

بررسی اثر دمای عمل آوری بر دوام سولفاتی ملات قلیا فعال سرباره‌ای حاوی دوده سیلیسی

ناصر صامتی

دانشجوی دکتری گروه عمران، واحد اراک، دانشگاه آزاد اسلامی، اراک، ایران.

ابراهیم قیاسوند*

استادیار گروه عمران، واحد اراک، دانشگاه آزاد اسلامی، اراک، ایران/استادیار گروه عمران، دانشگاه بوعلی سینا.

احسان الله ضیغمی

استادیار گروه عمران، واحد اراک، دانشگاه آزاد اسلامی، اراک، ایران.

سید محمد میرحسینی

استادیار گروه عمران، واحد اراک، دانشگاه آزاد اسلامی، اراک، ایران.

چکیده

این مطالعه به منظور بهبود احتمالی عملکرد ملات قلیا فعال سرباره‌ای در مواجهه با محلول سدیم سولفات ترتیب داده شد. در این راستا دوده سیلیسی به عنوان جایگزین سرباره با سطوح جایگزینی ۰، ۵ و ۱۰٪ به کار گرفته شد و نمونه‌ها در دماهای 23 ± 2 ، ۴۰، ۶۰ و 80°C عمل آوری شدند. به منظور پی بردن به رفتار نمونه‌ها از آزمایش‌های تغییر طول و تغییر جرم و جهت شناسایی ریزساختار و محصولات تشکیل شده در خمیر سخت شده آنها، از آزمایش‌های تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز پراش اشعه ایکس استفاده شد. نتایج حاصل حاکی از تأثیر مثبت عمل آوری حرارتی و جایگزینی دوده سیلیسی بر دوام ملات قلیا فعال سرباره‌ای بود. در این میان به کارگیری هم‌زمان جایگزینی دوده سیلیسی به میزان ۵٪ و عمل آوری حرارتی با دمای 80°C بهترین تأثیر را بر عملکرد ملات قلیا فعال سرباره‌ای به لحاظ مقاومت سولفاتی در برداشت. ملات قلیا فعال سرباره‌ای نسبت به ملات با پایه سیمان پرتلند از نظر مقاومت در برابر حمله سولفاتی از برتری چشمگیری برخوردار بود. نتایج آزمایش‌های تغییر طول و جرم برای مقایسه نمونه‌های ملات قلیا فعال سرباره‌ای کافی نبود؛ به نحوی که با افزودن نتایج آزمایش‌های تصویربرداری میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز پراش اشعه ایکس این امر میسر گردید.

واژه‌های کلیدی: سرباره قلیا فعال، عمل آوری حرارتی، دوده سیلیسی، حمله سولفاتی.

* نویسنده مسئول: e.ghiasvand@basu.ac.ir

۱- مقدمه

توسط محققین به کار گرفته شده است؛ که نتایج متناقضی در مورد مقاومت فشاری را گزارش نموده‌اند. باخارف و همکاران [۱۲] ۳۰٪ کاهش مقاومت فشاری ۹۰ روزه را با به کارگیری دمای 70°C گزارش نمودند. علی عبدو و همکاران [۲] شاهد کاهش ۹ و ۱۶ درصدی مقاومت فشاری ۲۸ روزه در اثر عمل‌آوری حرارتی AAS به ترتیب، با دمای 60°C و 90°C نسبت دمای 30°C بودند. گرانرو و همکاران [۱۳] نیز با عمل‌آوری AAS در دمای 35°C و 80°C به ترتیب ۱۲ و ۱۵٪ کاهش مقاومت فشاری ۲۸ روزه را نسبت به عمل‌آوری در دمای محیط گزارش نمودند. اما الفکی و همکاران [۱۴] شاهد ۱۷٪ افزایش مقاومت فشاری ۲۸ روزه در اثر عمل‌آوری حرارتی در دمای 80°C نسبت به دمای اتاق بودند. بیلیم و همکاران [۱۵] اثر همزمان مواد افزودنی کاهنده انقباض و عمل‌آوری با دمای 65°C را آزمایش نمودند که موجب کاهش انقباض و همچنین افزایش مقاومت فشاری گردید. چی [۱۶] نیز اثر ترکیبی نسبت‌های مختلف محلول فعال‌ساز به سرباره و ماسه به سرباره همراه با عمل‌آوری حرارتی در دمای 65°C و 85°C را به کار بردند؛ که نتایج مطلوب‌تر در سن ۵۶ روزه برای نمونه‌های عمل‌آوری شده در دمای 65°C حاصل شد. لازم به ذکر است که پژوهش‌های یاد شده از نظر عواملی مانند رژیم عمل‌آوری، ترکیب سرباره استفاده شده، نوع و غلظت فعال‌ساز قلیایی و نسبت محلول فعال‌ساز به سرباره متفاوت هستند. برخی نویسندگان نیز به منظور بهبود خواص AAS نظیر مقاومت فشاری و دوام و همچنین کاهش مشکلاتی نظیر سرعت گیرش بالا از دوده سیلیسی (SF)^۳ به عنوان جایگزین سرباره بهره بردند.

SF یک ماده پوزولانی و محصول جانبی صنعت فروآلیاژ است که عمدتاً حاوی SiO_2 است. دشواری به کارگیری آن در کارگاه به دلیل ریزی ذرات و وزن مخصوص کم مانع از استفاده از آن به عنوان یک ماده چسباننده اصلی است؛ لذا کاربرد آن به ماده‌ی جایگزین و پرکننده‌ی منافذ بتن و ملات محدود شده است [۱۷-۱۸]. رستمی و بهفرنیا [۱۹] با درصدهای جایگزینی ۵، ۱۰ و ۱۵ مقاومت فشاری بتن با پایه AAS را به ترتیب ۲۲/۷، ۲۸/۱ و ۳۱/۴٪ افزایش دادند و موفق به کاهش نفوذ یون کلراید در این بتن شدند که بهترین نتیجه مربوط به ۱۵٪ جایگزینی SF گزارش شد.

بالا رفتن دمای کره زمین در اثر پدیده انتشار گازهای گلخانه‌ای نظیر دی‌اکسید کربن و خسارات جبران‌ناپذیر آن از قبیل بالا رفتن سطح دریاها و اقیانوس‌ها و افزایش وقوع طوفان‌ها و سیلاب‌های ویرانگر و خشکسالی، یکی از مهم‌ترین مشکلات فراروی بشر امروزی است. افزایش جمعیت جهان و نیاز به توسعه زیرساخت‌ها و مصرف روزافزون مصالح ساختمانی از عوامل تشدیدکننده این پدیده است. سیمان پرتلند معمولی (OPC)^۱ به عنوان پرکاربردترین این مصالح، دارای سهم پنج تا هفت درصدی از آلودگی ناشی از دی‌اکسید کربن در جهان است و پس از فولاد و آلومینیوم در رده سوم مصرف انرژی قرار دارد [۱-۲]. از سوی دیگر، بتن با پایه OPC در برابر عوامل محیطی مخرب مانند حمله سولفاتی آسیب پذیر است؛ که مرمت یا بازسازی آن نیز موجب افزایش هزینه‌ها و آلودگی محیط زیست می‌گردد. حمله سولفاتی در بتن موجب تشکیل گچ، اترینگایت و در صورت سرد بودن دمای محیط (کمتر از 15°C)، تومازایت می‌گردد. تشکیل این مواد با افزایش حجم زیاد (بیش از دو برابر) همراه است که تخریب بتن را به دنبال خواهد داشت [۳-۴]. یکی از راه‌های کاهش اثر این پدیده، جایگزینی OPC با مصالحی است که اثرات مخرب کمتری بر محیط زیست دارند. از امیدبخش‌ترین این مصالح سرباره‌ی قلیا فعال (AAS)^۲ است؛ که ۵۰-۲۵٪ کاهش آلودگی ناشی از دی‌اکسید کربن را به همراه دارد [۵]. بتن با پایه AAS ضمن داشتن مزایایی مانند مقاومت بالا، نفوذپذیری پایین، دوام قابل ملاحظه در برابر شرایط محیطی مهاجم و مقاومت در برابر آتش‌سوزی بالا، بروز مشکلاتی از قبیل کارآیی پایین، سرعت گیرش بالا، انقباض خشک بیشتر نسبت به OPC، شوره‌زنی و نتایج متناقض در مورد کربناسیون را نیز به همراه داشته است [۶-۸]. عوامل تأثیرگذار بر خواص AAS عبارتند از: ترکیب شیمیایی، اندازه دانه‌ها و میزان بی‌شکلی ذرات سرباره، نوع و غلظت فعال‌ساز قلیایی، نوع و دمای عمل‌آوری، نسبت $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ و نسبت آب به مواد چسباننده [۹-۱۱]. عمل‌آوری حرارتی جهت کاهش برخی مشکلات AAS مانند انقباض خشک و بهبود برخی خواص آن مانند مقاومت فشاری و دوام،

