

Ocena możliwości stosowania reguły mieszanin do oszacowania przepuszczalności azotu betonu wysokowartościowego

Evaluation of the applicability of the rule of mixtures to estimating the nitrogen permeability of high-performance concrete to gas

Słowa kluczowe: beton wysokowartościowy, przepuszczalność powietrza, reguła mieszanin

Key words: high-performance concrete, air permeability, rule of mixtures

1. Wprowadzenie

W ogólności można przyjąć, że właściwości kompozytów, a więc tworzyw składających się z co najmniej dwóch różnych i rozdzielonych wyraźnym granicami, są wypadkową ich właściwości i udziałów objętościowych.

W inżynierii materiałów kompozytowych w celu oszacowania przewidywanych właściwości materiału wieloskładnikowego często stosuje się tzw. regułę mieszanin (1, 2), według której właściwość kompozytu (P_{comp}) można orientacyjnie przewidywać jako średnią ważoną właściwości jego poszczególnych składników (P_{ci}), przy wagach stanowiących ich objętościowe udziały w materiale (V_{ki}):

$$P_{comp} = P_{c1} V_{c1} + P_{c2} V_{c2} + \dots + P_{cn} V_{cn} \quad [1]$$

gdzie:

P_{comp} – właściwość kompozytu;

P_{ci} – właściwości poszczególnych składników;

V_{ci} – wzajemny objętościowy udział każdego składnika ($\sum V_{ci}=1$).

Beton cementowy jest typowym kompozytem ziarnistym, w którym matrycę stanowi stwardniały zaczyn cementowy, a fazę rozproszoną [wypełniacz] ziarna kruszywa. Obydwa te składniki są ciałami mniej lub bardziej porowatymi. W dużym uproszczeniu beton można więc traktować jako kompozyt dwuskładnikowy. Należy zaznaczyć, że szacowanie właściwości takiego materiału za pomocą reguły mieszanin stanowi jedynie mało dokładne przybliżenie, czego jedną z głównych przyczyn jest brak uwzględnienia jakości więzów tworzących się w strefie przejściowej między matrycją cementową i ziarnami kruszywa.

Celem pracy jest próba doświadczalnej weryfikacji, w jakim stopniu stosowanie reguły mieszanin może stanowić podstawę do przewidywania przepuszczalności wysokowartościowych betonów cementowych. Należy tu podkreślić, że przepuszczalność beto-

1. Introduction

In general, it can be assumed that properties of composites, that is materials which consist of at least two different components separated by clear boundaries, are the results of the properties and volumetric proportions of these components.

In composite materials engineering, when estimating the predicted properties of a material consisting of multiple components, the so-called rule of mixtures (1, 2) is often used, according to which a given property of the composite (P_{comp}) can be roughly predicted as the weighted average of the properties of its individual components (P_{ci}), with the weights representing volumetric proportions of these components in the material in question (V_{ci}):

$$P_{comp} = P_{c1} V_{c1} + P_{c2} V_{c2} + \dots + P_{cn} V_{cn} \quad [1]$$

where:

P_{comp} – property of composite;

P_{ci} – properties of individual components;

V_{ci} – relative volumetric shares of individual components ($\sum V_{ci}=1$).

Cement-based concrete is a typical granular composite in which the matrix is hardened cement paste and aggregate grains are the dissipated component. Both components are more or less porous bodies. Thus, in very simple terms, concrete can be treated as a two-component composite. It should be noted that estimating the properties of such a material using the rule of mixtures only yields a very imprecise approximation, and one of the main reasons for this is that the quality of the bonds formed in the interfacial transition zone of the matrix (cement paste) and the aggregate grains is disregarded.

This article is an attempt at experimental verification of the extent to which the application of the rule of mixtures can be useful for predicting the permeability of high-performance concretes. It

nu dla ciekłych i gazowych mediów jest jedną z podstawowych właściwości determinujących jego potencjalną trwałość (3).

should be stressed here that the permeability of concrete to liquid and gaseous media is among the fundamental properties which determine its potential durability (3).

2. Materiały i metody

Beton. Badano 18 betonów o składzie zróżnicowanym rodzajem użytego cementu (CEM I 42,5 R, CEM II/A-V 42,5 R i CEM III/A 42,5 N), wskaźnikiem w/c (0,30 i 0,40) oraz zawartością zaczynu cementowego (240, 300 i 360 dm³/m³). Do wszystkich betonów stosowano piasek rzeczny „Dwudniaki” 0/2 mm oraz kruszywo bazaltowe 2/8 i 8/16 mm ze złoża „Gracze”. W celu uzyskania podobnej konsystencji mieszanek betonowych stosowano kombinacje domieszek plastifikatora i superplastifikatora. Podstawowe właściwości użytych cementów przedstawiono w tablicy 1, a skład betonów podano w tablicy 2.

