

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA A DETERMINAÇÃO DA ESPESSURA DO FILME DE LIGANTE EM MATRIZ DE AGREGADO FINO

Lucas Henrique Vieira
Patrícia Hennig Osmari
Francisco Thiago Sacramento Aragão
Renata Antoun Simão
Universidade Federal do Rio de Janeiro
Lilian Ribeiro de Rezende
Universidade Federal de Goiás

RESUMO

A Matriz de Agregado Fino (MAF), uma fração intermediária entre o ligante e o concreto asfáltico, tem sido considerada como um constituinte importante de misturas asfálticas, onde grande parte do seu dano ocorre. O processo de fabricação de MAFs isoladas que sejam representativas de MAFs constituintes de misturas asfálticas requer o conhecimento de parâmetros volumétricos destas misturas, entre os quais destaca-se a espessura do filme de ligante, que, em combinação com a área superficial de agregados, pode fornecer informações importantes como o volume de ligante efetivo presente no material. Assim, esta pesquisa visa propor uma metodologia para a determinação da espessura do filme de ligante a partir da análise digital de imagens obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e tratadas no software AutoCad. As magnitudes dos valores determinados com a metodologia proposta corroboram com os da literatura, mas também indicam a não uniformidade da espessura do filme.

ABSTRACT

Fine aggregate matrix (FAM), an intermediate fraction between binder and asphalt concrete, and has been regarded as an important constituent of asphalt mixtures, in which much of its damage occurs. The design process of isolated FAMs that are representative of FAMs that compose asphalt mixtures requires the knowledge of volumetric parameters of these mixtures, including the asphalt film thickness, which, in combination with the aggregate surface area, can provide important information such as the effective binder volume. Thus, this research aims to propose a methodology to determine the asphalt thickness film through a digital analysis of images obtained in the Scanning Electron Microscope (SEM) and treated in the AutoCad software. The magnitudes of the values determined with the proposed methodology agree with the literature, but also indicate the non-uniformity of the film thickness.

1. INTRODUÇÃO

O trincamento por fadiga (dano provocado pelo carregamento cíclico do tráfego), em seu estágio inicial, manifesta-se em forma de microtrincas. Estas microtrincas podem se propagar pela interface entre o agregado e o mástique (ruptura adesiva) ou pela ruptura no próprio mástique (ruptura coesiva). Com base neste fato, pesquisadores têm direcionado as suas pesquisas para as matrizes de agregado fino (MAFs), relacionando as propriedades obtidas para a MAF com o comportamento do concreto asfáltico (NG, 2017).

Os primeiros trabalhos publicados que buscaram estudar as características do trincamento por fadiga das misturas de concreto asfáltico usando amostras de MAF foram os de Kim *et al.* (2003a) e Kim *et al.* (2003b) e, desde então, estudos com MAF têm sido realizados em diversos laboratórios.

A MAF é uma fração intermediária entre o ligante puro e o concreto asfáltico, composta de agregados finos, ligante asfáltico e vazios preenchidos por ar. A fim de obter a quantidade certa de cada material que compõe a MAF, Amelian *et al.* (2019) desenvolveram um método de dosagem volumétrico de MAF baseado em parâmetros que caracterizam o concreto asfáltico.

Nos estudos com MAFs, um dos pontos importantes é o entendimento de que estas misturas devem ser consideradas como um dos materiais constituintes de concretos asfálticos onde grande parte dos danos do concreto acontece. Para tal, é essencial que o procedimento de dosagem de MAFs, como o proposto por Amelian *et al.* (2019), considere os parâmetros volumétricos dos concretos asfálticos correspondentes nos cálculos.

A definição destes parâmetros volumétricos requer o conhecimento de informações de difícil obtenção a partir de ensaios correntes de laboratório. Um destes parâmetros é a espessura do filme de ligante que cobre as partículas de agregados. Tal informação é essencial para a determinação do teor de ligante efetivo que deve estar presente na MAF.

Atualmente, a espessura do filme de ligante não é medida diretamente, mas estimada e usada em cálculos volumétricos em procedimentos de dosagem, como os de Kim *et al.* (2003a) e Kim *et al.* (2003b). O teor de ligante das amostras de MAF compactadas por Kim *et al.* (2003a) e Kim *et al.* (2003b) foi determinado a partir da quantidade de material necessário para garantir uma espessura do filme de cerca de 10 µm ao redor das partículas de agregado. Já Amelian *et al.* (2019) determinaram a espessura do filme de mástique a partir de equações que relacionam o volume efetivo de mástique com a área de superfície dos agregados maiores que o fíler.

