

## Zastosowanie metody emisji akustycznej do identyfikacji składników betonu przy pomiarach mikrotwardości

### Application of acoustic emission method for concrete component identification during microhardness testing

#### 1. Wprowadzenie

W celu nieniszczącej oceny właściwości betonu w konstrukcjach stosuje się rutynowo metody ultradźwiękowe i impulsowe, a także metody polegające na wyrywaniu kotew itp., nazywane też metodami 'małoniszczącymi'. W tej grupie metod badawczych mieści się nowa metoda oceny wytrzymałości i innych właściwości betonu na podstawie mikrotwardości, wysuwana zresztą 50 lat temu, lecz intensywnie rozwijana dopiero w ostatniej dekadzie, (1, 2), szczególnie przy próbach charakteryzowania betonu w skali 'nano', (3). Twardość, jako cecha ciał stałych świadcząca o odporności na odkształcenia powierzchni, na zgniecenie lub zarysowanie pod wpływem nacisku, jest jedną z tradycyjnych właściwości określanych w materiałoznawstwie. Badania twardości odnoszą się głównie do pomiaru właściwości w mikroobszarach, dlatego ich interpretacja w przypadku materiałów w miarę jednorodnych, takich jak stal czy stopy metali, jest stosunkowo prosta. W przypadku badania materiałów niejednorodnych (wielofazowych) takich jak beton, kluczowe znaczenie przy interpretacji wyników ma właściwa identyfikacja składnika, ponieważ różnym składnikom (spoiwo, kruszywo), a także warstwom kontaktowym, przypisuje się odmienny wpływ na makroskopowe właściwości mechaniczne betonu. Zagadnienie identyfikacji składników nie występowało w badaniach stwardniałych zaczynów cementowych w skali mikro (4), natomiast w skali nano Constantinides i Ulm (5) znaleźli fazę C-S-H o dużej i o małej gęstości, a Sorelli i in. (6) w przypadku fibrobetonu wysokowartościowego opracowali charakterystykę 8 faz wyodrębnionych przy wykorzystaniu technik statystycznych. Zasadnicze problemy przy interpretacji pomiarów mikrotwardości betonu dotyczą obszarów niezdefiniowanych, to znaczy nie będących wyłącznie jednym ze składników podstawowych albo obejmujących obszary zawierające defekty (pory, mikrorysy) o wielkości porównywalnej z rozmiarami odcisku.

Celem podjętych badań było opracowanie zautomatyzowanej metody wspomagającej identyfikację składnika przy pomiarze mikrotwardości oraz sprawdzenie jej poprawności na próbkach betonu wykonanego w laboratorium. Badania podjęto przy założo-

#### 1. Introduction

Several non-destructive test methods are commonly used for evaluation of concrete properties in structures, including ultrasonic and impulse methods and also pull-out tests, the latter being so called almost non-destructive. The group of methods mentioned above includes also the microhardness tests, known for concrete for 50 years but intensively developed in the last decade (1, 2), especially to characterize the nano-scaled properties of the concrete (3). The hardness of the engineering materials, being the measure of their ability to resist to surface deformation, crushing or scratching is the standard property being in the scope of materials science. Since the hardness test reveals the local characteristics of the material its interpretation is straightforward for homogenous materials, such as steel or metal alloys. For multiphase materials like concrete, the primary question is the proper recognition of the area (cement paste, aggregates, interfacial zones), affected by the indentation to determine mechanical characteristics of that area.

The problem of component identification was not present in microscale-range testing of hardened cement paste (4), however, Constantinides and Ulm (5) making the depth-sensing indentation tests on concrete at the nano load level identified the mechanical characteristics of low density C-S-H and high density C-S-H, while Sorelli et al. (6) were able to determine the mechanical characteristics of eight phases of the microstructure, identified using statistical techniques for high performance fibre reinforced concrete. The major problems arising during the evaluation of the microhardness tests results are related to those recorded during penetration of the not clearly recognizable areas, including voids and small cracks and thus named collectively as unrecognised areas later in this paper.

The objective of the investigation was to develop the automated procedure for local sample component identification during microhardness testing and to perform the verification of efficiency of procedure using concrete specimens prepared in the laboratory. The investigation was limited to the recognition of regions composed

nym ograniczeniu rozpoznawania obszarów matrycy cementowej i obszarów kruszywa (wliczając w to ziarna piasku i kruszywa grubego) oraz eliminowaniu obszarów niezdefiniowanych jednoznacznie. Zakres przeprowadzonych badań nie obejmował identyfikacji warstw kontaktowych.

## 2. Materiały i próbki

Zaprojektowano mieszanki betonowe z jednakowego kruszywa oraz spoiwa o zmiennym składzie, modyfikowanym poprzez częściowe zastąpienie cementu dodatkami popiołów normowych i pozanormowych. Stosowano następujące składniki:

- cement CEM II B-S 32,5 R – z cementowni Górażdże,
- grys granitowy frakcji 2-8mm oraz 8-16mm,
- domieszka uplastyczniająca FM 787 na bazie eterów polikarboksylowych,
- woda wodociągowa,
- krzemionkowy popiół lotny zgodny z normą PN-EN 450-1, a pochodzący z elektrociepłowni w Zgierzu i w Białymstoku,
- fluidalny popiół lotny ze spalania węgla kamiennego lub węgla brunatnego w kotłach cyrkulacyjnych elektrociepłowni Katowice oraz elektrowni Turów.

