UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
CENTRO DE DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO
Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais

Tese de Doutorado

EFEITO DE NANOFOLHAS DE *MXENES* ($Ti_3C_2T_x$) NAS RESISTÊNCIAS À COMPRESSÃO E AO DESGASTE DE UM CONCRETO ESTRUTURAL

Cristiane Arpino Silva

Pelotas, 2024.

Cristiane Arpino Silva

EFEITO DE NANOFOLHAS DE *MXENES* ($Ti_3C_2T_x$) NAS RESISTÊNCIAS À COMPRESSÃO E AO DESGASTE DE UM CONCRETO ESTRUTURAL

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientadora: Profª Dra.Henara Lillian Costa Murray
Coorientadora: Profa. Dra. Margarete R. F. Gonçalves

Pelotas, 2024.

Cristiane Arpino Silva

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas
Catalogação da Publicação

S586e Silva, Cristiane Arpino

Efeito de nanofolhas de *mxenes* ($Ti_3C_2T_x$) nas resistências à compressão e ao desgaste de um concreto estrutura [recurso eletrônico] / Cristiane Arpino Silva; Henara Lillian Costa Murray orientadora; Margarete Regina Freitas Gonçalves, coorientadora. — Pelotas, 2024.
147 f.: il.

Tese (Doutorado) — Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas, 2024.

1. Concreto. 2. Drop-casting - MXenes. 3. Reforço mecânico - Desgaste. 4. Desgaste - Abrasão. 5. Fretting. I. Murray, Henara Lillian Costa, orient. II. Gonçalves, Margarete Regina Freitas, coorient. III. Título.

CDD620.11063

Elaborada por Simone Godinho Maisonave CRB: 10/1733

Tese aprovada, como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas.

Data da Defesa: 22/março/2024

Banca examinadora:

.....
Profª Dra. Henara Lillian Costa Murray**.** (Orientadora)
PhD in Engineering pela Universidade de Cambridge, Reino Unido

.....
Profª Dra. Margarete R. F, Gonçalves (Coorientadora)
Doutora em Engenharia, área de concentração Ciência dos Materiais, pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

.....
Profª Dr. Rafael de Ávila Delucis
Doutor em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

.....
Profª Dra. Alice Gonçalves Osório
Doutora em Engenharia, área de concentração: Materiais, pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

.....
Prof Dr. Jorge Oleinik Nunes (membro externo)
Doutor em Engenharia, área de concentração: Ciência dos Materiais, pela Universidade Federal de Pelotas

.....
Doutora Gisele Hammes (membro externo)
Doutora em Engenharia, área de concentração Ciência dos Materiais, pela Universidade Federal de Santa Catarina

Dedico este trabalho aos meus filhos Emanuelle e Fernando e esposo Maicon.

Agradecimentos

Em primeiro lugar a Deus.

À minha família: aos meus filhos Emanuelle e Fernando por todos os momentos em que não pude estar totalmente presente para que fosse possível o desenvolvimento desta pesquisa. Ao meu esposo Maicon pela compreensão e incentivo no prosseguimento de minha tese.

À minha orientadora Henara Murray por todo o aprendizado e paciência.

À minha coorientadora Margarete Gonçalves por toda ajuda, orientação e incentivos.

Ao professor Andreas pela doação dos *MXenes*, pela orientação em relação ao uso e caracterização das nanopartículas, e por estar sempre solícito a responder todas as minhas dúvidas.

Aos Laboratórios da FURG: Laboratório de Engenharia de Superfícies, Laboratório de Materiais e Construção Civil (especialmente ao técnico Júlio Oliveira), ao Laboratório de Metalografia (especialmente ao técnico Jorge Oliveira) e ao LabMat pela cedência dos espaços e ao uso dos equipamentos para a realização dos ensaios e das análises químicas e morfológicas das amostras ensaiadas.

Enfim, a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desse trabalho, os meus mais sinceros agradecimentos.

RESUMO

SILVA, Cristiane Arpino. **Efeito de nanofolhas de *MXenes* ($Ti_3C_2T_x$) nas resistências à compressão e ao desgaste de um concreto estrutural.** Orientadora: Henara Lillian Costa Murray. 2023. 147 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

Características como versatilidade, durabilidade e desempenho fazem do concreto o produto líder para uso estrutural. É crescente o número de pesquisas relacionadas ao reforço do concreto com adição de novos materiais à sua composição. Neste trabalho, estudou-se o efeito de nanofolhas de *MXenes* ($Ti_3C_2T_x$) no desgaste por abrasão e por *fretting* de concretos. *MXene* refere-se a uma nova classe de materiais bidimensionais (2D) bastante promissor devido à sua nanoestrutura em camadas. Focado no aumento da durabilidade de estruturas de concreto frente à ação de desgastes, este trabalho desenvolveu um modelo de análise do efeito de um concreto com uma pequena quantidade (0,02% em peso) de nanofolhas de *MXenes* no desgaste por abrasão e no desgaste por *fretting*. Para tal, foram avaliadas inicialmente as propriedades mecânicas de resistência à compressão de concreto convencional e concreto reforçado com nanofolhas de *MXenes* aos 3 e 28 dias. Posteriormente, investigou-se seu desgaste por abrasão (concreto convencional e com nanofolhas de *MXenes)* e o comportamento tribológico no desgaste por *fretting*. Além disso foram realizados ensaios de porosidade e absorção de água pelo Princípio de Arquimedes (PA), análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV), EDS e espectroscopia Raman. Dos ensaios mecânicos de resistência à compressão, as amostras com nanofolhas de *MXenes* aos 3 dias apresentaram aumento de resistência à compressão de 15,0% em relação à referência. No uso de adições de nanofolhas de *MXenes* não houve alterações significativas em relação à referência no que se refere à porosidade e à absorção de água. Dos ensaios de desgaste por abrasão se obteve uma redução da taxa de desgaste média dos concretos com nanofolhas de *MXenes* somente no uso do abrasivo 100. A melhora na resistência à compressão e abrasão dos concretos pelas nanofolhas de *MXenes* foi explicada por possível melhora na reologia da pasta de concreto pelo caráter lubrificante das nanofolhas, refletindo em superfícies com menor rugosidade (Sq, Sz) e maior capacidade de apoio (Sbi). Nos ensaios de *fretting*, avaliou-se não só a adição de

nanofolhas de *MXenes* ao concreto como também a sua deposição superficial por *dropcasting* (1 aplicação e 5 aplicações). Para todas as condições de velocidade e tempo investigadas, não houve diferença significativa no atrito pelo uso de nanofolhas de *MXenes*. Em relação ao desgaste, os ensaios com deposição por *dropcasting* levaram a menor desgaste e trilhas de desgaste mais lisas, em particular para 1 aplicação. Assim, apesar dos efeitos do uso de nanofolhas de *MXenes* terem sido pequenos, os resultados são promissores, de forma que o aumento da quantidade de nanofolhas de *MXenes* poderia representar ganhos mais significativos na sua utilização em concretos.

Palavras chave: Concreto, *MXenes*, *Drop-casting*, Reforço Mecânico, Desgaste, Abrasão, *Fretting*.

ABSTRACT

SILVA, Cristiane Arpino. **Effect of *MXenes* nanosheets ($Ti_3C_2T_x$) on the compressive and wear resistance of a structural concrete.** Advisor: Henara Lillian Costa Murray. 2023. 147 f. Thesis (PhD in Materials Science and Engineering) – Postgraduate Program in Materials Science and Engineering, Federal University of Pelotas, Pelotas, Rio Grande do Sul.

Characteristics such as versatility, durability, and performance make concrete the leading product for structural use. More studies have been conducted on concrete reinforcement with the addition of new materials to its composition. In this work, we investigated wear by abrasion and fretting of reinforced concrete. MXene is very promising new two-dimensional (2D) materials due to their layered nanostructure. Aiming to increase durability of concrete structures against the action of wear, this work developed a model to analyze the effect of reinforcing concrete with a small amount (0.02% by weight) of MXenes nanosheets on abrasive wear and fretting wear. To this end, mechanical properties of compressive strength of conventional concrete and concrete reinforced with MXenes were initially evaluated at 3 and 28 days. Subsequently, its wear by abrasion (conventional concrete and with MXenes) and the tribological behavior in wear by fretting were investigated. In addition, porosity and water absorption tests were carried out using the Archimedes Principle, the analysis by scanning electron microscopy, energy-dispersion X-ray spectroscopy, and Raman spectroscopy. From the mechanical compressive strength tests, the samples with MXenes at 3 days showed an increase in compressive strength of 15.0% in relation to the control. MXenes additions showed no significant changes in terms of porosity and water absorption in relation to the control. From the abrasion wear tests, a reduction in the average wear rate of concrete with MXenes was obtained only when using abrasive 100. In the fretting tests, we evaluated MXenes addition to concrete as well as its surface deposition by dropcasting (1 application and 5 applications). For all speed and time conditions investigated, there was no significant difference in friction when using MXenes. Regarding wear, the dropcasting deposition tests led to less wear and smoother wear tracks, particularly for one application. Thus, although the effects of using MXenes were small, the promising results obtained by increasing the amount of MXenes could represent more significant gains in their use in concretes.

Key words: Concrete, MXenes, Drop-casting, Mechanical Reinforcement, Wear, Abrasion, Fretting.

Lista de Figuras

Figura 1: Desenho esquemático sobre os tipos de desgastes abrasivos. 32
Figura 2: Desgaste abrasivo por deslizamento. 33
Figura 3: Desgaste abrasivo por rolamento.....33
Figura 4: Desgaste abrasivo misto. 34
Figura 5: Estudo das superfícies desgastadas de: a) aço e b) contra-amostra de cerâmica feita de B_4C. 35
Figura 6: Efeito das condições de cura, da sua duração e da relação 38
Figura 7. Desenho esquemático do ensaio de abrasão 39
Figura 8: Esquema de desgaste por *fretting* entre borracha e concreto. 41
Figura 9: Esquema de desgaste por *fretting* borracha/concreto. 42
Figura 10: Coeficiente de atrito sob diferentes cargas com o tempo: (a) D = 1,0 mm, (b) D= 1,5 mm, (c) D = 2,0 mm, (d) D = 3,0 mm. 43
Figura 11: Resistência à abrasão em concretos estruturais: (a) Influência da relação água/cimento; (b) Influência do tipo de agregado. 44
Figura 12: influência dos métodos de acabamento e das condições de cura na resistência à abrasão das superfícies de concreto. 45
Figura 13: Aparência de MXene visto sob um microscópio eletrônico de varredura produzido após tratamento de Ti_3AlC_2 em ácido fluorídrico. 48
Figura 14: Esquema do processo de esfoliação para Ti3AlC2. a) estrutura Ti3AlC2. b) átomos de Al substituídos por OH após a reação com HF. c) quebra das ligações de hidrogênio e separação de nanofolhas após sonicação em metanol. Onde: Ti=Titânio; C= carbono Al= alumínio; O= oxigênio; H= hidrogênio. 49
Figura 15: Imagem de caracterização por microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (MET - HR) das nanopartículas $Ti_3C_2T_x$ sintetizadas (a e b). 50
Figura 16: Ciclos versus Coeficiente de atrito. 51
Figura 17: Gráfico de taxa de desgaste versus quantidade de eletrodeposição de Ti_3C_2. Imagens de Raman correspondentes as adições de 0% de Ti_3C_2; 26% de Ti_3C_2 e 40% de Ti_3C_2. Fonte: MAI et al. (2019). 52
Figura 18: Coeficiente de atrito em função do tempo de deslizamento (Figuras a e c) e taxa de desgaste de todos os revestimentos pesquisados (Figuras b e d). 53
Figura 19: Resultados de resistência à compressão de adições de *MXene* de 0%; 0,04% e 0,08% em pastas de cimento. 55

Figura 20: Avaliação tribológica das nanopartículas $Ti_3C_2T_x$ como lubrificante sólido (a) coeficiente de atrito versus ciclos de deslizamento; (b) e (c) micrografias MEV do aço de referência; (d) e (e) micrografia Eletrônica de Varredura (MEV) do aço com nanopartículas $Ti_3C_2T_x$. 56
Figura 21: Esquema de deposição de nanopartículas pelo método *drop-casting*. 59
Figura 22: Fluxograma das etapas necessárias para o desenvolvimento da tese. ...61
Figura 23: Areia: a) amostra a ser ensaiada; b) quarteamento da amostra. 63
Figura 24: Brita: a) amostra a ser ensaiada; b) quarteamento da amostra. 64
Figura 25: Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução das nanofolhas de $Ti_3C_2T_x$. (a) Micrografia electrónica de transmissão com (b) a correspondente análise química por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X e (c) Micrografia de alta resolução com (d) o respectivo perfil.....65
Figura 26: Caracterização das nanopartículas por: $Ti_3C_2T_x$ a) difração de raios-X (DRX); b) espectroscopia Raman.....66
Figura 27: Nanofolhas *MXenes*: a) antes do processo de sonicação; b) durante a sonicação em ultrassom e c) após a sonicação, as nanofolhas sendo misturadas ao concreto em betoneira.....68
Figura 28: Aplicações das nanofolhas *MXenes* e ensaio *fretting*: a) corpo de prova antes da aplicação drop-cating; b) corpo de prova após 5 aplicações; c) corpo de prova na máquina *fretting*.....69
Figura 29: Laboratório de Geotecnica e Concreto – FURG: a) corpos de prova em cura úmida; b) cura dos corpos de prova e c) corpo de prova após a ruptura em prensa hidráulica.....71
Figura 30: Concretagem: (a) materiais utilizados na moldagem do concreto de referência; (b) corpos prova com e sem *MXene* após a moldagem e (c) aparência corpos de prova após a desmoldagem. 71
Figura 31: Amostras utilizadas nos ensaios de absorção de água por imersão e índice de vazios. a) após a saturação; b) secagem em estufa; c) após a secagem em estufa. 72
Figura 32: Ensaio pelo princípio de Arquimedes: a) aparato utilizado na determinação do peso da amostra saturada, imerso em água; b) amostra colocada dentro do aparato antes da imersão em água.....73
Figura 33: Esquema de funcionamento do equipamento para os ensaios de desgaste por abrasão em roda de borracha. Fonte: Adaptado de ASTM G65-00 (2001). 74

Figura 34: Abrasômetro: a) Amostra acondicionada no porta-amostra; b) máquina de ensaio; c) areia acondicionada no tambor para a realização do ensaio. 75
Figura 35: Ensaios experimentais no abrasômetro: a) nas amostras de 20 mm x 50 mm x 12 mm experimentais; b) tamanho final do porta amostras; c) tamanho final dos corpos de prova 3 cm x 3 cm x 5 cm. 76
Figura 36: Fotos do equipamento abrasômetro roda de borracha: a) medida da dureza da borracha com a utilização do durometro Shore; b) acondicionamento do abrasivo no tambor c) painel de controle do abrasômetro. 77
Figura 37: Equipamento utilizado nos ensaios de *fretting* – Tribômetro multifuncional Rtec Mft 5000. 81
Figura 38: Vista de cima de superfície 3D após o desgaste: a) área não desgastada e b) área desgastada. 82
Figura 39: Perfil extraído da superfície 3D. 83
Figura 40: Vista de cima de uma das superfícies 3D após o preenchimento de pontos não medidos. 83
Figura 41: Regiões 3D extraídas: fora e dentro da trilha de degaste após o nivelamento. 84
Figura 42: Curva de Distribuição Granulométrica do Agregado Miúdo com Limites da Zona Ótima 90
Figura 43: Curva de Distribuição Granulométrica do Agregado Miúdo com Limites da Zona Utilizável. 90
Figura 44: Curva de Distribuição Granulométrica do Agregado Graúdo. 92
Figura 45: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - *MXenes* após centrifugação. 92
Figura 46: Resistência à compressão do concreto para diferentes idades (dias). 94
Figura 47: Índice de vazios e Absorção de água por imersão versus tipo de adição. 95
Figura 48: Imagem das amostras antes e após os desgastes de abrasão: a) corpo de prova com *MXenes* antes do ensaio; b) corpo de prova com *MXenes* após o ensaio; c) corpo de prova sem *MXenes* antes do ensaio; d) corpo de prova sem *MXenes* após o ensaio. 97
Figura 49: Gráfico taxa de desgaste *versus* tipo de abrasivo por tipo de adição utilizado - ensaios de resistência à abrasão. 98

Figura 50: Imagens de MEV das superfícies dentro e fora da trilha: desgaste por abrasão nos corpos de prova referência: a) fora da trilha; b) abrasivo 30; c) abrasivo 50; d) abrasivo 100 e desgaste por abrasão nos corpos de prova Com *MXenes* incorporados ao concreto: e) fora da trilha; f) abrasivo 30; g) abrasivo 50; h) abrasivo 100. 100
Figura 51: Parâmetros estatísticos dos concretos: a) *Sq, Sz*; b) *Sbi*..... 101
Figura 52: Coeficiente de atrito versus tempo de ensaio para todos os tipos de concreto pesquisados: a) condição de velocidade = 0,2 mm/s e tempo de 5 minutos (30.10^3s) e b) condição de velocidade = 0,2 mm/s e tempo de 30 minutos (180.10^3s). 102
Figura 53: Coeficiente de atrito versus tempo de ensaio para todos os tipos de concreto pesquisados: a) condição de velocidade = 2 mm/s e 5 minutos (30.10^3s) e b) condição de velocidade = 2 mm/s e tempo de 30 minutos (180.10^3s). 104
Figura 54: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 0,2 mm/s e tempo = 5 minutos. 105
Figura 55: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 0,2 mm/s e tempo = 30minutos. 106
Figura 56: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 2 mm/s e tempo = 5 minutos. 107
Figura 57: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 2 mm/s e tempo = 30 minutos. 108
Figura 58:Superfícies topográficas 3D após os desgastes por *fretting:* por tipo de ensaio realizado e concreto utilizado: A) sem *MXenes* adicionado na massa; B) com *MXenes* adicionado na massa; C) 1 aplicação *MXenes* na superfície; D) 5 aplicações *MXenes* na superfície. 109
Figura 59: Parâmetro S_q para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas. 111
Figura 60: Parâmetro S_{dq} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas. 112
Figura 61: Parâmetro V_v para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas. 113
Figura 62: Parâmetro S_{ci} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas. 114

Figura 63: Parâmetro S_{sk} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas. 115
Figura 64: Parâmetro S_{ku} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas. 117
Figura 65: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras, elétrons secundários (SE) das trilhas para as diferentes condições de teste: as diferentes colunas correspondem a aumentos crescentes. 119
Figura 66: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos contracorpos para as diferentes condições de teste: as diferentes colunas correspondem a aumentos crescentes – a) SE; b) BSE; c) SE e d) BSE. 120
Figura 67: Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDS/MEV): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra sem *MXenes*. 121
Figura 68: Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDS/MEV): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra 1 aplicação 122
Figura 69: Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDS/MEV): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra 1 aplicação 123
Figura 70: Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra 5 aplicações. 124
Figura 71: Raman de concreto modificado pela adição de nanofolhas MXenes à massa das amostras - aumento de 20x: a) fora da trilha; b) Interface; c) Dentro da trilha. . 125

Lista de Tabelas

Tabela 1: Ensaio por deposição *drop-casting*. 68
Tabela 2: Traços e proporcionamento utilizado na confecção dos concretos. 70
Tabela 3: Número de corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão. 71
Tabela 4: Granulometria dos abrasivos utilizados nos ensaios. 76
Tabela 5: Número de corpos ensaiados ao desgaste por abrasão. 78
Tabela 6: Número de corpos de prova dos ensaios de *fretting.* 81
Tabela 7: Caracterização física do cimento.....86
Tabela 8: Caracterização mecânica do cimento.....86
Tabela 9: Caracterização química do cimento 87
Tabela 10: Caracterização física da areia 88
Tabela 11: Caracterização da brita zero 91
Tabela 12: *Valor-p* entre cada tipo de concreto pesquisado e o concreto referência. 105
Tabela 13: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_q. 110
Tabela 14: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{dq}. 111
Tabela 15: Análise ANOVA das variações do parâmetro V_v. 113
Tabela 16: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{ci}. 114
Tabela 17: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{sk}. 115
Tabela 18: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{ku}. 116

Lista de abreviaturas e siglas

ATD	Análise térmica diferencial
ATG	Análise termogravimétrica
BSE	Elétrons retroespalhados
CBC	Cinza de bagaço de cana de açúcar
CESP	Centrais Elétricas de São Paulo
C_2S	Silicato dicálcico
C_3A	Aluminato tricálcico
C_4AF	Ferro aluminato tetracálcico
C_3S	Silicato tricálcico
DRX	Análise de difração de raios-X
D	Deslocamento (mm)
EP puro	Revestimento epóxi puro
G-EP	Revestimento epóxi com grafeno
HF	Fluoreto de hidrogênio
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
M - EP	Revestimento epóxi com Ti_3C_2
MET – EDS	Microscopia eletrônica de transmissão associada a espectroscopia de energia dispersiva de raios-X
MET – HR	Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MEV – EDS	Microscopia eletrônica de varredura – Espectroscopia por energia dispersiva
MG - EP	Revestimento epóxi com Ti_3C_2/Grafeno
MX	*MXenes*
PA	Princípio Arquimedes
PPGCEM	Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais
PVA	Álcool Polivinílico
SE	Elétrons secundários

SUMÁRIO

1 Introdução 21
1.1 Objetivos 25
1.1.1 Objetivo Geral 25
1.1.2 Objetivos Específicos 25
1.2 Hipóteses 26
2 Revisão Bibliográfica 27
2.1 Concretos Estruturais: Definição, tipos, propriedades e aplicações 27
2.1.1 Vida Útil das Estruturas de Concreto 30
2.2 Formas de desgaste 31
2.2.1 Desgaste por abrasão 32
2.2.2 Desgaste por *fretting* 39
2.2.3 Desgaste em concretos 43
2.3 Concretos com nanopartículas 46
2.3.1 MXenes 47
2.3.2 Metodologias de dispersão de nanopartículas 57
3 Materiais e Métodos 60
3.1 Materiais (Matérias-primas) 62
3.1.1 Aglomerante cimentício 62
3.1.2 Agregado miúdo 62
3.1.3 Agregado graúdo 63
3.1.4 Nanopartículas *MXenes* 64
3.2 Métodos 66
3.2.1 Concreto referência e com adição nanofolhas *MXenes* 67
3.2.2 Deposição de nanofolhas *MXene* por *drop-casting* 68
3.2.3 Caracterização mecânica dos concretos: ensaio de resistência à compressão 69

3.2.4 Ensaios de absorção de água por imersão e índice de vazios dos concretos pesquisados....71
3.2.5 Ensaio de resistência à abrasão dos concretos pesquisados 74
3.2.6 Ensaio de desgaste por *fretting*....79
4 Resultados e discussões 86
4.1 Ensaios de caracterização dos materiais (matérias primas). 86
4.1.1 Aglomerante cimentício....86
4.1.2 Agregado miúdo....88
4.1.3 Agregado graúdo....91
4.1.4 Nanofolhas *MXenes*....92
4.2 Ensaios Realizados nos Concretos Referência e com *MXenes* Adicionados à Massa....93
4.2.1 Ensaio de resistência à compressão dos concretos pesquisados 93
4.2.2 Ensaios de absorção de água por imersão e índice de vazios dos concretos pesquisados....94
4.2.3 Ensaios de resistência à abrasão....96
4.3 Ensaios Realizados nos Concretos Referência, com *MXenes* Adicionados à Massa e com *MXenes* Aplicados na Superfície das Amostras (1 e 5 Aplicações) 102
4.3.1 Ensaio de resistência ao *fretting* dos concretos pesquisados 102
4.4 Análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia Raman dos concretos pesquisados....117
5 Considerações finais....126
5.1 Conclusões....128
5.2 Sugestões para trabalhos futuros....130
Referências Bibliográficas 132
Apêndice A – Resultados obtidos dos ensaios de resistência à compressão (concretos referência e com adição de nanofolhas *MXenes* à massa). 140

Apêndice B – Resultados obtidos dos ensaios de absorção de água por imersão, índice de vazios e taxas de desgaste por abrasão (concretos referência e com adição de nanofolhas *MXenes* à massa). 141

Apêndice C – Taxas de desgaste versus condição de velocidade e tempo de ensaio (concretos referência, com adição de nanofolhas *MXenes* à massa, com 1 e 5 aplicações de nanofolhas *MXenes* na superfície). 142

Apêndice D – Parâmetros topográficos versus condição de velocidade e tempo de ensaio (concretos referência, com adição de nanofolhas *MXenes* à massa, com 1 e 5 aplicações de nanofolhas *MXenes* na superfície). 146

1 Introdução

Na construção civil é consenso que o concreto é um dos materiais que ainda se apresenta como um dos mais usado da atualidade. É um material composto, elaborado a partir da mistura dos materiais: aglomerante (cimento), agregado miúdo (areia), agregado graúdo (brita) e água. Um dos principais motivos para a sua ampla utilização é o fato de que seus constituintes existem em praticamente todo o planeta. O concreto apresenta grande versatilidade, pois conforme a necessidade de utilização, a dosagem dos seus componentes deve ser alterada. Pesquisas científicas com o intuito de obter quais as melhores alternativas para utilizar esse material com qualidade, segurança e durabilidade são de grande importância. As vantagens inerentes ao concreto o tornam um material de destaque para uso estrutural em edifícios, adaptando-se a todos os locais e circunstâncias em vista de suas propriedades como versatilidade, durabilidade e desempenho (DANESHVAR et al., 2022).

