

Avaliação por microscopia eletrônica e de força atômica para análise do comportamento abrasivo de compósitos com carbeto de silício

Evaluation by scanning electron and atomic force microscopy to analyze the abrasive behavior of composites with silicon carbide

Amanda Marques Lopes Estolano^{1,2} , Petrus d'Amorim Santa Cruz Oliveira³ , Flávio José da Silva^{1,3},
Felipe Mendes da Cruz², Tiago Felipe de Abreu Santos^{1,4} , Nathalia Bezerra de Lima^{1,3} 

¹Universidade Federal de Pernambuco, Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais. 50670-901, Recife, PE, Brasil.

²Universidade de Pernambuco, Escola Politécnica de Pernambuco. 50720-001, Recife, PE, Brasil.

³Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Química Fundamental. 50740-560, Recife, PE, Brasil.

⁴Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Mecânica. 50740-550, Recife, PE, Brasil.

e-mail: amanda.estolano@ufpe.br, petrus.santacruz@ufpe.br, flavio.jsilva2@ufpe.br, felipe-mendeslsh@poli.br, tiago.felipe@ufpe.br, nathalia.blima@ufpe.br

RESUMO

A pasta de cimento é a parte do compósito cimentício que possui baixa resistência ao atrito e suas propriedades mecânicas e microestruturais são determinantes para a durabilidade do material. As técnicas de microscopia são comumente utilizadas para elucidar esses comportamentos mecânicos, físicos e químicos de compósitos cimentícios. O objetivo deste trabalho foi elucidar a importância de técnicas de microscopia para avaliação direta do comportamento abrasivo de pastas de cimento com micropartículas de carbeto de silício (SiC). A metodologia do trabalho consistiu na fabricação das amostras de pastas cimentícias de referência e com 10% de adição de SiC, análise das propriedades mecânicas compressivas e abrasivas, além de ensaios de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia de Força Atômica (MFA). Os resultados mostraram que a intensificação das propriedades mecânicas com adição de micropartículas de SiC podem ser relacionados com as micrografias obtidas no MEV, através do acentuado preenchimento dos poros, e por meio da atenuada rugosidade superficial identificada no MFA. Concluiu-se que os resultados de rugosidade e porosidade, adquiridos pelas técnicas de MEV e MFA, podem fornecer informações relevantes para análise da durabilidade de materiais cimentícios.

Palavras-chave: Carbeto de silício; Pasta de cimento; Desgaste; Microscopia; Rugosidade.

ABSTRACT

The cement mass is the part of the cementitious composite that has low resistance to friction and its mechanical and microstructural properties are decisive for the durability of the material. Microscopy techniques are commonly used to elucidate these mechanical, physical and chemical behaviors of cementitious compounds. The objective of this work was to elucidate the importance of microscopy techniques for the direct evaluation of the abrasive behavior of cement pastes with silicon carbide (SiC) microparticles. The methodology of the work consists of the manufacture of Exceptions of reference cementitious masses and with 10% SiC addition, analysis of the compressive and abrasive mechanical properties, in addition to Scanning Electron Microscopy (SEM) and Atomic Force Microscopy (AFM) tests. The results that the intensification of the mechanical properties with the addition of SiC microparticles can be related to the external micrographs in the SEM, through the accentuated filling of the pores, and through the attenuated surface roughness identified in the AFM. It was concluded that the roughness and porosity results, acquired by the SEM and AFM techniques, can provide relevant information for the analysis of the durability of cementitious materials.

Keywords: Silicon carbide; Cement paste; Wear; Microscopy; Roughness.

1. INTRODUÇÃO

Os processos de desgaste podem ser divididos em quatro grandes principais formas: o desgaste abrasivo, o desgaste adesivo, o desgaste triboquímico e a fadiga por contato. Desgaste abrasivo está associado à interação de partículas duras ou proeminências nas superfícies dos sólidos [1]. O desgaste abrasivo é evidente em pavimentos e pisos pelos quais são desenvolvidas forças de atrito entre a superfície e objetos em movimento. Pode ser influenciado pela resistência à compressão, propriedade dos agregados, acabamento superficial, tipo de endurecedores e cobertura [2]. Além de ser um parâmetro que está relacionado ao tipo e teor de cimento, relação água/cimento e resistência à compressão, por exemplo, é uma propriedade que depende da execução e condições de cura [3]. A resistência à abrasão é influenciada diretamente pela estrutura dos poros e dureza da matriz do cimento nos milímetros mais próximos à superfície e pelos métodos de acabamento [4]. Outros fatores também podem influenciar na resistência à abrasão como, por exemplo, a razão entre a dureza das partículas abrasivas e o corpo em estudo, a carga aplicada sobre as partículas abrasivas contra a superfície, o comprimento do caminho abrasivo, os mecanismos que atuam no tribossistema e a capacidade de endurecimento do material [5]. Marques e coautores [6] estudando aços inoxidáveis duplex das classes UNS S32101 e UNS32507, submetidos a processamento por atrito com pino, concluíram que embora a dureza fosse maior no UNS32507, a perda de massa do tribossistema foi menor para a região processada do UNS S32101, cujos autores relacionaram com a mudança de mecanismo de microsulcamento para microcorte.

Por sua vez, a resistência à abrasão da pasta de cimento é significativamente menor em comparação aos agregados e está diretamente relacionada à microdureza e estrutura dos poros na zona de superfície. Alguns autores consideram apenas a pasta, permitindo uma análise direta na estrutura mais desgastada pelo efeito abrasivo [7, 8]. Por outro lado, uma alternativa bastante utilizada é a incorporação de agregados mais resistentes em razão de ser a parcela da superfície do concreto que suporta melhor o desgaste [9–11]. Outro importante aspecto é a inserção de micropartículas [12–14], nanopartículas [15–17] e fibras [18, 19] para potencializar propriedades abrasivas.

Vale destacar que o mecanismo de deterioração superficial, de maneira geral, inicia com o desprendimento dos componentes de menor resistência mecânica e menor capacidade de aderência do concreto. Após o desprendimento inicial a pasta fica mais suscetível ao desgaste e a abrasão pode ser agravada com pré-existência de poros e fissuras presentes na superfície do material devido à cura inadequada do concreto, relação água/cimento alta ou inconformidade na distribuição granulométrica dos agregados [20]. Os parâmetros da estrutura dos poros no concreto podem se relacionar diretamente com a resistência à compressão, onde possui alta correlação com a porosidade. Um concreto poroso normalmente possui uma relação água/cimento elevada e isso afeta significativamente as propriedades mecânicas. Porém a resistência à abrasão não parece estar intimamente ligada à porosidade, como reportado por WANG et al. [13].

