

Metody ilościowe i jakościowe oceny napowietrzenia betonu

Methods of qualitative and quantitative assessment of concrete air entrainment

1. Wprowadzenie

Znane są opinie, że pojawienie się domieszek napowietrzających było przypuszczalnie jednym z najważniejszych osiągnięć w technologii betonu w ostatnim stuleciu. Ich powszechne stosowanie poprawiło mrozoodporność konstrukcji z betonu. Pomimo, że zasady stosowania domieszek napowietrzających (DN) i projektowania betonu napowietrzonego są znane od wielu lat, nadal zdarzają się niepowodzenia technologiczne. Umiejętność wytwarzania i wbudowywania betonu właściwie napowietrzonego nie jest powszechna (1) i na dodatek wymaga stałego doskonalenia z powodu stosowania nowych rodzajów cementu do produkcji betonu, które mają duży wpływ na efekt działania domieszek napowietrzających. Mogą one wpływać na mechanizm powstawania trwałej struktury pęcherzyków powietrza w mieszance betonowej i w betonie. W związku z tym współczesna technologia betonu posługuje się specjalnie opracowanymi metodami pomiaru zawartości powietrza, a nawet wielkości i rozmieszczenia pęcherzyków powietrza w betonie. Omówienie różnych metod pomiaru napowietrzania betonu oraz zasad oceny stopnia jego napowietrzenia jest przedmiotem niniejszego artykułu.

Na ogół badania napowietrzonej mieszanki betonowej i betonu podejmuje się w celu szybkiej diagnozy potencjalnej trwałości betonu w środowisku XF. Z definicji betonem napowietrzonym nazywa się beton wykonany z domieszką napowietrzającą, zastosowaną w celu stworzenia warunków do utworzenia w mieszance betonowej trwałych pęcherzyków powietrza o kulistym kształcie i o wymiarach od 5 do 1000 μm . Oczywiście pory powietrzne powstają w betonie w procesie mieszania składników mieszanki betonowej, mają one jednak nieregularne kształty i z reguły duże rozmiary, a także nie są trwałe. Taki beton, nawet w przypadku zwiększonej porowatości, zawierający duże pustki powietrzne, nie jest betonem napowietrzonym intencjonalnie i nie ma podobnych właściwości fizycznych. Wprowadzenie nowych metod badawczych i wymagań normowych (wprawdzie jeszcze w ograniczonym zakresie) jest uzasadnione obecną znajomością tego zagadnienia. Nie wystarczy zastosowanie odpowiedniego składu betonu, aby

1. Introduction

The introduction of air-entraining (AE) agents in the technology of concrete has been known as one of the most important achievements of this technology in the last century. The common use of AE agents assured the frost resistance of concrete structures. In spite of the widespread knowledge of principles of applications AE agents and air-entrained concrete design, there are still technological failures. The production and casting of properly air-entrained concrete is not commonly mastered and, moreover, it requires continuous improvements, due to the use of different cement types for concrete production which have a significant influence on the cement-AE compatibility. It may have an important influence on the formation of a stable air void structure in the concrete mix and in the hardened concrete. Therefore in the contemporary concrete technology special measurement methods are used to determine the air content, and even the size and distribution of air voids in the concrete. The goal of this paper is to discuss various methods of measurement of the degree of concrete air-entrainment and the principles of its evaluation.

Generally, the tests of the air-entrained concrete mix are usually undertaken for a quick diagnosis of a potential resistance of concrete, when exposed to the XF class environment. By definition, the air-entrained concrete is produced with an air-entraining agent which that is used to create the conditions to form stable air voids of a spherical shape and diameter in the range of 5 to 1000 μm . The air voids in concrete are obviously formed during mixing of ingredients, but they have an irregular shape and usually a large diameter, and are unstable. Such a concrete, in spite of increased porosity, and composed of large voids, has not been intentionally air-entrained and does not have similar physical properties. The introduction of new test methods and standard specifications (although the latter one in a limited range) is justified by the current state of knowledge. It is not sufficient to follow the prescriptive limits of concrete composition to ensure the concrete resistance, exposed to freeze-thawing cycles and deicing chemicals, but the proper microstructure of concrete is needed to predict its durability.

zapewnić trwałość w środowisku narażonym na działanie mrozu i środków odladzających (XF), dopiero stwierdzenie, że mikrostruktura betonu jest właściwa, pozwala prognozować jego trwałość.

2. Pomiary napowietrzenia mieszanki betonowej

Stosowane metody badania stopnia napowietrzenia mieszanki betonowej zestawiono w tabeli 1. Do jakościowej oceny napowietrzenia zaliczają się trzy pierwsze metody. Nieobjęte normami badania „wskaźnika piany”^{*} lub jej trwałości podejmuje się w celu sprawdzenia, czy taki układ składników cementu, dodatków mineralnych i domieszki napowietrzającej w ogóle umożliwia wytworzenie trwałego układu pęcherzyków powietrza.

Im więcej składnika powierzchniowo-czynnego zawartego w domieszce napowietrzającej zostanie zaadsorbowane na powierzchni cząstek cementu w zaczynie, tym jakość tego zaczynu z punktu widzenia możliwości napowietrzania jest gorsza, a napowietrzanie jest procesem trudniejszym do kontroli. Badanie wskaźnika piany (2-4) polega na obserwacji wstrząsanej w cylindrze miarowym mieszaniny wody, cementu, domieszki napowietrzającej oraz ewentualnego dodatku mineralnego (np. popiołu lotnego), przy wzrastającej zawartości DN. Wskaźnikiem piany określa się dodatek 10% roztworu domieszki napowietrzającej, dodanej do zaczynu cementowego niezbędnej do wytworzenia trwałej warstwy pęcherzyków powietrza na powierzchni tej mieszaniny.

Pomimo, że adsorpcja domieszki wyrażana poprzez wskaźnik piany jest wielkością liczbową, znane są trudności z interpretacją wyniku pomiaru z powodu braku ustalonych jednoznacznie wartości granicznych. Domieszki napowietrzające złożone z różnych związków powierzchniowo-czynnych dają różne wskaźniki piany, chociaż mogą zapewniać utworzenie trwałych pęcherzyków powietrza. Na podstawie badania wskaźnika piany (4) stwierdzono między innymi, że dodatek krzemionkowych popiołów lotnych wpłynął na wielokrotne zwiększenie zawartości DN, niezbędnej do utworzenia trwałej piany, na powierzchni zaczynu. Zależność adsorpcji domieszki napowietrzającej od zawartości niespalonego

2. Measurement methods of air entrainment of concrete mix

The common methods of evaluation of concrete mix air-entrainment are presented in Table 1. The first three methods are considered to be qualitative. Non-standard tests of foam index or foam stability are usually performed to verify if the mixture of the selected cement, mineral additions and an air-entraining agent have good compatibility and allows us to form a stable air void system or it is not possible.

The more surfactant contained in AE agent is adsorbed on the surface of cement particles in the paste, the worse is the quality of the paste, as far as the air entrainment capability is concerned, and the process is more difficult to control. Foam index tests (2-4) consist of the study of the mixture of water, cement, AE agent and eventually a mineral addition (for example fly ash) in a calibrated cylinder at the increasing content of the admixture. The foam index is defined as a content of 10% solution of AE agent required for the formation of a stable layer of air bubbles at the surface of such a mixture.