É importante que as estruturas em concreto cumpram os requisitos mínimos para o qual são projetadas, sejam esses de funcionalidade, aspecto estético ou de segurança. Tais requisitos são fundamentais para garantir, diante de ações externas, vida útil prolongada. Em função disto, é comum em obras de engenharia a necessidade de reparos em estruturas de concreto. Há situações em que o elemento estrutural pode apresentar problemas devido à características internas e externas (MEHTA & MONTEIRO, 2014; BERENGUER *et al*., 2016; DORIA *et al*., 2015). Convém destacar que em alguns casos é necessário programar a manutenção, mesmo antes da obra ser finalizada. Entretanto, existem outras situações que a curto prazo podem oferecer problemas como: o elemento estrutural não ser projetado com a resistência mínima necessária exigida por norma e nem com o ambiente no qual se encontra inserido (BERENGUER *et al*., 2016; DORIA *et al*., 2015).

Esse é o caso de vinte e três usinas da CESP (Centrais Elétricas de São Paulo), construídas em 1992, que após dez anos de uso oito delas apresentaram problemas relacionados ao desgaste em tubos de sucção e vertedouros (LATORRE, 2002).

Em pisos de concreto, a maior parte das patologias deve-se à proporção e ao tipo dos materiais utilizados, bem como à forma de execução desses elementos, sem um conhecimento prévio por parte dos executores. Convém destacar que não existe norma sobre a qualidade e critérios de avaliação de um piso industrial. Essa falta de orientações pode contribuir muito para o surgimento de patologias e a crescente manutenção precoce de pisos industriais de concreto. Em relação à mão de obra executiva, todos os profissionais ligados à construção de pisos de concreto podem ser responsáveis pelo surgimento de patologias (CHODOUNSKY & VIECILLI, 2007).

Em obras de engenharia civil o desgaste por abrasão de pisos de concreto decorre da ação de partículas sobre a superfície do elemento, resultando em perda superficial externa da estrutura. Portanto, o conhecimento e a contenção de tal manifestação patológica tornam-se importantes no sentido de tentar minimizar perdas e reparos. Nessas situações, a proporção adequada dos componentes do concreto é capaz de evitar o desperdício e beneficiar o usuário com um material mais durável e com maior vida útil. Em pisos de concreto, por exemplo, uma proporção adequada dos materiais e uma boa execução do serviço evitará ou pelo menos postergará o aparecimento de patologias decorrentes do desgaste superficial. Geralmente, as correções de manutenção devido a problemas relacionados ao desgaste superficial são onerosas.

Em estruturas hidráulicas de concreto são comuns problemas relacionados à abrasão, os quais são capazes de reduzir a vida útil dos elementos construtivos da obra consideravelmente. O efeito abrasivo de sólidos, por exemplo, escoando através de uma superfície de concreto, pode causar sérios danos, como é o caso de tubos de sucção, vertedores e bacias de dissipação (FILHO & GENOVEZ, 2004).

No tocante a estruturas metálicas, muitas vezes utilizadas para a fixação de estruturas de concreto, como é o caso de estruturas pré-moldadas, onde as ligações são consideradas como articulações ou engastes, de acordo com Nobrega (2004), uma das principais dificuldades técnicas é a obtenção da flexibilidade nas ligações, visto que vibrações de pequenas amplitudes podem provocar certos deslocamentos e redistribuição de esforços entre os elementos conectados, ocasionando modificações no comportamento da estrutura.

Os sistemas estruturais como ligações viga-pilar de concreto, denominados semirrígidos, tem tido atenção especial por parte dos projetistas e executores de obras civis por serem regiões onde ocorre concentração de tensões. Essas estruturas, quando solicitadas a carregamentos, apresentam deformação no ângulo existente entre a viga e o pilar, comportamento este que vem a ser de vital importância para a durabilidade de concretos pré-moldados. O contato das superfícies de concreto com os elementos metálicos de fixação, que é em princípio rígido, pode levar a movimentos relativos micrométricos resultantes de vibrações da estrutura. Esses movimentos podem resultar em formas de desgaste, conhecidas por desgaste por *fretting*[1]*,* muitas vezes também associados a fissuras.

Estudos mostram que em concretos bem dosados ou com adições, do tipo óxidos de nanopartículas, argila expandida, poliestireno expandido, promovem fissuras menores o que poderá contribuir para uma maior durabilidade da estrutura. Pesquisas realizadas na área de nanotecnologia têm mostrado que algumas adições de nanopartículas ao cimento induzem mudanças significativas na microestrutura, resultando em concretos menos porosos e mais duráveis (KHAYATI, *et al.,* 2015; GRZESZCZYK & JANUS, 2020).

Nos últimos anos (NAGUIB *et al*., 2011), uma nova família de nanopartículas de carbonetos e nitretos metálicos 2D, denominada *MXenes,* foi desenvolvida para aplicações envolvendo armazenamento de energia. O termo *MXene* está associado a um grupo de cerâmicos formado por um metal de transição (M) e carbono ou nitrogênio (X). São materiais que apresentam estrutura cristalina bidimensional e semelhante à do grafite, apresentando boa estabilidade e melhores propriedades mecânicas se comparado ao multigrafeno.

Além disso, os MXenes têm se destacado em aplicações tribológicas (ANASORI *et al*., 2017). A estrutura em camadas de *MXenes* confere propriedades autolubrificantes, enquanto seu tamanho nanométrico 2D os torna potencialmente interessantes como nanopartículas de reforço (ANASORI *et al*., 2017: ROSENKRANZ, *et al*. 2019: NAGUIB, *et al*. 2011).

---

[1]*Fretting* é o dano (desgaste da superfície) ou desgaste por atrito com uma amplitude de movimento na faixa de poucos micrometros a algumas centenas de micrometros. (HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992)

Além disto, pesquisas como as de Yin *et al.* (2015) investigaram o impacto dos *MXenes* (Ti_3C_2) nas propriedades de hidratação de pastas de cimento e concluíram que, dependendo do percentual de adição utilizado, as propriedades mecânicas melhoraram significativamente com modificações positivas no arranjo microestrutural dos produtos de hidratação em idades iniciais de cura. Em pesquisas mais recentes, os pesquisadores LIAN *et al*. (2018), MAI *et al.* (2019) e MARIAN *et al.* (2020), também, concluíram que os *MXenes* são relevantes quando utilizados como lubrificantes sólidos no contato de rolamentos de máquinas.

Os relatos acima mostram que o *MXene* é um nanomaterial promissor em diversas aplicações, com pouca disponibilidade no mercado, sendo que pesquisas na área da construção civil o exploram apenas como aditivo em pastas de cimento (Yin *et al*., 2015). Convém destacar que o desempenho das nanofolhas *MXenes* como aditivo em concretos em relação à sua resistência ao desgaste ainda não foi pesquisado, considerando as buscas feitas para a revisão deste trabalho.

Cumprindo o papel da tribologia de minimizar as perdas por desgaste e fricção e focado no aumento da resistência ao desgaste em estruturas de concreto, propõe-se desenvolver um modelo de análise do efeito do reforço de um concreto com nanopartículas no que diz respeito ao desgaste abrasivo frente a partículas duras, que possam se movimentar sobre as estruturas de concreto e quanto ao desgaste por *fretting* do concreto em relação a estruturas metálicas responsáveis pela sua fixação.

Considerando a pequena quantidade de *MXenes* utilizada nesse trabalho, espera-se que o *MXene*, por ser um nanomaterial cristalino bidimensional com estrutura semelhante à do grafite, possa promover uma distribuição regular e uma estrutura de conexão de rede de crescimento de cristais, e, por sua vez, contribuir para o aumento da resistência mecânica e da durabilidade.

Diante da influência das características dos materiais na composição do traço de concretos usualmente empregados em pavimentos, pisos industriais e em pré-moldados de concreto frente ao desgaste por abrasão, nessa pesquisa buscou-se avaliar o comportamento da adição de nanofolhas *MXenes* em concretos, uma vez que existem apenas pesquisas de *MXenes* como aditivo em argamassas. Diante do exposto, foi investigada a hipótese da adição de nanofolhas multicamadas de $Ti_3C_2T_x$ (*MXenes)* no comportamento de um concreto frente ao desgaste abrasivo e ao desgaste por *fretting*. Para tanto, foi definido um traço de concreto e três diferentes situações de análise: *i.* concreto referência (sem adição de *MXenes* $Ti_3C_2T_x$); *ii.*

concreto reforçado (com adição de *MXenes* $Ti_3C_2T_x$); e *iii.* Concreto protegido (com deposição superficial de *MXenes* $Ti_3C_2T_x$ pelo método *drop-casting*). Nos três tipos de concreto foram realizados ensaios mecânicos e tribológicos, visando a análise do desgaste provocado pela abrasão e pelo *fretting*. Na análise do *fretting* foi considerado o atrito entre as faces dos corpos de prova sujeitos a pequenos deslocamentos provenientes de deslizamentos alternados. Os resultados obtidos foram utilizados para verificar se as adições aos concretos possibilitam melhorias em relação ao desgaste de superfícies de estruturas.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

O objetivo geral da pesquisa foi o de avaliar o efeito da adição e da deposição superficial de nanofolhas *MXenes* $Ti_3C_2T_x$ em um traço de concreto, considerando as propriedades, físicas e mecânicas, obtidas.

1.1.2 Objetivos Específicos

Para atingir o objetivo principal foi necessário alcançar os seguintes objetivos específicos:

- Avaliar a resistência mecânica à compressão de corpos de prova tanto de concreto convencional quanto de concreto reforçado com nanofolhas *MXenes* no tocante a resistência à compressão;

- Avaliar as propriedades físicas dos corpos de prova através de ensaio de índice de vazios e absorção de água por imersão e verificar se há influência do reforço com nanofolhas *MXenes* em relação à porosidade;

- Avaliar o comportamento tribológico dos corpos nas três condições (convencional, reforçado com nanofolhas *MXenes* e com a deposição das nanofolhas na superfície) em situações de deslizamento com pequenos deslocamentos quanto à sua resistência à abrasão e ao *fretting*;

- Avaliar a influência das variáveis de resposta (atrito e desgaste) em relação aos fatores de controle como: velocidade e tempo de deslizamento.

1.2 Hipóteses

Considerando o bom desempenho dos *MXenes* em diversas áreas, principalmente em alguns estudos como aditivos em pastas de cimento Portland apresentam-se três principais hipóteses para o delineamento experimental do trabalho:

i. É possível melhorar a resistência à compressão de concretos pela adição de pequenas quantidades (até 0,02% em peso em água de mistura do concreto) de nanofolhas de *MXenes;*
ii. A resistência à abrasão de pisos de concreto pode ser aumentada pela adição de nanofolhas de *MXenes*;
iii. O atrito e o desgaste por *fretting* de concretos podem ser controlados pela deposição superficial de *MXenes* utilizando a técnica de *drop-casting*.

2 Revisão Bibliográfica

2.1 Concretos Estruturais: Definição, tipos, propriedades e aplicações

Concreto é um material composto, elaborado a partir da mistura de outros materiais: aglomerante (cimento), agregado miúdo (areia), agregado graúdo (brita) e água. Há dois tipos de concreto: o estrutural e o não estrutural. O concreto não estrutural é um elemento de resistência inferior utilizado em partes não estruturais da obra. Esse também é chamado de concreto magro. Um exemplo de concreto magro são os lastros de concreto para pisos e para fundações com resistência inferior a 15 MPa. O concreto estrutural é a parte da construção com resistência mínima, exigida por norma (NBR 6118, 2014), necessária para suportar as cargas da construção às quais é solicitada. Concreto estrutural é o termo que se refere a uma ampla gama de aplicações do concreto como material estrutural, podendo ser classificado em 3 tipos de material estrutural: concreto simples, concreto armado e concreto protendido (ARAÚJO, 2014). - Concreto simples: são elementos estruturais elaborados com concreto que não possuem qualquer tipo de armadura, ou que a possuam em quantidade inferior ao mínimo exigido pela NBR 6118 (2014) para o concreto armado. Algumas aplicações são em fundações e obras provisórias;

- Concreto armado: são aqueles cujo comportamento estrutural depende da aderência entre concreto e armadura, e nos quais não se aplicam alongamentos iniciais das armaduras antes da materialização dessa aderência. Apresentam resistência à compressão igual 20 MPa (C20) ou superior. Algumas aplicações são em sapatas de fundação, vigas de fundação, pilares, lajes e pontes;

- Concreto protendido: são aqueles nos quais parte das armaduras é alongada por equipamentos especiais de protensão com a finalidade de, em condições de serviço, impedir ou limitar a fissuração e os deslocamentos da estrutura.

As propriedades do concreto dependerão do estado em que esse se encontra: concreto no estado fresco e concreto no estado endurecido. As propriedades no estado fresco são: consistência, trabalhabilidade, exsudação, plasticidade e massa específica (ARAÚJO *et al*., 2000):

- Consistência: essa propriedade traduz a mobilidade da massa e a coesão dos elementos constituintes, tendo em vista a uniformidade e a compacidade do concreto. O principal parâmetro que influencia essa propriedade é o fator água/cimento[1] (a/c) que é a relação entre o teor de água e o teor de materiais secos;

- Trabalhabilidade: é uma característica inerente ao concreto, mas que também envolve o tipo da obra executada. Através dessa propriedade se traduz que uma determinada trabalhabilidade de concreto adequada para peças de grandes dimensões e pouco armadas não, necessariamente, pode ser adequada para peças delgadas e com muita armação. Nessa propriedade é importante comentar sobre a segregação, que é a separação dos constituintes da mistura, sendo necessário que esta não exista para que se obtenha melhor compacidade da mistura.

- Exsudação: é a tendência da água utilizada no amassamento vir à superfície do concreto, o que pode ocasionar o carregamento de partículas finas de cimento, formando uma pasta que impede a ligação de novas camadas de material (NEVILLE, 2015);

- Massa Específica: Quando se deseja, por exemplo, estimar o volume de concreto a ser produzido em uma betoneira, sendo a massa específica do material conhecida, o volume do material pode ser calculado a partir da massa dos ingredientes que compõem o concreto (NEVILLE, 2013);

- Plasticidade: é a propriedade do concreto fresco relacionada à sua capacidade de não sofrer rompimento após sua moldagem. A propriedade depende essencialmente da consistência e do grau de coesão entre os elementos do concreto.

Quando não há coesão os elementos se segregam, isto é, se separam. Já segregação é a separação dos grãos do agregado da pasta de cimento.

---

[1]Fator água/cimento (a/c) é a relação entre a quantidade de água em litros pela quantidade de cimento em kilos na confecção do concreto exerce grande influência sobre a resistência do material, pois quanto menor for esse valor, menor será a permeabilidade e maior a durabilidade. (HELENE & ANDRADE, 2010)

Esta circunstância normalmente sucede durante o transporte, durante o lançamento, durante o adensamento - pela vibração excessiva ou pela ação da gravidade, quando os grãos graúdos tendem a assentar no fundo das formas.

De acordo com a NBR 12655 (2015) o concreto no estado endurecido pode ser definido como aquele que se encontra no estado sólido e que desenvolveu resistência mecânica. As propriedades do concreto endurecido são permeabilidade, durabilidade e resistência mecânica (ANDRADE & TUTIKIAN, 2011):

- Permeabilidade: a porosidade da pasta determinará a permeabilidade do material, ou seja, quanto maior a porosidade mais permeável será a pasta e também o concreto. Os principais fatores que influenciam na porosidade são a relação água/cimento e o grau de hidratação[2] da pasta. A relação água/cimento define a estrutura da pasta. Quanto menor for essa relação, mais próximos estarão os grãos de cimento e menor será a porosidade da pasta. Portanto, a permeabilidade do concreto aumenta, também, com o aumento da relação água/cimento e com a evolução da hidratação, ou seja, com a idade desse material;

- Durabilidade: De acordo com (ARAÚJO *et al*., 2000) a durabilidade é a capacidade do concreto de resistir a qualquer ação de deterioração como: ataques químicos e físicos e desgaste. Para tal, o concreto deverá ser analisado cuidadosamente na escolha dos materiais a serem utilizados na sua composição. Um dos principais fatores que influenciará na durabilidade e permeabilidade do concreto é a porosidade.

- Resistência mecânica: Sendo a resistência mecânica a primeira propriedade na qual se leva em conta ao se pensar em um material de engenharia é de extrema importância o seu conhecimento, pois em elementos estruturais o concreto pode ser solicitado à compressão, à tração, ao cisalhamento ou uma combinação dos 3 tipos de tensões. No caso do concreto a resistência à compressão é a propriedade mais importante para o projeto de estruturas. A resistência à compressão pode ser definida como a tensão última aplicada ao concreto e a capacidade desse material de suportar ações aplicadas sem que entre em colapso.

---

[2]*Hidratação é o processo em que ocorrem as reações químicas entre o cimento e água da pasta e promove o endurecimento do concreto. (CINCOTTO, 2011)*

2.1.1 Vida Útil das Estruturas de Concreto

Deve-se considerar que toda estrutura de concreto deve seguir os requisitos mínimos para o qual é projetada, sejam esses de funcionalidade, aspecto estético ou de segurança, os quais são fundamentais para garantir, diante de ações externas, sua vida útil.

Segundo a NBR 6118 (2014), vida útil é definida como o tempo no qual são mantidas as características de uma estrutura de concreto, porém se obedecidos todos os requisitos de uso, manutenção indicados pelo projetista e pelo construtor, sem intervenções significativas. Entende-se por vida útil como o período de tempo no qual a estrutura deva cumprir a função para a qual é projetada. Portanto, um conhecimento das ações externas sobre tais estruturas e o que se pode ser feito para minimizá-los é de fundamental importância.

Convém destacar que em alguns casos é necessário programar a manutenção de uma estrutura, mesmo antes de sua finalização. Entretanto, existem outras situações em que o elemento estrutural não tenha sido projetado com a resistência mínima necessária exigida por norma, e para o ambiente em qual se encontra inserido (BERENGUER *et al*., 2016; DORIA *et al*., 2015) podendo, nesses casos, oferecer problemas a curto prazo. Além disso, a durabilidade de uma estrutura não depende somente das características dos materiais constituintes, mas também da capacidade do elemento de resistir a condições externas como: abrasão, atrito, ataque por agentes químicos, entre outros (MEHTA & MONTEIRO, 2014; SILVA, 2010). O desgaste é um processo de degradação do material quando em serviço que está diretamente relacionado com a vida útil. Está presente em diferentes situações, onde ocorre a perda progressiva de material a partir da superfície, por contato ou movimento relativo de um sólido, em relação a outro sólido. Já a causa e os mecanismos que provocam o desgaste em materiais são muito variados e englobam a superfície que sofre o desgaste, o agente de desgaste e o meio em que as partes envolvidas estão atuando.

2.2 Formas de desgaste

Zum Gahr (1987) considera quatro os principais mecanismos de desgaste: desgaste por deslizamento, por reação triboquímica, abrasão e fadiga superficial. O desgaste por deslizamento é aquele em que ocorre formação e quebra de ligações interfaciais adesivas. Ocorre quando dois corpos sólidos planos estão em contato de deslizamento. Nesse contato pode haver a presença de lubrificação ou não. Desse deslizamento, pode resultar o desprendimento do fragmento de uma superfície e fixação na outra superfície. Desgaste por reações triboquímicas é caracterizado pelo contato de fricção entre duas superfícies sólidas que reagem com o ambiente (gás ou liquido). O processo de desgaste ocorre pela remoção e formação de camadas reativas contínuas com a superfície de contato. No desgaste por abrasão ocorre a remoção de material devido à presença de partículas duras no contato. Nesse tipo de desgaste duas dinâmicas de partícula são possíveis: *i*. os abrasivos ficam presos em uma das superfícies, formando riscos ou sulcos na superfície que se desgaste, ou *ii*. os abrasivos rolam no contato produzindo múltiplas endentações. Na fadiga superficial ocorre a formação de trincas nas regiões superficiais devido a ciclos de tensão tribológicos, os quais resultam em remoção de material. O desgaste ocorre devido à formação de trincas e delaminação de material por carregamento alternado na superfície. A formação e propagação das trincas devido a carregamentos repetidos em contato de rolamento podem resultar em pites na superfície do material. Já de acordo com Bhushan (2013) são sete os tipos de desgastes existentes: desgaste adesivo, desgaste abrasivo, desgaste por fadiga, desgaste por erosão, desgaste químico, desgaste induzido por arco elétrico e *fretting*. Das formas de desgaste não descritas por Zum Gahr (1987), o desgaste adesivo é um dos possíveis fenômenos quando dois corpos planos estão em contato deslizante. O desgaste por erosão é um tipo de desgaste por impacto. A tensão de contato surge da energia cinética das partículas fluindo em uma corrente de ar ou liquido ao encontrar uma superfície. No desgaste induzido por arco elétrico um alto potencial está presente sobre uma fina película de ar e há uma quebra dielétrica em um processo de deslizamento. Durante o arco elétrico ocorre uma potência muito alta com a formação de grandes crateras nos elementos envolvidos e qualquer deslizamento ou oscilação após o arco podem levar a outros tipos de desgaste.

No desgaste do tipo *fretting* o movimento oscilatório que ocorre varia de algumas dezenas de nanômetros a algumas dezenas de micrometros. Dessas formas de desgaste será dada ênfase ao desgaste por abrasão e desgaste por *fretting,* que são os tipos de desgastes relevantes para essa pesquisa.

2.2.1 Desgaste por abrasão

No desgaste por abrasão ocorre o desgaste superficial devido à perda de massa pelo movimento relativo de partículas duras, as quais podem estar livres ou engastadas em uma das superfícies em movimento sendo, no caso do concreto, mais incidente em pavimentos e pisos industriais (SILVA, 2015). No desgaste abrasivo, o material é removido ou deslocado de uma superfície por partículas duras, ou por protuberâncias duras em uma contraface, forçadas e deslizando ao longo da superfície. É uma perda de matéria devido ao movimento relativo de duas superfícies e decorrente da ação de: a) deslizamento de uma superfície mais áspera e outra mais macia: formação de sulcos ou riscos na superfície mais macia, b) partículas livres que acabam ficando engastadas e por deslizamento acabam formando riscos, c) partículas abrasivas soltas que por rolamento formam endentações (HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992) (Figura 1).