Convencionalmente, a espessura do filme de ligante é definida como uma razão entre o volume de asfalto que não foi absorvido pelas partículas do agregado e a área de superfície do agregado, sendo considerada uniforme para todas as partículas. A Equação 1 mostra como o cálculo é feito (RADOVSKIY, 2003):

$$TF = \frac{V_{asp}}{SA * W_{agg}} \quad (1)$$

Onde,

TF = espessura do filme (m);

V_{asp} = volume efetivo de ligante (m³);

SA = área de superfície (m²/kg);

W_{agg} = massa do agregado (kg).

Experimentalmente, foram poucos os pesquisadores que conseguiram desenvolver uma metodologia para a aferição, mesmo que aproximada, da espessura do filme. Elseifi *et al.* (2008) mediram a espessura do filme usando técnicas de análise microscópica. Eles relataram que os filmes de ligante para grandes partículas de agregado são de forma irregular e consistem de uma mistura de agregado fino e fíler. Os mesmos autores também verificaram que a espessura do filme pode ser superior a 100 µm para agregados mais graúdos e menor que 2 µm para pequenas partículas de agregado.

Entre as técnicas de microscopia existentes, o Microscópio Eletrônica de Varredura (MEV) tem sido utilizado para investigar a microestrutura de ligantes e misturas asfálticas. No MEV, a área a ser analisada é irradiada com um feixe de elétrons que pode ser varrido através da

superfície ou de forma estática. Devido à interação do elétron com a superfície da amostra, vários tipos de sinais podem sair da superfície, tais como elétrons secundários (SE - *secondary electron*) e elétrons retroespalhados (BSE - *backscatter electron*). Quando essa interação não ocorre de forma eficaz, deve-se cobrir a superfície da amostra com uma camada de metal condutor, evitando, assim, uma imagem que não seja representativa do material analisado.

As imagens fornecidas pela detecção de SE fornecem informações sobre a topografia da amostra, enquanto a imagem produzida pela detecção de BSEs fornece informações sobre a composição da amostra, onde quanto mais escuro o tom de cinza na imagem, maior o número atômico do material detectado.

Underwood and Kim (2012) usaram o MEV com o objetivo de observar as características das diferentes escalas que compõem uma mistura de concreto asfáltico: o ligante, o mástique, a MAF e o concreto asfáltico propriamente dito. Verificou-se que o mástique se comporta de forma homogênea e que, para fins experimentais, pode-se supor que o mástique reveste todas as partículas de agregado que são maiores que as partículas do tamanho de um filme.

Os ensaios feitos no MEV por Khattak *et al.* (2013) mostraram que as amostras de mistura asfáltica a quente modificadas com nanofibras de carbono e sem revestimento de ouro alteraram-se rapidamente com a incidência do feixe de elétrons impossibilitando a investigação prolongada para essas amostras.

Kuity & Das (2015) mostraram que as imagens de MEV foram capazes de detectar o agregado, o ligante e o fíler na mistura. Eles concluíram, a partir da varredura retroespalhada, que as partículas de fíler eram homogêneas dentro das misturas modificadas com pó de calcário, granito e riolito.

Baseado nas informações aqui expostas, entende-se que é improvável que as partículas de uma mistura tenham espessuras de filme de ligante uniformes. Para fins práticos, tem-se admitido que partículas muito pequenas (fíler) estão incorporadas ao filme, formando uma argamassa asfáltica (KANDHAL & CHAKRABORTY, 1996).

Esta pesquisa propõe uma metodologia para a determinação, de forma experimental, da espessura do filme de ligante que cobre as partículas de agregados miúdos de MAFs. Para isso, as MAFs foram dosadas seguindo o procedimento recentemente proposto por Amelian *et al.* (2019) e avaliadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). As imagens obtidas foram analisadas seguindo um procedimento de análise digital de imagens usando o *software* AutoCad.

2. MATERIAIS

Nesta pesquisa, os materiais utilizados para a moldagem de amostras de uma MAF foram: a) um ligante classificado como CAP 30/45 e pelas especificações *Superpave* com o grau de desempenho PG 70-22 S; e b) um agregado obtido na pedreira Magé Mineração, no estado do Rio de Janeiro. A Tabela 1 apresenta algumas características dos agregados como massa específica do agregado graúdo (G_{sb-g}); massa específica do agregado miúdo (G_{sb-m}); massa específica do fíler ($G_{sb-fíler}$); percentual de absorção do agregado graúdo (P_{a-g}) e percentual de absorção do agregado miúdo (P_{a-m}). O volume de vazios da MAF analisada foi de 10,5%.

Tabela 1: Propriedades físicas dos agregados

Características dos agregados	
G_{sb-g}	2,787 g/cm ³
G_{sb-m}	2,766 g/cm ³
$G_{sb-filer}$	2,766 g/cm ³
P_{a-g}	0,98%
P_{a-m}	1,22%

Para a obtenção das imagens, foi utilizada a varredura retroespalhada do MEV instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ.