Por sua vez, a Microscopia de Força Atômica (MFA) e a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) são técnicas bastante utilizadas para análise de superfície em alta resolução. Fornecem informações sobre a estrutura da superfície, podendo alcançar até a escala nanométrica. Os mecanismos de formação da imagem são distintos, resultando em diferentes tipos de informações sobre a estrutura da superfície [21]. O MEV tem a formação de sinal pela interação elétron-matéria, tendo seu contraste devido ao espalhamento elástico e inelástico de elétrons, bem como a difração e fluorescência de raios-X oriundo desta interação [22]. Na MFA uma sonda extremamente fina varre a superfície de estudo e o sinal é a deflexão da alavanca que contém a sonda ao se aproximar do material de estudo devido às forças de interação sonda-amostra [23]. MEV e MFA são técnicas complementares e, quando usadas conjuntamente, fornecem uma representação completa da superfície [21]. Em um estudo desenvolvido por SANTOS et al. [24], os autores destacaram a característica complementar das técnicas MEV e MFA na caracterização microestrutural de aços de baixo carbono. A técnica de MEV é amplamente utilizada para analisar a microestrutura de materiais cimentícios, porém poucos trabalhos exploraram o uso da técnica de MFA para caracterizar em nanoescala as pastas de cimento, concretos e argamassas [25, 26]. PELED et al. [27] utilizaram essa técnica para analisar aspectos estruturais em nanoescala do cimento e dos produtos de hidratação do cimento e mostrou-se eficiente para a identificação de diferenças estruturais, como a rugosidade relacionada a porosidade do material. XIAO et al. [28] analisaram o concreto com agregado reciclado e propriedades da zona de transição interfacial utilizando as técnicas de MFA e MEV para caracterização da rugosidade superficial por nanoidentação. A Microscopia Eletrônica de Varredura também auxiliou AKBARI e ASADI [29] na investigação do desgaste abrasivo e dureza em compósitos de alumínio com nanotubos de carbono de paredes múltiplas fabricados em liga fundida Al-Si empregando processamento por fricção. Nesse estudo concluíram, com o auxílio da técnica, que uma melhor distribuição de partículas pode ser obtida alterando a direção de rotação da ferramenta entre os passes de processamento de fricção. Outros estudos, que também utilizaram esse método de processamento, ressaltaram nos seus resultados que a técnica auxilia na visualização da distribuição de partículas em ligas metálicas, na qualidade das ligações entre os compostos e identificação de zonas de agitação [29, 30].

Neste trabalho foram utilizadas microscopias de superfície (MFA e MEV) como ferramentas para avaliação direta do comportamento abrasivo de pastas de cimento. Amostras foram preparadas nesse estudo com adição de 10% de carbetto de silício (SiC) e sem a adição para análise comparativa de texturas superficiais e o impacto nas propriedades mecânicas de resistência à compressão e desgaste abrasivo nas primeiras idades. Essas pastas foram analisadas no MFA para identificar diferenças topográficas de superfície e no MEV a fim de identificar a porosidade superficial e produtos de hidratação. A técnica de MFA, no modo de contato intermitente, é pouco difundida para análise de materiais cimentícios. Esse estudo elucidou a aplicabilidade dessa microscopia para identificação de aspectos físicos de superfície que podem esclarecer o comportamento abrasivo de concretos e argamassas com adição de micropartículas.

2. MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA E MODOS DE OPERAÇÃO

Na década de 1980, o surgimento dos Microscópios de Varredura por Sonda Mecânica permitiu o desenvolvimento da nanociência e nanotecnologia a partir da caracterização de superfícies no espaço real e em escala atômica, permitindo a obtenção de informações tais como morfologia, condutividade elétrica, dureza e propriedades magnéticas. Além disso, possibilitou a obtenção de mapas estruturais dessas superfícies e determinação de propriedades físicas e químicas através dos modos de espectroscopia. Todos os microscópios de varredura por sonda mecânica possuem uma ponta ou sonda que, à medida que se aproxima da superfície, gera uma interação altamente localizada entre a sonda e a amostra. Dessa forma, é possível obter a aquisição de mapas topográficos de alta resolução com informações relacionadas à estrutura. Dentro dessa família, o MFA é o mais utilizado devido à aplicação em materiais condutores e não condutores e a variabilidade em ambientes operacionais [31, 32].

O MFA tem, basicamente, três modos de operação: o modo de contato, modo não-contato e modo contato intermitente. No modo de contato a ponta do cantilever faz uma varredura em toda a superfície da amostra e a força de interação repulsiva que atua entre a ponta e amostra é monitorada a partir da deflexão do cantilever. Esse contato permite a determinação de alguns parâmetros físicos e, em contrapartida, possibilita a deformação na estrutura na área de contato, movimentos indesejados do cantilever e danos à ponta no momento da varredura. Devido às desvantagens no modo contato, o modo dinâmico permitiu a aquisição de mapas topográficos sem os efeitos adversos relacionados ao contato repulsivo permanente e forças laterais que podem causar deformações na área de contato. Nesse modo, um sensor de força oscilante é utilizado e a frequência, amplitude e fase são detectadas para a formação das imagens de superfície [31, 33]. Forças como a de van der Waals, forças eletrostáticas, magnéticas ou capilares podem ser detectadas e transformadas em informações referente à estrutura da superfície analisada [34]. Os modos de operação do MFA estão esquematizados na Figura 1(b).

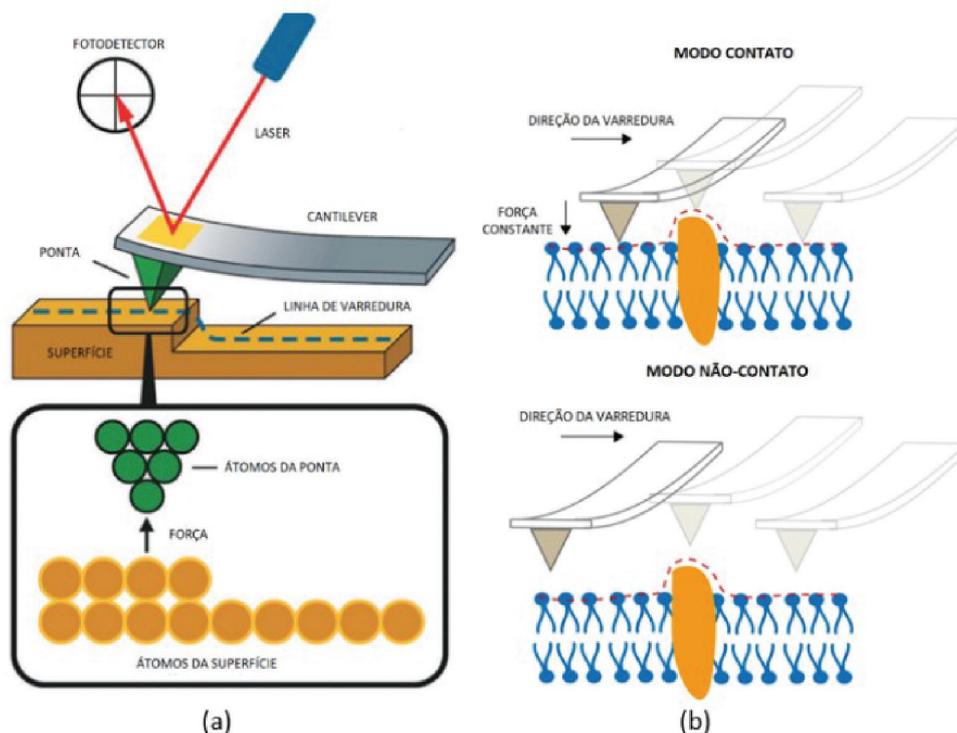


Figura 1: (a) Esquema de funcionamento (Adaptado de KADA et al. [35]) e (b) modos de operação do MFA (Adaptado de DENG et al. [36]).

