

## Charakterystyka mikrostruktury pianobetonu o różnych gęstościach przy zastosowaniu technik mikroskopowych

### Microstructural characterization of foamed concrete with different densities using microscopic techniques

**Słowa kluczowe:** pianobeton, struktura i rozmieszczenie porów, mikroanaliza rentgenowska, skaningowy mikroskop elektronowy, wytrzymałość na ściskanie

**Keywords:** foamed concrete, pores structure and distribution, scanning electron microscope, X-ray micro-computed tomography, compressive strength

#### 1. Wprowadzenie

Beton jest materiałem szeroko stosowanym w budownictwie. Jest wiele rodzajów betonu o różnym zakresie stosowania, na przykład beton wysokiej wytrzymałości [BWW], beton samozagęszczający się [BSZ] oraz beton lekki [BL] o małej gęstości i zmniejszający równocześnie przewodność cieplną (1-3). Wśród betonów lekkich wyróżnić można pianobeton, będący rodzajem betonu komórkowego o bardzo małej gęstości i dużej porowatości, który ze względu na dobre właściwości izolacyjne i małą zawartość cementu uważany jest za obiecujący materiał budowlany (4-5).

Pianobeton ma dużą porowatość, wpływającą znacznie na jego mikrostrukturę i szereg właściwości fizycznych (6-7). Wielu specjalistów badało wpływ porów oraz gęstości na właściwości pianobetonu. Zhang i in. (8) badał kilka właściwości geopolimerowego pianobetonu, a Sayadi i in. (9) wpływ gęstości pianobetonu na ocynkowanej taśmie. Kearsley i Wainwright (10) zbadali wpływ porowatości na właściwości fizyczne pianobetonów, a Wei i in. (11) wpływ mikrostruktury pianobetonu na jej właściwości cieplne. Natomiast Hilal i in. (12) badali strukturę porów w pianobetonie. Badania te wykazały, że porowatość nie jest jedynym czynnikiem, od którego zależą właściwości pianobetonu, bowiem wpływ ma także wielkość i kształt tych „pustek” oraz grubość ich ścianek. Pomimo, że te czynniki mają znaczny wpływ na właściwości pianobetonu, to jednak niewiele jest szczegółowych badań porów i mikrostruktury pianobetonu.

Gęstość typowego pianobetonu zawarta jest zwykle w przedziale od 500 do 1500 kg/m<sup>3</sup>, a pianobeton o takim zakresie gęstości zapewniają większą izolacyjność cieplną i są lepszą ochroną przed pożarem, od konwencjonalnego betonu (13-15). Pianobeton ma dużą porowatość decydującą o małej przewodności cieplnej, natomiast pogarszającą właściwości mechaniczne, przede wszystkim

#### 1. Introduction

Concrete is a material which is widely used for construction and building, and there are various types of concrete in accordance with the intended use, i.e., high-strength concrete [HSC], self-consolidating concrete [SCC] for quick construction, and lightweight aggregate concrete [LWC] for reducing the mass and increasing the insulation effect (1-3). Among them, the foamed concrete, sometimes called foam concrete [FC] is a type of cellular concrete with very low density and high porosity, and it can be considered as a promising building material because of its high insulation effect and low cement content (4-5).

Foamed concrete contains a large number of stable voids, which strongly affect the microstructure and the material properties (6-7). Many researchers have studied the effect of bubbles and density characteristics of foamed concrete on the material properties. Zhang et al. (8) examined several properties of geopolymer foamed concrete, and Sayadi et al. (9) studied influence of foamed concrete density and locking patterns on galvanized strip. Kearsley and Wainwright (10) examined the effect of porosity on the mechanical responses of foamed concrete, and Wei et al. (11) the types of foamed concrete microstructure and its relationship with thermal properties. Hilal et al. (12) examined the entrained bubbles in foamed concrete; this study has shown that the voids content is not an only factor that affects the properties of foamed concrete, but the bubbles size and shape can also affect the material properties. Although its significant impact on the material properties, detailed investigation of the characteristics of voids structure and matrix microstructure has rarely been performed, especially at the microstructural material level.

In general, it is well known that the density of typical foamed concrete ranges from 500 to 1500 kg/m<sup>3</sup>, and foamed concrete

wytrzymałość. Z tego względu potrzebne są bardziej wnikliwe badania poświęcone korelacji mikrostruktury pianobetonu z jego właściwościami.

W pracy przygotowano cztery serie próbek z pianobetonu o zróżnicowanej gęstości; badano ich mikrostrukturę i właściwości. Ponadto porównano charakterystykę porów, a także mikrostrukturę matrycy cementowej w próbkach po 7 i 28 dniach, w celu stwierdzenia wpływu dojrzewania na właściwości pianobetonu. Następnie ustalono zależność między mikrostrukturą materiału a właściwościami, aby potwierdzić wpływ gęstości i czasu dojrzewania na właściwości pianobetonu.

## 2. Przygotowanie próbek pianobetonu o różnej gęstości

### 2.1. Materiały do przygotowania próbek

Pianobeton przygotowano z cementu portlandzkiego CEM I 52.5 R zgodnego z EN 197-1. W celu poprawy wytrzymałości pianobetonu, zastosowano pył krzemionkowy zgodny z EN 13263-1, a także popiół lotny spełniający wymagania normy EN 450-1. Popiołem zastępowano drobny piasek w celu uzyskania dużej gęstości 1000 kg/m<sup>3</sup> w przypadku jednej mieszanki. W tablicy 1 podano składy chemiczne i właściwości fizyczne zastosowanego spoiwa. W celu uzyskania piany i stabilizacji pianobetonu stosowano domieszkę pianotwórczą i stabilizator. Zaprojektowano i przygotowano cztery różne mieszanki z pianobetonu o gęstości 250, 500, 750 i 1000 kg/m<sup>3</sup>, oznaczone kolejno FC 250, FC 500, FC 750 i FC 1000. Składy wszystkich mieszanek przedstawiono w tablicy 2.

### 2.2. Przygotowanie pianobetonu

Do wytworzenia piany użyto agregatu pianotwórczego SG S9 firmy Sika Deutschland GmbH. Dawka środka spieniającego wynosiła 2% obj. wody, a zastosowane ciśnienie wody wynosiło 3 bary. Zgodnie z zaleceniami dostawcy, pianą była wytwarzana w sposób ciągły w celu uzyskania wysokiej stabilności piany. Zmierzona gęstość piany wynosiła około 31,3 kg/m<sup>3</sup>. Zauważono, że stabilność piany w znacznym stopniu zależy od czasu. Na przykład, ilość wolnej wody w pierwszych 10 minutach jest bardzo mała i można założyć, że pianą jest stabilna przez pierwsze 10 minut. Po pierwszych 10 minutach uwalniana jest znaczna ilość wody.

