

Anna Adamczak-Bugno¹, Tomasz Gorzelańczyk^{2*}, Aleksandra Krampikowska¹, Mateusz Szymków³

¹Politechnika Świętokrzyska, Wydział Budownictwa i Architektury, Kielce

²Politechnika Wroclawska, Wydział Budownictwa Lądowego i Wodnego, Wrocław

³EM Engineering Mateusz Szymków, Wrocław

Nieniszczące badania struktury materiałów włóknisto-cementowych z użyciem elektronowego mikroskopu skaningowego

Non-destructive tests of fibre-cement materials structure with the use of scanning electron microscope

ABSTRACT

The article presents the proposal for the application of non-destructive microscope method with the use of scanning electron microscope (SEM) with EDS analyzer in fibre-cement boards tests. The tests were conducted on 2 types of fibre-cement boards that underwent various environmental factors (dampness, freezing-thawing) and unusual factors (burning out in the temperature of 230° and setting on fire for 5 and 10 minutes). Interesting results were obtained and they allowed to observe the changes that took place in the microstructure of the tested boards under the influence of various factors.

Keywords: non-destructive testing, fiber-cement board, SEM

STRESZCZENIE

W artykule przedstawiono propozycję zastosowania do badania płyt włóknisto-cementowych nieniszczącą metodę mikroskopową z wykorzystaniem elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM) z analizatorem EDS. Badaniom poddano 2 rodzaje płyt włóknisto-cementowych poddanych różnym czynnikom środowiskowym (zawilgoceniu, zamrażaniu-rozmrażaniu) oraz czynnikom wyjątkowym (wypalenia w temperaturze 230°C oraz podpalaniu przez 5 i 10 minut). Uzyskano ciekawe rezultaty badań, które pozwoliły zaobserwować zmiany zachodzące w mikrostrukturze badanych płyt pod wpływem różnych czynników.

Słowa kluczowe: badania nieniszczące, płyty włóknisto-cementowe, SEM

1. Wprowadzenie

Wyroby budowlane z włókno-cementu zaczęto stosować w budownictwie ponad sto lat temu. Ich pomysłodawcą był Ludwig Hatschek, który w roku 1900 opracował i opatentował technologię produkcji lekkiej, wytrzymałej, trwałej i niepalnej płyty azbestowo-cementowej, którą nazwał eternitem. Płyta ta stała się jednym z najbardziej popularnych pokryć dachowych na świecie w XX w. Było tak do momentu, kiedy jednoznacznie stwierdzono, że azbest ma właściwości rakotwórcze. W efekcie zaprzestano ich produkcji oraz stopniowo wycofywano z użytkowania wyroby, a niebezpieczny dla zdrowia składnik zastąpiono zaś bezpiecznymi włóknami. Odwrót taki zapoczątkowano na świecie już w latach 70. ubiegłego wieku, a w Polsce z końcem lat 80. [1,2].

Współczesne płyty włóknisto-cementowe powstają z naturalnych surowców takich jak cement, włókna celulozowe i PVA oraz woda. Znaczną część mieszanki produkcyjnej stanowi cement odpowiedzialny za wiązanie materiału i jego ostateczną trwałość. Celuloza jest wypełniaczem szczelin i dodatkiem zapewniającym odpowiednią ilość wody w procesie wiązania cementu. Włókna z polialkoholu winylowego (PVA) stosuje się natomiast do zbrojenia materiału oraz nadania mu odpowiedniej wytrzymałości. W celu zoptymalizowania właściwości oraz do przyspieszenia procesu wiązania dodawane są wypełniacze neutralne takie jak np.

wapień lub mika.

Materiały produkowane z włókno-cementu są stosowane w budownictwie jako materiał budowlany i wykończeniowy dla elewacji, ścian wewnętrznych oraz dachów [1,2,6-8]. Z uwagi na to, że są wytwarzane z materiałów naturalnych i bezpiecznych, mogą zostać poddane recyklingowi lub zostać zniszczone bez szkody dla środowiska. Na rysunku 1 przedstawiono przykładowe realizacje z wykorzystaniem elewacji wentylowanej, w których jako okładzinę elewacyjną zastosowano płyty włóknisto-cementowe.