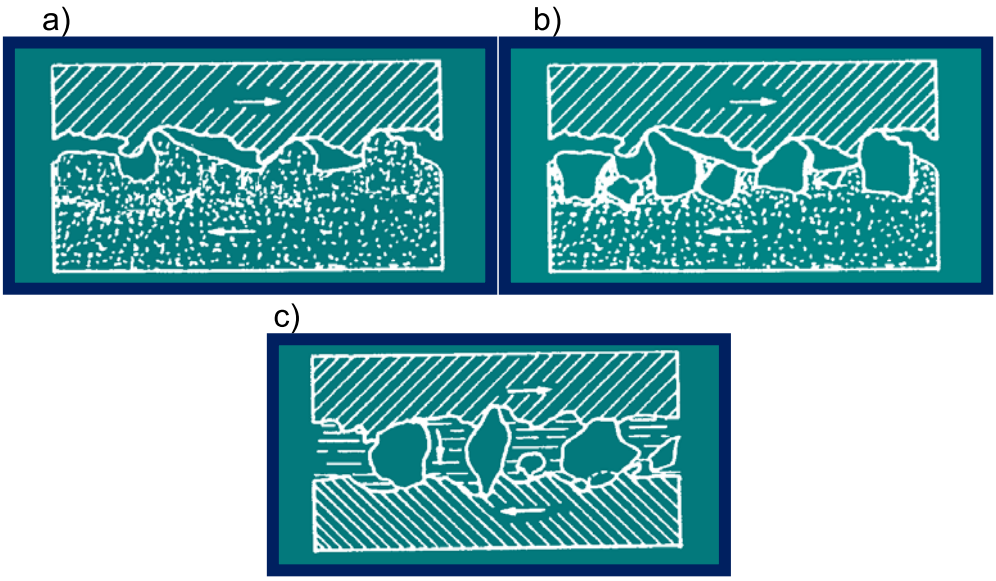

Figura 1: Desenho esquemático sobre os tipos de desgastes abrasivos.
Fonte: Adaptado de Zum Gahr (1987).

O desgaste abrasivo pode ser classificado conforme a movimentação das partículas que atuam na interface do desgaste. Tal movimentação pode ser: por rolamento, por riscamento ou por ambas (regime misto). Na Figura 2 é mostrada a superfície após o desgaste abrasivo por riscamento (formação de sulcos). Na Figura 3 é mostrada a superfície após o desgaste abrasivo por rolamento (formação de endentações). Na Figura 4 é mostrada a superfície após o desgaste abrasivo da situação em que ocorre o regime misto: riscamento e rolamento.

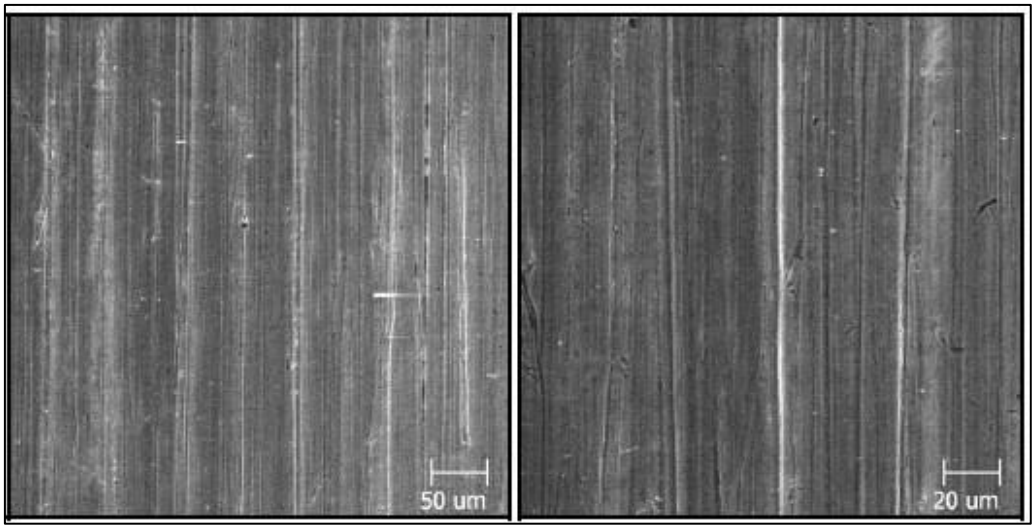

Figura 2: Desgaste abrasivo por deslizamento.
Fonte: SILVA (2008).

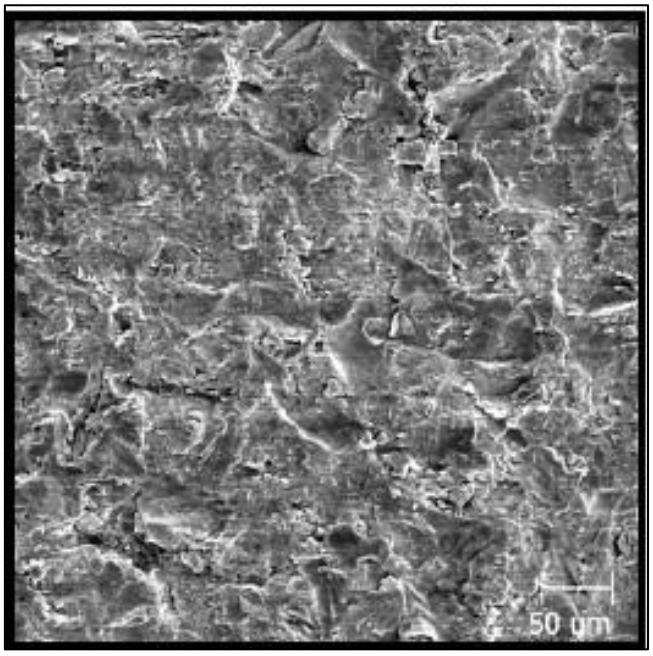

Figura 3: Desgaste abrasivo por rolamento.
Fonte: SILVA (2008).

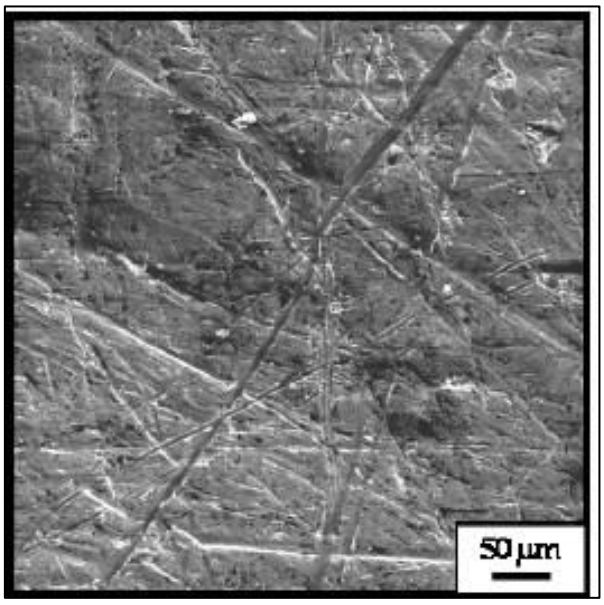

Figura 4: Desgaste abrasivo misto.
Fonte: SILVA (2008).

Tal denominação de abrasão a dois e três corpos considerada pelos pesquisadores em tribologia é considerada uma nomenclatura mais antiga por que, muitas vezes, é mais útil descrever a abrasão como abrasão por deslizamento ou abrasão por rolamento, dependendo do movimento das partículas. Na verdade, o que importa é a dinâmica da partícula, ou seja, se a partícula vai rolar entre as superfícies envolvidas ou se a partícula vai riscar a superfície. No desgaste abrasivo, o material é removido ou deslocado de uma superfície por partículas duras, ou às vezes por protuberâncias duras em uma contraface, forçadas contra e movendo-se ao longo da superfície (HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992).

Os mecanismos de desgaste abrasivo podem ocorrer por deformação plástica (materiais dúcteis) ou por fratura frágil (materiais frágeis). Quando ocorre fluxo plástico, dependendo do grau de severidade na deformação plástica o desgaste abrasivo pode receber denominações diferentes como microsulcamento, formação de cunha e microcorte. No sulcamento resulta em uma série de sulcos como resultado do fluxo plástico do material mais macio. Nesse processo o material é deslocado de um sulco para os lados sem a remoção de material. No tipo desgaste abrasivo do tipo cunha, uma ponta abrasiva abre uma ranhura e desenvolve uma cunha a frente. Neste caso parte do material se desloca do sulco para os lados e o restante se mostra como uma cunha. No desgaste abrasivo em forma de corte, uma ponta abrasiva com grande ângulo abre um sulco e remove o material na forma de partículas. Nesse processo de desgaste há remoção considerável de material (BHUSHAN, 2013).

Conforme Bhushan (2013) a fratura frágil é uma aspereza com geometria aguda agindo sobre uma superfície plana de um sólido frágil. Em cargas baixas, um contato agudo de aspereza causará apenas desgaste por deformação plástica, mas acima de uma carga denominada limite, a fratura frágil ocorre, e o desgaste com o aparecimento de trincas laterais e microtrincamentos.

No desgaste abrasivo por fratura frágil a tenacidade à fratura passa a ser importante, embora a dureza também desempenhe um papel de significância. Nem sempre a fratura ocorre, mesmo em materiais com baixa tenacidade à fratura. O desgaste é favorecido por condições de contato severas, por exemplo, por grandes partículas abrasivas duras e angulares e sob a ação de alta carga normal. Quando o material é frágil, por exemplo, materiais cerâmicos e concreto, a superfície desgasta-se por fratura frágil, embora a deformação plástica ocorra, mas de magnitude insignificante (HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992).

Nas cerâmicas o desgaste abrasivo ocorre por fratura frágil (microtrincamento), diferentemente do desgaste abrasivo dos metais em que a deformação é plástica (sulcamento). Na Figura 5 são mostradas imagens das cicatrizes de desgaste nas superfícies de aço de ShKh15 e superfícies de contracorpos de cerâmica. É possível observar na imagem microtrincas produzidas na superfície do contracorpo de cerâmica após o desgaste demonstrando o comportamento frágil do material (STELMAKH *et al*., 2020).

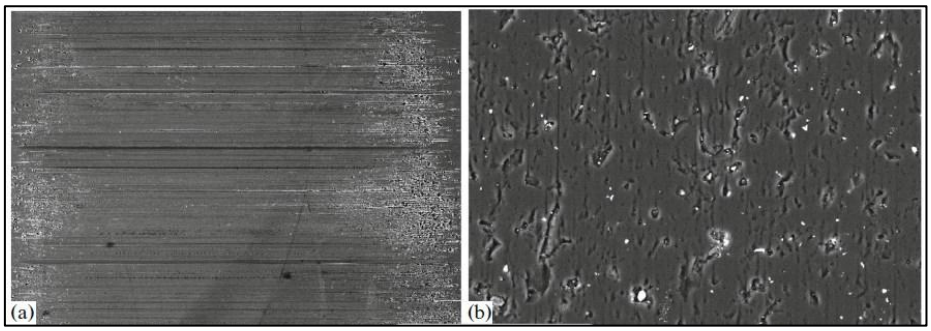

Figura 5: Estudo das superfícies desgastadas de: a) aço e b) contra-amostra de cerâmica feita de B_4C.
Fonte: STELMAKH *et al*. (2020)**.**

Nesse sentido, Latorre (2002) elaborou um estudo sobre os efeitos da abrasão em argamassas de reparo sobre concreto de substrato de tubos de sucção de unidades geradoras de Itaipu no rio Paraná com umidade local muito elevada.

Foram realizados ensaios de abrasão e aderência em argamassas com base epóxi convencional, argamassa epóxi para aplicação submersa em água, e três tipos de argamassas com base cimentícia com a utilização de dosagens para reparos em estruturas de concreto hidráulicas onde a umidade relativa é superior a 90%. Para executar os reparos, foram moldados corpos-de-prova com as características do concreto do tubo de sucção e procurou-se simular as condições do local de aplicação em câmara úmida de laboratório com umidade relativa acima de 90%. Foram realizados ensaios de abrasão do concreto de substrato e de todas as argamassas de reparo. Ambos os ensaios de desgaste foram realizados aos 28 dias de idade. Nos ensaios de resistência a abrasão foi pesquisada a ação abrasiva de uma suspensão de partículas sólidas em água nas superfícies de concreto e materiais de reparo, similar ao equipamento utilizado no ensaio da ASTM-C1138 (1997). A carga abrasiva consistiu em 70 esferas de aço, as quais rodaram sobre a superfície exposta do corpo-de-prova, agitadas pela ação de uma pá na água na tentativa de simular o material abrasivo em movimento. As argamassas de base epóxi tiveram melhor desempenho em abrasão que as argamassas de base cimentícia, mesmo em ambientes com alto teor de umidade. Na execução de toda a pesquisa, o autor considerou existir total compatibilidade entre as argamassas de reparo e o concreto do substrato.

Abid *et al*. (2018), ao investigarem a resistência à abrasão de compósitos de engenharia cimentícios em estruturas hidráulicas, também utilizaram o método de teste de abrasão da ASTM-C1138 (1997) na ação de partículas transportadas pela água (areia, cascalho e outros detritos). Na referida pesquisa foi avaliado: o teor de fibras de (PVA) álcool polivinílico, a idade e a espessura da camada de cobertura do compósito cimentício. Foram preparadas e ensaiadas amostras cilíndricas que foram divididas em dois grupos: No primeiro grupo foram moldados um total de 15 amostras, sendo 5 para cada idade de ensaio: aos 3 dias, aos 7 dias e 28 dias e uma amostra para cada percentual de adição de PVA: 0%; 0,5%; 1,0%; 1,5% e 2,0%. O segundo grupo foi direcionado para investigar a espessura adequada de compósito de cimento como superfície de reparo para resistência ao desgaste abrasivo do concreto em estruturas hidráulicas. Os resultados dos ensaios demonstraram que a resistência à abrasão aumentou com o aumento do conteúdo de PVA. Aos 28 dias de idade, incorporando baixos conteúdos de PVA (0,5% e 1,0%) houve um aumento da resistência à abrasão em aproximadamente 20% e a inclusão de teores de PVA maiores (1,5% e 2,0%) resultaram em percentuais variando de 50 a 95% de aumento.

Esses ensaios também demonstraram que a resistência à abrasão das camadas de compósitos de cimento aumentou com o aumento da idade.

Fernandes *et al*. (2015); Lima *et al*. (2011) pesquisaram a importância da utilização de (CBC) cinza de bagaço de cana de açúcar em substituição ao agregado miúdo em concretos e avaliaram o resultado de resistência à abrasão através de ensaios de abrasão da ASTM-C1138 (1997). Os autores utilizaram corpos de prova cilíndricos de dimensões 10 x 30 mm com substituições parciais do agregado miúdo por CBC e observaram que tal utilização não alterou a resistência à abrasão do concreto em relação ao traço de referência (0% de CBC).

Ramesh & Sharma *et al*. (2014) ao utilizarem o mesmo método da ASTM-C1138 (1997) em ensaios de abrasão para diferentes tipos e quantidades de: pozolanas, agregados, cimento, diferentes idades de concreto, e concluíram que a incorporação de pozolanas e de sílica de fumo são capazes de melhorar a resistência à abrasão de concretos. Foram ensaiadas 90 amostras conforme a ASTM-C1138 (1997). Os resultados foram correlacionados com o teste de abrasão de Los Angeles, que é um ensaio padronizado com a finalidade de a resistência à abrasão e ao impacto de agregados graúdos (britas) empregados na confecção de concretos (ABNT NBR 51, 2001). Os resultados dos ensaios indicaram que embora a resistência à abrasão do concreto dependa da resistência à abrasão de Los Angeles, não há uma correlação direta entre ambos. Os autores observaram melhorias na adição de pozolânicos à mistura de concretos, sendo que no caso da sílica ativa tais benefícios foram ainda superiores. Nesse caso, é possível que o aumento de resistência à abrasão de argamassas e concretos seja promovido pela incorporação de determinados materiais, os quais, são capazes de “preencher” os vazios, e reduzir a porosidade da pasta. É importante salientar que a resistência ao desgaste por abrasão do concreto está geralmente relacionada à maior dureza e menor porosidade da pasta de cimento, pois está inteiramente relacionada à qualidade da pasta de cimento e das características dos agregados (MEHTA & MONTEIRO, 2014).

Dhir *et al*. (1991) também investigaram quais as relações quantitativas das propriedades de permeação: relação água cimento, cura, trabalhabilidade e o tamanho máximo do agregado com a resistência à abrasão e concluíram existir considerável influência destes parâmetros sobre a resistência à abrasão do concreto. Há de se salientar que relações água/cimento mais baixas foram as que conduziram a valores mais expressivos de resistência à abrasão. Além disso, a condição de cura

utilizada também exerceu influência sobre a profundidade de abrasão do concreto Figura 6. Portanto, a relação água/cimento e a cura úmida inicial foram os parâmetros que apresentaram influência significativa sobre a resistência à abrasão do concreto. Os autores realizaram também ensaios de: resistência à compressão, dureza e permeação (absorção inicial da superfície, permeabilidade intrínseca e difusividade a vapor) na tentativa de pesquisar quais destes parâmetros teriam a capacidade de prever a resistência à abrasão. Considerando que a trabalhabilidade é a maior ou menor de adensar o concreto com a finalidade de obter o menor número de vazios (poros) possível. Na referida pesquisa uma trabalhabilidade alta resultou em uma resistência à abrasão significativamente menor. Além disso, os autores verificaram que a resistência à abrasão de concretos com diâmetro máximo do agregado entre 5 e 40 mm foram inferiores aos concretos executados com agregados entre 10 e 20 mm.

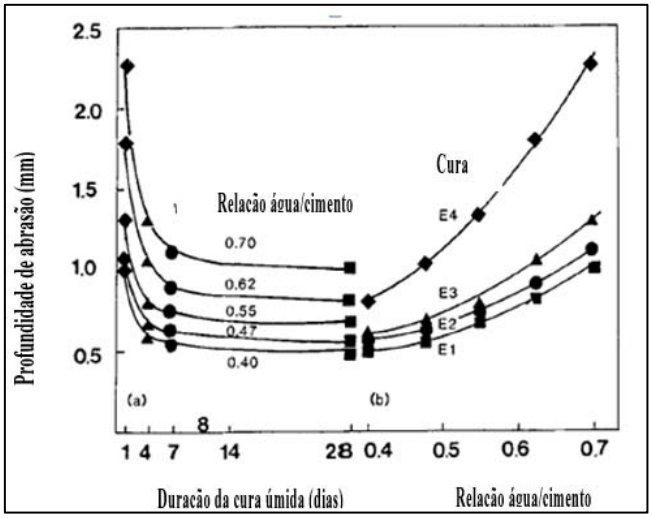

Figura 6: Efeito das condições de cura, da sua duração e da relação água/cimento sobre a resistência à abrasão do concreto.
Fonte: DHIR *et al*. (1991).

Na avaliação do desgaste por abrasão de estruturas hidráulicas de concreto, Filho & Genovez (2004) realizaram uma adaptação do equipamento proposto por Liu (1981) (Figura 7) e testaram diversas amostras de concreto, com diferentes agregados, traços e composições. Os autores verificaram que o equipamento utilizado para a simulação da ação da mistura água sólido mostrou-se adequado para a obtenção do desgaste abrasivo em amostras de concreto e da importância da utilização de baixa relação água/cimento, de agregados graúdos. Os autores sugerem que sejam utilizadas adições de sílica ativa e nanossílica, pois contribuiram para o aumento da resistência à abrasão das amostras pesquisadas.

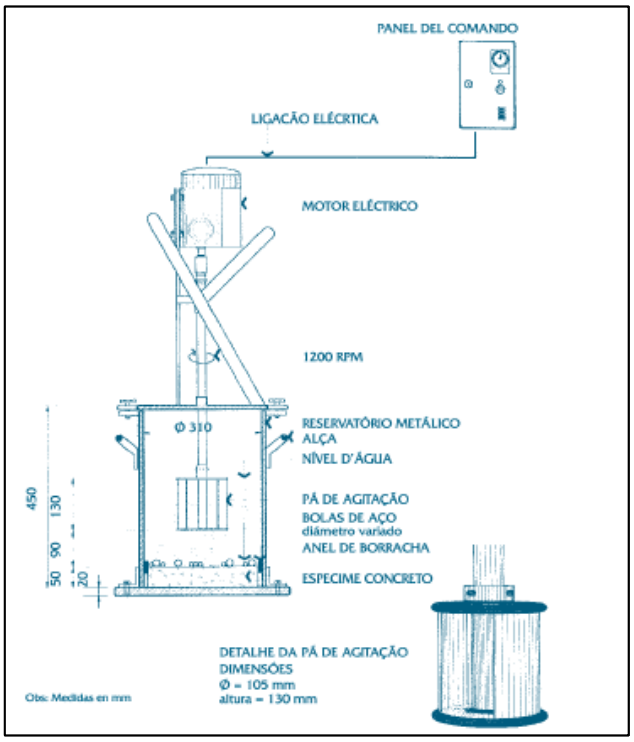

Figura 7. Desenho esquemático do ensaio de abrasão
Fonte: FILHO & GENOVEZ (2004).

2.2.2 Desgaste por *fretting*

O *fretting* é resultado de pequenos deslocamentos relativos da área de contato entre superfícies, sendo uma forma de desgaste onde os movimentos envolvidos são bem menores e a direção é geralmente, mas não necessariamente, tangencial às superfícies envolvidas. O desgaste por *fretting* é uma subdivisão do desgaste por deslizamento, só que os deslocamentos e amplitudes são muito pequenos, mas com grande frequência (HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992). É um movimento oscilatório de baixa amplitude na direção tangencial que ocorre entre superfícies nominalmente em repouso. No desgaste por *fretting* ocorre a degradação da superfície denominado por desgaste por atrito. No entanto, embora o desgaste por *fretting* possa ser considerado um desgaste por deslizamento muito pequeno, existem diferenças entre ambos os tipos de desgaste, seja nas taxas de desgaste ou na presença dos detritos de desgaste no contato. No *fretting* tais detritos são caracterizados por permanecer no contato devido à amplitude de deslocamento muito pequena, o que influencia na progressão do desgaste.

O desgaste por deslizamento geralmente resulta do movimento deliberado das superfícies e no *fretting*, muitas vezes, ocorre entre superfícies que são fixadas uma em relação a outra, e em que os pequenos deslocamentos geralmente se originam por vibração.

Basicamente, *fretting* é uma forma de desgaste adesivo ou abrasivo, onde a carga normal causa aderência entre as asperezas e o movimento oscilatório provoca rupturas, resultando em desgaste. Para uma dada amplitude de deslizamento, a quantidade de desgaste por unidade de distância de deslizamento e por unidade da carga normal aplicada aumenta linearmente com o número de ciclos oscilantes até uma amplitude de cerca de 300 μm. Acima desta amplitude, a taxa de desgaste por unidade de distância de deslizamento torna-se constante, idêntica às taxas de desgaste por deslizamento unidirecional ou recíproco. Isso então dá um limite superior possível para a amplitude de escorregamento para o caso de *fretting* real (BHUSHAN, 2013). Corrosão por *fretting* é definida como a corrosão causada por pequenos e repetitivos movimentos numa situação de aparente repouso. Pequenas vibrações relacionadas a corrosão por *fretting* não precisam ser, necessariamente, causadas por ações mecânicas externas. No entanto, o acúmulo de detritos, aliado às altas tensões no contato, ocasionam uma deformação plástica próxima à superfície, ocasionando o aparecimento de microtrincas[3]. A fadiga por *fretting* ocorre quando uma ou mais destas microtrincas propagam-se para o interior do material (PEREIRA *et al*., 2000). Um exemplo disso são as partículas de aço que se oxidam devido à ação do oxigênio do ar e esse pó de óxidos de Fe_2O_3 são abrasivas sobre a superfície do próprio metal. Por causa da proximidade das superfícies e do movimento de pequena amplitude (resultado de vibração externa), há pouca oportunidade para os produtos de corrosão escaparem. O movimento oscilatório adicional causa desgaste abrasivo e oxidação, o qual pode seguir indefinidamente (BHUSHAN, 2013). No desgaste por *fretting* ocorre a formação dos debris, mas estes mantêm-se entre o contato das superfícies, não escapando para fora do local do deslizamento.

