



**Institute of Fundamental Technological Research  
Polish Academy of Sciences**

**Charakteryzacja porów powietrznych w  
napowietrzonym betonie za pomocą mikroskopii  
optycznej, obrazowania neutronowego oraz  
tomografii komputerowej**

**Aneta Antolik, Michał A. Glinicki, Mariusz Dąbrowski**

05.05.2020

Seminarium Pracowni Pól Odkształceń

# Pory w betonie

- Przestrzeń międzywarstwowa w C-S-H (5 to 25 Å)
- Pory kapilarne (mogą mieścić się w zakresie od 10 do 50 nm lub mogą być dużo większe od 3 do 5  $\mu\text{m}$  w zaczynach o niskim lub wysokim stosunku wodno-cementowym, nieregularny kształt)
- Pory powietrzne (utworzone przez powietrze uwięzione w trakcie mieszania betonu bądź celowo wprowadzone przez zastosowanie specjalnych domieszek, zwykle kuliste od 10 do 500  $\mu\text{m}$ )

W zależności od wielkości i rozmieszczenia, pory powietrzne w zaczynie cementowym są uważane za wpływające niekorzystnie na wytrzymałość materiału, zwiększając możliwości wnikania szkodliwych substancji, ale jednocześnie zwiększają odporność na uszkodzenia związane z zamrażaniem i rozmrażaniem.

# Rozkład porów powietrznych

Odległość między pustkami powietrznymi jest ważnym parametrem mikrostrukturalnym

Zamarzanie: zwiększenie objętości podczas przejścia fazy woda-lód



Odległość między najbliższymi porami powietrznymi powinna być wystarczająco mała, aby nie pozwolić na znaczny wzrost ciśnienia



Uwolnienie ciśnienia w pustkach powietrznych = mrozoodporność

# Cel badań

Badanie ma na celu uzyskanie ilościowego opisu porów powietrznych w próbkach betonu napowietrzonego za pomocą uzupełniających technik eksperymentalnych: mikroskopia optyczna, mikrotomografia rentgenowska i tomografia neutronowa

# Cel badań

Porównanie technik badawczych:

- Tomografia neutronowa → Budapest Neutron Centre, Hungary
- Mikrotomografia rentgenowska → Yonsei University, Korea
- **Mikroskopowa analiza optyczna → IPPT PAN, Poland**

Parametry do porównania:

- (A) całkowita zawartość porów powietrznych,
- (B) rozkład wielkości porów powietrznych,
- (C) rozkład odległości między porami powietrznymi (między środkami lub między ściankami)

# Przegląd literaturowy $\mu$ -X-ray CT

In general, a micro-CT image is composed of a pixel, being the unit of a digital image, with the images being expressed in 8-bit or 16-bit grayscale. 8-bit images expressed with 256 values, from 0 (black) to 255 (white), were used in this study. The image resolution was  $800 \times 800$  pixels, with a **29.7  $\mu\text{m}$**  pixel size.

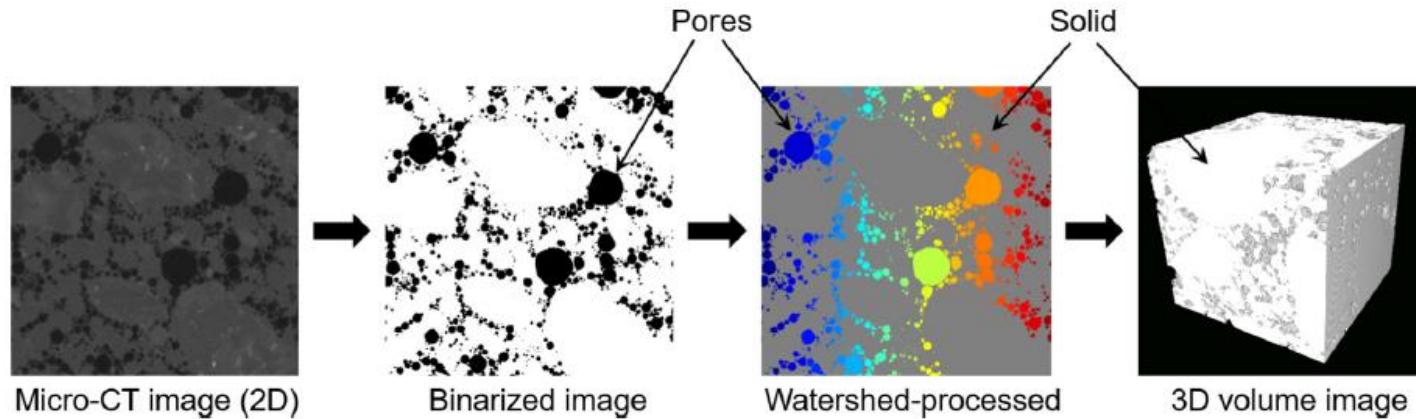


Fig. 3. Micro-CT image processing of concrete microstructures. (Note: in the 2<sup>nd</sup> and 4<sup>th</sup> images, the white regions represent solid (matrix) while the black region represents pores. In the 3<sup>rd</sup> image, the colored regions are pores.) .

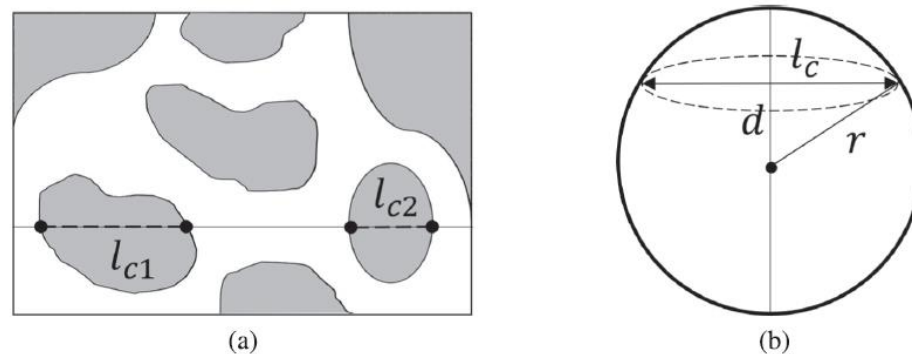
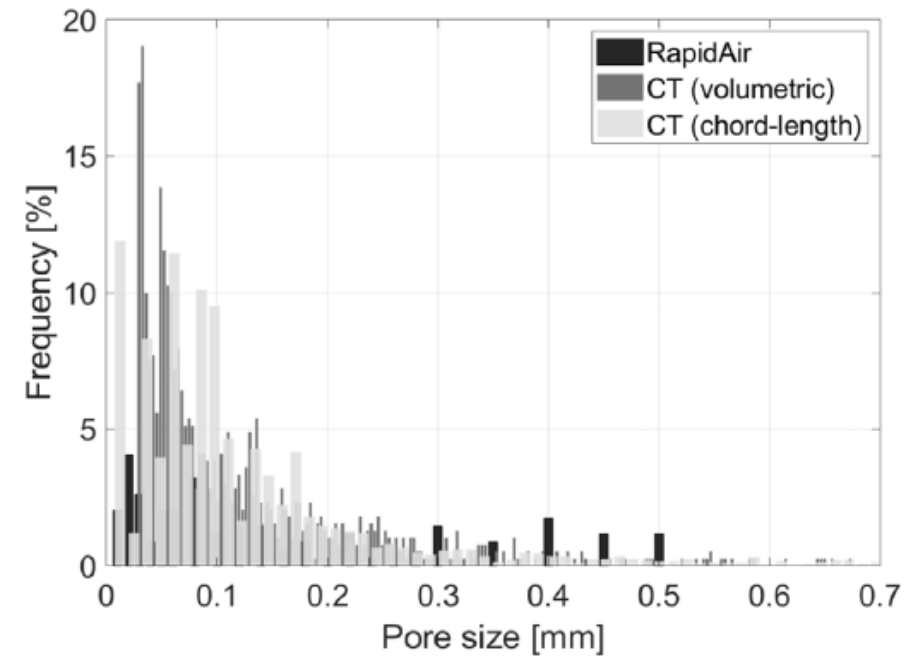
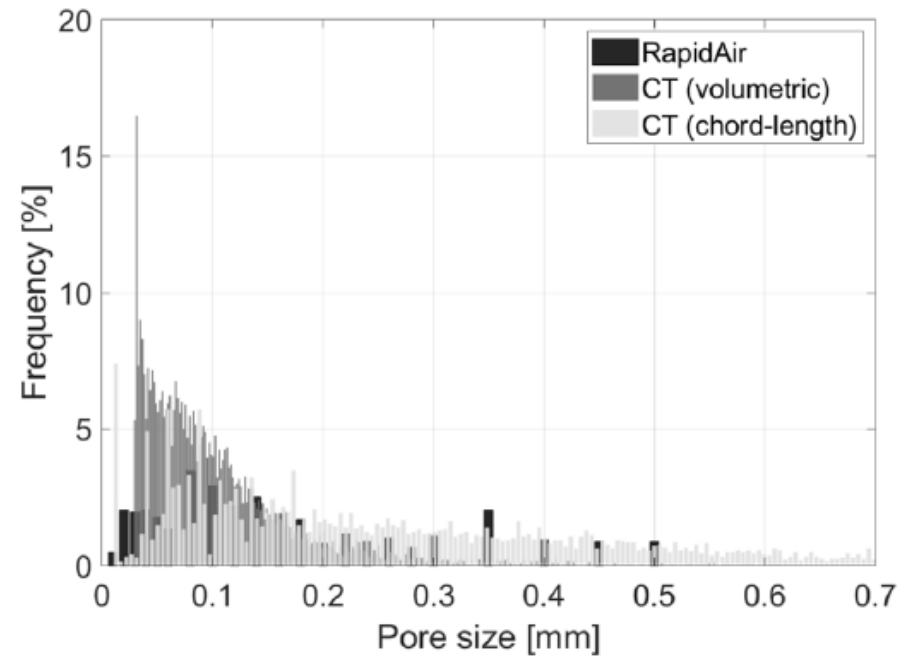


Fig. 4. Description of chord-length distribution: (a) schematic of the chord-length, (b) illustration of chord-length in a spherical sample.

# Przegląd literaturowy $\mu$ -X-ray CT



(a)



(b)



# Przegląd literaturowy $\mu$ -X-ray CT

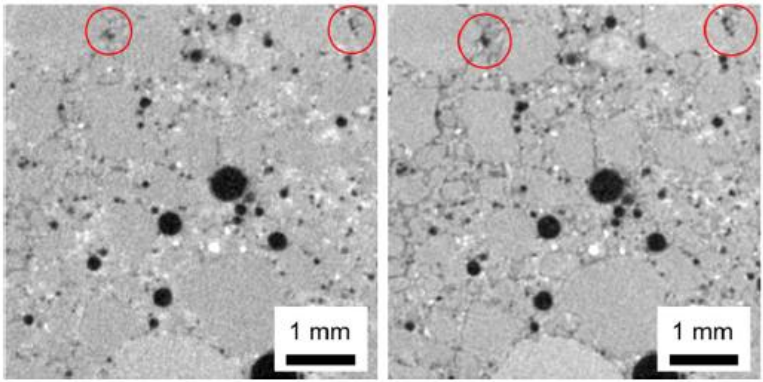


Fig. 7. Cross section with region of interest (ROI, circles) before (left) and after drying (right).

Mikro-tomografia rentgenowska jest alternatywną metodą umożliwiającą charakterystykę porów powietrznych. Wyniki są zależne od przygotowania próbki oraz konfiguracji pomiaru.

- Suszenie próbek prowadzi do zmniejszenia gęstości zaczynu cementowego i umożliwia wykrycie mniejszych porów (wzrasta kontrast)
- Stosowanie wyższej rozdzielczości zmniejsza szerokość strefy przejściowej między pustkami a matrycą
- Kontrast można poprawić przez użycie wyższych prądów lampy rentgenowskiej (rośnie również hałas)

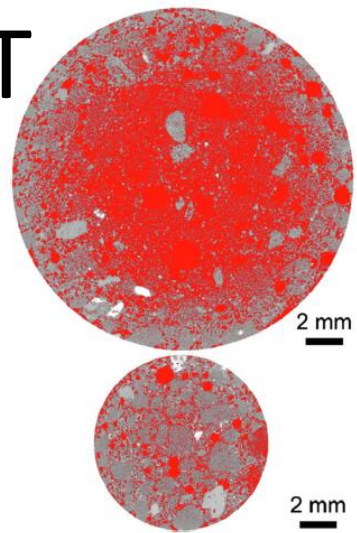


Fig. 10. Radial grey values for the two sample diameters ( $\varnothing$  10 mm,  $\varnothing$  18 mm), which were measured with the same settings (S1), visualized with the same threshold value.

74.5	76.8	108.7	108.5
74.7	74.7	104.5	107.6

Fig. 15. Examples of the two maximal as well as minimal threshold values for M10 (top, black) and M18 (bottom, red). (For interpretation of the references to color in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)



# Przegląd literaturowy $\mu$ -X-ray CT

Mikroskopia 2D

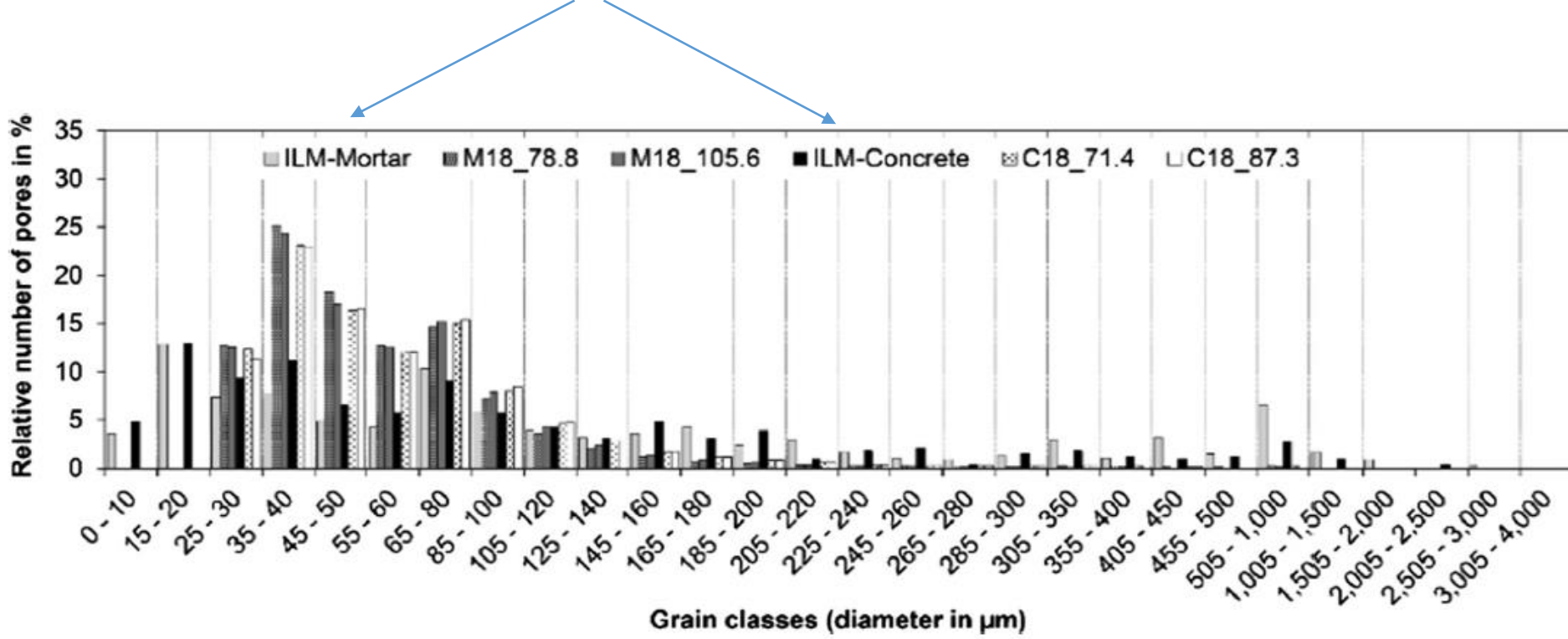


Fig. 17. Air void distribution for mortar and concrete depending on the methodology (ILM vs.  $\mu$ XCT with the two extrema thresholds).

