

## **Analiza rozwoju spękań klastrowych w zaczynie cementowym modyfikowanym mikrokrzemionką**

**Maciej Szelaż, Stanisław Fic**

*Katedra Budownictwa Ogólnego, Wydział Budownictwa i Architektury, Politechnika Lubelska,  
e-mail: maciej.szelaż@pollub.pl, s.fic@pollub.pl*

**Streszczenie:** W artykule opisano przebieg badań nad możliwością zastosowania komputerowych technik analizy obrazu do oceny struktury spękań klastrowych na powierzchni modyfikowanych zaczynów cementowych. Wykonano 4 serie próbek, na dwóch cementach portlandzkich (CEM I 42,5R oraz CEM I 52,5R). Dodatkowo dwie serie zawierały mikrokrzemionkę jako substytut 10% zawartości cementu. Spękania próbek zostały uzyskane na drodze nagłego ich obciążenia temperaturą wynoszącą 250°C. Obraz spękanej powierzchni został uzyskany na drodze skanowania w rozdzielczości 2400 DPI, a do obróbki cyfrowej i pomiarów zastosowano program ImageJ v. 1.46r. Do opisu struktury spękań zaproponowano dwa parametry: średnia powierzchnia klastra ( $\bar{A}$ ) i średni obwód klastra ( $\bar{L}$ ). Celem pracy jest odniesienie uzyskanych z analizy obrazu parametrów stereologicznych do wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie badanych próbek. Dodatkowo rozpatrując strukturę zaczynu cementowego jako system dyspersyjny opisano proces tworzenia się struktur klastrowych, które transformując pod wpływem obciążeń zewnętrznych wpływają na ostateczne właściwości materiału kompozytowego.

**Słowa kluczowe:** analiza obrazu, zaczyn cementowy, spękania klastrowe, mikrokrzemionka, podwyższona temperatura

### **1. Wprowadzenie**

Oddziaływanie podwyższonej temperatury wpływa niekorzystnie na pracę konstrukcji budowlanych poprzez zmianę parametrów fizyko-mechanicznych nagrzanego materiału. Skutkuje to wystąpieniem w materiale naprężeń i odkształceń objętościowych. Zachodzące transformacje i reakcje wewnątrz wielofazowej struktury kompozytu cementowego powodują jego postępującą degradację wraz ze wzrostem oddziaływującej temperatury. W pracy analizie poddano zaczyn cementowy, który jest dwufazową mieszaniną cementu z wodą wraz z ewentualnymi dodatkami. Woda powoduje wiązanie spoiwa cementowego, w funkcji czasu twardniejąc tworzy trwałą strukturę zdolną do przenoszenia obciążeń eksploatacyjnych [1].

Reakcja matrycy cementowej na podwyższone temperatury jest złożona co wynika ze zróżnicowania chemicznego matrycy oraz występowania wielu poziomów niejednorodności strukturalnej [2]. Zmiany w składzie chemicznym i mikrostrukturze stwardniałego zaczynu cementowego pojawiają się stopniowo i w sposób ciągły od temperatury pokojowej aż do 1000°C [3, 4, 5]. Początkowo wraz ze wzrostem temperatury następuje stopniowe odparowanie wilgoci (woda wolna). Całkowite usunięcie wody niezwiązanej następuje w 105°C pod warunkiem wystarczająco długiej ekspozycji materiału na podwyższoną temperaturę. Od 105°C woda silnie związana chemicznie i fizycznie (w tym woda zawarta w produktach

hydratacji) zaczyna być usuwana z matrycy cementowej na skutek rozpadu i dehydratacji poszczególnych faz. Początkowo w temperaturze pomiędzy 150 – 180°C stabilność termiczną traci żel tobermorytowy [5]. W zakresie temperatur pomiędzy 200 – 400°C rozpoczyna się powolne, a potem szybko wzrastające oddawanie wody półzwiązanej (kapilarna, żelowa). Dekompozycja portlandytu ( $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}$ ) zaczyna występować najsilniej w temperaturze pomiędzy 450 – 550°C [6, 7]. W temperaturze 600 – 700°C następuje rozpad fazy CSH i formacja  $\beta$ -C2S i  $\beta$ -CS [8, 9]. Jednocześnie rozpoczyna się proces dekarbonizacji spoiwa cementowego ( $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ ). Postępujący rozkład kryształów cementowych pociąga za sobą spadek spójności materiału co skutkuje rozpadem zaczynu cementowego [10].

W makro- i mikroskali efektem przedstawionych wyżej procesów jest powstawanie rys na powierzchni i wewnątrz materiału [11, 12]. Degradacja materiału cementowego nie zależy tylko od wartości temperatury na jaką ekspozycyjny jest element, ale też od kinetyki nagrzewu. Prawdopodobieństwo wystąpienia powierzchniowych defektów struktury jest dużo większe w przypadku nagłego obciążenia próbki wysoką temperaturą (szok termiczny), niż w momencie gdy temperatura narasta w sposób stopniowy aż do określonej wartości [1, 13]. W przypadku betonu spękania w głównej mierze są spowodowane różną odkształcalnością termiczną kruszywa i matrycy cementowej oraz naprężeniami powstałymi w wyniku gradientu temperatur pomiędzy powierzchnią zewnętrzną a wewnętrzną materiału [14, 15]. Dodatkowo wzrastające w porach ciśnienie pary wodnej powoduje w nano- i mikrostrukturze przekroczenie lokalnej wytrzymałości na rozciąganie zaczynu cementowego co skutkuje jego postępującą degradacją.