Mieszanki zaprojektowano metodą doświadczalną, przyjmując założenie jednakowej zawartości spoiwa, liczonego jako suma masy cementu i masy popiołu, a także zbliżonej zawartości wody. Krzemionkowym popiołem lotnym zastępowano 20% masy cementu. Fluidalne popioły lotne ze spalania węgla kamiennego i węgla brunatnego dodawano w tych samych ilościach, pomimo niezgodności z wymaganiami normy PN-EN 450-1 (7). Założono, że przy niezmiennym stosie okrucowym, zastosowana metoda modyfikacji spoiwa powinna spowodować zróżnicowanie wytrzymałości matrycy cementowej, którą oceniano metodą mikroindentacji.

Stosując betoniarkę laboratoryjną przygotowano 5 mieszanek betonowych, których skład podano w tabelicy 1. Właściwości mieszanki betonowej określone metodami według normy PN-EN 206-1: 2003 podano w tabelicy 2. Z mieszanek betonowych uformowano próbki do normowych badań wytrzymałości na ściskanie, w formie kostek sześciennych o boku 150 mm. Próbki betonu zagęszczono na stole wibracyjnym. Próbki przechowywano przez 90 dni w komorze klimatycznej, w warunkach dużej wilgotności i stałej temperatury, zgodnie z normą. Z próbek sześciennych wycięto mniejsze próbki do badań mikroidenta-

essentially of cement matrix and to distinct these from the indents in aggregate grains and mixed areas. The problem of identification of interfacial zones was beyond the scope of this paper.

## 2. Materials and specimens

Concrete mixes were designed using constant aggregate type and variable cement paste properties induced by partial replacement of cement with standard and non-standard fly ash. The following raw materials were used:

- cement CEM II/B-S 32.5 R from Górażdże cement plant,
- crushed granite aggregate of 2 – 8 mm and 8 – 16 mm fractions,
- polycarboxylate ether based superplasticizer,
- ordinary tap water,
- silicious fly ash conforming to requirements of PN-EN 450-1 from thermal-electric power stations in Zgierz and in Białystok,
- fluidized bed fly ash from coal combustion in circulating fluidized bed boilers used for power generation in Katowice plant (hard coal) and in Turow plant (lignite).

Concrete mix design was done experimentally assuming constant binder content, calculated as the sum of mass of cement and mass of ash, and almost constant water content. Siliceous fly ash was used to replace 20% of cement mass. Fluidized bed fly ash was used at the same rate, although it did not conform to requirements of PN-EN 450-1 standard (7). Assuming constant aggregate content the applied modification of cement matrix properties was evaluated using microindentation testing.

Five concrete compositions were prepared with the use of the laboratory mixer. Concrete mix proportions are given in Table 1 and basic properties determined according to PN-EN 206-1: 2003 are listed in Table 2.

Cube specimens 150 X 150 X 150 mm were formed for compressive strength testing. Specimens were stored for 90 days in stan-

Tabela 1 / Table 1

SKŁAD MIESZANEK BETONOWYCH  
CONCRETE MIX PROPORTION

| Składniki mieszanki betonowej<br>Materials in concrete mix<br>kg/m <sup>3</sup>                    | Oznaczenie serii próbek/Concrete series |      |      |                   |                   |
|--|---|------|------|-------------------|-------------------|
|  | 8517                                    | 8529 | 8535 | 8523              | 8567              |
| Cement CEM II/B-S 32,5 R   | 547                                     | 387  | 381  | 386               | 388               |
| Krzemionkowy popiół lotny zgodny z PN-EN 450-1<br>Siliceous fly ash conforming to PN-EN 450-1 (FA) | –                                       | 147  | 144  | –                 | –                 |
| Fluidalny popiół lotny<br>Fluidized bed fly ash (CFBC)   | –                                       | –    | –    | 146 <sup>1)</sup> | 147 <sup>2)</sup> |
| Grys granitowy / Granite gravel 2 – 8 mm   | 609                                     | 600  | 591  | 613               | 621               |
| Grys granitowy / Granite gravel 8 – 16 mm  | 928                                     | 923  | 908  | 932               | 940               |
| Domieszka uplastyczniająca<br>Water reducing admixture   | 5,47                                    | 11   | 5,41 | 5,48              | 11,03             |
| Woda / Water   | 227                                     | 255  | 251  | 227               | 222               |

<sup>1)</sup> ze spalania węgla brunatnego/by-product of hard coal burning

<sup>2)</sup> ze spalania węgla kamiennego/by-product of lignite burning

cji, o wymiarach 40 x 120 x 20 mm, których powierzchnia została wypolerowana przy użyciu diamentowych proszków polerskich. W tabelicy 2 podano znaną wytrzymałość betonu na ściskanie.