³ Silica fume

¹ Ordinary Portland cement

² Alkali activated slag

زمان آبادی و همکاران [۲۰] با جایگزینی SF به میزان ۱۰٪ شاهد افزایش مقاومت فشاری خمیر AAS بودند. رضانیانپور و معینی [۲۱] با به کارگیری نسبت‌های جایگزینی ۵، ۷/۵ و ۱۰٪ در ملات AAS موفق به افزایش چهار درصدی مقاومت فشاری در نمونه حاوی SF به میزان پنج درصد شدند. آنها همچنین افزایش مقاومت در برابر نفوذ یون کلراید را برای نمونه‌ی حاوی پنج درصد SF نظاره‌گر بودند. شریعتی و همکاران [۲۲] با ۱۰٪ جایگزینی SF و غلظت‌های متفاوت فعال‌ساز قلیایی و نسبت‌های مختلف سدیم هیدروکسید به سدیم سیلیکات، افزایش مقاومت فشاری ۳/۲ تا ۲۶/۲٪ را گزارش نمودند. گرانرو و همکاران [۱۵] با عمل آوری در دمای ۳۵ و ۸۰°C، با افزایش انبساط نمونه‌های عمل آوری شده در دمای بالا نسبت به دمای محیط مواجه شدند. در پژوهش حاضر به منظور افزایش احتمالی دوام ملات AAS در برابر سولفات سدیم، عمل آوری در دماهای ۲۳±۲، ۴۰، ۶۰ و ۸۰ درجه سلسیوس و جایگزینی SF به میزان ۰، ۵ و ۱۰ درصد مورد آزمایش قرار گرفتند. در این راستا از آزمایش‌های تغییر طول و تغییر جرم، آنالیز پراش اشعه ایکس XRD^۱ و میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM^۲ استفاده شد. نتایج به دست آمده حاکی از اثر مثبت عمل آوری حرارتی و جایگزینی SF بر دوام ملات AAS بود.

۲- مواد و مصالح و طرح مخلوط

۲-۱- مواد و مصالح

در این پژوهش از مواد زیر جهت ساخت نمونه ملات‌ها استفاده شد: ماسه استاندارد مطابق با استاندارد ASTM C778-17 [۲۳]، سرباره کوره آهن‌گدازی دان شده محصول جانبی کارخانه ذوب آهن در نواحی مرکزی ایران با بلین 4500cm²/gr، دوده سیلیسی و سیمان پرتلند نوع ۲ از نواحی غرب ایران، سدیم هیدروکسید جامد با خلوص ۹۸/۶٪، سدیم سیلیکات به صورت محلول در آب با خلوص ۴۴/۵٪ و مدول سیلیکاتی ۲/۰۷ و سدیم سولفات جامد با خلوص ۹۹٪. ترکیب شیمیایی مواد سیمانی به کار رفته در این تحقیق، در جدول ۱ نمایش داده شده است. سرباره‌ی مورد استفاده در این پژوهش دارای ضریب قلیائیت برابر با ۱/۰۳

جدول ۱- ترکیب شیمیایی مواد چسباننده

ترکیبات شیمیایی	سیمان نوع ۲	سرباره	دوده سیلیسی
(%)	(%)	(%)	(%)
SiO ₂	۲۲/۲۸	۳۵/۱	۹۳/۱۶
Al ₂ O ₃	۴/۷۱	۱۰/۳	۱/۱۳
Fe ₂ O ₃	۲/۸۵	۰/۸	۰/۷۲
CaO	۶۵/۶۵	۳۶	-
MgO	۱/۹۵	۱۰/۸	۱/۶
Na ₂ O	۰/۱۵۵	۰/۷۱	-
K ₂ O	۰/۴۸۴	۰/۶۱	-
SO ₃	-	-	۰/۰۵
LOI	۱/۴۱	۵/۳۵	۲/۲۶

۲-۲- طرح مخلوط

نمونه‌های منشوری ملات با ابعاد ۲۵×۲۵×۲۸۵ mm مطابق با استاندارد ASTM-C 1012-04 [۲۵] ساخته شدند. جهت ساخت ملات AAS، نسبت محلول فعال‌ساز به سرباره ۰/۴۵، غلظت سدیم هیدروکسید ۴ مول در یک لیتر محلول فعال‌ساز، نسبت سدیم هیدروکسید به سدیم سیلیکات برابر ۳ به کار گرفته شد. قابل ذکر است که غلظت فعال‌ساز و نسبت سدیم هیدروکسید به سدیم سیلیکات در تحقیقات مشابه [۱۹ و ۲۱] متفاوت بود. لذا با توجه به مطابقت تقریبی ضریب هیدراسیون سرباره در تحقیق حاضر (HM=1.63) با مقدار این ضریب در پژوهش رستمی و بهفرنیا [۱۹] (HM=1.68) مشخصات محلول فعال‌ساز استفاده شده در تحقیق یاد شده مورد استفاده قرار گرفت.

در بیشتر مطالعات گذشته، درصد بهینه جایگزینی SF در بتن یا ملات با پایه سرباره، بین پنج تا ۱۰ درصد گزارش شده است [۲۶-۲۷ و ۲۱-۲۰]. بنابراین در تحقیق حاضر درصد‌های جایگزینی ۰، ۵ و ۱۰ درصد مورد مطالعه قرار گرفتند. با توجه به تحقیقات گذشته

² Scanning electron microscopy

¹ X-ray diffraction analysis

۲۴ ساعت تحت عمل آوری حرارتی قرار گرفتند. نمونه‌ها پس از رسیدن به دمای محیط، در شرایط غرقابی گذاشته شدند. پس از گذشت یک هفته و رسیدن مقاومت فشاری آنها به حداقل 20MPa، نیمی از این نمونه‌ها از آب خارج شده و در محلول سولفات سدیم قرار داده شدند. قابل ذکر است که جهت تعیین مقاومت فشاری ۷ روزه نمونه‌ها از نتایج مطالعه قبلی همین نویسندگان [۳۲] استفاده شد. همچنین لازم به ذکر است که به منظور تسریع احتمالی در روند حمله‌ی سولفاتی، غلظت محلول سدیم سولفات ۱۰٪ به کار گرفته شد. استفاده از غلظت بیش از ۵٪ برای محلول سدیم سولفات در پژوهش‌های پیشین نیز دیده شده است [۳۳-۳۵].

۳-۲- تغییر طول و جرم

برای اندازه‌گیری تغییر طول ناشی از حمله سولفاتی، مطابق با استاندارد ASTM C1012-04 [۲۵] نمونه‌های منشوری اشاره شده در بخش ۱-۳ پس از رسیدن مقاومت فشاری نمونه‌ها به 20MPa از قالب خارج شده، بلافاصله طول و جرم آنها اندازه‌گیری و در محلول سدیم سولفات قرار داده شدند. سپس در سنین مختلف، طول و جرم نمونه‌ها اندازه‌گیری و تغییر طول و جرم آنها بر حسب درصد محاسبه گردید. در شکل ۱ اندازه‌گیری طول نمونه منشوری نمایش داده شده است. جهت اطمینان از ثابت ماندن اثر تهاجم سولفاتی بر نمونه‌ها، هر سه ماه یکبار محلول سدیم سولفات تازه‌سازی شد.