Tablica 1 / Table 1

PODSTAWOWE WŁAŚCIWOŚCI STOSOWANYCH CEMENTÓW

BASIC PROPERTIES OF THE CEMENTS

Cement Właściwość / Property	Jedn. Unit	CEM I 42,5R	CEM II/A-V 42,5R	CEM III/A 42,5N
Czas wiązania wg. PN-EN 196-3				
Setting time				
- początek / initial	min	199	176	221
- koniec / final	min	270	221	266
Powierzchnia właściwa wg Blaine'a PN-EN 196-6 Specific surface area according to Blaine	cm ² /g	3400	3660	4650
Wodożądność (woda właściwa) PN-EN 196-3 Water demand	% masy % mass	28,0	30,4	27,8
Wytrzymałość na ściskanie PN-EN 196-1 Compressive strength				
- po 2 dniach / after 2 days	MPa	29,3	25,4	13,7
- po 28 dniach / after 28 days	MPa	55,1	56,2	50,7

Z poszczególnych mieszanek betonowych wykonano po 3 próbki walcowe 150/300 mm. Po zaformowaniu próbki przez okres jednej doby przechowywano w formach zabezpieczonych przed odpowiadaniem wody. Po rozformowaniu, w czasie kolejnych 27 dni próbki dojrzewały w zamkniętych pojemnikach nad lustrem wody. Temperatura wewnętrz pojemników wynosiła 20±2°C, zaś wilgotność względna powietrza > 90%. Następnie próbki przez kolejne 72 dni były przechowywane w hali laboratoryjnej w temperaturze od 18 do 25°C i wilgotności względnej powietrza od 45 do 60%. Następnie próbki pocięto na plasty 50/150 mm (rysunek 2b), służące do pomiaru przepuszczalności azotu. Przed badaniem przepuszczalności próbki te suszono do stałej masy w temperaturze 105°C. Badanie przepuszczalności betonu przy przepływie azotu prowadzono metodą laboratoryjną RILEM-Cembureau opisaną szczegółowo między innymi w publikacjach (4-6). W przypadku każdego betonu wykonywano na 3 próbkach walcowych 50/150 mm, w stanie suchym.

2. Materials and Methods

Concretes. The study involved 18 concretes with compositions that differed in the types of cement used (CEM I 42.5 R, CEM II-A-V 42.5 R and CEM III/A 42.5 N), w/c ratios (0.30 and 0.40) and cement paste contents (240, 300 and 360 dm³/m³). In all concretes, the “Dwudniaki” 0/2 mm river sand, and 2/8 and 8/16 mm basalt aggregate from the “Gracze” deposit were used. In order to ensure that consistencies of individual concrete mixes were similar, various plasticiser and superplasticiser combinations were added. The properties of cements used are shown in Table 1. Concrete compositions are presented in detail in Table 2.

Three 150/300 mm cylindrical specimens were made from each concrete mixture. The specimens were cured for one day in moulds which were protected against water evaporation. After demoulding, the specimens were cured for 27 more days in closed containers positioned above water surface. The temperature inside containers was 20±2°C and relative humidity was >90%. The specimens were then stored in the laboratory hall for subsequent 72 days under the following conditions: temperature ranging from 18°C to 25°C and relative air humidity ranging from 45% to 60%. Subsequently, the specimens were cut into 50/150 mm slices (Fig. 2b) in order to measure their permeability to

nitrogen. Before the permeability test, the specimens were dried to a constant mass at 105°C. The test of concrete permeability to nitrogen was conducted using the RILEM-Cembureau laboratory method, which is described in detail, among others, in (4-6). Each of the concretes analysed was represented by three 50/150 mm cylindrical specimens in a dry state.

Fig. 1 shows cross-sections of the concrete specimens analysed with different cement paste contents.

Hardened cement pastes. In order to eliminate the formation of micro-defects in specimens caused by shrinkage and thermal effects, a decision was made to minimise their volume. After numerous attempts, it was found that the use of cylindrical specimens with a diameter of 10 mm and a height of 50 mm made it possible to avoid the formation of micro-defects (Fig. 2a). The specimens were formed in plastic tubes. After the tube had been filled with cement paste and the paste had been properly compacted, both