Although the adsorption of AE agent is expressed by a numerical value of the foam index, there are shortcomings of the test result evaluation due to the lack of established threshold limits. AE agent, composed of various surfactants, independently from different foam indices, can have the proper ability of the formation of stable air voids. The results of foam index tests (4) have revealed that the siliceous fly ash addition induced a significant increase of the content of AE agent, needed for the formation of stable air voids. The relationship between the adsorption of AE agent and the unburned coal residue of fly ash (expressed as the loss during firing) is known (3). The tests on the use of calcareous fly ash in the air-entrained concrete were reported in one of the earlier works (6). As shown in Fig. 1, a significant influence of the content of calcareous fly ash and its fineness, even in the case of low unburned carbon content, on the foam index was found; the increase ranged even up to twelve times. Therefore the foam index test can be an efficient method for the selection of concrete

Tablica 1 / Table 1

METODY BADANIA NAPOWIETRZENIA MIESZANKI BETONOWEJ

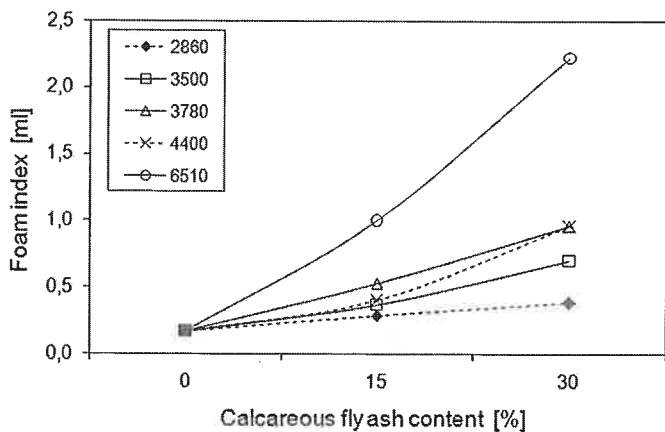
TEST METHODS OF AIR-ENTRAINMENT OF CONCRETE MIX

Metoda/Method	Źródło / Reference	Uwagi / Remarks
wskaźnik piany/foam index *	2-4	ocena jakościowa qualitative evaluation
trwałość piany/foam stability*	5, 6	
gęstość pozorną/apparent density	PN-EN 12350-6	
ciśnieniowy pomiar zawartości powietrza/pressure method	PN-EN 12350-7	ocena ilościowa quantitative evaluation
wyporu hydrostatycznego/buoyancy**	7-9	

*mieszanka cementu z wodą i DN/mixture of cement, water and AE agent

**mieszanka betonowa z której usunięto ziarna większe od 6 mm/concrete mix without aggregate grains greater than 6 mm

* utworzenie warstwy piany na powierzchni zaczynu (nazywane po angielsku „wskaźnikiem piany”)



Rys. 1. Wskaźnik piany wyrażony jako objętość roztworu domieszki napowietrzającej w funkcji zawartości wapiennego popiołu lotnego w cemencie, o zróżnicowanej powierzchni właściwej, według Blaine'a, cm^2/g (6)

Fig. 1. Effect of the content of calcareous fly ash, of variable Blaine surface, on the foam index expressed as a volume of AE agent solution (6)

węgla w popiołach lotnych, a więc od strat prażenia cementu jest znana (3). W jednej z wcześniejszych prac autora (6) przeprowadzono doświadczenia dotyczące wykorzystania popiołów lotnych wapiennych w technologii betonu napowietrzonego. Jak pokazano przykładowo na rysunku 1, stwierdzono duży wpływ uziarnienia i zawartości popiołów lotnych wapiennych o małej zawartości węgla na dodatek DN, niezbędny do uzyskania trwałej warstewki piany – w skrajnym przypadku aż dwunastokrotny. Zatem oznaczenie wskaźnika piany może być skuteczną metodą eliminacji składników niekorzystnych w betonie napowietrzonym.

Badanie trwałości piany zdefiniowane w pracy Geblera i Kriegera (5) polega na obserwacji oddzielania się wody od piany wytworzonej z mieszaniny domieszki z wodą. Skuteczność DN jest tym lepsza, im wolniej oddziela się woda od powstałej piany. W badaniach przeprowadzonych tą metodą stwierdzono znaczne różnice w trwałości piany przy wzrastającym dodatku popiołu wapiennego (6).

Zawartość powietrza w mieszance betonowej można orientacyjnie ocenić porównując zmierzoną gęstość objętościową mieszanki według normy PN-EN 12350-6 i teoretyczną, obliczoną na podstawie sumy mas składników mieszanki w 1 m^3 . Podstawowa metoda pomiaru zawartości powietrza w mieszance betonowej jest podana w normie PN-EN 12350-7. Metoda ta jest powszechnie stosowana do rutynowej kontroli zgodności mieszanki betonowej dostarczonej na budowę ze specyfikacją techniczną.

Stosunkowo nową metodą pomiaru napowietrzenia mieszanki betonowej jest pomiar wyporu hydrostatycznego (7). Metoda ta wykorzystuje prawo Stokesa, określające siłę oporu ciała o kształcie kuli, poruszającego się w cieczy lub gazie; wielkość pęcherzyków powietrza można określić obserwując ich prędkość poruszania się w cieczy o znanej lepkości - duże pęcherzyki powietrza poruszają się szybciej niż małe. Próbkę mieszanki betonowej (z kruszywem 0/6 mm) pobiera się z elementu bezpośrednio po wbudowaniu i przy użyciu specjalnej strzykawki wprowadza do urządzenia

ingredients and elimination of disadvantageous components for the air-entrained concrete production.

The foam stability tests reported by Gebler and Krieger (5) consist of observations of water separation from the foam, formed on the surface of the mixture of AE agent, water and cement. The higher efficiency of AE agent is related to the slower separation of water from the foam formed. The performed investigation, using this test method, revealed significant differences in the stability of air bubbles (foam) with an increasing content of fly ash (6).

The air content in the concrete mix can be roughly estimated by comparing the measured apparent density as for PN-EN 12350-6 and the calculation, using the mass of ingredients in a the concrete cubic meter. The basic method of the air content determination in concrete mix is given in the PN-EN 12350-7 standard. This method is commonly used in the conformity tests of the concrete mix for the technical specification.

A relatively new test method of air-entrainment degree of the concrete mix is based on a principle of buoyancy (7). Using Stokes' law, for a determination of buoyancy of an object moving in liquid or gaseous medium, allows the air voids diameter to be determined by observation of their movement in a liquid of defined viscosity – larger air bubbles rise faster than the smaller ones. The fresh mix specimen (with the aggregate size limited to 6 mm) is taken from the just placed concrete, using a special syringe, and is introduced into the measuring device, at the bottom of a glass column. The fresh mix concrete is gently stirred to release the air bubbles into the viscous fluid. Air bubbles rise along the glass column and are collected below the submerged bowl, connected to the scale; during 25 minutes the change of buoyancy is measured. Using the record of buoyancy in time the instrument allows to be determined automatically of air content, specific surface of air voids and the spacing factor.

