

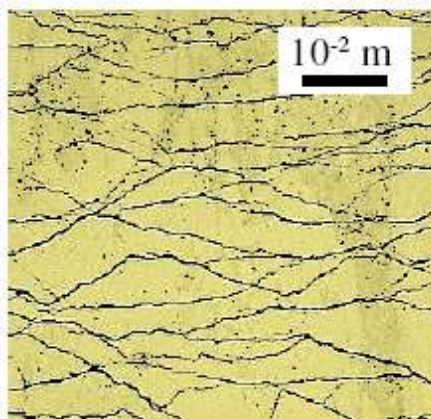
SPECIMEN PREPARATION FOR MICROSCOPIC IMAGE ANALYSIS OF ENGINEERED CEMENTIOUS COMPOSITES

L. Novák *

Summary: *For validation of multiscale analytical models of Engineered Cementitious Composites (ECC) it is necessary to acquire information about intrinsic matrix flaws with sizes in the range of several μm to several mm. This paper presents methods of sample preparation and data acquisition by means of optical and electron microscopy. A methodology which provides images with the best contrast is proposed.*

1. Úvod

Zdokonalování lomové odolnosti materiálů na bázi cementu, přitahovalo v minulých letech velkou pozornost. Jedním ze způsobů, jak vylepšit odolnost těchto materiálů, je přidání malého množství (2-3% celkového objemu) krátkých vláken nebo drátků do cementové směsi. Lomové chování cementové malty bez vláken lze charakterizovat jako křehké. To znamená, že po vzniku trhliny materiál okamžitě ztrácí integritu a není schopen přenášet tahová napětí kolmo k trhlíně. Přidáním vláken je obvykle dosaženo takzvané kvazikřehkosti. Pevnost



Obr. 1 Porušení ECC kompozitu rozptýlenými trhlinami

takového kompozitního materiálu se oproti samotné matici téměř nezmění. Pokud však vznikne trhlina, vlákna ji překlenou (tzv. bridging) a zajišťují tak přenos tahových a případně smykových napětí. V důsledku vytahování vláken z matrice přenesené tahové napětí obvykle klesá s rostoucím rozevřením trhliny. Toto tahové změkčení má za následek, že velmi brzy

* Ing. Luděk Novák: Thákurova 7, 166 29 Praha 6 - Dejvice, telefonní ústředna: (+420) 224 351 111; e-mail novakl@mk.cvut.cz

dochází k lokalizaci porušení do několika poměrně velkých trhlin. Tahové a lomové vlastnosti vláknocementových kompozitů však mohou být radikálně zlepšeny, pokud jsou vlákna schopna přenášet vzrůstající napětí po vzniku trhliny. Takový materiál pak vykazuje porušování ve formě rozptýlených trhlin (multiple cracking). Rozptýlené trhliny jsou charakteristické vysokou hustotou (několik trhlin na 1 cm) avšak velmi malou šířkou rozevření (menší než 100 μm) – Obr.1. Materiál porušený rozptýlenými trhlínami tak zachovává celkovou integritu i při poměrně velkém relativním protažení (až několik procent). Malá šířka trhlin též zajišťuje lepší odolnost vůči pronikání vody do konstrukce.

V kompozitech s maticí na bázi cementu je možno docílit porušování ve formě rozptýlených trhlin různými způsoby, např. použitím průběžných dlouhých vláken, infiltrací hustě uspořádaných krátkých vláken řídkou cementovou maltou (SIFCON) apod. Z hlediska praktického použití se však jako nejvhodnější jeví technologie tzv. kompozitů s řízenými vlastnostmi (Engineered Cementitious Composites – ECC), viz Li (2003). Tato technologie využívá znalostí z mikromechaniky a lomové mechaniky k efektivnímu návrhu složení kompozitu tak, aby bylo dosaženo požadovaného makromechanického chování. Porušování rozptýlenými trhlínami je tak možno docílit i příměsí malého množství krátkých vláken do cementové matrice (např. 2% obj. PVA vláken 12 mm dlouhých – Li, 2003). Tuto směs je pak možno snadno zpracovávat i ukládat tradičními postupy.