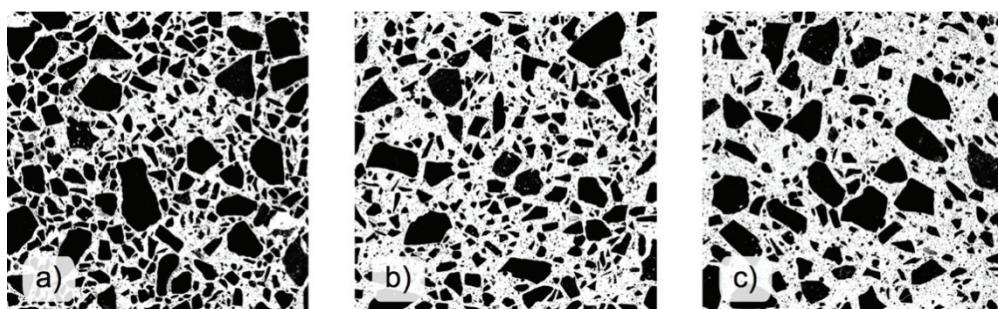
Tablica 2 / Table 2

SKŁAD ANALIZOWANYCH BETONÓW WYSOKOWARTOŚCIOWYCH

COMPOSITIONS OF HIGH-PERFORMANCE CONCRETES ANALYSED

Składnik / Component	Beton / Concrete						
	Jedn. Unit	CEM .../0,4/240	CEM .../0,4/300	CEM .../0,4/360	CEM .../0,3/240	CEM .../0,3/300	CEM .../0,3/360
Cement CEM I 42,5 R							
Cement CEM II/A-V 42,5 R	kg/m ³	332	415	498	385	482	578
Cement CEM III/A 42,5 N							
Woda / Water	dm ³ /m ³	133	166	199	116	145	173
Wskaźnik w/c w/c ratio	-		0,40			0,30	
- piasek rzeczny / riversand 0-2 mm	kg/m ³	540	684	825	540	684	825
- grys bazaltowy / basaltgrit 2-8 mm	kg/m ³	875	696	518	875	696	518
- grys bazaltowy / basaltgrit 8-16 mm	kg/m ³	800	636	474	800	636	474
Zawartość / Contents:							
- zaczyn cementowy / cement paste	dm ³ /m ³	240	300	360	240	300	360
- zaprawa / mortar	dm ³ /m ³	436	545	654	436	545	654
Domieszki / Additives:							
- plastyfikator / plasticiser BASF BV 18	% mc		0,90			0,90	
- superplastyfikator / superplasticiser BASF SKY 591	% mc		0,00 ÷ 2,60 *			1,50 ÷ 3,00 *	

* ilość superplastyfikatora zależna od składu ilościowego i rodzaju cementu / amount of superplasticiser depended on the quantitative composition and type of cement



Rys.1. Przykładowe obrazy przekrojów próbek betonów o różnej zawartości zaczynu a) 240 dm³/m³; b) 300 dm³/m³; c) 360 dm³/m³

Fig. 1. Examples of cross-sections of concrete specimens with cement paste contents of a) 240 dm³/m³; b) 300 dm³/m³; c) 360 dm³/m³

Na rysunku 1 pokazano przekroje próbek betonów o zmiennej zawartości zaczynu.

Zaczyny cementowe po stwardnieniu. W celu wyeliminowania powstawania w próbkach mikrodefektów spowodowanych skurczem wywołanym gradientem temperatury zdecydowano się na minimalizację ich objętości. Po licznych próbach okazało się, że uniknięcie powstawania mikrodefektów umożliwiają próbki walcowe o średnicy 10 mm i wysokości 50 mm (rysunek 2a). Próbki te formowano w rurkach z tworzywa sztucznego. Po wypełnieniu rurki zaczynem i odpowiednim jego zagęszczeniu, obydwa końce rurki zatykano korkami, co eliminowało możliwość odparowywanie wody. Należy podkreślić, że ciekłość wszystkich zaczynów

ends of the tube were plugged with stoppers, which prevented water evaporation. It should be stressed that the liquid consistency of all pastes allowed proper compaction. After 28 days, the specimens were demoulded and their ends were dry-sanded until a height of 50 mm was achieved. Then, for subsequent 72 days, the specimens were stored in laboratory conditions similar to those maintained for concrete specimens. Cement paste permeability was determined using the modified RILEM-Cembureau method (7). Before testing, the specimens were dried to constant mass at 40°C. The tests were performed always on a series of three specimens.

Basalt aggregate. The basalt permeability test was conducted for specimens identical to concrete ones. 50/150 mm cylinders (Fig.



Rys. 2. Próbki stosowane do badania przepuszczalności: a) zaczynu 10/50 mm, b) betonu 50/150 mm, c) bazaltu 50/150 mm

Fig. 2. Specimens used for permeability testing: a) 10/50 mm cement paste; b) 50/150 mm concrete; c) 50/150 mm basalt

umożliwiała dokładne ich zagęszczanie. Po 28 dniach próbki rozformowywano i na sucho szlifowano jej końce do wysokości 50 mm. Następnie przez kolejne 72 dni próbki przechowywano w warunkach laboratoryjnych, podobnych jak w przypadku próbek betonowych. Przepuszczalność zaczynów określano za pomocą zmodyfikowanej metody RILEM-Cembureau (7). Przed badaniem próbki suszono w temperaturze 40°C do stałej masy. Badania wykonano na 3 próbkach.

Kruszywo bazaltowe. Przepuszczalność bazaltu badano na identycznych próbkach jak próbki betonowe. Walce 50/150 mm (rysunek 2c) wycinano z większych bloków skalnych. Przed badaniem próbki były suszone do stałej masy w temperaturze 105°C. Badania wykonano na 3 próbkach.

3. Wyniki badania przepuszczalności betonów i jego składników

Wyniki badań przepuszczalności betonów oraz jego podstawowych komponentów: zaczynów i bazaltu zestawiono w tablicy 3.

4. Próba oszacowania przepuszczalności betonu za pomocą reguły mieszanin

Udziały objętościowe zaczynu, kruszywa grubego i piasku obliczono ze składu betonów. W obliczeniach przyjęto gęstości: cementu w uproszczeniu $\rho_c = 3,1 \text{ g/cm}^3$, bazaltowego kruszywa grubego $\rho_b = 3,0 \text{ g/cm}^3$, piasku $\rho_p = 2,65 \text{ g/cm}^3$ i wody $\rho_w = 1,0 \text{ g/cm}^3$. W dalszym ciągu, znając udziały objętościowe składników (tablica 4) oraz ich określoną doświadczalnie przepuszczalność (tablica 3), dokonano obliczeń przepuszczalności analizowanych betonów stosując regułę mieszanin w postaci:

$$kC_{\text{concrete}} = kC_{\text{paste}} V_{\text{paste}} + kC_{\text{basalt}} V_{\text{basalt}} + kC_{\text{sand}} V_{\text{sand}} \quad [2]$$

gdzie

kC_{concrete} – przepuszczalność betonu w stanie suchym [10^{-16} m^2],
 kC_{paste} – przepuszczalność zaczynu w stanie suchym [10^{-16} m^2],
 kC_{sand} – przepuszczalność piasku (głównie ziarna kwarcowe) przyjęto = 0 [10^{-16} m^2],

V_{paste} , V_{basalt} , V_{sand} – wzajemny udział objętościowy zaczynu, kruszywa bazaltowego i piasku w betonie [-]

2c) were cut from larger rock blocks. Before the test, the specimens were dried to a constant mass at 105°C. The tests were performed always on three specimens.