W poniższym artykule przeanalizowano stopień spękań klastrowych powierzchni modyfikowanych zaczynów cementowych (bez i z dodatkiem mikrokrzemionki) powstałych w wyniku nagłej ekspozycji próbek na temperaturę wynoszącą 250°C. Ocenę degradacji struktury powierzchniowej wykonano z wykorzystaniem metod stereologicznej analizy obrazu, wspomaganą oprogramowaniem komputerowym. Celem artykułu jest odniesienie zmierzonych parametrów ilościowego opisu spękań do parametrów mechanicznych badanych kompozytów oraz podjęcie próby wyjaśnienia procesu organizacji powierzchniowej struktury spękań w zależności od miąższości i składu chemicznego cementu.

Dodatek mikrokrzemionki powoduje poprawę właściwości mechanicznych kompozytów na bazie cementu w przypadku narażenia na oddziaływanie podwyższonych temperatur [16, 17]. Szczegółowy opis dotychczas występującego zastosowania analizy obrazu w inżynierii materiałów budowlanych można znaleźć w pracy [18]. Stereologiczne badania ilościowej charakterystyki struktury cementowych materiałów wiążących na różnych poziomach strukturalnych w dotychczas przeprowadzanych pracach badawczych dotyczą pomiarów porowatości oraz rozkładu kruszywa w matrycy cementowej [15, 19, 20, 21]. Podejmowano również próby analizy spękań struktury kompozytów cementowych [22, 23, 24, 25, 26, 27, 28].

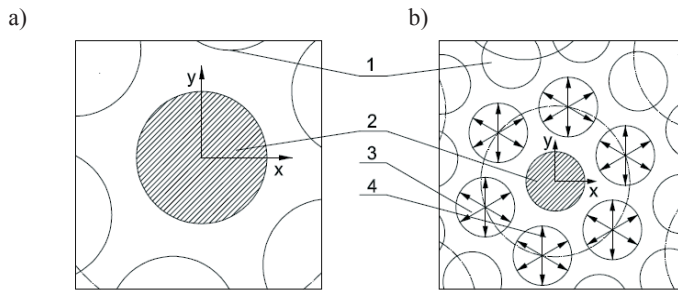
## 2. Definicja klastra i model rozwoju struktur klastrowych

Przez klastery należy rozumieć związek cząsteczek, które tworzą wspólną sieć powiązań. Indywidualne właściwości każdej cząsteczki są transformowane w integralne właściwości związku. Klastry charakteryzują się kształtem, wymiarami i właściwościami fizyko-mechanicznymi [2]. W makroskali klastery rozpatrzono jako obszar na powierzchni próbki ograniczony rysami, bądź rysami i krawędzią próbki. Przykładowy obraz badanej próbki wraz z podziałem na klastry został pokazany na Rys. 3b.

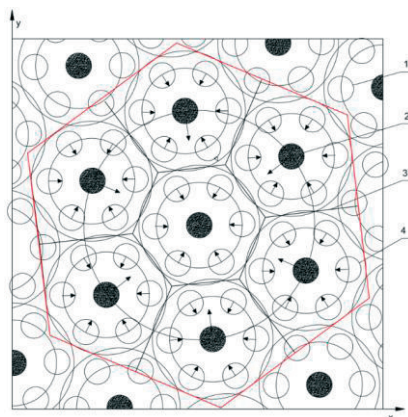
W artykule zaczyn cementowy traktowano jako system dyspersyjny, gdzie fazą dyspergującą jest woda a fazą rozproszoną jest cement. Oddziaływanie sił powierzchniowych w systemach dyspersyjnych jest związane ze zjawiskami fizycznymi nieskompensowanych sił molekularnych na granicach rozdziału pomiędzy fazami. W przypadku obecności wody wokół cząsteczek jako fazy stałej pomiędzy nimi pojawiają się siły kapilarne. Następnie tworzą się „nanoblony” na cząsteczkach z otaczającego płynu, które charakteryzują się parametrem zwilżenia ( $l$ ), krzywizną powierzchni ( $r$ ) oraz napięciem powierzchniowym ( $\sigma$ ) na granicy rozdziału faz. W wyniku zmiany ciśnienia środowiska i płynu ( $\Delta P$  – ciśnienie Laplace’a) i pojawienia się siły kapilarnej ( $F_k$ ) można ją ilościowo obliczyć za pomocą równania (1). W systemach dyspersyjnych siły kapilarne powstałe na skutek zjawisk fizycznych (głównie gradientu ciśnienia), w znacznym stopniu decydują o ich właściwościach fizycznych i mechanicznych. Model systemu dyspersyjnego i tworzenia struktury klastrowej został przedstawiony na Rys. 1. Przedstawione zjawisko zostało szerzej omówione w pracy [2].

$$F_k = \Delta P S_o \sigma l \quad (1)$$

gdzie:  $S_o$  – powierzchnia zwilżenia



Rys. 1. Dwuwymiarowy model systemu dyspersyjnego z jedną (a) i wieloma cząsteczkami tworzącymi strukturę klastrową (b) [2], gdzie: 1 – cząsteczki otaczające; 2 – cząsteczki, które tworzą strukturę; 3 – siły oddziaływania międzycząsteczkowego otaczających centrum; 4 – siły oddziaływania pomiędzy cząsteczkami tworzącymi strukturę i otaczających.



