

水泥砂浆细观结构代表性单元尺寸

戎志丹^{1,2}, 陈 浩^{1,2}, 高 云³, 欧阳瀚梁^{1,2}

(1. 东南大学材料科学与工程学院, 南京 211189; 2. 江苏省土木工程材料重点实验室, 南京 211189; 3. 西安交通大学人居环境与建筑工程学院, 土木工程研究所, 西安 712000)

摘 要: 水泥砂浆在细观尺度上呈现出典型的非均质结构, 在做微观计算研究时, 其代表性单元尺寸的恰当选取对于深入阐述结构—性能关系具有重要意义。制备了 3 种砂胶比(0.8、1.0 和 1.2)条件下的普通水泥砂浆, 集料来源有天然砂和机制砂。首先利用计算机断层扫描技术获取水泥砂浆细观尺度的真实图像, 在此基础上, 结合数字图像处理与分析技术, 采用平均占比函数、两点相关函数和径向分布函数分别从二维和三维角度计算集料在空间分布的统计特征, 借以探究水泥砂浆细观结构的代表性单元尺寸。结果表明: 制备砂浆的代表性单元尺寸与砂的体积分数无关, 但受砂子种类的影响十分显著。对于天然砂砂浆, 代表性单元尺寸为 2.75~2.90 mm, 约为其平均粒径的 9 倍; 对于机制砂砂浆, 代表性单元尺寸为 3.1~3.2 mm, 为其平均粒径的 7 倍左右。

关键词: 水泥砂浆; 集料分布; 代表性单元尺寸; 计算机断层扫描技术; 数字图像处理与分析

中图分类号: TQ177.62 文献标志码: A 文章编号: 0454-5648(2024)11-3537-09

网络出版时间: 2024-04-25



水泥砂浆作为重要的建筑材料, 在实际工程中有着大量的应用。伴随现代材料分析测试技术如光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)、计算机断层扫描技术(CT)等在水泥砂浆研究中的应用, 关于其基本结构的理解已获得极大的进展^[1-2]。从材料科学的角度看, 水泥砂浆呈现出多尺度与非均质的特点。在微观尺度上, 水化产物和未水化矿物随机堆叠, 形成错综复杂的毛细孔隙网络^[3]; 在细观尺度上(10~30 mm), 具有不规则颗粒状形貌的集料为水泥基体所裹覆, 并于集料—基体接触带形成通常被称为界面过渡区的薄弱部位^[4]。

代表性单元尺寸(RES)的概念由 Bear 提出, 描述多尺度非均质材料性能可测量或可模拟的最小尺寸^[5]。许多学者尝试^[6-8]对 RES 给出更严格的定义, 如认为 RES 代表着某一临界尺度, 即随着目标尺度(Scale of Interest)的增大, 材料的结构或性能由波动变化过渡到保持不变的临界值, 代表性单元按维度不同可以分为代表性面积单元(REA)和代表性体积单元(REV), 如图 1 所示。对于水泥砂浆而言, RES 数值的恰当选取对于深入阐述结构—

性能关系具有重要意义。一个典型的例子是, 计算机模型由于深刻的内涵与强大的功能, 越来越广泛地使用于水泥砂浆的结构—性能关系研究, 在使用这类数值工具时, 如水泥水化模型 CEMHYD3D^[9]或 HYMOSTRUC3D^[10]之于基体的微观结构、硬核壳模型^[11](HCSS)之于砂浆的细观结构, 需要首先设置模拟空间的尺度即 RES 这一重要参数。

对于水泥砂浆而言, 关于基体微观结构的 RES 已有相当的研究, 如 Bentz 等^[12]、Zhang 等^[13]、Gao 等^[14]分别使用孔隙率、渗透系数、相对密度涉及结构或性能指标确定 RES, 得出的结论也大致相同, 普遍在 100 mm 左右; 相比之下, 学术界关于砂浆细观结构的 RES 研究却有所欠缺, 可供参考的只有 Winslow 等^[15]学者在早期研究中给出 10~30 mm 的结论, 依赖的指标也相对单一, 即集料的平均占比分数来进行判定。事实上, 除平均占比分数外, 集料的不规则颗粒状形貌以及空间分布对水泥砂浆的整体性能同样存在影响^[16], 特别是与孔隙网络曲折度直接相关的介质传输能力^[17]。

鉴于此, 为更深入地探究水泥砂浆细观结构的

收稿日期: 2023-12-20。 修订日期: 2024-01-16。

基金项目: 国家重点研发计划(2019YFC1904902, 2018YFC0705400);

国家自然科学基金(51678142)。

第一作者: 戎志丹(1981—), 男, 博士, 副教授。

Received date: 2023-12-20. Revised date: 2024-01-16.

First author: RONG Zhidan (1981—), male, Ph.D., Associate Professor.

E-mail: zdrong@seu.edu.cn

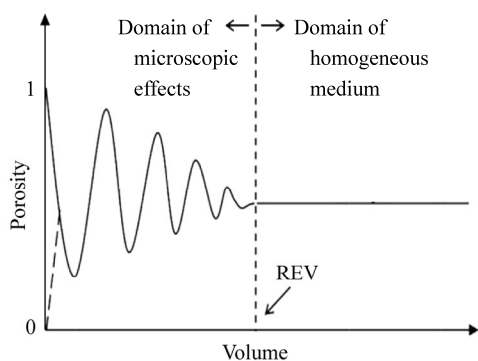


图1 REV的定义

Fig. 1 Definition of representative volume element (REV)

RES, 特别是考虑集料分布的影响, 本工作拟利用 CT 技术获取水泥砂浆细观尺度的真实图像, 在此基础上, 结合数字图像处理与分析(DIPA)技术, 采用平均占比函数、两点相关函数和径向分布函数分别从二维和三维角度计算集料在空间分布的统计特征, 从而探究水泥砂浆细观结构的代表性单元尺寸。

表1 水泥、粉煤灰和硅灰的化学组成

Table 1 Chemical compositions of cement, fly ash and silica fume

w/%

Material	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	LOI (950 °C)
Cement	20.56	4.82	3.85	65.84	0.78	1.26	0.37	1.15	1.37
Fly ash	55.68	27.53	6.21	3.01	1.27	1.10	1.42	0.95	2.83
Silica fume	95.79	0.31	0.62	0.59	0.51	0.73	0.17	0.32	0.96

LOI is loss on ignition. w is mass fraction.