۳-۳- شناسایی فازها توسط آنالیز XRD

پودر خمیر سخت شده نمونه‌ها در سنین ۶ و ۱۲ ماهه، پس از خردایش با عبور از الک استاندارد نمره ۲۰۰ جداسازی گردید. جهت اطمینان از خارج شدن رطوبت، نمونه‌ها در دمای ۵۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۴ روز نگهداری و در کیسه‌های پلاستیکی درزبندی شده جهت آنالیز XRD آماده شدند. آنالیز فوق‌الذکر توسط دستگاه Unisantis xmd300 انجام شد.

۳-۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

برای تصویربرداری SEM، تکه‌های با اندازه تقریبی ۱۰ تا ۲۰ میلی-متر حاصل از خردایش نمونه‌ها انتخاب شده، به مدت ۱۴ روز در

[۲۸-۳۱ و ۱۶-۱۴ و ۱۲-۲] برای عمل آوری حرارتی نمونه‌ها دماهای ۲۳±۲، ۴۰، ۶۰ و ۸۰ درجه سلسیوس به کار گرفته شدند. مشخصات طرح مخلوط ماده‌ی سیمانی نمونه‌ها و دمای عمل آوری آنها، در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲- طرح مخلوط ماده چسباننده به کار رفته در نمونه‌ها

طرح مخلوط	سیمان			دمای عمل آوری (°C)
	پرتلند نوع ۲	سرباره میکروسیلیس	سیمان	
	(%)	(%)	(%)	
OPC*	۱۰۰	۰	۰	۲۳±۲
SF0.23**	۰	۱۰۰	۰	۲۳±۲
SF0.40	۰	۱۰۰	۰	۴۰
SF0.60	۰	۱۰۰	۰	۶۰
SF0.80	۰	۱۰۰	۰	۸۰
SF5.23	۰	۹۵	۵	۲۳±۲
SF5.40	۰	۹۵	۵	۴۰
SF5.60	۰	۹۵	۵	۶۰
SF5.80	۰	۹۵	۵	۸۰
SF10.23	۰	۹۰	۱۰	۲۳±۲
SF10.40	۰	۹۰	۱۰	۴۰
SF10.60	۰	۹۰	۱۰	۶۰
SF10.80	۰	۹۰	۱۰	۸۰

* OPC: سیمان پرتلند نوع ۲

** SFX.Y (SF): میکروسیلیس، X: درصد جایگزینی میکروسیلیس، Y: دمای عمل آوری

۳- نحوه آماده‌سازی نمونه‌ها و روش انجام آزمایش

۳-۱- ساخت نمونه‌ها

ملاط مورد نظر برای نمونه‌های منشوری با ابعاد ۲۵×۲۵×۲۸۵ میلی‌متر مطابق با استاندارد ASTM-C 1012-04 [۲۵] ساخته شد و نمونه‌ها پس از قالب‌گیری و نگهداری مطابق با استاندارد فوق‌الذکر، از قالب‌ها خارج گردیده و نمونه‌های منظور شده برای عمل آوری در دمای محیط، در شرایط غرقابی نگهداری شدند و مابقی در کیسه‌های پلاستیکی درزبندی شده درون اجاق، به مدت

[۳۶-۳۸ و ۱۳]. افزایش طول نمونه‌های با پایه سرباره در سن ۱۲ ماهه حداکثر به ۰/۲۱۱٪ رسید که بیانگر مقاومت چشم‌گیر این نمونه‌ها در برابر تهاجم سولفاتی است. دوام قابل ملاحظه‌ی AAS در برابر حمله سولفاتی به عواملی نظیر محتوای پایین کلسیم سرباره، کاهش منافذ، عدم وجود پرتلندایت در محصولات هیدراسیون، ادامه واکنش ماده چسباننده در محلول سدیم سولفات و وجود Al_2O_3 در ژل C-A-S-H ارتباط دارد [۳۹ و ۴۰].

در اکثر نمونه‌های AAS پدیده انقباض شیمیایی دیده شد. وقوع این پدیده از ابتدا مشاهده گردید و در برخی از نمونه‌ها تا سن سه ماهگی و حتی در سنین بالاتر به تناوب ادامه یافت. این رخداد در مطالعات مشابه نیز گزارش شده است [۴۰ و ۳۶ و ۱۳]. علت این پدیده را می‌توان این‌گونه بیان نمود که محلول سدیم سولفات با خاصیت قلیایی خود نقش فعال‌ساز را برای سرباره ایفا می‌کند و موجب تداوم فرایند هیدراسیون می‌گردد و نیاز به آب جهت انجام این فرایند منجر به جذب آب نمونه و به دنبال آن وقوع انقباض می‌شود [۳۹ و ۳۶]. صرف نظر از پدیده انقباض شیمیایی که منجر به تغییر در شیب نمودار تغییر طول نمونه‌ها می‌گردد، شیب کلی منحنی تغییر طول نمونه‌ها تقریباً یکسان بود که نشان‌دهنده افزایش طول هماهنگ نمونه‌های AAS است. شکل ۳ اثر جایگزینی SF بر تغییر طول نمونه‌های ملات AAS را در دماهای مختلف عمل-آوری نمایش می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، در دماهای مختلف عمل آوری، درصد جایگزینی بهینه‌ی SF به لحاظ تغییر طول متفاوت بود. در دمای محیط تفاوت ناچیزی در اثر جایگزینی SF در میزان تغییر طول نمونه‌ها مشاهده شد. اما با عمل آوری در دماهای ۴۰، ۶۰ و ۸۰ درجه سلسیوس، سطوح جایگزینی (۵۰ و ۱۰ و ۵ درصد به ترتیب کمترین تغییر طول را نشان دادند.

در شکل ۴ اثر عمل آوری حرارتی بر تغییر طول نمونه‌های AAS با میزان جایگزینی مختلف SF نشان داده شده است. کمترین تغییر طول در نمونه‌های با سطوح جایگزینی مختلف در سن ۱۲ ماهگی در دمای عمل آوری ۸۰°C رخ داد. اما باید به این موضوع توجه نمود که پدیده انقباض شیمیایی که در برخی از نمونه‌ها از شدت بیشتری برخوردار بود، انتخاب بهترین گزینه را دشوار ساخت. اضافه بر این، تفاوت تغییر طول نمونه‌های مختلف ملات AAS بسیار ناچیز بود. بنابراین مقایسه‌ی ملات‌های AAS به لحاظ مقاومت سولفاتی، صرفاً با استفاده از نتایج تغییر طول نمونه‌ها امکان‌پذیر نیست. برخی محققین

دمای ۵۰ درجه سلسیوس (جهت خارج شدن رطوبت از منافذ آنها) قرار گرفتند. این نمونه‌ها بلافاصله پس از خروج از اجاق و تا زمان تصویربرداری، در کیسه‌های پلاستیکی درزبندی شده نگهداری شدند. قبل از تصویربرداری روی نمونه‌ها روکش طلا ایجاد شد و سپس عمل تصویربرداری و آنالیز نقطه‌ای صورت پذیرفت.