Jak wcześniej wspomniano, materiały włóknisto-cementowe posiadają obecnie szerokie spektrum zastosowań w budownictwie, stąd też narażone są na działanie warunków środowiskowych, między innymi takich jak opady deszczu oraz zmiany temperatury, a w szczególności częstym przejściem temperatury przez 0°C w cyklu dobowym (cyklicznym zamrażaniem-rozmrażaniem). Ponadto materiały włóknisto-cementowe, przede wszystkim stosowane jako elementy okładzinowe, narażone są na warunki wyjątkowe, do których należy zaliczyć wysoką temperaturę wywołaną działaniem ognia.

W związku z powyższym, za istotne uważa się prowadzenie badań materiałów konstrukcyjnych uwzględniających warunki środowiskowe i wyjątkowe, na które będą narażone podczas eksploatacji. Badania te powinny zapewniać możliwość kontroli mikrostruktury danego materiału, co umożliwi skaningowa mikroskopia elektronowa [10,11].

*Autor korespondencyjny. E-mail: tomasz.gorzelaneczyk@pwr.edu.pl

Warto zaznaczyć, że dotychczas większość badań materiałów wykonanych z włókno-cementu sprowadzała się do określania normowych parametrów fizyko-mechanicznych [3,6]. Spotkać można także rezultaty badań wykonanych z wykorzystaniem metod nieniszczących między innymi metody ultradźwiękowej i metody emisji akustycznej [4,5,9].



Rys. 1. Widok przykładowych elewacji wentylowanych z wykorzystaniem płyt włóknisto-cementowych na budynkach użyteczności publicznej
Fig. 1. Ventilated facade with fiber-cement boards, examples of implementation and civil building

Nowoczesne metody mikroskopowe, zintegrowane z innymi technikami badawczymi, stosowanymi w odniesieniu do materiałów budowlanych umożliwiają udzielenie odpowiedzi na pytania dotyczące mechanizmu reakcji, diagnozy procesu niszczenia, relacji pomiędzy mikrostrukturą i właściwościami użytkowymi [10]. Rozwój metod mikroskopowych, jaki nastąpił w ostatnich latach, zmierza z jednej strony w kierunku maksymalizacji powiększeń i zarazem wizualizacji obiektów o nanometrycznej wielkości, z drugiej strony - do detekcji wszelkich efektów, jakie mogą się pojawić wskutek oddziaływania czynnika penetrującego badany materiał [11].

Elektronowy mikroskop skaningowy jest od wielu lat dostępnym i rozpowszechnionym narzędziem w badaniach mikrostruktury ciał stałych, w tym różnorodnych materiałów budowlanych. Mikroskopia skaningowa pozwala ocenić kształt i wielkość ziaren, morfologię powierzchni, obecność zrostów, wtrąceń, spękań, sposób zabudowy przestrzeni, kształt porów. Główną zaletą metody jest bardzo prosta preparatyka. Próbkę mają postać okruchów lub przełamów. Inną ważną cechą elektronowej mikroskopii skaningowej jest możliwość uzyskiwania bardzo dużych powiększeń, rzędu setek tysięcy razy [12,13].

2. Opis badań

Badaniom poddano dwie płyty włóknisto-cementowe o różnym składzie i zastosowaniu, tj. płyta wodoodporna oraz płyta elewacyjna, oznaczane w dalszej części artykułu odpowiednio literami A i B. Płyty w momencie badania

znajdowały się w stanie powietrzno-suchym oraz były poddane różnym procesom mającym odzwierciedlać warunki środowiskowe (nasączenie przez 24 godziny w wodzie oraz 25 cykli mrożenia-rozmrażania) i warunki wyjątkowe (wypalanie przez 3 godziny w piecu laboratoryjnym w temperaturze 230°C oraz podpalanie palnikiem przez 5 minut i 10 minut). W badaniach wykorzystano wysokorozdzielczy środowiskowy skaningowy mikroskop elektronowy Quanta 250 FEG, FEI z analizatorem EDS, którego widok pokazano na rysunku 2.