表2 集料的分计级配

Table 2 Gradation of fine aggregates

Type	Aggregate size distribution/%						Bulk density/(kg·m ⁻³)
	4.75 mm	2.36 mm	1.18 mm	0.6 mm	0.3 mm	0.15 mm	
NS	0	0	4.8	9.6	43.5	31.2	1 464
MS	0	0	25.0	24.6	20.9	9.0	1 740

NS is natural sand. MS is manufactured sand.

减水剂: 西卡公司生产的聚羧酸高性能减水剂, 含固量为 40%。

1.2 样品制备

实验所用水泥砂浆的配合比如表 3 所示, 其中 NS 代表为天然砂组, MS 代表机制砂组, 减水剂与胶凝材料质量分数均为 2%, 砂与胶凝材料质量比分别取为 0.8, 1.0 和 1.2。砂浆试样的制备采用湿拌工艺, 即成型过程中先将原材料(水泥、粉煤灰、硅灰和砂)干拌均匀, 然后在搅拌过程中将混合均匀的水和外加剂缓慢地倒入搅拌机内, 湿拌 2~3 min。当混合料进入塑性流动状态后, 倒入 40 mm×40 mm×160 mm 的模具中成型并适当加以振动以增进密实。6 组砂浆的都接近于自流平状态, 流动度

1 实验

1.1 原材料

水泥: P·II 52.5R 硅酸盐水泥, 密度 3.11 g/cm³, 化学组成见表 1 所示。

粉煤灰: 超细 I 级粉煤灰, 密度 2.27 g/cm³, 比表面积 420 m²/kg, 化学组成见表 1 所示。

硅灰: 由埃肯公司生产, 比表面积为 22 000 m²/kg, 化学组成见表 1 所示。

细集料: 实验所用细集料包括天然砂(NS)和机制砂(MS)。前者为南京本地普通河砂, 主要成分是二氧化硅; 后者为玄武岩破碎后获得的细砂, 主要成分为碳酸钙。级配如表 2 所示, 其细度模数分别为 1.66 和 2.25。球面度是颗粒体积与球体体积相同时, 球体表面积与颗粒比表面积之比, 采用 3D 的图像分析方法直接获得机制砂颗粒的 3D 模型, 在此基础上可得到机制砂各粒级球形度主要分布在 0.5~0.8 范围, 河砂的球形度主要分布在 0.6~0.9 范围。

差别较小。1 d 后拆模, 标准养护[(20±2) °C, 湿度 >95%]28 d 后再从芯部切割成 15 mm×15 mm×15 mm 的立方体小试块, 在 60 °C 真空干燥 3 d, 之后开展 CT 测试, 每一样品获得 1 000 张分辨率为 10 mm 的 CT 切片图。本工作采用的试验仪器是德国制造的蔡司 Xradia 510 型号 X 射线显微镜, 其中 X 射线工作电压为 30~160 kV, 功率为 10 W, 设备极限分辨率为 0.9 μm, 最小有效体素尺寸为 70 μm。

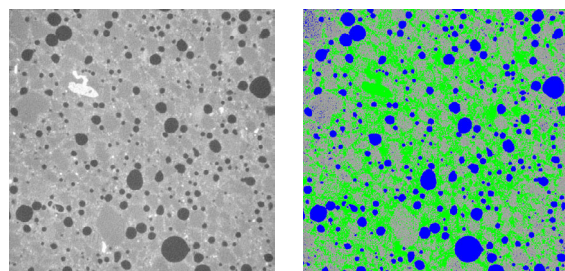
2 数字图像处理

2.1 灰度分析

水泥砂浆的 CT 切片原始图如图 2a 所示。利用 Image-J 软件的图像分析处理模块, 可对原始 CT 灰

表 3 水泥砂浆配合比
Table 3 Mix proportion of cement mortar

Specimen	w(Cementitious materials)/%			Water-cement ratio	Sand binder ratio	w(Water reducer)/%	Designed volume fraction of sand
	Cement	Fly ash	Silica fume				
NS8	60	30	10	0.20	0.8	2	0.41
NS10	60	30	10	0.20	1.0	2	0.46
NS12	60	30	10	0.20	1.2	2	0.51
MS8	60	30	10	0.20	0.8	2	0.39
MS10	60	30	10	0.20	1.0	2	0.45
MS12	60	30	10	0.20	1.2	2	0.50



(a) Original (b) Segmented

图 2 Image-J 灰度阈值分析过程

Fig. 2 Threshold analysis process of Image-J

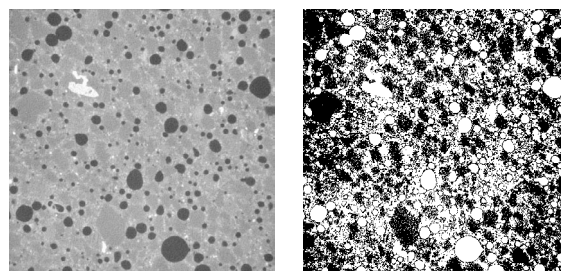
度图像进行阈值分割。如图 2b 所示, 处理后图片中的蓝色相对应着孔隙或气泡, 绿色相对应着水泥基体, 而灰色相则对应着集料。