3. Results of permeability tests of concretes and their components

Results of permeability tests of concretes and their basic components (cement pastes and basalt) are presented in Table 3.

4. Attempt to estimate concrete permeability using the rule of mixtures

Volumetric proportions of cement paste, coarse aggregate and sand were calculated on the basis of concrete composition. For calculation purposes, the following densities were assumed: cement $\rho_c = 3.1 \text{ g/cm}^3$, coarse basalt aggregate $\rho_b = 3.0 \text{ g/cm}^3$, sand $\rho_s = 2.65 \text{ g/cm}^3$, and water $\rho_w = 1.0 \text{ g/cm}^3$. Further, knowing the volumetric proportions of individual components (Table 4) and their experimentally determined permeability (Table 3), the permeability of the concretes analysed was calculated using the rule of mixtures in the following form:

$$kC_{\text{concrete}} = kC_{\text{paste}} V_{\text{paste}} + kC_{\text{basalt}} V_{\text{basalt}} + kC_{\text{sand}} V_{\text{sand}} \quad [2]$$

where

kC_{concrete} – concrete permeability in the dry state [10^{-16} m^2];

kC_{paste} – cement paste permeability in the dry state [10^{-16} m^2];

kC_{sand} – sand permeability (mainly quartz grains) was assumed at 0 [10^{-16} m^2];

V_{paste} , V_{basalt} , V_{sand} – relative volumetric proportions of cement paste, basalt and sand in concrete [-].

When calculating concrete permeability on the basis of the rule of mixtures, three assumptions were adopted, as follows:

- in accordance with one of the basic stereological relationships, i.e. the generalised Cavalieri-Hacquert principle (8), surface area shares of individual components in the entire specimen cross-section through which the gas flows are the same as their volumetric proportions;
- do not exhibit defects the transition zones in concretes of cement paste and aggregate which are not porose enable the gas flow through;

Tablica 3 / Table 3

PRZEPUSZCZALNOŚĆ BETONU I JEGO KOMPONENTÓW W STANIE SUCHYM OKREŚLONA DOŚWIADCZALNIE METODĄ RILEM-CEMBUREAU
(ŚREDNIE Z 3 POMIARÓW)

PERMEABILITY OF CONCRETE AND ITS COMPONENTS IN DRY STATE DETERMINED EXPERIMENTALLY USING THE RILEM-CEMBUREAU METHOD (AVERAGE OF 3 MEASUREMENTS)

w/c	Zawartość zaczynu w betonie Concrete cement paste content (dm ³ /m ³)	Przepuszczalność / Permeability kC [10 ⁻¹⁶ m ²]							
		Beton z cementu: Concrete from cement:			Zaczyn z cementu: Cement paste from cement:			Kruszywo grube (bazalt) Coarse aggregate (basalt)	Piasek Sand
		CEM I	CEM II	CEM III	CEM I	CEM II	CEM III		
0,40	240	1,129	1,240	0,503	3,951	3,502	2,792	0,0292	0
	300	1,703	1,372	0,941					
	360	2,096	1,853	1,348					
0,30	240	0,476	0,594	0,199	2,731	1,703	0,990		
	300	0,606	0,633	0,299					
	360	0,864	0,867	0,433					

W obliczeniach przepuszczalności betonów na podstawie reguły mieszanin przyjęto trzy założenia, a mianowicie, że:

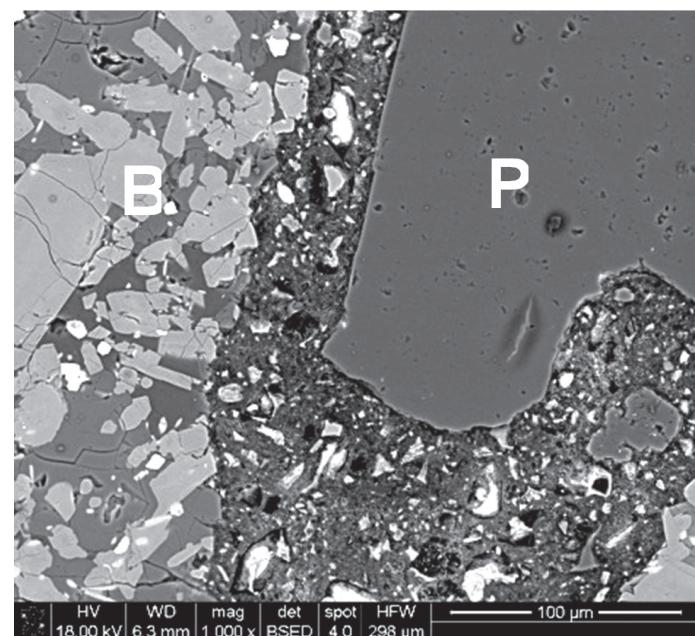
- zgodnie z jednym z podstawowych związków stereologicznych, uogólnionej zasady Cavalierego-Hacquerta (8), udziały powierzchni poszczególnych składników w całym przekroju próbki, przez który zachodzi przepływ gazu, są takie same, jak w przypadku udziałów objętościowych,
- betony nie mają porów w strefie przejściowej między zaczynem i kruszywem, umożliwiających ewentualny przepływ gazu,
- kwarcowe ziarna piasku są nieprzepuszczalne dla gazu ($kC_{sand} = 0$).