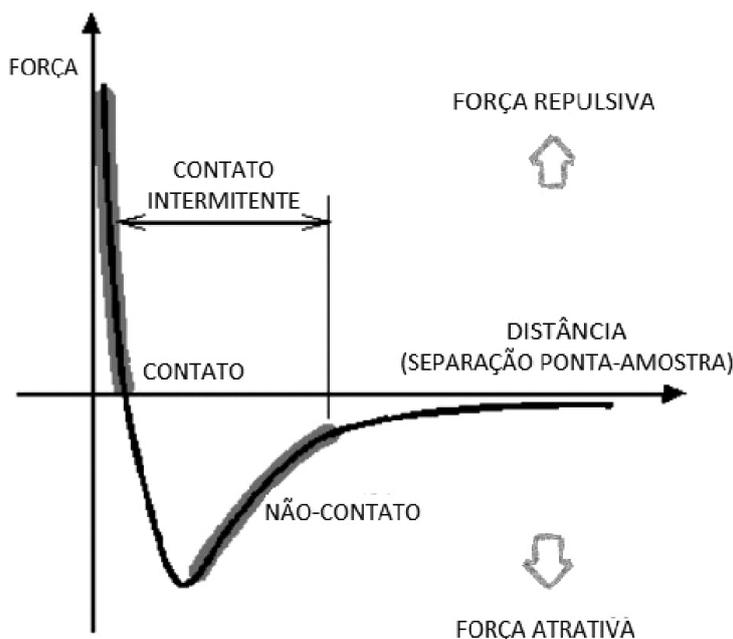


Figura 2: Curva força vs. distância nos modos de operação do MFA. Adaptado de HOWLAND e BENATAR [38].

Semelhante ao modo não-contato, no modo contato intermitente a amplitude de oscilação do cantilever altera devido ao espaçamento ponta-amostra. Por outro lado, essa amplitude é maior do que a usada no modo não-contato, geralmente na faixa de 20 nm a 200 nm. Em geral, o modo intermitente se torna mais eficaz do que o modo contato para tamanhos de varredura maiores que sugerem uma maior variabilidade na topografia da amostra [37, 38]. Uma força está associada à deflexão do cantilever durante a varredura e esta, por sua vez, pode ser identificada usualmente como a força de van der Waals. A Figura 2 mostra que, no modo de contato o cantilever permanece numa distância de alguns angstroms da superfície da amostra e essa força é repulsiva. Em contrapartida, no modo não contato o cantilever permanece a uma distância maior da superfície e a força interatômica é atrativa, ou seja, pode ser o resultado das interações de van der Waals de longo alcance [38].

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1. Materiais e composições de mistura

Pastas foram preparadas com cimento CPII-Z 32 e carbetto de silício, em que as fases mineralógicas estão representadas pelo difratograma na Figura 3. As fases encontradas na amostra de SiC foram os polimorfos 4H, 6H, 24R e 75R da moissanita. A caracterização mineralógica do carbetto de silício foi realizada utilizando um difratômetro de raios X Bruker D2 Phaser, com os seguintes parâmetros: incremento de 0,02°; velocidade de varredura de 2°/min; 5 – faixa de varredura de 80°; e corrente de 10 mA e tensão de 30 kV em um tubo com ânodo de Cu. As fases foram identificadas usando o banco de dados do ICSD. As amostras foram fabricadas com a proporção de água em relação ao peso do cimento de 0,50 e adição de 10% de carbetto de silício.

3.2. Ensaio mecânicos

Para a medida da resistência à compressão aos 7 e 28 dias, foram moldados corpos de prova cúbicos com 50 mm de aresta. A pasta cimentícia foi homogeneizada com o auxílio de um misturador mecânico composto por uma cuba de aço inoxidável, com capacidade aproximada de 5 litros, além de uma pá responsável pela mistura através de movimentos de rotação. Para garantir a máxima uniformidade do material, uma ordem de introdução dos componentes na cuba foi seguida: (i) 50% da água e 100% do cimento foram adicionados no misturador ainda desligado; (ii) 1 minuto e 30 segundos misturando os dois componentes em rotação baixa; (iii) Foram introduzidos à mistura 50% da água e 100% da adição (na dosagem com o carbetto de silício) durante 30 segundos em rotação alta; (iv) O equipamento foi desligado para mistura manual e retirada de material aderido na parede da cuba por 1 minuto; (v) Para finalizar, o misturador é ligado em rotação alta durante 30 segundos. Nesse teste, 6 amostras foram moldadas para cada proporção da mistura e curadas em água a 20°C ± 3°C até a realização dos ensaios. Após a fabricação e cura dos corpos de prova, utilizou-se prensa manual com capacidade de 20 toneladas para a realização do ensaio de resistência à compressão das pastas cimentícias.

Para o ensaio de resistência à abrasão, utilizou-se 6 corpos de prova de pastas de cimento em cura úmida no período de 7 dias e a fabricação das pastas seguiu o mesmo processo do ensaio de resistência à compressão. A Figura 4 representa a configuração do equipamento de desgaste abrasivo de acordo com o procedimento proposto pela Norma ASTM G65 [39]. As amostras ensaiadas possuem uma superfície plana, com dimensões de 25 × 76 mm e com espessura entre 11 mm e 12,7 mm. O método consiste em pressionar a amostra com uma carga constante contra a superfície de um disco recoberto de borracha. O disco gira com uma rotação constante de 200 rpm com variação permitida de ± 10 rpm e um fluxo de abrasivo é direcionado entre a face da roda e da amostra com vazão compreendida numa faixa entre 300 e 400 g/min por 1 minuto. Antes de cada ensaio as amostras foram pesadas utilizando uma balança com precisão de 0,001 gramas. Ao final do ensaio a superfície

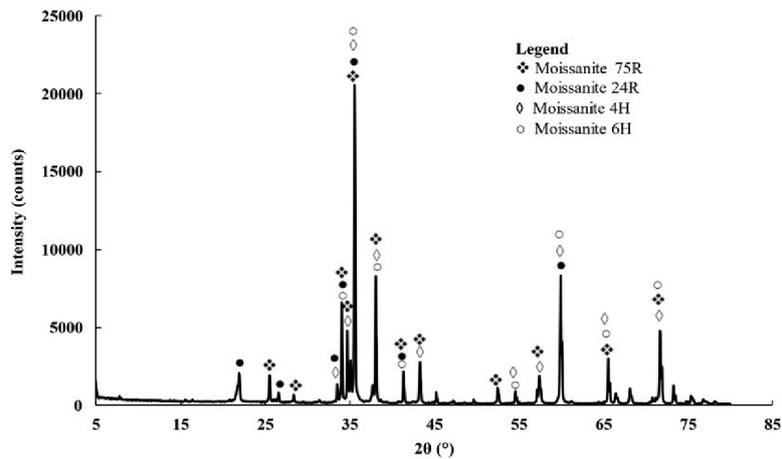


Figura 3: Difratograma do carbeto de silício (SiC).



Figura 4: Abrasômetro do tipo roda de borracha.