Při zavádění ECC materiálů do inženýrské praxe, je třeba pomocí numerických simulací ověřit chování konstrukcí, v nichž jsou tyto materiály použity. Za tímto účelem jsou vyvíjeny víceúrovňové materiálové modely (Kabele 2003), které zachycují proces porušování rozptýlenými trhlínami. Některé modely vycházejí z předpokladu, že trhliny mohou být iniciovány počátečními defekty v matici – zejména pak uzavřenými póry (vzduchovými bublinkami) o průměru několik μm až několik mm vzniklými při zpracování směsi (Kabele 2003). Pro validaci těchto modelů je tedy třeba získat informace o mikrostruktuře kompozitu na úrovni rozlišení v řádu od μm do mm. Tento článek se zabývá metodami přípravy vzorků a získávání obrazových dat pro tento účel.

2. Zařízení pro získávání obrazových dat

K získání obrazových dat jsme použili následující zařízení:

1. Optický mikroskop Neophot 21 (zvětšení 50, 100, 500 a 1000)
2. Dílenský optický mikroskop firmy Zeiss (zvětšení 40 a 120)
3. Elektronový rastrovací mikroskop Tesla BS 340 + Tescan TS 1201 (zvětšení 100, 500 a 1000)
4. Flatbed scanner s fyzickým rozlišením 1600 dpi Epson Perfection 1660

K pořizování snímků pro optickou analýzu používáme kamery, které snímají obraz z přímo z mikroskopů. U optického mikroskopu jde o digitální kameru s výstupem v rozlišení 720 x 576 pixelů. V případě elektronového mikroskopu je to přídatná digitální kamera Tescan TS 1201. Snímky z ní získané mají v našem případě rozlišení 512x512 pixelů. Snímky jsou přímo kalibrovány ve skenovacím programu příslušných kamer. Široký rozsah zjišťovaných průměrů bublin nás nutí použít kombinaci několika různých zvětšení.

3. Metody přípravy vzorků k získávání obrazových dat

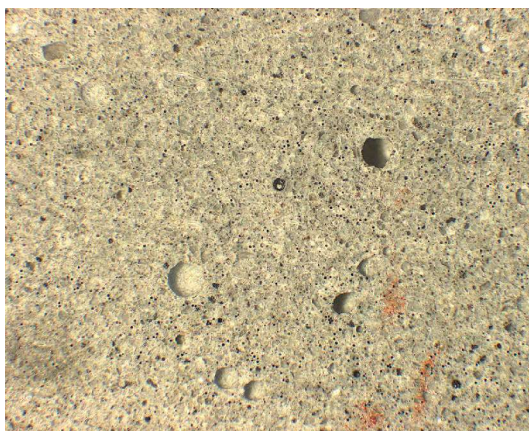
Vzorky ECC materiálu ve tvaru desek 23×7.6×1.3 cm byli vyrobeny v laboratoři ACE - MRL na Univerzitě v Michiganu. Materiál se skládal z cementu, popílku, vody, superplastifikátoru jemného písku (frakce do 0,3 mm) a PVA vláken o délce 12 mm a průměru 40 μm v 2% objemovém zastoupení. Přesné dávkování složek je uvádí ve své publikaci S. Wang a V.C.Li. (S. Wang a V.C.Li 2004). Postup přípravy byl následující:

- Všechny suché složky byly smíchány v míchačce.
- Po dokonalém smíchání byla přidána voda a následně superplastifikátor.
- Po promíchání betonové směsi byli přidána vlákna a promíchána tak, aby se docílilo jejich dobrého rozptýlení.