Rys. 2. Mechanizm tworzenia się klastrow na różnych poziomach niejednorodności strukturalnej materiału [2], gdzie: 1 – zwykłe cząsteczki obwodowe; 2 – cząsteczki strukturotwórcze; 3 – granice rozdziału między klastrami na niższym poziomie niejednorodności strukturalnej; 4 – granice rozdziału między klastrami na wyższym poziomie niejednorodności strukturalnej.

Siły kapilarne powoduj wzajemne przyciganie si czsteczek, ktre maj tendencj do tworzenia agregat wizcych (zbir  $n$ -czsteczek tworzcych klastery, gdzie  $n$  – liczba czsteczek) o rżnej wielkoci, gdzie agregat wizcy moĝna rozpatrywa jako klastery w nano- i mikroskali. Wraz ze zwikszeniem poziomu skali klastery na wyĝszym poziomie tworz i ksztaltuj klastry z niĝszego poziomu, co zostało pokazane na Rys. 2. Na styku klastrw na moĝliwie niskim poziomie niejednorodnoci struktury powstaj midzyklastrowe powierzchnie rozdziau, ktre wystpuj w postaci rys technologicznych utworzonych w pocztkowym okresie organizacji struktury zaczynu cementowego. W wyniku przyĝoĝonego obciżenia w postaci podwyĝszonej temperatury nastpuj odksztacenia objtociowe zaczynu cementowego jako caoci i jego poszczegolnych faz na rżnych poziomach niejednorodnoci strukturalnej. Odksztacenia objtociowe powoduj transformacj rys technologicznych na drodze ich propagacji w mikrorysy, a nastpnie w makrorysy widoczne na powierzchni elementu.

### 3. Uĝyte materiay i metodyka bada

Badania zostały przeprowadzone na 4 seriach prbki zaczynu cementowego. W ramach kaĝdej serii zostały wykonane prbki o trzech wskaźnikach  $w/s$  – 0,4; 0,5; 0,6 (woda/spoiwo – gdzie jako spoiwo naleĝy rozumie ączn zawarto cementu i mikrokrzemionki w prbce). Zastosowanie wskaźnika  $w/s$  wynika z faktu zastosowania mikrokrzemionki jako zamiennika cementu, a nie jako dodatku. W ramach przeprowadzonych bada wykonano nastpujce receptury zaczynw cementowych:

- C42 – 100% CEM I 42,5R + woda,
- C42MK – 90% CEM I 42,5R + 10% mikrokrzemionka + woda,
- C52 – 100% CEM I 52,5R + woda,
- C52MK – 90% CEM I 52,5R + 10% mikrokrzemionka + woda.

Tabela 1. Charakterystyka chemiczna oraz milko zastosowanych cementw portlandzkich.

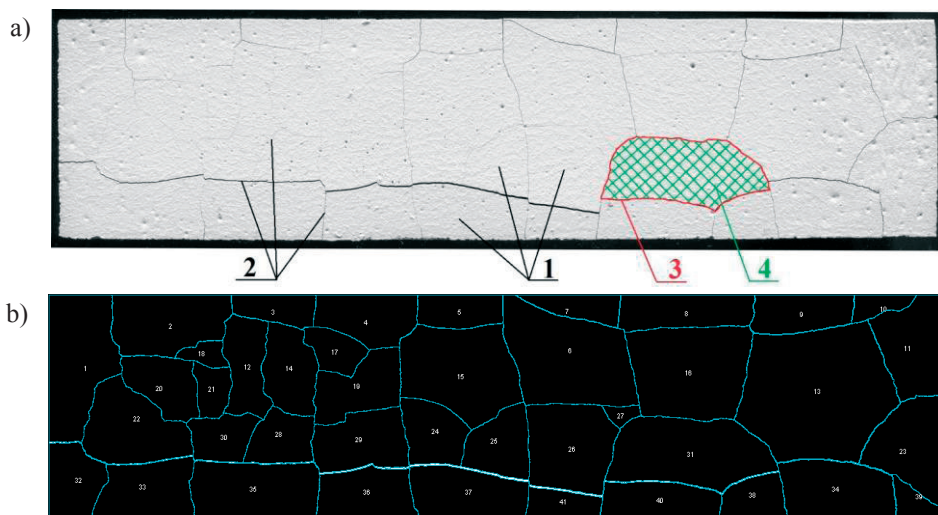
	Analiza chemiczna [%]									Powierzchnia wlciwa Blaine'a [cm <sup>2</sup> /g]
	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	Cl	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	
CEM I 42,5R	20,18	3,39	4,38	64,79	1,17	2,91	0,083	0,26	0,49	4010
CEM I 52,5R	20,19	3,30	4,33	64,76	1,17	3,16	0,078	0,26	0,48	4596