3. MÉTODOS

O procedimento adotado para a dosagem da MAF foi proposto por Amelian *et al.* (2019). Os parâmetros de entrada são baseados na dosagem do concreto asfáltico, incluindo informações como a granulometria de agregados, o teor de ligante, o volume de vazios, a massa específica máxima da mistura e a massa específica do ligante. O procedimento é dividido nas seguintes etapas:

- Etapa 1: Definir o tamanho máximo nominal do agregado da MAF;
- Etapa 2: Caracterizar as propriedades dos agregados (massa específica do agregado gráudo, do miúdo e do fíler e absorção de água dos agregados gráudo e miúdo);
- Etapa 3: Calcular a absorção de ligante do agregado fino, partindo da premissa de que a absorção de água dos agregados gráudo e miúdo é equivalente à absorção de ligante;
- Etapa 4: Obter a área de superfície (SA) a partir da multiplicação da porcentagem de material passante em cada peneira pelo seu correspondente fator de área de superfície;
- Etapa 5: Calcular o volume efetivo de ligante e a espessura do filme;
- Etapa 6: Calcular o teor de ligante da MAF;
- Etapa 7: Calcular as massas específicas aparente e máxima da MAF.

Uma amostra de MAF foi compactada em um compactador giratório *Superpave*, com dimensões de 15 cm em diâmetro e 8 cm em altura. Em seguida, nove pequenos bastões medindo 12 mm em diâmetro e 50 mm em altura foram extraídos da amostra fabricada no compactador giratório, sendo uma na posição X, quatro na posição D1, a 3 cm do centro, e quatro na posição D2, a 6 cm do centro, como ilustrado na Figura 1. Nesta pesquisa, foram analisados três destes bastões, um de cada posição.

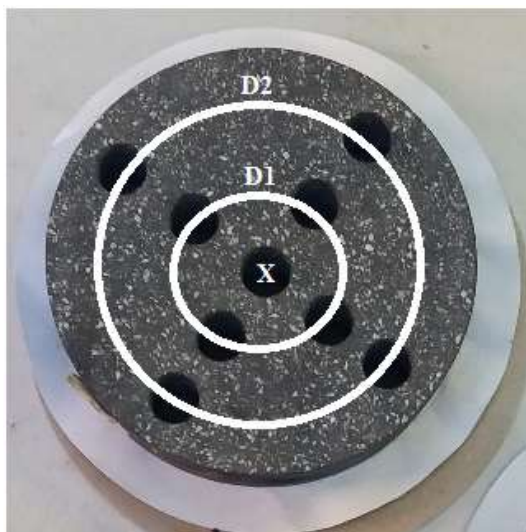


Figura 1: Posição de extração da MAF

Antes dos ensaios no MEV, as extremidades da MAF foram cortadas, de modo que o terço médio ficasse com 15 mm de altura, e a superfície analisada foi polida. Como os materiais utilizados apresentaram boa resposta após a aplicação do feixe de elétrons, ou seja, as imagens não ficaram distorcidas, não houve a necessidade de metalizar a amostra antes da aplicação do alto vácuo. A amostra após esta etapa é mostrada na Figura 2.

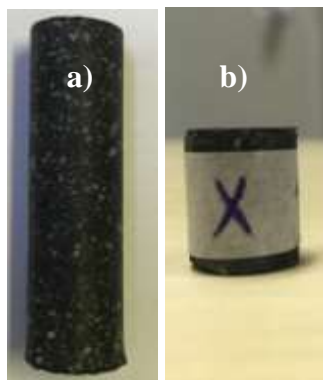


Figura 2: Preparação das amostras: a) antes do corte; b) depois do corte, pronta para ensaio

Foram coletadas imagens em 5 posições diferentes, sendo uma no centro, denominada XX, e as outras quatro em um diâmetro distante 2 mm do centro, denominadas X1, X2, X3 e X4, como ilustra a Figura 3. A aproximação foi padronizada para todas as imagens em 300x do tamanho original, visto que, a partir deste valor, o feixe de elétrons começa a degradar o material.

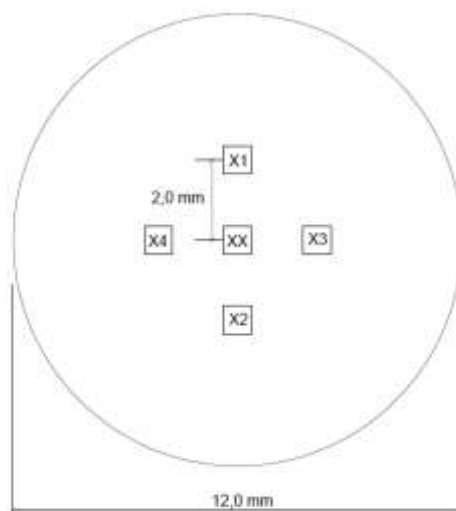


Figura 3: Posição de coleta das imagens digitais

Para delimitar o contorno de cada partícula das imagens, foi utilizado o software AutoCad. A Figura 4 ilustra o processo de delimitação: em a), tem-se a imagem coletada pelo MEV na posição X2 e, em b), os polígonos representativos de cada partícula encontrada para essa imagem.