Následně byly vzorky naplněny do forem. Druhý den po zavadnutí směsi byly vloženy do vodní lázně, kde byly uchovány po dobu 14 dnů. Po 14 dnech byly provedeny kontrolní tahové zkoušky, které prokázaly duktilitu a to, že se materiál porušoval rozptýlenými trhlinami. Porušené i neporušené (nezatěžované) vzorky byly letecky přepraveny na naše pracoviště, kde byla prováděna jejich příprava k mikroskopické a optické analýze. Cílem bylo získat co nejhladší povrch s co nejlepším kontrastem matrice a bublinek, avšak při co nejmenším poškození mikrostruktury materiálu. Postupně jsme vyzkoušeli následující postupy:

1. Řezání pilou a odstranění prachových částic ultrazvukem.
2. Řezání pilou, broušení a odstranění prachových částic ultrazvukem.
3. Řezání pilou, broušení, odstranění prachových částic ultrazvukem a napuštění lihovou barvou.
4. Řezání pilou, broušení, odstranění prachových částic ultrazvukem a difuzní pozlacení vzorku.
5. Řezání vodním paprskem.

Za účelem odstranění prachových částic byl vzorek vždy umístěn na 15 minut do ultrazvukové lihové čistící lázně.



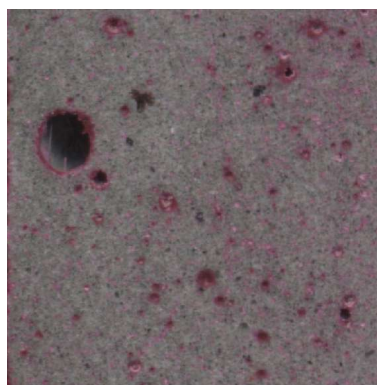
*Obr.2 Vzorek po vybroušení,
zvětšení 40x*

Jako první jsme provedli řez diamantovou vodou chlazenou pilou. Vzorek, který byl pouze

uříznutý, byl při větším zvětšení nerovný. Bylo velmi obtížné identifikovat póry menších velikostí ($< 40 \mu\text{m}$) a to jak při přímém osvětlení kolmém na rovinu řezu, tak i při použití šikmého osvětlení. Zlepšení jsme dosáhli broušením vzorků. Při broušení se nám osvědčilo



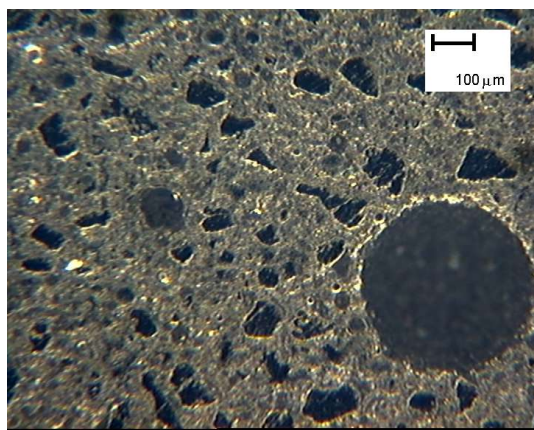
Obr. 3 Pohled na neupravenou řeznou plochu (oblast 1,5 x 1,5 cm)



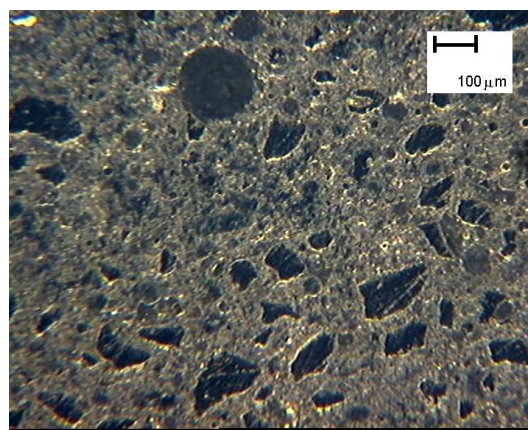
Obr. 4 Řezná plocha po nanesení lihové barvy (oblast 1,5 x 1,5 cm)

postupné použití papírů zrnitostí P220, 600, 1000 a 2000. Takto upravený vzorek je vidět na Obr. 2.