Zasadność pierwszego z wymienionych założeń potwierdziła przeprowadzona analiza obrazów przekrojów próbek betonów z cementu portlandzkiego CEM I o wskaźniku w/c = 0,40. Wykorzystano w tym celu ogólnie dostępny program ImageJ (9). Analizę prowadzono w dwóch etapach. W pierwszej kolejności na odpowiednio przygotowanych zdjęciach zgładów próbek betonów i ich skontrastowaniu, wyznaczono udział bazaltu i zaprawy w całym analizowanym obszarze. Następnie w drugim etapie przygotowywano próbki zapraw wyciętych z próbek betonu i wykonano zdjęcia w mikroskopie scanningowym przy powiększeniu 100x, a następnie zarejestrowane obrazy poddano analizie, jak poprzednio. Średnie wartości udziału składników w powierzchni przekroju, otrzymane z trzech pomiarów dla każdego z betonów podano w tablicy 4, obok udziałów objętościowych. Analiza ta potwierdziła, że względne udziały zaczynu, kruszywa grubego i piasku oceniane w odniesieniu do objętości i do powierzchni, są do siebie bardzo zbliżone. Obliczone wartości zróżnicowania pomiędzy udziałem objętościowym określonym ze składu a udziałem powierzchniowym składnika wynikającym z analizy obrazu, nie przekraczały 10%. W dalszym ciągu do obliczeń (równanie [2]) stosowano udziały objętościowe.

Zasadność drugiego założenia potwierdziły natomiast mikroskopowe obserwacje zgładów próbek betonów (rysunku 3), na

– quartz grains of sand are air impermeable ($kC_{sand} = 0$).

The validity of the first assumption was confirmed by the analysis of images of cross-sections of concrete specimens made from CEM I Portland cement with a w/c ratio of 0.40. The open source ImageJ program (9) was used for this purpose. The analysis was conducted in two stages. First, proportions of basalt and mortar in the entire area analysed were determined using appropriately prepared photographs of polished and contrasted concrete sample sections. In the second stage, mortar samples were prepared which were cut out from concrete specimens and photographs were taken



Rys. 3. Przykładowy obraz strefy przejściowej w betonach; pow. 1000 x (beton z CEM I o w/c = 0,30 i zawartości zaczynu 300 dm³/m³; literami B i P oznaczono odpowiednio ziarno bazaltu i ziarno piasku)

Fig. 3. Sample image of the transition zone in the concretes; 1000x magnification (CEM I concrete with w/c = 0.30 and cement paste content of 300 dm³/m³; the letters B and S denote basalt and sand grains, respectively)

Tablica 4 / Table 4

UDZIAŁY ZACZYNU, GRUBEGO KRUSZYWA BAZALTOWEGO I PIASKU W BETONACH

PROPORTIONS OF CEMENT PASTE, COARSE BASALT AGGREGATE AND SAND IN THE CONCRETES

w/c	Objętościowy udział składnika w jednostce objętości betonu obliczony ze składu [-] Volumetric proportion of component per unit of concrete volume calculated on the basis of composition [-]			O określony doświadczalnie (analiza obrazu) udział powierzchni przekroju składnika w powierzchni przekroju próbki o średnicy 150 mm [-]. Experimentally determined (by image analysis) proportion of cross-sectional area of component in the cross-section of a specimen with a diameter of 150 mm [-].		
	zaczyn cement paste (V_p)	bazalt basalt (V_b)	piasek sand (V_s)	zaczyn cement paste (F_p)	bazalt basalt (F_b)	piasek sand (F_s)
0,40	0,240	0,577	0,183	0,245	0,570	0,185
	0,300	0,459	0,241	0,320	0,437	0,243
	0,360	0,342	0,298	0,383	0,316	0,301

których widoczny jest brak porów w strefie przejściowej zaczynu z ziarnami kruszywa.

Zestawienie przepuszczalności betonów określonych doświadczalnie i obliczonych na podstawie reguły mieszanin zawiera tablica 5. Na rysunku 4 pokazano korelację uzyskanych wyników dla całej populacji badanych betonów. Ponadto zaznaczono również obszary obejmujące grupy betonów wykonanych z poszczególnych rodzajów cementów.