### 3. Metoda mikroindentacji

Do pomiarów twardości próbek betonu zastosowano standardowy wgłębnik Vickersa, w postaci piramidy diamentowej o kącie rozwarcia między przeciwległymi ściankami 136°. Zastosowano technikę DSI (Depth Sensing Indentation), polegającą na ciągłym pomiarze siły nacisku i przemieszczania wgłębnika w trakcie procesu wciskania go w materiał. Siłę nacisku mierzono za pomocą maszyny wytrzymałościowej Lloyd EZ 50, wyposażonej w głowicę o nośności do 50 N oraz w wgłębnik Vickersa (8). Układ pomiarowy pozwalał na pomiar siły z dokładnością 0,5% wartości przykadanego obciążenia. Dzięki zewnętrznemu, dodatkowemu przetwornikowi LVDT możliwy był pomiar przemieszczenia wgłębnika, ( $\delta$ ), w badanym materiale, z dokładnością do 0,0001 mm. Odpowiednio wycięte i wygładzone próbki mocowane były na stoliku z możliwością kontrolowanego przesuwu w kierunkach poziomych, z dokładnością do 0,001 mm. W każdej próbce wykonywano 52 odciski wgłębnika oddalone od siebie o 5 mm, według jednoznacznie zdefiniowanego schematu położenia tych odcisków względem krawędzi próbki. Układ obciążający był sterowany przy użyciu oprogramowania Ondio NEXYGEN (Lloyd Instruments), które umożliwiał kontrolę pracy całego stanowiska, włącznie z rejestracją wyników.

Podstawową wielkością uzyskiwaną w próbie Vickersa jest twardość materiału (HV), określana w MPa, wyznaczana jako iloraz siły, z jaką wciskany jest wgłębnik, do powierzchni powstałego odcisku, zgodnie z poniższym wzorem:

$$HV = \frac{2 P \sin(\varphi)}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}, \quad d \cong 7,0006 \cdot \delta \quad [1]$$

gdzie:

$P$  – przyłożone obciążenie, N,  $\varphi$  – 68°,  $d$  – średnia długość przekątnej odcisku, mm,  $\delta$  – głębokość odcisku, mm.

Równoległe z mikroindentacją prowadzono rejestrację sygnału emisji akustycznej (rysunek 1) za pomocą specjalnie zaprojektowanej aparatury pomiarowej. Po wykonaniu pomiaru przeprowadzano analizę zarejestrowanych danych przy wykorzystaniu oprogramowania opracowanego przez autorów. Sygnał emisji akustycznej (EA) jest sygnałem dźwiękowym, towarzyszącym wewnętrznym zmianom ośrodków materialnych, takim jak mikropęknięcie lub wzajemne przemieszczanie się fragmentów badanego ośrodka, połączone z tarciami (9, 10). W przypadku mikroindentacji sygna-

Tabela 2 / Table 2

WŁAŚCIWOŚCI MIESZANKI BETONOWEJ I WYTRZYMAŁOŚĆ BETONU  
FRESH MIX PROPERTIES AND THE STRENGTH OF CONCRETE

| Właściwości mieszanki, wytrzymałość betonu<br>Fresh mix properties, the strength of concrete                           | Oznaczenie serii próbek/Concrete series |       |       |       |       |
|--|---|-------|-------|-------|-------|
|  | 8517                                    | 8529  | 8535  | 8523  | 8567  |
| Gęstość objętościowa, Apparent density kg/m <sup>3</sup>   | 2316                                    | 2323  | 2280  | 2309  | 2329  |
| Temperatura mieszanki betonowej<br>Temperature of mixture °C   | 12,0                                    | 4,0   | 4,0   | 12,0  | 8,0   |
| Wskaźnik wodno-cementowy<br>Water to (cement+ash) ratio  | 0,421                                   | 0,491 | 0,485 | 0,433 | 0,428 |
| Wytrzymałość betonu na ściskanie MPa po 60 dniach <sup>1)</sup><br>Compressive strength at 60 days <sup>1)</sup> , MPa | 68,0                                    | 54,7  | 40,8  | 53,0  | 54,8  |

<sup>1)</sup> Średnia z trzech kostek o wymiarach 150 mm

dard high humidity environment and constant temperature. Small blocks 40 X 120 X 20 mm were cut out of cubes for microindentation tests. The upper surface of these blocks was accurately polished using diamond powders.

### 3. The microindentation method

The microhardness of concrete specimens was measured using standard Vickers indenter - a diamond pyramid of the angle between the lateral sides of 136°. During Depth Sensing Indentation (DSI) the load was applied to the specimen and was continuously recorded along with the penetration depth during the entire indentation process. The indentation load was measured with 50 N load cell using Lloyd EZ 50 test frame (8). The indenter displacement ( $\delta$ ) into tested material was measured with the accuracy of 0.0001 mm. Since the specimen holder could be moved horizontally with the accuracy of 0.001mm the indents were made at a distance of 1mm between each other according to strictly specified sequence in respect to the sample edge. In total 52 indents were made into each specimen. The mechanical loading of the specimens was executed under control of the automatic software Ondio NEXYGEN, supplied by Lloyd Instruments.

