

SEM and 3D microtomography application to investigate the distribution of fibers in advanced cementitious composites

Aplicação de MEV e microtomografia 3D na investigação da distribuição de fibras em compósitos cimentícios avançados

F. PACHECO^a
fernandapache@unisinis.br

R. CHRIST^a
rchrist@unisinis.br

A. M. GIL^a
augustomg@unisinis.br

B.F. TUTIKIAN^a
bftutikian@unisinis.br

Abstract

The incorporation of fibers on cement composites reduces its fragility, turning it a ductile material. The amount of fibers and its distribution presents a large influence on the composite performance, especially by the fact that it is self-consolidating, which facilitates the fiber distribution. 3D microtomography is an efficient tool for determining the fibers distribution, generating images and creating a representation in three dimensions of the sample. Moreover, the scanning electron microscopy (SEM) can be used to analyze the interaction of fibers with the cement composite. The purpose of this paper is to investigate the application of these techniques to visualize the distribution and interaction of metallic and polypropylene fibers inserted into an advanced cementitious composite, at 3% in volume content. The results presented these techniques' efficiency in the verification of fibers distribution within the mixture and the absence of flaws in the composition.

Keywords: advanced composites, fibers, microtomography, scanning electron microscopy.

Resumo

A incorporação de fibras em compostos cimentícios atenua sua fragilidade, tornando-o um material dúctil. A quantidade e dispersão das fibras exercem grande influência em seu desempenho. O compósito cimentício avançado é autoadensável, o que facilita a distribuição das fibras. A microtomografia 3D é uma ferramenta eficiente para determinação do posicionamento das fibras, gerando imagens sequencialmente, criando uma representação em três dimensões da amostra. Ainda, a microscopia eletrônica de varredura (MEV) pode ser utilizada na análise da interação das fibras com o compósito. O objetivo deste artigo é investigar a aplicação destas técnicas para visualizar a distribuição e a interação de fibras metálicas e de polipropileno inseridas em um compósito cimentício avançado, em teor de 3% em volume. Os resultados comprovaram a eficiência dos métodos, sendo possível verificar a distribuição das fibras dentro da mistura e a inexistência de falhas na composição.

Palavras-chave: compósitos avançados, fibras, microtomografia, microscopia eletrônica de varredura.

^a Instituto Tecnológico em Desempenho e Construção Civil, PPGE, Unisinis, São Leopoldo, RS, Brasil.

1. Introdução

O desenvolvimento de compósitos cimentícios avançados visa o alcance de propriedades não atingidas quando do uso de materiais convencionais. Para tal, altera-se a composição dos concretos comumente utilizados, os processos de dosagem, constituintes da mistura e cura. Li [1] aponta o crescimento de uso de tais composições avançadas, que evoluem e transpassam as barreiras acadêmicas e laboratoriais, passando a apresentar viabilidade para uso comercial e em grande escala.

O interesse na aplicação de tais materiais reside na sua aptidão de uso em casos especiais, pelo seu largo potencial durável, elevada capacidade portante e reduzido peso próprio das estruturas devido à diminuição das seções necessárias para resistir às solicitações impostas [2]. Blais e Couture [3] ressaltam que, nas mesmas condições de geometria plana e carga demandada, há uma redução em 50% na profundidade necessária para estruturas em compósitos cimentícios avançados quando comparados com as com concretos convencionais, como observa-se na Tabela 1.

Diferentemente do concreto convencional, utilizado desde antes de 1907 [4], os compostos avançados a base de cimento têm uso recente no mundo, e urge o maior conhecimento de suas propriedades, microestrutura, aplicação e características, motivando o desenvolvimento de estudos que possam realizar diagnósticos e avaliações, proporcionando, conseqüentemente, maior conhecimento e aplicabilidade dos materiais avançados. Um dos enfoques de estudo da atualidade é a inserção de fibras em matrizes de compósitos cimentícios, sendo que estas variam em termos de tipos de materiais e geometria.

Neville e Brooks [5] classificam as fibras como descontínuas e discretas, citando outras possibilidades para este tipo de material, como celulose, aço e carbono. De modo complementar, os autores apontam os inúmeros benefícios ao usar tais materiais, desde que haja uma adequada aderência interfacial, dependente da superfície rugosa das fibras.

A incorporação de microfibras distribuídas aleatoriamente altera as propriedades mecânicas dos compósitos, através do controle da iniciação e propagação das fissuras. Dawood e Ramli [6], conduzindo o material a uma maior ductilidade. A utilização de dois ou mais tipos de fibras em compósitos cimentícios, a hibridização, mostra-se como uma solução eficiente no aumento da resistência

à tração e na diminuição da propagação das fissuras. O hibridismo de fibras, com materiais e dimensões distintas, proporciona maior sinergia ao compósito, sendo que cada tipo de fibra atua em formas e tempos distintos ao longo do carregamento do material. A mistura híbrida proporciona benefícios na resistência à tração, no controle da fissuração e no aumento da ductilidade do compósito [7,8]. Porém, para que se obtenha estas propriedades é necessária uma distribuição uniforme das fibras.