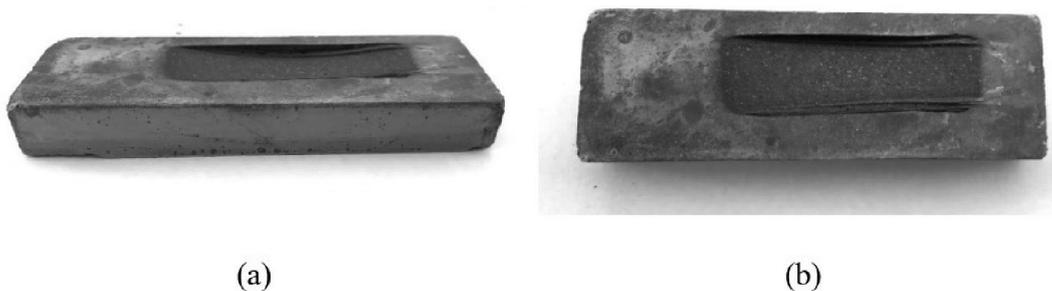


Figura 5: Vista lateral (a) e superior (b) da amostra após o ensaio de abrasão.

foi limpa e novamente pesada. A Figura 5 mostra a vista lateral e superior do corpo de prova após o ensaio. A diferença entre as massas final e inicial é utilizada para calcular o volume de material perdido pela amostra durante o ensaio.

3.3. Análises de microscopias: MFA e MEV

A Microscopia de Força Atômica (MFA) permite registrar a morfologia da superfície, estruturas em nanoescala e reticulados em escala molecular e atômica. As forças de interação (em geral forças de van der Waals) estabelecidas entre uma sonda (tip) e os átomos que compõem a superfície da amostra estão associadas à topografia desta amostra, e um scanner piezoelétrico descreve um padrão de varredura através da movimentação lateral da amostra em relação à sonda [23]. Isso dá origem às medições do equipamento, o que torna possível visualizar estruturas de superfície com resolução atômica e detectar vários defeitos que são inacessíveis por difração e técnicas espectroscópicas [40]. Na preparação da amostra para este método buscou-se utilizar uma superfície plana de pasta cimentícia para viabilizar a execução do ensaio e evitar danos à sonda (tip) do equipamento. Foi utilizado o microscópio de força atômica da marca NanoSurf EasyScan de grandes áreas no modo de contato intermitente (modo dinâmico) em que a sonda oscila sobre a superfície da amostra sem tocá-la e a alteração na amplitude de oscilação é dada pelas forças de interação com a amostra e associada à topografia da superfície. Para o tratamento das imagens e caracterização dos dados obtidos no ensaio, foram utilizados os softwares Mountains e Gwyddion. A microestrutura da superfície foi analisada pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com o equipamento da marca Tescan, modelo MIRA3, conectado a um analisador de raios X por dispersão de energia (EDS), filamento FEG e detector de elétrons secundários. A preparação das pastas cimentícias para os ensaios de microscopia seguiram o mesmo procedimento utilizado nos ensaios mecânicos. No entanto, no armazenamento dessas pastas, foram utilizadas placas petri esteril em poliestireno. Esse molde foi utilizado devido à facilidade de retirada da amostra após 24 horas de cura inicial. Para os 6 dias de cura restantes, as amostras foram condicionadas em um dessecador para desacelerar o processo de carbonatação. A fim de evitar a interferência da rugosidade da superfície do molde, apenas a face superior sem contato com o polímero foi utilizada nas análises de MFA e MEV.

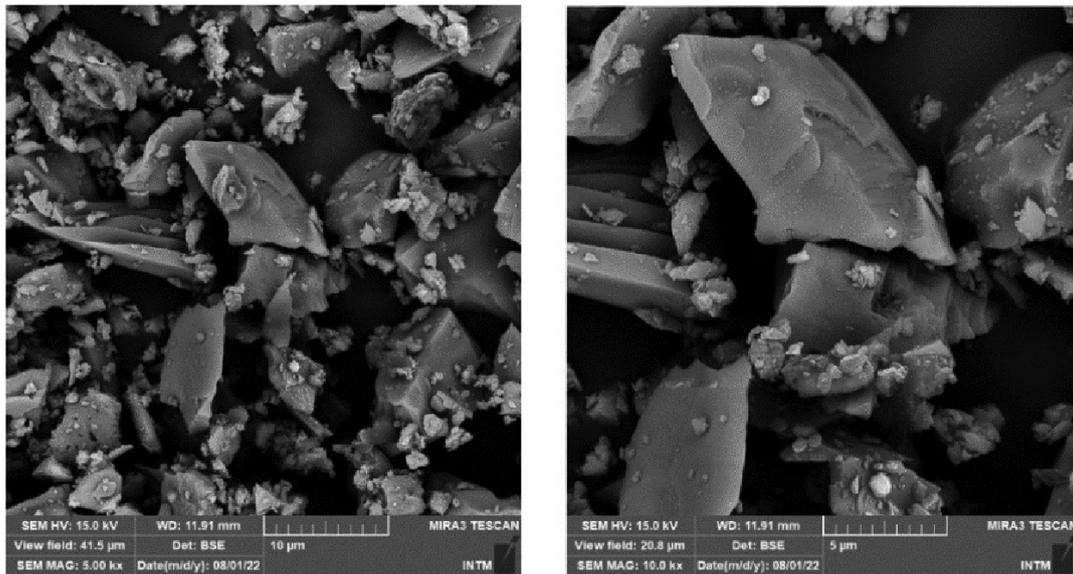
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão aos 7 dias foi realizado com a finalidade de correlacionar essa propriedade com as análises de microestrutura e de resistência à abrasão deste trabalho. O ensaio aos 28 dias foi executado para analisar o comportamento do SiC em idades mais avançadas. De acordo com esta análise, em relação às amostras de referência, a adição de SiC aumentou a resistência da pasta em 36,3% de acordo com a média dos resultados aos 7 dias em cura úmida. As amostras de referência obtiveram resistência à compressão média de 19,92 MPa, enquanto as amostras com adição obtiveram média de 27,16 MPa. Em contrapartida, a adição pareceu não influenciar nessa propriedade aos 28 dias. Na idade mais avançada as amostras de referência alcançaram uma média de 27,2 MPa e as amostras com SiC, 28,1 MPa. De forma similar, o resultado dos estudos conduzidos por IDREES *et al.* [41] identificaram um ligeiro aumento de até 6% nos valores de resistência à compressão aos 28 dias em relação ao concreto de referência e atribuíram esse resultado à maior natureza abrasiva do material incorporado. JEON *et al.* [42] observou um aumento de até 73% nas primeiras idades de amostras de argamassa com adição de carvão de silício e atribuíram esse comportamento à capacidade de empacotamento das partículas finas adicionadas à matriz cimentícia.