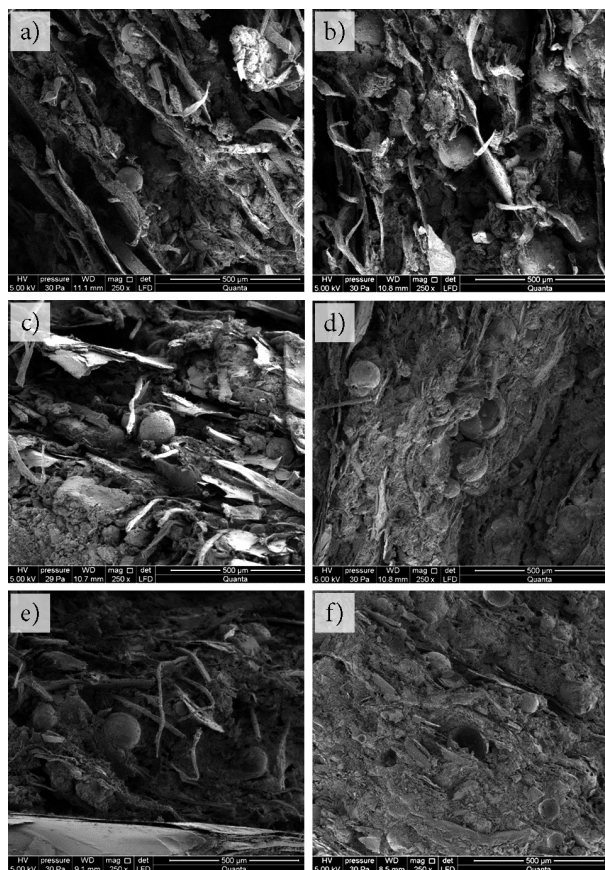
Rys. 2. Widok skaningowego mikroskopu elektronowego z analizatorem EDS
Fig. 2. The view of scanning electron microscope with the EDS analyser

3. Wyniki badań i ich analiza

Na rysunku 3 pokazano przykładowe obrazy uzyskane z użyciem elektronowego mikroskopu skaningowego dla płyty A.

Na podstawie analizy wyników przedstawionych na rysunku 3 należy stwierdzić, że makrostrukturę każdej z próbek płyty A określono jako zwartą. Podczas obserwacji mikroskopowych struktur próbek określono jako drobno-porowatą o wielkości porów do 50 μm . Na powierzchniach przełamów stwierdzono występowanie głębokich wyżłobień o szerokości do 500 μm . Zaobserwowano duże zagęszczenie nieregularnie rozmieszczonych włókien celulozowych oraz włókien PVA na badanych przełamach (rys. 3a, 3b i 3c), z wyjątkiem próbki wypalanej oraz próbek podpalanych. W próbce podpalanej zaobserwowano, że większość włókien jest wypalona lub wtopiona w matrycę (rys. 3d). Podpalanie zaś powoduje stopniowe wypalanie włókien oraz degradację ich struktury w zależności od czasu działania ognia (rys. 3e i 3f). W każdej z próbek stwierdzono występowanie miki o blaszkowatej budowie oraz nieprzereagowanych ziaren cementu. Zaobserwowano kawerny i wyżłobienia po wyrwanych włóknach, a także wyżłobienia po wyrwanych ziarnach cementu. Obserwując ziarna cementu na kolejnych przełamach również stwierdzono, że wypalanie oraz stopniowe wydłużanie czasu podpalania powoduje niszczenie ich struktury (rys. 3d, 3e i 3f). Strukturę matrycy określono jako ziarnistą z licznymi rozwarstwieniami. Stwierdzono występowanie przestrzeni pomiędzy włóknami a matrycą oraz między matrycą a blaszkami miki, co wskazuje na słabe wiązanie między tymi elementami. W strukturze matrycy próbek wyróżniono różne formy $\text{Ca}(\text{OH})_2$, a także „bezpociową” fazę C-S-H oraz zbudowaną z silnie przylegających

cząstek. Nie stwierdzono występowania kryształów ettringitu w żadnej z badanych próbek. W trakcie analizy próbki podpalanej 10 min (rys. 3e) zaobserwowano miejscowo zmienioną strukturę matrycy.



Rys. 3. Obrazy uzyskane przy użyciu elektronowego mikroskopu skaningowego dla płyty A: a) w stanie powietrzno-suchym, b) zawilgocona, c) zamrażana – rozmrażana 25 cykli, d) wypalana w piecu w temp. 230°C, e) podpalana przez 5 min, f) podpalana przez 10 min