Tablica 1 / Table 1

CHEMICZNE I FIZYCZNE WŁAŚCIWOŚCI ZASTOSOWANEGO SPOIWA

CHEMICAL COMPOSITION AND PHYSICAL PROPERTIES OF THE INGREDIENTS

Materiał Material	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	Cl	Gęstość właściwa Specific density	Powierzchnia Surface area m <sup>2</sup> /kg
CEM I 52.5R	66.2	20.6	3.28	4.9	1.26	0.1	0.41	2.8	-*	3.15	390
Silica fume	0.2	98.4	0.2	0.01	0.1	0.15	0.2	0.1	0.01	2.2	1000
Fly ash	4.79	47.91	21.01	4.57	1.38	0.71	1.12	0.84	-*	2.27	290

\* Nie określone / Non determined

of these densities the better thermal insulation and fire protection than conventional concrete is assuring (13-15). Foamed concrete contains numerous voids which are assuring better thermal insulation, while the mechanical properties such as stiffness and compressive strength are decreasing as the porosity of the material is increasing. Therefore, more detailed investigations of the correlation of the foamed concrete properties with its microstructure are required for better understanding of the factors governing the behaviour of this material.

In this study, a set of Portland cement-based foamed concrete specimens with different densities were produced, and their properties were investigated. For the foamed concrete specimens, ordinary Portland cement, silica fume, and fly ash and a foaming agent provided by Sika (Germany) were used. Foamed concrete specimens with 4 different densities were produced. To investigate the material microstructure, the scanning electron microscopy and X-ray micro-computed tomography (micro-CT) were adopted. SEM can serve for the material microstructure and particles size examination (16-17). Although SEM can be effectively used to investigate the microstructure, this method can damage the material during the specimen preparation process. As a complementary method, micro-CT, a nondestructive and noninvasive method, was used for the pores and cement matrix microstructure examination without their damaging; using micro-CT, the voids size and their distribution were examined and 2D and 3D images were obtained (18-20). In addition, the characteristics of the specimens pores and cement matrix after different curing period – 7 and 28 days, were compared to examine the effect of hardening on foamed concrete. Then, the relationship between the material properties was identified to confirm the effect of density and curing on the material properties.

## 2. Preparation of foamed concrete specimens with different densities

### 2.1. Materials

Ordinary Portland cement CEM I 52.5R according to EN 197-1 was used to prepare foamed concrete. In order to improve the strength of foamed concrete, condensed silica fume according to EN 13263-1 was added. Fly ash according to EN 450-1 is used as a filler instead of fine sand to achieve high density – only in the mix of 1000 kg/m<sup>3</sup> density. In the Table 1 the physical properties and

Tablica 2 / Table 2

SKŁADY MIESZANEK PIANOBETONU, kg/m<sup>3</sup>MIX COMPOSITIONS OF FOAMED CONCRETE, kg/m<sup>3</sup>

Mieszanka Mix	Cement	Pył krzemionkowy Silica fume	Popiół lotny Fly ash	Woda Water	Superplastyfikator Superplasticizer	Stabilizator Stabilizer	Piana Foam, l/m <sup>3</sup>	Gęstość Fresh density	Rozpływ Flow diameter, cm
FC 250	153	17	-	76	1.7	0.34	800	242	43
FC 500	333	37	-	168	3.77	0.75	700	586	52
FC 750	450	50	-	223	2.58	2.5	600	762	53
FC 1000	450	50	203	235	2.63	2.5	500	1004	17

Pianę wytworzono odpowiednio jednocześnie mierząc wymaganą objętość piany. Zmierzono właściwości świeżej mieszanki, w tym rozpływ zgodnie z EN 206-1. Do pomiaru gęstości świeżego betonu zastosowano normowy pojemnik o znanej objętości. Próbkę sześcienną o boku 10 cm zostały zaformowane bez zagęszczania, po czym formy przykryto folią i przechowywano w temperaturze  $20 \pm 1$  °C. Po 24 godzinach próbki rozformowano i umieszczono w komorze klimatycznej o kontrolowanej wilgotności względnej 95% i temperaturze 21°C.

### 3. Metody

Wytrzymałość na ściskanie oznaczono na próbkach sześciennych o boku 100 mm. Badania przeprowadzono zgodnie z EN 12390-3, po 7 i 28 dniach dojrzewania próbek. Do oznaczenia wytrzymałości zastosowano prasę wytrzymałościową Toni Technik [Zwick Roell, Niemcy] zgodną z EN 12390-4. W dniu badania próbki wyjmowano z komory klimatycznej i pozostawiano w laboratorium na około 2 godziny w celu usunięcia wilgoci z powierzchni próbek. Badano po trzy próbki z każdej mieszanki i obliczono średnie wartości wytrzymałości.

Do przeprowadzenia analizy mikrostruktury matrycy cementowej i porów w pianobetonie stosowano skaningowy mikroskop elektronowy o wysokiej rozdzielczości (16-17). Próbki do tych badań zostały wycięte ze środka kostek z pianobetonu, a preparaty napyłano złotem. W celu identyfikacji faz stosowano mikroanalizy rentgenowskie.

Skaningowa mikroskopia elektronowa jest bardzo dobrą metodą badawczą, jednak jest ryzyko uszkodzenia próbki podczas jej przygotowania do badań. W związku z tym jako dodatkową nieniszczącą metodę wybrano rentgenowską mikrotomografię komputerową micro-TK, w celu obserwacji porów, a także mikrostruktury betonu (18-20). Na rysunku pierwszym przedstawiono proces obrazowania klasyfikacji porów i szkieletu, umożliwiającą dokładniejsze zbadanie charakterystyki materiału. W tej metodzie oryginalny 8-bitowy obraz opisany w skali szarości (pierwszy rysunek) został przekonwertowany na obraz binarny (rysunek drugi). Do binaryzacji użyto metody Otsu (21) aby wybrać odpowiednią czułość obrazu, a do przeprowadzenia konwersji obrazu stosowano narzędzia do jego przetwarzania, zawarte w programie MATLAB (R2016a). Następnie przyjęto algorytm segmentacji wo-

the chemical composition of these components in the specimens are presented.

A foaming agent and stabilizer was also used to produce the foamed concrete. Four different foamed concrete mixtures with intended densities of 250, 500, 750, and 1000 kg/m<sup>3</sup>, denoted as FC 250, FC 500, FC 750, and FC 1000 respectively, were designed and prepared. The proportions of all mixes are presented in Table 2.