Do bada uĝyto dwch cementw portlandzkich o charakterystyce przedstawionej w Tabelicy 1. Wszystkie prbki wykonano jako beleczki wlciwe do bada zaczynw i zapraw, o wymiarach 40x40x160 mm. Zaczyn w formach ukadany by w dwch warstwach, kolejno po sobie zagszczanych przy uĝyciu znormalizowanej wstrzsarki, zgodnie z PN-EN 196-1 [29]. Nastpnie prbki by przechowywane przez 28 dni w warunkach powietrzno – suchych. Badania stereologiczne struktury spekn zostały wykonane w oparciu o cyfrowe skany powierzchni prbki w rozdzielczoci 2400 DPI (94,488 pikseli/mm) przy uĝyciu skanera Epson V37. Przed skanowaniem, w celu wyeliminowania ewentualnych rżnic w barwie powierzchni (niepoĝadane na dalszym etapie obrbki), na skanowanej powierzchni prbki wykonano cienko-warstwow powok akrylow w biaym kolorze.

Spekania zostały spowodowane nagym obciżeniem prbki temperatur. Piec został nagrzan do temperatury 250°C, nastpnie prbki zostały do niego woĝone na okres 4 godzin. Zastosowanie  $w/w$  sposobu obciżenia prbki temperatur jest warunkowane

wymuszeniem powstania rys i spękań na drodze odkształceń objętościowych próbki – pęcznienia w fazie ogrzewania i skurczu w fazie studzenia. W zakresie temperatur do 250°C następuje tylko odparowanie wolnej wody i dekompozycja żelu tobermorytowego. Produkty hydratacji cementu wykazują się jeszcze dużą stabilnością chemiczną, co powoduje tylko niewielki spadek wytrzymałości na ściskanie w analizowanym zakresie temperatur. Powstające w porach i kapilarach zaczynu ciśnienie pary wodnej powoduje propagację i przekształcanie rys technologicznych, obecnych w strukturze materiału jeszcze przed przyłożeniem obciążeń eksploatacyjnych, w makrorysy widoczne na powierzchni próbki. W ten sposób nastąpiła ekstrakcja defektów struktury zaczynu cementowego, bez nadmiernego pogarszania właściwości mechanicznych badanego materiału.

Obróbkę i analizę obrazów wykonano w programie ImageJ v. 1.46r. Pierwotny obraz spękaną próbkę został poddany obróbce graficznej w celu „wyeksponowania” rys do dalszej analizy. Powierzchnia ograniczająca pomiar nie obejmowała całej próbki, a zawierała się obszarze 157x38,5 mm. Wynikało to z konieczności ustalenia stałego pola powierzchni dla każdej próbki ponieważ w wyniku nagłego obciążenia podwyższoną temperaturą zaczyn cementowy wykazywał tendencję do deformacji objętościowych. Na analizowanym obszarze zastosowano filtry kontrastu i ostrości, a następnie w celu wykonania pomiarów transformowano go na obraz binarny w 8-bitowej skali szarości. Następnie za pomocą modułu „analyze particles” zmierzono następujące parametry na powierzchni próbek: średnia powierzchnia klastra ( $\bar{A}$ ) oraz średni obwód klastra ( $\bar{L}$ ). Przykładowy obraz próbki przed i po obróbce pokazano na Rys. 3.

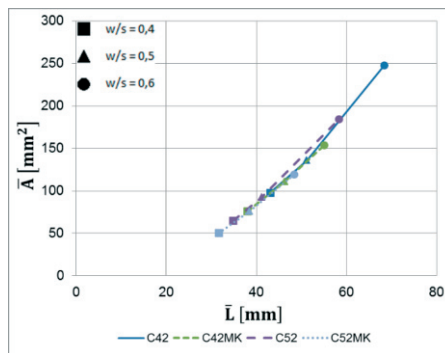


Rys. 3. Obraz zeskanowanej powierzchni próbki serii C42 o  $w/s=0,5$ : a) obraz pierwotny po skanowaniu; b) obraz po obróbce graficznej z podziałem na klastry; 1 – powstałe klastry, 2 – rysy tworzące międzyklastrową powierzchnię rozdziału, 3 – obwód klastra, 4 – powierzchnia klastra

Po przeprowadzeniu analizy obrazu próbki poddano badaniom wytrzymałościowym. Wykonano badanie wytrzymałości na ściskanie ( $f_c$ ) – zgodnie z PN-EN 12390-3 [30], oraz wytrzymałości na rozciąganie ( $f_{ct}$ ) w schemacie trójpunktowego zginania – zgodnie z PN-EN 12390-5 [31]. Przedstawione w pracy wyniki pomiarów parametrów sterologicznych są średnią z 4 próbek, wyniki wytrzymałości na rozciąganie – średnia z 6 próbek, wyniki wytrzymałości na ściskanie – średnia z 12 próbek.