Calculation of the microhardness (HV) was done using the following formula :

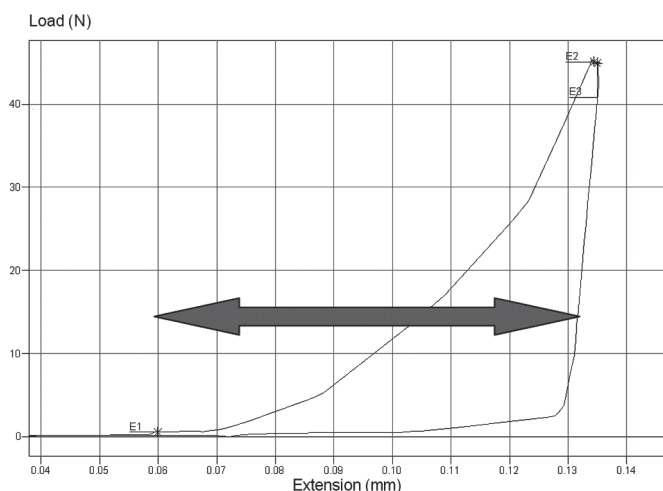
$$HV = \frac{2 P \sin(\varphi)}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}, \quad d \cong 7,0006 \cdot \delta \quad [1]$$

where:

$P$  – load applied to the indenter, N,  $\varphi$  – 68°,  $d$  – average length of the diagonal of pyramid trace, mm,  $\delta$  – penetration depth, mm.

Typical graph of applied load versus penetration depth of the indenter is presented in Fig. 1.

Monitoring of acoustic emission signal was performed simultaneously with the depth-sensing indentation, using 5 second registering period as marked in Fig 1. After a signal recording session the custom-designed automatic signal processing procedure was



Rys. 1. Zależność siły wciskającej od przemieszczenia wgnębnika. Strzałki pokazują zakres rejestracji sygnału emisji akustycznej

Fig. 1. Indentation load versus penetration depth of the indenter during DSI test. The bold arrow marks the range of AE signal registration

ły EA mają bardzo małą intensywność, dlatego do ich analizy konieczne było duże wzmocnienie i filtracja częstotliwości.

Do rejestracji sygnału EA stosowano piezoelektryczny przetwornik emisji akustycznej WD (produkcji firmy PAC, USA) o czułości 1 mV/mikrobar, zamocowany na bocznej powierzchni próbki (rysunek 2). Sygnały przekształcane były przez układ jednokanałowego analizatora emisji akustycznej o wzmocnieniu 60 dB. Korzystano z karty ultraszybkiej akwizycji danych PCI-9812, o rozdzielczości 12 bitów, i częstotliwości próbkowania sygnału 1 MHz. W karcie akwizycji danych sygnał EA przetwarzany był na postać binarną i zapisywany na dysku komputera.



Rys. 2. Sensor EA umieszczony przy bocznej powierzchni próbki betonowej

Fig. 2 The Acoustic Emission sensor attached to the lateral side of specimen

Po zakończeniu mikroindentacji powierzchnię próbek betonu obserwowano pod mikroskopem stereoskopowym Nikon SMZ800 w celu ustalenia obszarów, w których wykonano odciski. Obserwacje te pozwoliły na zaliczenie odcisków do następujących obszarów: matryca cementowa, ziarna kruszywa, pola niezidentyfikowane. Obszary niezidentyfikowane obejmowały granice ziarna kruszywa-zaczyn oraz pory i rysy w zaczynie. Przyporządkowanie

applied to analyse the recorded AE data. AE effect is related to stress wave propagation caused by the energy release in stressed solids. The AE sources are crack formations, generation or evolution of dislocation systems and friction processes (9, 10). In the case of monitoring of indentation processes the evoked AE signal was of extremely low energy and therefore the special care was needed to record it.

A broad band piezoelectric sensor of type WD made by Physical Acoustic Corporation allowed to register the AE signal in the frequency range from 10 kHz do 1 MHz with sensitivity of ca. 1mV/mikrobar. The sensor was fixed to the concrete specimen at its lateral surface (Figure 2). The acoustic signal processing consisted of 60 dB amplification and suppression of low-frequency background noise. The signal acquisition was performed using the ultrafast acquisition card of type PCI-9812, working with sampling frequency of 1 Megasamples/s with the resolution of 12 bits. After signal digitisation it was stored on a computer disc.

After the tests the indents into the surface of concrete specimens were observed by the stereomicroscope Nikon SMZ800 in order to assign them to the area of aggregate grains, to the cement matrix or to unrecognised areas that included voids in the matrix and matrix-aggregate interfaces. The assumed simplified classification of the indents into three components was based on earlier results (11) showing a relationship between concrete resistance to aggression of XF4 environment and microhardness of hardened cement paste.

#### 4. Test results

As a result of indentation tests on specimens of five concrete compositions the following microhardness values were obtained:

- from 450 to 1200 MPa for cement matrix,
- from 1000 to 3400 MPa for aggregate grains,
- from 100 to 1000 MPa for unrecognised areas,

Because of overlapping of these ranges of microhardness it would be difficult to associate these values to concrete components without microscopic observations.