4.2. Microscopia eletrônica de varredura

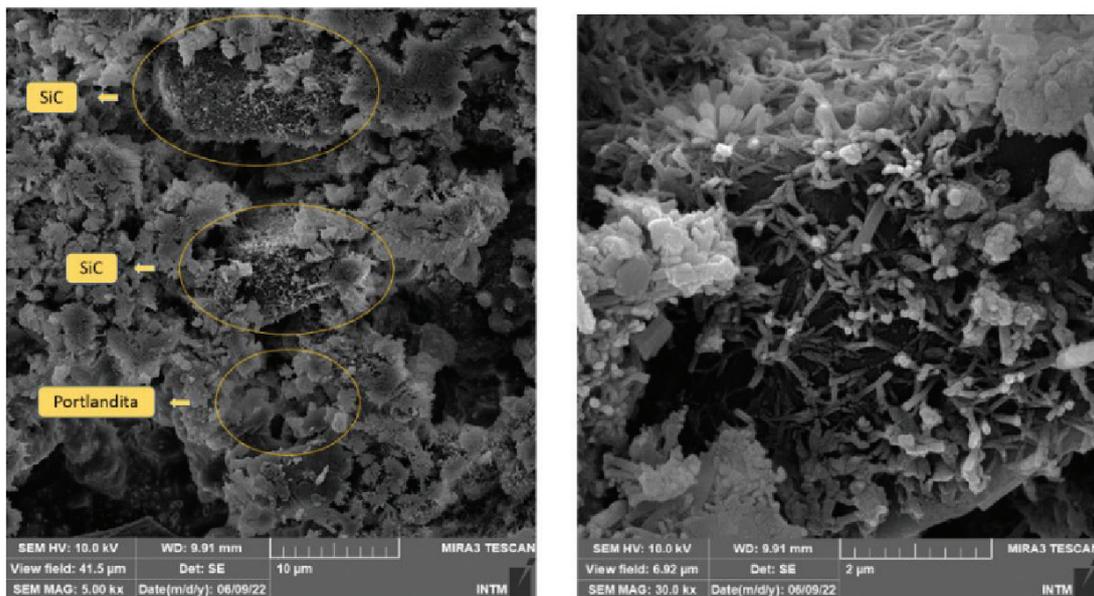
O comportamento das partículas de carvão de silício nas primeiras idades, mostrado na micrografia da Figura 6, pode ser explicado por dois efeitos físicos responsáveis pela modificação na hidratação do cimento através da adição de pequenas partículas não reativas: a modificação na distribuição do tamanho das partículas e a nucleação heterogênea nas primeiras idades. A modificação da distribuição granulométrica a partir da adição de carga quimicamente inerte altera a porosidade do sistema. Quanto ao efeito de nucleação, a superfície das partículas finas no sistema pode fornecer locais adicionais para a nucleação dos produtos de hidratação do cimento (Silicato de Cálcio Hidratado, C-S-H) em partículas minerais estranhas e catalisa a reação reduzindo a barreira de energia [43, 44]. Na Figura 7(a) observa-se os grãos de SiC preenchendo os poros da superfície, formação de portlandita e a nucleação do C-S-H na superfície do grão de SiC representada na Figura 7(b). A Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) acoplada ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) está representada na Figura 8, detalhando os elementos químicos presentes na amostra. Nessa análise pode-se identificar a composição do C-S-H na superfície do grão, através dos elementos Si, Ca e O.



(a)

(b)

Figura 6: Micrografia eletrônica de varredura dos grãos de SiC.



(a)

(b)

Figura 7: Micrografia eletrônica de varredura da superfície de pastas de cimento com SiC.

A porosidade é inversamente proporcional à resistência e o tamanho e continuidade dos poros presentes na microestrutura são determinantes para essa propriedade. À medida que a hidratação da pasta avança os poros entre as partículas de cimento começam a ser gradualmente preenchidos por produtos de hidratação [20]. A Figura 9(a) mostra a superfície da pasta de cimento sem adição com os poros distribuídos por toda a área de varredura. Essa pasta apresentou resistência à compressão média inferior à da amostra com adição de SiC, representada na Figura 9(b). Na micrografia é possível observar uma superfície menos porosa, com vazios preenchidos por grãos de SiC nas primeiras idades. O carboeto de silício pode promover ao material maior fluidez e coesividade no estado fresco e, no estado endurecido, aumento da resistência através da atividade química, cura interna e efeitos de enchimento [45].

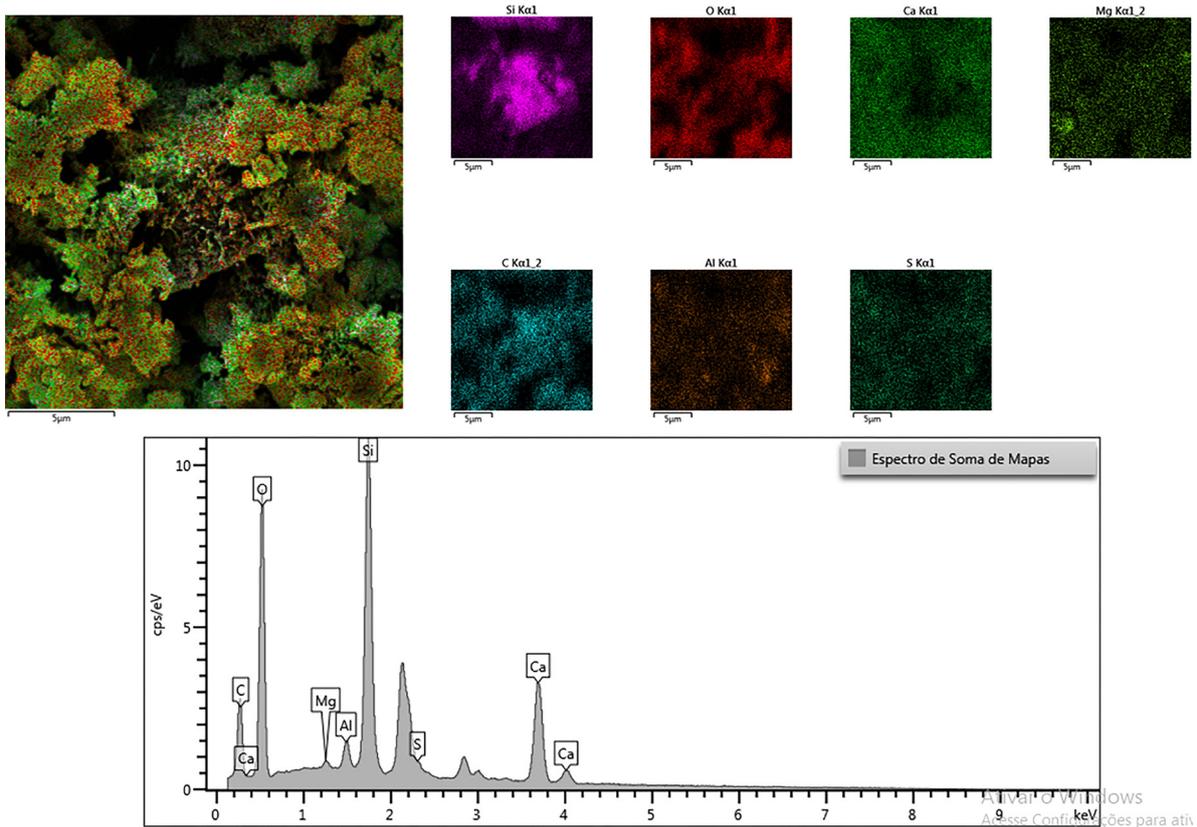


Figura 8: Análise de EDS das amostras com SiC.