Bohužel jsme zjistili, že použitá vlákna při osvětlení v mikroskopu pohlcují světlo a nedají se při následné analýze odlišit od pórů stejné velikosti. Tohoto jevu jsme se pokusili zbavit potřením povrchu vzorku lihovou barvou a následným přebroušením. Očekávali jsme, že po jemném broušení nebo přešetění zůstane barva pouze uvnitř pórů a ty bude pak snadné identifikovat. Bohužel toto se nepodařilo. Barva penetrovala nejen do bublinek, ale i do přechodových zón mezi jednotlivými složkami matrice a zůstala i v prohlubních vzniklých při broušení (Obr 4).



Obr. 5 Pozlacený vzorek v optickém mikroskopu



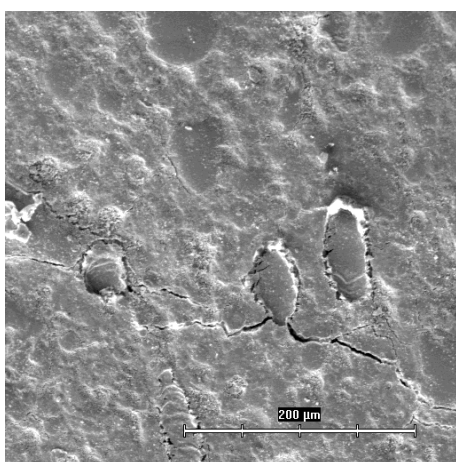
Obr. 6 Pozlacený vzorek v optickém mikroskopu

Další postup jsme volili tak, aby úprava povrchu vzorku zakryla vlákna v materiálu. Toho jsme dosáhli difuzním pozlacením vzorku. Při použití této metody je povrch vzorku pokryt tenkou vrstvou zlata o tloušťce několik Å. Doufali jsme, že po této úpravě budeme schopni v optickém mikroskopu při šikmém osvětlení odlišit bubliny jako prohlubně od ostatních kontinuálních složek materiálu (cementu, vláken atd.). Tento předpoklad se splnil. Jak je patrné z Obr. 5 a 6, bylo dosaženo dobrého kontrastu.

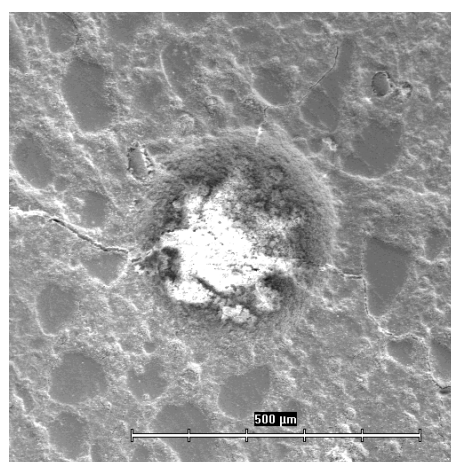
Další metoda přípravy vzorků byla vedena snahou zamezit poškozování povrchu vzorku

částicemi brusného papíru. Toho jsme chtěli dosáhnout řezáním vodním paprskem. Výsledná řezná plocha nebyla tak kvalitní jak jsme předpokládali. Na řezné ploše sice nedocházelo k rozbití matrice, ale vodní paprsek oblast řezu vymíhal. Toto se projevuje jednak zvlněním řezné dráhy a také odplavením některých částic matrice.