Jak widać, przepuszczalność określona doświadczalnie i obliczona na podstawie reguły mieszanin nie są takie same. Z przedstawionego wykresu na rysunku 4 wynika, że w przypadku betonów o większej szczelności o przepuszczalności do około $1,0 \times 10^{-16} \text{ m}^2$, czyli betonów o mniejszej zawartości zaczynu i mniejszym w/c, wartości obliczone są bardzo zbliżone do określonych doświadczalnie. W przypadku betonów o mniejszej szczelności, wraz ze wzrostem w/c i zawartości zaczynu w betonie, przepuszczalność obliczona różni się coraz bardziej *in minus* od określonej doświadczalnie. Może to być spowodowane przyjęciem założenia, że betony pozbawione są porowatości w strefie przejściowej zaczynu z ziarnami kruszywa. Niemniej stwierdzona korelacja obydwu wartości jest nieskała ($R=0,922$; $R^2=0,851$).

Tablica 5 / Table 5

PRZEPUSZCZALNOŚĆ BETONÓW OKREŚLONA DOŚWIADCZALNIE I OBLICZONA

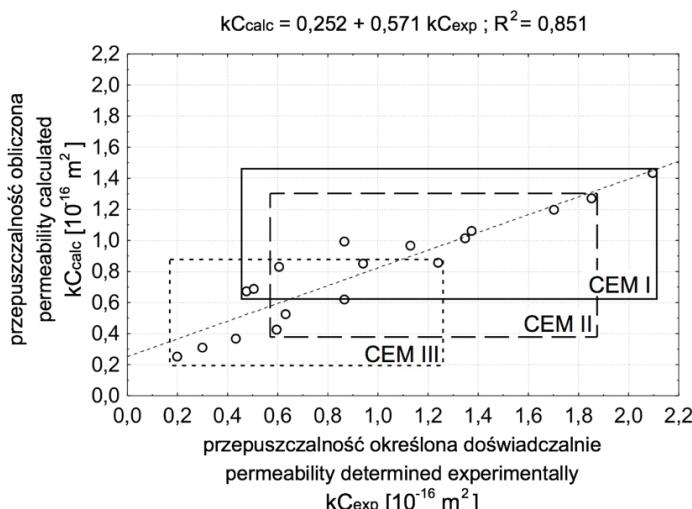
CONCRETE PERMEABILITY AS DETERMINED EXPERIMENTALLY AND CALCULATED

w/c	Zawartość zaczynu w betonie Concrete cement paste content (dm^3/m^3)	Przepuszczalność betonu/ Concrete permeability kC [10^{-16} m^2]					
		Określona doświadczalnie Determined experimentally kC_{exp}		Obliczona na podstawie reguły mieszanin (równanie [2]) Calculated on the basis of the rule of mixtures (equation [2]) kC_{calc}			
		beton z cementu / concrete from cement:					
		CEM I	CEM II	CEM III	CEM I	CEM II	CEM III
0,40	240	1,129	1,240	0,503	0,965	0,857	0,687
	300	1,703	1,372	0,941	1,199	1,064	0,851
	360	2,096	1,853	1,348	1,432	1,271	1,015
0,30	240	0,476	0,594	0,199	0,672	0,426	0,254
	300	0,606	0,633	0,299	0,833	0,524	0,310
	360	0,864	0,867	0,433	0,993	0,623	0,366

using a scanning microscope at 100x magnification, and subsequently the images captured were analysed as in the previous stage. The average proportions of components in the cross-sectional area, which were obtained from three measurements for each of the concretes analysed, are presented in Table 4, next to their volumetric proportions. This analysis confirmed that the relative proportions of cement paste, coarse aggregate and sand in terms of their volumes and surface areas were very similar to one another. The differences calculated between the volumetric proportion determined on the basis of composition and the surface area of the component in question determined from the image analysis did not exceed 10%. Subsequently, volumetric proportion values were used for calculation purposes (see equation [2]).

The validity of the second assumption, in turn, was confirmed by microscopic observations of polished cross-sections of the concrete samples (Fig. 3) – no pores are visible within the interfacial transition zone of the cement paste and aggregate grains.

Concrete permeability values determined experimentally and those calculated on the basis of the mixtures rule are compared in Table 5. Fig. 4 shows the relationship between both values determined for the entire population of concretes tested. Additionally, sections



Rys. 4. Korelacja między przepuszczalności określonej doświadczalnie i obliczonej na podstawie reguły mieszanin(wszystkie betony)

Fig. 4. Correlation of the permeability determined experimentally and calculated on the basis of the mixtures rule (all concretes analysed)