Trabalhos [9,10,11,12] demonstram a viabilidade do uso de ensaios avançados para obtenção de imagens para o diagnóstico de danos microestruturais em corpos de prova de concreto. Uma das maneiras de visualizar a distribuição das fibras é o diagnóstico da microestrutura por imagem, sendo que diversos instrumentos estão disponíveis para tal.

Destaca-se como uma destas ferramentas de determinação da distribuição de fibras dentro da mistura a microtomografia 3D de alta resolução [12,13]. Este método propõe a identificação e apresentação gráfica dos diferentes componentes de uma mesma matriz através da diferença de densidade entre seus ingredientes. A utilização da técnica de microtomografia visa a identificação da proporção e da disposição dos diferentes tipos de fibras, sendo que esta visualização é garantida devido à distinta característica de absorção de raio-x, o que possibilita um contraste na reprodução das imagens [13].

Outro fator de grande importância é a verificação da interação das fibras com o compósito cimentícios, de influência para a criação de zonas de transição e interfaces entre os distintos materiais. Esta interação pode ser avaliada através da utilização da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), gerando imagens capazes de apontar a interface entre dois materiais. A aderência das fibras ao compósito, dependendo do material que é composto as fibras, é a principal característica que proporcionará o desempenho desejado.

Landis et al. [10] utilizaram a captura de imagens como método de quantificação e análise de danos em corpos de prova de concreto, concluindo que esta é uma ferramenta eficaz para tal uso. Maroliya [14] gerou imagens com MEV com aproximações de 35x e 1000x, em compósito contendo 0,20 de fibras metálicas em relação à massa do cimento, apontando para possibilidade de identificação das zonas de transição. Segundo o autor, as imagens apontaram para uma interface compacta, com completa

Tabela 1 - Comparativo da profundidade da seção e peso entre sistemas construtivos

Seção transversal esquemática (ocultas armaduras ou cabos de tensão)				
Tipo de viga	CPR (Formato X)	Estrutura metálica	Concreto protendido	Concreto armado
Profundidade da seção	360 mm	360 mm	700 mm	700 mm
Peso	130 kg/m	110 kg/m	470 kg/m	530 kg/m

Tabela 2 - Características físicas e químicas dos aglomerantes

Componentes	Cimento	Sílica	Cinza volante
Óxido de cálcio (CaO) (%)	63,19	0,29	0,9
Dióxido de silício (SiO ₂) (%)	19,53	88,43	69,3
Óxido de alumínio (Al ₂ O ₃) (%)	3,91	0,32	26,1
Trióxido de enxofre (SO ₃) (%)	3,07	-	-
Óxido de ferro (Fe ₂ O ₃) (%)	2,89	0,01	1,8
Óxido de magnésio (MgO) (%)	1,94	0,12	0,05
Óxido de potássio (K ₂ O) (%)	0,61	0,66	1,4
Óxido de sódio (Na ₂ O) (%)	0,04	2,79	0,3
Perda ao fogo (PF)	3,76	-	-
C3S (%)	78,37	-	-
C3A (%)	5,47	-	-
C4AF (%)	8,79	-	-
Massa específica (gm/cm ³)	3,09	2,35	2,97
Superfície específica (cm ² /g)	4190	200000	3890

envoltória das fibras metálicas pela matriz cimentícia. Yazici et al. [15] obtiveram a mesma verificação, reconhecendo a zona de interface entre as fibras e a matriz como densa e compacta. Henry, Darma e Sugiyama [16] utilizaram a técnica de microtomografia 3D para analisar os efeitos de cura térmica e reaquecimento em

Tabela 3 - Distribuição granulométrica dos agregados

Tamanho (µm)	Pó	Areia 1	Areia 2
	Retido (%)	Retido (%)	Retido (%)
4000	0	0,07	0
2000	0	0,03	0
703,9	0	0,3	7,7
352	0	1,6	13,4
209,3	0	2,4	3,6
148	0,4	25,0	0,9
104,6	0,7	17,7	0,7
73,99	1,7	0,8	0
44	6,4	0	0
22	10,0	0	0
11	2,8	0	0
5,5	1,8	0	0
1,944	1,2	0	0
0,817	0,6	0	0

amostras de concreto de alto desempenho. Segundo os autores, a aplicação do método permitiu verificar o efeito da redução da água cimento em compósitos avançados, uma vez que foi denotada a menor presença de vazios.

Dentro deste contexto, este trabalho tem o objetivo de investigar a aplicação das técnicas de microtomografia 3D e da MEV para analisar a distribuição e a interação da mistura híbrida de fibras metálicas e de polipropileno inseridas na matriz de um compósito cimentício avançado.