Estruturas de concreto são geralmente fixas, não estando sujeitas a movimento relativo. Portanto, o desgaste por deslizamento do concreto em geral é negligenciado.

---

[3]Microtrincas são fissuras muito reduzidas que se produzem que podem evoluir para trincas e, finalmente, levar a falha mecânica do material (NUNES et al., 2009).

Porém, estruturas fixas podem estar sujeitas a movimentos indesejados de pequena amplitude, os quais podem levar ao desgaste por *fretting*. Nesse sentido, Guo *et al*. (2019) investigaram o comportamento de desgaste por *fretting* e o mecanismo tribológico de borracha contra o concreto em equipamento tensionador utilizado em operações de assentamento de tubulações *offshore* para abastecimento de gás e óleo sob diferentes condições de trabalho. Os resultados demonstraram que as características do desgaste por *fretting* são fortemente influenciadas pela amplitude dos deslocamentos. Os ensaios de desgaste da borracha contra o concreto foram realizados em equipamento de desgaste por atrito. A borracha (amostra superior) foi fixada e o concreto (amostra inferior) foi deslizado tangencialmente sob o motor, conforme mostrado nas Figuras 8 e 9. Os autores escolheram 4 tipos de comprimento de deslizamento de 1,0, 1,5, 2,0 e 3,0 mm e frequência fixa de 1Hz, respectivamente. Além disso, a faixa de carga foi de 20N a 40N, o que poderia atingir a tensão máxima em torno de 1,7MPa.

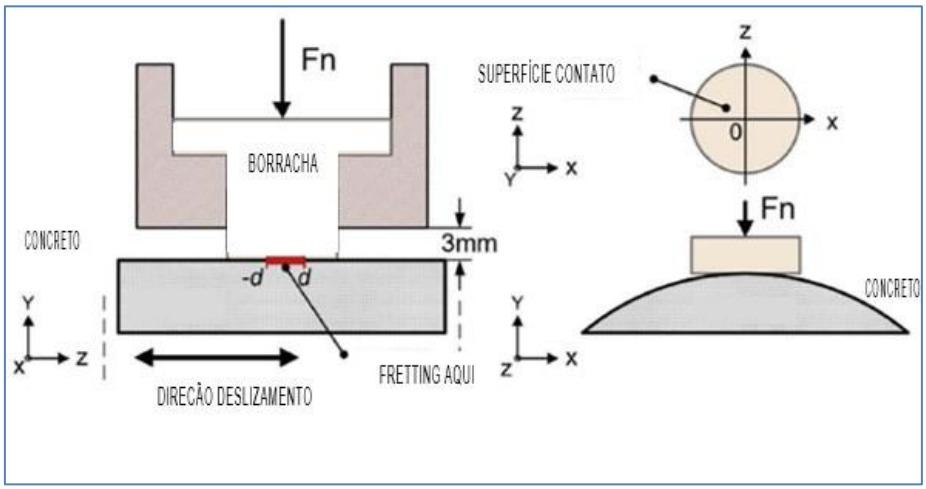

Figura 8: Esquema de desgaste por *fretting* entre borracha e concreto.
Fonte: GUO *et al*. (2019).

Os outros parâmetros experimentais foram aplicados da seguinte forma: a duração foi ajustada para 60 minutos com 3600 ciclos, e todos os testes de fretting foram realizados em temperatura ambiente de 20 ± 2°C, com umidade de 40%. Para cada tipo de parâmetro de ensaio, foram realizados três ensaios de onde se obteve a média dos resultados finais. As trilhas de desgaste na borracha foram analisadas por microscópio a laser 3D e (MEV) microscopia eletrônica de varredura.

O desgaste abrasivo e a fadiga de contato foram os principais mecanismos observados no atrito da borracha contra o concreto. Ocorreu um desgaste abrasivo nas áreas deslizantes relativas, formando muitas cavidades e arranhões paralelos à direção do movimento do concreto. Nesta área, uma grande quantidade de detritos de desgaste de borracha foi gerada e interposta entre as superfícies de contato. A geração irregular e o transbordamento dos detritos de moagem agiram como lubrificação sólida, reduzindo o coeficiente de atrito com flutuações violentas. Os resultados demonstraram que vários regimes por atrito podem ser apresentados sob diferentes amplitudes de deslocamento e carga, e que as características de desgaste por atrito podem ser fortemente dependentes da amplitude de deslocamento.

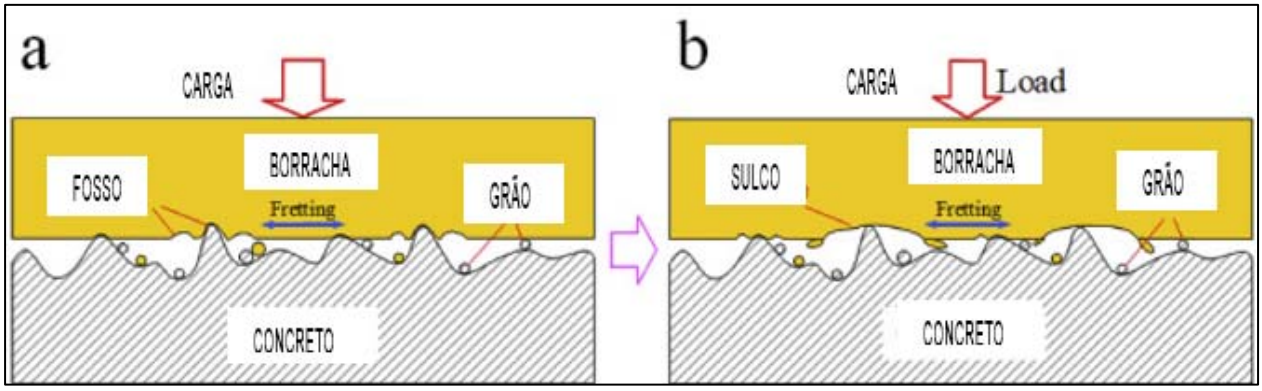

Figura 9: Esquema de desgaste por *fretting* borracha/concreto.
Fonte: Adaptação de GUO *et al*. (2019).

Na Figura 10 são apresentadas as curvas de atrito obtidas pelos autores. Quando o deslocamento *D* = 1,0 mm, as curvas de coeficiente de atrito foram quase retas horizontais, sendo que o coeficiente de atrito em 20 N e 30 N foram aproximadamente iguais e muito maiores do que em 40 N. Em contraposição, as curvas do coeficiente de atrito sob todos os três tipos de cargas flutuaram acentuadamente. Além disso, os detritos de desgaste produzidos foram um aspecto significativo na condução do comportamento de atrito e desgaste da borracha.

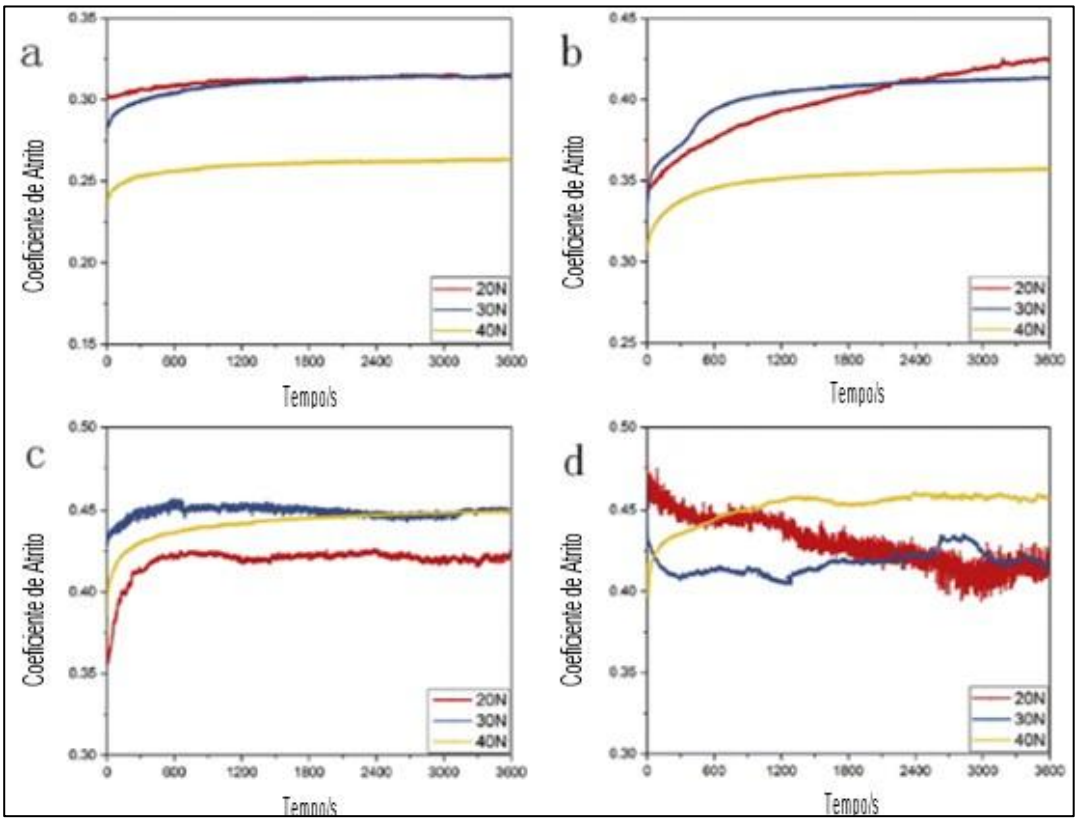

Figura 10: Coeficiente de atrito sob diferentes cargas com o tempo: (a) D = 1,0 mm, (b) D= 1,5 mm, (c) D = 2,0 mm, (d) D = 3,0 mm.
Fonte: Adaptação de GUO et al. (2019).

No entanto, é consenso entre os pesquisadores em tribologia que o *fretting* se caracteriza por deslocamentos cíclicos até uma amplitude máxima de cerca de 300 µm. Para valores superiores a esse, não se caracterizaria mais *fretting*, como é o caso do trabalho de Guo et al (2019), onde os autores utilizaram distâncias de deslizamento de 1, 2 e 3 mm, muito superiores à condição estabelecida para que o desgaste por *fretting* se caracterize. A implicação de uma interpretação errada sobre quais as amplitudes máximas a serem aplicadas no *fretting* podem resultar em interpretações equivocadas dos fenômenos que possam ocorrer na realidade.

2.2.3 Desgaste em concretos

No caso do concreto inúmeros são os fatores que podem afetar a resistência ao desgaste. Contudo, os principais fatores são relação *água*/cimento, tipos de agregado, resistência à compressão, tratamento superficial e cura. Há de se considerar que a relação água/cimento é um dos principais fatores que podem afetar a resistência à abrasão. Liu (1981) apud Mehta & Monteiro (2014) demonstraram em

sua pesquisa que a redução da relação água/cimento resultou em maior resistência ao desgaste por abrasão-erosão de concretos (Figura 11), ou seja, quanto menor a relação água/cimento menor a perda por abrasão-erosão. Na mesma figura pode-se observar a influência do tipo de agregado, em que os agregados de maior dureza foram os que proporcionaram resistência à abrasão mais elevadas em concretos estruturais.

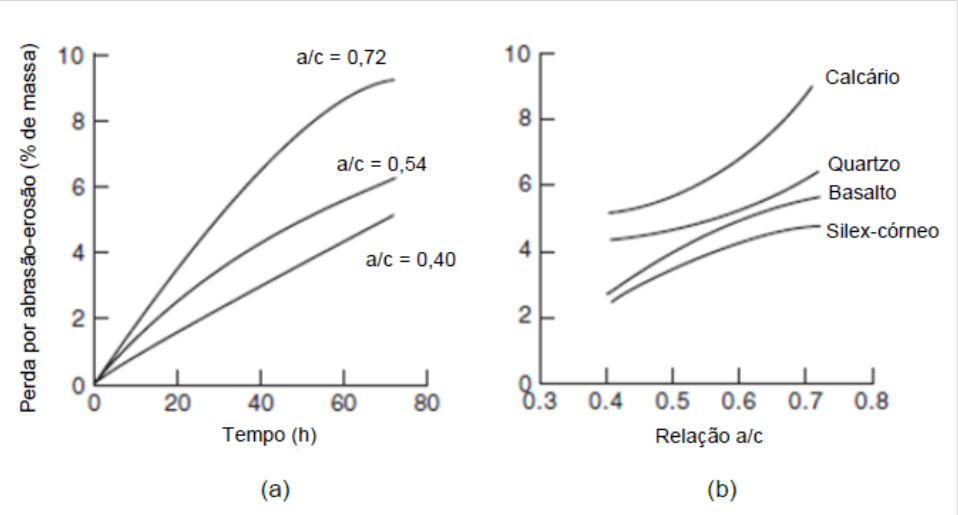

Figura 11: Resistência à abrasão em concretos estruturais: (a) Influência da relação água/cimento; (b) Influência do tipo de agregado.
Fonte: LIU (1981) adaptado por MEHTA & MONTEIRO (2014).

Por outro lado, deve-se considerar que existe grande correlação entre resistência à abrasão e resistência à compressão do concreto. Naik et al. (1995) apud Andrade (2005) observaram tal correlação ao estudar a influência da adição de cinza volante na resistência à abrasão de concretos. Denomina-se de cinza volante o material finamente particulado proveniente da queima de carvão (com a finalidade de gerar energia) pulverizado em usinas termoelétricas. Cinzas volantes são materiais de textura mais fina e tradicionalmente adicionada na fabricação de cimentos. Esse material também tem sido utilizado como adição mineral ou substituição parcial ao cimento, durante a mistura de concretos em betoneiras (DAL MOLIN, 2011). Os autores concluíram que independentemente do percentual de cinza volante utilizado - 0%, 15%, 30%, 40%, 50% e 70%, a resistência à abrasão é diretamente proporcional à resistência à compressão e que a profundidade de desgaste reduz proporcionalmente ao aumento da resistência à compressão.

Daí a importância da dureza e da resistência superficial, pois relacionam-se diretamente com a resistência à abrasão.

Quando ocorrem inconvenientes, como o impacto na superfície do concreto causado por objetos ou cargas, é necessário o uso de endurecedores líquidos ou cimentícios, os quais formam uma camada protetora superficial altamente resistente ao desgaste (GARCÍA et al., 2008). Bauer et al. (2002), por exemplo, comprovaram a eficiência do uso de endurecedores na redução do desgaste superficial, pois demonstraram em sua pesquisa que com maior relação água/cimento, ou seja, de 0,65, a redução variou entre 15% e 18%; comparadas com argamassas de menor relação água/cimento de 0,40 e 0,50.

A cura do concreto é o processo no qual se busca obter a hidratação uniforme e completa do cimento e impedir a perda de água pela superfície exposta visando minimizar a possibilidade de empenamento do material por ressecamento da face superior e o surgimento de fissuras por retração. Tem sido observado que o processo de cura incide de forma positiva sobre a resistência à abrasão (CHODOUNSKY & VIECILLI, 2007). De acordo com o método de cura utilizado o desgaste à abrasão será maior ou menor. Na Figura 12 é demonstrada a adaptação de Fonseca (2009) sobre a influência do tipo de acabamento de superfície e o método de cura em relação ao desgaste de superfícies de concreto. Como pode-se observar, os concretos regularizados com régua e curados com membranas de cura por 24 horas são os que apresentam menor desgaste por abrasão. Convém salientar que membrana de cura é um produto líquido composto de hidrocarbonetos especiais à base d'água, desenvolvido para aplicação como membrana de cura química em concreto.

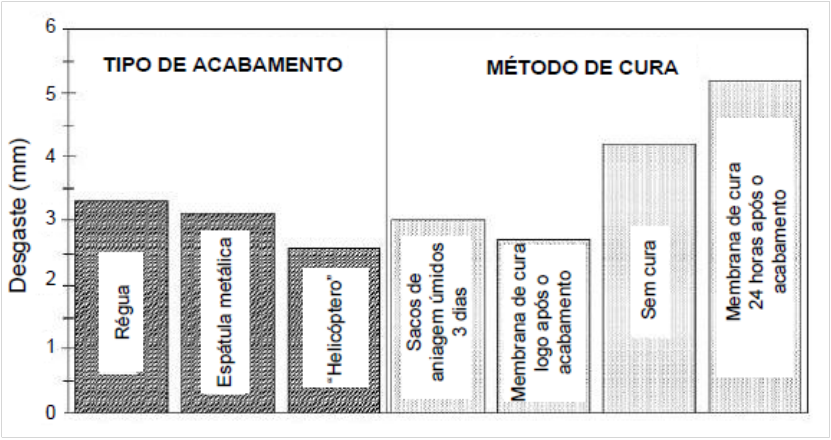

Figura 12: influência dos métodos de acabamento e das condições de cura na resistência à abrasão das superfícies de concreto.
Fonte: MYERS & RAMÓN (1998) adaptado por FONSECA (2009).

Portanto, a resistência ao desgaste por abrasão está totalmente relacionada à qualidade da camada superficial do concreto. Nesse sentido, a resistência da superfície dever ser melhorada, ou seja, a pasta de cimento e o agregado utilizados devem ter a capacidade de resistir às solicitações de desgaste (ANDRADE, 2005). O mesmo pode-se dizer em relação à resistência ao *fretting*, pois é um desgaste de superfície com uma amplitude de movimento muito pequeno que também é capaz de influenciar nas propriedades do concreto.

2.3 Concretos com nanopartículas

Alguns nanomateriais utilizados atualmente como: a nanossílica, nanoalumina, dióxido de titânio, nanopartículas de óxido e ferro, nanotubos de carbono, óxido de grafeno, nano argila e resíduos de pó de vidro são capazes de influenciar de forma positiva as propriedades mecânicas de materiais à base de cimento. Além das propriedades mecânicas, esses nanoreforços podem, em certos casos, levar à redução dos poros do concreto e aumentar a durabilidade. Pesquisas realizadas nas áreas de cimento e nanocompósitos têm demonstrado que certas adições de nanomateriais ao cimento demonstram modificações importantes na estrutura da pasta, o que proporciona a execução de concretos menos porosos, mais resistentes e, por sua vez mais duráveis (MARCONDES et al., 2015; ALY et al., 2011; RASHAD, 2013). Aly et al. (2011) observaram tal comportamento através de análise térmica diferencial (ATD), análise termogravimétrica (ATG) e difração de raios-X (DRX) com a redução do teor de hidróxido de cálcio $Ca(OH)_2$ nas argamassas com pó de vidro e com combinação híbrida de pó de vidro e nanoargila, e confirmaram melhorias nas propriedades mecânicas e a ocorrência de reação pozolânica após 28 dias de hidratação com substituição parcial de cimento por pó de vidro e nanoargila em relação às argamassas de referência.

Chaipanich et al. (2010) estudaram o comportamento de pastas e argamassas de cimento de cinza volante com percentuais de adição de 0,5% e 1% em peso de nanotubos de carbono e observaram uma boa interação entre os nanotubos de carbono e matriz de cimento de cinza volante. Os nanotubos de carbono atuaram como um enchimento (efeito filler), resultando em uma microestrutura mais densa e de maior resistência quando comparada à mistura de cinza volante de referência (sem

nanotubos de carbono). A maior resistência obtida para argamassas de cimento foi para a adição de 20% de cinza volante e de 1% nanotubos de carbono, onde a resistência à compressão aos 28 dias foi de 51,8 MPa. É possível verificar um bom desempenho das nanopartículas quando adicionadas às pastas e argamassas de cimento Portland, o que pode estar relacionado ao tamanho dos nanomateriais utilizados e que podem ocasionar um “efeito filler” que é o fenômeno em que as nanopartículas com seu tamanho extremamente pequeno e grande área de superfície em relação ao seu volume, conferem propriedades únicas as quais podem promover o preenchimento dos vazios entre os agregados maiores e, assim, melhorar as propriedades mecânica de pastas e argamassas. Além do efeito filler as nanopartículas podem promover um “efeito reforço” o qual ocorre devido a melhor coesão da matriz de cimento onde as nanopartículas podem atuar como ancoragens entre os grãos de cimento e agregados, ocasionando melhorias nas propriedades mecânicas (MARCONDES et al., 2015; CHAIPANICH et al., 2010; MAKAR et al., 2005).

2.3.1 MXenes

Nos últimos anos, um novo nanomaterial denominado *MXene* tem despertado interesse no meio científico, que se destaca por ser um componente cristalino bidimensional e com estrutura semelhante ao grafite. São considerados como uma nova família (2D) de carbonetos, nitretos e carbonitretos bidimensionais dos metais de transição produzidos por remoção seletiva do elemento “A” das fases MAX, que são metalicamente condutivas, tornando-os um dos mais novos, e mais versáteis materiais. Descobertos em 2011, os *MXenes* são sintetizados a partir de carbonitretos de metais de transição inicial conhecidos como fases MAX, onde M é um metal de transição inicial, A é um elemento do grupo IIIA ou IVA e X corresponde a C e N. São sólidos em camadas conectados por fortes ligações metálicas, iônicas e covalentes, como Ti_2AlC, Ti_3AlC_2 e Ta_4AlC_3. Os *MXenes* são sintetizados a partir da família de materiais conhecida por cerâmicos “MAX”. Os *MXenes* combinam a condutividade metálica dos carbonetos dos metais de transição com a natureza hidrofílica de suas superfícies terminadas com hidroxila ou Oxigênio ou Flúor (SHEKHIREV et al., 2021).

No processo de produção dos derivados bidimensionais dos *MXenes*, denominado esfoliação, ocorre a retirada do elemento A, o que explica a origem do termo “MX”. Já o final “ene” é proveniente das semelhanças em termos de morfologia entre a estrutura obtida e o *graphene* (grafeno) (Figura 13). Assim, MXene significa “MAX” (fase sem A) e com estrutura de *graphene* (grafeno). Cada fase MAX pode originar mais de um tipo de *MXene*, pois a extração do elemento A ocorre por ataque químico, que pode ser atingido através da utilização dos elementos químicos NaF (fluoreto de sódio), HF (ácido fluorídrico), HCl (ácido clorídrico), entre outros (WANG et al., 2018; NAGUIB et al., 2011).

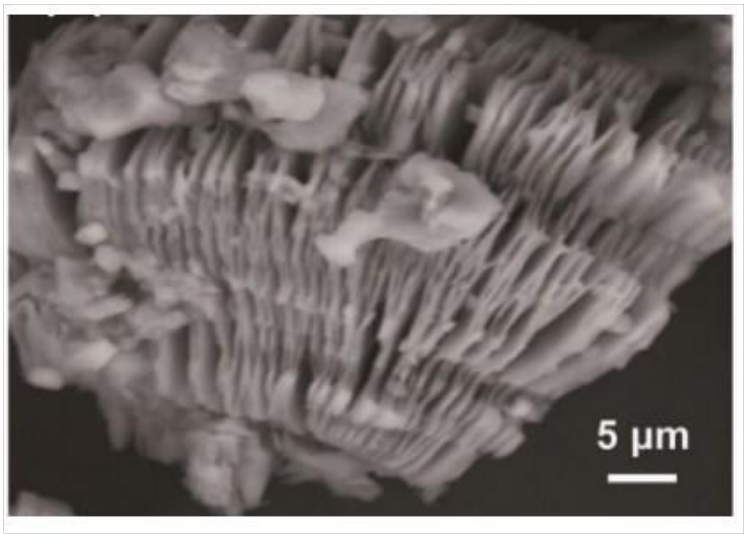

Figura 13: Aparência de MXene visto sob um microscópio eletrônico de varredura produzido após tratamento de Ti_3AlC_2 em ácido fluorídrico.
Fonte: NAGUIB et al. (2011).