The average values of energy and amplitude of AE events and also standard deviation calculated for the data obtained for three selected concrete components described above are presented in Table 3. According to PN-EN 1330-9 the AE impulses emitted during a defined time interval are called 'AE events'. The energy of AE signal is defined as sum of transient values of registered by AE sensor during a time interval. Since the noise level caused by the drive of the loading machine was also recorded it was necessary to assume a definition of onset of AE event: when the current AE signal value would exceed two-fold the average level of background noise.

A large scatter of acoustic data was observed – between 50 and 70%, but the average values of energy and amplitude of EA signals



odcisków tylko do tych trzech obszarów było uproszczeniem uzasadnionym wynikami wcześniejszych badań i prawdopodobną zależnością odporności betonu na agresywne oddziaływanie środowiska od mikrotwardości stwardniałego zaczynu cementowego (11).

#### 4. Wyniki badań

W wyniku przeprowadzonych badań indentacji na próbkach pięciu rodzajów betonu uzyskano następujące wyniki mikrotwardości HV:

- matryca cementowa: od 450 do 1200 MPa,
- ziarna kruszywa: od 1000 do 3400 MPa,
- obszary niezdefiniowane: od 100 do 1000 MPa.

Zakresy mikrotwardości częściowo się pokrywają, zatem bez dodatkowych obserwacji trudno byłoby jednoznacznie przypisać mikrotwardość poszczególnym składnikom betonu.

W tabelicy 3 przedstawiono wyniki analizy sygnału EA zarejestrowanego podczas indentacji: podano średnie wartości energii zdarzeń EA i amplitudy zdarzeń EA w wyodrębnionych składnikach betonu. Zdarzeniami EA wg normy PN-EN 1330-9 nazywa się impulsy akustyczne emitowane w przedziale czasu, natomiast energię zarejestrowanego sygnału EA określa suma wartości chwilowych sygnału zmierzona w określonym przedziale czasu. Ponieważ aparatura pomiarowa rejestrowała także emisję akustyczną pochodzącą od napędu maszyny wytrzymałościowej, potrzebne było przyjęcie umownej definicji wykrycia zdarzenia EA: wtedy, gdy chwilowa wartość sygnału akustycznego przekracza dwukrotnie średni poziom tła generowanego przez napęd przemieszczającego się wglębniaka.

Stwierdzono duży rozrzut wyników – w granicach od 50 do 70%, natomiast wartości średnie energii i amplitudy sygnałów EA określone w przypadku składników betonu różniły się nie więcej niż o 30%. Przy tak dużych rozrzutach wyników nie można racjonalnie wyznaczyć charakterystyki akustycznej poszczególnych składników. Uproszczoną analizę wyników przeprowadzono przyjmując następującą, empiryczną regułę klasyfikacji odcisków: „jeżeli  $E_{sr}$  jest mniejsza lub równa 9000 j.u oraz jeżeli  $A_{sr}$  jest mniejsza lub równa 2000 [ $\mu$ V], to odcisk występuje w obszarze matrycy cementowej”. W zbiorze wyników indentacji w obszarach próbek zidentyfikowanych mikroskopowo jako matryca cementowa powyższa reguła okazała się poprawna tylko w około 50%, a zatem precyzja rozpoznania była niewielka.

#### 5. Analiza sygnałów EA z zastosowaniem filtracji w dziedzinie częstotliwości

Aby polepszyć poprawność identyfikacji odcisków w zbadanych próbkach betonowych podjęto próbę eliminacji szumów akustycznych, pochodzących od napędu przemieszczającego wglębniak Vickersa. W tym celu opracowano program wykorzystujący transformację falkowe, umożliwiającą dekompozycję sygnału EA w okre-

associated with selected components of concrete did not differ more than 30%. Due to such large scatter of data a rational determination of the acoustic characteristics of concrete components was not possible. A simplified analysis of AE data was performed using the following empirical rule for recognition of the indents: “if AE energy is equal or lower than 9000 (in arbitrary units) and if amplitude is equal or lower than 2000  $\mu$ V than the AE emission origins from indentation into cement matrix”. Using this criterion it was possible to recognise properly only about 50% of the indents into cement matrix, thus the precision of the recognition was low.

#### 5. Analysis of AE signals using digital filtering in frequency domain

To increase the precision of recognition of indents a procedure of suppression of noise caused by the drive of the loading machine was introduced. For this purpose an improved version of computer software based of wavelet transformations, enabling decomposition of AE signals in selected acoustic frequency bands, was prepared. More detailed description of this procedure is given in (12).

The following three AE frequency bands were selected:

- 375 – 150 kHz (the band of high frequency, marked *H*),
- 125 – 62 kHz (the band of medium frequency, marked *M*),
- 31 – 17 kHz (the band of low frequency, marked *L*).

Graphical representation of fragments of recorded AE signal before and after wavelet decomposition is shown in Figure 3. After processing of data using this software the following AE descriptors were obtained:

- The number of AE events exceeding the predefined background level in three selected frequency bands - labelled  $lzd_H$ ,  $lzd_M$ ,  $lzd_L$ ;
- The averaged energy of AE signal within the registered AE events in selected frequency bands - labelled  $sen_H$ ,  $sen_M$ ,  $sen_L$ ;
- The averaged amplitude of AE signal within the registered AE events in selected frequency bands - labelled  $saz_H$ ,  $saz_M$ ,  $saz_L$ .