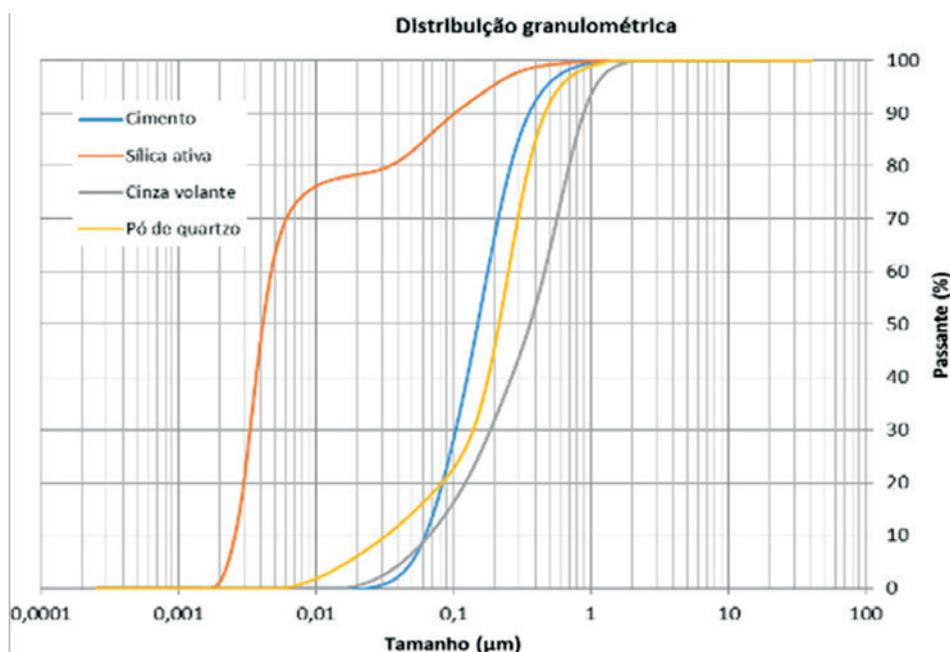
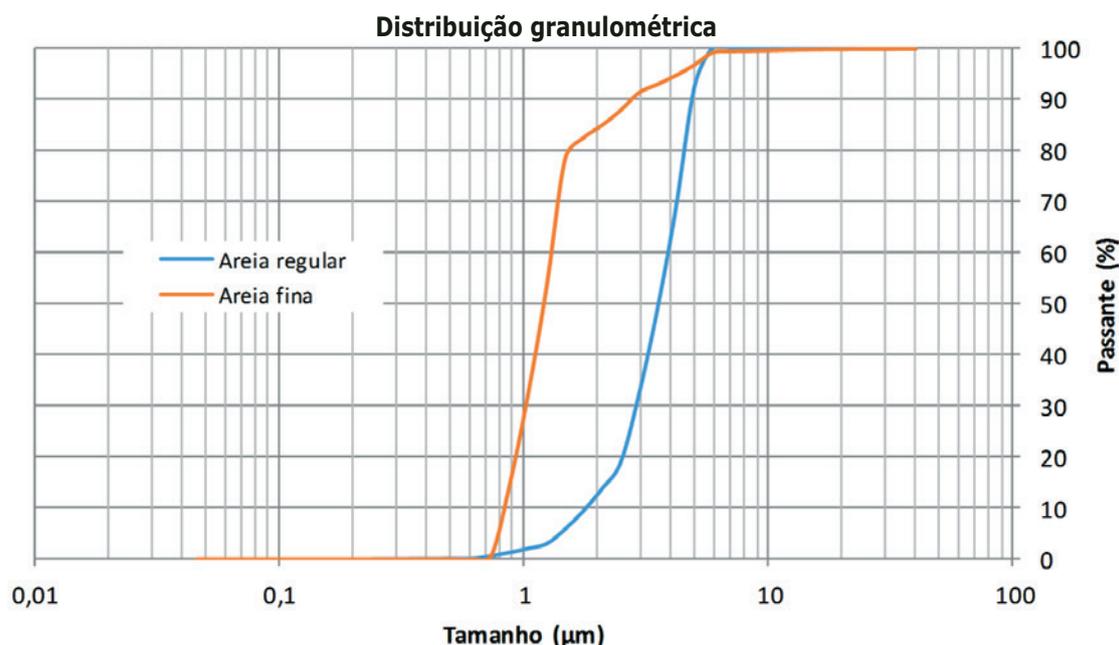
Figura 1 - Cimento, sílica ativa, cinza volante e pó de quartzo - distribuição granulométrica

Figura 2 - Granulometria das areias



2. Materiais e programa experimental

Com o objetivo de analisar a viabilidade de aplicação das técnicas de microtomografia 3D e MEV foram utilizadas amostras cilíndricas extraídas de um corpo de prova prismático, de acordo com o programa experimental descrito a seguir.

2.1 Materiais

Os aglomerantes utilizados foram cimento Portland com poucas adições, sílica ativa e a cinza volante. A caracterização física e química destes materiais é apresentada na Tabela 2. Foram utilizados dois agregados miúdos e um pó de origem quartzosa com

grãos esféricos e sem presença de material orgânico. A análise granulométrica destes materiais é apresentada na Tabela 3.

A distribuição granulométrica dos materiais utilizados neste programa experimental é apresentada na Figura 01 e Figura 02, para os finos e os agregados miúdos, respectivamente. Destaca-se que tais dados são utilizados por um programa computacional, através do qual se determina o percentual a ser utilizado de cada material visando o melhor empacotamento possível, de acordo com o método de Andreassen modificado.