由于砂的种类不同, 其灰度值分布也不一样。天然砂的灰度值大致为在 130~178, 而机制砂的灰度值范围为 170~255, 孔隙的灰度值在 CT 中是属于偏暗的, 约在 0~100 范围内, 水泥基体的灰度值则是在 100~255 之间, 如图 2 所示。不难发现, 集料与水泥基体的灰度值分布存在部分重叠, 因此仅依靠 Image-J 软件无法完全提取出集料的空间分布。

2.2 智能识别

为了更好地识别集料的空间信息, 本工作使用 Python 的 OpenCV 图像处理库来进行局部二值化。如图 3 所示, 进行处理后, 呈现出较为明显的集料轮廓。然而, 由于水泥基体的灰度值分布范围覆盖了集料, 导致集料内部也出现大量的白色噪点; 对应地, 水泥基体出现较多的黑色点。

为了除去噪点影响, 通过 Fiji 软件中的 Segmentation 插件实现对集料的目标检测, 计算机通过图像视觉识别相应的单元并进行分类, 单张切片的识别结果如图 4 所示, 通过多张堆叠得到的三维结构如图 5 所示, 通过处理后, 已经去除了噪点的影响并得到了集料的分布信息, 可以发现 NS 在 CT 中的呈现结果较为饱满, 粒径比较均匀, 相对来说 MS 的形状则不规则, 且粒径大小不均匀。



(a) Original (b) OpenCV binarization

图 3 OpenCV 二值化过程

Fig. 3 Binarization process of OpenCV

3 数字图像分析方法

3.1 平均占比函数

对于集料所占百分比的统计, 其本质上都是一阶平均值的计算, 通过统计一定面积或者体积内, 集料所占面积(或体积)与总面积(或总体积)的比值, 通过研究平均占比分数与尺寸之间的关系, 当平均占比分数趋于稳定时, 得到其代表性单元尺寸的大小。平均面积分数和平均体积分数的计算公式如下:

$$\bar{S} = \frac{S_a}{S_0} \quad (1)$$

$$\bar{V} = \frac{V_a}{V_0} \quad (2)$$

其中: $\bar{S}$ 和 $\bar{V}$ 分别表示平均面积分数和平均体积分数; S_0 和 V_0 分别表示选定区域的面积和体积; S_a 和 V_a 分别表示在选定区域中集料所占的面积和体积的大小。

平均占比函数计算方法没有考虑到集料形状和位置分布随机性的影响, 若是要探究集料之间的位置关系, 则需要引入更高阶的函数来进行描述。常见的描述粒子分布特性的方法有两点相关函数(TPPF)和径向分布函数(RDF)。