Data analysis in the frequency band L revealed that the energy and the amplitude of AE signal were quite the same, independent of the localization of indents within concrete specimens. This frequency band contains the noise from the drive of the testing machine; the noise is strong – its energy is about 50% higher than the acoustic emission from concrete crushing. Acoustic data analysis in the frequency band H revealed the lowest scatter of energy and amplitude of AE signals, resulting in possibilities of better identification microhardness of concrete components.

Using the results above an improved rule for recognition of the indents in cement matrix, aggregate grains and other areas was proposed. The basic rule is: “if  $E_{sr}$  in the frequency band H is equal or lower than 22 (in arbitrary units) and if  $A_{sr}$  in the frequency band H is equal or lower than 6  $\mu$ V than the indent is made into cement matrix”. Within the set of indents in concrete specimens classified as indents into cement matrix an application of this criterion was

Tabela 3 / Table 3

WYNIKI ANALIZY SYGNAŁU EMISJI AKUSTYCZNEJ ZAREJESTROWANEJ PODCZAS INDENTACJI PRÓBEK BETONU – WARTOŚĆ ŚREDNIA I ODCHYLENIE STANDARDOWE ENERGII ZDARZEŃ EA ORAZ AMPLITUDY ZDARZEŃ EA W WYODRĘBNIONYCH SKŁADNIKACH BETONU  
RESULTS OF ANALYSIS OF ACOUSTIC EMISSION RECORDED DURING CONCRETE INDENTATION TESTS – AVERAGE VALUES AND STANDARD DEVIATION OF ENERGY AND AMPLITUDE OF AE EVENTS FOR SELECTED CONCRETE COMPONENTS

| Składnik betonu ustalony metodą obserwacji mikroskopowych<br>The concrete component, as observed using stereomicroscope | Energia sygnału emisji akustycznej<br>Energy of AE events |  | Amplituda sygnału emisji akustycznej<br>Amplitude of AE events |  |
|---|---|--|--|--|
|   | Wartość średnia<br>$E_{sr}$ , j.u.<br>Average value, a.u. | Odchylenie standardowe, j.u.<br>Standard deviation, a.u. | Wartość średnia<br>$A_{sr}$ , $\mu V$<br>Average value a.u     | Odchylenie standardowe, $\mu V$<br>Standard deviation, a.u |
| Matryca cementowa<br>Cement matrix  | 9724  | 6663 (69%)   | 1941   | 1075 (55%)   |
| Ziarna kruszywa<br>Aggregate grains   | 14225   | 9994 (70%)   | 3642   | 1861 (51%)   |
| Obszar niezdefiniowany<br>Unrecognised areas  | 11682   | 7429 (63%)   | 2978   | 1439 (48%)   |

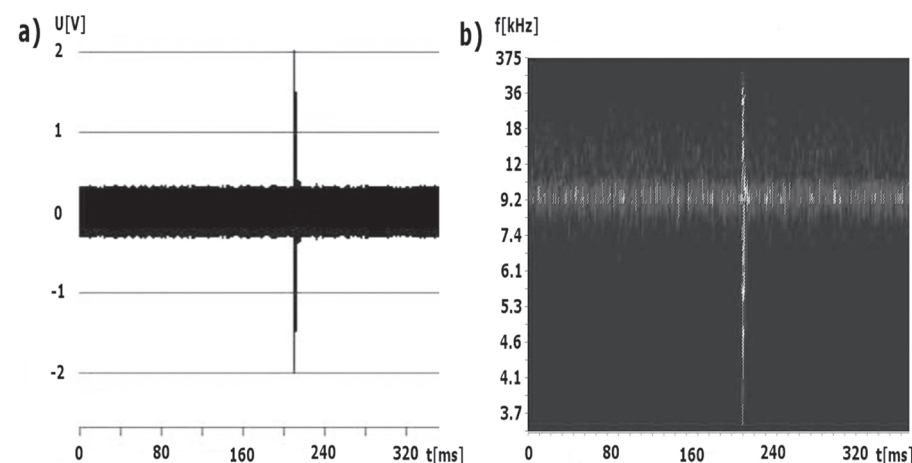
ślonych pasmach częstotliwości akustycznych. Szerszy opis tej procedury zamieszczono w (12).