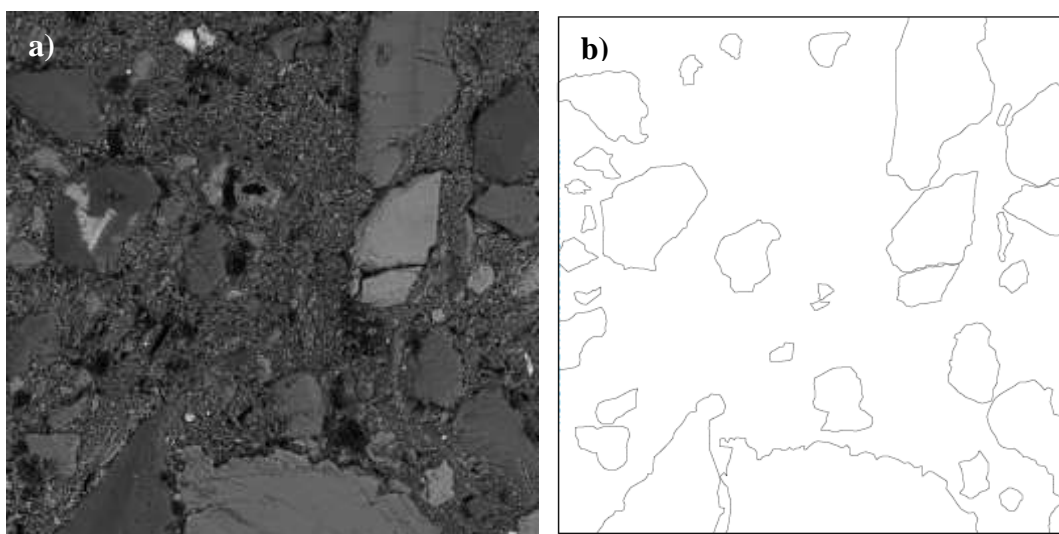


Figura 4: Obtenção das imagens: a) Imagem fornecida pelo MEV; b) Contorno das partículas

Antes de definir a espessura do filme das partículas, fez-se necessário o cálculo do Diâmetro médio de Feret, que é a média aritmética simples dos Diâmetros Máximo e Mínimo de Feret, aqui nomeados de $DF_{méd}$, $DF_{máx}$ e $DF_{mín}$, respectivamente. O $DF_{máx}$ é definido como sendo a maior distância entre duas retas paralelas que tangenciam o polígono representativo de cada partícula e, de maneira análoga, o $DF_{mín}$ é a menor distância. A Figura 5 ilustra cada um desses termos.

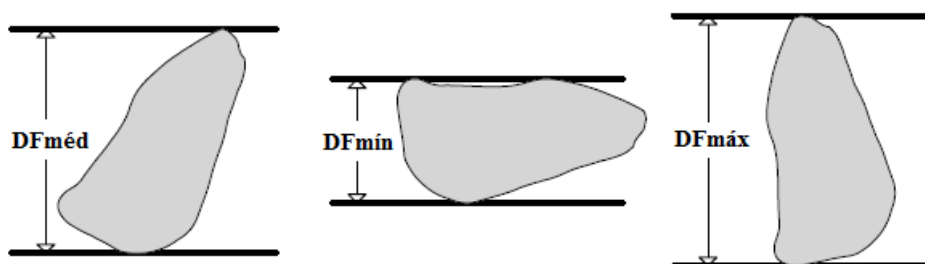


Figura 5: Definição do Diâmetro de Feret (HARTMANN, 2017)

A partir do DFméd, as partículas foram agrupadas de acordo com o diâmetro equivalente às peneiras adotadas no procedimento de dosagem, que foram: N°16, N°30, N°50, N°100, N°200 e fundo. As partículas com DFméd menor que 0,075 mm, ou seja, passantes na peneira N°200, foram consideradas como parte do mástique. Esta consideração foi feita devido ao fato de que para determinar a espessura de filme pela Equação 1, as partículas consideradas no cálculo da área de superfície (SA) são as partículas retidas na peneira de N°200. A imagem contendo as partículas restantes foi sobreposta a outra imagem de mesmas dimensões contendo um conjunto de retas na horizontal equidistantes de aproximadamente 7 μm , como ilustra a Figura 6. Os seguimentos de reta restantes representam a espessura do filme.



Figura 6: Sobreposição de imagens para representar a espessura do filme

4. RESULTADOS

O teor de ligante (Pb) obtido pela metodologia de dosagem da MAF foi de 8,49% e o volume de vazios (Vv) foi de 10,5%. A Figura 7 mostra a curva granulométrica da MAF analisada.