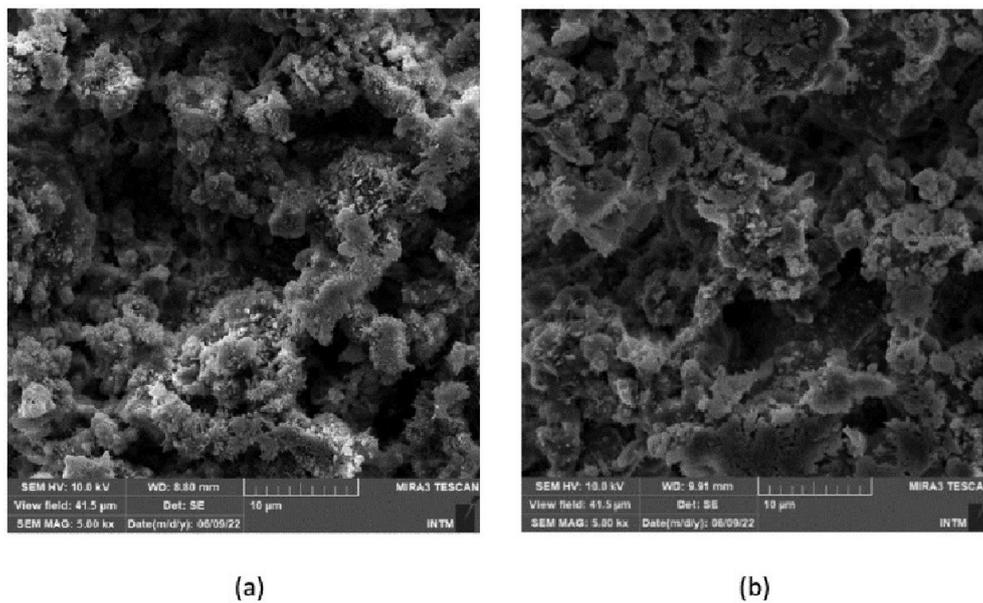


Figura 9: Micrografia eletrônica de varredura da superfície de referência (a) e com SiC (b).

4.3. Resistência à abrasão

Os resultados de resistência à abrasão foram realizados aos 7 dias de cura baseados na medida de perda de massa com medição do peso dos corpos de prova antes e após o ensaio. As medidas analisadas foram a de perda de massa e comprimento da ranhura adquirida durante 1 minuto de solitação. As pastas de referência apresentaram um aumento médio de 6% de perda de massa em relação às amostras com SiC. O maior valor de desgaste

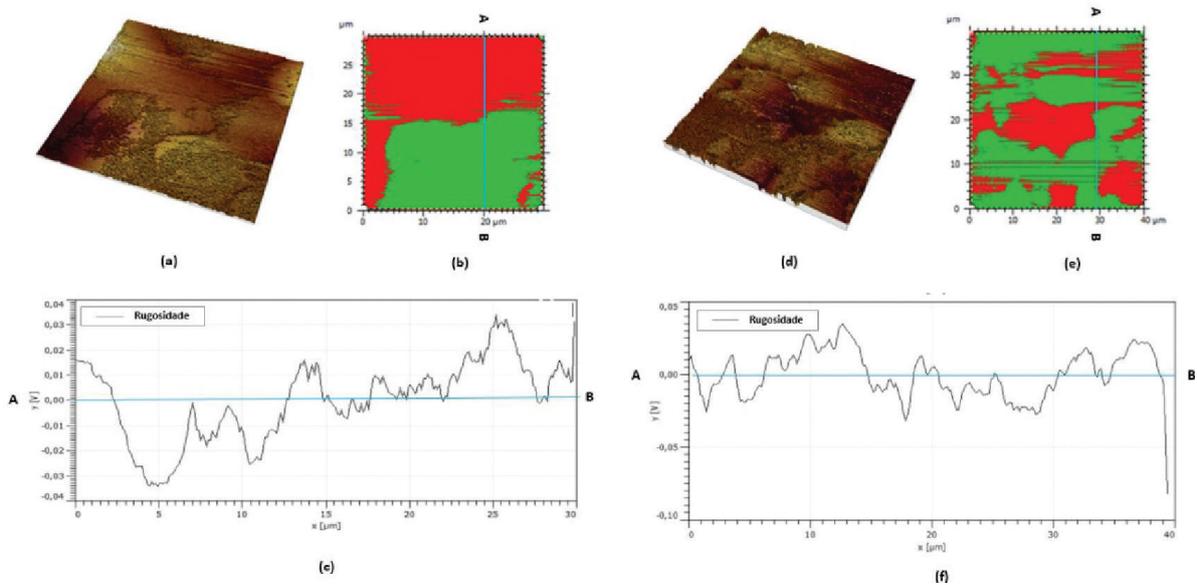


Figura 10: Perspectiva em 3D obtida pela técnica de MFA da superfície da pasta de referência (a) e pastas com SiC (d); Identificação das regiões com picos (verde) e cavidades (vermelho) nas pastas de referência (b) e pastas com SiC (e); Gráfico de rugosidade do corte A-B nas pastas de referência (c) e pastas com SiC (f).

entre as amostras analisadas sem a adição foi de 5,14% de desgaste em relação ao peso total da amostra. Quanto ao tamanho da cavidade, a ranhura tem um aspecto retangular devido ao formato do disco e o comprimento também foi um parâmetro importante dessa propriedade. As amostras com carbetos de silício apresentaram uma redução média de 3,34% no tamanho da cavidade e observou-se também uma redução na altura da ranhura de 0,5 mm em todas as amostras com a adição. Em geral, micropartículas tendem a potencializar propriedades mecânicas dos materiais devido aos efeitos pozolânicos e de nucleação, e efeito de preenchimento que confere maior compacidade ao material [46].

4.4. Microscopia de força atômica

A rugosidade das regiões foi calculada considerando que a maior rugosidade estava relacionada a maior porosidade. Esses resultados destacam a capacidade de usar a Técnica de MFA para identificar diferenças estruturais de argamassas [27]. Essas rugosidades são determinadas a partir da variação do valor da coordenada z durante a varredura (x, y) da superfície da amostra. De acordo com a Figura 10, observa-se a textura e forma da superfície das pastas cimentícias geradas a partir dos softwares Mountains e Gwyddion. Através da análise de rugosidade, a superfície representada na Figura 10(a) sem a adição possui uma área superficial de 907,02 μm^2 e rugosidade média de 0,649 μm , enquanto a superfície representada pela Figura 10(d) com a adição de carbetos de silício apresentou uma diminuição de aproximadamente 10% na rugosidade superficial da pasta cimentícia. A região analisada da pasta com a adição possui uma área superficial de 1612,6 μm^2 e rugosidade média de 0,587 μm .

Através dos gráficos de rugosidade obtidos pelo software Gwyddion, os picos e cavidades da amostra de referência (Figura 10(c)) parecem ser mais acentuados em relação à amostra com carbetos de silício (Figura 10(f)) e a adição parece conferir ao material um melhor preenchimento dos poros. A Figura 10(b), que representa a área superficial de amostras de referência, mostra uma região com cavidades e picos pouco distribuídos ao longo da superfície analisada e, em contrapartida, a Figura 10(e) mostra uma região com irregularidades bem distribuídas com a adição de SiC. De acordo com os estudos de BAHARI *et al.* [47], amostras com adição de SiC também apresentaram menor rugosidade, permitindo uma estrutura mecanicamente mais estável e a estabilização da camada superficial contra relaxamento de tensões e fluência. Portanto, os valores de rugosidade mais elevados podem estar relacionados a menores valores de resistência mecânica [48, 49].