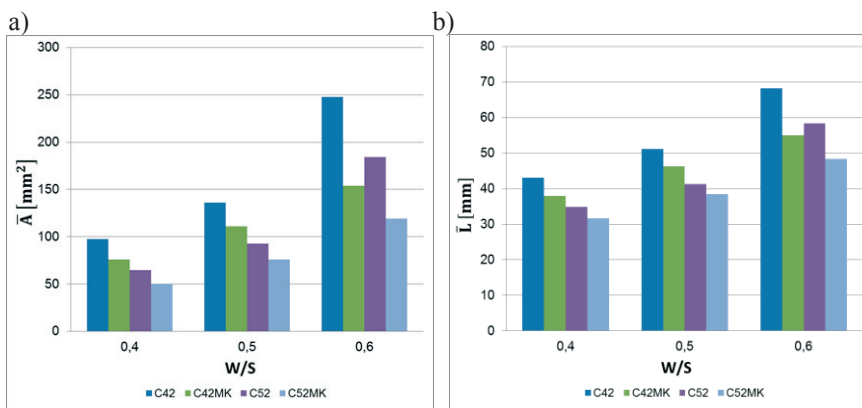
#### 4. Otrzymane wyniki i ich analiza

Analizując otrzymane wyniki (Rys. 4) można zauważyć wysoką korelację pomiędzy  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$ , co świadczy o przybliżonej geometrii klastrow ograniczonych pęknięciami w każdej rozpatrywanej próbce niezależnie od serii. Wszystkie próbki wykonane przy użyciu cementu CEM I 52,5R (C52, C52MK) charakteryzują się mniejszym  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$  niż próbki wykonane na cemencie CEM I 42,5R (C42, C42MK), co zostało pokazane na Rys. 5. Tym samym powierzchnia próbek serii C52 i C52MK jest bardziej spękana niż powierzchnia próbek serii C42 i C42MK. Zastosowanie mikrokrzemionki (C42MK, C52MK) spowodowało spadek zarówno  $\bar{A}$ , jak i  $\bar{L}$  w odniesieniu do odpowiednich próbek wzorcowych (C42, C52) średnio o 19,9% dla próbek z cementem CEM I 42,5R i o 18,2% dla próbek z cementem CEM I 52,5R. Dodatkowo zauważono, że wraz ze wzrostem wskaźnika w/s rośnie również wartość  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$  w poszczególnych seriach.



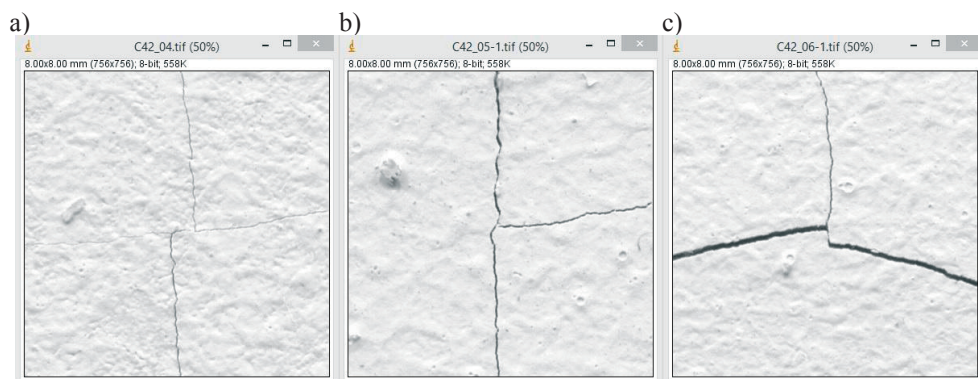
Rys. 4. Średnia powierzchnia klastra ( $\bar{A}$ ) w funkcji średniego obwodu klastra ( $\bar{L}$ )

Rozpatrując charakter spękań należy również wziąć pod uwagę szerokość rozwarcia powstałych rys. Zauważono, że im mniejsza wartość  $\bar{A}$  i jednocześnie mniejszy stosunek w/s tym mniejsza szerokość rozwarcia rys tworzących klastry, niezależnie od serii. Powyższa zależność została zobrazowana na Rys. 6.



Rys. 5. Wyniki pomiarów stereologicznych: a) średnia powierzchnia klastra ( $\bar{A}$ ), b) średni obwód klastra ( $\bar{L}$ )

Skład chemiczny obu zastosowanych spoiw cementowych (Tablica 1) jest praktycznie jednakowy co przekłada się na jednakowy skład fazowy. Zatem ilościowa zawartość głównych faz cementowych (C3S, C2S, C3A, C4AF), a dalej hydratów będących produktem reakcji hydratacji cementu w obrębie jednego wskaźnika  $w/s$  nie wpływa na proces organizacji i stopień spękania powierzchni. Czynnikiem warunkującym powstanie gęstszej sieci spękań, w poszczególnych grupach wskaźnika  $w/s$ , w przypadku zaczynu serii C52 i C52MK w porównaniu do serii C42 i C42MK jest stopień zmielenia cementu wyrażony za pomocą powierzchni właściwej Blaine'a (powierzchnia właściwa CEM I 52,5R jest o 14,6% wyższa od powierzchni właściwej CEM I 42,5R). Ze wzoru (1) wynika, że wartość sił kapilarnych jest proporcjonalna do wielkości cząstek tworzących agregat wiążący, ponieważ powierzchnia zwilżenia wzrasta wraz z rozmiarem cząstki. W związku z tym zasięg „przyciągania” cząsteczki strukturotwórczej okalających cząsteczek cementu w początkowym etapie organizacji struktury jest większy w przypadku cementu o grubszym uziarnieniu (C42, C42MK) niż dla próbek z cementem o większej miאלkości (C52, C52MK). Wraz z powiększeniem rozmiaru kształtującego się klastra w makroskali (wyrażonego w artykule wartościami  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$ ) zmniejsza się kohezja pomiędzy sąsiadującymi klastrami, co powoduje przerwanie ciągłości struktury próbki. Na styku klastrów powstają rysy o rozwarości zwiększającej się wraz z rozmiarem klastra, co ma miejsce w przypadku próbek gdzie zastosowano cement o mniejszej powierzchni właściwej (C42, C42MK).