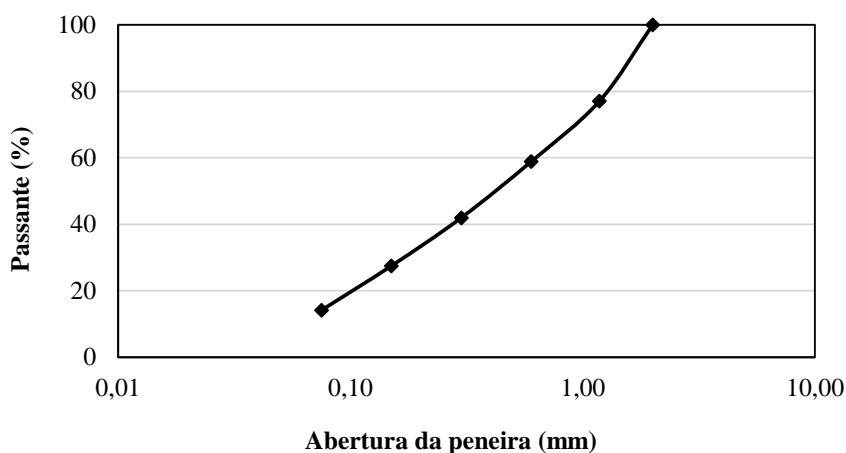


Figura 7. Curva granulométrica da MAF.

O procedimento para determinar a espessura de filme foi aplicado para todas as imagens obtidas no MEV e os resultados estão apresentados na Tabela 2. Na tabela, é possível observar os segmentos de reta (espessura de filme) que aparecem dentro de cada faixa estabelecida. Por exemplo, para a imagem X1.D2 aparecem 139 espessuras na faixa entre 0 μm e 50 μm . Além disso, a Figura 8 mostra imagens de cada amostra ensaiada, onde as colunas representam a posição de extração e as linhas representam a posição de coleta das imagens.

Percebe-se que a quantidade de partículas em cada imagem final foi aproximadamente a mesma, o que demonstra um bom processo de dosagem e compactação da MAF, visto que os agregados estão distribuídos de maneira uniforme, variando de 10 a 18 partículas nestas imagens. A única exceção foi a imagem D2.X3 (bastão extraído na posição D2 e imagem coletada na posição X3), em que foram identificadas apenas cinco partículas.

A distribuição acumulada da ocorrência de diferentes intervalos de espessura do filme de ligante mostrada na Tabela 2 para as amostras da Figura 7 indica que, para a maioria dos casos, a maior ocorrência da espessura do filme foi entre 0 μm e 50 μm .

Usando a Equação 1, a espessura do filme de ligante calculada foi de 16,2 μm , o que corrobora os valores obtidos por essa metodologia. Vale ressaltar que a Equação 1 estima um valor único para toda a mistura e, pela Figura 8, nota-se que a distribuição da espessura do filme de ligante é muito variável, apesar de apresentar maior concentração em um intervalo específico.

Tabela 2: Distribuição da espessura de filme em cada imagem

Espessura do Filme (μm)	XX			X1			X2			X3			X4		
	X	D1	D2	X	D1	D2	X	D1	D2	X	D1	D2	X	D1	D2
0-50	57	190	121	53	104	139	131	200	106	101	182	29	176	149	161
50-100	53	119	71	58	115	128	73	70	81	75	86	34	70	117	64
100-150	23	60	16	64	34	44	51	27	44	39	37	13	43	42	63
150-200	46	20	10	42	29	24	36	57	22	26	30	2	63	18	19
200-250	34	14	18	6	27	25	7	25	15	30	6	1	11	19	15
250-300	25	2	11	23	13	27	11	18	13	33	19	10	21	14	25
300-350	6	0	26	14	17	3	18	11	22	19	5	17	2	11	22
350-400	26	0	22	4	3	5	3	4	3	1	2	16	6	4	7
400-450	2	0	31	13	0	4	5	5	12	1	5	5	5	3	2
450-500	10	0	3	0	0	0	18	3	3	0	1	11	2	2	0
500-550	9	0	2	0	0	0	4	3	2	0	6	6	0	0	0
600-650	0	0	3	0	0	0	3	0	5	0	0	34	0	0	0
650-700	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0
Total Geral	291	405	334	277	342	399	363	423	328	325	379	178	399	379	378