3.2 两点相关函数

Karim 等^[18]在基于 X 射线显微成像基础上研究水泥浆体有效扩散系数问题时, 开发了一个通用的计算均匀化框架模型, 采用了两点相关函数描述集

料之间的位置关系,解决了 CT 图像无法显示亚微米特征的问题,模拟结果具有较好的满意度,故也

采用两点相关函数来描述砂浆中集料之间的位置关系。

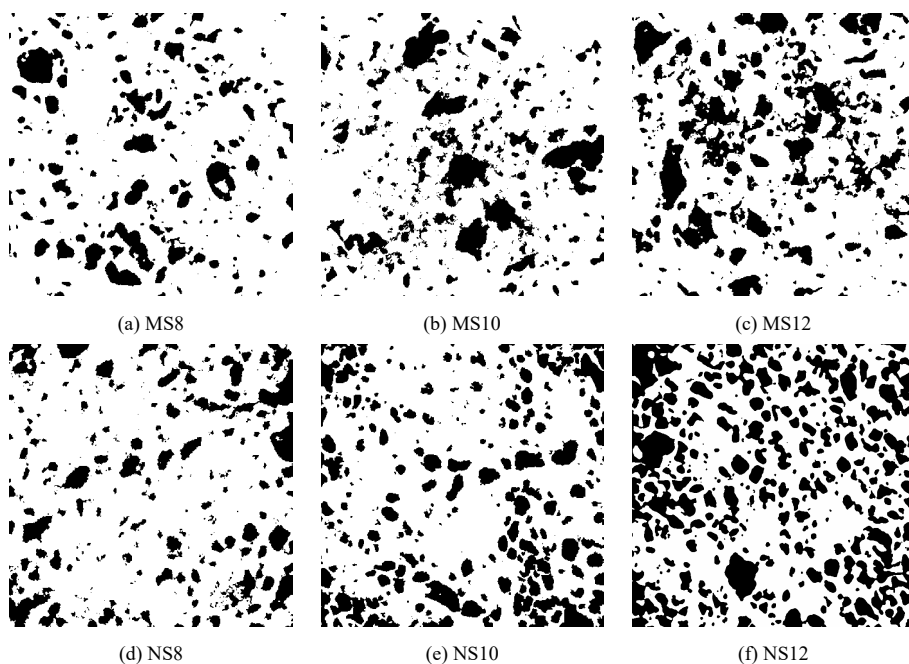


图 4 图像处理二维切片结果
Fig. 4 Results of 2D section after image processing

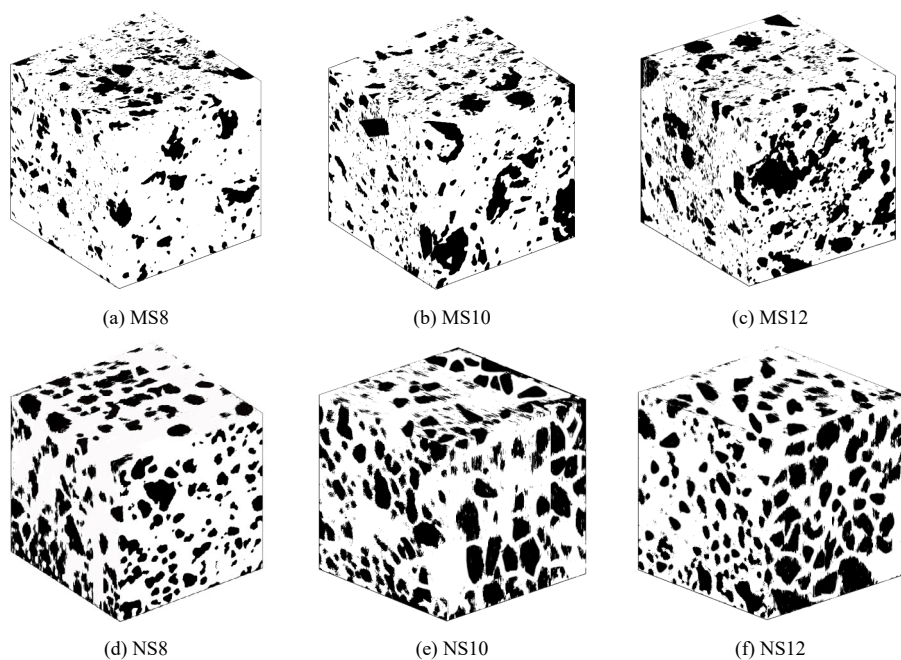


图 5 图像处理三维结构结果
Fig. 5 Results of 3D structure after image processing

一般来说,非均质材料的微观结构可以通过指定与材料各相相关的指示函数来确定。在保证一般性的前提下,基于砂浆材料特点将其视为两相材料,考虑二维或三维空间中面积或体积为 V 的两相非均质材料,该材料包含两个相区,相 1 为集 V_1 , 体积

分数为 φ_1 ; 相 2 为集 V_2 , 体积分数为 φ_2 。根据两相材料的性质可知 $V_1 \cap V_2 = 0$ 和 $V_1 \cup V_2 = 1$ 。所以,相 i 的指示函数可以定义为:

$$I^{(i)}(x) = \begin{cases} 1, & x \in V_i \\ 0, & \text{else} \end{cases} \quad (3)$$

其中: x 是空间坐标。一个点 x 被包含在相 i 中的概率表示为:

$$P\{I^{(i)}(x)=1\}=\varphi_i \quad (4)$$

其中: φ_i 为第 i 相的相分数。两点概率函数现在可以定义为:

$$S_2^{(i)}(x_1, x_2)=P\{I^{(i)}(x_1)=1 \wedge I^{(i)}(x_2)=1\} \quad (5)$$

$S_2^{(i)}$ 是随机选择的 2 个点 x_1 和 x_2 都包含在相 i 中的概率。对于统计学上均匀的材料, $S_2^{(i)}$ 仅是 x_1 和 x_2 之间距离的函数。在这种情况下, 其可以表示为:

$$S_2^{(i)}(r)=P\{I^{(i)}(x)=1 \wedge I^{(i)}(x+r\hat{e})=1\} \quad (6)$$

图 6 为两点相关函数的计算示意图。其中: x 为随机选取的点; $\hat{e}$ 为随机的单位向量。图 6 中虚线表示无相关, 实线表示相关。该函数的方向变量可以定义为:

$$S_{2\xi}^{(i)}(r)=P\{I^{(i)}(x)=1 \wedge I^{(i)}(x+r\hat{e}_\xi)=1\} \quad (7)$$

其中: $\hat{e}_\xi$ 指定了某个固定的方向; $S_{2\xi}^{(i)}$ 表示以 x 为起点距离为 r 的方向为 $\hat{e}_\xi$ 的 2 个点相关的概率。在 Image-J 中, 两点相关函数程序中通过宏计算图像像素的自相关系数(也称为成对相关或两点相关)作为距离的函数, 输出为 0 表示“无相关”, 输出为 1 表示“完全相关”, 输出-1 表示“完全的反相关”。对之前的图像进行处理后, 导入到计算程序中, 函数值所蕴含的意义就是这些点与点之间的相关性。从数学角度看, 平均间距对应着集料分布的自相关函数(二阶矩函数)的极值点, 因此第 1 个极值点对应的是其颗粒平均间距。当随着研究尺度的增加, 函数值趋于零且稳定不变时, 可认为集料与集料之间不再相关, 也就意味着集料的分布特征不再随着尺度增大而改变, 从而可以得出其代表性单元尺寸。

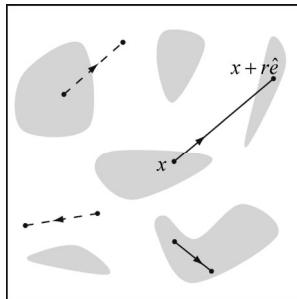


图 6 两相介质的灰度相位的两点概率^[18]

Fig. 6 Illustration of the two-point probability^[18]

3.3 径向分布函数

径向分布函数^[19]定义为一定区域范围里, 以 1

个原点为中心, 找到其他点的概率, 描述所研究粒子周围其他粒子的分布情况。Image-J 中对 RDF 提供相应的计算程序插件, 可以直接进行图像计算。图 7 为径向分布函数的计算示意图, 将其划分为 dr 的壳层, 可以计算出壳层 dr 内粒子个数 $dn(r)$ 为

$$dn(r)=\frac{N}{V}g(r)4\pi r^2dr \quad (8)$$

其中: N 为原子总数; V 为模型体积, 其中 $g(r)$ 为径向分布函数。通过进行统计, 计算 $g(r)$ 与半径之间关系, 即可得到径向分布函数值。

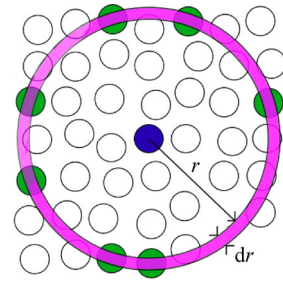


图 7 空间离散计算径向分布函数^[19]