5. CONCLUSÕES

Neste trabalho utilizou-se técnicas de microscopia como ferramentas importantes para estimar o comportamento de pastas cimentícias diante de solicitações compressivas e abrasivas nas primeiras idades. As principais conclusões podem ser elencadas da seguinte forma:

- A adição de 10% de carvão de silício potencializou as propriedades mecânicas de pastas cimentícias. Houve um aumento de 36,3% na resistência à compressão em relação às pastas de referência e redução do desgaste superficial por abrasão. A intensificação das propriedades mecânicas nas primeiras idades pode ser explicada pelo efeito da nucleação heterogênea e mudança na distribuição granulométrica do sistema.
- O aumento das resistências mecânicas foi identificado pela Microscopia Eletrônica de Varredura através do preenchimento dos poros na superfície de forma mais acentuada com a adição, formação de portlandita e a nucleação do C-S-H na superfície do grão de SiC.
- A técnica de MFA identificou algumas características superficiais da amostra de referência, como uma superfície porosa e rugosidade acentuada. Enquanto a superfície da amostra com adição de SiC apresentou menor rugosidade e poros preenchidos. Maiores valores de rugosidade indicaram maior porosidade e redução na resistência mecânica.
- As análises de MEV e MFA são ferramentas importantes para estimar o comportamento das pastas cimentícias diante de solicitações compressivas e abrasivas através das micrografias obtidas nas primeiras idades. A técnica de MFA, utilizando o modo de contato intermitente, é pouco difundida para análise de superfícies de materiais cimentícios, porém pode ser muito útil na análise de durabilidade em diversas aplicações com concretos e argamassas à base de cimento Portland e com adições de micropartículas.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem aos órgãos de fomento FACEPE, CAPES, CNPq e FINEP. Os autores também agradecem a A.S. Lima, J.L.A. Silva, R.C. Manta e G.G.S. Figueiredo pelo apoio na realização de ensaios deste trabalho.

7. BIBLIOGRAFIA

- [1] HUTCHINGS, I., SHIPWAY, P., *Tribology: friction and wear of engineering materials*, 2 ed., Oxford, Elsevier, 2017.
- [2] NAIK, T.R., SINGH, S.S., RAMME, B.W., “Effect of source of fly ash on abrasion resistance of concrete”, *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 14, n. 5, pp. 417–426, Out. 2002. doi: [http://dx.doi.org/10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2002\)14:5\(417\)](http://dx.doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2002)14:5(417))
- [3] SILVA, C.V., ZORZI, J.E., CRUZ, R.C.D., et al., “Experimental evidence that micro and macrostructural surface properties markedly influence on abrasion resistance of concretes”, *Wear*, v. 422–423, pp. 191–200, Mar. 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2019.01.063>
- [4] SADEGZADEH, M., PAGE, C.L., KETTLE, R.J., “Surface microstructure and abrasion resistance of concrete”, *Cement and Concrete Research*, v. 17, n. 4, pp. 581–590, 1987. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846\(87\)90131-1](http://dx.doi.org/10.1016/0008-8846(87)90131-1)
- [5] GAHR, Z., *Microstructure and wear of materials*, Amsterdam, Elsevier, 1987.
- [6] MARQUES, I.J., SILVA, F.J., FRANÇA, T.S., et al., “Evaluation of abrasive wear in UNS S32101 and S32750 duplex stainless steels submitted to friction stir processing”, *Materials Research*, v. 22, Fev. 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2018-0877>
- [7] CHEN, X., HE, Z., CAI, X., et al., “Abrasion resistance of cement paste with granulated blast furnace slag and its relations to microhardness and microstructure”, *Journal of Wuhan University of Technology Mater Sci Ed*, v. 37, n. 3, pp. 410–415, Jun. 2022. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s11595-022-2546-7>
- [8] SEGRE, N., JOEKES, I., “Use of tire rubber particles as addition to cement paste”, *Cement and Concrete Research*, v. 30, n. 9, pp. 1421–1425, Set. 2000. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00373-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00373-2)
- [9] LIU, Y., WEI, Y., “Abrasion resistance of ultra-high performance concrete with coarse aggregate”, *Materials and Structures*, v. 54, n. 4, pp. 1–18, Aug. 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1617/s11527-021-01750-6>
- [10] PYO, S., ABATE, S.Y., KIM, H.K., “Abrasion resistance of ultra high performance concrete incorporating coarser aggregate”, *Construction & Building Materials*, v. 165, pp. 11–16, Mar. 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.036>
- [11] OMODING, N., CUNNINGHAM, L.S., LANE-SERFF, G.F., “Effect of using recycled waste glass coarse aggregates on the hydrodynamic abrasion resistance of concrete”, *Construction & Building Materials*, v. 268, pp. 121177, Jan. 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121177>
- [12] ESTOLANO, A.M.L., LIMA, V.M.E., LIMA, N.B., et al., “Incorporating metakaolin in paving blocks: effect on physical and mechanical properties”, *The International Journal of Pavement Engineering*, pp. 1–12, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1080/10298436.2021.2013481>

- [13] WANG, L., JIN, M., GUO, F., *et al.*, “Pore structural and fractal analysis of the influence of fly ash and silica fume on the mechanical property and abrasion resistance of concrete”, *Fractals*, v. 29, n. 2, pp. 2140003, Feb. 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1142/S0218348X2140003X>
- [14] ESTOLANO, A.M.L., LIMA, N.B., JUNIOR, R.V.A., *et al.*, “Concrete paving blocks: structural, thermodynamic, fluorescence, optical and mechanical properties”, *Journal of Molecular Structure*, v. 1184, pp. 443–451, Maio. 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.molstruc.2019.02.048>
- [15] GHODDOUSI, P., ZAREECHIAN, M., SHIRZADI JAVID, A.A., *et al.*, “Microstructural study and surface properties of concrete pavements containing nanoparticles”, *Construction & Building Materials*, v. 262, pp. 120103, Nov. 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120103>
- [16] WANG, D., ZHANG, W., RUAN, Y., *et al.*, “Enhancements and mechanisms of nanoparticles on wear resistance and chloride penetration resistance of reactive powder concrete”, *Construction & Building Materials*, v. 189, pp. 487–497, Nov. 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.041>
- [17] TOBBALA, D.E., RASHED, A.S., TAYEH, B.A., *et al.*, “Performance and microstructure analysis of high-strength concrete incorporated with nanoparticles subjected to high temperatures and actual fires”, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, v. 22, n. 2, pp. 1–15, Mar. 2022. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s43452-022-00397-6>
- [18] ABID, S.R., HILO, A.N., AYOUB, N.S., *et al.*, “Underwater abrasion of steel fiber-reinforced self-compacting concrete”, *Case Studies in Construction Materials*, v. 11, pp. e00299, Dez. 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cscm.2019.e00299>
- [19] LIU, Y.W., LIN, Y.Y., CHO, S.W., “Abrasion behavior of steel-fiber-reinforced concrete in hydraulic structures”, *Applied Sciences (Basel, Switzerland)*, v. 10, n. 16, pp. 5562, Aug. 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.3390/app10165562>
- [20] METHA, P.K., MONTEIRO, P.J.M., *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*, São Paulo, Ibracon, 2008.
- [21] RUSSEL, P., BATCHELOR, D., THORNTON, J., SEM and AFM: complementary techniques for high resolution surface investigations, Santa Bárbara, Califórnia, Digital Instruments/Veeco Metrology, 2001.
- [22] PADILHA, A.F., AMBROZIO, F.F., *Técnicas de análise microestrutural*, São Paulo, Hemus, 2004.
- [23] NEVES, B.R.A., VILELA, J.M.C., ANDRADE, M.S., “Microscopia de varredura por sonda mecânica: uma introdução”, *Cerâmica*, v. 44, n. 290, pp. 212–219, Dez. 1998. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69131998000600002>
- [24] SANTOS, T.F.A., TORRES, E.A., VILELA, J.M.C., *et al.*, “Caracterização microestrutural de aços baixo carbono por microscopia de força atômica”, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, v. 35, n. 1, pp. 118–133, 2015.
- [25] MITCHELL, L.D., PRICA, M., BIRCHALL, J.D., “Aspects of Portland cement hydration studied using atomic force microscopy”, *Journal of Materials Science*, v. 31, n. 16, pp. 4207–4212, 1996. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/BF00356440>
- [26] SHI, T., LIU, Y., ZHAO, X., *et al.*, “Study on mechanical properties of the interfacial transition zone in carbon nanofiber-reinforced cement mortar based on the peakforce tapping mode of atomic force microscope”, *SSRN Electronic Journal*, v. 61, pp. 105248, Mar. 2022.
- [27] PELED, A., CASTRO, J., WEISS, W.J., “Atomic force and lateral force microscopy (AFM and LFM) examinations of cement and cement hydration products”, *Cement and Concrete Composites*, v. 36, n. 1, pp. 48–55, Fev. 2013. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2012.08.021>
- [28] XIAO, J., LI, W., SUN, Z., LANGE, D.A., *et al.*, “Properties of interfacial transition zones in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 37, no. 1, pp. 276–292, Mar. 2013, doi: 10.1016/J.CEMCONCOMP.2013.01.006
- [29] AKBARI, M., ASADI, P., “Simulation and experimental investigation of multi-walled carbon nanotubes/aluminum composite fabrication using friction stir processing”, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers. Part E, Journal of Process Mechanical Engineering*, v. 235, n. 6, pp. 2165–2179, Dez. 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1177/09544089211034029>
- [30] AKBARI, M., ASADI, P., BEHNAGH, R.A., “Modeling of material flow in dissimilar friction stir lap welding of aluminum and brass using coupled Eulerian and Lagrangian method”, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, v. 113, n. 3-4, pp. 721–734, Mar. 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s00170-020-06541-x>