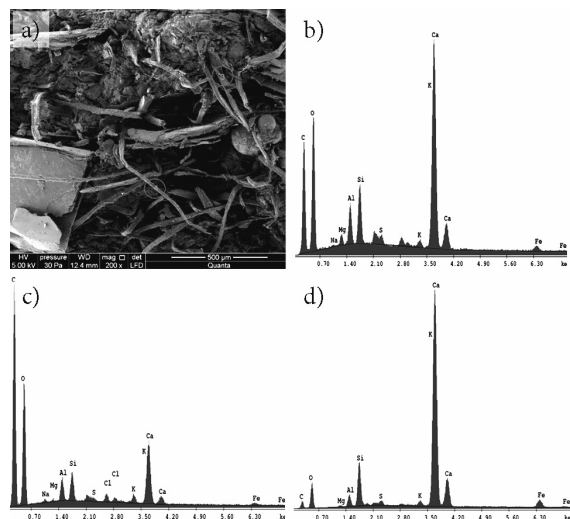
Fig. 3. Images obtained with the use of scanning electron microscope for the board A: a) in air-dry state, b) damp, c) frozen - thawed 25 cycles, d) burnt out in a furnace in the temperature of 230°, e) set on fire for 5 minutes, f) set on fire for 10 minutes

Z kolei na rysunku 4 pokazano przykładowe rezultaty składu pierwiastkowego uzyskane z wykorzystaniem analizatora EDS dla badanej płyty A.

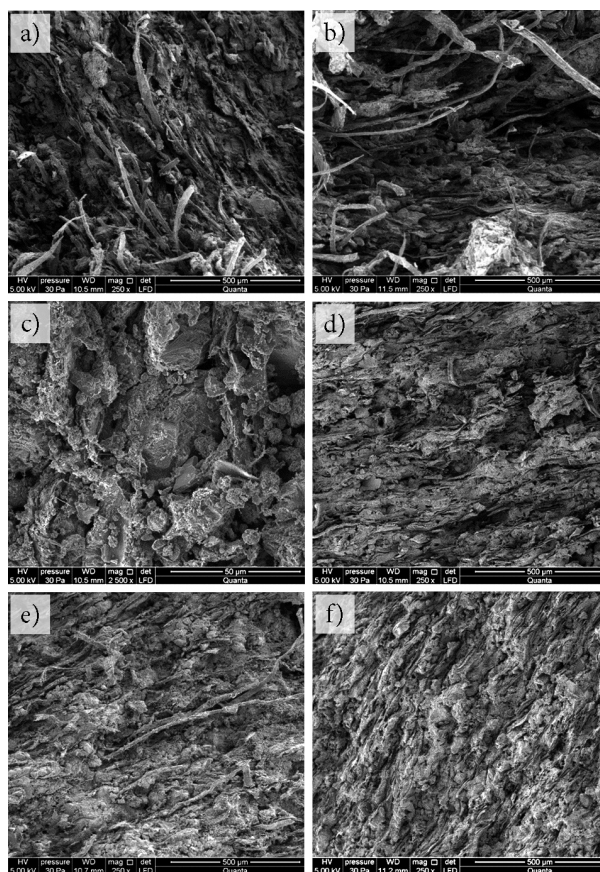
Na podstawie analizy składu pierwiastkowego matrycy próbek stwierdzono obecność pierwiastków wchodzących w skład cementu (rys. 4d). Analizując skład włókien (rys. 4b i 4c), stwierdzono występowanie pierwiastków wchodzących w skład włókien lub częściowo wchodzących w skład cementu, ponieważ powierzchnię włókien, ziaren i blaszek miki pokrywa cienka warstwa matrycy cementowej i produktów hydratacji.

Na rysunku 5 pokazano przykładowe obrazy uzyskane z użyciem elektronowego mikroskopu skaningowego dla płyty B.

Na podstawie analizy wyników przedstawionych na rysunku 5 należy stwierdzić, że makrostrukturę każdej z próbek płyty B określono jako zwartą. Podczas obserwacji mikroskopowych struktur próbek określono jako drobnoporowatą o wielkości porów do 50 µm. Stwierdzono nieregularne



Rys. 4. Rezultaty uzyskane z wykorzystaniem analizatora EDS dla płyty A: a) miejsca analizy składu pierwiastkowego, b) wyniki EDS w punkcie 3, c) wyniki EDS dla pkt. 4, d) wyniki EDS dla pkt. 5
Fig. 4. Results obtained with the use of the EDS analyser for the board A, a) the places of elemental composition analysis, b) results of EDS in point 3, c) results of EDS in point 4, d) results of EDS in point 5