The use of the instruments based on the buoyancy measurement principle has been growing for several years, also in Poland (8-9). The major advantage of this method consists in a short testing time, about 40 minutes in total. However, the method has certain limitations that are difficult to meet:

- the temperature of the liquid with the concrete mix specimen should be limited to a narrow range, to maintain constant viscosity of this liquid,
- for precise measurements it is necessary to limit the environmental factors: to isolate the instrument from the vibrations caused even by walking people and to eliminate the drafts,
- the apparatus is fragile and therefore not adequate for testing on site,
- the volume of the tested concrete mixture is low, only 20 cm^3 , and there is a possibility of external air-entrainment, when the specimen is taken.

Several test methods for the air entrainment characterization of the concrete mix are not included in Table 1 because of failures in development. An attempt to use fiber optics was undertaken

pomiarowego, na dno szklanej kolumny. Próbkę miesza się delikatnie, powodując przechodzenie pęcherzyków powietrza do cieczy o znanej lepkości. Pęcherzyki powietrza wędrują w kolumnie pomiarowej i gromadzą się pod miską pomiarową wyporu hydrostatycznego; przez 25 minut mierzy się zmianę tego wyporu. Na podstawie zmian wyporu hydrostatycznego w funkcji czasu układ pomiarowy automatycznie wyznacza zawartość powietrza, powierzchnię właściwą porów i wskaźnik ich rozmieszczenia.

Stosowanie aparatu opartego na pomiarze wyporu hydrostatycznego powoli rozpowszechnia się także w Polsce (8-9). Ważną zaletą metody wyporu hydrostatycznego jest krótki czas badania, które trwa około 40 minut. Metoda ma jednak dosyć trudne do spełnienia ograniczenia:

- temperatura cieczy pomiarowej (wraz z próbką mieszanki) powinna mieścić się w wąskim przedziale, tak aby lepkość cieczy była stała,
- dokładność pomiaru wymaga ograniczenia wpływu otoczenia: zabezpieczenia przed wstrząsami spowodowanymi nawet przechodzeniem ludzi w pobliżu stanowiska pomiarowego, eliminacji przeciągów,
- aparatura pomiarowa jest delikatna i dlatego nie nadaje się do wykorzystania na placu budowy,
- objętość badanej próbki mieszanki jest mała - jedynie około 20 cm³, a podczas jej pobierania do próbek dostaje się powietrze z zewnątrz.

W tablicy 1 pominięto metody pomiaru zawartości porów powietrznych w mieszance betonowej, których nie udało się w pełni opanować. Podejmowano próby wykorzystania światłowodów, na przykład F. Ansari, United States Patent 5082371, rok 1992. Światłowodem zanurzonym w mieszance betonowej doprowadzano koherentną wiązkę światła i mierzono intensywność światła odbitego. Zasada pomiaru opierała się na prawie Snelliusa - załamania światła przy przejściu przez granicę między dwoma ośrodkami o różnych współczynnikach załamania (powietrze - odbicie światła, zaczyn cementowy - brak odbicia). Oryginalną metodę badania stopnia napowietżenia mieszanki betonowej przedstawił Hansen (10). Pobieranie próbek do badań polegało na lokalnym zamrażaniu mieszanki betonowej przy użyciu ciekłego azotu i wykonaniu odwiertu w takiej zamrożonej mieszance. Zliczanie porów powietrznych na powierzchni bocznej walca z zamrożonej mieszanki betonowej przeprowadzano skanerem laserowym. Trudności techniczne z właściwym zamrożeniem mieszanki zahamowały rozwój tej metody.

3. Mikrostruktura porów powietrznych w betonie

Metody badania mikrostruktury porów powietrznych w betonie zestawiono w tablicy 2. Metoda mikroskopowa, lub przy użyciu skanera, wymaga przygotowania próbek w postaci zgładów polerowanych. Z większych elementów wycina się płaskie płytki o wymiarach około 100x100x25 mm. Następnie próbki czyści się, suszy i dokładnie poleruje proszkami szlifierskimi, sprawdzając

by F. Ansari, US Patent 5082371, 1992. The coherent light beam passing the fiber optic was introduced into the fresh concrete mix and the intensity of the reflected light was measured. The principle of measurement was based on Snellius' law of refraction of light passing through a boundary between two media with different refractive indexes.

An original method of measurement of air-entrainment degree of the fresh concrete mix was presented by Hansen (10). The specimens were cored out of the frozen concrete mix after localized freezing with liquid nitrogen. The air void counting at the lateral surface of frozen concrete cores was performed using a laser scanner. Technical difficulties with proper freezing of the concrete mix impeded the development of this method.

3. Microstructure of air voids in concrete

The methods of air voids characterization in concrete are presented in Table 2. To apply microscopic or scanner methods it is necessary to prepare polished sections of concrete. Flat plates of dimensions approximately 100x100x25 mm are cut out of larger concrete elements. Then the specimens are cleaned, dried and carefully polished using the polishing powders, checking the quality of surface preparation by an optical microscope. The critical feature is to achieve sharp edges on the air voids, seen at the surface of a polished section of concrete. A prerequisite for the use of automatic methods of image analysis is contrasting of the specimen surface for air voids distinction. Several contrasting procedures are known, for instance the waterproof paint application or void filling by zinc paste. The properly prepared polished section is a prerequisite for obtaining proper results of air void characterization.

A basic element of the test set-up consists in an optical microscopy of polished sections observation in reflected light at the magnification of 60 to 120 x. The apparatus used at IPPT PAN laboratory for air void characterization comprises of the image analysis system Image Pro Plus 4.5 with an additional module Scope Pro, a digital camera Sony DXC950P and a scanning table Marzhauser SCAN 150x150. The camera allows an observation of 24 bit colour image at the resolution of 768x576 pixels to be performed, in a rectangular array. When using a magnification factor of 30 it means that the current size of a pixel is about 2.76 μm, which is considered sufficient for air void characterization.

Following the standard PN-EN 480-11 standard, the determination of air voids sizes and distribution is performed using the so-called traverse analysis, but the American standard ASTM C 457 allows also a point counting analysis to be applied. The detailed procedures of measurements and calculation are provided in PN-EN 480-11. The total length of a traverse line is assumed to be at least 1200 mm, for one concrete specimen. In order to determine the air voids sizes the chord lengths (traverse line fragments crossing the air voids) are analysed. On this basis the chords are classified into adequate length ranges.

jakość powierzchni pod mikroskopem optycznym. Ważne jest uzyskanie ostrych krawędzi pustek powietrznych, widocznych na powierzchni zglądu. Stosowanie automatycznych metod analizy obrazu wymaga kontrastowania powierzchni zglądu, w celu wyodrębnienia porów powietrznych. Znane są różne metody kontrastowania, na przykład malowanie wodoodporną farbą lub wypełnianie porów pastą cynkową. Prawidłowo przygotowany zgląd jest niezbędnym warunkiem poprawnych wyników badania mikrostruktury porów (11-13).

Podstawowym składnikiem układu pomiarowego jest mikroskop optyczny do obserwacji powierzchni zglądów w świetle odbitym, przy powiększeniach 60-120 razy. Stosowana w IPPT PAN aparatura do pomiaru porów powietrznych obejmuje zestaw do analizy obrazu Image Pro Plus 4,5 z dodatkowym modułem Scope Pro, kamerę Sony DXC950P i stół skaningowy Marzhauser SCAN 150x150. Kamera umożliwia obserwację obrazu kolorowego 24 bitowego, o rozdzielczości 768x576 pikseli, w siatce prostokątnej. Przy stosowanym powiększeniu 30x oznacza to, że punkt na obrazie ma rzeczywisty wymiar około 2,8 μm , co w zupełności wystarcza do badania mikrostruktury porów.