É crescente o aumento da popularidade desse nanomaterial entre pesquisadores de diversas áreas da ciência e da engenharia, como: em armazenamento de energia, na eletrônica e medicina, entre outros. Nesse sentindo há notória importância em caracterizar e relatar corretamente a composição e as propriedades do MXene pesquisado (SHEKHIREV et al., 2021).

Na Figura 14.a é representado o processo de esfoliação do Ti_3AlC_2 com átomos de alumínio substituídos por íons hidroxila (OH) através do tratamento com HF (Figura 14.b) e o material após a sonicação em metanol com a quebra das ligações de hidrogênio (Figura 14.c). As camadas $M_{n+1}X_n$ são quimicamente estáveis. Em comparação, como os átomos do grupo A são fracamente ligados, eles são as espécies mais reativas. Por exemplo, aquecer Ti_3SiC_2 em uma atmosfera rica em

carbono resulta na perda de Si e na formação de TiC_x (NAGUIB et al., 2011). Pode-se demonstrar através das equações 1, 2 e 3 as reações do Ti_3AlC_2 em ácido fluorídrico (NAGUIB et al., 2011).

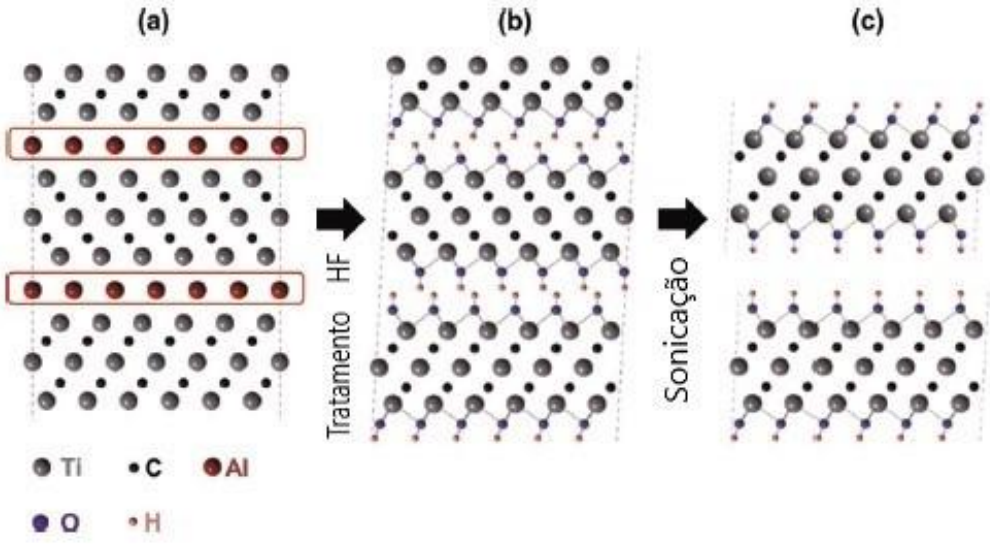

Figura 14: Esquema do processo de esfoliação para Ti3AlC2. a) estrutura Ti3AlC2. b) átomos de Al substituídos por OH após a reação com HF. c) quebra das ligações de hidrogênio e separação de nanofolhas após sonicação em metanol. Onde: Ti=Titânio; C= carbono Al= alumínio; O= oxigênio; H= hidrogênio.
Fonte: NAGUIB et al. (2011).

$$Ti_3AlC_2 + 3HF = Al_3 + 3/2H_2 + Ti_3C_2 \quad (1)$$

$$Ti_3C_2 + 2H_2O = Ti_3C_2(OH)_2 + H_2 \quad (2)$$

$$Ti_3C_2 + 2HF = Ti_3C_2F_2 + H_2 \quad (3)$$

Além das propriedades destacadas, os *MXenes* exibem aplicações potenciais interessantes como: armazenamento de energia, blindagem de interferência eletromagnética, purificação de água, sensores, lubrificação e reforço para compósitos (ANASORI et al., 2017). O Ti_3C_2 lamelar é o membro mais representativo da fase *MXene*; exibe excelentes propriedades entre as quais se pode destacar: a alta condutividade térmica, o baixo coeficiente de atrito e a boa estabilidade química (ALHABEB et al., 2018; CAO et al., 2018).

As nanopartículas de *MXenes* têm forte potencial para a aplicação em contatos deslizantes dos elementos de máquinas, bem como na investigação do *fretting* e comportamento de desgaste em rolamentos axiais. Nesse sentido, Marian et al. (2020) utilizaram nanofolhas de *MXenes* como lubrificante sólido em elementos de máquinas e o desempenho sob *fretting* foi aprimorado no contato do rolamento. Além disso, foram prolongadas a eficiência energética e a vida útil dos rolamentos axiais das esferas. Desse modo, foi observada uma redução no torque de atrito em um fator de até 3,2 vezes, uma extensão da vida útil em cerca de 2,1 vezes e uma diminuição da taxa de desgaste acumulado linear em até 2,9 vezes, em comparação às referências em que não foram utilizados os revestimentos de *MXene*. Esses resultados demonstraram o potencial tribológico das nanopartículas de $Ti_3C_2T_x$ e a influência sobre o desgaste por *fretting* (Figura 15). Os autores também destacaram que dependendo do método de sintetização realizado nos *MXenes* é possível obter grupos de nanomateriais personalizados, o que pode resultar em uma atividade tribológica ainda melhor, e no caso de lubrificantes sólidos pode-se obter um desempenho que ultrapasse os de última geração.

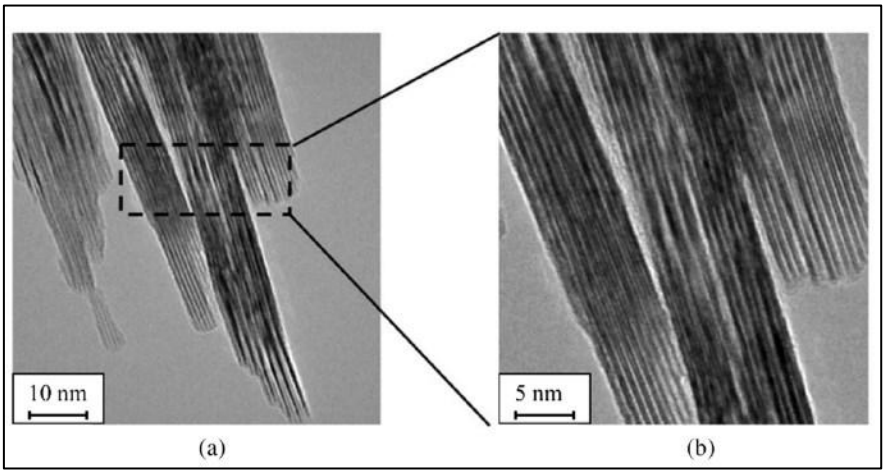

Figura 15: Imagem de caracterização por microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (MET - HR) das nanopartículas $Ti_3C_2T_x$ sintetizadas (a e b).
Fonte: MARIAN et al. (2020).

Lian et al. (2018) destacaram o uso de flocos 2D *MXenes* de Ti_3C_2 e sua utilização como lubrificantes sólidos e que sua ação pode reduzir o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste em cerca de quatro e dez vezes, respectivamente. Os autores atribuiram a redução do atrito e da taxa de desgaste à presença do Ti_3C_2, o qual impediu o contato direto das superfícies deslizantes pelo efeito da lubrificação gerada

na fricção do Ti_3C_2. Estes resultados foram obtidos em ensaios tribológicos ao ar, à temperatura ambiente, utilizando um tribômetro rotacional tipo esfera sobre disco. Nos ensaios foram utilizados discos de cobre (30 mm × 25 mm× 3 mm) e em contrapartida uma esfera de aço AISI 52100. Os flocos de Ti_3C_2 foram dispersos em água deionizada para fabricar uma solução coloidal concentrada de 1,5 mg/mL, os quais foram pulverizados sobre os substratos usando-se uma concentração de 0,2 mL de solução através de um pulverizador. Para avaliar o efeito dos flocos de revestimento de Ti_3C_2 foram estabelecidas duas experiências: esfera de aço contra disco de cobre nu; esfera de aço contra cobre modificado com revestimento de nano flocos de Ti_3C_2.

Na Figura 16 é mostrado o gráfico do coeficiente de atrito versus número de ciclos sob cargas de 0,5 e 1 N. O coeficiente de atrito foi baixo e aumentou rapidamente e, finalmente, atingiu um valor de 0,55 (carga de 0,5N) e 0,6 (carga de 1N) até o final do ensaio (pontos azuis e vermelho, respectivamente) nos ensaios de esferas de aço deslizando contra interfaces de cobre nu. Já o teste de esferas de aço contra revestimentos de nano flocos de Ti_3C_2 o coeficiente de atrito diminuiu para 0,15 e 0,19 sob a carga de 0,5N e 1N, (pontos azuis fraco e preto, respectivamente). Esses resultados manifestaram o efeito lubrificante favorável dos revestimentos de nano flocos de Ti_3C_2. Diante do exposto, pode-se dizer que as amostras modificadas (com a presença de *MXenes*) determinaram uma redução da taxa de desgaste e do coeficiente de atrito de 4 a 10 vezes, respectivamente, se comparado com as amostras sem modificação.

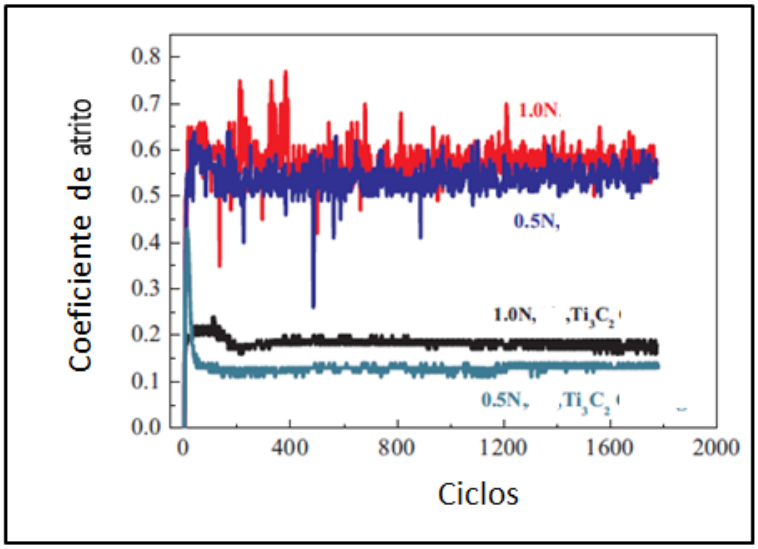

Figura 16: Ciclos versus Coeficiente de atrito.
Fonte: LIAN et al. (2018).

Mai et al. (2019) pesquisaram o comportamento do coeficiente de atrito e da taxa de desgaste no uso de compostos nanofolhas de *MXene* Ti_3C_2/cobre como lubrificantes sólidos. Na sintetização dos compostos Ti_3C_2/cobre os autores utilizaram uma técnica de eletrodeposição a temperatura ambiente. Os estudos tribológicos foram realizados usando um tribômetro tipo esfera sobre disco. A carga aplicada, a velocidade de rotação, a duração do deslizamento e o raio de rotação foram, respectivamente, de 1 N, 200 rpm, 12,5 minutos e 5 mm. Os autores verificaram que nanopartículas Ti_3C_2 podem impedir que peças de atrito entrem em contato direto. O coeficiente de atrito do revestimento sem Ti_3C_2 atingiu um valor médio alto de cerca de 0,5, indicando um contato direto metal-metal durante o deslizamento, ou seja, com uma taxa de desgaste alta de 70,7 × 10^{-5} mm^3/N.m. Já o coeficiente de atrito no uso dos revestimentos compostos de nanofolhas de Ti_3C_2/cobre foram mais baixos e estáveis, com coeficiente de atrito médio entre 0,27 e 0,3, correspondendo a 46% e 40% de redução do coeficiente de atrito em comparação com o revestimento sem MXene. Em resumo, os *MXenes* podem ser considerados uma alternativa promissora em relação aos lubrificantes sólidos comuns. Na Figura 17 se pode observar que a superfície desgastada (0% de Ti_3C_2) sem o uso do lubrificante sólido foi caracterizada por grandes detritos de desgaste, fraturamento e deformação plástica, demonstrando a presença de desgaste adesivo e abrasivo. Ao contrário disso, o desgaste da superfície no uso do revestimento compósito (26% de Ti_3C_2 e 40% de Ti_3C_2) ficou bastante lisa e com apenas alguns microsulcamentos.

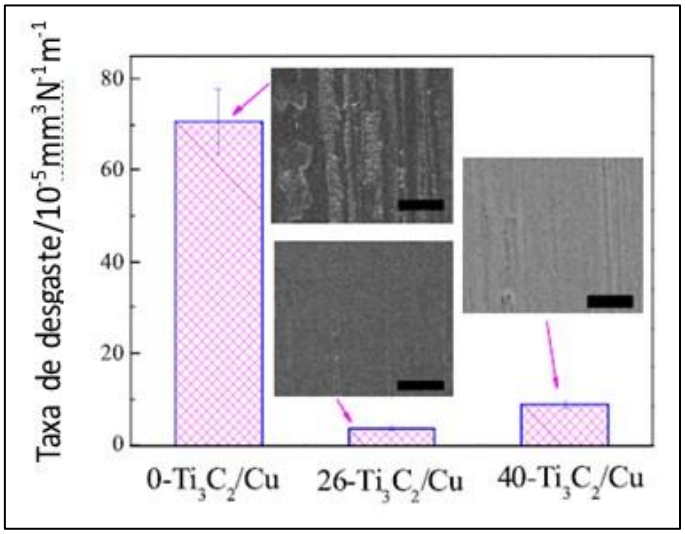

Figura 17: Gráfico de taxa de desgaste versus quantidade de eletrodeposição de Ti_3C_2. Imagens de Raman correspondentes as adições de 0% de Ti_3C_2; 26% de Ti_3C_2 e 40% de Ti_3C_2. Fonte: MAI et al. (2019).

Yan et al. (2020) investigaram as propriedades tribológicas e anticorrosivas dos *MXenes* Ti_3C_2/grafeno híbrido em revestimento epóxi e observaram como essa composição é capaz de contribuir para o aumento da resistência ao desgaste e a resistência à corrosão. Foi avaliado o comportamento tribológico do revestimento compósito preparado contra esferas de Al_2O_3 e Si_3N_4 sob deslizamento a seco e em solução de NaCl a 3,5% em peso. Os autores observaram que o *fretting* e a taxa de desgaste do revestimento compósito sob deslizamento a seco foram reduzidos em aproximadamente 11% e 88%, respectivamente, enquanto aqueles sob solução de NaCl a 3,5% em peso foram reduzidos em aproximadamente 40% e 98%, respectivamente, devido ao efeito sinérgico do Ti_3C_2 e do grafeno em aumentar muito a resistência ao desgaste. A taxa de desgaste foi maior onde não foi introduzido qualquer tipo de composto sobre o revestimento epóxi puro (EP puro), e nesse caso o coeficiente de atrito foi mais elevado se comparado com o uso de compósitos sobre o revestimento (MG-EP, M-EP, G-EP) (Figura 18), sendo (EP puro) = revestimento epóxi puro; (MG-EP) = revestimento epóxi com Ti_3C_2/Grafeno; (M-EP) = revestimento epóxi com Ti_3C_2; (G-EP) = revestimento epóxi com grafeno.

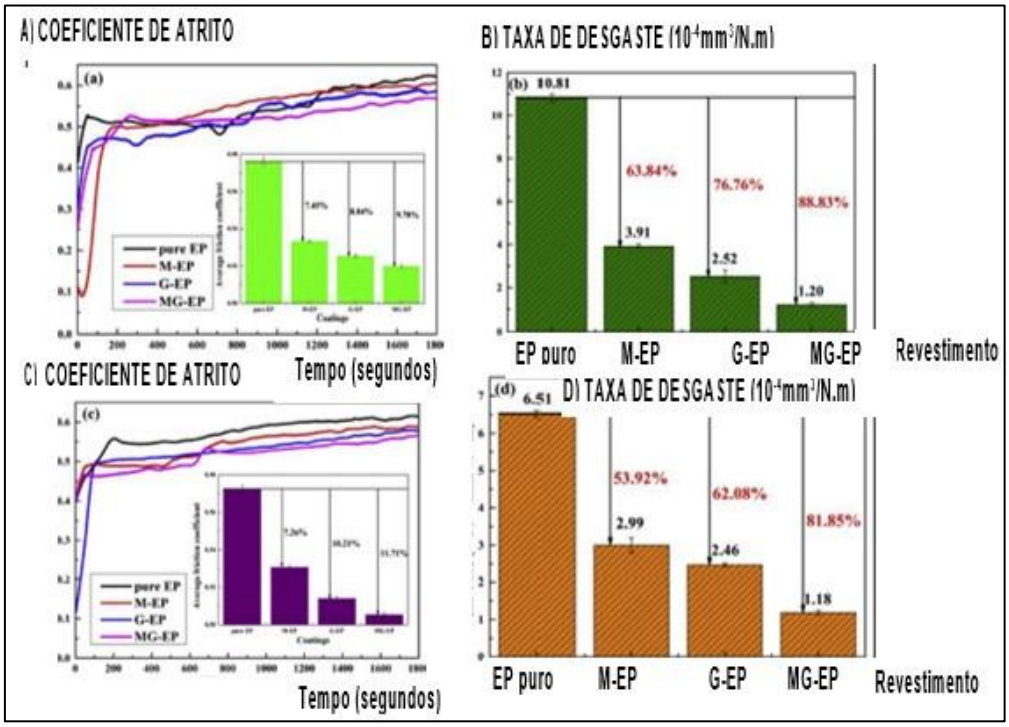

Figura 18: Coeficiente de atrito em função do tempo de deslizamento (Figuras a e c) e taxa de desgaste de todos os revestimentos pesquisados (Figuras b e d).
Fonte: YAN et al. (2020).

Yan et al. (2019) demonstraram que nano folhas de Ti_3C_2 apresentam um bom desempenho anticorrosivo quando utilizadas em revestimento epóxi. As nanofolhas Ti_3C_2 de camada reduzida foram preparadas como aditivo anticorrosivo em diferentes quantidades de adição introduzidas em resina epóxi para fazer revestimentos compostos Ti_3C_2/epóxi, e o desempenho anticorrosivo foi investigado em detalhes por meio de curvas de polarização potenciodinâmica, espectroscopia de impedância eletroquímica, ensaio de absorção de água e teste acelerado de corrosão. O revestimento composto com 1,0% em peso de nano folhas de Ti_3C_2 foi o que exibiu o maior potencial de corrosão e a menor densidade de corrente de corrosão.

Hu et al. (2020) pesquisaram o uso de *MXenes* ($Ti_3C_2T_x$) para aprimorar as propriedades mecânicas e de atrito de compósitos de alumíno (Al). Os compósitos obtidos exibiram uma distribuição homogênea de $Ti_3C_2T_x$. A dureza Vickers e a resistência à tração aumentaram continuamente com o aumento do teor de $Ti_3C_2T_x$. Uma dureza de 0,52 GPa e resistência à tração de 148 MPa foram obtidas no composto com 3% em peso de compósito de $Ti_3C_2T_x$ /Al. As propriedades de atrito do alumínio puro e do compósito $Ti_3C_2T_x$/Al foram estudadas comparativamente sob deslizamento a seco. Foi constatado um baixo coeficiente de atrito de 0,2; ou seja, duas vezes menor que o alumínio puro, o qual foi alcançado com adição de 3% em peso de $Ti_3C_2T_x$. Pode-se dizer que $Ti_3C_2T_x$ atuou como um lubrificante sólido que foi capaz de reduzir o desgaste abrasivo e melhorar as propriedades de atrito dos compósitos da matriz de alumínio.

O uso de *MXenes* como reforço para concreto não tem sido estudado na literatura, mas um trabalho foi encontrado relativo ao reforço de pastas de cimento com *MXenes*. Yin et al. (2015) investigaram adições de 0%; 0,04% e 0,08% em peso de *MXene* (Figura 19) e observaram que o percentual de 0,04% melhorou significativamente o desempenho mecânico de pastas de cimento nas primeiras idades de hidratação: 1 dia, 3 dias e 7 dias, com um aumento de resistência à compressão de 26,2%, 12,4% e 11,7%, respectivamente, em relação ao traço com 0% de adição. No entanto, com adições maiores de 0,08% em peso a resistência à compressão aumentou apenas 2,3%, 8,2% e 6,1%, respectivamente. Em análise de difração de raios-X, após incorporação do *MXene*, os autores observaram que esse nanomaterial não participa no processo de hidratação do cimento, mas pode afetar no processo de crescimento de cristais de nucleação.

Os resultados obtidos indicaram que o principal papel do *MXene* no processo de hidratação do cimento foi de promover a transformação da etringita[4] (produto da reação do cimento com água) em uma distribuição regular, com uma estrutura de conexão de rede de crescimento de cristais, contribuindo para a melhora significativa no desempenho mecânico da pasta de cimento. Provavelmente, isso possa ser devido ao fato de que o MXene seja capaz de fornecer um ponto de crescimento do gel de etringita e C-S-H no processo de hidratação do cimento (YIN et al., 2015).

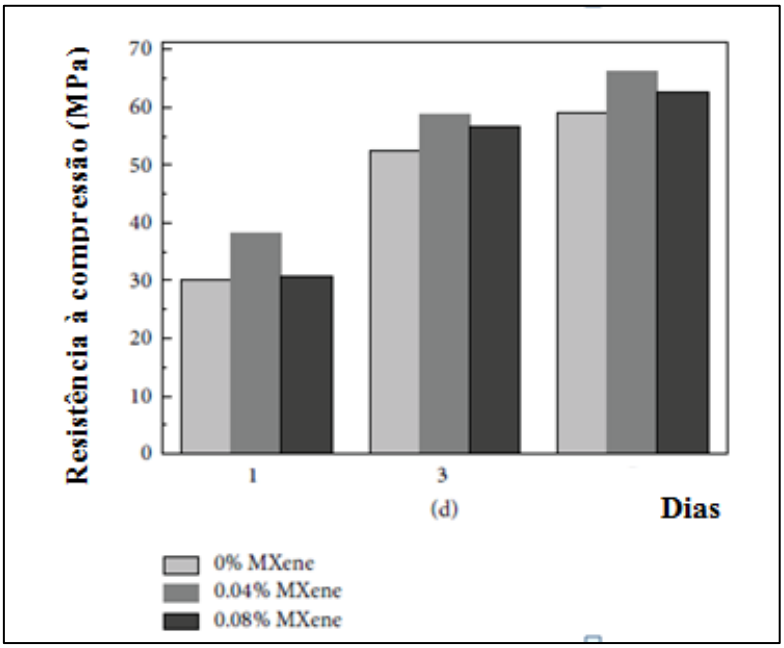

Figura 19: Resultados de resistência à compressão de adições de *MXene* de 0%; 0,04% e 0,08% em pastas de cimento.
Fonte: YIN et al. (2015).