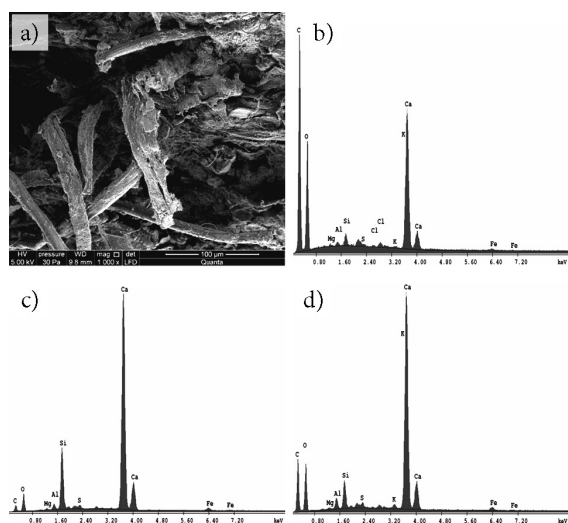


Rys. 5. Obrazy uzyskane przy użyciu elektronowego mikroskopu skaningowego dla płyty B: a) w stanie powietrzno-suchym, b) zawilgocona, c) zamrażana – rozmrażana 25 cykli, d) wypalana w piecu w temp. 230°C, e) podpalana przez 5 min, f) podpalana przez 10 min

Fig. 5. Images obtained with the use of scanning electron microscope for the board B: a) in air-dry state, b) damp, c) frozen - thawed 25 cycles, d) burnt out in a furnace in the temperature of 230°, e) set on fire for 5 minutes, f) set on fire for 10 minutes

rozmieszczenie włókien celulozowych oraz włókien PVA na badanych przełamach. W próbce wypalanej stwierdzono, że większość włókien jest wypalona lub wtopiona w matrycę (rys. 5d). Podpalanie zaś powoduje stopniowe wypalanie włókien oraz degradację ich struktury w zależności od czasu działania ognia (rys. 5e i 5f). Zaobserwowano kawerny i wyżłobienia po wyrwanych włóknach. Strukturę matrycy dla próbki suchej, moczonej w wodzie i mrożonej określono jako silnie zwartą; występują w niej „kamieniste” struktury o nieregularnym kształcie (rys. 5c). W próbce wypalanej i próbkach podpalanych struktura matrycy ma postać bardziej ziarnistą. Nie zaobserwowano przestrzeni pomiędzy włóknami a matrycą, co wskazuje na silne wiązanie między nimi. W strukturze matrycy próbek wyróżniono różne formy $\text{Ca}(\text{OH})_2$, a także „bezpостaciową” fazę C-S-H oraz zbudowaną z silnie przylegających cząstek. Nie stwierdzono występowania kryształów ettringitu w żadnej z badanych próbek. W trakcie analizy próbki wypalanej oraz próbki podpalanej przez 10 min (rys. 5d i 5f) zaobserwowano miejscowo zmienioną strukturę matrycy, dodatkowo wyraźnie widoczna była zmiana koloru próbek w skali makroskopowej.

Z kolei na rysunku 6 pokazano przykładowe rezultaty składu pierwiastkowego uzyskane z wykorzystaniem analizatora EDS dla badanej płyty B.



Rys. 6. Rezultaty uzyskane z wykorzystaniem analizatora EDS dla płyty B, a) miejsca analizy składu pierwiastkowego, b) wyniki EDS w punkcie 1, c) wyniki EDS dla pkt. 2, d) wyniki EDS dla pkt. 3
Fig. 6. Results obtained with the use of the EDS analyser for the board B, a) the places of elemental composition analysis, b) results of EDS in point 1, c) results of EDS in point 2, d) results of EDS in point 3

Analizując skład pierwiastkowy matrycy próbek, stwierdzono obecność pierwiastków wchodzących w skład cementu (rys. 6d). Analizując skład włókien (rys. 6b i 6c), stwierdzono występowanie pierwiastków wchodzących w skład włókien lub częściowo wchodzących w skład cementu, ponieważ powierzchnię włókien pokrywa cienka warstwa matrycy cementowej i produktów hydratacji.

4. Podsumowanie

W artykule przedstawiono propozycję zastosowania do

badania płyt włóknisto-cementowych nieniszcząca metodą mikroskopową z wykorzystaniem elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM) z analizatorem EDS. Badaniom poddano 2 rodzaje płyt włóknisto-cementowych poddanych różnym czynnikom środowiskowym (zawilgoceniu, zamrażaniu-rozmrażaniu) oraz czynnikom wyjątkowym (wypaleni w temperaturze 230°C oraz podpalaniu przez 5 i 10 minut).