- [31] BAYKARA, M.Z., SCHWARZ, U.D., *Atomic force microscopy: methods and applications*, 3 ed., Turkey Elsevier, 2016.
- [32] BINNIG, G., QUATE, C.F., “Atomic force microscope”, *Physical Review Letters*, v. 56, n. 9, pp. 930–3, 1986. PubMed PMID: 10033323.
- [33] NAITOH, Y., LI, Y.J., SUGAWARA, Y., “Atomic-scale elastic property probed by atomic force microscopy”, In: Andrews, D.L., Lipson, R.H., Nann, T. (eds), *Comprehensive nanoscience and nanotechnology*, Vol. 4, London, Elsevier, pp. 33–52, 2019.
- [34] MEYER, E., “Atomic force microscopy”, *Progress in Surface Science*, v. 41, n. 1, pp. 3–49, 1992. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/0079-6816\(92\)90009-7](http://dx.doi.org/10.1016/0079-6816(92)90009-7)
- [35] KADA, G., KIENBERGER, F., HINTERDORFER, P., “Atomic force microscopy in bionanotechnology”, *Nano Today*, v. 3, n. 1-2, pp. 12–19, 2008. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S1748-0132\(08\)70011-2](http://dx.doi.org/10.1016/S1748-0132(08)70011-2)
- [36] DENG, X., XIONG, F., LI, X., *et al.*, “Application of atomic force microscopy in cancer research”, *Journal of Nanobiotechnology*, v. 16, n. 1, pp. 102, Dec. 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1186/s12951-018-0428-0>. PubMed PMID: 30538002.
- [37] MAGHSOUDY-LOUYEH, S., KROPF, M., TITTMANN, B.R., “Review of progress in atomic force microscopy”, *The Open Neuroimaging Journal*, v. 12, n. 1, pp. 86–104, Jan. 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.2174/1874440001812010086>
- [38] HOWLAND, R., BENATAR, L. *A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy*. N.p.: DIANE Publishing Company, 1998.
- [39] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, G65-16: Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand / Rubber Wheel, West Conshohocken, ASTM International, 2013.
- [40] MAGONOV, S.N., WHANGBO, M., *Surface analysis with STM and AFM: experimental and theoretical aspects of image analysis*, Weinheim, Wiley, 1995. doi: <http://dx.doi.org/10.1002/9783527615117>
- [41] IDREES, M., CHAUDHARY, H.A., AKBAR, A., *et al.*, “Effect of silicon carbide and tungsten carbide on concrete composite”, *Materials (Basel)*, v. 15, n. 6, pp. 2061, Mar. 2022. doi: <http://dx.doi.org/10.3390/ma15062061>. PubMed PMID: 35329512.
- [42] JEON, I.K., QUDOOS, A., JAKHRANI, S.H., *et al.*, “Investigation of sulfuric acid attack upon cement mortars containing silicon carbide powder”, *Powder Technology*, v. 359, pp. 181–189, Jan. 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2019.10.026>
- [43] LAWRENCE, P., CYR, M., RINGOT, E., “Mineral admixtures in mortars: effect of inert materials on short-term hydration”, *Cement and Concrete Research*, v. 33, n. 12, pp. 1939–1947, Dez. 2003. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00183-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00183-2)
- [44] JAYAPALAN, A.R., LEE, B.Y., FREDRICH, S.M., *et al.*, “Influence of additions of anatase TiO₂ nanoparticles on early-age properties of cement-based materials”, *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research*, v. 2141, n. 1, pp. 41–46, 2010. doi: <http://dx.doi.org/10.3141/2141-08>
- [45] REN, Q., JIANG, Z., LI, H., *et al.*, “Fresh and hardened properties of self-compacting concrete using silicon carbide waste as a viscosity-modifying agent”, *Construction & Building Materials*, v. 200, pp. 324–332, Mar. 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.12.163>
- [46] WANG, Q., LIU, R., LIU, P., *et al.*, “Effects of silica fume on the abrasion resistance of low-heat Portland cement concrete”, *Construction & Building Materials*, v. 329, pp. 127165, Abr. 2022. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127165>
- [47] BAHARI, A., SADEGHI NIK, A., ROODBARI, M., *et al.*, “Effect of silicon carbide nano dispersion on the mechanical and nano structural properties of cement”, *National Academy Science Letters*, v. 38, n. 4, pp. 361–364, Ago. 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s40009-014-0316-6>
- [48] PAPADAKIS, V.G., PEDERSEN, E.J., LINDGREEN, H., “AFM-SEM investigation of the effect of silica fume and fly ash on cement paste microstructure”, *Journal of Materials Science*, v. 34, n. 4, pp. 683–690, 1999. doi: <http://dx.doi.org/10.1023/A:1004500324744>
- [49] GUPTA, T., SIDDIQUE, S., SHARMA, R.K., *et al.*, “Lateral force microscopic examination of calcium silicate hydrate in rubber ash concrete”, *Construction & Building Materials*, v. 179, pp. 461–467, Ago. 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.252>