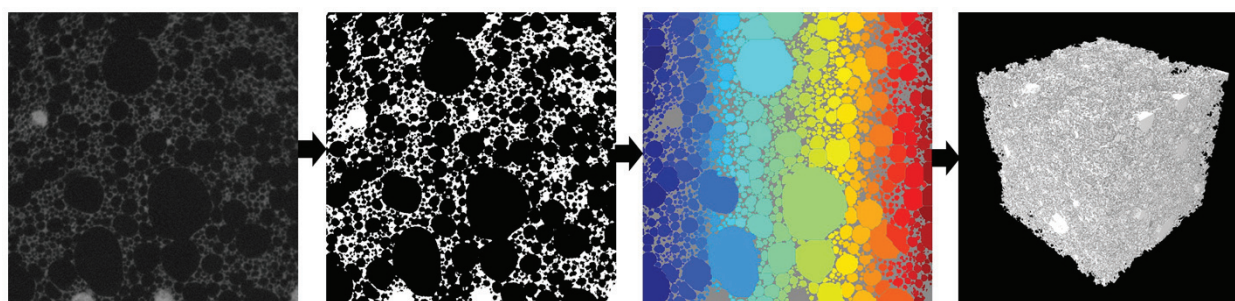
### 2.2. Foam concrete preparation

A foam generator SG S9 provided by Sika Deutschland GmbH was used to produce the foam. The dosage of the foaming agent was 2% by volume of the water, and the applied water pressure was 3 bar. As recommended by the provider, the foam was continuously produced without pauses in order to achieve a high stability of the foam. The produced foam density was about 31.3 kg/m<sup>3</sup>. It was noticed that the stability of the foam is significantly depending on the time. The foam was stable during the first 10 minutes and after this period, a significant amount of water was released. The foam volume was produced and measured accordingly to its use. The properties of fresh concrete mix, including the flow table test according to EN 206-1, were measured. The 10×10×10 cm<sup>3</sup> cubic molds were filled without compaction, covered with plastic foil and kept in a chamber with  $20 \pm 1$  °C. After 24 hours, the samples were demolded and cured in a climate chamber with controlled relative humidity and temperature of 95% and 21°C, respectively.

### 3. Methods

The compressive strength was measured on cubes of 100 mm sides according to EN 12390-3, after 7 and 28 days. The press Toni Technik [Zwick Roell, Germany] according to EN 12390-4, was used. At the day of test, the concrete samples were removed from the curing chamber and kept in ambient conditions for approximately 2 hours in order to remove the moisture from the surface of the specimens before the measurements. Three specimens of each mix were tested, and the mean values are presented.

A high-resolution scanning electron microscope with a field emission gun for the microstructure of foam concrete, as well as the pores structure examination was used. Secondary electron images [SE] at different magnifications for the micro- and macro-structures



Rys. 1. Obrazowanie CT pianobetonu (FC 250 po 28 dniach) Informacja: 1. Obrazek przedstawia pierwotny 8-bitowy obraz CT, 2. obraz przedstawia zbinaryzowany obraz 2D. Obraz 3. i 4. Przedstawia kolejno sklasyfikowane pory oraz obraz 3D próbki. W obrazach binarnych 2D i 3D biały kolor reprezentuje część stałą próbki a czarny kolor pory wewnątrz próbki

Fig. 1. CT imaging of the foamed concrete FC 250 specimen after 28 days of curing. The 1<sup>st</sup> figure is the original 8-bit CT image, and the 2<sup>nd</sup> figure is the 2D image. The 3<sup>rd</sup> and 4<sup>th</sup> images are the image of classified pores and the 3D image of the specimen, respectively. In the 2D and 3D binary images of the specimen, the white part represents solid material, and the black the pores

dodziałowej (22), aby zaklasyfikować każdy z porów w próbce, jak pokazano na trzecim obrazie na rysunku pierwszym. Wszystkie obrazy 2D na rysunku pierwszym składały się z 900×900 pikseli o rozmiarze 16 μm. Obraz 3D na czwartym obrazie na rysunku pierwszym uzyskano poprzez zestawienie serii binarnych obrazów, a szczegółowy rozkład wielkości porów w próbce oceniano przy zastosowaniu obrazu 3D.

#### 4. Charakterystyka próbek pianobetonowych

W celu uzyskania dokładnej charakterystyki pianobetonu wybrano małe próbki z każdego jego rodzaju, o różnej gęstości i czasie dojrzewania. Zbadano również wytrzymałość na ściskanie na trzech próbkach oraz wpływ gęstości i wieku na właściwości pianobetonu.

##### 4.1. Badanie struktury porów i matrycy za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej

Rysunek 2 przedstawia mikrostrukturę porów w próbkach. Wyraźnie widoczne jest, że próbki o niskiej gęstości cechują się większą ilością porów oraz większą średnicą porów ( $\geq 500 \mu\text{m}$ ) niż próbki o większej gęstości. Na rysunku 2 (c) i (d), próbki także zawierają duże pory, lecz pory są o mniejszej średnicy ( $\leq 100 \mu\text{m}$ ) niż w przypadku próbek o mniejszej gęstości. Ponadto można zauważyć, że ścianki szkieletu cementowego pomiędzy porami są znacznie gęstsze w próbkach o wysokiej gęstości. Na przykład, na rysunku 2(a) (FC 250) ścianki składają się z cienkich powłok wokół porów. Natomiast w przypadku FC 1000 (rys. 2 (d)) pianobeton cechuje się porami w matrycy cementowej, takimi jak w przypadku betonu zwykłego.

Bardziej szczegółowe różnice są widoczne przy większym przybliżeniu obrazu SEM. Rysunek 3 przedstawia obrazy SEM próbki FC 250 w większym powiększeniu. Na tych obrazach zaobserwować można matrycę cementową w połączeniu z trzema różnymi porami, większa część matrycy między dwoma porami jest grubości zaledwie kilku mikronów. Rysunek 3 (b) pokazuje strukturę matrycy cementowej w takim połączeniu. Na tym rysunku zaobserwowano, że matryca znajduje się we wczesnym etapie hydratacji, przez co

examination were used. The specimens for the SEM investigations were selected and cut from the inner part of the samples.

In addition to SEM the X-ray micro-computed tomography [CT] was applied to examine the microstructure characteristics of the foamed concrete specimens nondestructively. Fig. 1 presents the imaging process for pores and solid matrix examination in order to obtain the material characteristics of higher accuracy.

In this procedure, the original 8-bit image described in grayscale [1<sup>st</sup> Figure] was converted to the binary image in the 2<sup>nd</sup> figure. In the binary image, the white regions are solid part, and the black parts are pores. For the binarization, the Otsu's method (21) was applied to select a proper threshold, and the image processing toolbox in MATLAB [R2016a] was used to conduct the image conversion. Then, the watershed segmentation algorithm (22) was adopted to classify each pore in the specimen, as shown in the 3<sup>rd</sup> image of Fig. 1. All the 2D images in Fig. 1 were composed of 900×900 pixels with 16 μm pixel size. The 3D image in the 4<sup>th</sup> image of Fig. 1 was then obtained by stacking a series of binary images, and the detailed pore size distribution of the specimen was evaluated using this 3D structure.