Fig. 7 Space discretization for the evaluation of the radial distribution function^[19]

4 结果与讨论

图 8 显示了砂的平均面积分数、平均体积分数与尺寸关系。图 8a 为机制砂平均面积分数与尺寸关系结果, 对比 3 条曲线的变化可以发现, 在达到 2.7 mm (即 270 px) 之后, 集料的面积百分比都趋近于稳定, 3 组 MS8、MS10、MS12 的集料平均面积分数分别趋近于 0.29, 0.38, 0.50。图 8b 中天然砂的平均面积分数在尺寸大小接近 3 mm 时对应的分别趋近于 0.35, 0.45, 0.55。图 8c 为机制砂平均体积分数与尺寸计算结果, 其曲线随尺寸大小波动, 在初期波动都比较大, 其原因是当尺寸较小时, 计算范围覆盖在集料上, 所以平均体积分数偏大。随着尺寸变大, 当达到 3.1 mm 左右时, 集料的平均体积分数统计结果接近稳定, MS8、MS10、MS12 分别趋近于 0.30、0.37、0.40。图 8d 中天然砂的分布规律相似, 其在 2.75 mm 之后趋于稳定, NS8、NS10、NS12 的集料平均体积分数分别趋于 0.40、0.46、0.50。

图 9 为平均体积分数计算结果与设计体积分数对比图。结果表明, MS 组统计得到的平均体积分数明显低于设计的体积分数值, 其原因是机制砂的成分不均, 机制砂的主要成分是碳酸钙且粒径相对不均, 实际破碎过程会造成其内部会出现灰度值不

均匀的情况,从之前的 CT 图中也可以发现其灰度分布存在 2 个范围内,一部分较亮灰度大概在 230~255,另一部分在 170~190,其中通过图像处理会损失一部分,导致最终结果与设计体积分数偏差较大。而 NS 组的灰度范围虽然与水泥基体灰度也十

分接近,但是其成分均匀,形状规整,通过图像处理后能够很高程度保留其分布信息,由图 9b 可以得到,其与设计体积分数的偏差很小,约平均在 3%,说明天然砂在图像中呈现的平均体积分数与设计体积分数相符合。