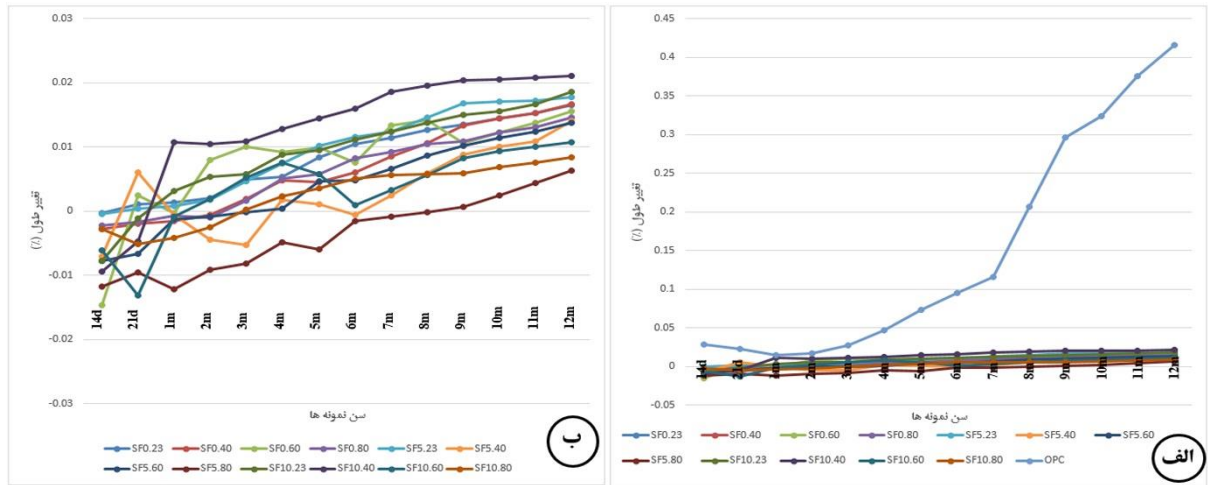
شکل ۱- اندازه‌گیری طول نمونه منشوری

۴- بحث در نتایج

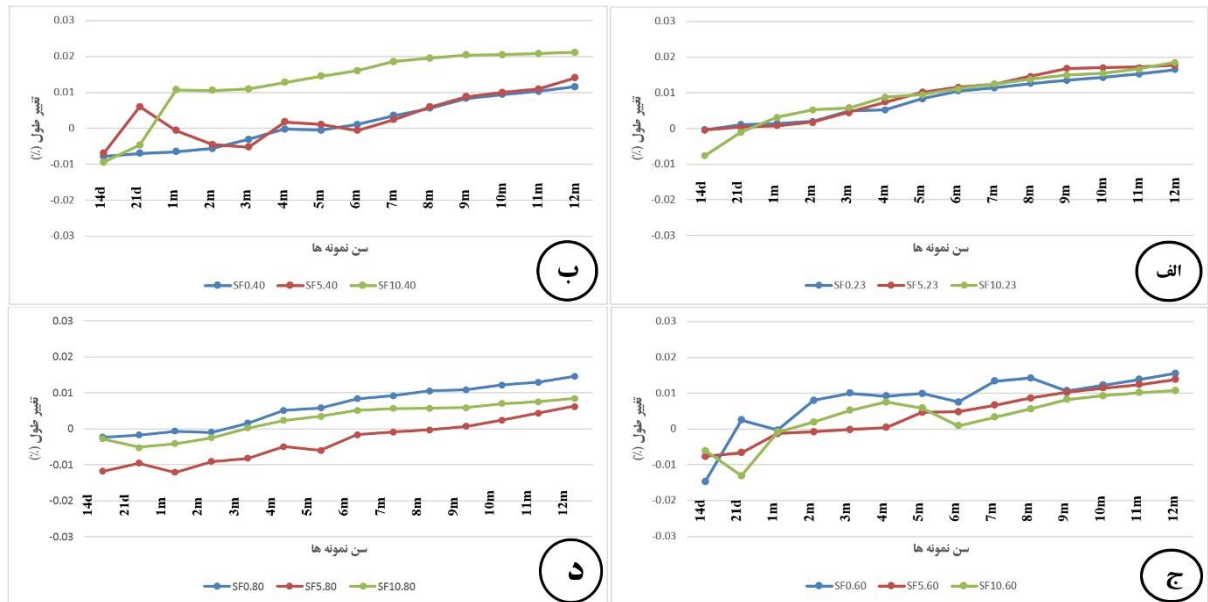
۴-۱- تغییر طول

شکل ۲ تغییر طول نمونه‌های نگهداری شده در محلول سدیم سولفات را نشان می‌دهد. در این شکل برتری نمونه ملات‌های AAS نسبت به OPC از منظر تغییر طول ناشی از مجاورت در برابر محلول سدیم سولفات کاملاً مشهود است؛ به نحوی که تغییر طول نمونه OPC، ۱۶ برابر بیشینه تغییر طول نمونه ملات‌های AAS بود. این نتیجه با نتایج تحقیقات گذشته همخوانی دارد

[۱۳۴۱] نیز به کافی نبودن نتایج تغییر طول و تغییر جرم نمونه‌ها برای بررسی مقاومت سولفاتی نمونه‌های AAS اشاره نموده‌اند. با وجود این، اثر مثبت جایگزینی SF و عمل آوری حرارتی بر کاهش تغییر طول نمونه‌ها در اثر حمله سولفاتی قابل تشخیص بود.



شکل ۲- تغییر طول (الف: کل نمونه‌ها، ب: نمونه‌های AAS)



شکل ۳- اثر جایگزینی SF بر تغییر طول نمونه‌های AAS

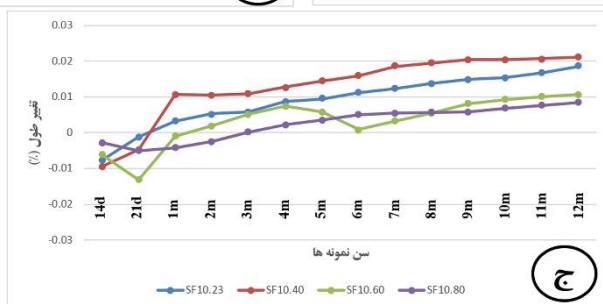
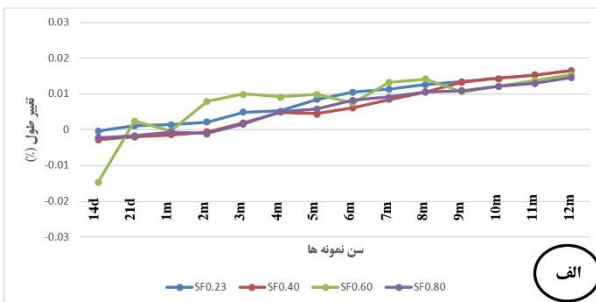
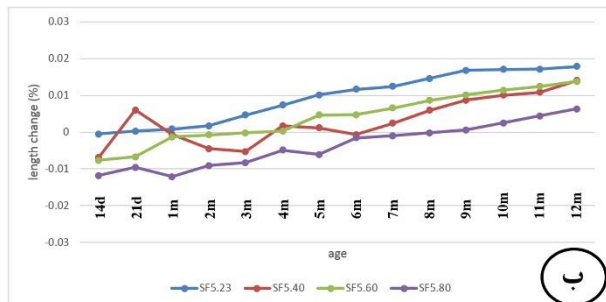
۴-۲- تغییر جرم

SF؛ که محلول سولفات به عنوان فعال‌ساز قلیایی می‌تواند نرخ انجام این واکنش را افزایش دهد [۳۸ و ۳۹ و ۴۱]. همان‌گونه که در شکل ۵ مشاهده می‌شود، میزان افزایش جرم نمونه‌های حاوی SF بیشتر از نمونه‌های فاقد SF بود که می‌تواند مؤید وقوع این پدیده باشد. ۳- تشکیل محصولات ناشی از هیدراسیون سرباره و جایگزینی آن با محلول قلیایی موجود در منافذ سیستم [۳۸-۳۹]. ۴- وقوع کربناسیون و تشکیل محصولات ناشی از آن نظیر کلسیت و واترایت [۴۳-۴۴]. ۵- عمل آوری حرارتی؛ که در تحقیق حاضر

شکل ۵ فرایند تغییر جرم نمونه‌های نگهداری شده در محلول سدیم سولفات را نشان می‌دهد. همانطور که دیده می‌شود، با گذشت زمان در همه نمونه‌ها افزایش جرم رخ داده است. افزایش جرم نمونه‌ها را می‌توان به عوامل زیر منتسب نمود: ۱- تشکیل گچ و اترینگایت ناشی از حمله سولفاتی و متعاقب آن، پرشدن منافذ سیستم و در نتیجه افزایش جرم حجمی نمونه‌ها [۴۲ و ۳۸ و ۷ و ۳۴]. ۲- واکنش پوزولانی و تشکیل محصولات آن در نمونه‌های حاوی

کاهش می‌یابد. همچنین کاهش نفوذپذیری ناشی از عمل آوری حرارتی موجب کاهش نفوذ محلول سدیم سولفات و متعاقب آن کاهش تشکیل گچ و اترینگایت می‌گردد که کمتر شدن نرخ افزایش جرم را به دنبال دارد [۱۴۵].