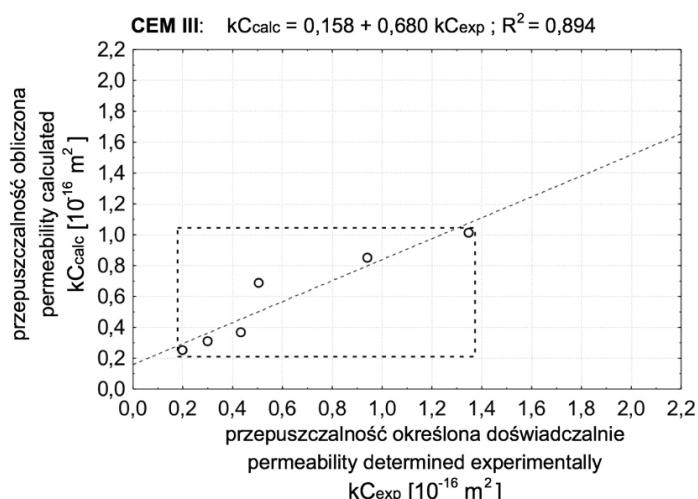
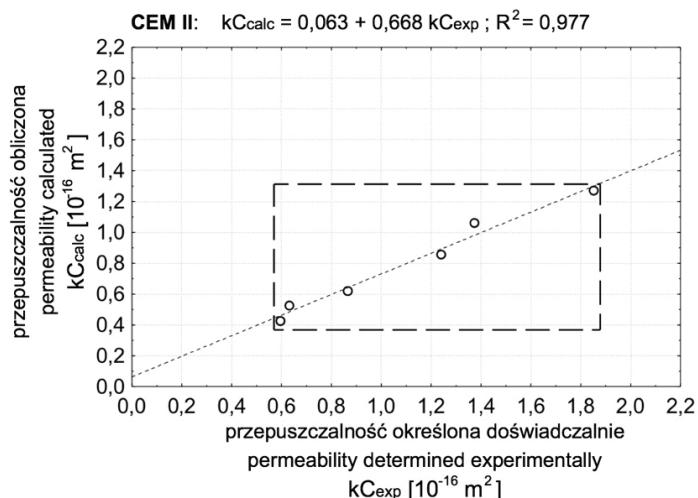
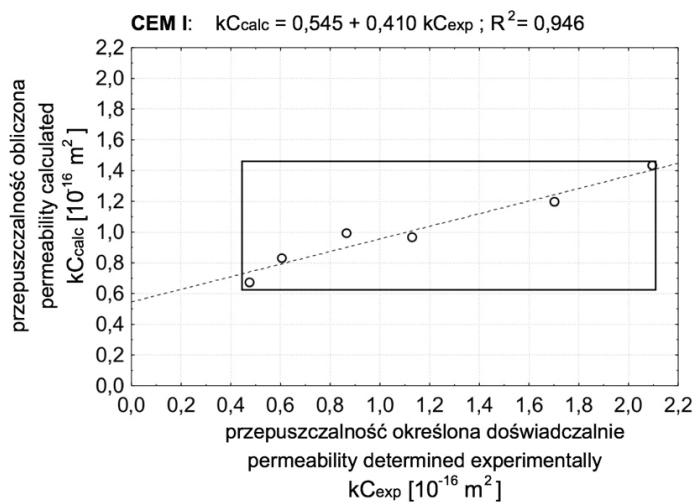
Podobna analiza, lecz przeprowadzona oddzielnie dla betonów wykonanych z poszczególnych cementów (rysunek 5) pokazuje, że korelacja przepuszczalności określonej doświadczalnie i obliczonej ulega wyraźnemu zwiększeniu. Rośnie więc także dokładność jej szacowania. Współczynniki determinacji R² przyjmują wartości od 0,894 w przypadku betonów z cementu CEM III, do 0,977 w przypadku betonów z cementem CEM II.

Należy tu dodać, że podobna analiza przeprowadzona dla betonów zwykłych o w/c = 0,50 i 0,60 i wykonanych z kruszywa żwirowego dała wynik negatywny. Przepuszczalność ziaren żwiru określono w tym przypadku jako średnią ważoną przepuszczalności skał (piaskowca, porfiru/melafiru, granitu i kwarcytu) z których żwir ten się składał. Wagami były zawartości w żwirze ziaren pochodzących z różnych wymienionych wyżej skał. Brak było korelacji R² = 0,234 przepuszczalności określonej doświadczalnie z obliczoną przy podanych na wstępie założeniach na podstawie reguły mieszanin.

5. Podsumowanie i wnioski

Wyniki przeprowadzonych badań i analiz dotyczących oceny przydatności reguły mieszanin do oszacowania przepuszczalności powietrza betonu wysokowartościowego pozwalają na sformułowanie następujących wniosków i spostrzeżeń.

1. Zastosowanie reguły mieszanin do oszacowania przepuszczalności betonów wysokowartościowych wykonanych z grubego kruszywa bazaltowego jest możliwe.
2. Sformułowana ogólna liniowa zależność przepuszczalności całej populacji analizowanych betonów wysokowartościowych określona doświadczalnie i obliczona na podstawie reguły mieszanin wykazuje bardzo małą korelację ($R = 0,822$; $R^2=0,851$).
3. Ten stopień korelacji ($R=0,945$ do $0,988$; $R^2=0,894$ do $0,977$) można zwiększyć, rozpatrując oddzielnie betony wykonane z jednego rodzaju cementu.



Rys. 5. Korelacja między przepuszczalności określonej doświadczalnie i obliczonej na podstawie reguły mieszanin (oddzielnie dla betonów z cementów CEM I, CEM II i CEM III)

Fig. 5. Correlation of between the permeability determined experimentally and calculated on the basis of the mixtures rule (separate analyses for concretes made with CEM I, CEM II and CEM III cements)

containing values for concrete groups made from one cement are marked as well.

It is evident that the permeability determined experimentally and calculated on the basis of the mixtures rule are not the same.

- Możliwość oszacowania przepuszczalności powietrza na podstawie reguły mieszanin ogranicza się jedynie do betonów o większej szczelności, w przypadku których bliskie rzeczywistości jest jedno z poczynionych założeń, iż za zaniedbywalny uznać można przepływ powietrza przez pory w strefie przejściowej zaczynu z ziarnami kruszywa.