#### 4. Properties of the foamed concrete samples

For the detailed examination of the foamed concrete specimens, the small samples were selected for each density and age. The compressive strength of these samples was also measured and the effect of the density and age on foamed concrete was examined.

##### 4.1. Investigation of the pores and cement matrix microstructures using SEM

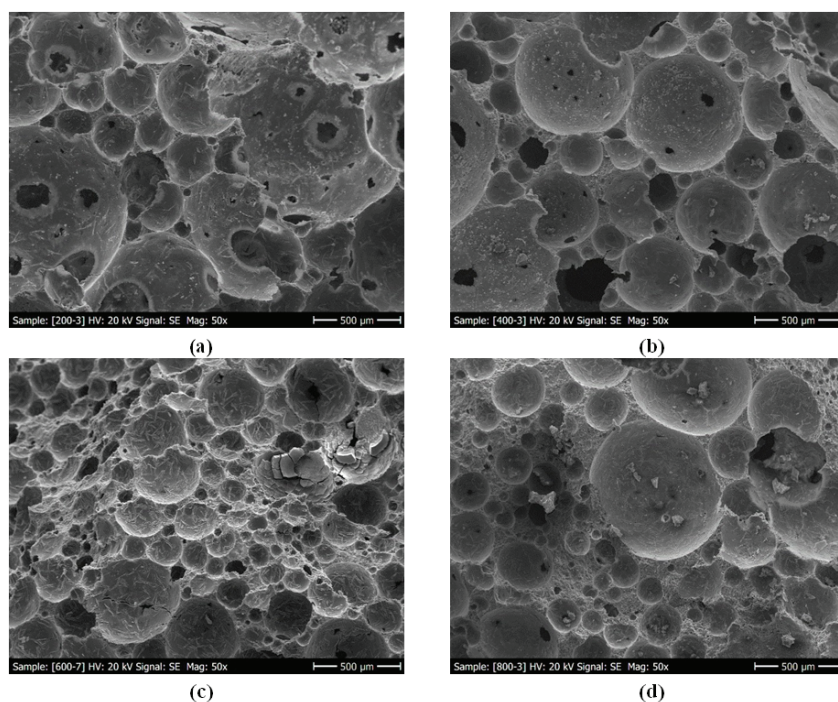
Fig. 2 shows an overview of the pores structure of the samples. It is clearly visible that the low density samples have more larger voids [ $\geq 500 \mu\text{m}$ ] than the samples with higher densities. In Figs. 2c and 2d, the specimens also contain some large voids, but smaller pores too [ $\leq 100 \mu\text{m}$ ] than the specimens with lower densities. In addition, it can be observed that the walls between the pores are

nie jest tak gęsta, jak być powinna. W szczególności, formowanie się fazy C-S-H nie jest w pełni rozwinięte po 3 dniach, a na rysunku 3 można zobaczyć struktury ettringitu i portlandytu. Można przyjąć, że hydratacja cementu jest zakłócana przez wysychanie wynikające po pierwsze ze zmniejszającej się ilości wody ze względu na jej reakcję z cementem po drugie ze względu na proces samoosuszenia. Szybkość absorpcji wody przez matrycę cementową jest większa niż szybkość dostarczania wody z zewnątrz. Dodatkowo matryca jest bardzo porowata, o dużej powierzchni właściwej, zaś większość porów to pory zamknięte [pęcherzyki piany], co prawdopodobnie zwiększa wysychanie.

Dla porównania, rysunek 4 przedstawia szczegółową strukturę próbki FC 750. W tym przypadku widać więcej fazy stałej matrycy cementowej, która jest znacznie gęstsza niż matryca w próbce FC 250 (rys. 3 a). Ponadto można stwierdzić, że próbka FC 750 ma gęstą strukturę w pełni rozwiniętego C-S-H, z widocznymi niewielkimi przestrzeniami pomiędzy nimi (głównie wnęki utworzone z procesu uwodnionego klinkieru). Pokazuje to, że proces hydratacji jest znacznie bardziej zaawansowany niż w próbce FC 250. Te same trendy zaobserwowano w próbkach FC 500 i FC 1000. Zatem, oznacza to, że stopień hydratacji zależy od gęstości pianobetonu. Co więcej, analiza SEM wykazuje, że proces hydratacji zaczynu cementowego ma tendencję do silnego opóźnienia wraz ze wzrostem zawartości porów w matrycy. Przy zmniejszonej hydratacji w próbkach o niskiej gęstości, domniemywać można, że występuje dodatkowa utrata wytrzymałości mechanicznej, która jest spowodowana brakiem tworzenia się gęstej struktury C-S-H.

#### 4.2. Charakterystyka porów i matrycy próbek przy zastosowaniu micro-CT

Obrazy 3D pianobetonów wykonane za pomocą techniki mikro-CT przedstawiono na rysunku 5. Na rysunku lewy obraz jest oryginalnym 8-bitowym obrazem 3D próbki, podczas gdy prawy obraz pokazuje tylko matrycę (szkielet) każdej próbki. Pierwotne obrazy mikro-CT na rysunku 5 składają się z wokseli z 256 wyjściowymi poziomami szarości w zależności od gęstości względnej, gdzie 0 oznacza czarne (minimalna gęstość), a 255 oznacza białe (maksymalna gęstość) (23-25). Na rysunku 5 zauważono, że gęstość względna matrycy zwiększa się wraz ze wzrostem gęstości próbki. Na przykład, większość próbki FC 250 jest opisana jako ciemnoszara, podczas gdy FC 1000 jest zwiualizowana jako jasnoszara. Wyniki pokazują, że stała struktura próbki staje się gęstsza, gdy gęstość próbki wzrasta. Ponadto na podstawie tych obrazów można potwierdzić niejednorodność stałej struktury, ponieważ fazy stałe próbki nie są jednorodne, w szczególności w próbkach FC 500 i FC 750, co wpływać może na uszkodzenie lub zapadnięcie się materiału.



Rys. 2. Widok na strukturę porów w próbkach przy zastosowaniu SEM w powiększeniu 50x: (a) FC 250, (b) FC 500, (c) FC 750, (d) FC 1000

Fig. 2. SEM images of the pores structure of the specimens at 50x magnification: [a] FC 250, [b] FC 500, [c] FC 750, [d] FC 1000

much better formed in the high density samples. For instance, in Fig. 2a [FC 250], the walls around the pores are composed of thin shells. On the other hand, in FC 1000 [Fig. 2d] the pores are surrounded by cement paste as in conventional concrete.