Foram utilizados dois tipos de fibras, metálica e de polipropileno. As fibras metálicas possuem comprimento de 13mm e diâmetro de 0,21mm, com formato reto e resistência à tração de 2750N/mm². As de polipropileno possuem comprimento de 6mm e seção circular com 12µm de diâmetro. O polímero desta microfibras possui

Figura 3 - Fibras utilizadas na pesquisa

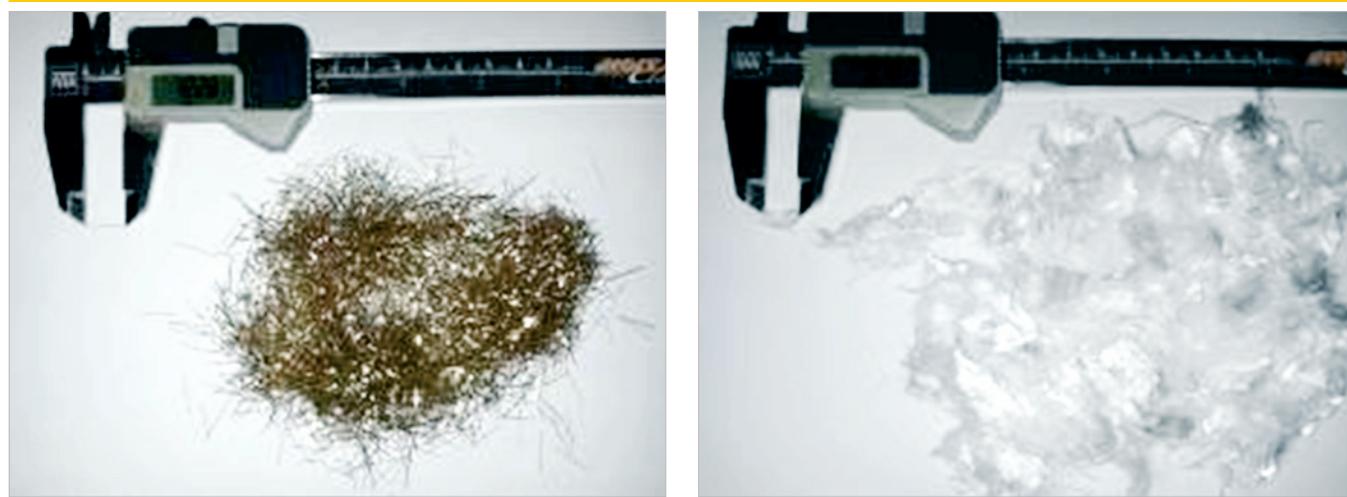


Tabela 4 - Traço utilizado na produção do compósito cimentício avançado

Materiais	Traço unitário		Traço em kg/m ³	
Cimento		0,44		251,80
Sílica ativa	1	0,37	573,59	213,88
Cinza volante		0,19		107,91
Areia de fundição	2,39	1,02	1370,82	583,33
Areia fina		0,86		495,83
Pó de quartzo		0,51		291,66
Água		0,22*		126,19
Superplastificante		0,03*		17,21
Modif. de Viscosidade.		0,01*		5,74
Fibra de aço		0,748		188,4**
Fibra de polipropileno		0,021		5,46**

* Teor de adição em relação ao aglomerante; ** Valores em relação à massa de CPR.

ponto de fusão de 160°C e de ignição de 365°C. A Figura 3 ilustra as fibras de aço e de polipropileno, sabendo-se que seus respectivos coeficientes de forma são 0,01 e 0,0002.

2.2 Traço e moldagem

Para a obtenção da proporção adequada dos materiais, foi utilizado o método teórico de empacotamento de Andreassen modificado, com dados de entrada da distribuição granulométrica de cada material e coeficiente de distribuição "q", com um coeficiente de 0,20. Esta amostra foi previamente desenvolvida com o compósito cimentício avançado cujo traço é apresentado na Tabela 4, desenvolvido por Christ e Tutikian [17]. Os corpos de prova foram moldados a partir de uma única mistura, realizada através da utilização de uma argamassadeira de eixo vertical com capacidade de 5 litros com tempo total de moldagem de 18 min. O material ainda no estado fresco foi submetido a uma pressão confinante de 20 MPa, com auxílio de uma forma especial, pelo período de 24h. Após a desforma dos corpos de provas aplicou-se cura térmica

nas amostras por 24h a uma temperatura de 90°C. Após as amostras foram encaminhadas a ambiente de umidade saturada e temperatura controlada de 21°C ± 2. Para a realização do ensaio de diagnóstico por imagem não se fez necessário nenhum preparo ou procedimento prévio. Os ensaios de determinação das propriedades mecânicas do material aos 28 dias de idade indicaram resistência mecânica à compressão de 185MPa, e resistência à tração por flexão (4 pontos) de 44MPa.

