. K., Yazdanbakhsh A., Grasley Z., *Carbon nanotubes and karbon nanofibers for enhancing the mechanical properties of nanocomposite cementitious materials*, „Journal of Materials in Civil Engineering”, 2011, vol. 23, s. 1028–1035.
361. Tyszka K. (red.), *Popioły lotne*. ITB, Warszawa 1965.
362. Turhan S., Arikan I. H., Yucel B., Varinlioglu A., Kose A., *Evaluation of the radiological safety aspects of utilization of Turkish coal combustion fly ash in concrete production*, „Fuel”, 2010, vol. 89, s. 2528–2535.
363. Uliasz-Bocheńczyk A., Mokrzycki E., *Możliwości zastosowania odpadów energetycznych do mineralnej sekwestracji CO<sub>2</sub>*, „Rocznik Ochrona Środowiska”, 2011, t. 13, s. 1591–1604.
364. Unger J. F., Eckardt S., Könke C., *Modelling of cohesive crack growth in concrete structures with extended finite element method*, „Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering”, 2007, vol. 196, s. 4087–4100.
365. Urban M., *Wpływ wielkości strat prażenia popiołu lotnego krzemionkowego na parametry reologiczne betonów samozagęszczalnych*, „Cement Wapno Beton”, 2007, nr 4, s. 193–200.
366. Van Hauwaert A., Thimus J.-F., Delannay F., *Use of ultrasonic to follow crack growth*, „Ultrasonics”, 1998, vol. 36, s. 209–217.
367. Van Krevelen D. W., *Coal: Typology, Physics, Chemistry, Constitution*, Third Edition. Elsevier science publishers, Amsterdam; New York 1993.
368. Van Mier J. G. M., *Fracture processes of concrete. Assessment of material parameters for fracture models*. CRC Press, Boca Raton, New York, London, Tokyo, Florida 2000.
369. Vassilev S. V., Vassileva Ch. G., *A new approach for the classification of coal fly ashes based on their origin, composition, properties and behaviour*, „Fuel”, 2007, vol. 86, s. 1490–1512.
370. Vaziri A., Nayeb-Hashemi H., *The effect of crack surface interaction on the stress intensity factor in mode III crack growth in round shafts*, „Engineering Fracture Mechanics”, 2005, vol. 72, s. 617–629.
371. Vejmelkova E., Pavlikova M., Keepert M., Kersner Z., Rovnanikova P., Ondracel M., Sendlmajer M., Cerny R., *Wpływ popiołu lotnego na właściwości BWW*, „Cement Wapno Beton”, 2009, nr 4, s. 189–204.



372. Velez K., Maximilien S., Damidot D., Fantozzi G., Sorrentino F., *Determination by nanoindentation of elastic modulus and hardness of pure constituents of Portland cement clinker*, „Cement and Concrete Research”, 2001, vol. 31, s. 555–561.
373. Wang A., Zhang Ch., Sun W., *Fly ash effects: I. The morphological effect of fly ash*. „Cement and Concrete Research”, 2003, vol. 33, s. 2023–2029.
374. Wang A., Zhang Ch., Sun W., *Fly ash effects: II. The active effect of fly ash*, „Cement and Concrete Research”, 2004, vol. 34, s. 2057–2060.
375. Wang A., Zhang Ch., Sun W., *Fly ash effects: III. The microaggregate effect of fly ash*, „Cement and Concrete Research”, 2004, vol. 34, s. 2061–2066.
376. Wang B. L., *A mode III crack in functionally graded piezoelectric materials*, „Mechanics Research Communications”, 2003, vol. 30, s. 151–159.
377. Wang G., Kong Y., Sun T., Shui Z., *Effect of water-binder ratio and fly ash on the homogeneity of concrete*, „Construction and Building Materials”, 2013, vol. 38, s. 1129–1134.
378. Wang J. J.-A., Liu K. C., Naus D., *A new test method for determining the fracture toughness of concrete materials*, „Cement and Concrete Research”, 2010, vol. 40, s. 497–499.
379. Wang X. H., Jacobsen S., He J. Y., Zhang Z. L., Lee S. F., Lein H. L., *Application of nanoindentation testing to study of the interfacial transition zone in steel fiber reinforced mortar*, „Cement and Concrete Research”, 2009, vol. 39, s. 701–715.
380. Wang Z.-J., Wang Q., Wei Y.-F., *Effects on mineral admixtures and superplasticizers on micro-hardness of aggregate-paste interface in cement concrete*, „Journal of Shanghai Jiaotong University (Science)”, 2012, vol. 17(5), s. 629–634.
381. Watkins J., *Fracture toughness test for soil-cement samples in mode II*, „International Journal of Fracture”, 1983, vol. 23, s. R135–R138.
382. Watt J. D., Thorne D. J., *Composition and pozzolanic properties of pulverized fuel ashes. II. Pozzolanic properties of fly ashes, as determined by crushing strength tests on lime mortars*, „Journal of Applied Chemistry”, 1965, vol. 15, s. 595–604.
383. Wei S., Mandel J. A., Said S., *Study of the interface strength in steel-fiber reinforced cement-based composites*, „ACI Journal”, 1986, vol. 83, s. 597–605.
384. Wesche K. (Ed.), *Fly ash in concrete. Properties and performance*. E & FN Spon, London 1991.
385. Witakowski P., *Wewnętrzne klinowanie struktury dojrzewającego betonu*, „Inżynieria i Budownictwo”, 1999, nr 8, s. 401–405.
386. Woliński Sz., *Metody mechaniki pęknięcia w projektowaniu i analizie konstrukcji z betonu*, „Inżynieria i Budownictwo”, 1989, nr 5–6, s. 192–196.
387. Wolska-Kotańska Cz., *Dodatki do betonu zgodne z wymaganiami norm europejskich*, „Autostrady”, 2005, nr 5, s. 64–69.