More detailed differences are visible in SEM images with higher magnification. Fig. 3 presents the SEM images of FC 250 specimen under higher magnification. In these images, the bond of three different pores formed by cement paste is presented and the bigger part of the shell between two pores is just a few microns thick. In Fig. 3b the cement paste microstructure in such bond is presented. In this bond the clinker phases are at the early beginning of hydration and the microstructure is not as dense as it should be. In particular, the C-S-H phase a relatively short fibers is formed after 3 days, but the ettringite and portlandite crystals can be also found. It can be assumed that the cement hydration is disturbed particularly by drying due to consumption of water in the hydration process as well as self-desiccation. The rate of water absorption inside the cement matrix is higher than the rate of the water supply from the outside. In addition, the matrix is very porous with high surface area and most of these pores are closed pores [foam bubbles] and this probably increases the drying.

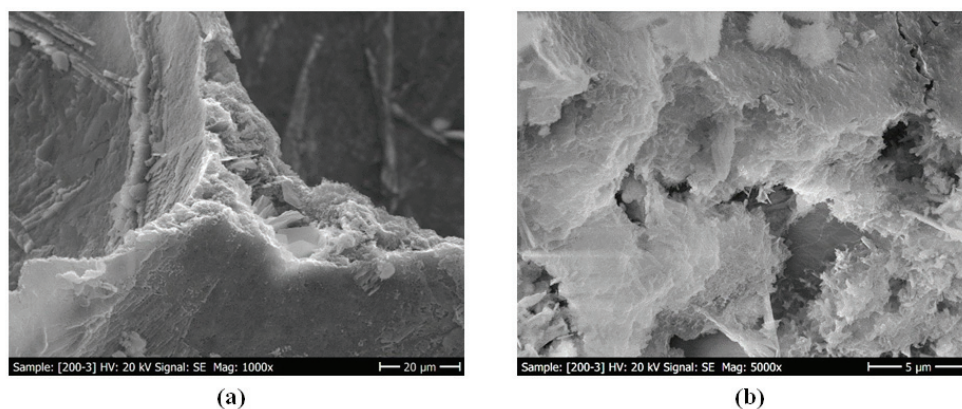
In Fig. 4 the microstructure of FC 750 specimen is shown for comparison. The cement matrix is much denser than that of FC 250 [Fig. 3a]. In addition, it can be stated that the FC 750 specimen is composed of much denser C-S-H phase which leaves only a very little cavities, remaining after the free spaces occupied by water between cement particles; this result proves that the hydration process is more advanced than in FC 250. The same trends were

Aby zbadać strukturę porów pianobetonu, pierwotne obrazy mikro-CT są klasyfikowane jako części stałe i porowe. Na rysunku 5, prawe obrazy w każdym przypadku pokazują stałe struktury próbek, które są wizualizowane za pomocą binaryzacji i segmentacji wododziałowej. Porowatość próbek FC 250, FC 500, FC 750 i FC 1000 po 28 dniach dojrzewania wyznaczona z rysunku 5. wynosi kolejno 72,3% obj., 54,9% obj., 36,5% obj., 33,2% obj. Wykorzystując te obrazy, stwierdzono, że stała struktura próbki pianobetonu gęściej w próbce o większej gęstości i struktura porów staje się mniejsza wraz ze wzrostem gęstości próbki. W celu ilościowego określenia struktury porowatej przeanalizowano rozkłady wielkości porów pianobetonów o zróżnicowanej gęstości w różnych czasach dojrzewania. Rysunek 6 przedstawia rozkłady wielkości porów pianobetonu, wyliczone za pomocą obrazów 3D. Na rysunku 6 zidentyfikować można ogólną tendencję rozkładu wielkości porów dla próbek o różnych gęstościach. W obu okresach dojrzewania, próbka pianobetonu o mniejszej gęstości zawiera więcej dużych porów niż próbki o większej gęstości, a ogólny rozkład wielkości porów ma tendencję do zmniejszania się wraz ze wzrostem gęstości próbki. Na przykład, na rysunku 6 (b), FC 250 zawiera największą ilość porów większych niż 0,1 mm, podczas gdy względna ilość porów mniejszych niż 0,05 mm jest najwyższa w próbce FC 1000. Wskazuje to, że rozmiar porów wykazuje wzrastającą tendencję wraz ze zmniejszeniem się gęstości próbki pianobetonu. Można również zaobserwować na rysunku 6, że rozkład wielkości porów ma tendencję do stabilizacji w kolejności gęstości próbek w późniejszym okresie dojrzewania. W oparciu o charakterystykę materiału, o którym mowa w sekcjach 4.1 i 4.2, zależność między właściwościami a cechami materiałowymi została zbadana w następnym rozdziale.

#### 4.3. Właściwości fizyczne próbek

Do oznaczenia właściwości materiału zastosowano metodykę omówioną w sekcji 2.3. Rysunek 7 przedstawia wyniki wytrzymałości na ściskanie próbek pianobetonowych o różnych gęstościach i czasie dojrzewania. W tym badaniu przedstawiono jedynie właściwości fizyczne po 7 i 28 dniach dojrzewania. Celem zwiększenia dokładności pomiaru wykonano 3 pomiary wytrzymałości dla każdej z badanej serii próbek.

Na rysunku 7 zaobserwować można, że wartości wytrzymałości na ściskanie mają tendencję do wzrostu, gdy gęstość próbek wzrasta zarówno po



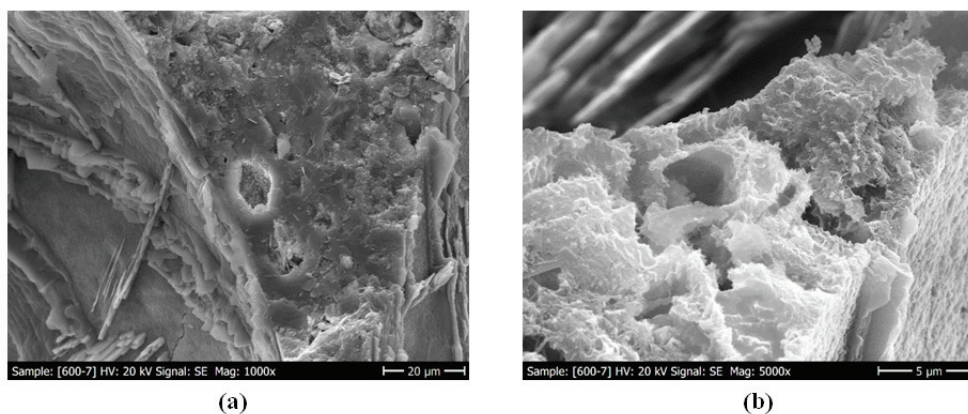
Rys. 3. Mikrogramy SEM próbki FC 250 w powiększeniu: (a) 1000x, (b) 5000x

Fig. 3. SEM images of FC 250 specimen: [a] at 1000x, [b] at 5000x magnification

detected in FC 500 and FC 1000 specimens. Therefore, it can be stated that the hydration process is probably influenced by the density of the foamed samples. Possibly the hydration process of cement paste tends to be delayed as more voids are included in the foamed concrete specimen. The lower degree of hydration in the higher density samples, an additional loss in mechanical strength is to be supposed, which is caused by the lower content of C-S-H.