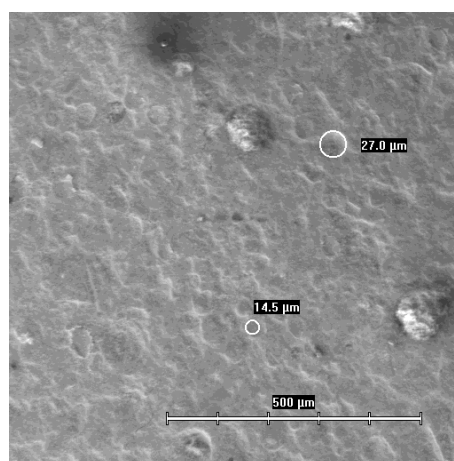
Obrázky 7 až 9 ukazují snímky pořízené z elektronového mikroskopu. Všechny vzorky byly ošetřeny difuzním pozlacením. Na Obr. 7 jsou patrná 3 PVA vlákna jako tmavší eliptické útvary. Průměr těchto vláken je 40 μm . Na Obr. 8 je uprostřed patrná jedna vzduchová bublina a kolem ní tmavší oblasti, o kterých si však nejsme jisti, jestli se jedná o vzduchové bubliny, zrna písku nebo stopy po broušení při přípravě vzorku. Velikosti těchto útvarů se pohybují od 5 - 35 μm . Toto je vidět i na Obr. 9. Z těchto výsledků je patrné, že s pomocí elektronového mikroskopu jsme nebyli schopni získat požadované informace o uzavřených pórech.



Obr. 7 Pohled na tři konce vláken



Obr. 8 Vzduchová bublina



Obr. 9 Dvě menší bubliny

4. Obrazová a numerická analýza

Pro vyhodnocení obrazových dat používáme program LUCIA. Póry jsou identifikovány od matrice z rozdílu kontrastu. Pomocí obrazové analýzy je pak možno získat statické údaje o velikostech a množství pórů. Na základě takto získaných údajů, je generován statisticky shodný model reprezentativního objemu materiálu. Tento model bude následně analyzován

MKP, což umožní zkoumat proces vzniku a šíření trhlin.

5. Závěr

Jako nevyhovující se ukázalo pouhé vybroušení plochy vzorku vláknocementového kompozitu. Jednotlivé bubliny nejsou dostatečně kontrastní a proto je tato úprava pro naši potřebu nevhodná. Řezání vodním paprskem také neposkytló vyhovující výsledky. Řezná plocha je zvlněná a při řezání dochází k vymílání materiálu. Touto metodou dojde ke ztrátě většiny informací o mikrostruktuře. Jako vyhovující se ukázala metoda jemné úpravy broušením s následným pozlacením v kombinaci s optickým mikroskopem. Výsledné snímky mají dobrý kontrast. I tato metoda má omezení, které je dané použitím optického mikroskopu a jeho maximálním zvětšením.

6. Poděkování

Tento výzkum je podporován grantem GAČR 106/03/H150. Autor děkuje Dr. Shuxin Wang z Univerzity of Michigan za poskytnutí vzorků materiálu k testům.

7. Literatura

Kabele, P. Analytical model of multiple cracking in fiber reinforced cementitious composites under uniaxial tension In: *Structural Health Monitoring and Intelligent Infrastructure*. Lisse : A. A. Balkema Publisher, 2003, p. 791-798. ISBN 90-5809-647-5.

S. Wang and V.C.Li: Tailoring of pre-existing flaws in ECC matrix for sturated strain hardening, In: *Fracture Mechanics of Concrete Structures* (Proc. of FRAMCOS-5), Vail Colorado, USA, 12-16.4.2004, in print

Kabele, P. (2004) Linking scales in modeling of fracture in high performance fiber reinforced cementitious composites (keynote lecture), In: *Fracture Mechanics of Concrete Structures* (Proc. of FRAMCOS-5), Vail Colorado, USA, 12-16.4.2004, in print.

Li, V. C. (2003) On engineered cementitious composites (ECC) – a review of the material and its applications, *Journal of Advanced Concrete Technology*, 2003, Vol. 1, pp. 215-230.