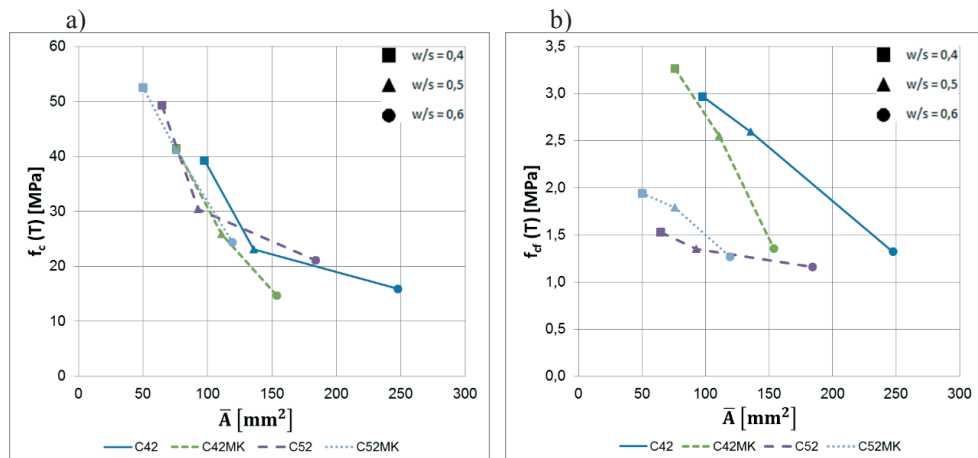
Rys. 6. Szerokość rozwarcia rys klastrowych w zależności od  $w/s$  na przykładzie serii C42: a)  $w/s = 0,4$ ; b)  $w/s = 0,5$ ; c)  $w/s = 0,6$

Wzrost  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$  oraz szerokości rozwarcia rys wraz ze wzrostem wskaźnika  $w/s$  niezależnie od serii należy wyjaśnić tym, że w momencie zmniejszania ilości cementu w objętości próbki zmniejsza się gęstość zaczynu cementowego. Towarzyszy temu wzrost stopnia rozproszenia cementu co skutkuje bardziej równomiernym rozłożeniem wartości sił kapilarnych i oddziaływań międzycząsteczkowych w rozpatrywanej przestrzeni. Niska całkowita, właściwa energia wewnętrzna układu powoduje spadek kohezji. Wcześniej wykazano, że spadek kohezji wiąże się ze wzrostem rozmiaru klastra, a dodatkowo w tym wypadku powstająca makrorysa potrzebuje dostarczenia mniejszej energii z zewnątrz w celu dalszej propagacji i zwiększenia swojej rozwarości.

Zastosowanie mikrokrzemionki powoduje znaczne zmniejszenie porowatości zaczynu cementowego i modyfikuje korzystnie jego właściwości poprzez wiązanie wodorotlenku wapniowego w wyniku czego powstają uwodnione krzemiany wapnia cechujące się dużą wytrzymałością i trwałością. Powstanie nadliczbowej fazy CSH dodatkowo spaja strukturę

(zasklepiane są rysy technologiczne) materiału co bezpośrednio przekłada się na wzrost energii jaką trzeba dostarczyć do próbki aby lokalna wytrzymałość na rozciąganie zaczynu cementowego została przekroczona. Wynikający z tego wzrost kohezji materiału i energii wewnętrznej układu nie pozwala na tworzenie się struktur klastrowych o dużych rozmiarach i o znacznych odległościach pomiędzy międzyklastrowymi powierzchniami rozdziału (makrorysy o dużej rozwarości).

Celem uzupełnienia powyższych rozważań na Rys. 7 przedstawiono wyniki z badań wytrzymałościowych po obciążeniu próbki temperaturą w funkcji  $\bar{A}$ . W każdej grupie  $w/s$  najwyższą wytrzymałość na ściskanie uzyskały próbki serii C52MK, a najniższą C42. Przykładowo dla  $w/s = 0,4$  wytrzymałość na ściskanie próbek serii C42 stanowi 74,7% wytrzymałości próbek serii C52MK. Stwierdzono, że charakter spękań powierzchni próbek nie wpływa zasadniczo na otrzymane wyniki ponieważ wytrzymałość na ściskanie głównie zależy od porowatości materiału, która jest mniejsza dla próbek z mikrokrzemionką. Natomiast najwyższą wytrzymałość na rozciąganie uzyskały próbki serii C42MK, a najniższą próbki serii C52. W tym wypadku wytrzymałość na rozciąganie próbek serii C52 stanowi 61,8% wytrzymałości próbek serii C42MK. Stwierdzono, że gęsta struktura spękań próbek serii C52 i C52MK pomimo niewielkiej szerokości rozwarcia rys wpływa niekorzystnie na wartość wytrzymałości na rozciąganie w porównaniu do próbek serii C42 i C42MK. Siły spójności pomiędzy sąsiadującymi klastrami są odwrotnie proporcjonalne do szerokości rozwarcia rys, jednakże duże ich zagęszczenie na powierzchni próbki zmniejsza wypadkową spójność materiału w aspekcie rozciągania matrycy cementowej. Dodatkowo zauważono, że linia przełomu przechodzi przez międzyklastrowe powierzchnie rozdziału.