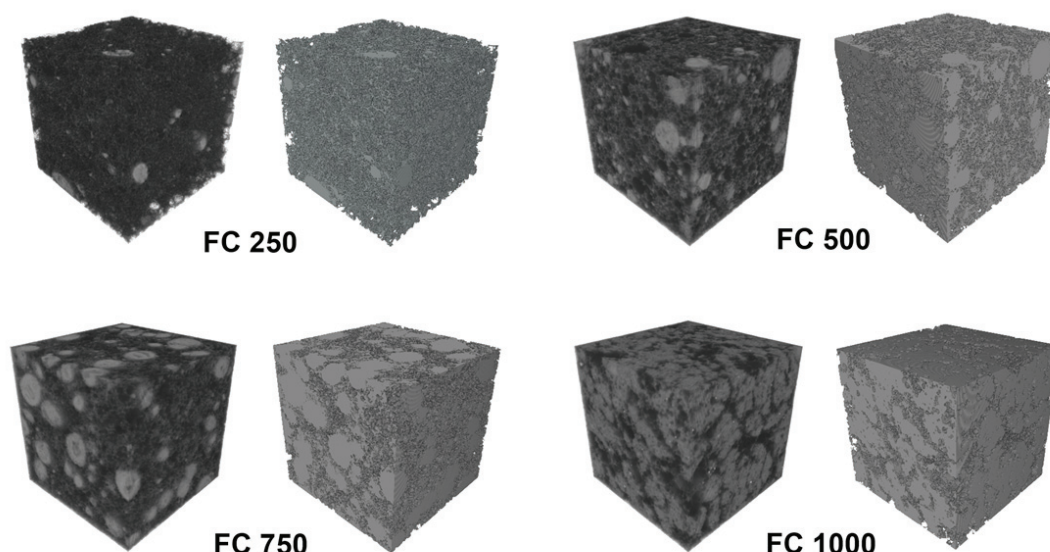
#### 4.2. Pore and cement matrix examination in the concrete specimens using micro-CT

The 3D micro-CT images of the foamed concrete specimens are presented in Fig. 5. In this figure, the left image is an original 8-bit 3D image of the specimen, while the right image shows only the part of cement matrix in each sample. The original micro-CT images in Fig. 5 are composed of voxels with 256 output gray levels depending on the relative density, where 0 is black [minimum density] and 255 is white [maximum density] (23-25). It can be noticed that the relative density of the cement matrix microstructure is higher as the density of the specimens is increasing [Fig. 5]. For example, the most part of FC 250 specimen is described as dark gray, while FC 1000 is generally visualized as light gray; the results show that the cement matrix microstructure of the specimen becomes denser as the density of the specimen increases. In addition, the heterogeneity of the cement paste microstructure can be confirmed



Rys. 4. Mikrogramy SEM próbki FC 750 w powiększeniu: (a) 1000x, (b) 5000x

Fig. 4. SEM images of FC 750 specimen: [a] at 1000x, [b] at 5000x magnification



Rys. 5. Obrazy micro-CT próbek pianobetonu o różnej gęstości. Informacja: w każdym przypadku, lewy obrazek przedstawia pierwotny 8-bitowy obraz, a prawy obraz przedstawia część stałą próbki.

Fig. 5. Micro-CT images of the foamed specimens with different densities. In each case, the left figure is an original 8-bit image, and the right figure represents the solid part of the specimen.

7 jak i 28 dniach dojrzewania. W przypadku wszystkich próbek gęstość nieznacznie maleje, gdy czas dojrzewania zwiększa się z powodu postępu w hydratacji cementu; jednakże, w odniesieniu do hydratacji, wytrzymałość próbki wzrasta w późniejszym okresie. W szczególności wytrzymałość na ściskanie pianobetonu wzrasta znacznie wraz ze wzrostem gęstości betonu. Zasadniczo wytrzymałość betonu na ściskanie maleje, gdy gęstość materiału zmniejsza się po 28 dniach hydratacji. Jednak na wczesnym etapie hydratacji, stała struktura zaczynu cementowego nie jest w pełni rozwinięta i wpływa na właściwości mechaniczne materiału. Jak potwierdzono na podstawie obrazów SEM i rentgenowskiej tomografii komputerowej, stała struktura próbki staje się gęstsza wraz z wiekiem i wpływa na wyższą wytrzymałość na ściskanie pianobetonu w późniejszym etapie, co jest zgodne z wynikami (26-27). Ponadto duża ilość większych porów wpływa na znaczne zmniejszenie wytrzymałości na ściskanie próbki w miarę spadku gęstości. To pokazuje, że wytrzymałość na ściskanie pianobetonu jest silnie wrażliwa na gęstość próbki, a siła wzrasta z czasem do 28 dni hydratacji.

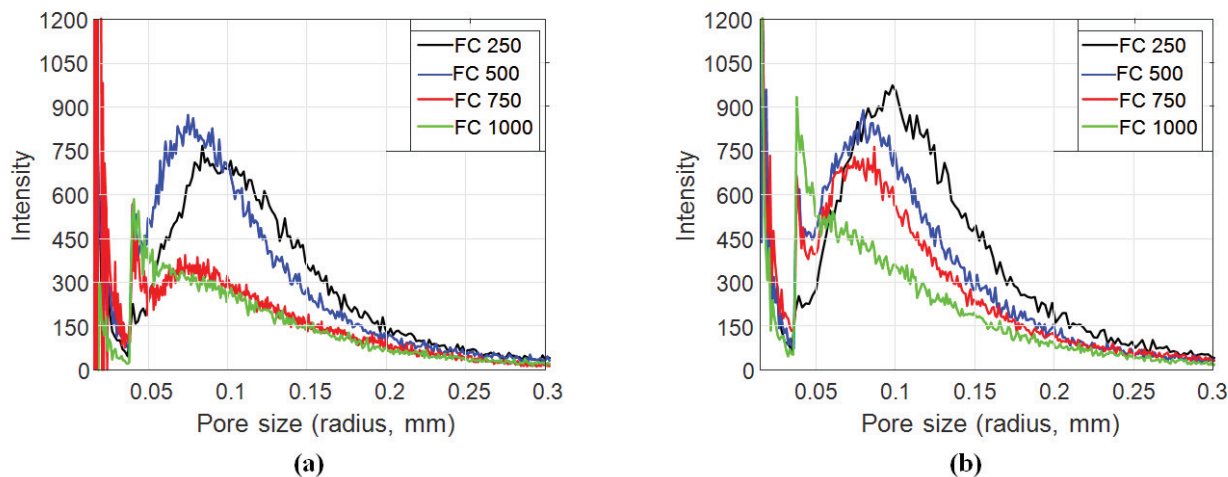
## 5. Wnioski

W tej pracy wykonano szereg próbek pianobetonu z cementu o różnych gęstościach, w celu zbadania ich wpływu na charakterystykę i właściwości materiału. Wykorzystano różne techniki mikroskopowe, takie jak SEM i mikro-CT i zbadano charakterystykę porów i struktur stałych w próbkach. Ponadto oznaczono wytrzymałość na ściskanie próbek pianobetonu. Na podstawie wyników ustalono zależność między charakterystyką a właściwościami materiału, aby potwierdzić wpływ gęstości i dojrzewania na właściwości materiałowe.

from these images that the hydrate phases of the specimen are not homogeneous, particularly in FC 500 and FC 750 specimens, which can affect the material failure or collapse.