Zgodnie z normą PN-EN 480-11 określenie mikrostruktury porów powietrznych przeprowadza się tak zwaną metodą trawersową, jednak norma amerykańska ASTM C457 dopuszcza także metodę punktową. Szczegóły wykonywania pomiarów oraz przeprowadzania obliczeń podane są w normie PN-EN 480-11. Przyjmuje się, że całkowita długość linii trawersowej, w przypadku jednej próbki betonu, wynosi co najmniej 1200 mm. W celu określenia rozkładu wielkości porów powietrznych analizowane są rozkłady cięciw porów (przecięcia linii trawersowej z porami powietrznymi); na tej podstawie cięciwy klasyfikuje się do odpowiednich przedziałów długości. Mikrostrukturę porów powietrznych opisuje się następującymi parametrami:

- całkowita zawartość powietrza A , %,
- powierzchnia właściwa porów powietrznych α , mm^{-1} ,
- wskaźnik rozmieszczenia porów powietrznych \bar{L}^* , mm,
- zawartość mikroporów o średnicy mniejszej od 0,3 mm A_{300} , %,
- rozkład wielkości porów powietrznych, w przedziałach średnic 0-10 μm , 10-20 μm , 20-30 μm , ... 2500-4000 μm .

Powierzchnię właściwą α wyznacza się z ilorazu całkowitej powierzchni porów powietrznych przez ich objętość.

Na rysunku 2 pokazano rozkład wielkości porów powietrznych w próbce betonu w przedziałach średnic 0-10 μm , 10-20 μm , 20-30 μm , ... 2500-4000 μm , otrzymany metodą normową. Na wykresie skumulowanej zawartości porów pokazana została zasada odczytu parametru A_{300} . Na rysunku 3 pokazano fragment powierzchni próbki betonu napowietrzonego, ilustrujący wielkość i rozmieszczenie porów na tej powierzchni. Widoczne jest równomierne rozmieszczenie drobnych porów powietrznych w zaczynie cementowym.

Tablica 2 / Table 2

METODY BADANIA MIKROSTRUKTURY PORÓW POWIETRZNYCH W BETONIE

METHODS OF AIR VOIDS MICROSTRUCTURE TESTING IN CONCRETE

Metoda/Method	Źródło/Reference
mikroskopia optyczna optical microscopy	ASTM C 457, PN-EN 480-11 oraz (11-13)
skaner z cyfrową analizą obrazu scanner with digital image analysis	(14, 15)

Air bubbles microstructure is characterized by the following parameters:

- total air content,
- specific surface of air voids,
- spacing factor,
- mezopores content of the size below 300 μm ,
- range of air voids sizes, classified into the range of diameters 0-10, 10-20, 2500-.....4000 μm .

The specific surface is determined by a ratio of the total surface of air voids to their volume.

The air voids size distribution in a specimen, determined by the standard approach in the range of diameters 00-10 μm , 10-20 μm , 20-30 μm , ... 2500-4000 μm , is shown in Fig. 2. The principle of determination of A_{300} parameter is illustrated at the cumulative curve of the air void content chart. In Fig. 3 a fragment of the air entrained concrete specimen is shown to illustrate the size and distribution of air voids at the concrete section surface. Small air bubbles, evenly distributed in the cement matrix, can be seen.

As shown by Załocha and Kasperkiewicz (14), for the air void measurements in the concrete polished section it is possible to use a scanner of graphic resolution 2400 dpi (one pixel corresponds to the size 10.6 by 10.6 μm) or 4800 dpi (~5.3 x 5.3 μm). As confirmed by the data presented in Table 3, and also published in (1), there is a fair agreement between the results obtained with a microscope or a scanner. However, comparative tests performed by Jana (15) showed rather high differences in the results of measurements, as shown by an example presented in Fig. 4. Each of the compared methods contributes to perceiving a distinction among properly air-entrained concrete (1), insufficiently air entrained concrete (1) or incorrectly air entrained concrete (3); the differences in the spacing factor increase with a decrease of the air content.

In the range limited to the size of the observation area the scanning electron microscopy was used for air voids testing. Using the magnification factor of 50 of the image of 2.56 by 1.84 μm , represented by 512 x 368 pixels, the size of one pixel was about 5 μm (17). The image acquisition was performed twice: using the backscatter electron mode and mapping of silicon distribution, to distinguish the air voids and the siliceous sand and aggregate

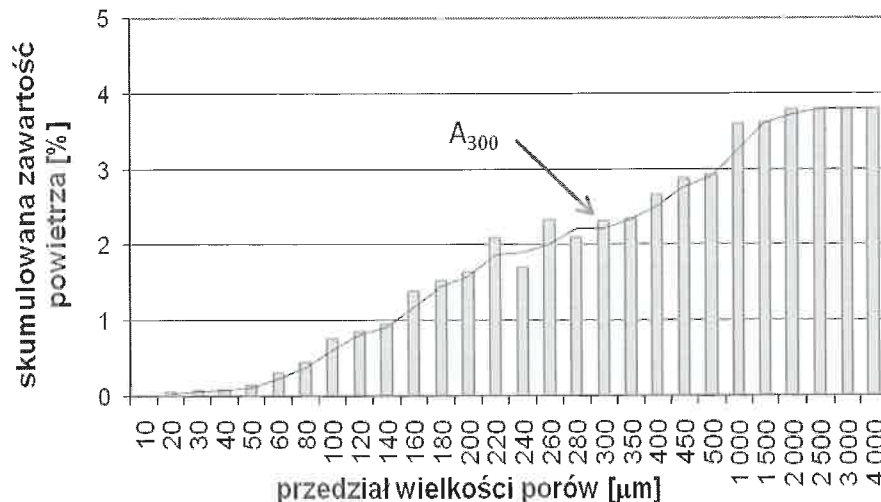
Jak wykazała praca Załochy i Kasperkiewicza (14), do pomiarów porów powietrznych na zglądzie próbki betonu można też wykorzystać skaner biurowy o rozdzielczości optycznej 2400 dpi (jeden piksel opowiada wymiarom $10,6 \times 10,6 \mu\text{m}$) lub 4800 dpi ($\sim 5,3 \times 5,3 \mu\text{m}$). Jak wynika z danych zebranych w tabelicy 3, a także znalezionych w pracy (16) występuje dosyć dobra korelacja wyników uzyskanych za pomocą mikroskopu optycznego i skanera. Badania porównawcze przeprowadzone przez Jana (15) wykazały natomiast dosyć duże różnice w pomiarach rozmieszczenia porów, jak to pokazano przykładowo na rysunku 4. Każda z porównywanych metod pozwala odróżnić beton dobrze napowietrzony (1) od betonu napowietrzonego niedostatecznie (2) lub błędnie (3), przy czym różnice wskaźnika rozmieszczenia \bar{L} wzrastały ze zmniejszaniem się zawartości powietrza.