Uzyskano ciekawe rezultaty badań, które pozwoliły zaobserwować zmiany zachodzące w mikrostrukturze badanych płyt pod wpływem różnych czynników. Ponieważ autorzy nie spotkali się dotychczas z podobnymi badaniami w literaturze, należy sądzić, że przedstawiona metoda badania materiałów włóknisto-cementowych, a w szczególności płyt poddanych różnym czynnikom środowiskowym i wyjątkowym powinna być dalej rozwijana, bo jest bardzo przydatna z punktu widzenia praktyki budowlanej. Pozwala ocenić stopień zdegradowania mikrostruktury takiego materiału po latach eksploatacji w zmiennych warunkach klimatycznych, a przede wszystkim po wystąpieniu sytuacji wyjątkowych, np. pożaru.

5. Literatura/References

- [1] "Dachówka cementowa EURONIT | CREATON Polska", Euronit.pl, 2017. [Online]. Available: <http://www.euronit.pl>. [Accessed: 09- Oct- 2017]
- [2] "Cembrit Holding A/S, Denmark", Cembrit.com, 2017. [Online]. Available: <http://www.cembrit.com>. [Accessed: 09- Oct- 2017]
- [3] PN-EN 12467:2013-03E, Płyty płaskie włóknisto-cementowe. Charakterystyka wyrobu i metody badań.
- [4] R. Drelich, T. Gorzelańczyk, M. Pakuła, K. Schabowicz, "Automated control of cellulose fibre cement boards with a non-contact ultrasound scanner", *Automation in Construction*, vol. 57, pp. 55-63, 2015. DOI 10.1016/j.autcon.2015.04.017
- [5] T. Gorzelańczyk, K. Schabowicz, "Non-Destructive Testing of Moisture in Cellulose Fiber Cement Boards", in 11th European Conference on Non-Destructive Testing (ECNDT 2014), Prague, October 6-10, 2014.
- [6] T. Gorzelańczyk, K. Schabowicz, "Badania płyt włóknisto-cementowych zawierających materiały z recyklingu", *Materiały Budowlane*, no. 10, pp. 27-29, 2015. DOI 10.15199/33.2015.10.07
- [7] T. Gorzelańczyk, K. Schabowicz, "Rewitalizacja elewacji budynków z zastosowaniem płyt włóknisto-cementowych", *Materiały Budowlane*, no. 11, pp. 163-165, 2015. DOI 10.15199/33.2015.11.53
- [8] K. Schabowicz, T. Gorzelańczyk, M. Szymków, "Elewacje wentylowane", *Architektura Murator*, no. 6, *Warsztat Architekta*, no. 3, pp. 36-53, 2017.
- [9] T. Gorzelańczyk, K. Schabowicz, M. Szymków, "Nieniszcząca badania płyt włóknisto-cementowych z wykorzystaniem emisji akustycznej", *Przegląd Spawalnictwa*, vol. 88, no. 10, pp. 35-38, 2016. DOI 10.26628/ps.v88i10.682
- [10] D. Szponder, K. Trybalski, "Określanie właściwości popiołów lotnych przy użyciu różnych metod i urządzeń badawczych", *Górnictwo i Geoinżynieria*, vol. 33, no. 4, pp. 287-298, 2009.
- [11] A. Kędzior, K. Trybalski, A. Konieczny, "Zastosowanie nowoczesnych metod badawczych w inżynierii mineralnej", *Inżynieria Mineralna*, no. 3, pp. 155-161, 2003.
- [12] A. Stepien, "Influence of lithium silicateon microstructural and mechanical properties of autoclaved silicate products", *Czasopismo Techniczne. Budownictwo*, vol. 111, no. 1-B, pp. 65-72, 2014. DOI 10.4467/2353737XCT.14.084.2534
- [13] W. Nocuń-Wczelik, B. Trybalska, "Scanning Electron Microscopy in the Studies of Hydrated Cementitious Materials Microstructure Formed in the Presence of some Heavy Metals Containing Admixtures", *Solid State Phenomena*, vol. 231, pp. 145-153, 2015. DOI 10.4028/www.scientific.net/ssp.231.145