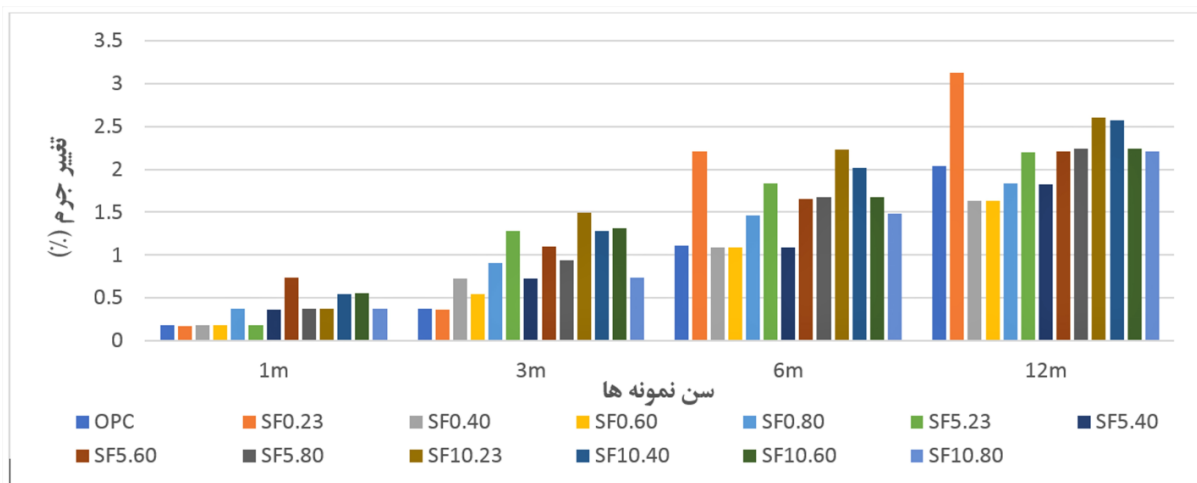
باعث کاهش قابل ملاحظه‌ای در نرخ افزایش جرم نمونه‌ها گردید. این پدیده را می‌توان به انجام واکنش هیدراسیون در سنین اولیه در اثر دمای بالای عمل آوری نسبت داد که در سنین بالاتر به دلیل کاهش تشکیل محصولات مربوط به آن نرخ افزایش جرم



شکل ۴- اثر عمل آوری حرارتی بر تغییر طول نمونه‌های AAS

حرارتی موجب کاهش نرخ افزایش جرم نمونه‌ها گردید که می‌تواند به علت تسریع در فرآیند هیدراسیون سرباره و همچنین شتاب بخشیدن به واکنش پوزولانی SF در اثر دمای بالای عمل آوری باشد.

با توجه به تعدد عوامل مؤثر بر تغییر جرم نمونه‌ها، به نظر می‌رسد نتایج تغییر جرم به تنهایی برای مقایسه‌ی نمونه‌ها از نظر مقاومت سولفاتی مناسب نیست [۱۳۴]. اما همانطور که ملاحظه می‌شود، عمل آوری



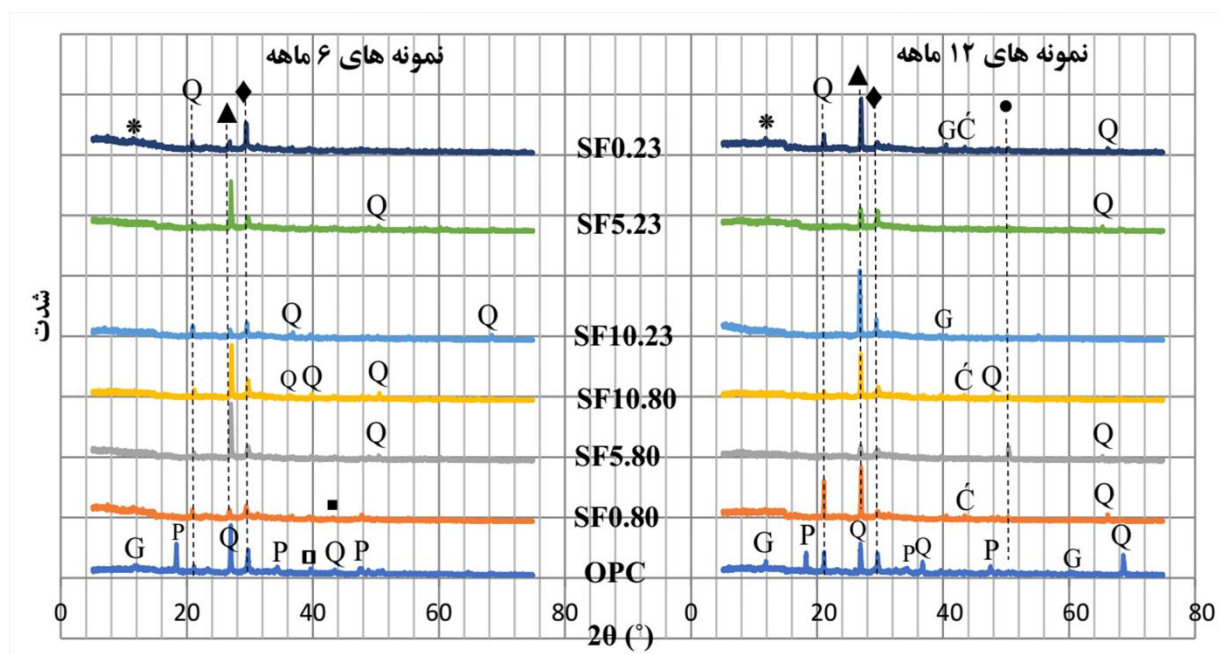
شکل ۵- تغییر جرم نمونه‌ها تا سن ۱۲ ماهگی

به آسانی تشخیص داده شد؛ که حاکی از آسیب‌پذیری این نمونه در برابر حمله سولفاتی است. پیک‌های مربوط به گچ در الگوی پراش نمونه AAS عمل آوری شده در دمای محیط و فاقد SF نیز

۳-۴- آزمایش پراش اشعه ایکس (XRD) نمودارهای XRD نمونه‌های منتخب در شکل ۶ نشان داده شده است. در الگوی پراش نمونه ملات OPC پیک‌های مربوط به گچ