W zakresie ograniczonym wielkością pola obserwacji do badania mikrostruktury porów powietrznych zastosowano mikroskop skaningowy. W badaniach tych stosowano powiększenie 50x, co na obrazie o wymiarach $2,56 \times 1,84 \text{ mm}$ złożonym z 512×368 pikseli, odpowiadało wymiarowi piksela około $5 \mu\text{m}$ (17). Obraz próbki uzyskiwano dwukrotnie: metodą rozproszenia elektronów wtórnych i metodą „mappingu” rozmieszczenia krzemu: pierwszy obraz służył do wyodrębnienia porów, a drugi do wyodrębnienia ziaren kruszywa grubego i piasku, bogatych w krzemionkę. Dzięki tej metodzie możliwa jest automatyczna analiza wielkości i rozmieszczenia porów powietrznych.

4. Normowe zasady oceny stopnia napowietrzenia

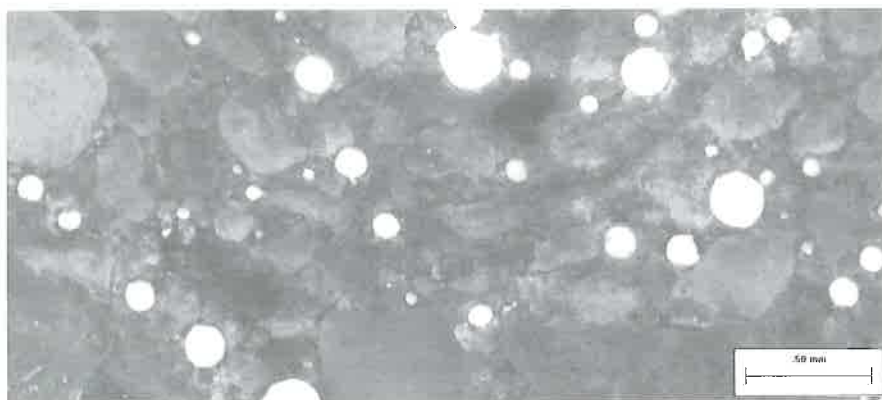
Wymagania dotyczące napowietrzenia betonu podane w normach PN-EN 206-1 oraz PN-B-06265 odnoszą się wyłącznie do pomiarów zawartości powietrza w mieszance betonowej metodą ciśnieniową. W klasach ekspozycji XF2- XF4 jest zawarte wymaganie dotyczące minimalnej zawartości powietrza, która powinna wynosić 4%. Równocześnie określone są ograniczenia dotyczące składu betonu, maksymalnego stosunku w/c , minimalnej zawartości cementu oraz stopnia mrozoodporności stosowanego kruszywa.

W normie PN-EN 934-2, dotyczącej domieszek do betonu, znajduje się wymaganie $\bar{L} \leq 0,20 \text{ mm}$ w betonie z domieszkami napowietrzającymi. Oznaczenie wykonane na betonie wzorcowym III z cementu CEM I ma znaczenie jedynie przy ocenie zgodności domieszek napowietrzających z wymaganiami normy. Wytyczne te nie podają zawartości domieszki potrzebnej do zapewnienia trwa-



Rys. 2. Skumulowany rozkład wielkości porów powietrznych w próbce betonu napowietrzonego, określony automatyczną metodą podaną w PN-EN 480-11 (1)

Fig. 2. Cumulative distribution of air voids content in air-entrained concrete specimen, determined with the automatic method as for PN-EN 480-11 (1)



Rys. 3. Przykład rozmieszczenia porów powietrznych (kolor biały) na powierzchni zglądu próbki betonu napowietrzonego (1)

Fig. 3. Example of distribution of air bubbles (white) in a cross section of the air entrained concrete specimen (1)

grains, respectively. This allows an automation of the analysis of the size and the distribution of air bubbles to be achieved.

4. Standard methods of air-entrainment evaluation

Standard requirements for concrete air-entrainment presented in PN-EN 206-1 and PN-B-0625 are related only to the air content in the concrete mix, determined with a pressure method. For XF2 to XF4 exposure classes there is a requirement of minimum air content of 4%. At the same time the limiting value conditions are defined in relation to the composition of concrete, w/c ratio, minimum cement content and frost resistance degree of aggregates used.

In the PN-EN 934-2 standard related to the admixtures for concrete the threshold value of $\bar{L} \leq 0,20 \text{ mm}$ is specified in the air entrained concrete. The tests on the model concrete type III made with CEM I cement is valid only for the standard compliance testing of

* Wskaźnik rozmieszczenia porów powietrznych

tego napowietrzenia innych mieszanek, zwłaszcza zawierających inne cementy niż CEM I, lub zawierających kombinację kilku domieszek. Dlatego w nowej wersji normy EN 206 (wersja 2014) znalazł się zapis o konieczności sprawdzania zgodności domieszek chemicznych, obejmujących także domieszkę napowietrzającą, na podstawie odległości pomiędzy porami, określanej zgodnie z PN-EN 480-11, przy zastosowaniu kryterium zgodności według PN-EN 934-2.

W dodatkach uzupełniających normę EN 206-1 w krajach europejskich o klimacie zbliżonym do klimatu Polski, wprowadzono ważne wymagania dotyczące właściwości betonu w klasie ekspozycji XF. W tablicy 4 podano wymagania dotyczące stopnia napowietrzenia betonu w klasach ekspozycji XF2 – XF4 według norm: austriackiej ÖNORM B 4710-1, duńskiej DS 2426, niemieckiej DIN 1045-2. W dwóch pierwszych normach wprowadzono szczegółowe wymagania dotyczące mikrostruktury porów powietrznych w stwardniałym betonie. W normie duńskiej wprowadzono alternatywne wymaganie związane z odpornością betonu na oddziaływanie mrozu i soli odladzającej (na podstawie badania metodą Boraas). Wymaganie dotyczące właściwej mikrostruktury porów powietrznych i wymaganie dobrej odporności na powstawanie odprysków spowodowanych działaniem mrozu i soli odladzającej są tu traktowane zamiennie.

Norma niemiecka DIN 1045-2 nie zawiera szczegółowych wymagań odnośnie do mikrostruktury porów w betonie napowietrzonym. Wymagana zawartość powietrza w mieszance betonowej mieści się w granicach od 3,5 do 5,5 %, w zależności od uziarnienia kruszywa. Wymagania podane w tablicy 4 uzupełniono stanowiskiem Niemieckiego Federalnego Ministerstwa Komunikacji w sprawie budowy betonowych nawierzchni drogowych. Według ZTV Beton-StB 07 (18) w betonie na nawierzchnie, zarówno w toku opracowywania składu betonu jak też przy sprawdzaniu zgodności, wymaga się małej odległości porów oraz dużej zawartości mezoporów. Pomimo braku w normie DIN 1045-2 szczegółowych wymagań dotyczących struktury porów powietrznych, obowiązujące w Niemczech szczegółowe warunki techniczne dotyczące dróg z betonu zawierają takie wymagania ilościowe.