# Przegląd literaturowy 2D->3D

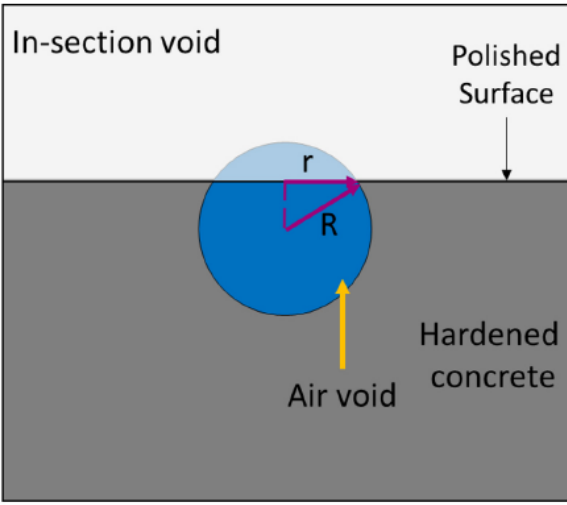


Fig. 4. An in-section void.  $R$  is the actual radius of the air void, and  $r$  is the apparent radius of the intersection.

Analiza 3D opiera się na modelu stereologicznym, który integruje opartą na probabilistyce technikę rozkładania 2D na 3D na podstawie obrazów pustek powietrznych w betonie, możliwa jest rekonstrukcja zarówno pustych przestrzeni wewnątrz jak i na zewnątrz analizowanego przekroju.

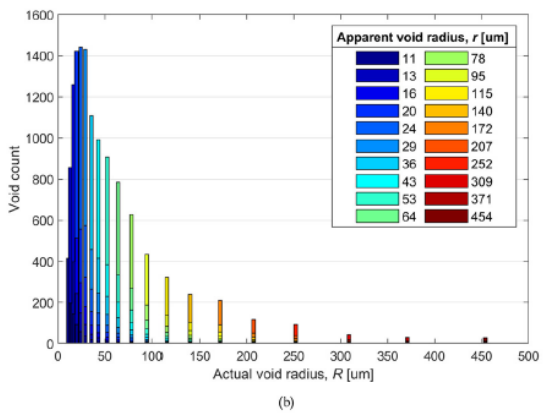
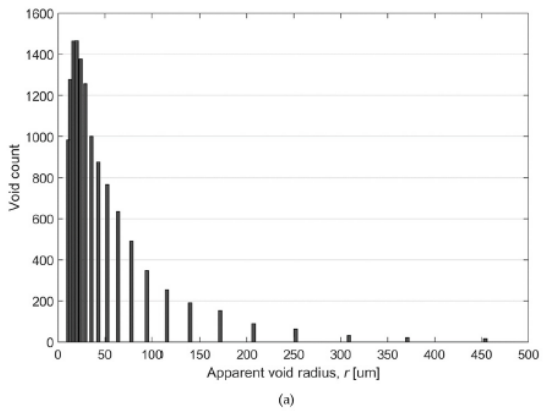
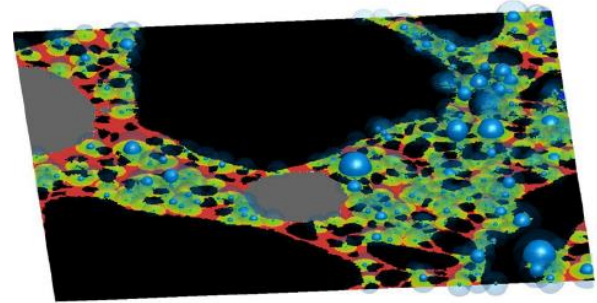
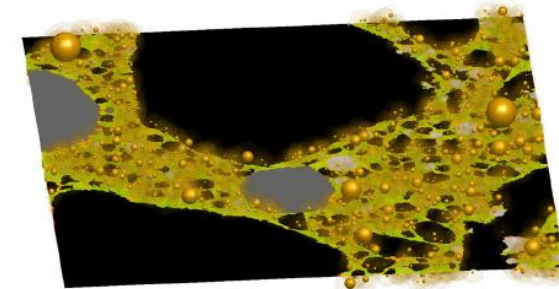


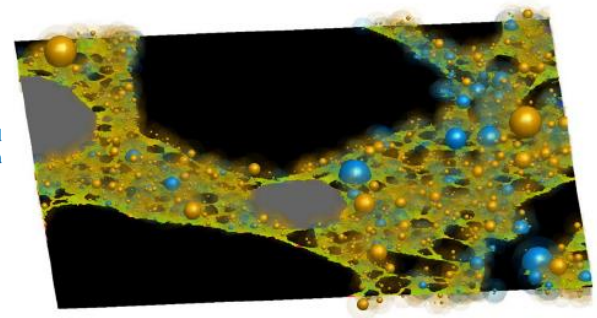
Fig. 5. Void size distribution of Section AV1-1: (a) the apparent size of 2D void intersections on the concrete scan, and (b) the actual void size for the in-section voids obtained from 2D-to-3D unfolding.



(a)



(b)



(c)

# Concrete mix design

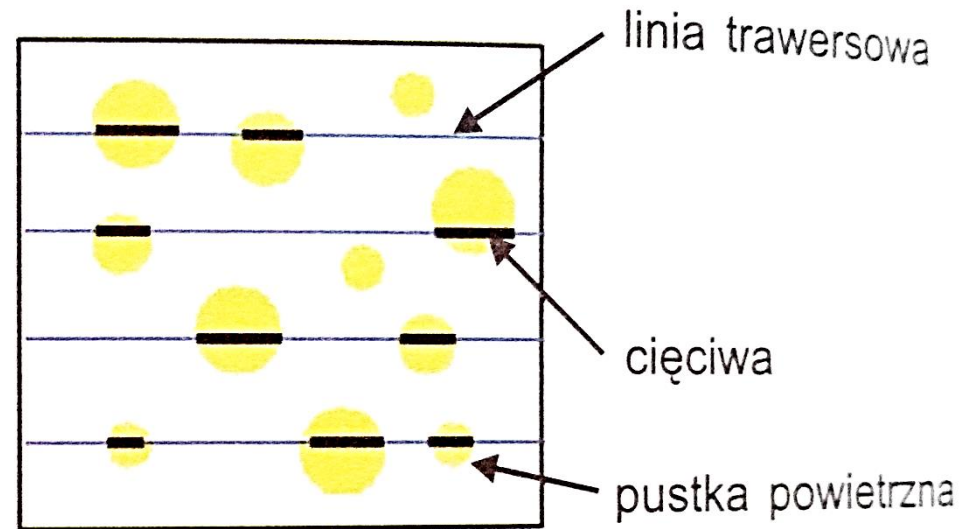
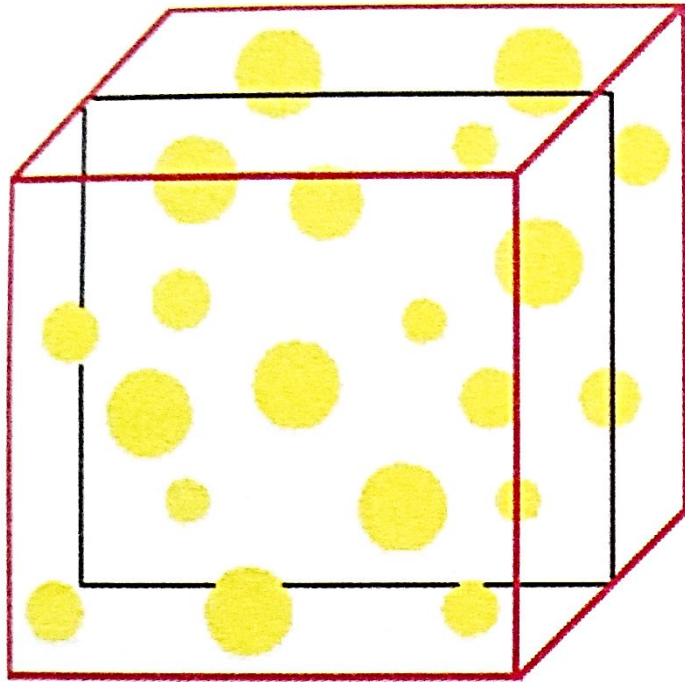
Mix component		Mass content [kg/m <sup>3</sup> ]			Density [kg/dm <sup>3</sup> ]	Volume [liters]		
		S61	W-P-2	GWB19		S61	W-P-2	GWB19
Portland Cement CEM I 42.5R		420	360	425	3.1	135.5	116.1	137.1
Water		165	144	166	1	165.0	144.0	166.0
Mineral aggregate	Quartz sand 0/2 mm	579	551	525	2.65	218.5	207.9	198.1
	Amphibolite 2/5 mm	524			2.91	180.1		
	Amphibolite 5/8 mm	687			2.91	236.1		
	Amphibolite 2/8 mm		228		2.9		78.6	
	Amphibolite 8/16 mm		475		2.9		163.8	
	Quartzite 16/32 mm		645		2.65		243.4	
	Gabbro 2/4 mm			326	2.94			110.9
	Gabbro 4/8 mm			991	2.94			337.1
Admixtures	Plasticizer	1.89	1.8	2.89	1.04	1.8	1.7	2.8
	Air entraining agent	0.5	0.58	0.77	1.05	0.5	0.6	0.7

# Concrete mix design

The content of concrete components based on mix design data

Concrete component	Relative volume content		
	S61	W-P-2	GWB19
Hardened cement paste	0.300	0.260	0.303
Air voids (entrained and entrapped)	0.066	0.016	0.042
Fine aggregate (quartz sand)	0.218	0.208	0.198
Coarse aggregate	0.415	0.516	0.457