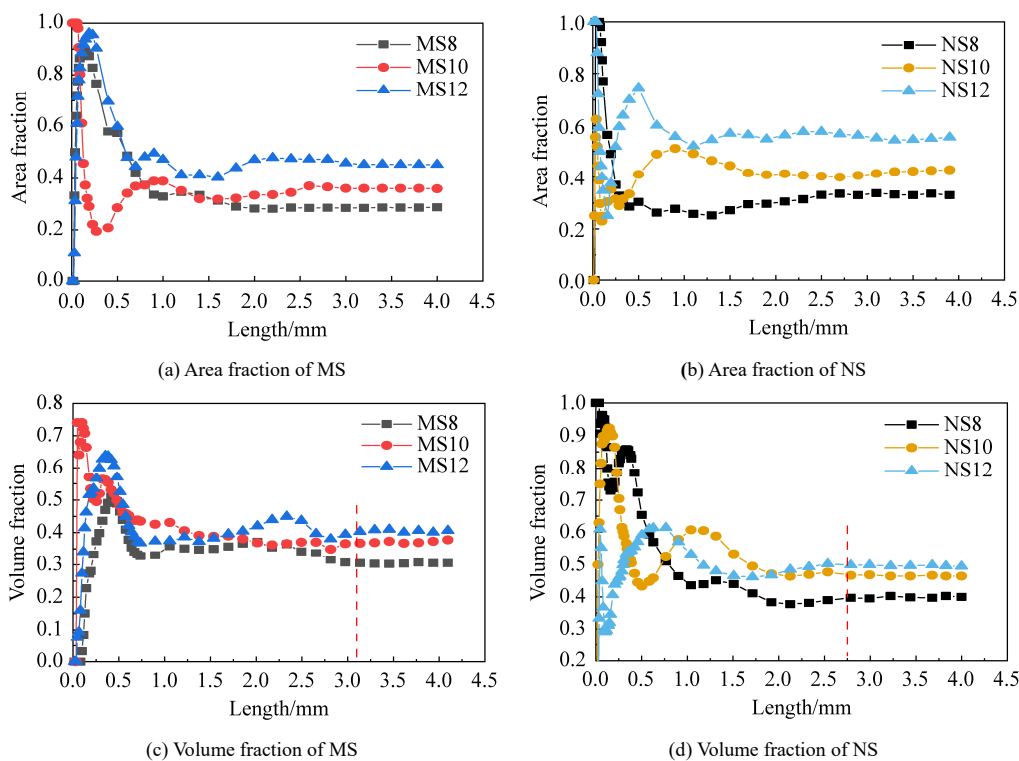


图 8 平均面积分数、平均体积分数与尺寸结果

Fig. 8 Result diagram of average area fraction, average volume fraction and size

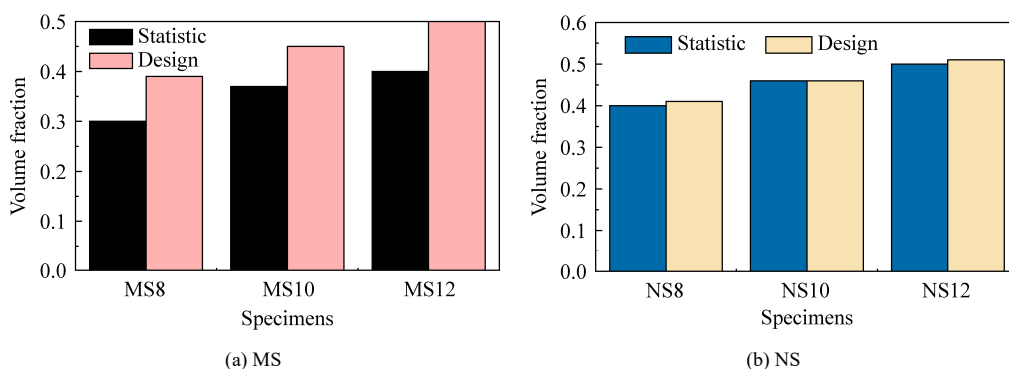


图 9 不同砂浆中砂的设计体积分数和统计平均体积分数对比结果

Fig. 9 Comparison of design volume fraction and statistical average volume fraction of sand in different mortars

图 10 为两点相关函数值与距离计算结果图。两点相关函数图像所对应的第 1 个极值点,应对其颗粒的平均间距。图 10a 中没有发现明显的极值点存在,其主要原因仍是粒径分布不均,导致两点相关函数没有观测到能够代表机制砂平均间距的特征值。而天然砂的极值点可以从图 10b 可以看出,其接近 0.6~0.7 mm,另外,可以看出,对于天然砂而

言,随着距离增加,达到 1 mm 左右的时候,存在 1 个最小值,此时两点相关函数的值是负数,而在 2.5 mm 左右出现第 2 个最小值,随之上升到 0 然后趋于稳定,随之呈现距离无相关趋势,此时对应的最小距离值为 2.9 mm。对于机制砂,没有呈现明显的极值点,在尺寸超过 3 mm 之后,两点相关函数值趋于 0,呈现与距离不相关的趋势。

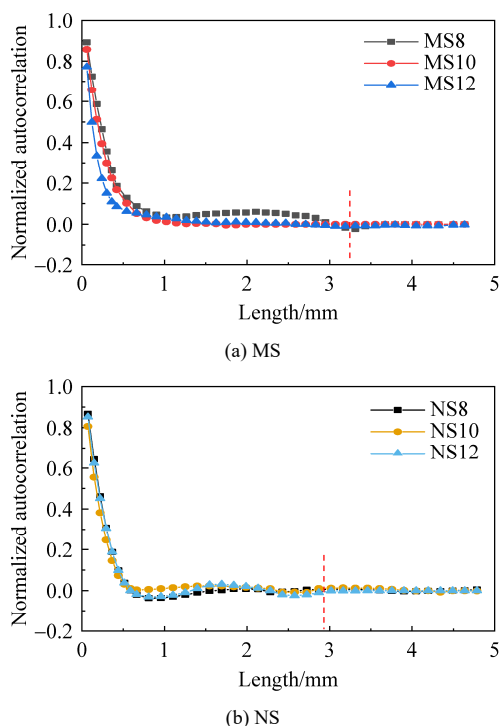


图 10 两点相关函数与距离关系图

Fig. 10 Diagram of two point correlation function and distance

图 11 为径向分布函数计算结果。由图 11a 可见，当尺寸达到 3 mm 之后，函数值经过大幅度波动后呈现接近 1 的趋势，变成小幅度波动，直至 3.2 mm 左右趋于稳定。图 11b 中在 2.5 mm 范围之间同样是大幅度波动，而之后趋于小幅波动，约在 2.9 mm 之后趋于稳定，其中 NS10 组略有偏差。其原因得到 RDF 程序计算时会以圆形原子形式计算统计其分布概率，而砂子形状的不规则使得其在进行计算对中心判断出现误差，可能导致结果偏大。

表 4 为通过平均分数计算的结果以及两点相关函数和径向分布函数计算得到的稳定尺寸结果。可以发现，随着集料分数增加，单张 CT 计算平均面积分数得到的 RES 尺寸存在较大波动，机制砂结果分别为 2.75、2.80、3.10 mm，天然砂结果为 2.75、

2.75、3.30 mm；而通过多张堆叠得到的三维结构计算得到的平均体积分数相当于更大面积上的平均值，其得到的 RES 结果上趋于一致，机制砂结果稳定在 3.1 mm，天然砂稳定在 2.75 mm，与集料体积分数无关，与砂的种类有关，其原因是不同砂在 CT 中成像质量不同。通过两点相关函数计算的机制砂 RES 为 3.2 mm，天然砂 RES 为 2.9 mm；通过径向分布函数计算的机制砂 RES 为 3.1 mm，天然砂 RES 为 2.9 mm。2 种方法的计算结果都显示了 RES 与集料分数无关，而砂的种类对 RES 结果存在显著影响，这比文献[15]提到的砂浆或混凝土代表性单元尺度在 10~30 mm 的结果的精度提升了 1 个数量级。