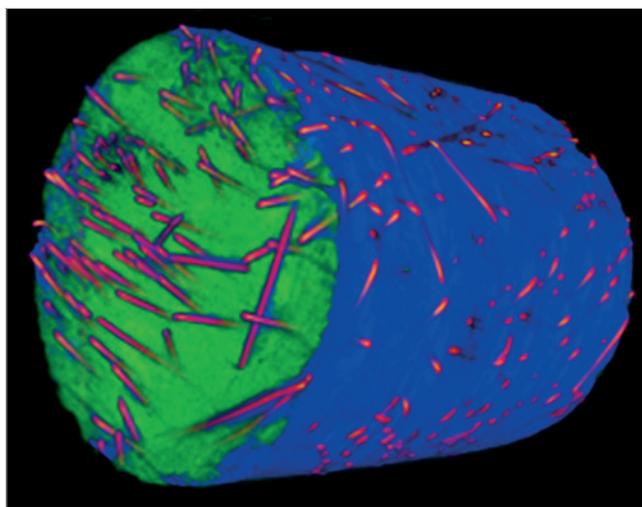
2.3 Microtomografia 3D e MEV

A microtomografia 3D foi realizada no instituto tecnológico em ensaios e segurança funcional, itt Fuse, da Unisinos. O ensaio foi realizado no laboratório de caracterização eletroeletrônica em um tomógrafo com energia de canhão de 160KV e resolução máxima de 0,5µm, que realiza imagens de raio-x em amostras com volume total de 1,0cm³.

Para a obtenção das imagens, foi extraída uma amostra de dimensões de 22mm de diâmetro e 30mm de altura de um corpo de

Figura 4 - Amostra para o ensaio de microtomografia 3D

Figura 5 – Imagem periférica do corpo-de-prova em microtomografia 3D



prova prismático de geometria originária de 50mm de diâmetro e 100mm de altura (Figura 4).

As imagens da microestrutura interna foram capturadas do mesmo corpo de prova utilizado para a análise por microtomografia 3D, porém para tal, a amostra foi fragmentada em uma superfície para que fosse possível a visualização da interação das fibras com o compósito. A análise foi realizada por MEV no instituto tecnológico em ensaios e segurança funcional, itt Fuse, da Unisinos. O equipamento utilizado é um MEV com analisador químico EDS, o qual possibilita gerar imagens com resolução de até 3nm com magnifi-

cação de 700.000x e energia de medição de 30kV, podendo operar em baixo e alto vácuo. O ensaio foi observado em baixo e alto vácuo, onde a ligação das fibras foi observada em baixo vácuo e a investigação da existência de cristais hidratados foi realizada em alto vácuo.

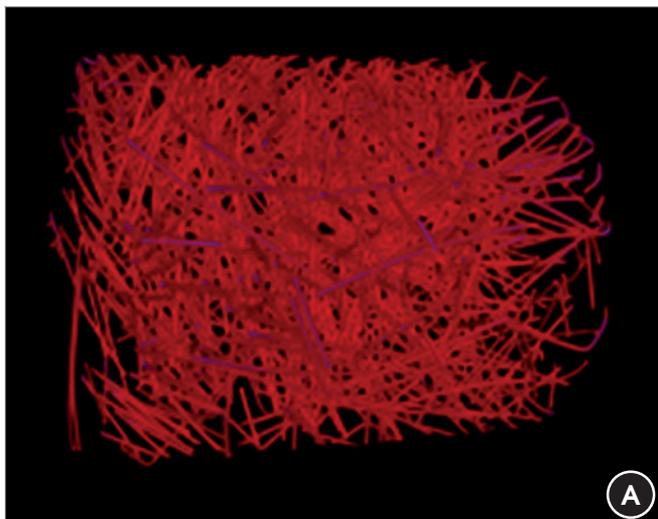
3. Resultados e discussões

3.1 Microtomografia 3D

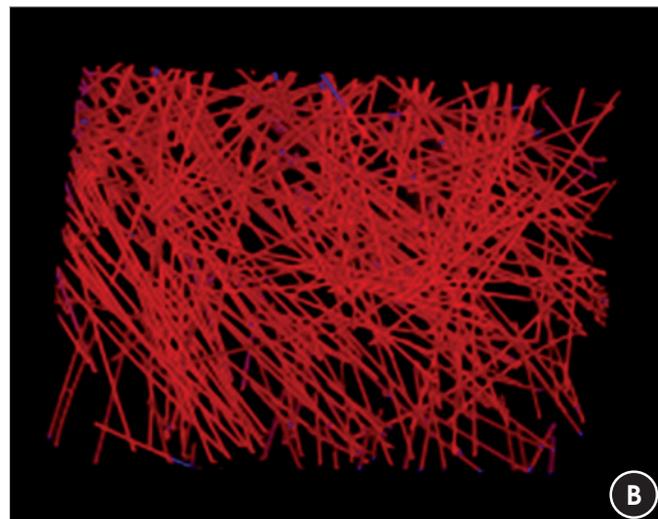
A Figura 5 apresenta a amostra analisada em seu tamanho real, sendo possível observar que a diferença de densidade dos materiais incorporados à mistura é representada através da diferença de cores. A matriz cimentícia da amostra está com tonalidade verde, e na coloração avermelhada as fibras de aço, distribuídas ao longo da amostra. As fibras de polipropileno não foram identificadas devido a sua baixa densidade. De modo a verificar a distribuição das fibras de aço, optou-se pela geração de imagem com destaque para estas fibras, da superfície e de uma seção do corpo de prova, conforme apresentado na Figura 6.