No estudo de Rosenkranz et al. (2019) sobre o comportamento do desgaste de amostras de aço com e sem o uso de *MXenes* como lubrificante sólido ficou evidente que o coeficiente de atrito inicial do aço referência foi maior do que o aço com nanopartículas de $Ti_3C_2T_x$ (Figura 20.a). O coeficiente de desgaste inicial do aço de referência foi aumentando até estabilizar-se em valores próximos de 0,7. Nas Figura 20.b e 20.c pode-se observar as imagens de MEV do aço de referência. Já, o aço com nanopartículas, de desgaste inicial de 0,17 mostrou uma transição suave para valores

[4]*Etringita é uma das fases de hidratação do cimento, quando esse entra em contato com água formando além de etringita, gel de C-S-H e portlandita $Ca(OH)_2$. Da formação de gel do C-S-H e do intertravamento das partículas é que resulta a pega e o endurecimento (KIHARA & CENTURIONE, 2005).*

de cerca de 0,21. Foram aplicadas 2 gotas de dispersão de 500 µL com concentração de 0,4 mg/ ml na superfície das amostras de aço. Nas Figuras 20.d e 20.e quase nenhum sinal de abrasão e marcas de desgaste são observados para a amostra revestida com $Ti_3C_2T_x$.

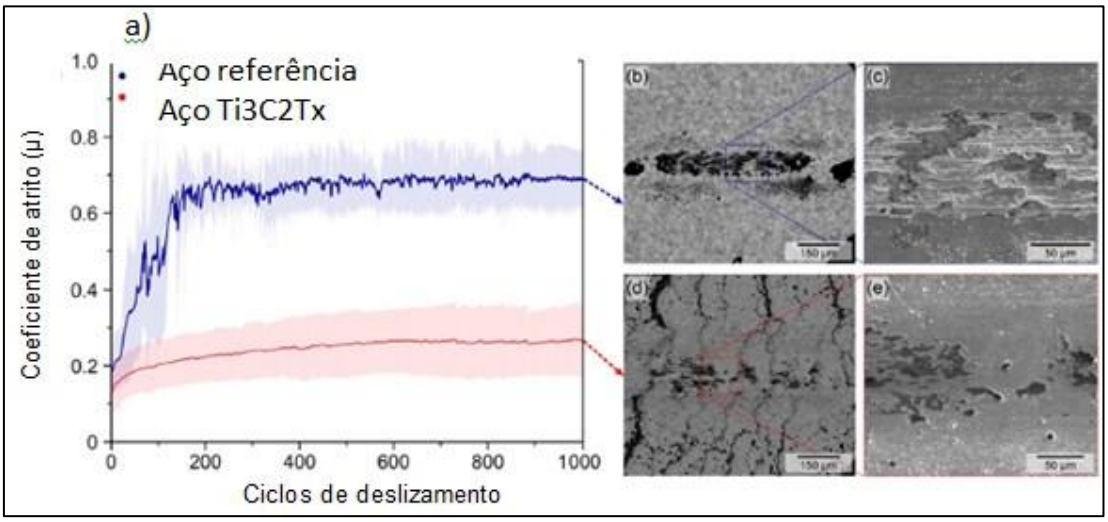

Figura 20: Avaliação tribológica das nanopartículas $Ti_3C_2T_x$ como lubrificante sólido (a) coeficiente de atrito versus ciclos de deslizamento; (b) e (c) micrografias MEV do aço de referência; (d) e (e) micrografia Eletrônica de Varredura (MEV) do aço com nanopartículas $Ti_3C_2T_x$.
Fonte: ROSENKRANZ et al. (2019)

Em várias pesquisas se tem discutido a síntese e aplicações de *MXenes*, embora muitas vezes, a caracterização seja negligenciada. Devido à grande variedade de composições *MXene*, muitas vezes é necessário utilizar técnicas avançadas de caracterização sendo que cada uma dessas tem sua própria particularidade. Uma das maiores vantagens dos *MXenes* sobre os outros nanomateriais é sua versatilidade em relação às propriedades químicas, as quais são facilmente controladas para o uso em aplicações específicas (SHEKHIREV et al., 2021).

Yin et al. (2015) ao pesquisarem o comportamento de adições de *MXenes* em pastas de cimento, obtiveram um melhor desempenho mecânico com adições de 0,04% de *MXenes* em comparação com pastas de cimento sem qualquer adição. Partindo do princípio de que as nanopartículas podem ocasionar uma distribuição mais regular e ordenada, o que se reflete na melhoria da resistência mecânica, e considerando o ótimo desempenho dos *MXenes* como lubrificantes sólidos. (LIAN et al., 2018; MAI et al., 2019; MARIAN et al., 2020). Devido ao elevado custo e à

dificuldade de síntese das nanofolhas, optou-se por utilizar, nesta pesquisa, 0,02% de nanofolhas *MXenes* funcionalizadas adicionadas à água de mistura do concreto para a obtenção do concreto modificado.

2.3.2 Metodologias de dispersão de nanopartículas

Nos corpos de prova modificados foram utilizadas nanofolhas *MXenes* as quais foram inseridas nas amostras de concreto de duas formas: a primeira diz respeito à formação de um nanocompósito de concreto contendo *MXenes*. A segunda diz respeito à deposição superficial de nanofolhas de *MXenes* pelo método *drop-casting*. A seguir descrever-se-á as duas metodologias utilizadas para a inserção e deposição dos *MXenes* no concreto.

- DISPERSÃO

Em relação à formação de um nanocompósito de concreto contendo MXenes, é necessário descrever a preparação do nanomaterial antes da adição às argamassas e concretos propriamente ditos. Para obter uma mistura adequada, homogênea e sem aglomeração das nanofolhas de MXenes, é essencial garantir uma dispersão adequada do material. O processo denominado sonicação é o mais comumente utilizado para eliminar a aglomeração das nanofolhas e melhor dispersão, de modo a obter uma melhor homogeneidade e estabilidade da suspensão. No campo da nanotecnologia a capacidade de ter controle sobre a qualidade de dispersão é muito importante, pois a forma como é realizada a dispersão é que determinará as propriedades físico-químicas importantes, tais como: distribuição granulométrica/tamanho, forma, agregação/aglomeração das nanopartículas. Por sua vez, sonicação é o processo de geração de cavitações, que envolve a criação, crescimento e colapso de bolhas (muitas vezes chamadas de pontos quentes) formadas em líquido devido à irradiação de ultra-som de alta intensidade. Em um ambiente de laboratório, o método de sonicação é executado através do uso de um sonicador (KAUR et al., 2017).

No processo de sonicação o material é disperso em um meio solvente como: água, acetona, isopropanol. Marian et al. (2020); Yin et al. (2015) apontam que uma

boa dispersão dos MXenes pode ser realizada em água, alcançando através de um banho ultrassonico, por um tempo de 1 a 2h, antes de ser adicionada às pastas de cimento propriamente ditas.

- DROP-CASTING

Nos dias atuais, a lubrificação sólida ganha um espaço cada vez maior, principalmente devido ao seu atrativo econômico em relação à lubrificação fluida a qual apresenta algumas limitações técnicas. Nesse sentido, o *drop-casting* é um método de aplicação de lubrificantes sólidos eficaz, principalmente para avaliar o comportamento tribológico de determinado nanomaterial. De maneira geral, os lubrificantes sólidos podem ser aplicados em todo o volume do substrato ou somente na superfície de interesse.

Se impregnados em todo o volume do material, podem apresentar certos inconvenientes como a redução da resistência mecânica do material em que se faz a aplicação. Por outro lado, se disponíveis apenas na superfície apresentam a desvantagem de que a solução apresentará uma disponibilidade finita e com o passar do tempo irá perder a sua função no desgaste tribológico. Porém, os fatores que apresentam demasiada influência no desempenho tribológico das superfícies envolvidas são: a quantidade de lubrificante sólido a ser utilizado e como esse irá interagir com o substrato, a forma como as partículas serão depositadas e como se comporta a topografia das superfícies de interesse (DE MELLO et al., 2017).

Devido aos motivos expostos acima, pode-se dizer que o *drop-casting* é um dos processos que pode aprimorar o controle de deposição do nanomaterial sobre o substrato (DONG & Qi, 2015). Esse método de deposição de nanopartículas consiste na inserção de um volume controlado na superfície do substrato em que se utiliza um solvente volátil como veículo. Esse volume de suspensão forma um menisco, o qual evapora progressivamente. Isso permite que as partículas se alinhem entre si e com o substrato, permitindo uma melhor interação entre as partes envolvidas (CINTI & ARDUINI, 2017).

Na Figura 21 é mostrado o processo de deposição do menisco (em vermelho) no substrato (em cinza) em: a) logo após a deposição do menisco (mistura por dispersão das nanopartículas em um solvente); b) espalhamento do menisco; c)

intervalo de tempo destinado à secagem do menisco; d) substrato após a secagem do menisco. É possível observar que após a secagem do menisco há um melhor alinhamento das partículas sobre o substrato (Figura 21.d). A aplicação do menisco é realizada com o auxílio de uma micropipeta de precisão (Figura 21.e). Deve ser utilizado um solvente volátil na dispersão das nanopartículas a serem depositadas sobre o substrato como: acetona, etanol ou isopropanol.

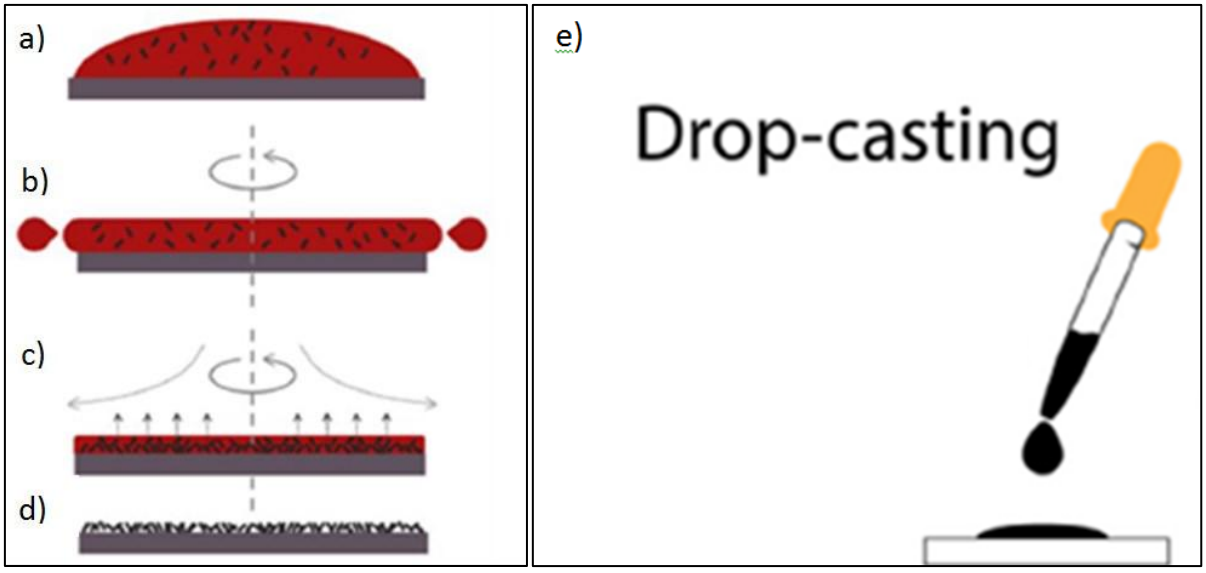

Figura 21: Esquema de deposição de nanopartículas pelo método *drop-casting*.
Fonte: Adaptação de www.ossila.com/.

3 Materiais e Métodos

A Figura 22 resume as etapas necessárias para o desenvolvimento do trabalho. Inicialmente, foi realizada a caracterização dos materiais componentes dos concretos pesquisados. Para a definição do traço e do tamanho dos corpos de prova, foi realizada concretagem experimental para verificar o tamanho ideal dos corpos de prova para os ensaios de desgaste. Nessa etapa, com o auxílio de bibliografias: Silva (2015); Reis (2006); Marcondes et al. (2015) foi definido o traço de referência dos traços modificados. Inicialmente, pensou-se em realizar um estudo de dosagem para a definição do traço referência. No entanto, devido à pandemia e à dificuldade de acesso ao laboratório, optou-se por conduzir uma pesquisa bibliográfica sobre traços já utilizados em outras pesquisas para pisos e pré-moldados de concreto. A pesquisa resultou na utilização do traço de Reis (2006), com o qual realizou-se uma concretagem experimental, na qual verificou-se se a resistência à compressão aos 28 dias estava de acordo com a bibliografia escolhida. Posteriormente, após obter-se uma resistência à compressão média dentro do esperado, conforme a bibliografia selecionada, procedeu-se à concretagem dos corpos de prova, tanto com ou sem a adição de nanofolhas de MXenes. Após a concretagem foram realizados os ensaios de absorção de água, ensaios mecânicos de resistência à compressão do concreto e ensaios de desgaste por abrasão e por *fretting* nos corpos de prova de referência e com a adição de nanofolhas *MXenes*. Após os ensaios propriamente ditos foram realizadas as análises por espectroscopia Raman (Universidade de Santa Catarina) e em microscópio eletrônico de varredura – MEV (Universidade Federal de Santa Catarina) nos corpos de prova de referência e com a adição de nanofolhas *MXenes*. Em seguida, realizou-se o tratamento estatístico dos resultados com objetivo de se conhecer melhor o comportamento do concreto frente aos desgastes. Após o tratamento estatístico das amostras com e sem *MXenes* os resultados foram comparados e analisados.

Esta seção descreve em detalhes todos os materiais e procedimentos utilizados no desenvolvimento do trabalho.

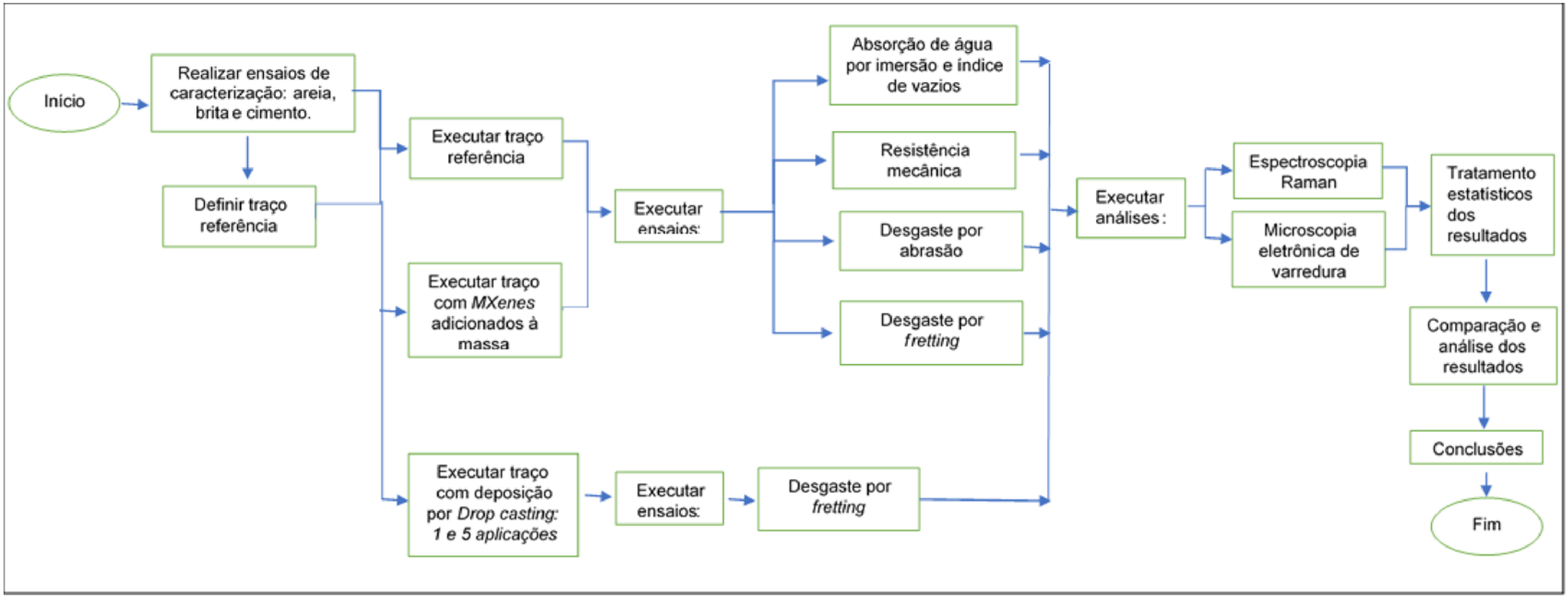

Figura 22: Fluxograma das etapas necessárias para o desenvolvimento da tese.

Para o desenvolvimento da pesquisa foram utilizadas as seguintes matérias primas: aglomerante cimentício, agregados miúdo e graúdo e nanofolhas *MXenes*.

3.1 Materiais (Matérias-primas)

3.1.1 Aglomerante cimentício

No desenvolvimento da pesquisa foi utilizado o cimento Obras Especiais da Votorantim, adquirido comercialmente. Este foi caracterizado quanto a massa específica (NBR 16605, 2017); resistência à compressão (NBR 7215, 2019); início e fim de pega (NBR 16607, 2018); finura do cimento por meio da peneira (NBR 11579, 2012) e composição química do cimento: para avaliar as quantidades dos compostos MgO, SO_3, entre outros. Geralmente, no sul do Brasil são empregados cimentos do tipo composto pozolânico CP II-Z e de alta resistência inicial CP V-ARI em obras de pisos de concreto.

3.1.2 Agregado miúdo

O agregado miúdo utilizado é uma areia de constituição quartzosa com distribuição granulométrica contínua. A areia foi caracterizada quanto às suas propriedades físicas, conforme os ensaios de: distribuição granulométrica e módulo de finura (NBR NM 248, 2003); massa específica e massa específica aparente (NBR NM 52, 2003); impurezas orgânicas (NBR NM 49, 2001) e de massa unitária (NBR NM 45, 2006). Em todos os ensaios realizados a areia (Figura 23.a) foi submetida ao processo de quarteamento (Figura 23.b) para que as amostras pesquisadas sejam representativas do material em sua totalidade.

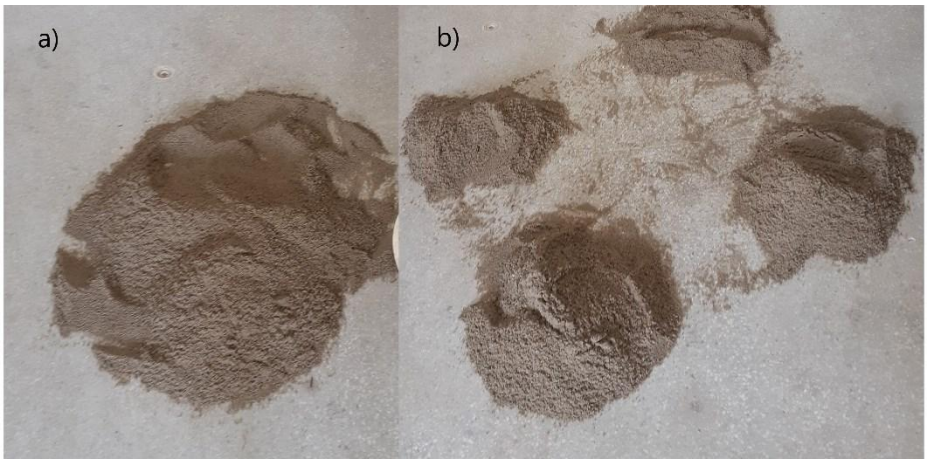

Figura 23: Areia: a) amostra a ser ensaiada; b) quarteamento da amostra.

No ensaio de distribuição granulométrica foi realizada a determinação da porcentagem em peso que cada faixa especificada de tamanho de partículas que representam a massa do agregado que se quer investigar. Foram ensaiadas duas amostras de areia de 300 gramas. Cada amostra de areia ensaiada passou por peneiramento em série de peneiras padrão conforme os requisitos da norma da ABNT NBR NM 248 (2003). Para cada amostra de agregado foram realizadas as pesagens do material retido acumulado em cada peneira padrão. No final foi realizada uma média aritmética dos percentuais retido acumulados entre as amostra de areia. Após foi traçado o perfil de distribuição granulometrica: percentual retido acumulado versus a abertura de peneiras padrão (mm) e foram representados os limites superior e inferior de distribuição granulometrica para a zona ótima do agregado descritos pela ABNT NBR 7211 (2019). Foram traçados também os limites superior e inferior de distribuição granulometrica para a zona utilizável do agregado também descritos pela ABNT NBR 7211 (2019).

3.1.3 Agregado graúdo

O agregado graúdo utilizado foi uma brita zero de constituição granítica. O tamanho da brita foi definido em função do trabalho de Reis (2006), o qual foi adotado como referência nessas pesquisa. As propriedades físicas foram obtidas através dos ensaios de: composição granulométrica (NBR NM 248, 2003); massa específica (NBR NM 53, 2009); massa específica unitária no estado solto (NBR NM 45, 2006) e de

abrasão de Los Angeles (NBR NM 51, 2001), seguindo as exigências da NBR 7211 (2019).

Em todos os ensaios realizados a brita zero (Figura 24.a) foi submetida ao processo de quarteamento (Figura 24.b) para que as amostras ensaiadas pudessem representar o material em sua totalidade.

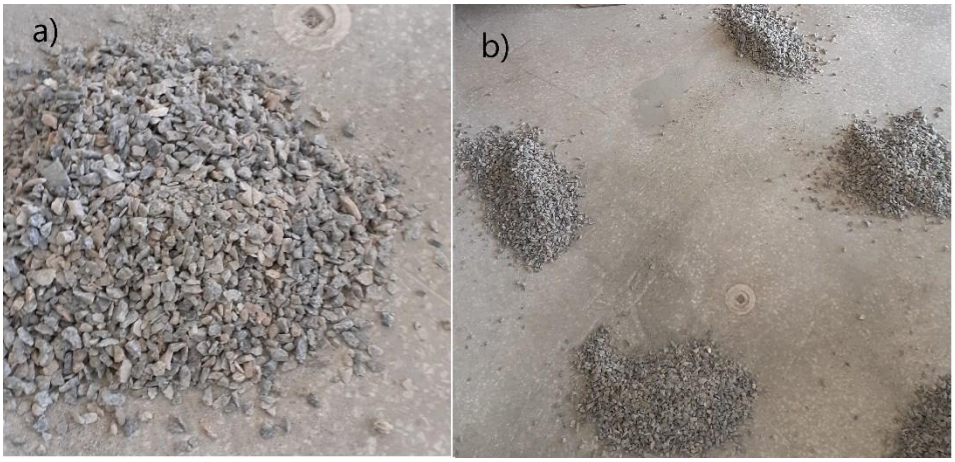

Figura 24: Brita: a) amostra a ser ensaiada; b) quarteamento da amostra.

Os ensaios de caracterização física e mecânica, previstos no fluxograma da Figura 22, foram desenvolvidos no Laboratório de Materiais e Construção Civil e no Laboratório de Engenharia de Superfícies da Escola de Engenharia da FURG.

3.1.4 Nanopartículas *MXenes*

Os *MXenes* utilizados nessa pesquisa foram obtidos através de doação do laboratório de Engenharia Química, Biotécnologia e Materiais da Universidade de Santiago-Chile, cedidos pelo professor Doutor Andreas Rosenkranz do Departamento de Engenharia Química, Biotécnologia e Materiais. As nanofolhas de $Ti_3C_2T_x$ multicamadas foram produzidas com base na metodologia descrita por Rosenkranz et al. (2019); Boidi et al. (2022). Rosenkranz & Grütz et al. (2019) verificaram em sua pesquisa que a síntese de nanofolhas multicamadas é bem-sucedida, ou seja, com uma estrutura regular e homogênea (Figura 25.a), indicando a alta qualidade do material. Através da espectroscopia de raios-X por energia dispersiva foi confirmado que o titânio, o carbono, o oxigênio e o flúor são os elementos principais, enquanto apenas traços menores de alumínio foram encontrados (Figura 25.b). Na Figura 25.c é representada

micrografia de alta resolução de uma parte de nanofolha *MXene*. Através de difração de raios-X e de espectroscopia Raman verificaram a existência de contribuições de superfície de hidroxila (-OH), o que concordou bem com a literatura (SHEKHIREV et al. 2021). Na Figura 25.d é apresentada a análise transversal da amostra a qual revela uma distância entre camadas de 0,826 ± 0,065 ηm.