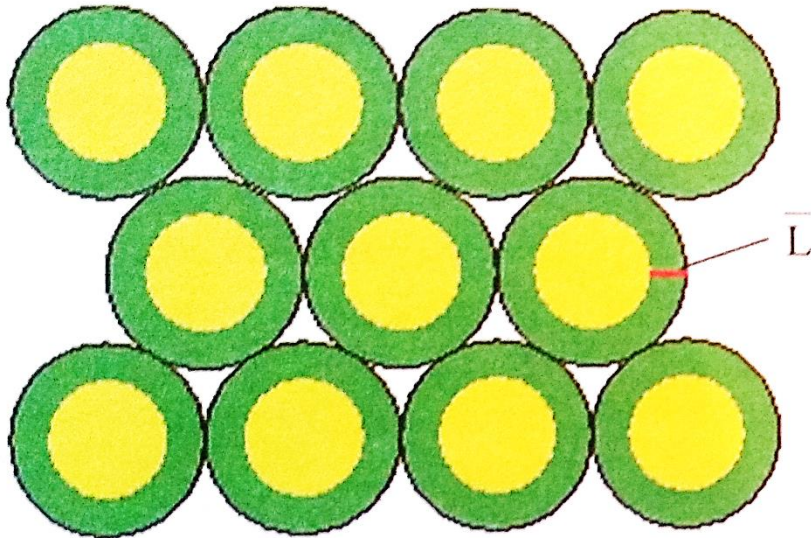
# Liniowa metoda trawersowa EN 480-11



przekrój płaski

# Obliczanie wskaźnika rozmieszczenia porów wg Powersa

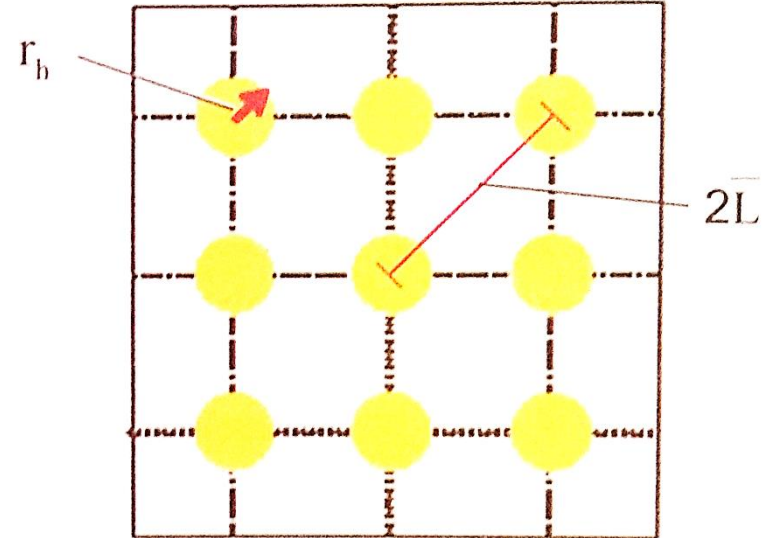
$R \leq 4.342$



$$\bar{L} = \frac{P \cdot T_{tot}}{400 \cdot N}$$

R – stosunek zaczyn-powietrze

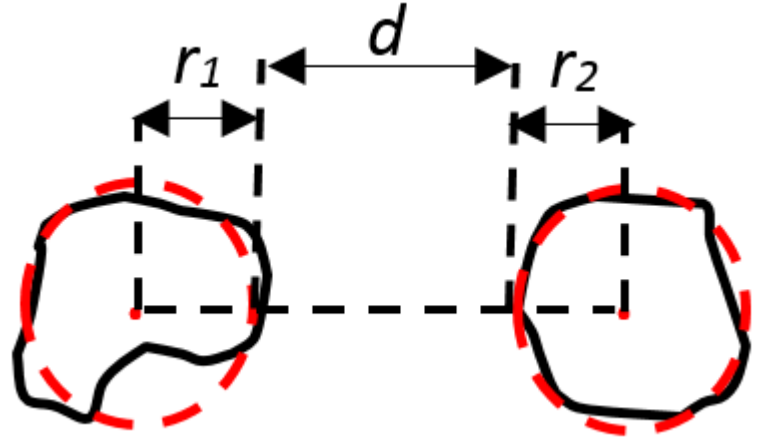
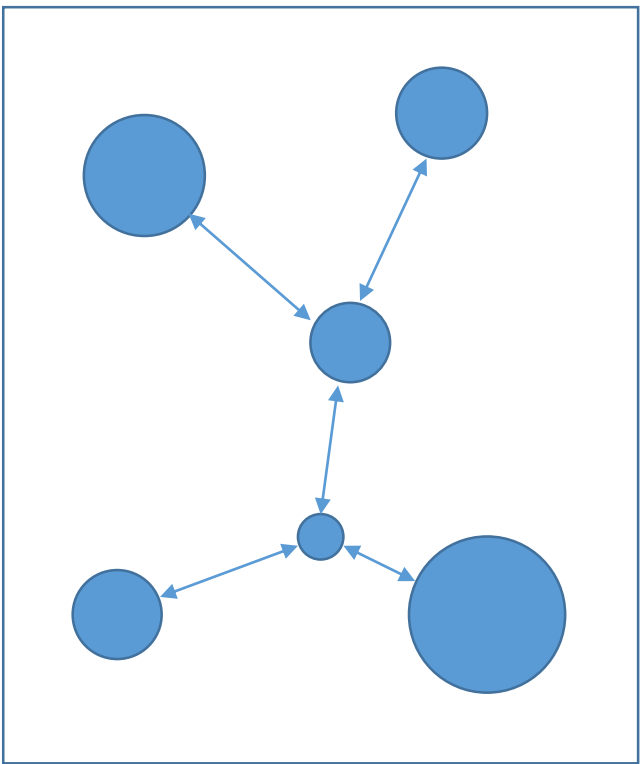
$R > 4.342$



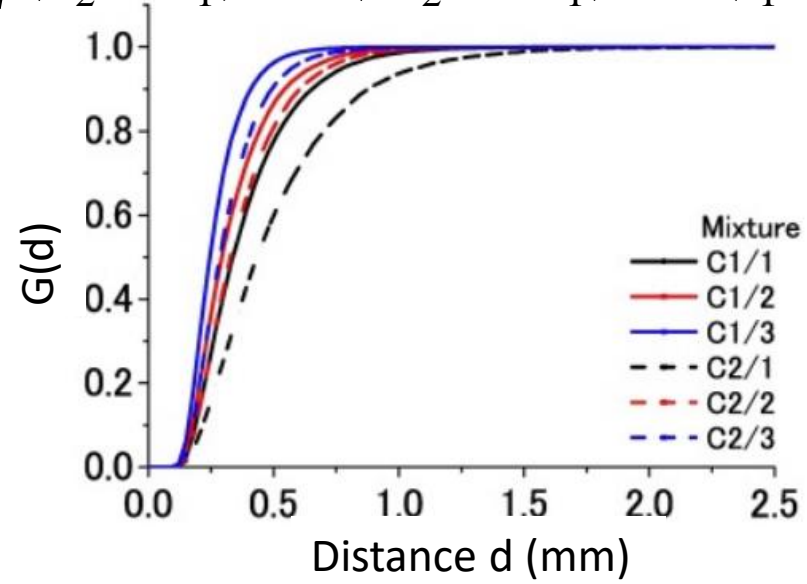
$$\bar{L} = \frac{3}{\alpha} \left[ 1,4 (1 + R)^{1/3} - 1 \right]$$



# Rozkład porów metodą najbliższych sąsiadów



$$d = \sqrt{(Y_2 - Y_1)^2 + (X_2 - X_1)^2} - (r_1 + r_2)$$





# Analiza obrazu

## Algorytm

In a close packed configuration of particles/fibers having a circular cross section in 2D space there are 6 immediate neighbors surrounding each particle. In randomly packed systems, coordination number depends on the visual perception and can be lower or higher. Estimation of particle spacing of a particle with its neighboring particles is performed as follows:

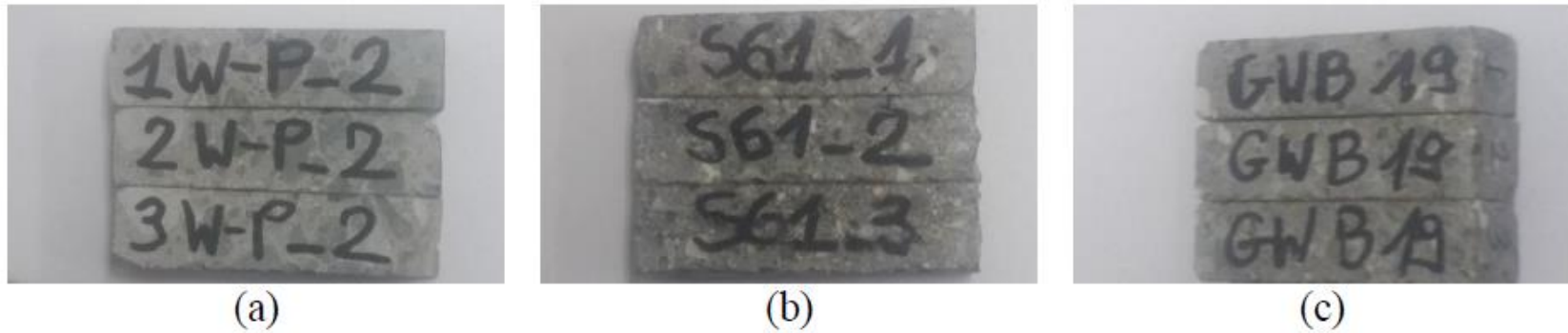
1. The centroid coordinates of each particle (X,Y) is derived from the result table of the built-in Analyse Particles plugin.
2. A circle is fit on each particle with the center (X,Y) and radius r.
3. The spacing (wall thickness) between a pair of particles (d) is calculated as:

$$d = \sqrt{(Y_2 - Y_1)^2 + (X_2 - X_1)^2} - (r_1 + r_2)$$

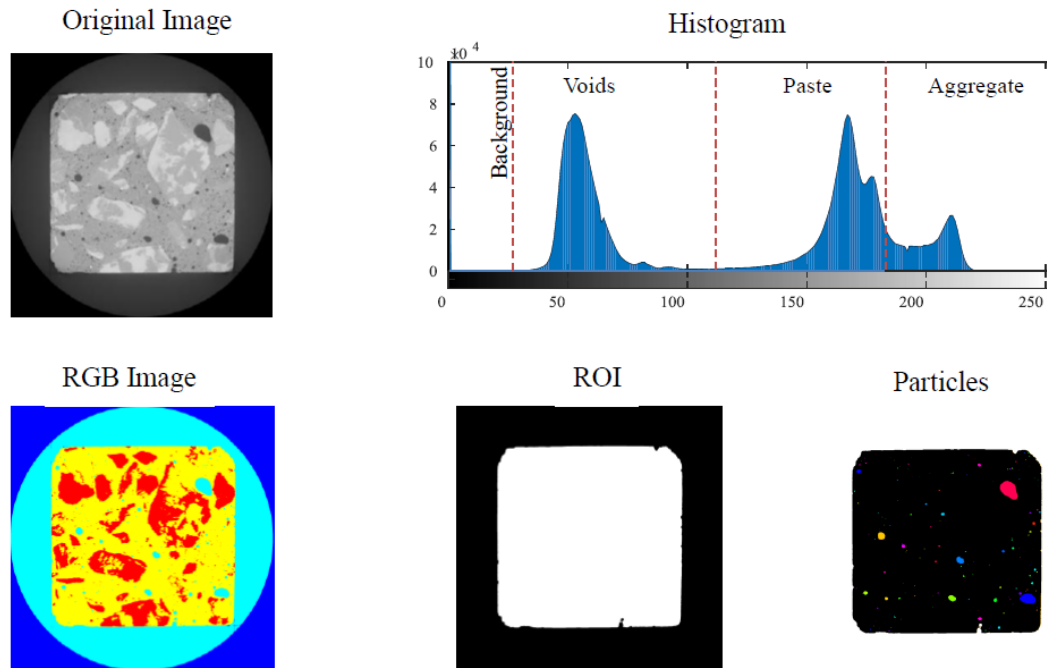
4. The distances of each particle with all the other particles is stored in an array and sorted.
5. Results are shown in a new result table, which contain the distance of the closest neighbor to each particle.

# Mikrotomografia rentgenowska

20 x 20 x 80 mm<sup>3</sup>

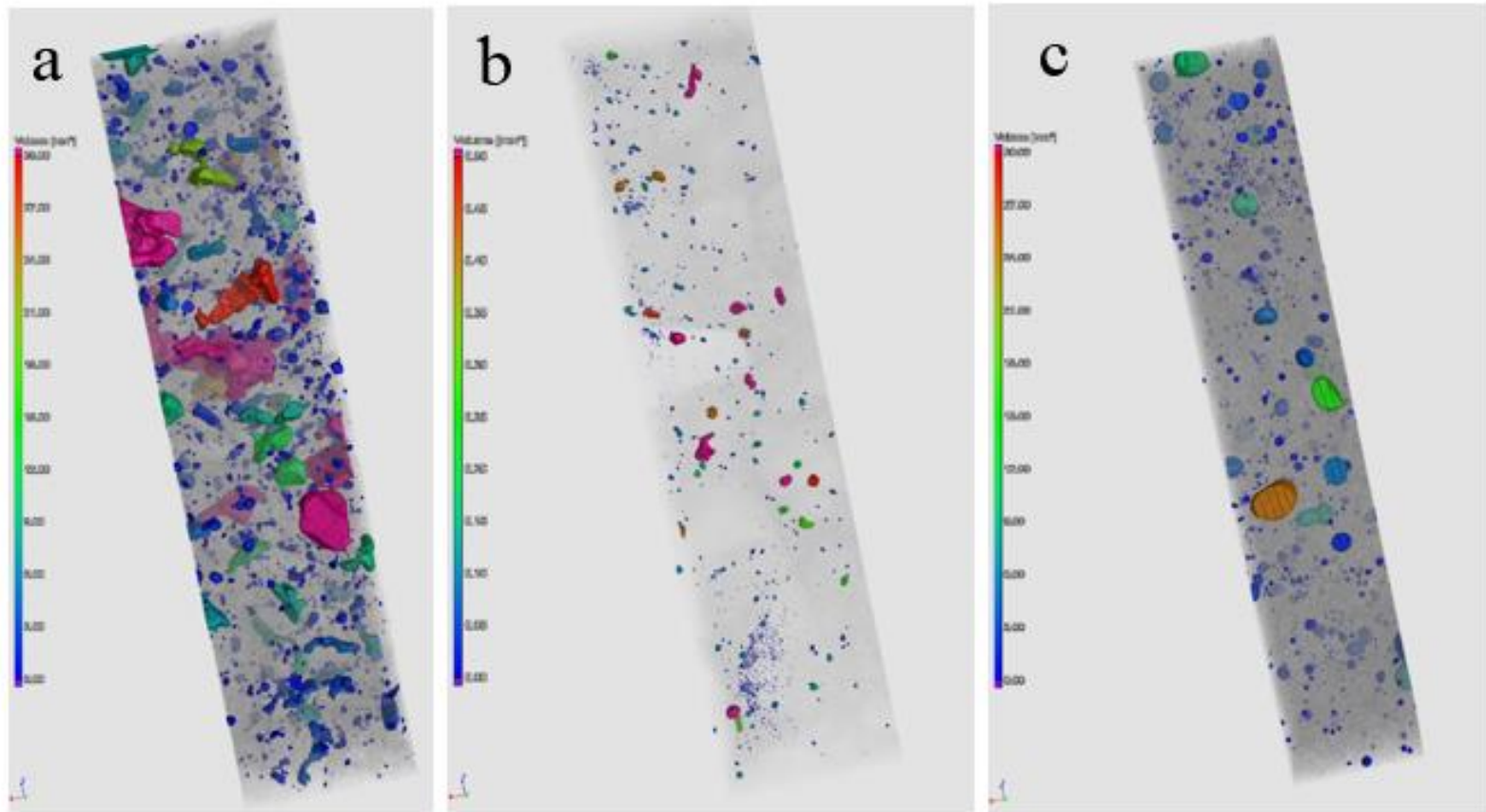


**Figure 1** Prismatic homogeneous samples (a) W-P-2 (b) GWB19 (c) S61



**Figure 2** Image Processing

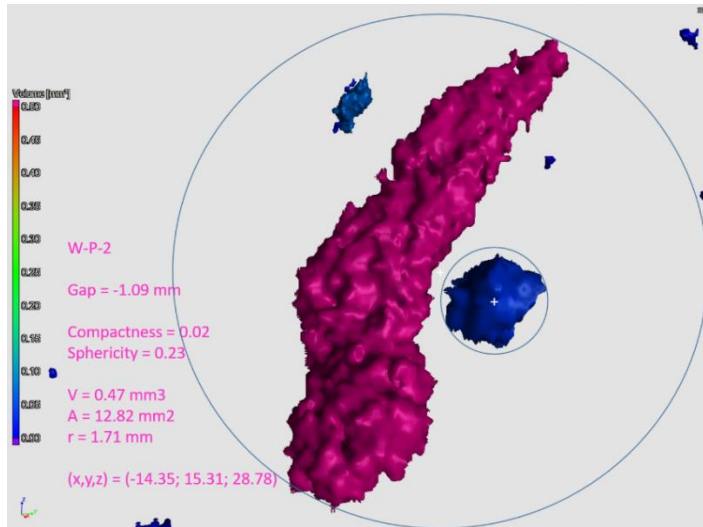
# Tomografia neutronowa



**Figure 4.** Individual porosity determination and visualization of the three samples. a: S61, b: W-P-2, c: GWB19.

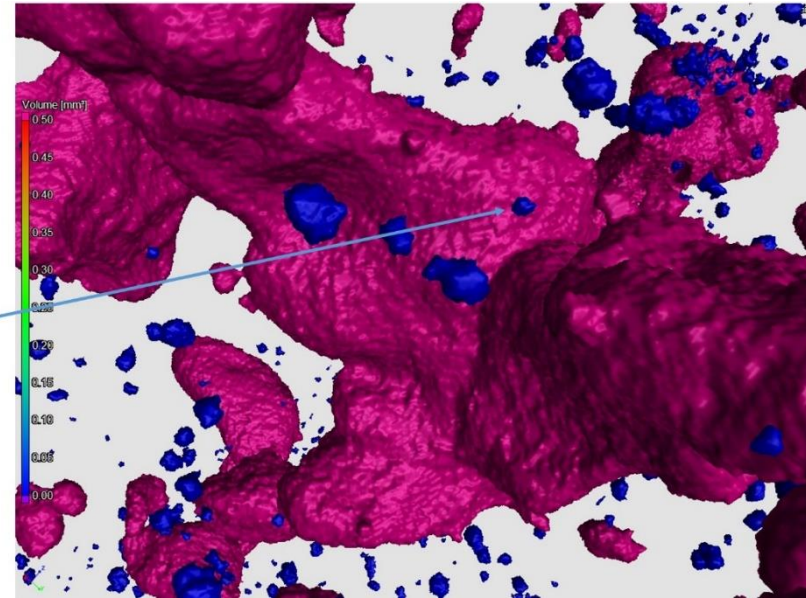
pixel size  $1.54 \mu\text{m}$ ,  $13.8 \mu\text{m}$  and  $43 \mu\text{m}$  respectively for 2D microscopy, CT, NT