W dziedzinie częstotliwości w analizowanym sygnale EA wyróżniono 3 przedziały :

- 375 – 150 kHz (pasmo ozn. *H*, „High”)125 – 62 kHz (pasmo ozn. *M*, „Medium”)
- 31 – 17 kHz (pasmo ozn. *L*, „Low”)

Na rysunku 3 przedstawiono graficzną reprezentację fragmentów zarejestrowanego sygnału emisji akustycznej przed i po zastosowaniu falkowej dekompozycji. W wyniku przetwarzania danych pomiarowych opracowanym programem komputerowym, otrzymano następujące rezultaty obliczeń:

- liczba przekroczeń tła akustycznego przez zarejestrowany sygnał EA w trzech wybranych przedziałach częstotliwości (oznaczenie  $lzd_H$ ,  $lzd_M$ ,  $lzd_L$ ),



Rys. 3. Graficzna reprezentacja fragmentu zarejestrowanej emisji akustycznej w funkcji czasu przed (wykres z lewej) oraz po zastosowaniu falkowej procedury dekompozycji (wykres z prawej strony). Na spektrogramie z prawej strony widoczne jest pasmo częstotliwości od 8 do 14 kHz, w którym rejestruje się tło akustyczne w trakcie procesu indentacji

Fig. 3. Graphical representation of fragments of recorded AE signal before (left) and after wavelet decomposition (right). The right figure shows the frequency band between 8 and 10 kHz containing background noise recorded during depth sensing indentation

correct in 76% of the indents. Application of described procedure of AE analysis resulted in improvement of accuracy of recognition and proper recognition of concrete components within  $\frac{3}{4}$  of indentation tests.

The obtained precision of recognition was far from ideal. It is necessary to pay attention to the stochastic nature of concrete microstructure and porosity of components of both cement matrix and aggregate grains, locally variable and covering a wide range of pores: from nanopores to macropores. This is crucially important for determination of local mechanical properties of composite material based on measurements in microareas. The applied indentation loads resulted in indenter penetration into cement matrix to the depth of several tens of micrometers, that corresponded to the diagonal of indentation trace of 200-500 micrometers. Therefore such microindentation test results in averaging of mechanical properties within the volume determined by the size of indent, typically larger than common phases in cement matrix and the size of

micropores. Due to multi-size in homogeneity of microstructure it is not possible to expect some low scatter of microhardness data and precise recognition of concrete components. Similarly large scatter of indentation data was observed in the nano range (5, 6) and the application of statistical analysis was needed to determine the mechanical characteristics of concrete components. Thus one should not expect the same accuracy of microindentation tests as e.g. the compressive strength testing. It is expected, however, that after further elaboration of DSI method it will be possible to make microindentation test on unknown concrete and make an estimation of cement matrix properties without other tests.

- średnia energia sygnału w obrębie zdarzeń rejestrowanych w wybranych przedziałach częstotliwości (ozn.  $sen_H$ ,  $sen_M$ ,  $sen_L$ ),
- średnia amplituda zdarzeń EA w wybranych przedziałach częstotliwości (oznaczenie  $saz_H$ ,  $saz_M$ ,  $saz_L$ ).

Analiza wyników wykazała, że w paśmie częstotliwości  $L$  energia i amplituda sygnału EA jest bardzo zbliżona, niezależnie od miejsca indentacji próbki (składnika betonu). W tym paśmie zawiera się energia sygnału pochodzącego od napędu maszyny wytrzymałościowej; jest to silne zakłócenie – na poziomie energii o około 50% wyższym od energii sygnału użytecznego. Ponadto, analiza wykazała, że w paśmie częstotliwości  $H$  rozrzut wartości energii i amplitudy sygnałów EA jest najmniejszy, dzięki czemu pojawiają się lepsze możliwości akustycznej identyfikacji składników betonu.

Na podstawie powyższych spostrzeżeń opracowano ulepszoną regułę klasyfikacji testów indentacji, identyfikującą odciski w matrycy cementowej, w ziarnach kruszywa i obszarach niezidentyfikowanych. Reguła ma następującą postać: „jeżeli  $E_{sr}$  w paśmie częstotliwości  $H$  jest mniejsza lub równa 22 j.u oraz jeżeli  $A_{sr}$  w paśmie częstotliwości  $H$  jest mniejsza lub równa 6,  $\mu V$ , to odcisk występuje w matrycy cementowej”. W zbiorze wyników indentacji w obszarach próbek betonowych, zidentyfikowanych mikroskopowo jako matryca cementowa, powyższa reguła okazała się poprawna w 76%. Zatem zastosowanie procedury analizy EA opisanej w niniejszym paragrafie zapewniło polepszenie rozpoznania i prawidłową identyfikację składników betonu w  $\frac{3}{4}$  testów mikroindentacji.

Uzyskana precyzja rozpoznania jest daleka od doskonałości. Trzeba tu jednak zwrócić uwagę na stochastyczną naturę mikrostruktury betonu i porowatość składników (zarówno matrycy cementowej, jak i ziaren kruszywa), lokalnie zróżnicowaną i występującą w zakresie od nanoporów do makroporów. Ma to istotne znaczenie przy oznaczaniu lokalnych cech mechanicznych materiału wieloskładnikowego na podstawie pomiarów w mikroobszarach. Stosowane w niniejszych badaniach siły nacisku wywoływały zagłębienie wgłębnika w stwardniały zaczyn cementowy na głębokość kilkudziesięciu mikrometrów, co odpowiadało przekątnej odcisku wynoszącej od 200 do 500 mikrometrów. Test mikroindentacji w tym przypadku powoduje uśrednienie właściwości materiałowych w objętości określonej wymiarami odcisku wgłębnika, przekraczającymi typowe rozmiary rozmaitych faz krystalicznych matrycy cementowej i rozmiary mikroporów. Z powodu wieloskalowej niejednorodności mikrostruktury nie można oczekiwać niskich rozrzutów pomiarów mikrotwardości i całkowitej jednoznaczności przy identyfikacji składników betonu. Podobnie duże rozrzuty wyników indentacji obserwowane były także w skali nano (5, 6) i dopiero przy użyciu technik analizy statystycznej można było określić charakterystyki mikromechaniczne składników betonu. Nie należy oczekiwać takiej precyzji wyników mikroindentacji, jak np. w przypadkach testów wytrzymałości betonu na ściskanie. Oczekuje się jednak, że po udoskonaleniu metody będzie można wykonać mikroindentację nieznanego betonu i oszacować właściwości mechaniczne matrycy cementowej bez innych badań.