To investigate the pores structure of the foamed specimens, the original micro-CT images are classified into the cement matrix and pore parts. In Fig. 5, the right images in each case show the cement matrix microstructure of the samples, which are visualized using the binarization and the watershed segmentation. The porosity of each specimen from Fig. 5 are: 72.3% by vol., 54.9 vol.-%, 36.5 vol.-%, and 33.2 vol.-% for FC 250, FC 500, FC 750, and FC 1000 at 28 days, respectively. Using these images, it is identified that the cement matrix microstructure of the foam specimen becomes denser in the specimen with higher density, and the pores become smaller with increasing specimen density. To quantify the pores structure, the pores size distributions of the foamed concrete samples with different densities and after different curing time were investigated. Fig. 6 presents the pores size distributions of the foamed concrete specimens, which were calculated using the 3D images.

In Fig. 6, the general trend of the pore size distributions for the specimen with different densities can be identified. In both ages, the foamed concrete specimens with lower density have higher content of large pores than the specimens with higher densities. For instance, FC 250 contains the highest portion of the pores larger than 0.1 mm, while the relative portion of the pores smaller than 0.05 mm is the highest in FC 1000 specimen [Fig. 6b]; this indicates that the pores size shows an increasing tendency as the foamed concrete density is decreasing. It can be also found in Fig. 6 that the pores size distribution tends to follow the sample density at later ages. Based on the material characteristics investigated in Section 4.1 and 4.2, the relationship between these characteristics and properties will be examined in the following section.



Rys. 6. Rozkład rozmiaru porów w próbkach pianobetonu po 7 dniach (a) i 28 dniach (b) dojrzewania

Fig. 6. Pores size distribution of the foamed concrete specimens: [a] 7 days, [b] 28 days

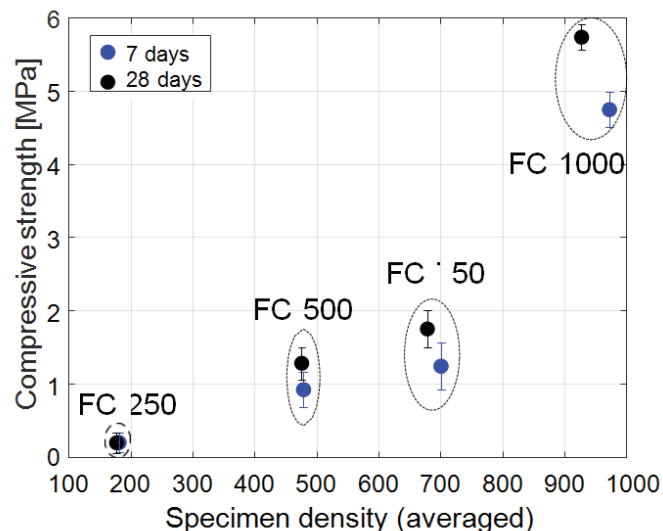
Wyniki pokazują, że na charakterystykę materiału i właściwości pianobetonu duży wpływ ma gęstość oraz wiek materiału. Z analizy obrazu z różnymi metodami wynika, że stałe struktury spienionych próbek stają się gęstsze, gdy zwiększa się gęstość materiału. Składowe części struktur komórkowych są zróżnicowane w zależności od gęstości materiału, a mikrostruktura materiału jest gęstsza dla próbek o większej gęstości i dłuższym czasie dojrzewania. Rozkłady wielkości porów materiałów wykazują tendencję do zmniejszania się, gdy gęstość próbki wzrasta i jest bardziej ustabilizowana w późniejszych okresach dla każdej gęstości. Na wytrzymałość na ściskanie silnie wpływa gęstość pianobetonu, która jest bardzo wrażliwa zarówno na gęstość, jak i na wiek próbki. Wynik potwierdza, że właściwości mechaniczne pianobetonu można skutecznie regulować i wybierać poprzez kontrolę gęstości i wiek próbki w zależności od pożądanego zastosowania.

## Podziękowania

Artykuły przygotowano w ramach projektu wspartego przez Niemieckie Federalne Ministerstwo Edukacji i Badań (BMBF, Numer projektu: 13XP5010B i 01DR16007) oraz Podstawowy Program Badań Naukowych za pośrednictwem Narodowej Fundacji Badawczej Korei (NRF) finansowanej przez Ministerstwo Edukacji (2016R1A6A3A03007804). Autorzy pragną podziękować panu Paul H. Kamm (Helmholtz Center Berlin) za pomoc w obrazowaniu rentgenowskim CT.

## Literatura / References

1. P.K. Mehta, P.J. M. Monteiro, Concrete: Microstructure, Properties, and Materials (4th ed.), McGraw-Hill Education, USA, 2013.
2. A. M. Neville, Properties of concrete (5th ed.), Pearson Education, England, 2012.
3. S.-Y. Chung, M. A. Elrahman, P. Sikora, T. Rucinska, E. Horszczaruk, D. Stephan, Evaluation of the effects of crushed and expanded waste glass aggregates on the material properties of lightweight concrete using image-based approaches, *Materials* **10** 1354 (2017).



Rys. 7. Wytrzymałość na ściskanie próbek pianobetonu

Fig. 7. Compressive strength of the foamed concrete specimens

## 4.3. Physical properties of the specimens

In Fig. 7 the results of compressive strength measurements of the foamed concrete specimens with different densities after 7 and 28 days of hardening are presented. The compressive strength is showing the tendency to follow the increasing density of the foamed concrete specimens after 7 and as well after 28 days.