Należy wyraźnie zastrzec, że powyższe wnioski oparte zostały na wynikach badań betonów wprawdzie o zróżnicowanych składach, ale wykonanych z jednego rodzaju kruszywa grubego (bazalt). Ponieważ jednak kruszywo to jest bardzo często używane do produkcji betonów wysokowartościowych, wnioski te wydają się mieć dosyć duży zakres stosowności. Sprzyja temu także i obszerny zakres zmiennych składu analizowanych betonów, a więc: różne rodzaje cementów, stosunek w/c i zawartość zaczynu.

W artykule wykorzystano część wyników badań zrealizowanych w ramach projektu badawczego N N506 072138 finansowanego przez Narodowe Centrum Nauki.

Literatura / References

- K. K. Chawla, "On the applicability of the "Rule-of-Mixtures" to the strength properties of metal-matrix composites", Revista Brasileira de Física, **4**, 3 (1974).
- Ji. Shaocheng, "A generalized mixture rule for estimating the viscosity of solid-liquid suspensions and mechanical properties of polyphaser rocks and composite materials", Journal of Geophysical Research, **109**, B10 (2004).
- W. Kurdowski, A. Bochenek, „Trzy zasady zapobiegania korozji betonu”, Cement Wapno Beton, **6**, 434-442 (2012).
- RILEM Technical Recommendation: "Tests for gas permeability of concrete, TC 116-PCD: Permeability of concrete as criterion of its durability", Materials and Structures, **32**, 174-179 (1999).
- J. J. Kollek, "The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method – a recommendation", Materials & Structures, **22**, 225-230 (1989).
- J. Śliwiński, T. Tracz, „Metody badania przepuszczalności betonu dla cieczy i gazów, materiały II Sympozjum nt. Trwałość betonu – metody badań właściwości determinujących trwałość materiału w różnych warunkach eksploatacji”, Politechnika Krakowska, Górażdże Cement S.A., **IV**, 59-75 (2008).
- T. Tracz, "Open porosity of cement pastes and their gas permeability", Bulletin of the Polish Academy of Sciences. Technical Science, **64**, 775-783 (2016).
- J. Ryś, „Stereologia materiałów”, Fotobit Design (1995).
- T. Ferreira, W. Rasband, «ImageJ User Guide IJ 1.46r», (2012).

From the chart shown in Fig. 4, it appears that in the case of more air-tight concretes with permeabilities of up to around $1.0 \times 10^{-16} \text{ m}^2$ (i.e. concretes with lower cement paste contents and lower w/c ratios), the values calculated are very similar to the ones determined experimentally. For less air-tight concretes, as the w/c ratio increases alongside the content of cement paste in the concrete, the permeability calculated differs more and more from the one determined experimentally and becomes lower. This may be due to the assumption adopted that the concretes tested do not exhibit any porosity in the interfacial transition zone of cement paste and aggregate grains. Nevertheless, the correlation found between the two values is medium ($R=0.922$, $R^2=0.851$).

A similar analysis, but conducted separately for concretes made of one cement (Fig. 5), demonstrates that the degree of correlation between the permeability value determined experimentally and that calculated clearly increases. Thus, the accuracy of its estimation increases as well. R^2 determination coefficients range from 0.894 for CEM III cement concrete to 0.977 for CEM II cement concrete.

It should be added that a similar analysis for ordinary concretes with w/c ratios of 0.50 and 0.60 from gravel aggregate yielded a negative result. In this case, the permeability of gravel grains was determined as the weighted average permeability of the rocks (sandstone, porphyry/melaphyre, granite and quartzite) of which the gravel consisted. The weights were determined on the basis of the proportions of grains of the individual aforementioned rocks in the gravel. There was no correlation $R^2=0.234$ between the permeability determined experimentally and the permeability calculated on the assumptions stated in the introduction on the basis of the mixtures rule.

5. Summary and Conclusions

The results of the tests and analyses conducted concerning the suitability of the rule of mixtures for estimating the air permeability of high-performance concrete allow the following conclusions and observations to be formulated.

It is possible to apply the rule of mixtures to estimating the permeability of high-performance concretes made of coarse basalt aggregate.

- The general linear relationship between the permeability of the entire population of high-performance concretes as determined experimentally and calculated on the basis of the rule of mixtures exhibits a relatively projecting degree of correlation ($R=0.822$, $R^2=0.851$).
- The degree of correlation between the two permeabilities ($R=0.945$ to 0.988 , $R^2=0.894$ to 0.977) can be increased even further by considering the concretes made of a given type of cement separately.

The possibility of estimating permeability on the basis of the mixtures rule is limited exclusively to more air-tight concretes for which the assumption can be realistically made that air flow through the

pores in the transition zone of cement paste and aggregate grains is negligible.

It should be clearly stated here that the conclusions above were based on test results obtained for concretes which, although they exhibited different compositions, were made only of one type of coarse aggregate (basalt). However, since this aggregate is very often used in the production of the majority of high-performance concretes, these conclusions appear to have quite a broad applicability range. This is also due to the extensive range within which the compositions of the concretes analysed varied with respect to cement types, w/c ratios and cement paste contents.

The article uses some results of research conducted within the framework of the N N506 072138 research project funded by the National Science Centre.