Rys. 7. Parametry wytrzymałościowe po obciążeniu temperaturą w funkcji  $\bar{A}$ : a) wytrzymałość na ściskanie -  $f_c$ ; b) wytrzymałość na rozciąganie -  $f_t$

## 5. Podsumowanie

Zastosowana w pracy metoda badawcza pozwoliła na ilościowy opis defektów struktury powierzchni modyfikowanych zaczynów cementowych. Na podstawie otrzymanych wyników badań stereologicznych stwierdzono, że charakter spękań powierzchni, otrzymanych na drodze obciążenia próbki temperaturą wynoszącą 250°C w głównej mierze zależy



od powierzchni właściwej Blaine'a cementu oraz od oddziaływań międzycząsteczkowych w środowisku dyspersyjnym. W przypadku obecności dwóch faz (woda – cement) występujące siły kapilarne powodują wzajemne przyciąganie się cząsteczek cementu, które mają tendencję do tworzenia agregatów wiążących ograniczonych międzyklastrowymi powierzchniami rozdziału na każdym poziomie niejednorodności strukturalnej. Stwierdzono, że wraz ze wzrostem rozmiaru klastra (wyrażonego wartościami  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$ ) ograniczonego rysami zwiększa się również ich szerokość rozwarcia. Określono, że wraz ze spadkiem wskaźnika w/s następuje zagęszczenie struktury spękań co nie wpływa negatywnie na wytrzymałość na ściskanie, ale obniża natomiast wytrzymałość na rozciąganie matrycy cementowej. Zastosowanie mikrokrzemionki powoduje obniżenie wartości  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$  w porównaniu do próbek wzorcowych przy jednoczesnej poprawie parametrów wytrzymałościowych. Natomiast w wyniku porównania wartości  $\bar{A}$  i  $\bar{L}$  stwierdzono, że geometria klastrow nie zależy od obecności mikrokrzemionki, rodzaju cementu oraz wskaźnika w/s jest bardzo zbliżona dla każdej próbki.

Należy jednak podkreślić, że charakter przeprowadzonych badań wymaga bardzo dużej dokładności na każdym etapie w przeprowadzonym procesie technologicznym, począwszy od mieszania zaczynu cementowego, przez zagęszczanie, pielęgnację, a skończywszy na procesie obciążania temperaturą. Wszelkie niedokładności w wykonaniu bądź odstępstwa od pierwotnych założeń na którymkolwiek z powyższych etapów mogą wpływać negatywnie na dokładność i poprawność wyników.

Opracowanie pomiarów mogących w ilościowy sposób opisać charakter spękań klastrowych powierzchni kompozytowego materiału budowlanego może przyczynić się do rozwoju nie inwazyjnych metod oceny trwałości i wytrzymałości wyrobów budowlanych pod wpływem obciążeń eksploatacyjnych.

## Literatura

- 1 Neville A.M. *Właściwości Betonu*. Polski Cement, 2000.
- 2 Fic S.B., Vyrovoy V.N., Dorofeev V.S. *Procesy samoorganizacji struktury kompozytowych materiałów budowlanych*. Politechnika Lubelska, 2013.
- 3 Naus D.J. *The effect of elevated temperature on concrete materials and structures – a literature review* (No. ORNL/TM-2005/553). Oak Ridge National Laboratory, 2006
- 4 Schneider U. *Concrete at high temperatures - a general review*. Fire Safety Journal 13(1) (1988) 55-68.
- 5 Harmathy T.Z. *Thermal properties of concrete at elevated temperatures*. Journal of Materials 5 (1970) 47-74.
- 6 Handoo S.K., Agarwal S., Agarwal S.K. *Physico – chemical, mineralogical, and morphological characteristics of concrete exposed to elevated temperatures*. Cement and Concrete Research 32 (2002) 1009-1018.
- 7 Georgali B., Tsakiridis P.E. *Microstructure of fire – damaged concrete, a case study*. Cement and Concrete Composites 27 (2005) 255-259.
- 8 Peng G.F., Huang Z.S. *Change in microstructure of hardened cement paste subjected to elevated temperatures*. Construction and Building Materials 22 (2008) 593-599.
- 9 Alonso C., Fernandez L. *Dehydration and rehydration process of cement paste exposed to high temperature environments*. Journal of Material Science 39 (2004) 3015-3024.
- 10 Mendes A., Sanjayan J.G., Gates W.P., Collins F. *The influence of water absorption and porosity on the deterioration of cement paste and concrete exposed to elevated temperatures, as in a fire event*. Cement and Concrete Composites 34 (2012) 1067-1074.