388. Wons W., *Wpływ właściwości krzemionkowych popiołów lotnych na proces spiekania mas ceramicznych*. Rozprawa doktorska, Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków 2010.
389. Wu Z., Rong H., Zheng J., Xu F., Dong W., *An experimental investigation on the FPZ properties in concrete using digital image correlation technique*, „Engineering Fracture Mechanics”, 2011, vol. 78, s. 2978–2990.
390. Wyszomirski P., Brylska E., *Fly ash in Polish buildings ceramics-threat or proecology?*, „Applied Geochemistry”, 1996, vol. 11, s. 351–353.
391. Xiao J., Li W., Sun Z., Lange D. A., Shah S. P., *Properties of interfacial transition zone in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation*, „Cement and Concrete Composites”, 2013, vol. 37, s. 276–292.
392. Xu H., Chen Z., Xu B., Ma D., *Impact of low calcium fly ash on steel corrosion rate and concrete-steel interface*. „The Open of Civil Engineering Journal”, 2012, vol. 6, s. 1–7.
393. Yang Z., Ren W., Mostafavi M., McDonald S. A., Marrow T. J., *Characterization of 3D fracture evaluation in concrete using in-situ x-ray computed tomography testing and digital volume correlation*, VIII International Conference on Fracture Mechanics of Concrete and Concrete Structures, CIMNE, Toledo 2013, s. 236–242.
394. Yu R. C., Ruiz G., Chaves E. W. V., *A comparative study between discrete and continuum models to simulate concrete fracture*, „Engineering Fracture Mechanics”, 2008, vol. 75, s. 117–127.
395. Zaitsev Y. B., Wittmann F. H., *Simulation of crack propagation and failure of concrete*, „Materials and Structures”, 1981, vol. 14, s. 357–365.
396. Zakrzewski T., *Promieniotwórczość naturalna w budownictwie*. Politechnika Śląska, Gliwice 2005.
397. Zapotoczna-Sytek G., Mamont-Cieśla K., Rybarczyk T., *Mit o promieniotwórczości autoklawizowanego betonu komórkowego*, „Materiały Budowlane”, 2012, nr 5, s. 54–56.
398. Zhang M. H., *Microstructure, crack propagation and mechanical properties of cement pastes containing high volumes of fly ashes*, „Cement and Concrete Research”, 1995, vol. 25, s. 1165–1178.
399. Zhu W., Bartos P. J. M., *Application of depth-sensing microindentation testing to study of interfacial transition zone in reinforced concrete*, „Cement and Concrete Research”, 2000, vol. 30, s. 1299–1304.
400. Zhu W., Hughes J. J., Bicanic N., Pearce Ch. J., *Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks*, „Materials Characterization”, 2007, vol. 58, s. 1189–1198.

401. Ziegeldorf S., *Fracture mechanics parameters of hardened cement paste, aggregates and interfaces*, [in:] *Fracture mechanics of concrete*. Ed. Wittmann F. H., Elsevier science publishers, Amsterdam 1983, s. 371–409.
402. Zienkiewicz O. C., *Metoda elementów skończonych*. Arkady, Warszawa 1972.
403. Zimbelmann R. A., *Contribution to the problem of cement-aggregate bond*, „Cement and Concrete Research”, 1985, vol. 15, s. 801–808.
404. Zoolinger D. G., Tang T., Yoo R. H., *Fracture toughness of concrete at early ages*, „ACI Materials Journal”, 1993, vol. 90, s. 463–471.
405. Zuguan J., Wei S., Yunsheng Z., Jinyang J., Jianzhong L., *Interaction between sulfate and chloride solution attack of concretes with and without fly ash*, „Cement and Concrete Research”, 2007, vol. 37, s. 1223–1232.
406. Zybura A., Jaśniok M., Jaśniok T., *O trwałości, diagnostyce i obserwacji konstrukcji żelbetowych*, „Inżynieria i Budownictwo”, 2010, nr 10, s. 519–525.
407. Zygmunt J., *Właściwości betonów z aktywowanym mechanicznie krzemionkowym popiołem lotnym*. Rozprawa doktorska, Politechnika Rzeszowska, Rzeszów 2011.
408. Zygmunt J., Prokopski G., *Właściwości betonów cementowych modyfikowanych krzemionkowym popiołem lotnym aktywowanym mechanicznie*, „Drogi i Mosty”, 2010, nr 2, s. 63–85.