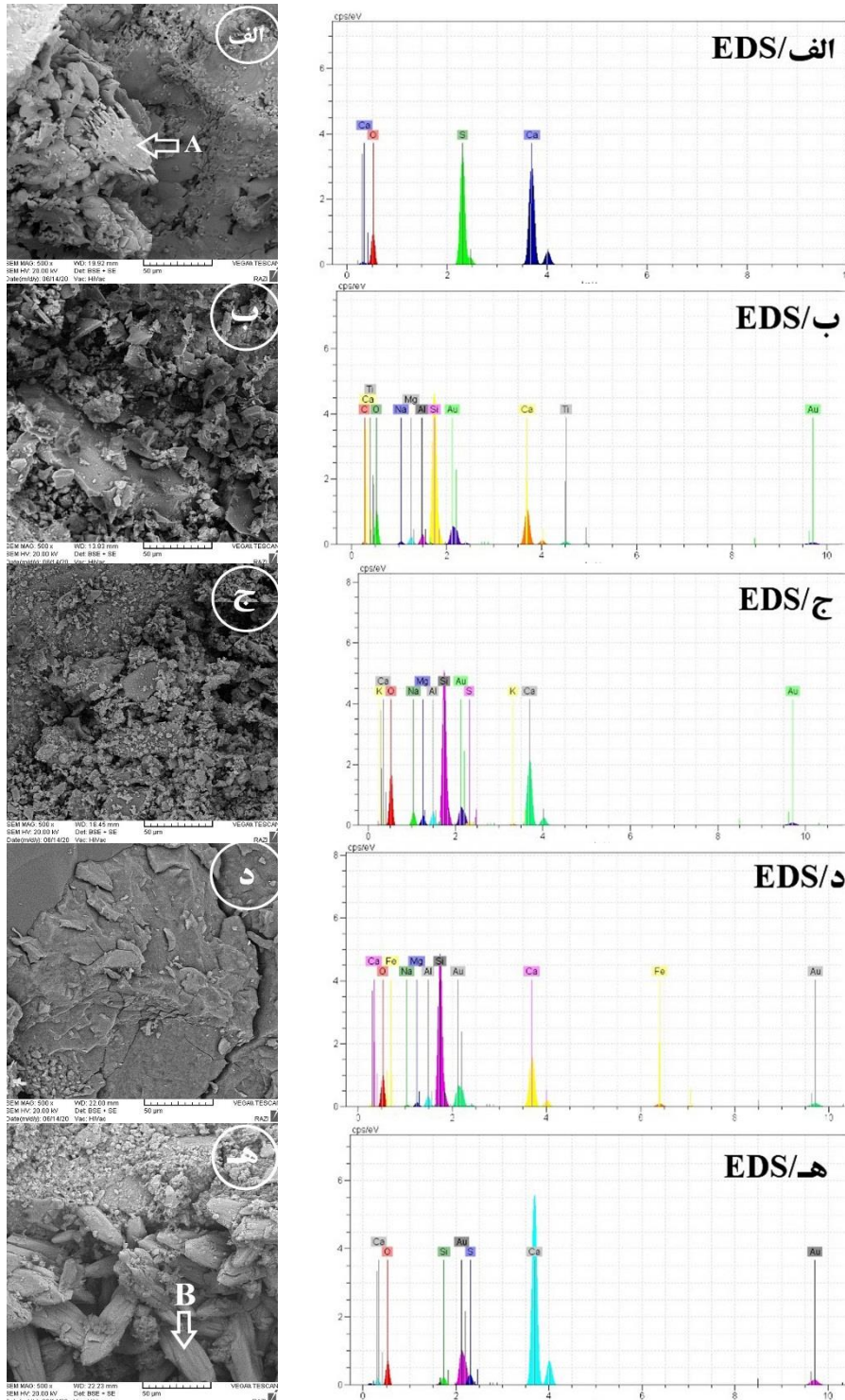
مشاهده شد. اما در الگوی پراش دیگر نمونه‌های ملات AAS پیک مربوط به گچ تشخیص داده نشد. این موضوع نقش مثبت عمل‌آوری حرارتی و جایگزینی SF را بر مقاومت سولفاتی ملات AAS نشان می‌دهد. قابل ذکر است که شدت پیک مربوط به گچ در نمونه‌ی AAS عمل‌آوری شده در دمای محیط و فاقد SF، نسبت به نمونه‌ی OPC کمتر بود و علاوه بر این، پیک شناسایی شده متعلق به گچ در نمونه‌ی AAS با پیک مربوط به کوارتز مشترک بود. اگر نتایج فوق را در کنار تغییر طول ناچیز نمونه‌ی AAS قرار دهیم، مزیت AAS نسبت به OPC به لحاظ مقاومت سولفاتی به اثبات می‌رسد. این نتایج با یافته‌های مطالعات گذشته همخوانی دارد [۳۹، ۳۷ و ۳۶ و ۳۴ و ۳۳ و ۱۳]. دیگر پدیده‌ی قابل توجه در شکل ۶، تشکیل پیک با شدت بالا در $2\theta=26.7^\circ$ در الگوی پراش نمونه‌های AAS بود. این پدیده همراه با شناسایی فازهای واترایت، کوارتز و C-S-H در نرم افزار HighScore Plus بود. با مقایسه الگوی پراش این فازها و انجام آنالیز Rietveld مشخص شد که بخش قابل توجهی از فازهای شناسایی شده متعلق به واترایت است (بین ۳ تا ۳۵٪ در نمونه‌های مختلف). وجود کلسیت به عنوان فاز غالب و پدیدار شدن واترایت می‌تواند نشانی از وقوع کربناسیون باشد [۴۶ و ۴۳]. نکته قابل ذکر در این

تشکیل نشدن فاز واترایت در الگوی پراش نمونه‌ی OPC بود که برتری آن نسبت به AAS به لحاظ مقاومت در برابر کربناسیون را آشکار ساخت [۴۳]. قابل ذکر است که از سن شش تا ۱۲ ماهگی تغییرات زیادی در شدت پیک واقع در $2\theta=26.7^\circ$ و $2\theta=29.4^\circ$ در نمودار الگوی پراش نمونه‌های AAS دیده شد. آنالیز Rietveld نشان از افزایش و یا کاهش در مقدار فازهای واترایت، کلسیت، کوارتز و C-S-H داشت. این تغییرات هماهنگ با نوسانات در شدت پیک‌های یاد شده بود. واترایت یکی از فرم‌های ناپایدار کلسیم کربنات است که پس از مدتی تبدیل به کلسیت می‌شود [۴۷]. این تبدیل می‌تواند یکی از علل تغییر در شدت پیک‌ها باشد. عامل دیگر این نوسانات، لیچینگ یون کلسیم از C-S-H به سمت محلول مجاور نمونه است [۳۶ و ۷]. اضافه بر این، تداوم هیدراسیون و واکنش‌های پوزولانی که سبب تشکیل C-S-H می‌شود، ممکن است در این تغییرات موثر باشد. به این موضوع نیز باید توجه داشت که بخشی از این تغییرات می‌تواند مربوط به پیک کوارتز ناشی از وجود ماسه در پودر خمیر سخت شده بدست آمده از خردایش نمونه‌های ملات باشد. مقدار این فاز ممکن است به صورت تصادفی در نمونه‌ها تغییر کند.



شکل ۶- نمودار پراش اشعه ایکس نمونه‌های منتخب نگهداری شده در محلول سدیم سولفات در سنین ۶ و ۱۲ ماهگی
 (C: C-S-H, P: Portlandite, C': Calcite, Q: Quartz, V: Vaterite, G: Gypsum, ◆: C+C', □: C+Q+C',
 •: C+Q, ▪: V+Q, ▲: V+C+Q, ▼: C+C', *: G+Q)

۴-۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) تصویربرداری و آنالیز، فاز گچ در نمونه OPC به سهولت مشاهده و تشخیص داده شد. ولی در نمونه‌های AAS به غیر از نمونه‌ی عمل-آوری شده در دمای محیط و فاقد اثری از گچ مشاهده نشد.



شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز نقطه‌ای/کلی نمونه‌های منتخب نگهداری شده در محلول سدیم سولفات به مدت ۱۲ ماه (الف: OPC، ب: SF0.80، ج: SF5.80، د: SF10.80، هـ: SF0.23)

¹ Energy-dispersive X-ray spectroscopy

از نظر میزان مقاومت در برابر محیط سولفاتی فقط با استفاده از نتایج آزمایش تغییر طول و تغییر جرم میسر نیست. بنابراین در کنار نتایج این دو آزمایش، شناخت محصولات تشکیل شده در سیستم و ریزساختار آنها از طریق انجام آزمایش‌های XRD و SEM لازم است تا بتوان با کنار هم قرار دادن نتایج آزمایش‌های مختلف نسبت به درستی آنها اطمینان حاصل نمود. قابل ذکر است که وجود نتایج تغییر طول و تغییر جرم در کنار نتایج دیگر آزمایش‌ها جهت اطمینان از درستی آنها ضروری است.