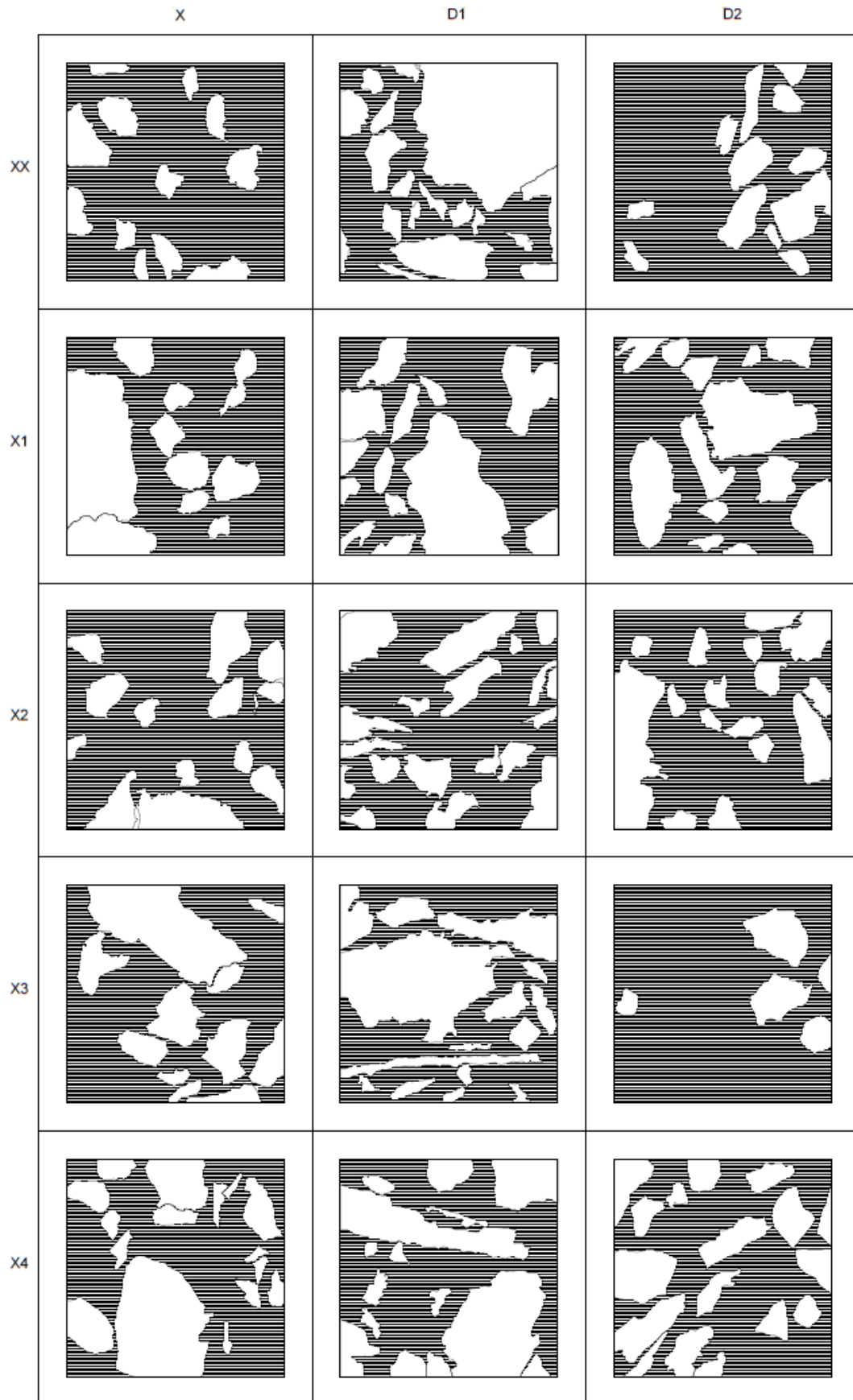


Figura 8: Resultados após o tratamento das imagens

As Figuras 9, 10 e 11 mostram a distribuição percentual de ocorrência das faixas de espessura de ligante para cada amostra ensaiada, X, D1 e D2, respectivamente. Pode-se perceber pela Figura 9 que a faixa de maior ocorrência foi a mesma para todas as imagens, exceto para a posição X1, para a qual a espessura de maior ocorrência foi entre 100 μm e 150 μm . Neste caso, a maior espessura de filme encontrada ficou entre 650 μm e 700 μm , com um percentual mínimo de ocorrência.