# Tomografia neutronowa

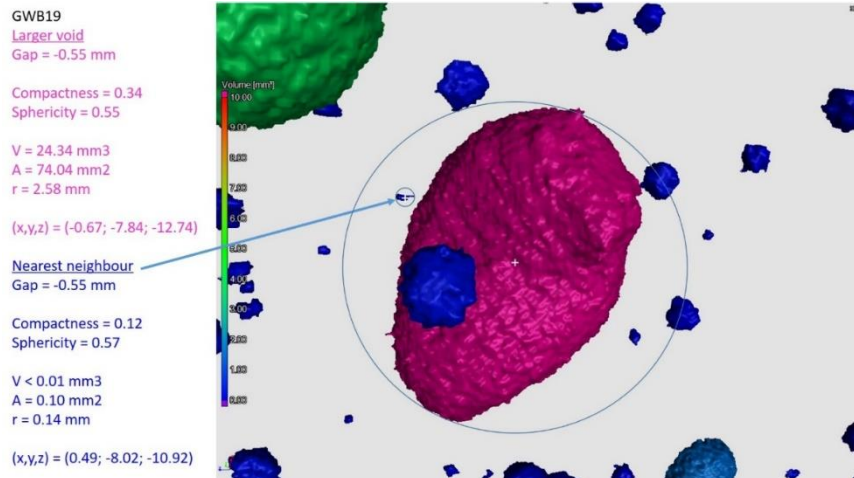


**Figure 9.** Two neighboring pores in sample W-P-2 (visualized in VGStudio by presenting only the pores). Values are added for the irregular shaped magenta pore. The negative 'gap parameter' value (i.e. distance between surfaces of the circumscribed spheres of the two nearest voids) is due to that the irregular shaped, concave pore (with low compactness and sphericity values) has an unrealistic circumscribed sphere with large radius and centre coordinates lying outside the shape.

S61  
Largest irregular void  
Gap = -7.43 mm  
Compactness = 0.06  
Sphericity = 0.28  
V = 152.41 mm<sup>3</sup>  
A = 497.11 mm<sup>2</sup>  
r = 8.33 mm  
(x,y,z) = (17.99; 8.77; 5.52)  
Nearest neighbour  
Gap = -7.43 mm  
Compactness = 0.36  
Sphericity = 0.62  
V = 0.01 mm<sup>3</sup>  
A = 0.31 mm<sup>2</sup>  
r = 0.17 mm  
(x,y,z) = (18.47; 9.70; 5.25)



**Figure 10.** Two neighboring pores in sample S61 (visualized in VGStudio by presenting only the pores). The negative 'gap parameter' value (i.e. distance between surfaces of the circumscribed spheres of the two nearest voids) is due to that the large, irregular shaped, concave pore (with low compactness and sphericity values) indicated with magenta has an unrealistic circumscribed sphere with large radius. Almost all the surrounding small pores (in blue) have negative 'gap parameter' values.



**Figure 11.** Two neighboring pores in sample GWB19 (visualized in VGStudio by presenting only the pores). The negative 'gap parameter' value (i.e. distance between surfaces of the circumscribed spheres of the two nearest voids) is due to that the large pore (with medium compactness and sphericity values) indicated with magenta has a circumscribed sphere with large radius. The nearest neighboring small pore (in blue, with low compactness and sphericity values) is located inside the circumscribed sphere of the large pore.



# Problemy z dopasowaniem sferycznym

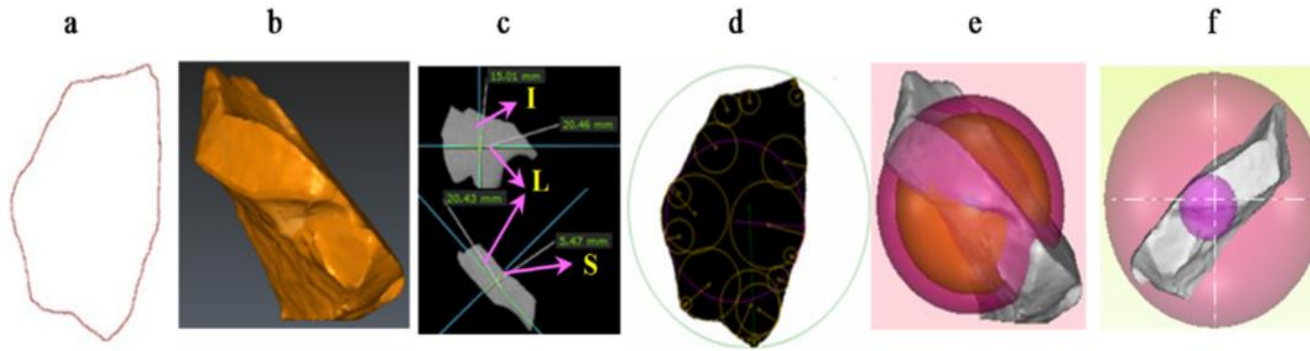


Fig. 5. Particle No. 34, a: maximum particle projection, outline, b: 3D view, c: particle dimensions, L, I, S, d: particle projection, Wadell's roundness, circumscribed and inscribed circles, e: Sphere with same area (inner sphere) and same volume as particle (outer sphere), f: largest inscribed and smallest circumscribed sphere, this study.

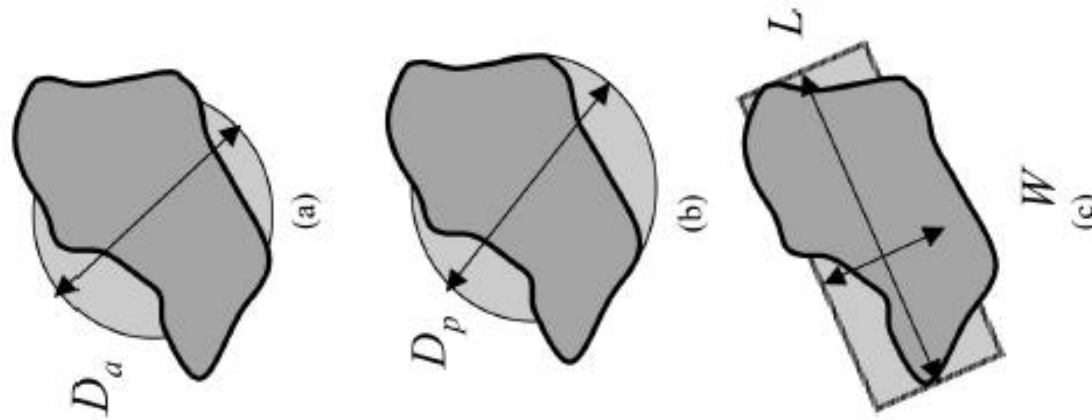


Figure 2. Particle size descriptors; (a) equivalent circular area diameter, (b) equivalent circular perimeter diameter, (c) length and width.

**Figure** An example of different sphere-based 3D (Maroof et al. 2020) and circle-based 2D (Li et al. 2007) approximations of an irregular shape

Wyniki

# Rozkład wielkości porów S61

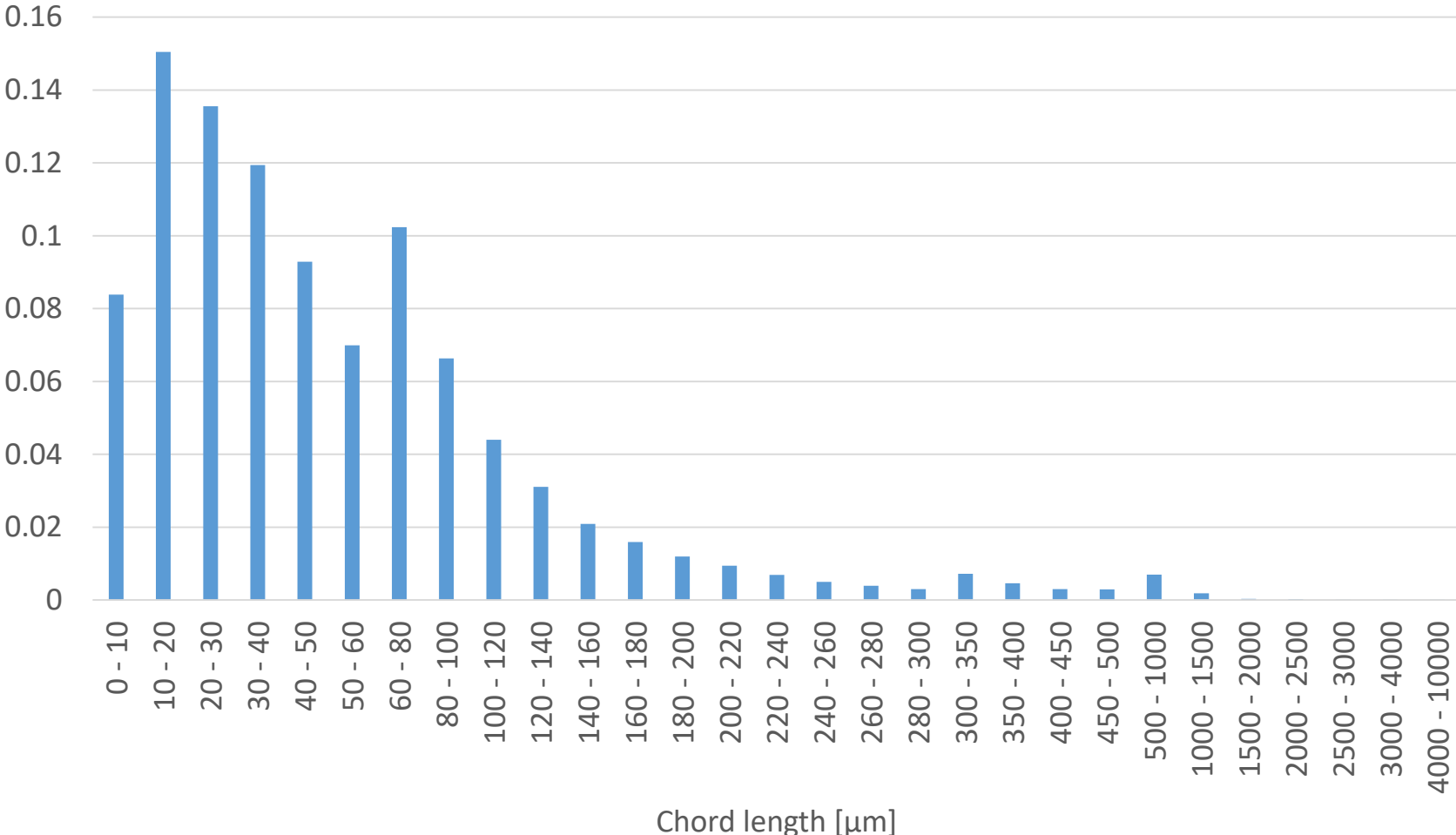
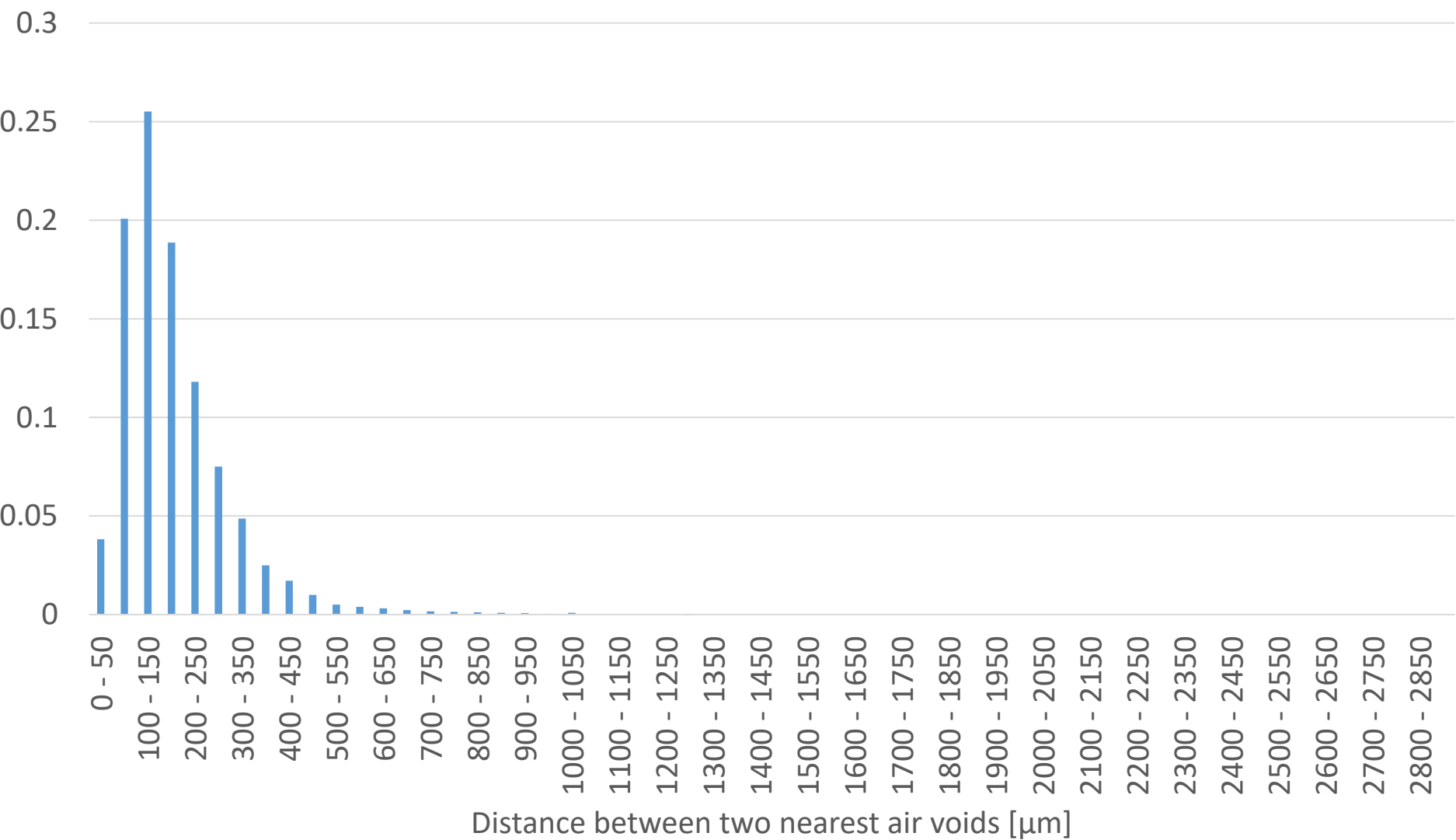