É de conhecimento que a síntese química é o processo de obter compostos químicos novos a partir de substâncias mais simples. No caso dos *MXenes* no processo de sintetização o alumínio presente em sua composição é removido seletivamente e substituído aleatoriamente por terminações superficiais contendo oxigênio (grupos O e –OH) e flúor (grupos F) (ANASORI et al., 2017).

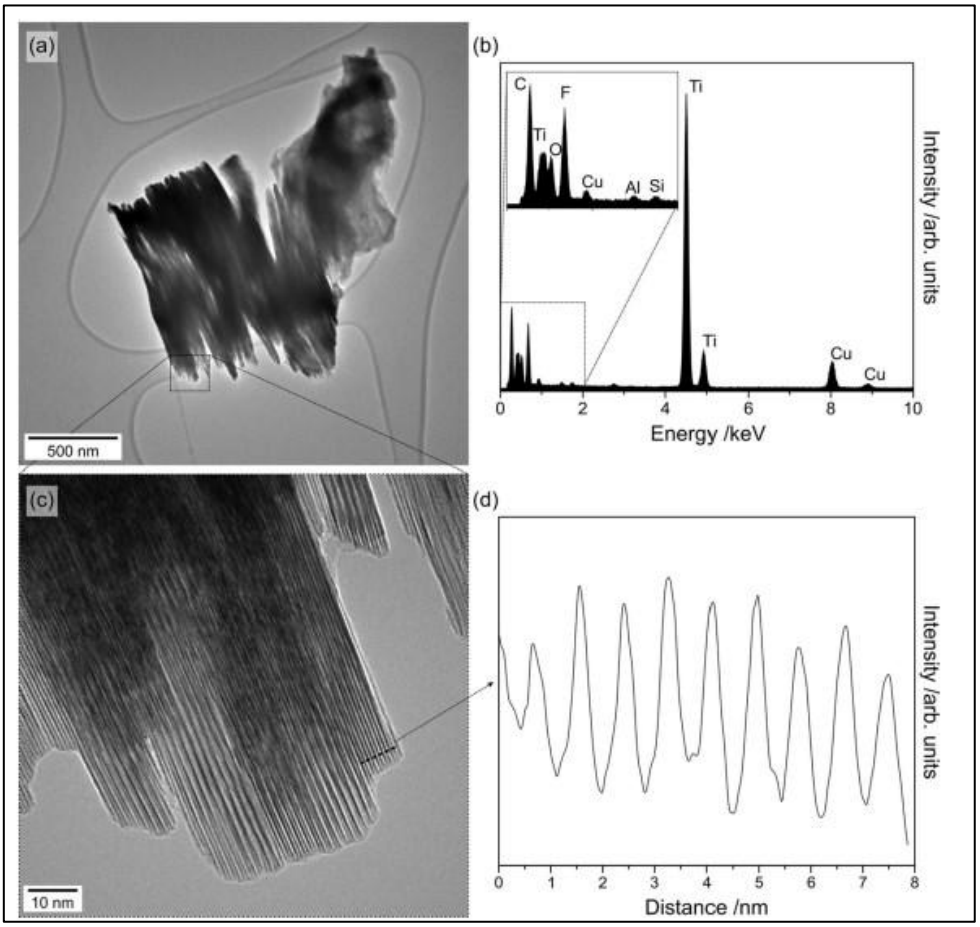

Figura 25: Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução das nanofolhas de $Ti_3C_2T_x$. (a) Micrografia electrónica de transmissão com (b) a correspondente análise química por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X e (c) Micrografia de alta resolução com (d) o respectivo perfil.
Fonte: Adaptação de Rosenkranz, Grützmacher et al. (2019).

Os autores realizaram ensaios de difração de raios-X e espectroscopia de Raman e obtiveram informações sobre as terminações de superfície e água

potencialmente intercaladas. Entretanto, pode-se observar que o tratamento com (HF) fluoreto de hidrogênio da sintetização não removeu totalmente os átomos de alumínio do reagente Ti_3AlC_2 o que se pode observar da análise de MET – EDX. Na Figura 26.a em análise de DRX pode-se observar que há ocorrência de grupos terminais que incluem contribuições hidroxila (-OH), terminações de flúor (F) e oxigênio (O). Na Figura 26.b através de espectroscopia Raman pode-se observar picos pronunciados de 125cm^{-1}, 212cm^{-1} e 701cm^{-1} que podem ter correlação com vibrações originadas por: $Ti_3C_2O_2$, $Ti_3C_2F_2$ e $Ti_3C_2O_2(OH)_2$, os quais são grupos terminais que representam o componente T_x de $Ti_3C_2T_x$ (HU et al., 2020).

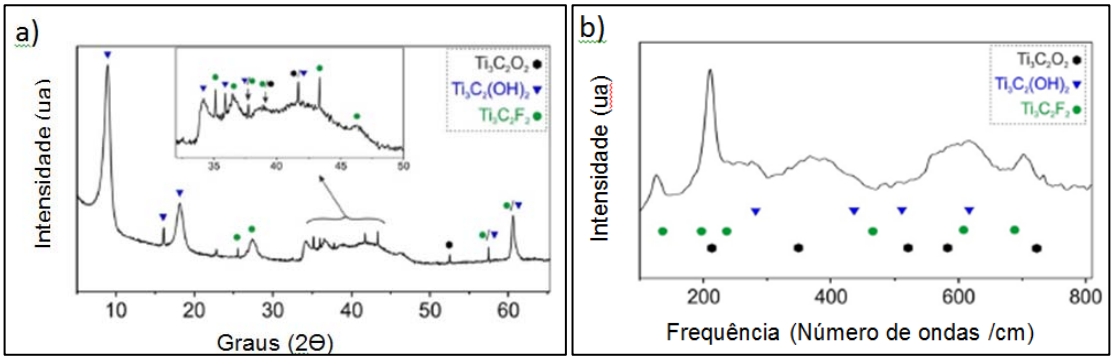

Figura 26: Caracterização das nanopartículas por: $Ti_3C_2T_x$ a) difração de raios-X (DRX); b) espectroscopia Raman.
Fonte: Rosenkranz et al. (2019)

Neste trabalho os *MXenes* foram usados no concreto de duas maneiras: dispersos na massa e depositados na superfície de corpos de prova moldados com o concreto referência.

3.2 Métodos

O método desenvolvido nessa pesquisa foi o de avaliar o efeito do uso de nanofolhas *MXenes* $Ti_3C_2T_x$ reforçado com nanofolhas *MXenes* e com deposição na superfície, no tocante ao desgaste por abrasão e por *fretting*, assim como avaliar a propriedade mecânica de corpos de prova reforçados com *MXenes* em relação a resistência à compressão.

Para o desenvolvimento do trabalho foram elaborados dois tipos de concreto: o referência, constituído de cimento, areia grossa e brita zero; e outro modificado a

partir da inserção de *MXenes*, constituído com nanofolhas *MXenes*, areia grossa e brita zero.

3.2.1 Concreto referência e com adição nanofolhas *MXenes*

O concreto referência foi elaborado com um traço comumente utilizado em obras de pavimentos, pisos industriais e em pré-moldados, e suas características foram usadas como parâmetros na avaliação do efeito do reforço devido à presença dos *MXenes*. Para a obtenção do concreto referência foi realizada uma pesquisa a partir de revisões bibliográficas de concretos semelhantes ao que se pretende avaliar nessa pesquisa. Dessa forma, foram moldados corpos de prova no mesmo traço da pesquisa de Reis (2006) de: 1:1,5:2,5 (cimento: areia grossa : brita zero), sem a presença de adições; com relação água/cimento 0,48; e com resistência à compressão aos 28 dias de 44,7MPa.

Com a necessidade de uma mistura adequada, homogênea, estável e sem a existência de aglomeração das nanofolhas *MXenes* foi necessário realizar adequada dispersão do material. Para tal, foi utilizada a técnica de sonicação. Após a pesagem, as nanofolhas MXenes (Figura 27.a) foram misturadas em 500 ml de água utilizando um banho ultrassônico da marca Skymen, modelo JP-010S, por 1,5 h, a uma temperatura de, no máximo, 24 °C e com uma potência de 60 W (Figura 27.b). Durante esse período, toda a quantidade de $Ti_3C_2T_x$ em água rompeu a tensão superficial da solução e dispersou-se no líquido. É importante salientar que os 500 ml de água utilizados na dispersão das nanofolhas foram subtraídos da quantidade total de água que compõe o traço, considerando a relação água/cimento de 0,48. Após a dispersão das nanofolhas, a mistura (água + MXenes) foi adicionada à composição do traço (Figura 27.c). A moldagem dos corpos de prova referência e modificados foi realizada em betoneira de eixo inclinado devido à falta de uma betoneira de eixo vertical no laboratório. Além disso, a argamassadeira de eixo vertical disponível no laboratório só poderia ser utilizada para argamassas ou pequenos volumes de concreto. Após a concretagem experimental verificou-se que a mistura dos materiais estava adequada e, por esse motivo, as concretagens seguiram em betoneira de eixo inclinado.

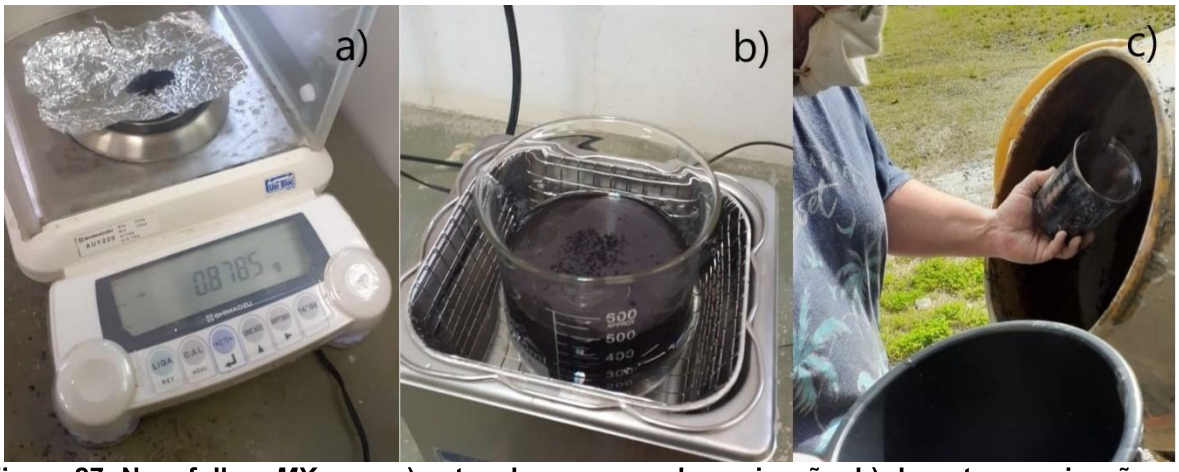

Figura 27: Nanofolhas *MXenes*: a) antes do processo de sonicação; b) durante a sonicação em ultrassom e c) após a sonicação, as nanofolhas sendo misturadas ao concreto em betoneira.

3.2.2 Deposição de nanofolhas *MXene* por *drop-casting*

Na tentativa de avaliar o comportamento tribológico dos *MXenes* como lubrificante sólido, foi realizado ensaio com a deposição das nanofolhas pelo método *drop-casting* na superfície de contato de corpos de prova de concreto referência. Foram moldados seis corpos de prova (Tabela 1) sendo que em três foi realizada a deposição de apenas uma camada de solução contendo as nanofolhas e nos outros três foi realizada a deposição de cinco camadas.

Tabela 1: Ensaio por deposição *drop-casting*.

Variáveis	Amostras sem MXenes	Aplicações
1 aplicação	3 amostras	1
5 aplicações	3 amostras	5

Antes das aplicações os substratos foram limpos com acetona em ultrassom por 20 minutos. Após foram secas com ar quente e apoiadas com o auxílio de um nivelador para evitar inclinações que ocasionassem o acúmulo de fluido em um dos lados durante as deposições. Na superfície do substrato foi dispensado um volume controlado, por meio de uma micropipeta de precisão e utilizando um solvente volátil (isopropanol) como veículo. A solução com as nanofolhas foram depositadas a uma concentração de aproximadamente 0,4mg/ml de *MXenes*. Antes de depositadas as soluções passaram pelo processo de sonicação em ultrassom para a dispersão das nanofolhas *MXenes*. A adequada dispersão das nanofolhas *MXenes* foi alcançada em

torno de 1,5 hora, pois dentro desse período de tempo a solução se tornou homogênea e assumiu uma cor escura, indicando uma distribuição uniforme das nanofolhas na solução. Com o auxílio de um termômetro a temperatura foi verificada para evitar o aquecimento excessivo do material (MARIAN *et al.* 2020).

Os ensaios foram realizados em sala com umidade relativa de 75% e temperatura de 24°C controladas. A solução das nanopartículas depositadas por aplicação foi de 4μL/cm^2 de área de seção transversal de substrato. A cada aplicação de solução sobre o substrato, foi aguardado o tempo de secagem, sendo que esse ficou em torno de 2 minutos e 30 segundos (CINTI & ARDUINI, 2017). Após as aplicações de material no substrato, e transcorrido o tempo de secagem foram realizados os ensaios de desgaste por *fretting* (Figura 28).

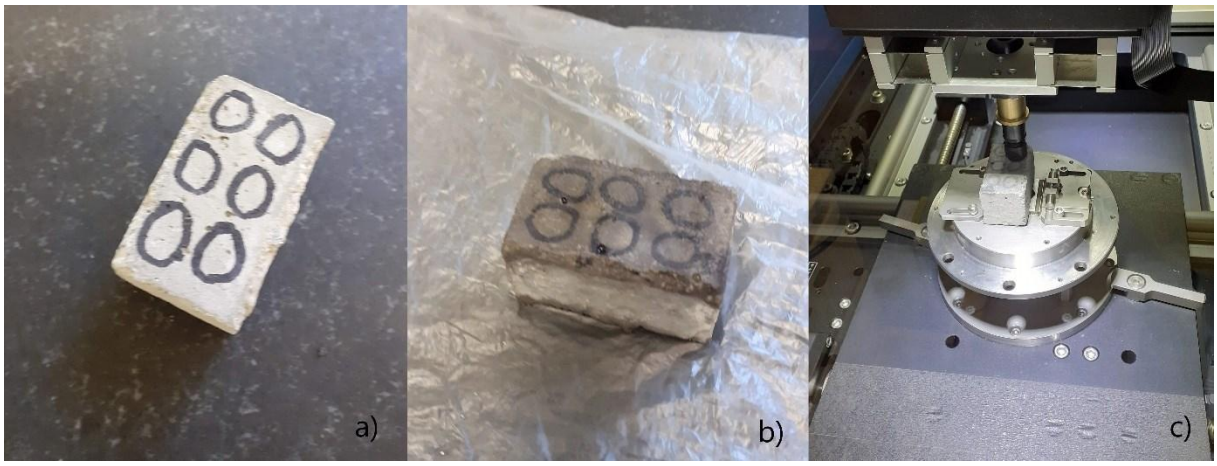

Figura 28: Aplicações das nanofolhas *MXenes* e ensaio *fretting*: a) corpo de prova antes da aplicação drop-cating; b) corpo de prova após 5 aplicações; c) corpo de prova na máquina *fretting*.

3.2.3 Caracterização mecânica dos concretos: ensaio de resistência à compressão

Foram moldados dois grupos de corpos de prova de concreto conforme a NBR 5738 (2015): um sem nanofolhas (referência) composto por cimento, areia grossa e brita zero; e outro com cimento modificado pela adição de nanofolhas de $Ti_3C_2T_x$. A quantidade de $Ti_3C_2T_x$ utilizada foi de 0,02% em água de mistura do concreto. Devido à reduzida quantidade de *MXenes* utilizada, a massa apresentada na Tabela 2 foi medida com uma balança de resolução 10^{-4} g. A Tabela 2 mostra as proporções de cada material utilizado para produzir os corpos de prova de concreto.

O consumo de cimento de 480 kg/m^3 utilizado na confecção dos traços de concreto atendeu ao preconizado pela NBR 12.655 (2015), que estabelece um mínimo de 320 kg/m^3. A norma estabelece tal valor mínimo para concretos com classe de agressividade ambiental III (risco de deterioração grande). Considerando que o concreto dessa pesquisa esteja inserido em um ambiente como a cidade de Rio Grande (ambiente marinho) o consumo de 480 kg/m^3 está adequado pelos padrões de norma. O mesmo se pode dizer sobre a relação água/cimento de 0,48 utilizada, a qual está dentro dos padrões de classe de agressividade e qualidade do concreto preconizados pela NBR 12.655 (2015) que estabelece um máximo de 0,55.

Tabela 2: Traços e proporcionamento utilizado na confecção dos concretos.

Traço	Cimento	*MXene*	Areia	Brita	Água/ cimento	Consumo de cimento= C
	Kg	g	Kg	Kg	a/c	Kg/m^3
Traço unitário	1	* 0,02% em relação a água de mistura	1,50	2,50	0,48	480
Sem *MXene*	4,65	0	6,97	11,62	0,48	480
Com *MXene*	4,65	0,5407	6,97	11,62	0,48	480

*0,02% de MXenes funcionalizados foram adicionados a uma parte da água de mistura do concreto (500 ml).

Os corpos de prova referência, sem e com adição de nanofolhas *MXenes*, foram rompidos quanto a resistência à compressão (NBR 5739, 2018), ensaiados quanto à absorção de água por imersão (NBR 9778, 2005), quanto à resistência ao desgaste por abrasão e ao desgaste por *fretting*. Nos ensaios de resistência à compressão foram moldados 12 corpos de prova cilíndricos de 10 cm x 20 cm (NBR 5739, 2018) dos quais: 06 corpos de prova com a adição de nanofolhas *MXenes* e 06 corpos de prova sem a referida adição. Os corpos de prova foram moldados e após 24 horas foram desmoldados e levados ao processo de cura úmida (em água) por 3 dias (6 corpos de prova dos quais: 3 com adição e 3 sem adição) e 28 dias (6 corpos de prova dos quais: 3 com adição e 3 sem adição) (Figura 29.a). Transcorrido o tempo de cura, as amostras foram retiradas da cura úmida e rompidas em prensa hidráulica em ensaios de resistência à compressão (Figuras 29.b e 29.c). No transcorrer do trabalho, optou-se por utilizar somente os valores da resistência a compressão dos corpos com 3 dias de cura, tendo em vista que com esta idade estes, em geral, já possuem mais de 90% da sua resistência mecânica. A moldagem, a cura, a desmoldagem e os ensaios de resistência à compressão dos corpos de prova foram

realizados no Laboratório Geotecnia e Concreto da Universidade Federal do Rio Grande – FURG (Figuras 29 e 30).

Figura 29: Laboratório de Geotecnica e Concreto – FURG: a) corpos de prova em cura úmida; b) cura dos corpos de prova e c) corpo de prova após a ruptura em prensa hidráulica.

Figura 30: Concretagem: (a) materiais utilizados na moldagem do concreto de referência; (b) corpos prova com e sem *MXene* após a moldagem e (c) aparência corpos de prova após a desmoldagem.

A Tabela 3 resume o número de corpos de prova ensaiados à compressão após o período de cura.

Tabela 3: Número de corpos de prova para o ensaio de resistência à compressão.

Ensaios de caracterização do concreto		
Tipos de ensaio	Quantidade de amostras com 0,02% MXenes	Quantidade de amostras sem MXenes
Resistência à compressão aos 3 dias	3	3
Resistência à compressão aos 28 dias	3	3

3.2.4 Ensaios de absorção de água por imersão e índice de vazios dos concretos pesquisados

Considerando que a resistência à compressão é fortemente influenciada pela porosidade de argamassas e concretos e partindo da hipótese de que, devido ao seu

tamanho extremamente pequeno e à grande área de superfície, os *MXenes* possam conferir propriedades únicas, as quais podem promover o preenchimento dos vazios entre os agregados maiores e, assim, melhorar as propriedades mecânicas, como a resistência à compressão. Por esse motivo optou-se em avaliar se houve modificação na microestrutura do material. Para tal foram realizados ensaios de absorção de água por imersão e de Índice de vazios. Na execução dos ensaios foi necessário determinar a massa submersa das amostras os quais foram determinados pelo (PA) Princípio de Arquimedes. Tal técnica é uma das mais utilizadas no meio técnico na determinação da porosidade aparente.

O princípio de Arquimedes ocorre pelo deslocamento de um gás ou líquido quando o material poroso é imerso em seu interior. É importante considerar que tal procedimento de ensaio foi utilizado devido à facilidade de execução, especialmente para o caso de amostras irregulares. Foram utilizados corpos de prova prismáticos de 3 x 3 x 5 cm para a execução dos ensaios de absorção de água por imersão e de porosidade (Figura 31). Nas Figuras 31.a, 31.b e 31.c são mostradas as amostras após a imersão em água, quando na colocação em estufa e após a secagem em estufa para a determinação da massa saturada e seca das amostras. Isso considerando que o índice de vazios possa indicar uma ideia da porosidade das amostras dos concretos pesquisadas com e sem a adição de nanofolhas *MXenes*.

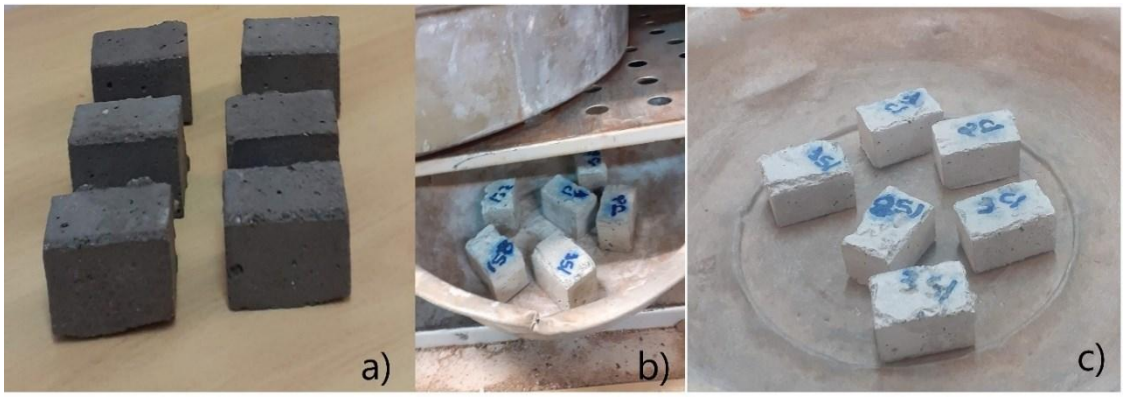

Figura 31: Amostras utilizadas nos ensaios de absorção de água por imersão e índice de vazios. a) após a saturação; b) secagem em estufa; c) após a secagem em estufa.

Transcorrido o tempo de saturação das amostras procedeu-se à pesagem em balança da marca Marte, modelo ASS5500C onde foram registradas as pesagens das amostras imersas em água (Figuras 32.a e 32.b) com resolução 0,01 g.

Figura 32: Ensaio pelo princípio de Arquimedes: a) aparato utilizado na determinação do peso da amostra saturada, imerso em água; b) amostra colocada dentro do aparato antes da imersão em água.