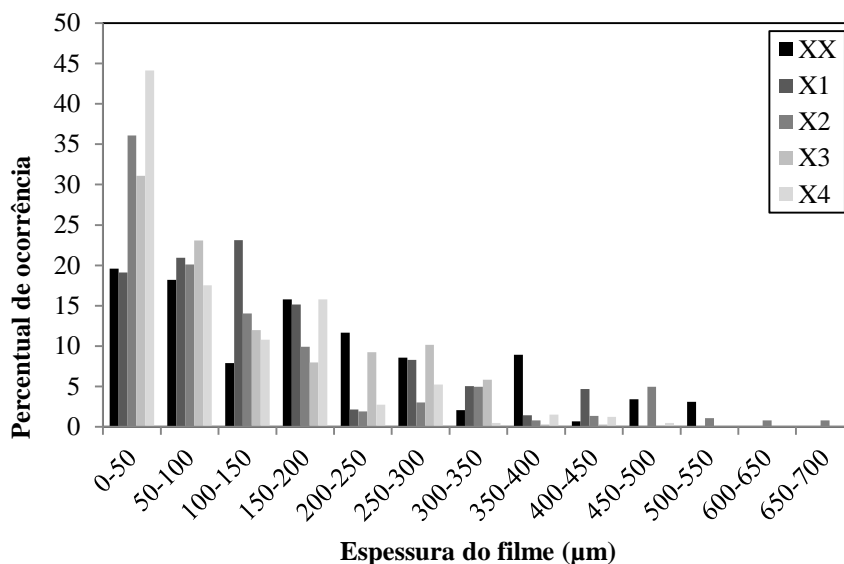


Figura 9: Distribuição da espessura de filme para a MAF da posição X

Para o caso da posição D1, Figura 10, o percentual de ocorrência foi quase nulo a partir do valor de 350 μm . A imagem em X1 foi a única que apresentou maior ocorrência entre 50 μm e 100 μm . Ressalta-se que, para as imagens coletadas em XX, X2 e X3, a ocorrência do filme entre 0 μm e 50 μm foi maior do que 50%, chegando a 65% para XX.

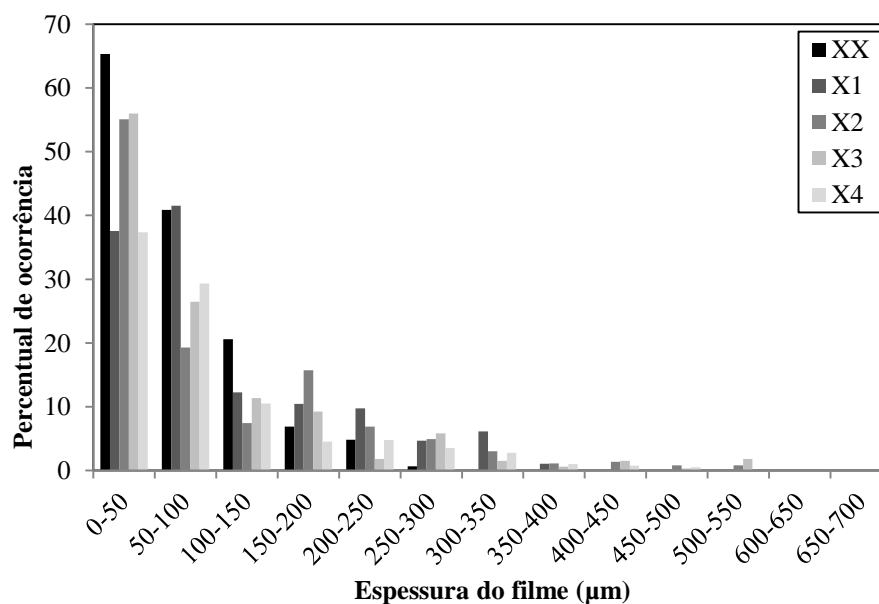


Figura 10: Distribuição da espessura de filme para a MAF da posição D1

Diferente dos resultados das Figuras 9 e 10, para as posições X e D1, respectivamente, os resultados da Figura 11, para a posição D2, não diminuíram de forma gradual. Entre as faixas de 0 μm - 50 μm e 200 μm - 250 μm , este comportamento se manteve. No entanto, para espessuras maiores, houve um leve crescimento até a faixa de 350 μm - 400 μm , a partir de onde, de forma geral, voltaram a decrescer. Como consequência das poucas partículas encontradas em X3 (Tabela 2), as espessuras de filme obtidas neste caso foram maiores, sendo a maior ocorrência entre 600 μm e 650 μm . No entanto, em geral, a maior concentração continuou ocorrendo entre 0 μm e 50 μm , como também observado para as posições X e D1.