Analisando a Figura 06(a) é possível observar a grande concentração de fibras inseridas na mistura, verificada através da sobreposição dos elementos em virtude do ângulo de captura da imagem. Na Figura 06(b) avaliou-se uma seção do material, evitando a interpretação da disposição das fibras de modo errôneo em função de sua sobreposição. Através desta análise pode-se ressaltar que há pontos na mistura em que as fibras seguem uma tendência de paralelismo, porém em quase toda sua totalidade as fibras formam uma malha. Visualiza-se ainda a aleatoriedade da disposição das fibras ao longo do elemento. Ademais, percebe-se que a presença das fibras de polipropileno, ainda que não visível na imagem, não segregou ou influenciou na distribuição das fibras metálicas. Alterando a tonalidade dos

Figura 6 – Distribuição das fibras de aço visualização total e parcial de uma seção

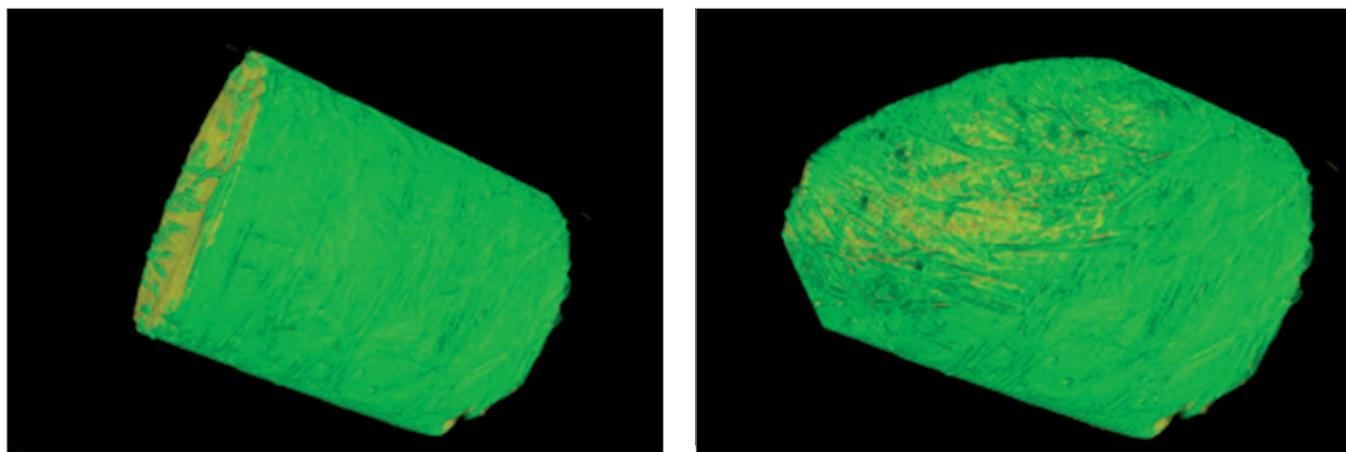


Visualização total



Visualização parcial

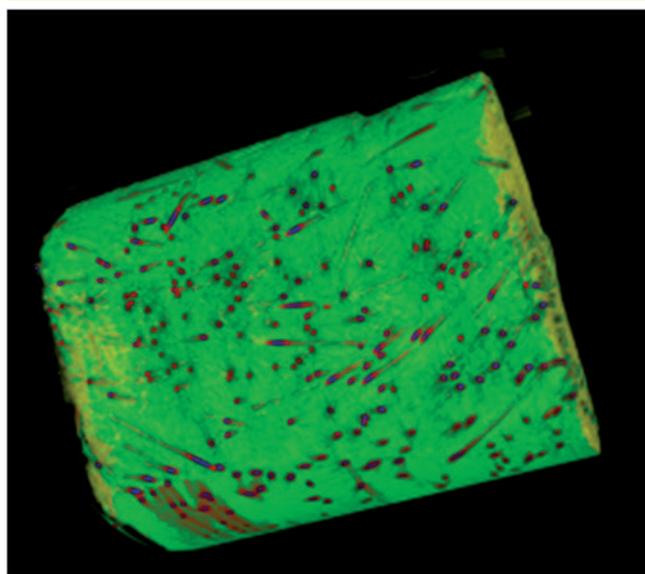
Figura 7 - Imagem de microtomografia 3D com identificação dos materiais de baixa densidade



materiais em função de sua densidade, foram geradas imagens da amostra buscando visualizar as fibras de polipropileno, sendo que estas fibras não foram visualizadas com clareza, como mostra a Figura 7.