## 6. Conclusions

Performed microindentation tests on concrete specimens resulted in following conclusions regarding the possibility of concrete components recognition using AE signal monitoring and data treatment:

- The energy of acoustic emission signal accompanying the microindentation process is sufficiently large for recognition of concrete components.
- The elimination from the acoustic emission signal of low frequency noise coming from the drive of the loading machine results in reduction of dispersion of parameters of the measured acoustic emission signal.
- The effective recognition of cement matrix in concrete can be obtained using combination of two parameters of acoustic emission signal: average energy value of AE events and average amplitude value of AE events determined with elimination of spectral content of frequency lower than 100 kHz from the signal.

## Acknowledgement

The research was financially supported by public funds for science during 2006-2009 within the Project T07E 036 30.

## Literatura / References

1. S. Igarashi, A. Bentur, S. Mindess, Microhardness testing of cementitious materials, *Advanced Cement Based Materials* **4**, 48–57 (1996).
2. J. Kasperkiewicz, M. Sobczak, O możliwościach oceny wytrzymałości betonu na podstawie badania mikrotwardości, *Cement-Wapno-Beton* **3**, 138 – 142 (2004).
3. W. Zhu, J. J. Hughes, N. Bicanic, C. J. Pearce, Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks, *Materials Characterization* **58**, 1189–1198 (2007).
4. M. A. Glinicki, M. Zieliński, Depth-sensing indentation method for evaluation of efficiency of secondary cementitious materials, *Cement and Concrete Research* **34**, 721–724 (2004).
5. G. Constantinides, F.-J. Ulm, The effect of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials: Results from nanoindentation and micromechanical modeling, *Cement and Concrete Research* **34**, 67–80 (2004).
6. L. Sorelli, G. Constantinides, F.-J. Ulm, F. Toutlemonde, The nano-mechanical signature of Ultra High Performance Concrete by statistical nanoindentation techniques, *Cement and Concrete Research* **38**, 1447 – 1456 (2008).
7. A. Łagosz, J. Małolepszy, J. Śliwiński, T. Tracz, Wykorzystanie popiołów fluidalnych jako dodatku mineralnego do betonów, V Konferencja „Dni Betonu – Tradycja i Nowoczesność”, Wisła, 719–727 (2008).
8. M. A. Glinicki, J. Kasperkiewicz, M. Sobczak, M. Zieliński, Badanie mikrotwardości betonu za pomocą wgłębnika Vickersa, XLIX Konferencja Naukowa KILiW PAN i KN PZITB, Krynica 3 (2003) 139–146
9. Z. Ranachowski, Metody pomiaru i analiza sygnału emisji akustycznej, *Prace IPPT PAN*, 1/1997, ISSN 0208-5658, Warszawa 1997.
10. T. Kishi, *Acoustic Emission-Beyond the Millenium*, Elsevier, ISBN 008 043851 2, Amsterdam 2000.
11. M. A. Glinicki, M. Zieliński, Frost salt scaling resistance of concrete containing CFBC fly ash, *Materials and Structures*, **42** (2009) 993–1002
12. J. Kasperkiewicz, On a possibility of structure identification by micro-indentation and acoustic emission, in *Proceedings pro045: Nanotechnology in Construction*, Edited by Y. de Miguel, A. Porro and P.J.M. Bartos, 151-159, ISBN: 2-912143-87-X, RILEM 2006.

## 6. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań mikrotwardości betonu z pomiarem emisji akustycznej można sformułować następujące wnioski dotyczące możliwości identyfikacji składników betonu przy wykorzystaniu opracowanych procedur obróbki sygnału EA:

- Energia sygnału emisji akustycznej towarzyszącej testom mikroindentacji jest wystarczająca do wykorzystania przy identyfikacji składników betonu.
- Eliminacja z sygnału emisji akustycznej składowych o niskiej częstotliwości, pochodzących od napędu maszyny wytrzymałościowej, skutkuje zmniejszeniem rozrzutów wynikowych parametrów mierzonego sygnału emisji.
- Efektywną identyfikację matrycy cementowej w betonie można osiągnąć przy jednoczesnym zastosowaniu dwóch parametrów sygnału emisji akustycznej : średniej wartości energii zdarzeń EA oraz średniej wartości amplitudy zdarzeń EA przy eliminacji z sygnału składowych poniżej 100 kHz.

## Podziękowanie

Praca była finansowana ze środków budżetowych na naukę na lata 2006-2009 w ramach Projektu Badawczego T07E 036 30.