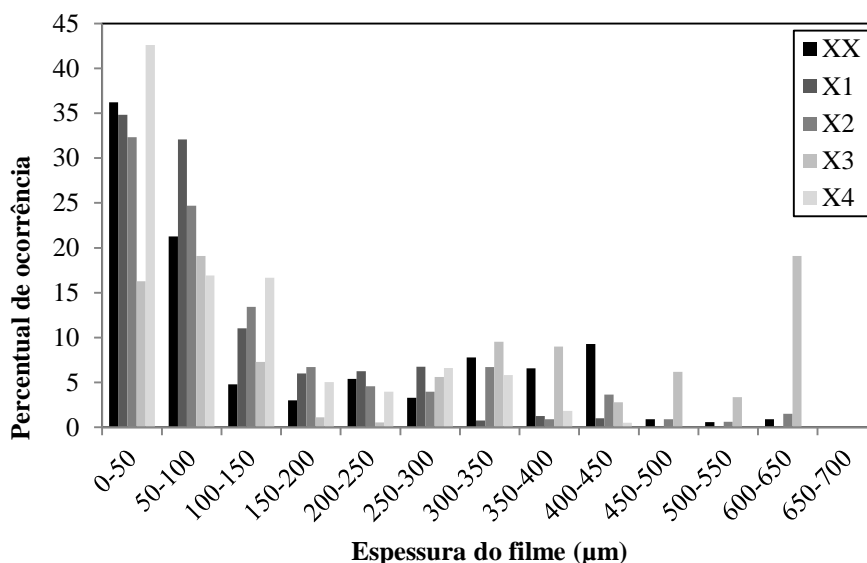


Figura 11: Distribuição da espessura de filme para a MAF da posição D2

Como discutido, as espessuras de filme encontradas para as imagens X.X1, D1.X1 e D2.X3 diferiram do valor obtido pela Equação 1, o que reforça a ideia da não uniformidade na distribuição da espessura do filme e da necessidade do entendimento mais aprofundado sobre a variação das espessuras dos filmes de ligante ao redor dos agregados de MAFs.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este estudo propôs um procedimento para avaliar a distribuição da espessura do filme de ligante em uma MAF. A partir dos resultados obtidos, foi possível concluir que:

- O MEV é um equipamento capaz de fornecer imagens que auxiliam na determinação experimental da espessura do filme de ligante, fazendo-se necessário o tratamento cuidadoso da imagem, a partir de um procedimento de análise digital como o proposto no trabalho.
- A espessura do filme de ligante apresentou valores semelhantes para as MAFs extraídas nas três posições adotadas.
- O valor da espessura de filme de ligante de 16,2 μm para a MAF avaliada, calculado usando uma equação disponível na literatura, ficou dentro do intervalo de valores de filme que geralmente ocorreram com maior frequência na análise dos resultados dos ensaios no MEV, ou seja, entre 0 μm e 50 μm . Ressalta-se, no entanto, a necessidade

do refinamento deste intervalo para a determinação mais precisa da espessura de filme representativa na MAF.

- Ao contrário do que sugere a literatura, a espessura do filme de ligante não é uniforme por toda a amostra.

Espera-se que o entendimento mais aprofundado sobre características intrínsecas de MAFs, tais como a espessura do filme de ligante, explorada neste trabalho, e a área de superfície de agregados, em estudo pelos autores, contribua para o avanço no conhecimento sobre procedimentos racionais de dosagem de MAFs e para a consequente melhor caracterização dos fenômenos de dano que ocorrem em misturas asfálticas.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Os autores também agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPQ - pelas bolsas concedidas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Amealian, S., Kim, Y. R., Osmari, P. H., Aragão, F. T. S.; Braz, D., Costa, R. F. (2019). Development of a volumetric mix design approach for fine aggregate matrix (FAM) and validation with micro-CT method. *Transportation Research Board*.
- Elseifi, M. A., Al-Qadi, I. L., Yang, S-H., Carpenter, S. H. (2008). Validity of asphalt binder film thickness concept in hot-mix asphalt. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 2057, 37-45
- Hartmann, D. A. (2017). Um gerador de amostras virtuais de misturas asfálticas: desenvolvimento e aplicabilidade em simulações microestruturais. Tese (doutorado em engenharia civil) Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 124 p.
- Kandhal, P. S., Chakraborty, S. (1996). Evaluation of voids in the mineral aggregate for HMA paving mixtures. National Center for Asphalt Technology (NCAT). Report No. 96-04.
- Khattak, M. J., Khattab, A., Zhang, P., Rizvi, H.R., Pesacreta, T. (2013). Microstructure and fracture morphology of carbon nano-fiber modified asphalt and hot mix asphalt mixtures, *Mater. Struct.* 46 (12) 2045–2057.
- Kim, Y. R., Little, D. N., Lytton, R. L. (2003a). Fatigue and healing characterization of asphalt mixtures. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 15, 75-83.
- Kim, Y. R., Little, D. N., Song, I. (2003b). Effect of mineral fillers on fatigue resistance and fundamental material characteristics: mechanistic evaluation. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 1832(1), 1-8.
- Kuity, A., Das, A. (2015) Homogeneity of filler distribution within asphalt mix—a microscopic study, *Construction and Building Materials*. 95 497-505.
- NG, A. K. Y. (2017). Evaluation of the fatigue damage behavior of fine aggregate matrices prepared with modified asphalt binders. Tese (doutorado em engenharia de transportes) Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 201.
- Radovski, B. (2003). Analytical formulas for film thickness in compacted asphalt mixture. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, 1829, 26-32
- Underwood, B. S., Kim, Y. R. (2012). Microstructural investigation of asphalt concrete for performing multiscale experimental studies, *International Journal of Pavement Engineering* 14 (5) 498-516.