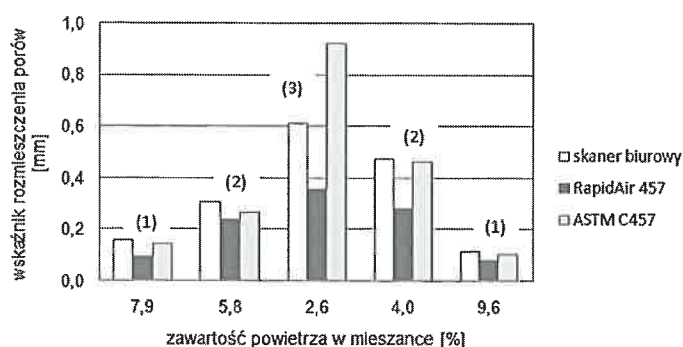
W Ogólnych Specyfikacjach Technicznych GDDKiA dotyczących nawierzchni dróg betonowych (19) od roku 2003 znajduje się wymaganie dotyczące ograniczenia odległości porów w betonie napowietrzonym do $\bar{L} \leq 0,20$ mm. Beton napowietrzony powinien zawierać nie mniej niż 3,5% powietrza w objętości zagęszczonej masy betonowej, w wyniku działania dodanych domieszek napowietrzających. Jeżeli przytoczony dosłownie zapis (19), dotyczący masy betonowej, rozumieć jako stwardniały beton $A \geq 3,5\%$, to liczbowe wymagania odpowiadają wymaganiom cytowanej normy duńskiej. Niestety w (19) nie ma szczegółowych wskazań dotyczących pobierania próbek i oceny zgodności wyników analizy

Tablica 3 / Table 3

RÓŻNICE WYNIKÓW POMIAROWYCH MIKROSTRUKTURY PORÓW POWIETRZNYCH, UZYSKANE ZA POMOCĄ MIKROSKOPU OPTYCZNEGO I SKANERA (14)

THE DIFFERENCES BETWEEN THE AIR VOIDS MICROSTRUCTURE TEST RESULTS OBTAINED BY MEANS OF OPTICAL MICROSCOPY AND A SCANNER (14)

Parametr / Parameter	\bar{L} , mm	α , mm ⁻¹	A, %	A ₃₀₀ , %
odchylenie w górę / maximum difference	0,02	5	1,2	0,02
odchylenie w dół / minimum difference	-0,04	-2	-0,97	-1,41
różnica średnia / average difference	-0,008	1,2	-0,03	-0,64
współczynnik korelacji / correlation coefficient	0,914	0,975	0,971	0,847



Rys. 4. Porównanie wyników pomiarów wskaźnika rozmieszczenia porów powietrznych w pięciu betonach napowietrzonych różnymi metodami (15)

Fig. 4. Comparison of the air voids spacing factor in 5 air-entrained concretes, determined by different methods (15)

AE agents. Such tests do not indicate the AE content needed for stable air entrainment of other concrete mixes, particularly with the cements different than CEM I, neither for the case of combination of various admixtures. Therefore in a new edition of the EN 206 standard (2014), the requirement for compatibility testing of admixtures has been stated, using the criterion of the air void spacing factor specified in PN-EN 934-2, determined as for PN-EN 480-11.

The national documents introducing the EN 206-1 standard in several European countries contain specifications for concrete properties at the XF exposure class. In Table 4 standard specifications for air entrainment of concrete designed for the exposure in XF2 to XF4 classes are presented as given in the Austrian ÖNORM B 4710-1 standard, Danish DS 2426 standard, and German DIN 1045-2 standard. In the two first standards the detailed specifications for the air void microstructure in hardened concrete are provided. An alternative requirement, based on the frost-salt scaling test results (Boraas test), is provided in the Danish standard. The specifications of the proper air voids characteristics and the good resistance to frost-deicing salt scaling are treated interchangeably.

The German DIN 1045-2 standard does not introduce a detailed specification for air voids microstructure in air-entrained concrete. The specified air content in the concrete mix is within the limits from 3.5% to 5.5%, depending on the aggregate size. The standard specifications in Table 4 contain the specifications of the German

Tablica 4 / Table 4

WYMAGANIA DOTYCZĄCE MIKROSTRUKTURY PORÓW W BETONIE W NORMACH UZUPEŁNIAJĄCYCH EN 206-1 W KILKU KRAJACH ORAZ W BETONIE NAWIERZCHNIOWYM WEDŁUG WYTYCZNYCH ZTV BETON-STB 07

STANDARD SPECIFICATIONS OF AIR VOID MICROSTRUCTURE IN CONCRETE ACCORDING TO THE NATIONAL APPLICATION DOCUMENTS OF THE EN 206-1 IN SEVERAL COUNTRIES AND IN CONCRETE FOR ROAD PAVEMENTS FOR ZTV BETON-STB 07

Norma lub wytyczne Standard document	Wymaganie/Specification	Klasa ekspozycji / Exposure class		
		XF2	XF3	XF4
Norma austriacka Austrian standard ÖNORM B 4710-1	min. zawartość powietrza w mieszance, min. air content in concrete mix, %	2,5	2,5	4,0
	min. zawartość mikroporów A_{300} , %, w betonie min. macropore content in concrete, %	1,0	1,0	1,8
	max. odległość porów \bar{L} , mm, w betonie max. air voids spacing factor in concrete	-	-	0,18
Norma duńska Danish standard DS 2426	min. zawartość powietrza w mieszance, min. air content in concrete mix, %	4,5	4,5	4,5
	min. zawartość powietrza A w betonie, min. air voids content in concrete, %	3,5	3,5	3,5
	max. wskaźnik odległości porów \bar{L} , mm, w betonie max. air voids spacing factor in concrete	0,20	0,20	0,20
	odporność na złuszczenia powierzchniowe frost-salt scaling resistance (*)	dobra good	dobra good	dobra good
Norma niemiecka German standard DIN 1045-2	min. zawartość powietrza w mieszance, min. air content in concrete mix, %	3,5% przy/for $d_{max} = 63mm$ 4,0% przy/for $d_{max} = 32mm$ 4,5% przy/for $d_{max} = 16mm$ 5,5% przy/for $d_{max} = 8mm$		
Beton na nawierzchnie drogowe/Concrete for road pavements				
Niemieckie Federalne Ministerstwo Komunikacji German department of transport ZTV Beton-StB 07 oraz TL Beton-StB 07	Wymaganie/Specification	Badanie wstępne Preliminary tests	Badanie zgodności Compliance tests	
	min. zawartość mikroporów A_{300} , %, w betonie min. macropore content in concrete	1,8	1,5	
	max. odległość porów \bar{L} , mm, w betonie max. air voids spacing factor in concrete	0,20	0,24	

Oznaczenia zgodnie z PN-EN 480-11/Markings for PN-EN 480-11:

\bar{L} - odległość porów w stwardniałym betonie/the air voids spacing factor in hardened concrete

A - zawartość powietrza w stwardniałym betonie/the air voids content in hardened concrete

A_{300} - zawartość makroporów mniejszych od 0,3 mm w stwardniałym betonie/the content of air voids smaller than 0.3 mm in hardened concrete

(*) - na podstawie badania metodą Boraas/based on Boraas test results

mikroskopowej, zatem dokument był stosowany sporadycznie, a częściej dopiero w ostatnich czterech latach.

Od kilkunastu lat w kanadyjskiej Prowincji Ontario (20) stosowane są wymagania dotyczące struktury porów w betonie w konstrukcjach i nawierzchniach drogowych. Wymagania dotyczą wyłącznie betonu już wbudowanego, zatem sprawdzenie odbywa się na próbkach- [odwiertach] pobranych z konstrukcji. Wprowadzono ograniczenie zawartości porów powietrza oraz odległości porów (tablica 5) oraz szczegółowo określono metody wykonania odwiertów, przygotowania próbek do badań mikroskopowych i wykonania oznaczeń zgodnie z ASTM C457. Z powodu niszczących metod badań na próbkach pobranych z konstrukcji, liczba próbek jest ograniczona do dwóch, dla określonej partii betonu. Wielkość partii betonu określa umowa, na przykład 500 m² powierzchni pomostu, 500 metrów bieżących ściany/bariery, lub pojedyncza

Department of Transport, related to the construction of concrete road pavements. For ZTV Beton-StB 07, both during the concrete mix development and conformity testing of pavement concrete a small air voids spacing factor and high content of macropores is specified. Although nonexistent in DIN 1045-2, the detailed specification for air voids macrostructure is defined in the detailed technical specification, used in Germany for concrete roads.