As it should be expected the compressive strength of the concrete specimens is increasing with the curing time due to the progress in cement hydration. Simultaneously the compressive strength of the foamed concrete specimens is increasing exponentially with the increase of the foamed concrete density. The differences between the compressive strength of concrete after 7 and 28 days of curing are increasing for the samples with higher density i.e. with higher binder content. Additionally at the early hydration stage, the microstructure of the cement paste is not less compact which



4. K. Ramamurthy, E. K. Nambiar, G. Ranjani, A classification of studies on properties of foam concrete, *Cem. Concr. Comp.* **31**, 388–396 (2009).
5. Y.H. Amran, N. Farzadnia, A. A. Ali, Properties and applications of foamed concrete; a review, *Constr. Build. Mater.* **101**, 990–1005 (2015).
6. K.-H. Yang, C.-W. Lo, J.-S. Huang, Production and properties of foamed reservoir sludge inorganic polymers, *Constr. Build. Mater.* **50**, 421–431 (2014).
7. A. Hilal, N. H. Thom, A. R. Dawson, On void structure and strength of foamed concrete made without/with additives, *Constr. Build. Mat.* **85**, 157–164 (2015).
8. Z. Zhang, J. L. Provis, A. Reid, H. Wang, Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymer foam concrete, *Cem. Concr. Comp.* **62**, 97–105 (2015).
9. A. A. Sayadi, J. V. Tapia, T. R. Neitzert, G. C. Clifton, Effects of expanded polystyrene (EPS) particles on fire resistance, thermal conductivity and compressive strength of foamed concrete, *Constr. Build. Mater.* **112**, 716–724 (2016).
10. E. P. Kearsley, P. J. Wainwright, The effect of porosity on the strength of foamed concrete, *Cem. Concr. Res.* **32**, 233–239 (2002).
11. S. Wei, C. Yiqiang, Z. Yunsheng, M. R. Jones, Characterization and simulation of microstructure and thermal properties of foamed concrete, *Constr. Build. Mater.* **47**, 1278–1291 (2013).
12. A. A. Hilal, N. H. Thom, A. R. Dawson, On entrained pore size distribution of foamed concrete, *Constr. Build. Mater.* **75**, 227–233 (2015).
13. S. K. Lim, C. S. Tan, O. Y. Lim, Y. L. Lee, Fresh and hardened properties of lightweight foamed concrete with palm oil fuel ash as filler, *Constr. Build. Mater.* **46**, 39–47 (2013).
14. P. Zhihua, L. Hengzhi, L. Weiqing, Preparation and characterization of super low density foamed concrete from Portland cement and admixtures, *Constr. Build. Mater.* **72**, 256–261 (2014).
15. J. Jiang, Z. Lu, Y. Niu, J. Li, Y. Zhang, Study on the preparation and properties of high-porosity foamed concretes based on ordinary Portland cement, *Mater. Des.* **92**, 949–959 (2016).
16. P. Stutzman, Scanning electron microscopy imaging of hydraulic cement microstructure, *Cem. Concr. Comp.* **26** 957–066 (2004).
17. B. Gael, T. Christelle, E. Gilles, G. Sandrine, S.-F. Tristan, Determination of the proportion of anhydrous cement using SEM image analysis, *Constr. Build. Mater.* **126**, 157–164 (2016).
18. B. M. Patterson, J. P. Escobedo-Diaz, D. Dennis-Koller, E. Cerreta, Dimensional quantification of embedded voids or objects in three dimensions using X-ray tomography, *Microsc. Microanal.* **18**, 390–398 (2012).
19. S.-Y. Chung, M. A. Elrahman, D. Stephan, P. H. Kamm, Investigation of characteristics and responses of insulating cement paste specimens with Aer solids using X-ray micro-computed tomography, *Constr. Build. Mater.* **118**, 204–215 (2016).
20. K. Natesaiyer, C. Chan, S. Sinha-Ray, D. Song, C. L. Lin, J. D. Miller, E. J. Garboczi, A. M. Forster, X-ray ct imaging and finite element computations of the elastic properties of a rigid organic foam compared to experimental measurements: insights into foam variability, *J. Mat. Science* **50**, 4012–4024 (2015).
21. N. Otsu, A threshold selection method from gray-level histograms, *Man and Cybernetics*, 62–66 (1979).
22. F. Cui, X. L. Wang, S. Peng, C. Vogel, A parallel algorithm for Quasi Euclidean distance transform, *Journal of Image and Graphics* **6**, 009 (2004).

affects the mechanical properties of concrete. As confirmed from the SEM and X-ray CT images, the microstructure of the specimens becomes denser with age, and it is assuring the higher compressive strength of the foamed specimen at the later stage, which is consistent with the results of other papers (26-27). Also the higher content of bigger voids the drastic reduction of the compressive strength of the specimens is causing. This demonstrates that the compressive strength of foamed concrete is strongly dependent of pores structure.

## 5. Conclusions

In this study, a series of foamed concrete specimens with different densities were produced to investigate their effects on the concrete properties. From the obtained results of experiments the following conclusions can be drawn.

- a) The microstructure of cement matrix and thus the properties of foamed concrete are strongly affected by the density of the samples.
- b) From the image analysis with different approaches, it is confirmed that the cement matrix microstructure is becoming more compact as the density of the foamed concrete is increasing. As it should be expected the cement matrix is denser in the specimens with higher density and for longer curing period.
- c) The pores size distributions of the foamed concrete show the tendency to be composed of smaller pores as the density of the specimens is increasing and to became more stable after longer curing period, for all densities.
- d) The results are confirming that the physical properties of foamed concrete can be effectively adjusted and selected by controlling the density of the specimens according to the intended use.

## Acknowledgements

The project is supported by the German Federal Ministry of Education and Research [BMBF, Project number: 13XP5010B and 01DR16007] and Basic Science Research Program through the National Research Foundation of Korea [NRF] funded by the Ministry of Education [2016R1A6A3A03007804]. The authors want to thank Mr. Paul H. Kamm [Helmholtz Centre Berlin] for his assistance in X-ray CT imaging.

23. D. Gastaldi, F. Canonico, L. Capelli, E. Boccaleri, M. Milanese, L. Palin, G. Croce, F. Marone, K. Mader, M. Stambanoni, In situ tomographic investigation on the early hydration behaviors of cementing systems, *Constr. Build. Mater.* **29**, 284–290 (2012).
24. M. Parisatto, M. C. Dalconi, L. Valentini, G. Artioli, A. Rack, R. Tuccoulou, G. Cruciani, G. Ferrari, Examining microstructural evolution of Portland cements by in-situ synchrotron micro-tomography, *Mater. Struct.* **50**, 1805–1817 (2015).
25. S.-Y. Chung, T.-S. Han, S.-Y. Kim, J.-H. J. Kim, K. S. Youm, J.-H. Lim, Evaluation of effect of glass beads on thermal conductivity of insulating concrete using micro CT images and probability functions, *Cem. Concr. Comp.* **65**, 150–162 (2016).
26. X. Lui, K. S. Chia, M.-H. Zhang, Water absorption, permeability, and resistance to chloride-ion penetration of lightweight aggregate concrete, *Constr. Build. Mater.* **25**, 335–343 (2011).
27. Q. L. Yu, P. Spiesz, H. J. H. Brouwers, Ultra-lightweight concrete: Conceptual design and performance evaluation, *Cem. Concr. Comp.* **61**, 18–28 (2015).