۶- مراجع

- [1] Nasr D., Pakshir A.H., Ghayour H., The influence of curing conditions and alkaline activator concentration on elevated temperature behavior of alkali-activated slag (AAS) mortars, *Constr. and Build. Mater.* 190, 108-119, 2018.
- [2] Aliabdo A.A., Abd Elmoaty A.E.M., Emam M.A., Factors affecting the mechanical properties of alkali-activated ground granulated blast furnace slag concrete, *Const. Build. Mater.* 197, 339-355, 2019.
- [3] Bensted J., Brough A.R., Chemical degradation of concrete, chap. 4, 2007, <https://doi.org/10.1533/9781845693398.86>.
- [4] I. Yuksel, Waste and Supplementary Materials in Concrete, chap. 12, 2018, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102156-9.00012-2>.
- [5] Ben Haha M., Lothenbach B., Le Saout G., Winnefeld F., Influence of slag chemistry on the hydration of alkali-activated blast-furnace slag — Part I: Effect of MgO, *Cem. Conc. Res.* 41, 955-963, 2011.
- [6] Khalil M.G., Elgabbas F., El-Feky M.S., El-Shafie H., Performance of geopolymer mortar cured under ambient temperature, *Const. Build. Mater.* 242, 118090, 2020.
- [7] Ye H., Chen Z., Huang L., Mechanism of sulfate attack on alkali-activated slag: The role of activator composition, *Cem. Conc. Res.*, 125, 105868, 2019.
- [8] Thunuguntla C.S., Gunneswara Rao T.D., Effect of mix design parameters on mechanical and durability properties of alkali activated slag concrete, *Cons. Build. Mater.* 193, 173–188, 2018.
- [9] Heikal M., Nassar M.Y., El-Sayed G., Ibrahim S.M., Physico-chemical, mechanical, microstructure and durability characteristics of alkali activated Egyptian slag, *Cons. Build. Mater.* 69, 60–72, 2014.
- [10] Bernal S.A., San Nicolas R., J. Myers R., de

در مورد نمونه‌هایی که از طریق آنالیز نقطه‌ای، فاز گچ در آنها شناسایی نشد، آنالیز کل سطح نمونه بعمل آمد؛ که اثری از وجود گچ دیده نشد و یا در صورت مشاهده، شدت آن بسیار ناچیز بود. همانطور که ملاحظه می‌شود، شدت پیک گچ در نمودار آنالیز نقطه‌ای نمونه AAS عمل‌آوری شده در دمای محیط و فاقد SF نسبت به شدت همان پیک در نمونه OPC به مراتب کمتر است. بنابراین، نتایج تصویربرداری SEM نیز با نتایج XRD مطابقت دارد و تأثیر مثبت عمل‌آوری در دمای بالا و جایگزینی SF بر مقاومت سولفاتی AAS را آشکار می‌سازد. در برخی از تصاویر نمونه‌ها ریزترک‌هایی مشاهده شد. این پدیده می‌تواند به انقباض شیمیایی ناشی از هیدراسیون [۳۶]، واکنش زودهنگام سرباره و محلول قلیایی [۴۸] و انقباض ناشی از کربناسیون [۴۹] مربوط باشد

۵- نتیجه‌گیری

این مطالعه به منظور بررسی اثر هم‌زمان عمل‌آوری حرارتی و جایگزینی SF بر دوام سولفاتی ملات AAS ترتیب داده شد. نتایج حاصل از این تحقیق را می‌توان به شرح زیر بیان نمود:

- ملات AAS به لحاظ مقاومت در برابر محیط سولفاتی نسبت به ملات OPC برتری کامل دارد.

- در میان نمونه‌های ملات AAS از منظر دمای عمل‌آوری، نمونه‌های عمل‌آوری شده در دمای ۸۰°C و به لحاظ جایگزینی SF، نمونه‌های با سطح جایگزینی ۵٪ مناسب‌ترین عملکرد را به همراه داشتند. به کارگیری هم‌زمان این دو گزینه نیز بیشترین مقاومت سولفاتی را حاصل نمود.

- نتایج آزمایش XRD از وقوع پدیده کربناسیون در نمونه ملات‌های AAS حکایت داشت. این پدیده در نمونه ملات OPC با شدت به مراتب کمتری رخ داد. این موضوع نشان از مزیت ملات OPC نسبت به AAS دارد از نظر مقاومت در برابر کربناسیون دارد.

- با توجه به نزدیک بودن میزان تغییر طول نمونه‌های مختلف ملات قلیا فعال سرباره‌ای و وقوع پدیده انقباض شیمیایی که موجب برهم خوردن شیب منحنی تغییر طول نمونه‌ها گردید، همچنین عوامل مختلف موثر در تغییر جرم نمونه‌ها از قبیل تشکیل محصولات هیدراسیون سرباره، واکنش پوزولانی دوده سیلیسی، حمله سولفاتی، عمل‌آوری حرارتی و کربناسیون، مقایسه‌ی این نمونه‌ها