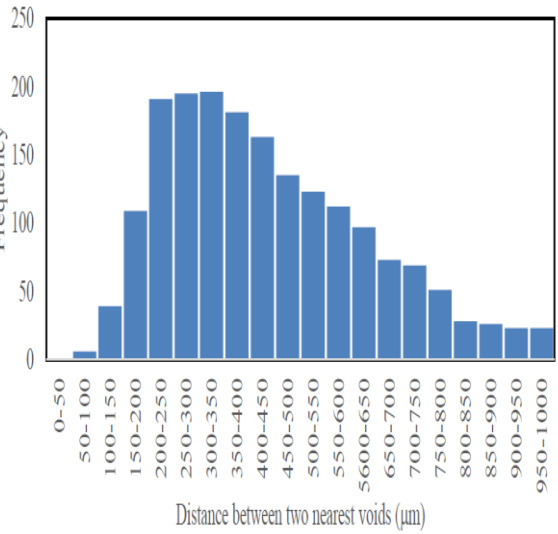
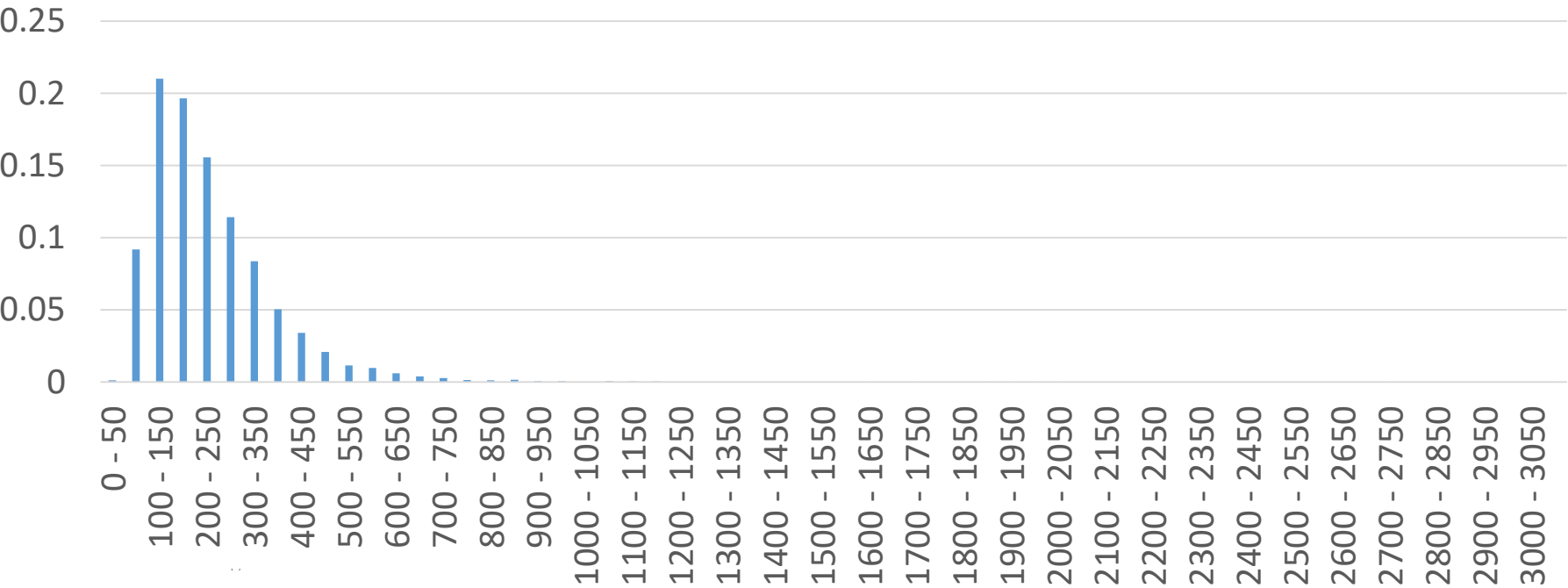
Fig. 4 Chord length distribution of S61concrete (calculations for diameter above 6 μm)



# Odległości między najbliższymi sąsiadami (6 $\mu\text{m}$ ) S61



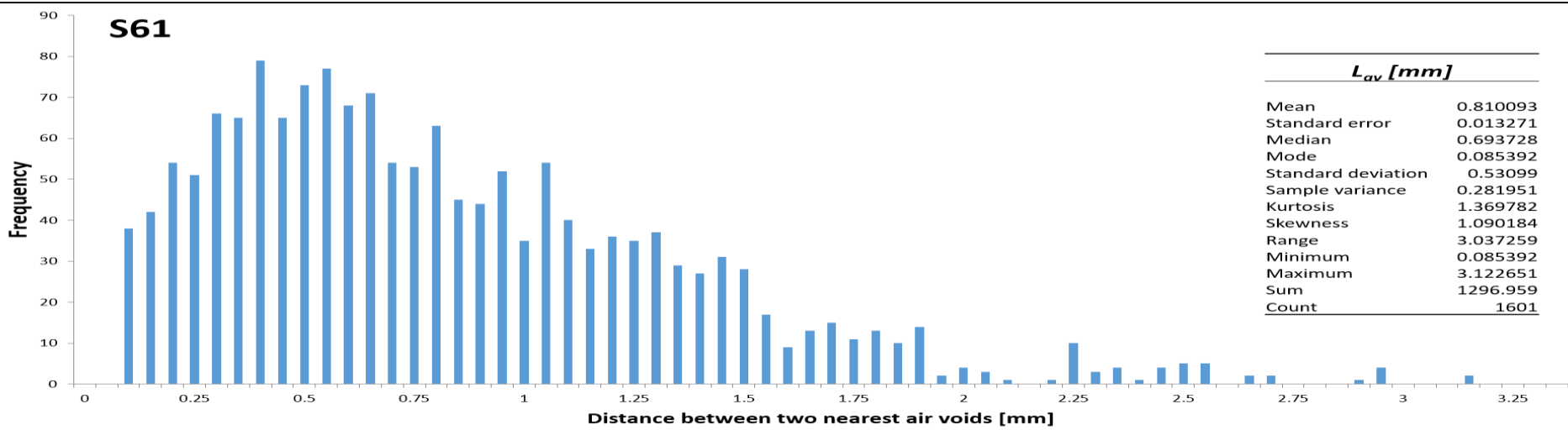
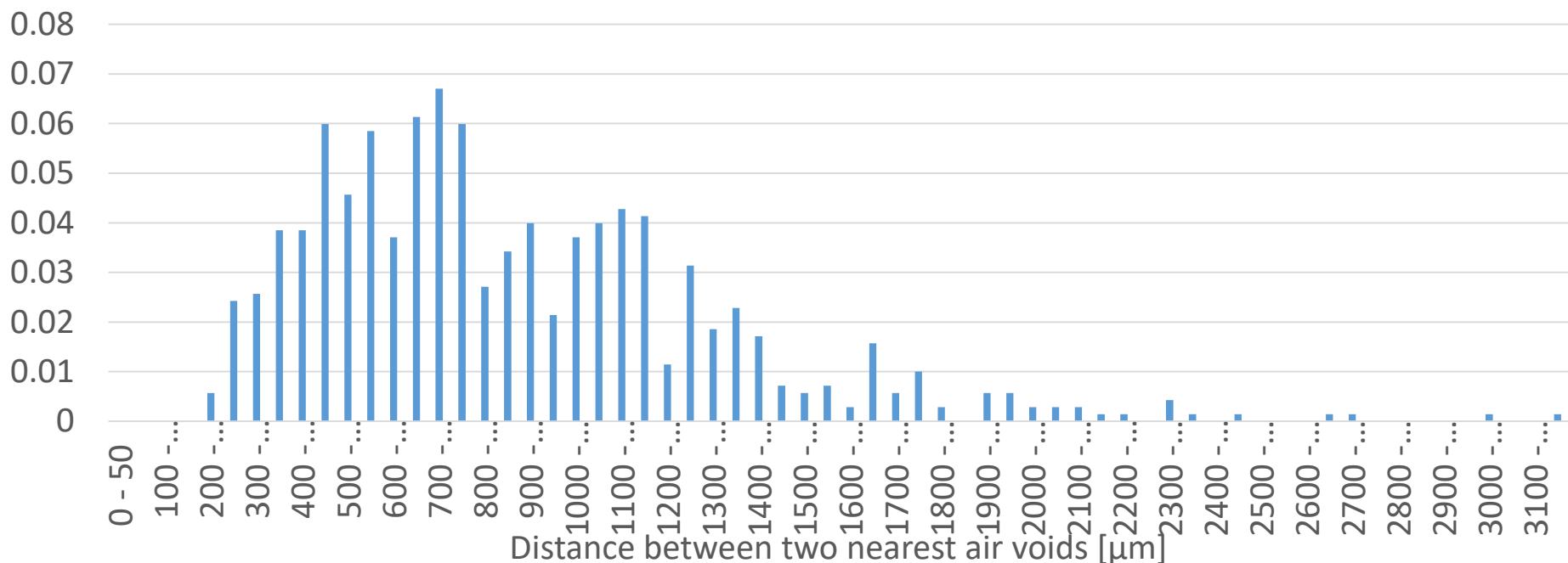
# Odległości między najbliższymi sąsiadami (30 um) S61



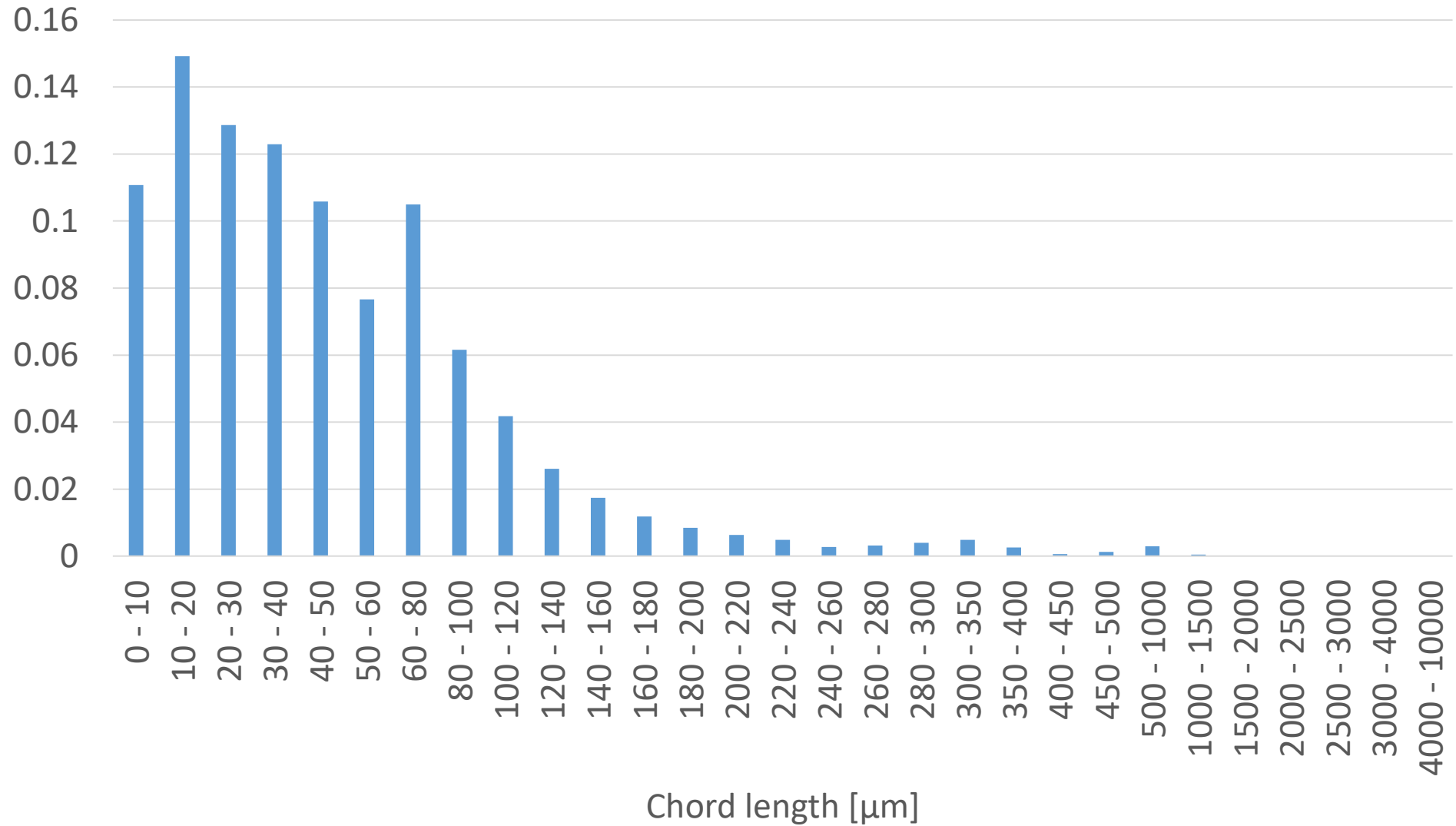
Distance between two nearest air voids [μm]

(b)