In the general technical specification of the GDDKiA for concrete road pavements (19) dated 2003 the limit for the spacing factor $\bar{L} \leq 0.20$ mm is provided. The air content in air-entrained concrete should be not less than 3.5% of the compacted concrete mixture, as a result of the AE agent use. If this description from (1) related to the compacted concrete is meant for hardened concrete, then the specification $A \geq 3,5\%$ is corresponding the specification in the Danish standard. Unfortunately, in this document (19) the detailed

podpora mostu. Brak zgodności parametrów mikrostruktury porów powietrznych z wymaganiami jest karana finansowo w skali odpowiadającej skutkom zmniejszenia trwałości betonu. Są jednak także przewidziane premie za uzyskanie bardzo korzystnej charakterystyki porów.

5. Badanie stopnia napowietrzenia betonu w konstrukcjach

Od 2001 roku na budowach krajowych stosuje się badanie mikrostruktury porów w betonie przy wykorzystaniu metody mikroskopowej, z cyfrową analizą obrazu. Wyniki takich badań na odwiertach pobranych z konstrukcji przedstawili Glinicki i in. (22, 23). W przypadku kilku obiektów inżynierskich pory w betonie miały powierzchnię właściwą w zakresie $9-23 \text{ mm}^{-1}$ co odpowiadało dużym porom powietrznym, zarówno w przypadku za dużej porowatości ($A > 12\%$), jak też w przypadku bardzo małej ($A < 2\%$). Związana z tym duża odległość rozmieszczenia porów i mały wskaźnik A_{300} świadczy o małej zawartości drobnych porów, co powoduje złą mrozoodporność betonu. W innych przypadkach stwierdzono dobrą jednorodność rozmieszczenia porów i ich właściwe rozmiary. Z przeprowadzonych badań betonu w nawierzchniach dróg krajowych i autostrad wynika między innymi stwierdzenie, że mikrostruktura porów powietrznych w betonie wbudowanym w nawierzchnię nie odbiegała w sposób zasadniczy od parametrów określonych w projekcie mieszanki. W ciągu wielu miesięcy prowadzenia prac betonowych odległość porów powietrznych w betonie wbudowanym utrzymywała się w granicach $0,11-0,16 \text{ mm}$. Świadczy to o prawidłowej produkcji mieszanki betonowej oraz wykonanej nawierzchni.

W związku z brakiem odpowiednich krajowych przepisów dotyczących mikrostruktury porów w wbudowanym betonie wyniki badań mają ograniczoną przydatność. Jednocześnie trzeba zwrócić uwagę na problemy związane z metodami pomiarowymi, wynikające zarówno z braku odpowiednich wzorców, jak też braku uzgodnionych metod pobierania próbek i niejasnych kryteriów oceny wyników. Wśród spotykanych metodycznych błędów oznaczenia \bar{L} wspomnieć należy o pomijaniu porowatości ziaren kruszywa lub podobnym w skutkach zanieczyszczeniu powierzchni badanego zglądu. Konsekwencją takich błędów jest zmniejszenie wyznaczonego wskaźnika rozmieszczenia porów powietrznych, prowadzące do nadmiernie optymistycznej oceny charakterystyki porów.

6. Uwagi końcowe

W ostatnich kilkunastu latach nastąpił dynamiczny rozwój metod badania napowietrzenia mieszanki betonowej i betonu, pozwalający na szybkie określenie zawartości porów, jak również pomiar ich wielkości i rozmieszczenia. Niestety prace normalizacyjne nie nadążają za tym rozwojem – do pełnego wykorzystania potencjału nowych metod badawczych potrzeba znacznie lepszych dokumentów odniesienia.

requirements for concrete sampling and the compliance criteria for the microscopic test results are missing. Therefore this document was only seldom used, and more often only in the last four years.

For several years in Ontario, Canada, the specification (20) related to the air voids structure has been used for concrete structures and road pavements. The specifications are related to concrete in the finished structure so the tests are performed on the cores taken out of structural elements. The limits for the air voids content and the spacing factor (Table 5) are provided with a detailed description of concrete coring, specimen preparation procedure and testing according to the ASTM C 457 standard. Due to the destructive nature of tests, the number of specimens cored out of a structural element is limited to two for a given batch of concrete. The batch of concrete is defined by the contract, for example 500 m^2 for bridge deck, 500 running meters of a wall, or a barrier, or a single column. The lack of compliance with the specification results in a financial penalty which is adequate for the scale of durability reduction of concrete. However, there is also a bonus to be expected for delivery of concrete of highly beneficial air void characteristics.

5. Concrete air entrainment testing in structures

Starting from 2001 the testing of air voids microstructure in concrete, using the microscopic method with the digital image analysis, has been performed at the Polish building sites. The results of such tests on concrete cores, taken from the structures, were presented in two works (22, 23). For several engineering structures the air voids in concrete were characterized by the specific surface within the range from 9 to 23 mm^{-1} , which corresponded to large air voids, both in the cases of high porosity ($A > 12\%$) and low porosity ($A < 2\%$). The related high spacing factor and low value of A_{300} reflect the too low content of fine voids, which induces inadequate frost resistance of concrete. In other cases a uniform distribution of air voids and their proper size range was found. The performed tests on pavement concrete in national roads and highways revealed that air voids microstructure parameters were fairly close to the parameters established in initial testing. During many months of concrete paving the air void spacing factor in concrete was within the limits $0.11-0.16 \text{ mm}$. That reflected the proper concrete mix production and finished pavement placing.

Since there are no Polish reference documents related to air voids microstructure in concrete structures, the obtained test results have limited significance. At the same time it is necessary to point the difficulties related to test procedures, caused by the lack of available reference standards, the lack of sampling procedures and vague evaluation criteria of results.

Mishandled issues of highly porous aggregate grains and insufficiently clean specimen surface are among the observed methodological errors of determination of \bar{L} of similar impact. The consequence of such errors is a reduced value of spacing factor that leads to an overoptimistic evaluation of air void characteristics.