- [22] Shariati M., Shariati A., Nguyen Thoi Trung, Shoaei P., Ameri F., Bahrami N., Zamanabadi S. N., Alkali-activated slag (AAS) paste: Correlation between durability and microstructural characteristics, *Const. and Build. Mater.*, 267, 120886, 2021.
- [23] ASTM C778-17, Standard Specification for Standard Sand, ASTM International; West Conshohocken, PA, 2017.
- [24] Tole I., Rajczakowska M., Kothari A., Cwirzen A., Geopolymer based on mechanically activated air-cooled blast furnace slag, *materials*, 13, 1134, 2020.
- [25] ASTM C1012-04 (2004), Standard Test Method for Length Change of Hydraulic-Cement Mortars Exposed to a Sulfate Solution, ASTM International; West Conshohocken, PA.
- [26] Rakhimova N. R. and Rakhimov R. Z., Alkali-activated slag-blended cements with silica supplementary materials, *Inorganic Materials*, 48(9), 960-964, 2012.
- [27] Liew K. M., Sojobi A. O., Zhang L. W., Green concrete: Prospects and challenges, *Cons. Build. Mater.* 156, 1063-1095, 2017.
- [28] Aydin S., Baradan B., Mechanical and microstructural properties of heat-cured alkali-activated slag mortars, *Mater. & Des.* 35, 374-383, 2012.
- [29] Chi M., J. Chang J., Huang R., Strength and Drying Shrinkage of Alkali-Activated Slag Paste and Mortar, *Adv. in Civ. Eng.*, 2012, 579732, 1-7, 2012.
- [30] Elyamany H. E., Abd Elmoaty A. E. M., Elshaboury A. M., Setting time and 7-day strength of geopolymer mortar with various binders, *Cons. Build. Mater.*, 187, 974-983, 2018.
- [31] Rajarajeswari A., Dhinakaran G., Compressive strength of GGBFS based GPC under thermal curing, *Cons. Build. Mater.*, 126, 552-559, 2016.
- [32] Sameti N., Ghiasvand E., Zeighami E., Mirhosseini S., Assessment of elevated temperature curing on compressive strength and setting time of alkali activated slag mortar and paste, associated with silica fume, *Concrete Research*, 13(4), 111-121, 2020.
- [33] Yu X., Chen D., Feng J., Zhang Y., Liao Y., Behavior of mortar exposed to different exposure conditions of sulfate attack, *Ocean Eng.*, 157, 1-12, 2018.
- [34] Şahan Arel H., Thomas B.S., The effects of nano- and micro-particle additives on the durability and mechanical properties of mortars exposed to internal and external sulfate attacks, *Results in Physics*, 7, 843-851, 2017.
- [35] Karakoç M.B., Türkmen I., Maraş M.M., Gutiérrez R.M., Puertas F., van Deventer J.S.J., Provis J.L., MgO content of slag controls phase evolution and structural changes induced by accelerated carbonation in alkali-activated binders, *Cem. Conc. Res.* 57, 33-43, 2014.
- [11] Bondar D., Ma Q., M. Soutsos M., Basheer M., Provis J.L., Nanukuttan S., Alkali activated slag concretes designed for a desired slump, strength and chloride diffusivity, *Cons. Build. Mater.* 190, 191-199, 2018.
- [12] Bakharev T., Sanjayan J.G., Cheng Y.-B., Effect of elevated temperature curing on properties of alkali-activated slag concrete, *Cem. Conc. Res.* 29, 1619-1625, 1999.
- [13] Aliques-Granero J., Tohoue Tognonvi M., Tagnit-Hamou A., Durability study of AAMs: sulfate attack resistance, *Const. Build. Mater.* 229, 117100, 2019.
- [14] El-Feky M. S., Kohail M., El-Tair A.M., Serag M.I., Effect of microwave curing as compared with conventional regimes on the performance of alkali activated slag pastes, *Cons. Build. Mater.*, 233, 117268, 2020.
- [15] Bilim C., Karahan O., Atiş C. D., İkentapar S., Effects of chemical admixtures and curing conditions on some properties of alkali-activated cementless slag mixtures, *KSCE J. Civ. Eng.*, 19, 733-741, 2015.
- [16] Chi M., Effects of dosage of alkali-activated solution and curing conditions on the properties and durability of alkali-activated slag concrete, *Cons. Build. Mater.*, 35, 240-245, 2012.
- [17] Ahmad S., Umar A., Masood A., Nayeem M., Performance of self-compacting concrete at room and after elevated temperature incorporating Silica fume, *Adv. in Conc. Cons.*, 7 (1), 31-37, 2019.
- [18] Imam A., Kumar V., Srivastava V., Review study towards effect of Silica Fume on the fresh and hardened properties of concrete, *Adv. in Conc. Cons.*, 6(2), 145-157, 2018.
- [19] Rostami M., Behfarnia K., The effect of silica fume on the durability of alkali-activated slag concrete, *Const. and Build. Mater.*, 134, 262-268, 2017.
- [20] Zamanabadi S. N., Zareei S.A., Shoaei P., Ameri F., Ambient-cured alkali-activated slag paste incorporating micro-silica as repair material: Effect of alkali activator solution on physical and mechanical properties, *Cons. Build. Mater.*, 229, 116911, 2019.
- [21] Ramezani-pour A. A., Moeini M.A., Mechanical and durability properties of alkali-activated slag coating mortars containing nano silica and silica fume, *Cons. Build. Mater.*, 163, 611-621, 2018.

groups, Minerals, 9(178), 2019.

[48] Wardhono A., Gunasekara C., Law D. W., Setunge S., Comparison of long-term performance between alkali activated slag and fly ash geopolymer concretes, Cons. Build. Mater., 143, 272–279, 2017.

[49] Ye H., Radlin'ska A., Neves J., Drying and carbonation shrinkage of cement paste containing alkalis, Mater. Struct., 50:132, 2017.

Kantarci F., Demirboğa R., Sulfate resistance of ferrochrome slag based geopolymer concrete, Ceramics International 42, 1254–1260, 2016.

[36] Beltrame N. Ap. M., Angulski da Luz C., Perardt M., Doug Hooton R., Alkali activated cement made from blast furnace slag generated by charcoal: Resistance to attack by sodium and magnesium sulfates, Cons. Build. Mater., 238, 117710, 2020.

[37] Tokpatayeva R., Olek J., Jain J., Seth A., De Cristofaro N., Sulfate Resistance Study of Carbonated Low-Calcium Silicate Systems, Sulfate Resistance Study of Carbonated Low-Calcium Silicate Systems, Sixth International Conference on Durability of Concrete Structures, University of Leeds, Leeds, West Yorkshire, LS2 9JT, United Kingdom, 2, 18 – 20, 2018.

[38] Rozière E., Loukili A., El Hachem R., Grondin F., Durability of concrete exposed to leaching and external sulphate attacks, Cem. Conc. Res., 39(12), 1188-1198, 2009.

[39] Komljenovic' M., Bašć'arevic' Z., Marjanovic' N., Nikolic V., External sulfate attack on alkali-activated slag, Cons. Build. Mater. 49, 31–39, 2013.

[40] Huang Q., Zhu X., Zhao L., Zhao M., Liu Y., Zeng X., Effect of nanosilica on sulfate resistance of cement mortar under partial immersion, Cons. Build. Mater. 231, 117180, 2020.

[41] Part W.K., Ramli M., Cheah C.B., Handbook of Low Carbon Concrete, Chap. 11, 2017.

[42] Najjar M.F., Nehdi M.L., Soliman A.M., Azabi T.M., Damage mechanisms of two-stage concrete exposed to chemical and physical sulfate attack, Cons. Build. Mater., 137, 141–152, 2017.

[43] Zhang J., Shi C., Zhang Z., Ou Z., Durability of alkali-activated materials in aggressive environments: A review on recent studies, Cons. Build. Mater., 152, 598–613, 2017.

[44] Thiery M., Dangla P., Belin P., Habert G., Roussel N., Carbonation kinetics of a bed of recycled concrete aggregates: A laboratory study on model materials, Cem. Conc. Res., 46, 50–65, 2013.

[45] Noushini A., Castel A., The effect of heat curing on transport properties of low-calcium fly ash based geopolymer concrete, Cons. Build. Mater. 112, 464-477, 2016.

[46] Van den Heede P., De Schepper M., De Belie N., Accelerated and natural carbonation of concrete with high volumes of fly ash: chemical, mineralogical and microstructural effects, R. Soc. open sci., 6: 181665, 2019.

[47] Mayorga I.C., Astilleros J.M., Fernández-Díaz L., Precipitation of CaCO₃ polymorphs from aqueous solutions: The role of pH and sulphate

Assessment the effect of curing temperature on sulfate resistance of alkali activated slag mortar containing silica fume

Naser Sameti

Ph.D. student, Department of civil Engineering, Arak Branch, Islamic Azad University, Arak, Iran.

Ebrahim Ghiasvand *

**Assistant Professor, Department of civil Engineering, Arak Branch, Islamic Azad University, Arak, Iran /
Department of civil Engineering, Bu-Ali Sina University, Hamedan, Iran.**

Ehsanollah Zeighami

Assistant Professor, Department of civil Engineering, Arak Branch, Islamic Azad University, Arak, Iran.

Seyyed Mohammad Mirhosseini

Assistant Professor, Department of civil Engineering Arak Branch, Islamic Azad University, Arak, Iran.

Abstract

This study was conducted to probable improvement of the performance of alkali activated slag mortar exposed to sodium sulfate solution. In this regard, the joint effect of silica fume replacing at levels of 0, 5 and 10% and curing at 23 ± 2 , 40, 60 and 80 °C on the durability of alkali activated slag mortar against high concentration sulfate medium was tested. In order to investigate the behavior of the samples, length change and mass change tests were used and to identify the microstructure and products formed in their hardened paste, scanning electron microscopy imaging and X-ray diffraction analysis were performed. The results showed the positive effect of heat treatment and silica fume replacement on the durability of alkali activated slag mortar. Simultaneous application of 5% silica fume replacement and heat treatment with a temperature of 80°C had the best effect on the performance of activated alkaline slag mortar in terms of sulfate resistance. Alkali activated mortar was completely superior to ordinary Portland cement in terms of resistance to sulfate medium. The results of length and mass change experiments were not enough to compare alkali activated slag mortar samples. This was made possible by adding the results of scanning electron microscopy imaging test and X-ray diffraction analysis.

Keywords: Alkali-activated slag, Heat curing, Silica fume, Sulfate attack.

* Corresponding Author: e.ghiasvand@basu.ac.ir