A Figura 8 foi gerada com a finalidade de obter uma visualização das fibras de polipropileno mais definida. Esta imagem mostra as fibras de aço que tiveram um corte, podendo verificar a posição das mesmas. As fibras de polipropilenos são possíveis de visualizar, porém apenas com a interação de todos os materiais e, desta maneira, a identificação destas (formato, dimensão e interação) fica comprometida.

Figura 8 - Imagem de microtomografia 3D das fibras incorporadas ao compósito



3.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As imagens de MEV geradas mostram que a ligação das fibras, tanto de aço como de polipropileno, com a matriz não apresentam falhas ou zonas frágeis na interface. As Figuras 9 e 10 expõem a ligação de uma fibra de aço e outra de polipropileno, respectivamente.

Conforme identifica-se na Figura 9, a zona de interface entre a Fibra metálica e a matriz cimentícia não é caracterizada pela presença de vazios ou falhas. A Figura 10 apresenta fraturas na amostra analisada, sendo que estas foram originadas no corte da amostra. Visualiza-se ainda a integridade da região que envolve a fibra, verificando que não há falhas ou trechos de ruptura nesta interface. Ainda na MEV foi possível visualizar um trecho da amostra que conta com a distribuição das duas fibras, conseqüentemente, esta imagem aponta as proporções das dimensões dos dois tipos

Figura 9 - Imagem de MEV da ligação da fibra de aço com a matriz

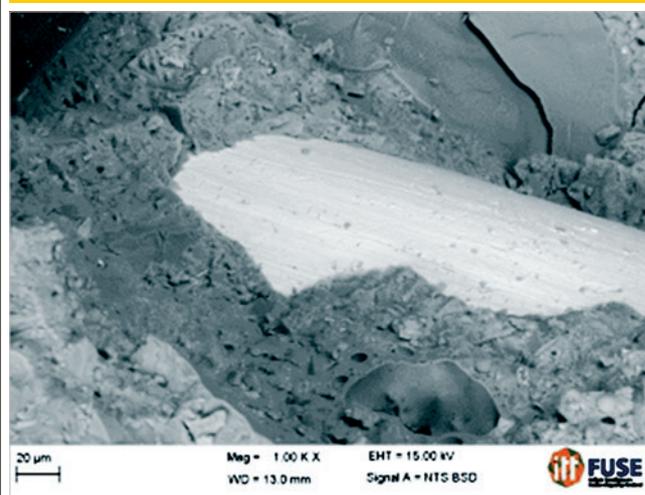


Figura 10 - Imagem de MEV da ligação da fibra de polipropileno com a matriz

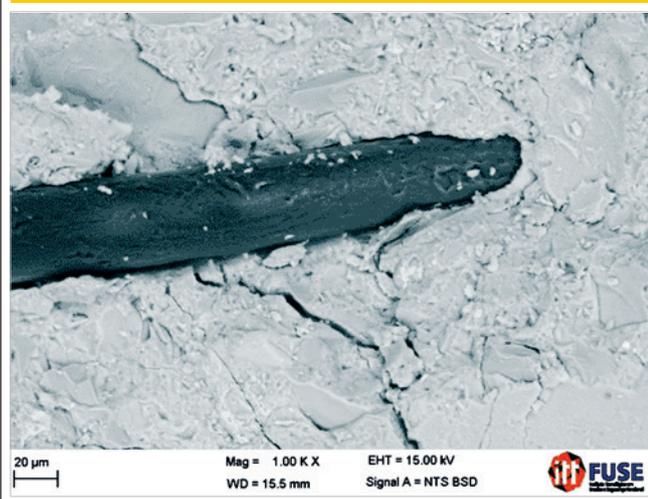


Figura 11 - Imagem de MEV da distribuição e geometria das fibras em um trecho da amostra



de fibras incorporadas na mistura (Figura 11). Esta diferença dimensional verificada na Figura 11 permite a classificação em escala microscópica de que a fibra metálica atua como uma macrofibra, enquanto que a fibra de polipropileno exerce a função de microfibras. Esta hibridização faz com que as microfibras retardem o surgimento das microfissuras enquanto as macrofibras atuam na etapa de pós fissuração, impedindo o seu prolongamento. Denota-se assim, que não há sobreposição na função exercida pelos materiais, pelo contrário, havendo comportamento complementar, o que justifica a opção pelo hibridismo de fibras. A Figura 12 apresenta a zona de interface entre a matriz e a

fibra metálica. Esta região comumente aponta fragilidade e geração de vazios ou menor densidade da pasta, todavia, na amostra analisada, caracterizou-se por densidade homogênea sem que fosse possível a visualização dos cristais hidratados. A pressão confinante aplicada após a mistura do CPR em seu estado fresco reduz seus vazios. A Figura 13 obtida na MEV mostra o sulco onde a fibra de aço estava inserida e foi retirada na decorrência do corte da mistura, onde é possível a percepção de que a fibra estava em sua totalidade envolta pela matriz do compósito. Esta região de interface comumente aponta fragilidade e geração de vazios ou menor densidade da pasta, todavia, na amostra analisada, caracterizou-se por densidade homogênea sem que fosse possível a visualização dos cristais hidratados, como supracitado.