- 11 Fu Y.F., Wong Y.L., Poon C.S., Tang C.A., Lin P. *Experimental study of micro/macro crack development and stress-strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures*. Cement and Concrete Research 34 (2004) 789-797.
- 12 Fu Y.F., Wong Y.L., Poon C.S., Tang C.A. *Numerical tests of thermal cracking induced by temperature gradient in cement-based composites under thermal loads*. Cement and Concrete Composites 29 (2007) 103-116.
- 13 Kurdowski W. *Chemia cementu i betonu*. Wydawnictwo Polski Cement, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2010
- 14 Dias W.P.S., Khoury G.A., Sullivan P.J.E. *Shrinkage of hardened cement paste at temperatures up to 670°C (1238°F)*. ACI Materials Journal 87 (1990) 204-209.
- 15 Lim S., Mondal P. *Micro- and nano-scale characterization to study the thermal degradation of cement-based materials*. Materials Characterization 92 (2014) 15-25.
- 16 Ibrahim R.K., Hamid R., Taha M.R. *Strength and microstructure of mortar containing nanosilica at high temperature*. ACI Materials Journal 111 (2014) 163-170.
- 17 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 10 (2010) 1-6.
- 18 Szelaż M., Szewczak A. *Zastosowanie stereologii w inżynierii materiałów budowlanych*. Budownictwo i Architektura 14(1) (2015) 115-125.
- 19 Konkol J., Kulpiński J., Prokopski G. *Zastosowanie analizy obrazu do określania porowatości betonu na próbkach utwardzonych*. Inżynieria Materiałowa 6 (2002) 737-742.
- 20 Inyang H.I., Hourani M.S., Menezes G.B., Young D.T., Ogunro V.O., Bin S., Work D. *Stereological analysis of aggregate distribution in contaminant barrier concrete*. Soil & Sediment Contamination 17 (2008) 425-436.
- 21 Sumanasooriya M.S., Neithalath N. *Stereology- and morphology-based pore structure descriptors of enhanced porosity (pervious) concretes*. ACI Materials Journal 106(5) (2009) 429-438.
- 22 Nemati K.M., Monteiro P.J., Scrivener K.L. *Analysis of compressive stress-induced cracks in concrete*. ACI Materials Journal 95(5) (1998) 617-630.
- 23 Ringot E., Bascoul A. *About the analysis of microcracking in concrete*. Cement and Concrete Composites 23(2-3) (2001) 261-266.
- 24 Ringot E. *Automatic quantification of microcracks network by stereological method of total projections in mortars and concretes*. Cement and Concrete Research 18(1) (1988) 35-43.
- 25 Sinha S.K., Fieguth P.W. *Automated detection of cracks in buried concrete pipe images*. Automation in Construction 15(1) (2006) 58-72.
- 26 Sinha S.K., Fieguth P.W. *Segmentation of buried concrete pipe images*. Automation in Construction 15 (2005) 47-57.
- 27 Fujita Y., Mitani Y., Hamamoto Y. *A method for crack detection on a concrete structure*. Pattern Recognition 3 (2006) 901-904.
- 28 Fic S., Szelaż M. *Analysis of the development of cluster cracks caused by elevated temperatures in cement paste*. Construction and Building Materials 83 (2015) 223-229. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.03.044
- 29 PN-EN 196-1:2006 *Metody badania cementu – Część 1: Oznaczanie wytrzymałości*.
- 30 PN-EN 12390-3:2011 *Badania betonu – Część 3: Wytrzymałość na ściskanie próbek do badań*.
- 31 PN-EN 12390-5:2011 *Badania betonu – Część 5: Wytrzymałość na zginanie próbek do badań*.

## **Analysis of the development of cluster cracks in the cement paste modified by microsilica**

**Maciej Szelał, Stanisław Fic**

*Department of General Construction, Faculty of Civil Engineering and Architecture, Lublin University of Technology, e-mail: maciej.szelał@pollub.pl, s.fic@pollub.pl*

**Abstract:** Article describes the course of research on the possibility of the application of the computer-based image analysis techniques to evaluate the structure of cluster cracks on the surface of modified cement paste. Four sets of specimens were performed, based on two Portland cements (CEM I 42,5R and CEM I 52,5R). In addition, the two series include microsilica as a substitute for 10% of cement. Cracks of samples were obtained by the sudden temperature load at the value of 250°C. Image of the cracked surface was obtained by scanning at a resolution of 2400DPI, and to digital processing and measurements ImageJ v. 1.46r software was used. To describe the structure of the cracks two stereological parameters were proposed: average cluster area ( $\bar{A}$ ) and average cluster perimeter ( $\bar{L}$ ). The aim of the work is to reference obtained results from the image analysis to the compressive and tensile strength of tested specimens. In addition, considering the structure of cement paste as a dispersion system the process of the cluster structures formation was described, which under external loads transform and affect the final properties of the composite material.

**Keywords:** image analysis, cement paste, cluster cracks, microsilica, elevated temperature