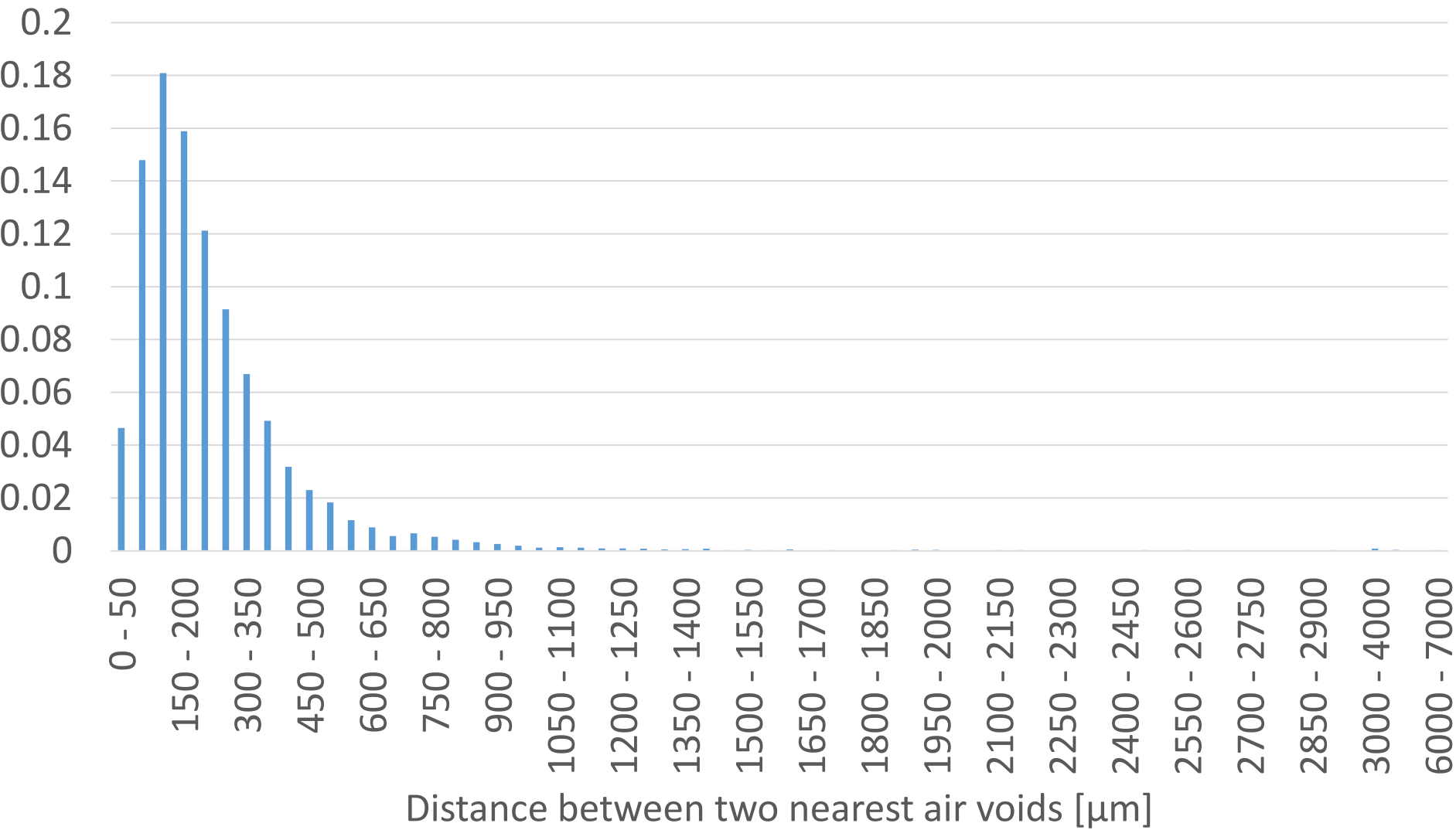
# Odległości między najbliższymi sąsiadami (200 $\mu\text{m}$ ) S61



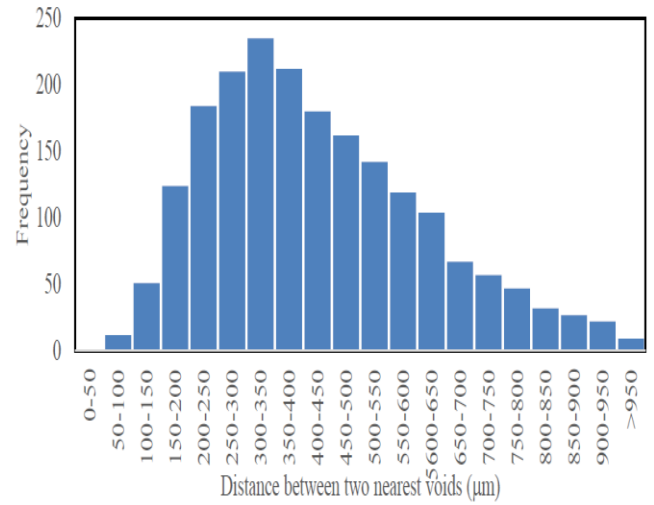
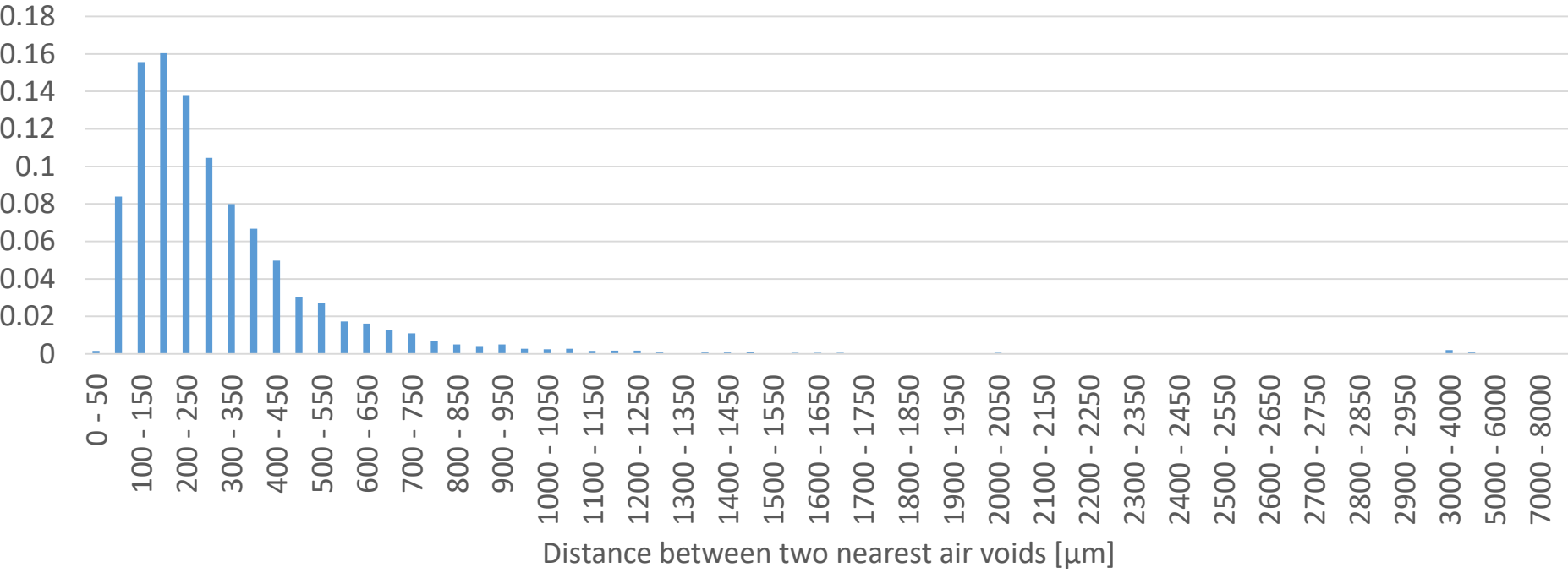
# Rozkład wielkości porów WP



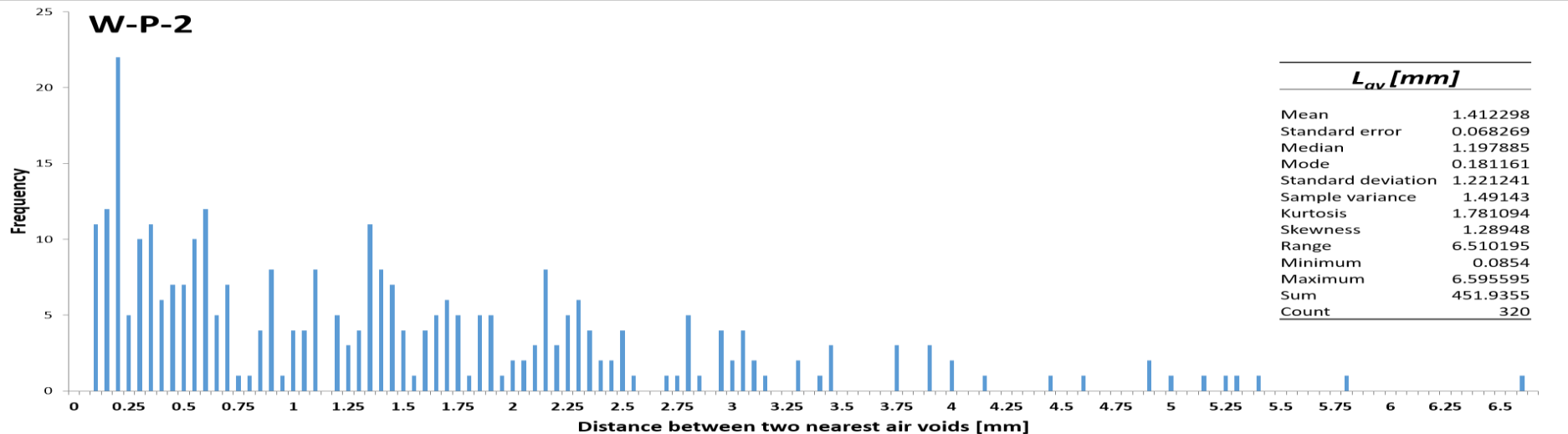
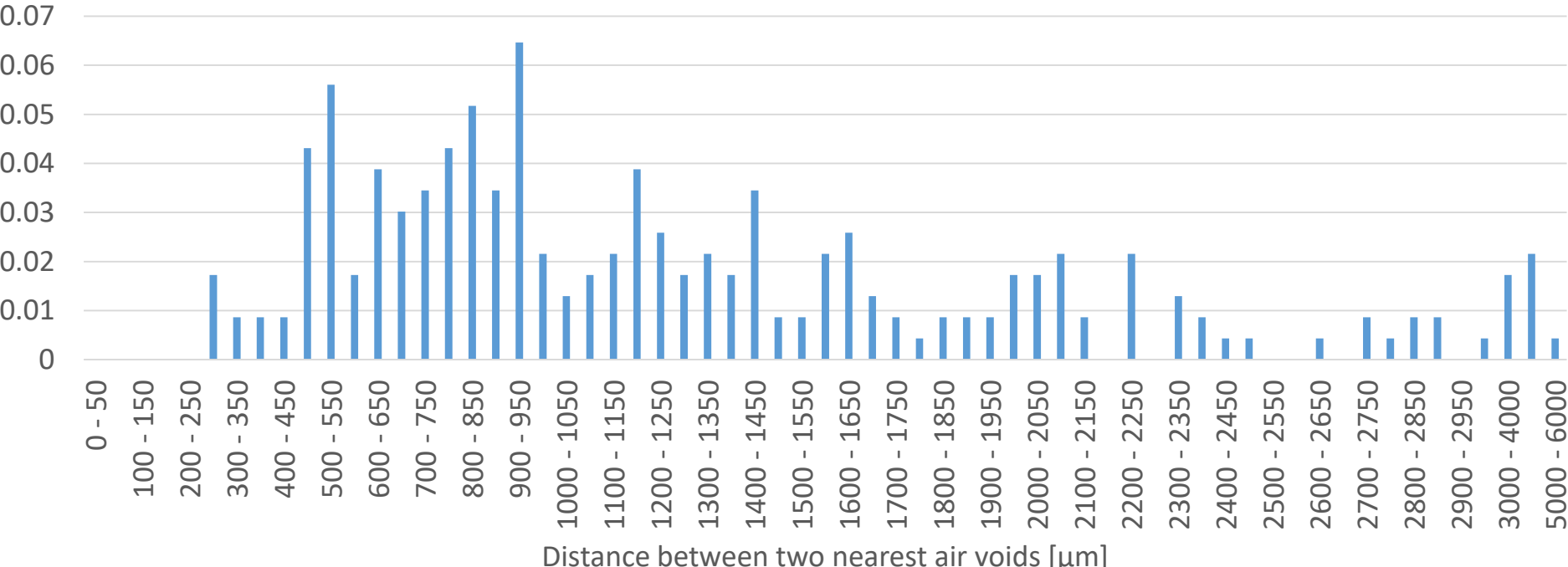
# Odległości między najbliższymi sąsiadami (6 $\mu\text{m}$ ) WP