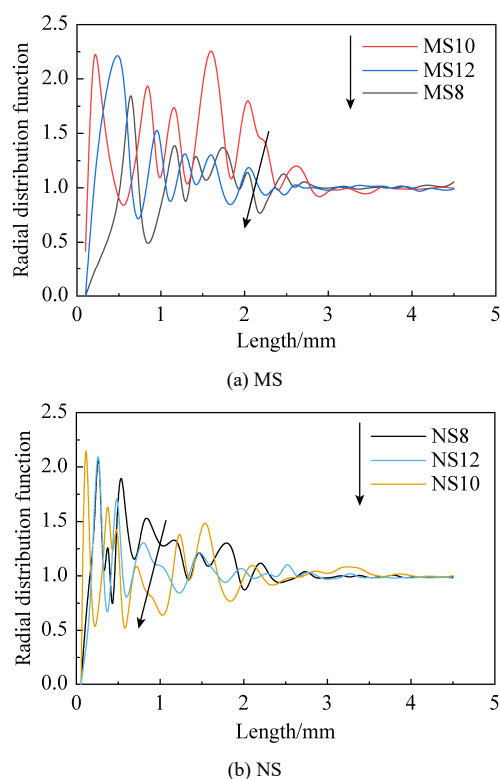


图 11 RDF 值与距离关系结果图

Fig. 11 Diagram of radially distribution function (RDF) value and distance

表 4 不同方法计算代表性单元尺寸统计结果

Table 4 Calculation results of representative element size by different methods

Specimen	Average area/mm ²	Average volume/mm ³	TPPF/mm ²	RDF/mm ²
MS8	2.75×2.75	3.10×3.10×3.10	3.20×3.20	3.10×3.10
MS10	2.80×2.80	3.10×3.10×3.10	3.20×3.20	3.10×3.10
MS12	3.10×3.10	3.10×3.10×3.10	3.20×3.20	3.10×3.10
NS8	2.75×2.75	2.75×2.75×2.75	2.90×2.90	2.90×2.90
NS10	2.75×2.75	2.75×2.75×2.75	2.90×2.90	2.90×2.90
NS12	3.30×3.30	2.75×2.75×2.75	2.90×2.90	2.90×2.90

TPPF is two-point probability function. RDF is radial distribution function.

5 结论

1) 不同砂在 CT 图像中呈现的结果不相同, 天然砂在 REV 下的平均体积分数与设计值结果接近, NS8、NS10、NS12 的平均体积分数结果分别接近 40%、46%、50%, 机制砂则在图像中丢失了许多细节, 与设计体积分数误差达到 30%。

2) 由平均体积分数计算得到的 RES 相当于更大面积上的平均值, 比通过单张切片计算得到的结果更具有代表性, 通过平均体积占比函数得到的天然砂 RES 为 2.75 mm, 机制砂 RES 结果为 3.1 mm, 且结果与集料分数无关。

3) 采用两点相关函数和分布函数可以计算砂浆 CT 的代表性单元尺寸, 通过两点相关函数与分布函数计算得到的天然砂 RES 结果均为 2.9 mm, 机制砂相关函数结果为 3.2 mm, 分布函数结果为 3.1 mm, 均与集料分数无关。

参考文献:

- [1] DA SILVA Í B. X-ray Computed Microtomography technique applied for cementitious materials: A review[J]. *Micron*, 2018, 107: 1–8.
- [2] MOHAMMED A, ABDULLAH A. Scanning electron microscopy (SEM): A review//Proceedings of the 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics—HERVEX[C]. Băile Govora, Romania, 2018: 7–9.
- [3] BOSSA N, CHAURAND P, VICENTE J, et al. Micro- and nano-X-ray computed-tomography: A step forward in the characterization of the pore network of a leached cement paste[J]. *Cem Concr Res*, 2015, 67: 138–147.
- [4] SCRIVENER K L, CRUMBIE A K, LAUGENSEN P. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete[J]. *Interface Sci*, 2004, 12(4): 411–421.
- [5] BACHMAT Y, BEAR J. On the concept and size of a representative elementary volume (rev)[M]//BEAR J, CORAPCIOGLU MY. *Advances in Transport Phenomena in Porous Media*. Dordrecht: Springer, 1987: 3–20.
- [6] VANDENBYGAART A J, PROTZ R. The representative elementary area (REA) in studies of quantitative soil micromorphology[J]. *Geoderma*, 1999, 89(3/4): 333–346.
- [7] STROEVEN M, ASKES H, SLUYS L J. Numerical determination of representative volumes for granular materials[J]. *Comput Meth Appl Mech Eng*, 2004, 193(30–32): 3221–3238.
- [8] GITMAN I M, ASKES H, SLUYS L J. Representative volume: Existence and size determination[J]. *Eng Fract Mech*, 2007, 74(16): 2518–2534.
- [9] BENTZ D P. Modeling the influence of limestone filler on cement hydration using CEMHYD3D[J]. *Cem Concr Compos*, 2006, 28(2): 124–129.
- [10] ZHENG S J, LIU T L, JIANG G S, et al. Effects of water-to-cement ratio on pore structure evolution and strength development of cement slurry based on HYMOSTRUC3D and micro-CT[J]. *Appl Sci*, 2021, 11(7): 3063.
- [11] BENTZ D P, GARBOCZI E J, SNYDER K A. A hard core/soft shell microstructural model for studying percolation and transport in three-dimensional composite media[R]. NISTIR 6265, NIST Publications, 1999.
- [12] BENTZ D P. Three-dimensional computer simulation of Portland cement hydration and microstructure development[J]. *J Am Ceram Soc*, 1997, 80(1): 3–21.
- [13] ZHANG M, YE G, VAN BREUGEL K. A numerical-statistical approach to determining the representative elementary volume (REV) of cement paste for measuring diffusivity[J]. *Mater Constr*, 2010, 60(300): 7–20.
- [14] GAO Y, JIANG J Y, WU K. Modeling of ionic diffusivity for cement paste with solid mass fractal model and lattice boltzmann method[J]. *J Mater Civ Eng*, 2017, 29(5): 04016287.
- [15] WINSLOW D N, COHEN M D, BENTZ D P, et al. Percolation and pore structure in mortars and concrete[J]. *Cem Concr Res*, 1994, 24(1): 25–37.
- [16] ZOHDİ T I, WRIGGERS P. 1 introduction[M]//Introduction to Computational Micromechanics. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2006: 1–6.
- [17] PAN Z C, FANG X R, CHEN A R. Effect of aggregate morphology on physical tortuosity of chloride diffusive path at meso-scale of concrete[J]. *Constr Build Mater*, 2022, 323: 126215.
- [18] KARIM M R, KRABBENHOFT K. Extraction of effective cement paste diffusivities from X-ray microtomography scans[J]. *Transp Porous Medium*, 2010, 84(2): 371–388.
- [19] ALLEN M P, TILDESLEY D J. Computer simulation of liquids[M]. 2nd ed. Oxford university press, 2017.