WYMAGANIA DOTYCZĄCE CHARAKTERYSTYKI PORÓW POWIETRZNYCH W PRÓBKACH BETONU (ODWIERTY) NA PODSTAWIE ONTARIO_OPSS.PROV 1350 APRIL 2010 (21)

SPECIFICATION FOR AIR VOIDS CHARACTERISTICS IN CONCRETE CORES IN ONTARIO OPSS.PROV 1350 APRIL 2010 (21)

Rodzaj betonu / Type of concrete	Zawartość powietrza Air voids content	Wskaźnik rozmieszczenia porów Spacing factor
Beton zwykły / Plain concrete	≥3,0 % w każdej badanej próbce in each tested specimen	≤ 0,230 mm w każdej badanej próbce in each tested specimen
Beton wysokowartościowy High performance concrete *)	≥3,0 % w każdej badanej próbce in each tested specimen	≤ 0,250 mm w każdej badanej próbce in each tested specimen

*) beton o wytrzymałości na ściskanie $f_{ccube} > 62$ MPa, z dodatkiem pyłu krzemionkowego/concrete compressive strength $f_{ccube} > 62$ MPa, containing silica fume

Literatura / References

1. M. A. Glinicki, Trwałość betonu w nawierzchniach drogowych: wpływ mikrostruktury, projektowanie materiałowe, diagnostyka. Seria „S” Studia i Materiały, Wyd. IBDiM, Warszawa 2011.
2. I. Kulaots, A. Hsu, R. H. Hurt, E. M. Suuberg, Adsorption of surfactants on unburned carbon in fly ash and development of a standardized foam index test, *Cem. Concr. Res.*, 33, 2091-2099 (2003).
3. P. H. Pedersen, A. D. Jensen, M. S. Skjřth-Rasmussen, K. Dam-Johansen, A review of the interference of carbon containing fly ash with air entrainment in concrete, *Progress in Energy and Combustion Science*, 34, 135–154 (2008).
4. M. Zieliński, Właściwości i struktura betonów z dodatkiem popiołów lotnych ze spalania węgla w kotłach fluidalnych, Rozprawa doktorska, IPPT PAN, Warszawa 2005.
5. S. H. Gebler, P. Klieger, Effect of fly ash on the air void stability of concrete, Portland Cement Association, Skokie, IL, 1986.
6. M. A. Glinicki, M. Dąbrowski, Wpływ dodatku popiołu lotnego wapiennego na napowietrzenie mieszanki betonowej i charakterystykę porów w betonie, XVIII Międz. Konferencja „Popioły z Energetyki”, Wyd. Polska Unia UPS, 77-92, Warszawa 2010.
7. J. P. Mohsen, D. Stephen Lane, Zhao Zhiyong, Measuring spacing factor of the air voids system in fresh concrete, Transportation Research Board Annual Meeting, 9, Washington 2004.
8. K. Grzesiak, P. Gemel, Mrozoodporność a jakość napowietrzenia – metoda badania struktury porów powietrznych w świeżej mieszance betonowej, VIII Sympozjum Naukowo-Techniczne „Reologia w technologii betonu”, 31-41, Politechnika Śląska i Górażdże Cement, Gliwice 2006.
9. Z. Giergiczny, M. A. Glinicki, M. Sokolowski, M. Zieliński, Air void system and frost salt scaling of concrete containing slag blended cement, *Constr. Build. Mat.*, 23, 2451-2456 (2009).
10. W. Hansen, Quantitative and rapid measurement of the air-void system in fresh concrete, SHRP-ID/UFR-91-519, Washington 2001.
11. J. Wawrzeńczyk, A. Molendowska, Air void structure in relation to the frost resistance of air-entrained concrete by with microspheres, *Cement Wapno Beton*, 78, 5, 278-287 (2011).
12. R. Pleau, M. Pigeon, J. Laurecot, Some findings on the usefulness of image analysis for determination the characteristics of the air void system in hardened concrete, *Cem. Concr. Comp.*, 23, 237-246 (2001).
13. Metody diagnozowania betonów i betonów wysokowartościowych na podstawie badań strukturalnych, Praca zbiorowa pod redakcją A. M. Brandta i J. Kasperkiewicza, IPPT PAN, Warszawa 2003.

6. Final remarks

The dynamic development of testing methods of air-entrainment of concrete mix and of hardened concrete has been observed in the recent several years. Such methods allow for a quick determination of air voids content, and also the measurement of their size and distribution. Unfortunately the development of standards and specifications does not follow; the improved reference documents are needed to use the full potential of new test methods.

14. D. Załocha, J. Kasperkiewicz, Estimation of the structure of air entrained concrete using a flatbed scanner, *Cem. Concr. Res.*, 35, 2041 – 2046 (2005).
15. D. Jana, A round robin test on measurements of air void parameters in hardened concrete by various automated image analyses and ASTM C 457 methods, *Proc. 29th Conference on Cement Microscopy*, May 20 -24, Quebec City, Canada 2007.
16. M.Radliński, J.Olek, Q. Zhang, K. Peterson, Evaluation of the critical air-void system parameters for freeze-thaw resistant ternary concrete using the manual point-count and the flatbed scanner methods, *J. ASTM Intl.*, Vol. 7, No. 4 (2010), doi:10.1520/JAI102453
17. A. S. Dequiedt, M. Coster, L. Chermant, J. L. Chermant, Distances between air-voids in concrete by automatic methods. *Cem. Concr. Comp.*, 23, 247–254 (2001).
18. ZTV Beton – StB 07 Bundesministerium für Verkehr, Abteilung Straßenbau, Zusätzliche Technische Vertragsbedingungen und Richtlinien für den Bau von Fahrbahndecken aus Beton, Ausgabe 2007, FGSV Verlag, Köln 2007.
19. Ogólne Specyfikacje Techniczne D- 05.03.04 „Nawierzchnia betonowa”. GDDKiA , Warszawa 2003.
20. H. Schell, J. Konecny, Development of an end-result specification for air void parameters of hardened concrete in Ontario's highway structures, 18, TRB 2003 Annual Meeting.
21. Ontario Provincial Standard Specification: Material Specification for Concrete - Materials and Production, Metric, OPSS.PROV 1350, April 2010, dostępny pod adresem: <http://www.raqsa.mto.gov.on.ca/techpubs/ops.nsf/OPSHomepage>.
22. A. M. Glinicki, M. A. Glinicki, I. Mikulicki, Ocena napowietrzenia betonów w nawierzchniach jezdni i parkingów, *DROGI I MOSTY*, 3, 1, 5-23 (2004).
23. M. A. Glinicki, M. Zieliński, Diagnostyka mikrostruktury porów w betonie wbudowanym w konstrukcje i nawierzchnie, IV Konferencja „Dni Betonu – Tradycja i Nowoczesność”, 331-338, Wisła, 9 - 11 października 2006.

Normy

- ASTM C 457-12 Standard test method for microscopical determination of parameters of the air-void system in hardened concrete
- DIN 1045-2: 2008 Tragwerke aus Beton, Stahlbeton und Spannbeton - Teil 2: Beton; Festlegung, Eigenschaften, Herstellung und Konformität
- DS 2426:2009 Beton - Materialer - Regler for anvendelse af EN 206-1 i Danmark
- ÖNORM B 4710-1:2007 Beton - Teil 1: Festlegung, Herstellung, Verwendung und Konformitätsnachweis (Regeln zur Umsetzung der ÖNORM EN 206-1)
- PN-EN 206-1:2003 Beton- Część 1: Wymagania, właściwości, produkcja i zgodność
- PN-EN 480-11:2008 Domieszki do betonu, zaprawy i zaczynu -Metody badań - Część 11: Oznaczanie charakterystyki porów powietrznych w stwardniałym betonie
- PN-B-06265:2004 Krajowe uzupełnienia PN-EN 206-1 Beton - Część 1: Wymagania, właściwości, produkcja i zgodność
- PN-EN 12350-6:2011 Badania mieszanki betonowej Część 6: Gęstość
- PN-EN 12350-7:2011 Badania mieszanki betonowej - Część 7: Badanie zawartości powietrza - Metody ciśnieniowe