# Odległości między najbliższymi sąsiadami (30 um) WP

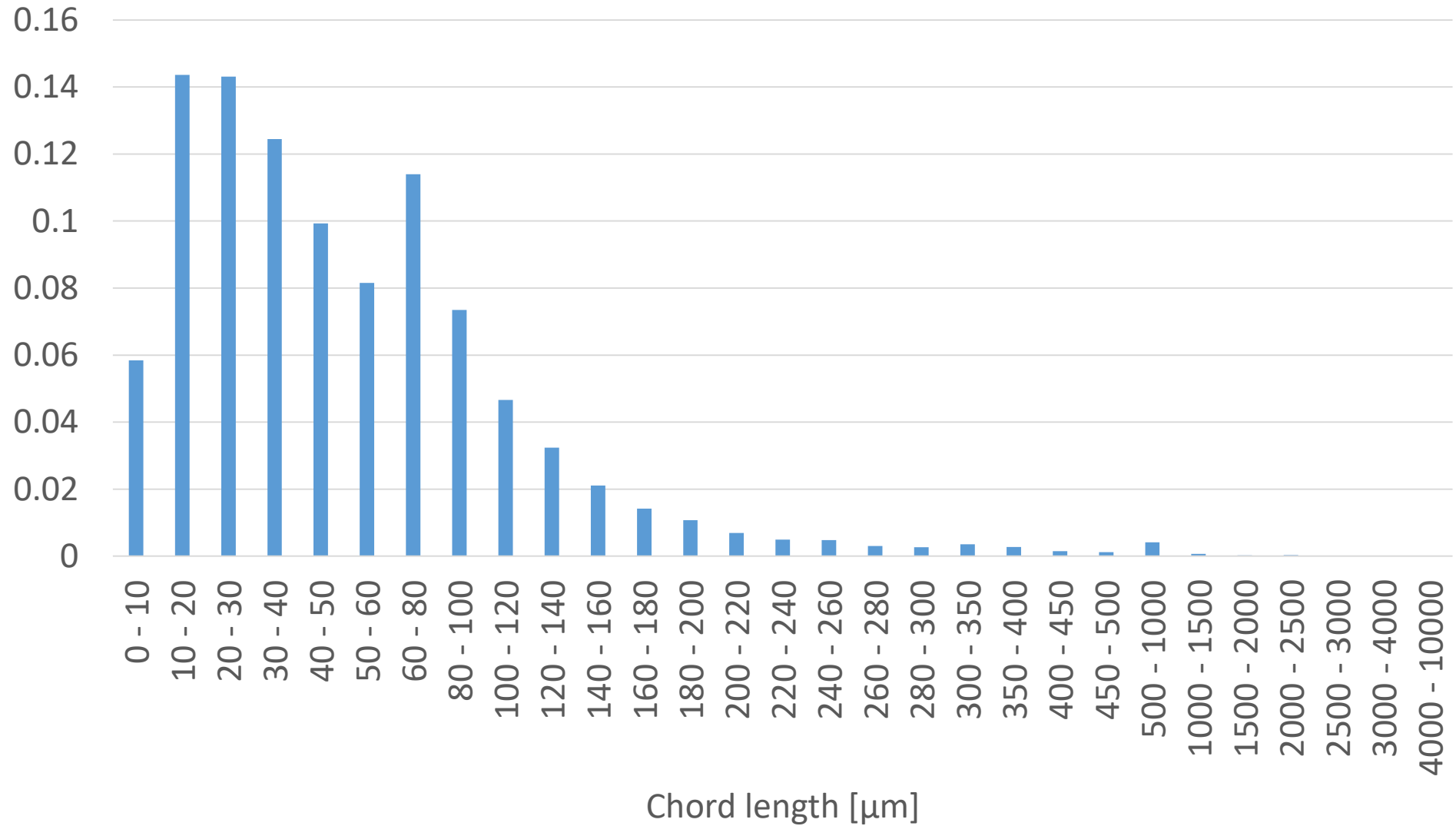


# Odległości między najbliższymi sąsiadami (200 $\mu\text{m}$ ) WP

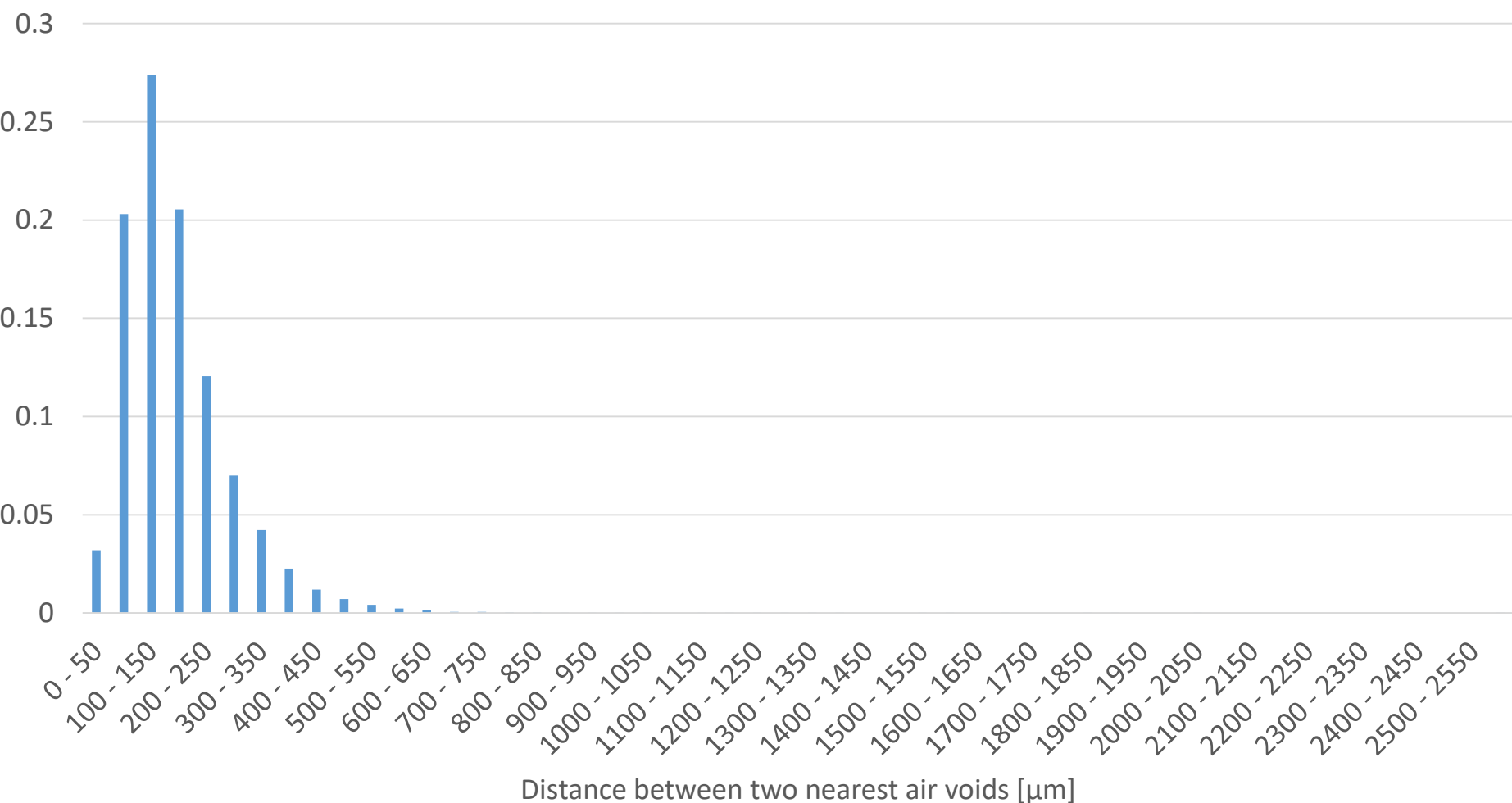




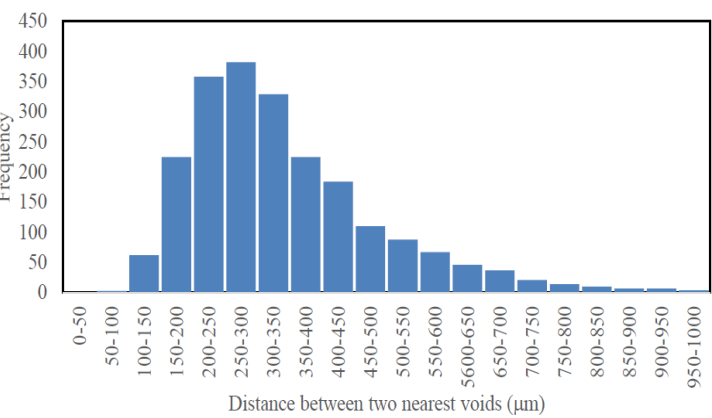
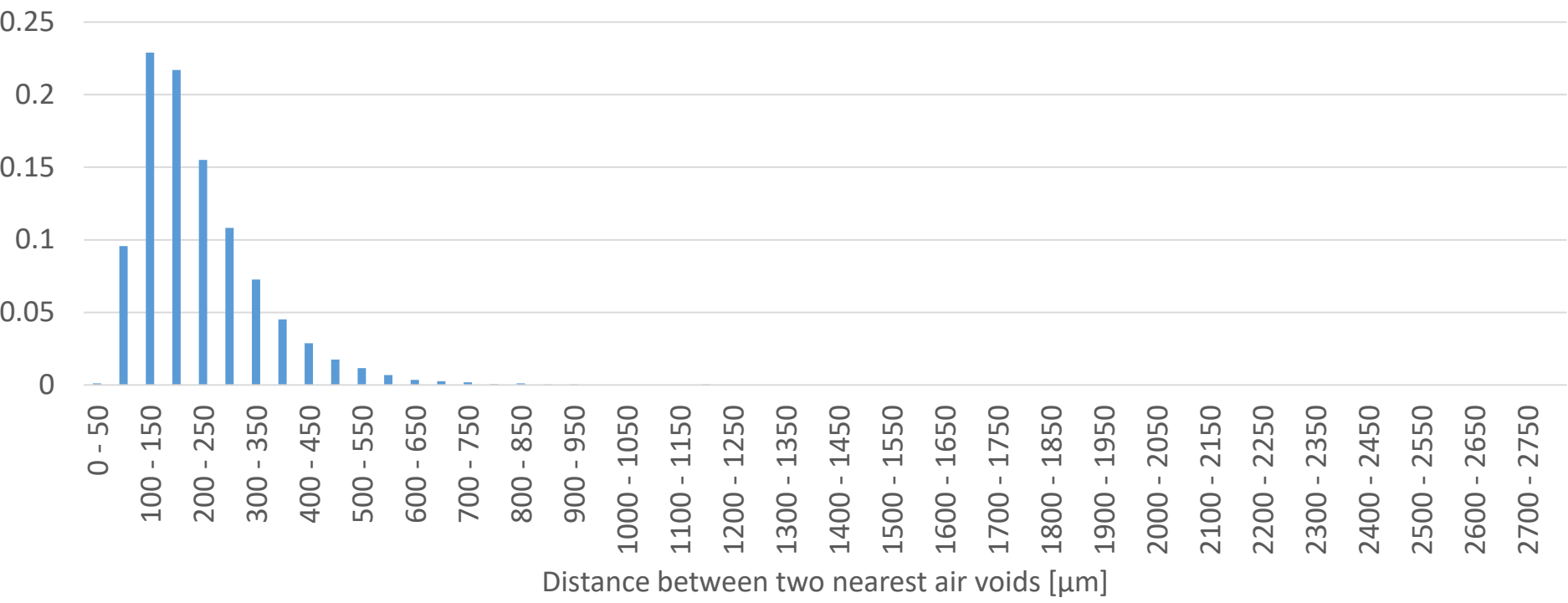
# Rozkład wielkości porów GWB



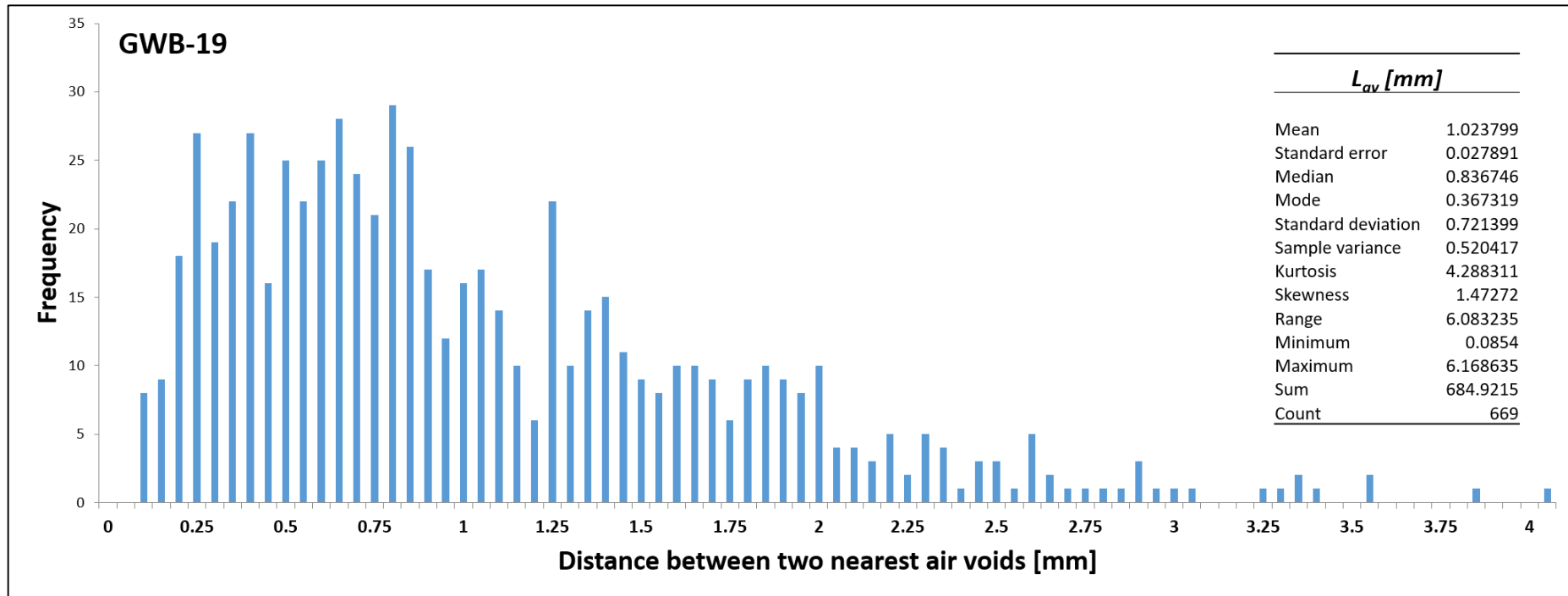
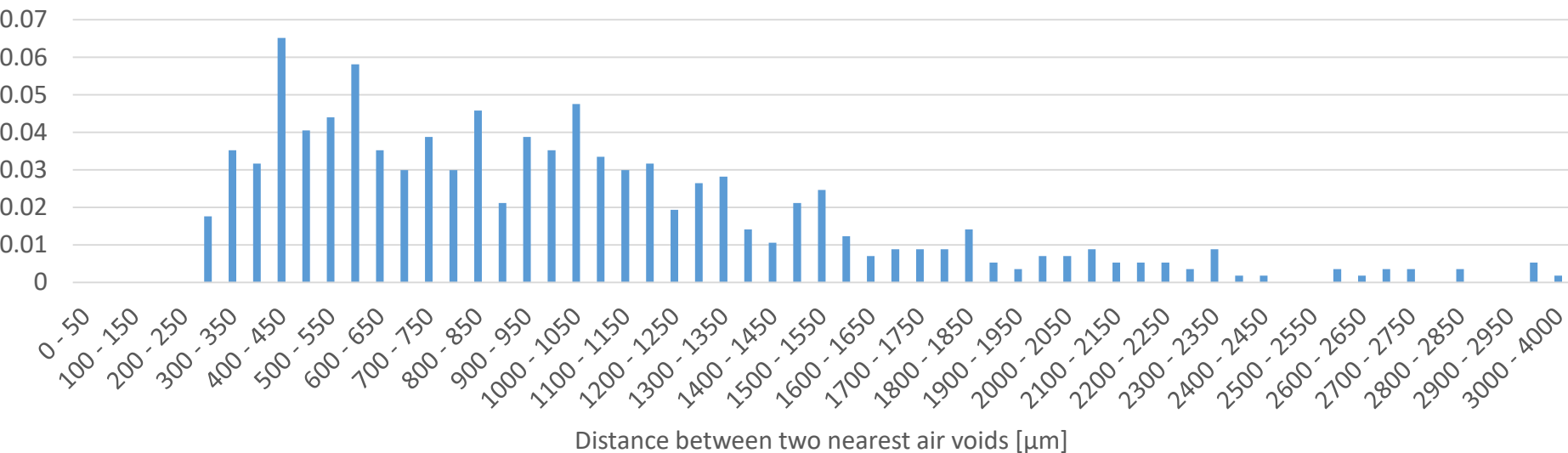
# Odległości między najbliższymi sąsiadami (6 $\mu\text{m}$ ) GWB