Representative Elementary Size of Mortar's Mesostructure

RONG Zhidan^{1,2}, CHEN Hao^{1,2}, GAO Yun³, OUYANG Hanliang^{1,2}

(1. College of Materials Science and Engineering, Southeast University, Nanjing 211189, China; 2. Jiangsu Key Laboratory of Construction Materials, Nanjing 211189, China; 3. Institute of Civil Engineering, School of Human Settlements and Civil Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 712000, China)

Extended Abstract

Introduction As a heterogeneous multiphase material, cement-based material has a significant correlation between its macroscopic properties and microstructure, and exhibits significant scale dependent characteristics. Representative element is defined as the

smallest element that can represent the macroscopic property of multi-scale material. It is usually very difficult to study materials at the full scale. Selecting representative element of appropriate size can to some extent represent the overall characteristics, providing possibilities for microscopic calculations. Therefore, the appropriate selection of representative elementary size (RES) is of great significance for further elaborating the structure-performance relationship in micro computational research. For cement mortar, there has been considerable research on the RES of mortar's microstructure of, but there is a lack of research on the RES of mortar's mesostructure. Only scholar such as Winslow reported a value of 10–30 mm in early research with relatively single dependent indicator. In view of this, combined with digital image processing and analysis techniques, the statistical characteristics of the spatial distribution of aggregates were calculated from two-dimensional and three-dimensional perspectives by using the average proportion function, two-point correlation function and radial distribution function in this paper. Finally, the representative elementary size of the mortar's mesostructure was explored.

Methods Three types of cement mortars blended with cement, fly ash (FA), silica fume (SF) and sand were prepared in this research. The cement used was P-II52.5 in accordance with the relevant Chinese standard. The density of cement and FA are 3.11 g/cm^3 and 2.27 g/cm^3 , respectively. The specific surface area of FA and SF are $420 \text{ m}^2/\text{kg}$ and $22\ 000 \text{ m}^2/\text{kg}$, respectively. The fineness modulus of natural sands and manufactured sands are 1.66 and 2.25, respectively. Besides, one kind of polycarboxylic-type high performance water reducer was adopted as the superplasticizer and the water reducing ratio was not less than 40%.

The raw materials (cement, fly ash, silica fume, and sand) were mixed uniformly and then the mixed water and additives were added and stirred for 2–3 min until the mixture enters the viscous flow state. Then the uniform mixed slurry was poured at molds and vibrated to enhance compactness. The specimens were demolded after 1 d and then cured in the standard curing room ($(20 \pm 2)^\circ\text{C}$, room humidity $>95\%$). After 28 d of standard curing, the specimens with size of $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ were cut and dried in vacuum at 60°C for 3 d. Afterwards, computed micro-tomography (CT) testing was conducted and 1 000 CT slice images for each specimen were obtained with a resolution ratio of $10 \mu\text{m}$.

Results and discussion After image processing, the influence of noise has been removed and the distribution information of aggregates has been obtained. It can be found that the presentation of natural sand (NS) in CT image is relatively clear and the particle size is relatively uniform, while the shape of manufactured sand (MS) is irregular and the particle size is uneven. Comparing the calculation results of the average volume fraction with the design volume fraction, it can be seen that the former is significantly lower than the latter. The reason is that the composition of the MS is uneven and uneven grayscale values inside may happen due to the crushing process. Therefore, some aggregate information will be lost during the image processing, resulting in a significant deviation between the final result and the design volume fraction. Although the grayscale range of the NS group is very close to that of the cement matrix, its composition is uniform and its shape is regular. After image processing, its distribution information can be retained to a high extent, so the deviation between its calculated volume fraction and the designed volume fraction is very small.

As the aggregate fraction increases, there is a significant fluctuation in the RES obtained by calculating the average area fraction on a single CT image, while the average volume fraction obtained by stacking multiple CT images on a three-dimensional structure is equivalent to the average value on a larger area, and the RES results tend to be consistent. The RES is not related to the volume fraction of sand, but is significantly affected by its type. For mortar with natural sand, RES is 2.75–2.90 mm, which is about 9 times of its average particle size. For mortar with manufactured sand, RES is 3.1–3.2 mm, which is about 7 times of its average particle size. Compared with the result mentioned by Winslow that the RES of mortar or concrete is within the range of 10–30 mm, the accuracy of the conclusion in this paper has been improved by one order of magnitude.

Conclusions The RES of mortar prepared in this paper is not related to the volume fraction of sand, but is significantly affected by its type. For mortar with natural sand, the RES obtained through the average volume proportion function is 2.75 mm, and the RES is 3.1 mm for mortar with manufactured sand. For mortar with natural sand, the RES obtained through two-point probability function and radially distribution function are both 2.9 mm. For mortar with manufactured sand, the RES obtained through two-point probability function and radially distribution function are 3.2 mm and 3.1 mm, respectively.

Keywords cement mortar; aggregate distribution; representative elementary size; computed micro-tomography; digital image processing and analysis