Figura 12 - Imagem de MEV da massa densa sem visualização dos cristais hidratados na interface entre a matriz e a fibra metálica



Figura 13 - Imagem de MEV sulco deixado pela fibra arrancada na fratura do corpo de prova



4. Conclusões

Foi possível concluir que o diagnóstico e avaliação do compósito ocorreram de forma eficaz quando da utilização das ferramentas de microtomografia 3D e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A microtomografia 3D permitiu a visualização da distribuição aleatória das fibras metálicas, sem que fossem visualizadas falhas em seu espalhamento na matriz, ou ainda, heterogeneidade entre o núcleo das amostras e suas áreas de periferia, apontando que não houve efeito de parede na moldagem ou ineficiência na distribuição destas fibras. No entanto, a microtomografia 3D não permitiu identificar a distribuição das fibras de polipropileno. Através da MEV foi possível perceber a interface entre as fibras inseridas e a matriz do compósito avançado, verificando-se que esta não se configurou como uma zona frágil ou passível do surgimento de falhas ou danos aos compósitos cimentícios avançados com a utilização de fibras. Recomenda-se a realização de ambos os ensaios para análise e diagnóstico dos compósitos cimentícios avançados.

5. Agradecimentos

Ao Itt Fuse - Instituto tecnológico em ensaios e segurança funcional – UNISINOS e ao Itt Performance – Instituto Tecnológico de Desempenho – UNISINOS.

6. Referências bibliográficas

- [1] LI, V. C. On Engineered Cementitious Composites (ECC), (2003) *Journal of Advanced Concrete Technology*, v. 1, n. 3, p. 215–230.
- [2] CALDARONE, M.A. (2009) *High strength concrete- A practical guide*. Taylor and Francis.
- [3] BLAIS, P.Y, COUTURE, M. (1999). *Precast, prestressed pedestrian bridge- World's first Reactive Powder Concrete Structure*. *PCI Journal*.
- [4] MARCOLIN, N. *Criação no concreto* (2006). *Revista Pesquisa Fapesp*, nº127.
- [5] NEVILLE, A.M; BROOKS, J.J. (2014) *Concrete Technology*. Trans-Atlantic Publications; 2nd Revised edition.
- [6] DAWOOD, E. T.; RAMLI, M. Contribution of Hybrid Fibers on the Properties of High Strength Concrete Having High Workability. *Procedia Engineering*, jan. 2011. v. 14, p. 814–820.
- [7] BANTHIA, N.; GUPTA, R. Hybrid fiber reinforced concrete (HyFRC): fiber synergy in high strength matrices. *Materials and Structures*, dez. 2004. v. 37, n. 10, p. 707–716.
- [8] PIZZOL, V.D; MENDES, L.M; FREZATTI, L; SAVASTANO Jr, H; TONOLI, G.H.D. Effect of accelerated carbonation on the microstructure and physical properties of hybrid fiber-cement composites. *Minerals Engineering*. Volume 59, January 2014, p. 101–106.
- [9] PROMENTILLA, M.A.B (2011) MAB. Characterizing the microstructure of deteriorated cementitious materials with x-ray microtomography. *ASEAN Eng J* 2011; 1. Online Referencing, http://www.seed-net.org/ASEANEJ_1-4.html (2013, acessado em 15 de dezembro de 2015).
- [10] LANDIS, E.N; NAGY, E.N; KEANE, D.T; NAGY, G. Technique to measure 3D work-of-fracture of concrete in compression (1999) *J. Eng. Mech.* 125: 599-605.
- [11] APPOLONI, C.R; FERNANDES, C.P; RODRIGUES, C.R.O. X-ray microtomography study of a sandstone reservoir rock. *Nucl Instrum Meth A* 580: 629-632.
- [12] MACHADO, A. C; SILVA, M.A; FILHO, R.D.T; PFEIL, M.S; LIMA, I; LOPES, R.T.(2015) *Investigação 3D da distribuição de fibras de aço em concreto reforçado por microtomografia de raios X*.RIEM, nº8.
- [13] ABDIN. Y. et al. Geometrical characterization and micro-structural modeling of short steel fiber composites. *Composites Manufacturing and Composites*. Volume 67, December 2014, Pages 171-180.
- [14] MAROLIYA, M.K (2012). Sustainability of ultra high strength reactive poder concrete. *International journal of engineering research and development*. Volume 4, Issue, 4, p 44-57.
- [15] YAZICI, H; YIGITER, H; KARABULUT, A.S; BARADAN, B. (2008) Utilization of fly ash and ground granulated blast furnace slag as an alternative silica source in reactive powder concrete. *Fuel*, Nº87, p 2401-2407.
- [16] HENRY, M; DARMA, I.V; SUGIYAMA, T. (2014) Analysis of the effect of heating and re-curing on the microstructure of high-strength concrete using X-ray CT. *Construction and building materials*, 67, p37-46.
- [17] CHRIST, R; TUTIKIAN, B. (2013) Study of pressure and curing temperature in Reactive Powder Concretes (RPC) with different amounts of Metallic Microfibers. *Revista de la Construcción*. Volumen 12-p 32-40.