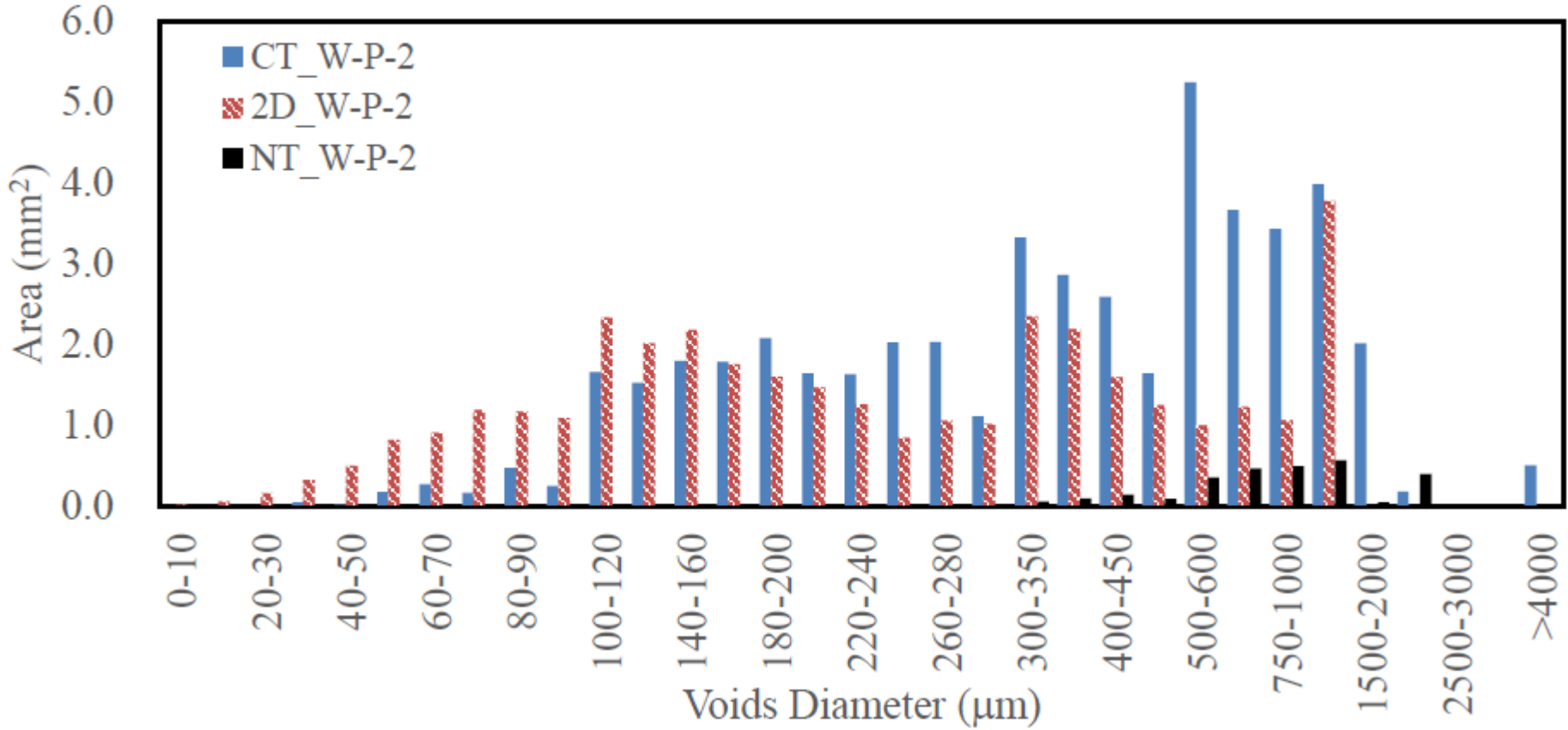
# Odległości między najbliższymi sąsiadami (30 um) GWB



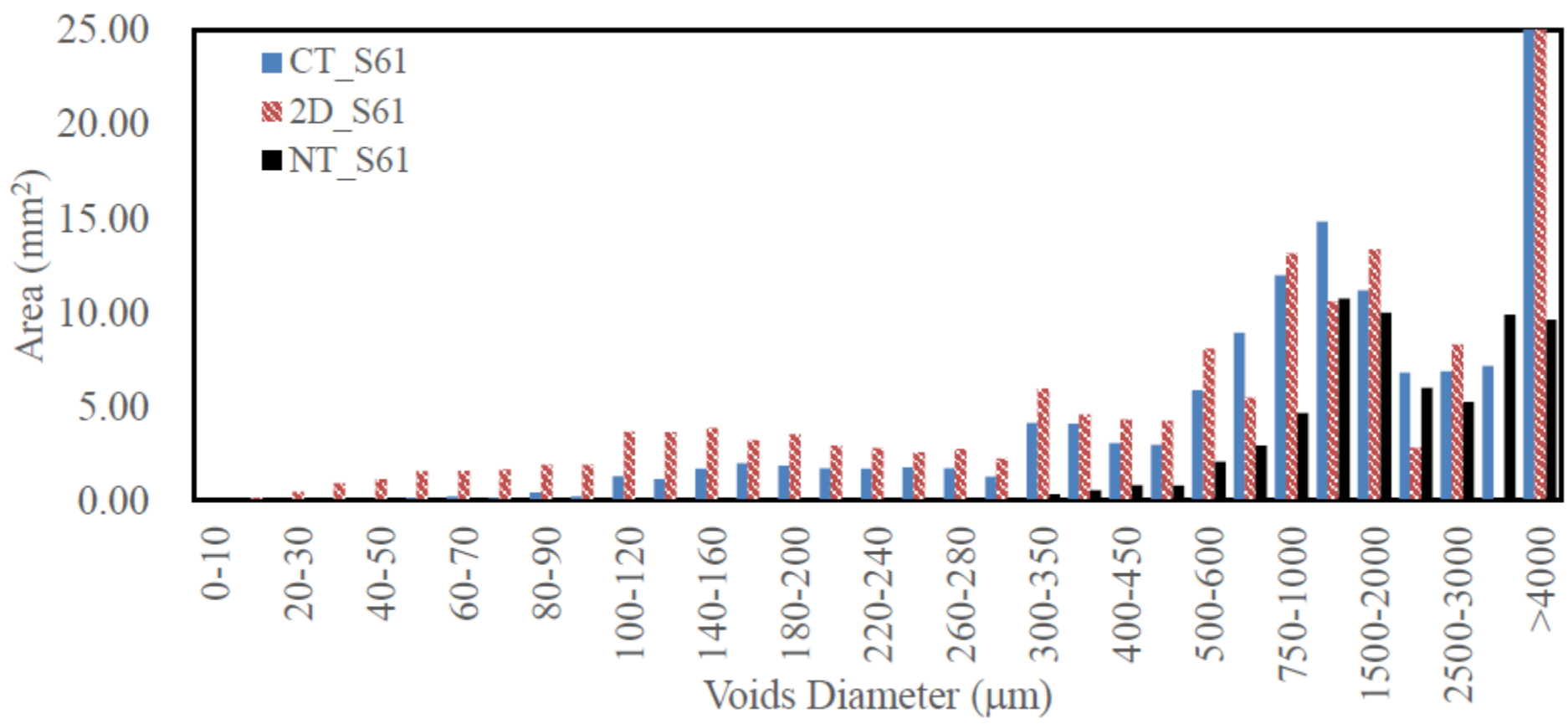
# Odległości między najbliższymi sąsiadami (200 $\mu\text{m}$ ) GWB



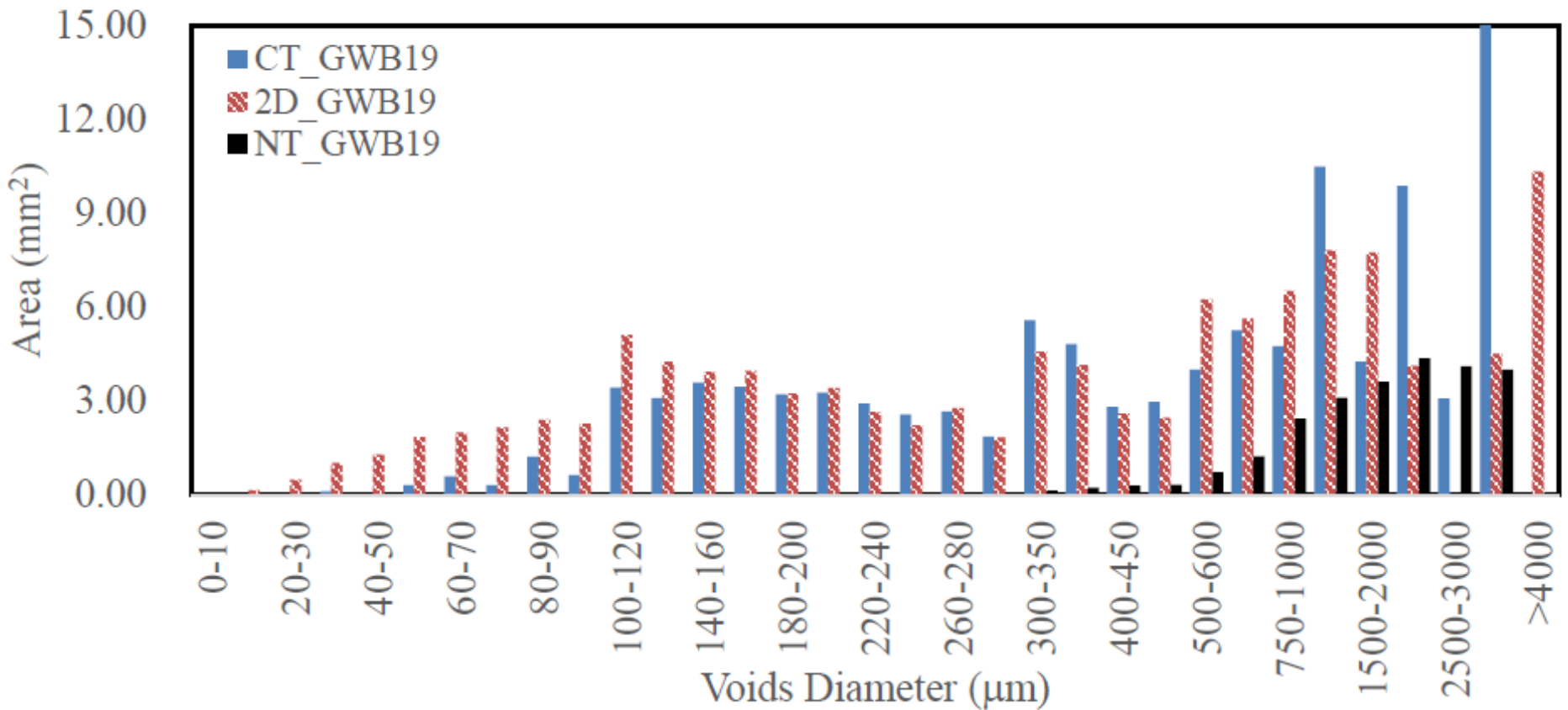
# Rozkład powierzchni porów



# Rozkład powierzchni porów



# Rozkład powierzchni porów



(c)

**Figure 10** Distribution of voids area (a) W-P-2, (b) S61 (c) GWB19



# Metoda trawersowa vs analiza obrazu

Pory powyżej 6  $\mu\text{m}$

	S61		WP		GWB19	
	Metoda trawersowa	Analiza obrazu	Metoda trawersowa	Analiza obrazu	Metoda trawersowa	Analiza obrazu
A [%]	6.56	7.68	1.60	1.68	4.18	6.79
L <sub>av</sub> [mm]	0.19	0.18	0.26	0.26	0.17	0.17
L <sub>Cav</sub> [mm]	-	0.23	-	0.31	-	0.22
A <sub>300</sub> [%]	1.89	2.38	0.79	1.03	2.28	2.47
A <sub>300</sub> (model) [%]	-	2.29	-	1.16	-	2.26

# Analiza obrazu 2D vs CT (Korea)

Pory powyżej 30  $\mu\text{m}$

	S61		WP		GWB19	
	2D	CT	2D	CT	2D	CT
A [%]	7.630	6.227	1.663	2.144	6.734	5.125
L <sub>av</sub> [mm]	0.230	-	0.333	-	0.218	-
L <sub>Cav</sub> [mm]	0.282	0.597	0.368	0.4396	0.260	0.332
A <sub>300</sub> [%]	2.330	0.828	1.014	0.834	2.426	1.583
A <sub>300</sub> (model) [%]	2.237	-	0.924	-	2.286	-

# Analiza obrazu 2D vs NT (Budapeszt)

Pory powyżej 200  $\mu\text{m}$

	S61		WP		GWB19	
	2D	NT	2D	NT	2D	NT
A [%]	5.995	3.65	0.922	0.10	4.909	1.31
$L_{av}$ [mm]	0.857	0.810	1.329	1.412	1.009	1.024
$L_{Cav}$ [mm]	0.886	1.340	1.329	1.715	1.043	1.456
$A_{300}$ [%]	0.694	-	0.274	-	0.599	-
$A_{300}$ (model) [%]	0.789	-	0.380	-	0.726	-

# Podsumowanie

- Konieczność zastosowania wspólnej metodologii do wszystkich trzech zestawów danych (mikroskopia optyczna 2D, tomografia rentgenowska 3D i tomografia neutronowa 3D), aby uzyskać bardziej porównywalne wyniki.
- Propozycja Budapesztu: zastosowanie wtyczki FIJI 3DRoiManager -> a może stworzenie własnej wtyczki do FIJI/ImageJ ???
- Analiza 2D zestawu zdjęć uzyskanych przy pomocy tomografii ???
- Ustalenie tych samych progów wielkości porów do analizy porównawczej
- W obliczeniach CT (Korea) wykorzystano to samo progowanie (225- 255) -> wyniki rozbieżne (wpływ rozdzielczości i kontrastu)
- W literaturze brak danych na temat stosowania tomografii neutronowej do charakterystyki porów

Dziękuję za uwagę!

Praca została przygotowana jako rezultat badań finansowanych przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach Projektu Nr V4-Korea/2/2018