Na determinação dos valores de absorção de água por imersão e índice de vazios (NBR 9778, 2005):

- Absorção de água por imersão: Processo pelo qual a água é conduzida e tende a ocupar os poros permeáveis de um corpo sólido poroso, conforme a Equação 1.

$$\frac{\boldsymbol{Msat - Ms}}{\boldsymbol{Ms}} \times \mathbf{100} \qquad (1)$$

Onde:

M_{sat} = massa do corpo de prova saturado (Figuras 32.a e 32.b).

M_s = massa do corpo de prova seco em estufa após 72 horas em estufa a uma temperatura de (105 ± 5) ^{0}C.

- Índice de vazios: Relação entre volume de poros permeáveis e o volume total da amostra Equação 2.

$$\frac{Msat - Ms}{Msat - Mi} \times 100 \qquad (2)$$

Onde:

M_i= massa do corpo de prova saturado, imerso em água, após pesagem em balança hidrostática.

Os ensaios de absorção de água por imersão e de índice de vazios pelo Princípio de Arquimedes foram realizados no Laboratório Geotecnia e Concreto da Universidade Federal do Rio Grande – FURG.

3.2.5 Ensaio de resistência à abrasão dos concretos pesquisados

As medições de resistência ao desgaste por abrasão foram realizadas, onde a presença de partículas duras pode levar ao seu desgaste severo, como é o caso de pisos cimentíceos ou de estruturas de concreto submersas em meios ricos em partículas abrasivas, como areia. Os ensaios de resistência à abrasão foram realizados em um abrasômetro roda de borracha marca Brastorno, o qual atende às especificações da norma G65. O abrasômetro roda de borracha é uma máquina projetada para a realização de ensaios de desgaste abrasivo com partículas soltas. Durante os ensaios de roda de borracha uma cortina uniforme de areia (abrasivo) é deixada cair entre a amostra e a roda de borracha, sendo que o suporte da amostra deverá ser colocado de tal modo que esta tangencie a roda de borracha. O ensaio consiste em pressionar a amostra contra um disco de aço revestido com borracha sob a alimentação constante de um fluxo abrasivo. O abrasivo foi introduzido entre o corpo de prova e um anel de borracha de dureza especificada. Neste ensaio o corpo de prova foi pressionado contra a roda de borracha que está girando, por meio de um braço de alavanca com peso especificado, enquanto o fluxo de areia desgasta a superfície do corpo de prova (Figura 33).

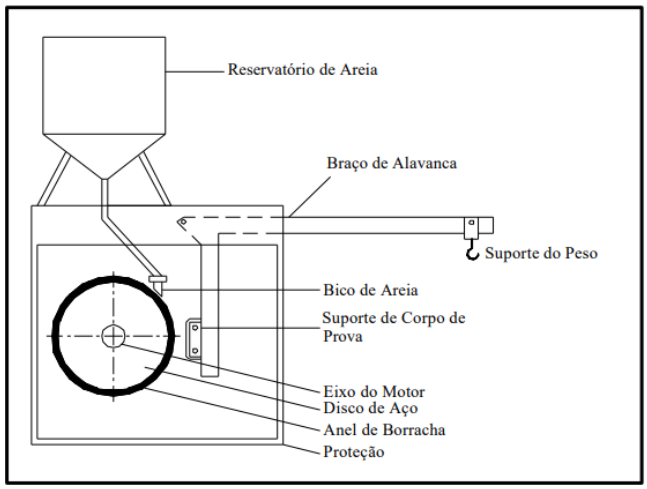

Figura 33: Esquema de funcionamento do equipamento para os ensaios de desgaste por abrasão em roda de borracha. Fonte: Adaptado de ASTM G65-00 (2001).

Na Figura 34.a é mostrado o porta-amostra onde ficaram acondicionadas as amostras, na Figura 34.b uma foto do equipamento e do painel de controle onde se fez a programação do ensaio e na Figura 34.c uma foto de cima do tambor de acondicionamento do abrasivo antes do início do ensaio de desgaste.

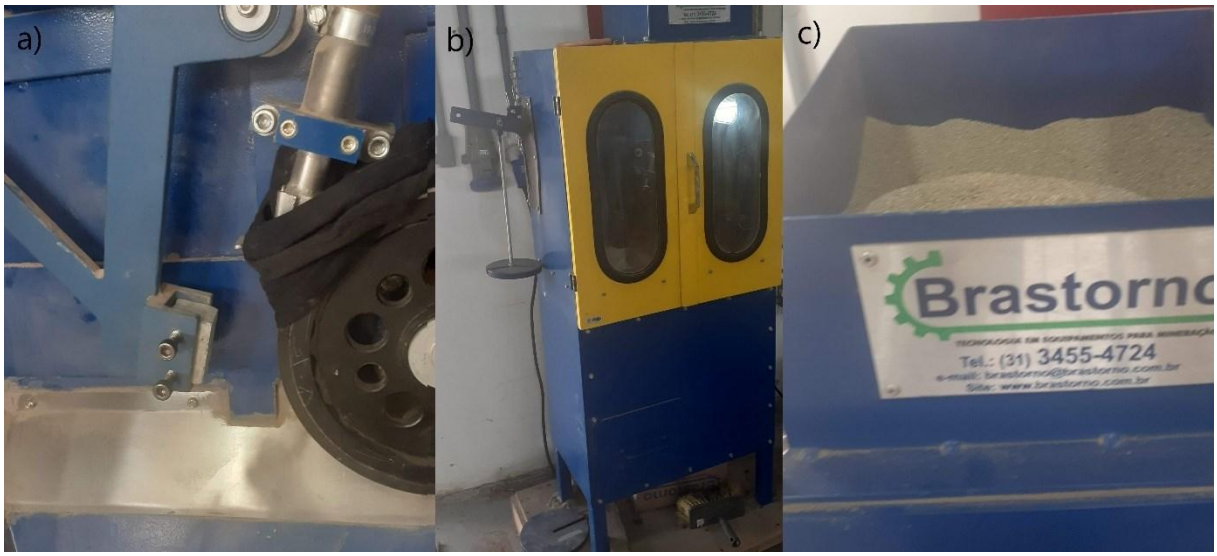

Figura 34: Abrasômetro: a) Amostra acondicionada no porta-amostra; b) máquina de ensaio; c) areia acondicionada no tambor para a realização do ensaio.

Foram realizados alguns ensaios preliminares utilizando os procedimentos padrões de desgaste de acordo com as descrições da ASTM G65-00 (2001): Procedimento “A” para desgaste mais severo (carga = 130 N e tempo de ensaio de 30 minutos) e “D” para desgaste mais suave (carga de 45 N e tempo de ensaio de 30 minutos). No entanto, durante os ensaios experimentais verificou-se que tanto a carga de 130 N, quanto o tempo de 30 minutos eram muito severos para o tipo de material como o concreto. Então, foram realizados testes de qual carga e tempo no qual era possível se obter um desgaste apreciável, mas sem deteriorar os corpos de prova e contracorpo (borracha), a qual esquentava demais durante os ensaios ocasionando o desprendimento de material no concreto. Estes ensaios preliminares levaram à definição de uma carga de 45 N e tempo de ensaio de 5 minutos. Além das testagens de carga e tempo foram realizados testes experimentais em relação ao tamanho dos corpos de prova utilizados nos ensaios. Constatou-se que amostras produzidas de 20 mm x 50 mm x 12 mm eram muito pequenas, pois o tamanho do porta amostra original do abrasômetro era muito reduzido (Figura 35.a), o que tornava as amostras muito frágeis para o tipo de desgaste solicitado as quais acabavam quebrando, mesmo para o desgaste mais suave (carga de 45 N e tempo de 5 minutos). Portanto, tornou-se

necessário aumentar o tamanho do porta amostras (Figura 35.b), ficando os corpos de prova finais para os ensaios com tamanhos de 3 cm x 3 cm x 5 cm (largura x comprimento x altura) (Figura 35.c). Nesse caso, para todas as amostras se utilizou a carga de 45 N e tempo de 5 minutos e variou-se apenas o tipo de abrasivo utilizado.

Como não foi possível variar a carga e o tempo conforme o sugerido por norma optou-se por variar a severidade do ensaio utilizando três tamanhos de abrasivo. O abrasivo utilizado foi a Areia Normal Brasileira produzida pelo (IPT) Instituto de Pesquisas Tecnológicas. A Tabela 4 define a distribuição granulométrica dos 3 tamanhos de areia utilizados conforme dados obtidos do Instituto de Pesquisas Tecnológicas.

Tabela 4: Granulometria dos abrasivos utilizados nos ensaios.

Granulometria			
Fração	Material retido entre as peneiras de abertura nominal	Porcentagem em massa %	
		Resultados	Requisito
30	1,2 e 0,6 mm	99	≥ 95
50	0,6 e 0,3 mm	96	≥ 95
100	0,3 e 0,15 mm	98	≥ 95

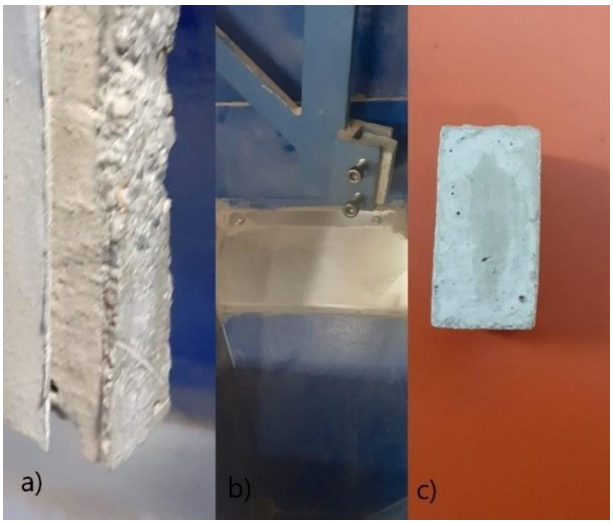

Figura 35: Ensaios experimentais no abrasômetro: a) nas amostras de 20 mm x 50 mm x 12 mm experimentais; b) tamanho final do porta amostras; c) tamanho final dos corpos de prova 3 cm x 3 cm x 5 cm.

Foram ensaiadas em roda de borracha nove amostras por percentual de adição, totalizando 18 corpos de prova: nove amostras sem *MXenes* e nove amostras com nanofolhas *MXenes* no interior da massa do concreto.

Antes dos ensaios propriamente ditos, os corpos de prova foram limpos com jato de ar, pesados e acondicionados dentro do porta amostras. Após cada ensaio foi medida a dureza da borracha através de um durometro (Figura 36.a), conforme a prescrição da norma ASTM G65-00 (2001), a qual indica que a dureza da borracha da roda deve manter-se entre 58 a 60 Shore (valor aceitável). Antes de cada ensaio o tambor de acondicionamento de abrasivo foi completamente enchido com areia (Figura 36.b) e foi regulado o tempo de duração do ensaio através do painel de controle do equipamento (Figura 36.c). A temperatura da borracha também foi controlada em todos os ensaios, isto é, no início de todos os ensaios a temperatura da borracha deveria estar próxima à temperatura ambiente, a qual era avaliada somente por sensação térmica ao toque. Após o desgaste, cada amostra foi limpa novamente com jato de ar e pesada em balança de precisão da marca Bel, modelo Mark L5202 e resolução de 0,01 g.

Figura 36: Fotos do equipamento abrasômetro roda de borracha: a) medida da dureza da borracha com a utilização do durometro Shore; b) acondicionamento do abrasivo no tambor c) painel de controle do abrasômetro.

A Tabela 5 resume o número de corpos de prova ensaiados em roda de borracha (abrasômetro). Após os ensaios de abrasão foram calculadas as taxas de desgaste das amostras com e sem adição de nanofolhas *MXenes*, conforme a Equação 3 de Archard (1956) onde se torna possível comparar as taxas de desgaste dos corpos de prova para cada tipo de adição e tipo de abrasivo utilizado.

Tabela 5: Número de corpos ensaiados ao desgaste por abrasão.

VARIÁVEIS	N^0 Corpos de prova com adição 0,02% MXenes	N^0 Corpos de prova sem adição MXenes
Areia 30	3	3
Areia 50	3	3
Areia 100	3	3

$$Tx = \frac{\Delta \mathrm{m}}{\mathrm{F.S}} \quad (3)$$

Onde:

Tx: Taxa de desgaste (g/N·m);

Δm: Volume desgastado (g);

F: Carga aplicada (N);

S: Distância percorrida (m).

A massa desgastada foi obtida pesando-se as amostras antes e após os ensaios. A carga aplicada para todos os ensaios (desgaste mais suave) foi de 45 N. A distância percorrida para todos os ensaios foi a mesma por que se utilizou para todos o mesmo tempo de 5 minutos (Equação 4), ou seja:

$$S = 2.\pi.R.(NR) \quad (4)$$
$$S = 2.\pi.0{,}11.(1000)$$

Onde:

R = Raio da borracha = 0,11 m;

NR = Número de rotações: considerando que a roda opere com 200 rotações por minuto em 5 minutos o número total de rotações é de 1000 rotações.

De acordo com a equação 4 seria interessante para um material poroso como o concreto calcular a taxa de desgaste a partir da variação de volume, mas durante os ensaios por interferometria não foi possível obter o volume desgastado devido ao tamanho muito grande das trilhas. Portanto, ao invés de ΔV, que é a equação original de Archard (1956) para o cálculo de taxa de desgaste, se utilizou o Δm ficando a taxa de desgaste em (g/N.m). Por esses motivos a taxa de desgaste foi calculada a partir da perda de massa.

Os ensaios de desgaste por abrasão foram realizados no Laboratório de Superfícies da Universidade Federal do Rio Grande – FURG.

3.2.6 Ensaio de desgaste por *fretting*

Nos ensaios de *fretting* foram realizadas medições do coeficiente de atrito e de resistência ao desgaste em situações em que a estrutura é fixa, mas pode estar sujeita a movimentos de pequena amplitude (como é o caso de pré-moldados de concreto). Os ensaios realizados foram em configuração de movimento alternado utilizando pequenas amplitudes de movimento, tendo sido utilizado um comprimento total de deslizamento (*stroke*) de 200 µm. Para cada amostra ensaiada foi utilizado um contracorpo em aço SAE 52100 com diâmetro de 6,4 mm contra amostras de concreto prismáticas de 30mm x 30mm x 50mm.

Nos ensaios de desgaste por *fretting* as variáveis pesquisadas foram: uma pressão de contato, duas condições de velocidade e dois intervalos de tempo. A carga em todos os ensaios foi 15 N. A equação de Hertz da mecânica do contato para um contato circular (corpo/contracorpo) correlaciona a carga normal com as pressões de contato (HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992). A partir das equações 5 a 7 obteve-se o valor de pressão de contato (600 MPa) para a carga de 15 N entre a esfera de aço e o concreto.

$$\frac{1}{R*} = \frac{1}{R1} + \frac{1}{R2} \tag{5}$$

Sendo: *R1* = ∞:

R2 = 0,0032 m

$$\frac{1}{R*} = \frac{1}{\infty} + \frac{1}{R2}$$

Portanto:

$$R^* = 0 + \frac{1}{0{,}0032} = 0{,}0032 \text{ m}$$

$$\frac{1}{E^*} = \left(\frac{1-{\nu_1}^2}{E1}\right) + \left(\frac{1-{\nu_2}^2}{E2}\right) \tag{6}$$

$$P0 = \frac{1}{\pi} . \left(\frac{6.E^{*2}\,\mathrm{W}}{R^{*2}}\right)^{1/3} \tag{7}$$

$$P0 = \frac{1}{\pi} . \left(\frac{6.(27{,}36GPa^2)15}{0{,}032^2}\right)^{1/3}$$

$$P0 = 600 \text{ MPa}$$

Onde:

$P0$ = Pressão de contato (MPa)

R^* = raio equivalente no contato esfera e concreto considerando infinito o raio da esfera (HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992).

W = carga aplicada no ensaio (N)

E_1 = Módulo de elasticidade do aço = 200 GPa;

E_2 = Módulo de elasticidade do concreto = 30 GPa;

v_1 = Coeficiente de Poisson do aço (adimensional) = 0,3;

v_2 = Coeficiente de Poisson do concreto (adimensional) = 0,2;

E^* = Módulo de elasticidade longitudinal equivalente entre o corpo de prova (concreto) e contracorpo (aço) (Pascal). Substituindo os valores na equação 7 resultou em E^* = 27,36 GPa.

Foram utilizadas duas velocidades: 0,2 mm/s e 2 mm/s. A aceleração durante os ensaios foi 0,1 mm^2/s. Em ambas as velocidades de 0,2 mm/s e 2 mm/s os corpos de prova foram ensaiados em tempo de ensaio no tribômetro de 5 e 30 minutos. Para cada variável de ensaio pesquisada foram ensaiados 3 corpos de prova por tipo de concreto, ou seja: com *MXenes*, sem *MXenes*, com 1 aplicação *drop-casting* e com 5 aplicações *drop-casting*.

Os ensaios de desgaste por *fretting* foram realizados no equipamento tribômetro multifuncional Rtec Mft-5000 (Figura 37), o qual permitiu criar um relatório abrangente sobre atrito, desgaste, tribologia e análise de superfícies.

Figura 37: Equipamento utilizado nos ensaios de *fretting* – Tribômetro multifuncional Rtec Mft 5000.

A Tabela 6 exemplifica o número de corpos de prova ensaiados considerando as variáveis envolvidas. Foram ensaiadas ao desgaste por *fretting* 12 amostras para cada tipo de concreto, totalizando 48 corpos de prova no total.

Tabela 6: Número de corpos de prova dos ensaios de *fretting*.

Número de medições por corpo de prova/aplicação/tempo								
VARIÁVEIS	CP com 1 aplicação Drop Casting sem Mxenes		CP com 5 aplicação Drop Casting sem Mxenes		CP sem aplicação Drop Casting SEM Mxenes		CP sem aplicação Drop Casting COM Mxenes	
	5min	30min	5min	30min	5min	30min	5min	30min
Velocidade = 0,2 mm/s	3	3	3	3	3	3	3	3
Velocidade = 2 mm/s	3	3	3	3	3	3	3	3
Subtotal análises =	12		12		12		12	
Total análises =	48							

Os ensaios de desgaste por *fretting* foram realizados no Laboratório de Engenharia de Superfícies da Universidade Federal do Rio Grande – FURG.

Após realizados os ensaios de desgaste por *fretting* as amostras foram levadas ao NewView 7300 da marca Zygo para ser quantificada a rugosidade das superfícies ensaiadas. Os ensaios foram realizados no (Labmat) Laboratório de Materiais na UFSC. Todas as medições realizadas foram não destrutivas e não necessitaram de preparação prévia das amostras. As amostras foram acopladas no equipamento de

forma que as marcas dos locais onde foram realizados os desgastes ficassem centralizadas no equipamento.

Após as análises no interferômetro realizadas no laboratório de materiais da UFSC os resultados de topografia foram analisados através do software *MountainsMap* que é uma plataforma de software de análise de imagens e metrologia de superfície publicada pela empresa Digital Surf (disponível no site: www.digitalsurf.com/software-solutions/profilometry). O *MountainsMap* é um software que analisa a textura de superfícies 2D e 3D e metrologia para o uso com perfilômetros e outros instrumentos de medição de superfície, assim como visualiza, corrige e analisa perfis e superfícies. Foram obtidas imagens 3D a respeito da forma das superfícies em escala microscópica para todos os tipos de concreto após os ensaios de desgaste por *fretting*: amostras com *MXenes*, sem *MXenes*, com 1 aplicação *drop-casting* e com 5 aplicações *drop-casting*. Foram traçadas as regiões dentro e fora das trilhas de desgaste. Um exemplo da delimitação da trilha de desgaste é apresentado na Figura 38, onde pode-se observar que a região onde não houve o desgaste (fora da trilha) é caracterizada por ser de maior rugosidade (região delimitada pelo retângulo “a”) e as regiões desgastadas são facilmente identificadas por ser uma superfície mais alisada (região delimitada pelo retângulo “b”).

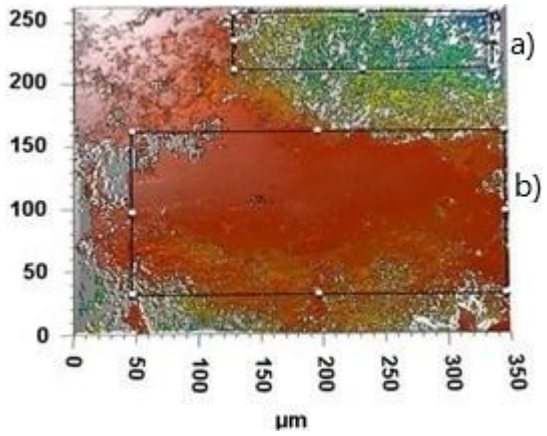

Figura 38: Vista de cima de superfície 3D após o desgaste: a) área não desgastada e b) área desgastada.

Convém salientar que é comum na técnica de interferometria de luz branca que possam existir pontos não medidos causados por artefatos óticos durante a medição. Um perfil selecionado do mapa 3D apresentado na Figura 38 é exemplificado na Figura 39, onde podem ser observados alguns pontos não medidos. Por esse motivo,

antes da identificação das trilhas (áreas de desgaste) foi realizado o preenchimento de pontos não medidos de cada superfície de forma digital pelo software MountainsMap para todas as trilhas medidas, o que resultou em uma melhor representação da imagem 3D da superfície (Figuras 40 e 41).

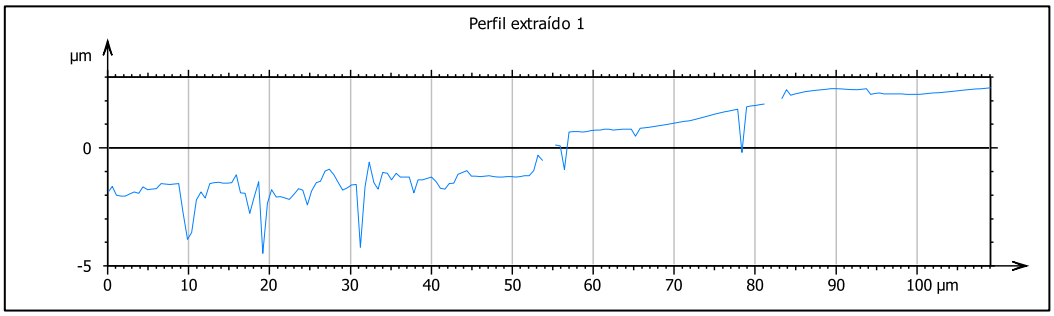

Figura 39: Perfil extraído da superfície 3D.

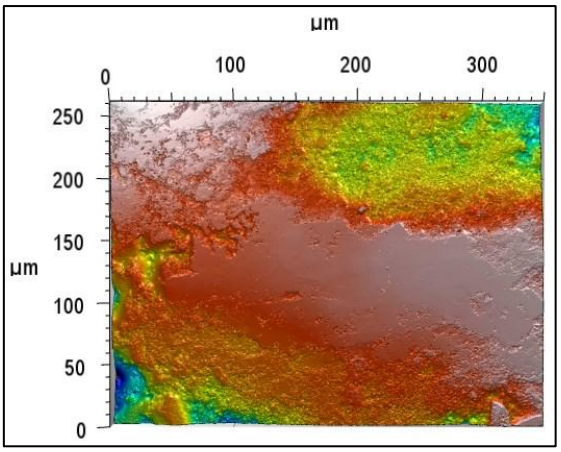

Figura 40: Vista de cima de uma das superfícies 3D após o preenchimento de pontos não medidos.

Após a extração das áreas de cada região (dentro e fora das trilhas), foram removidas a forma e, por fim, as superfícies dentro e fora das trilhas foram niveladas (Figura 41). Nas análises não foi utilizado filtro de ondulação, para que informações possivelmente relevantes da superfície não fossem perdidas, conforme recomendado pela norma ISO 25178-2 (2012).

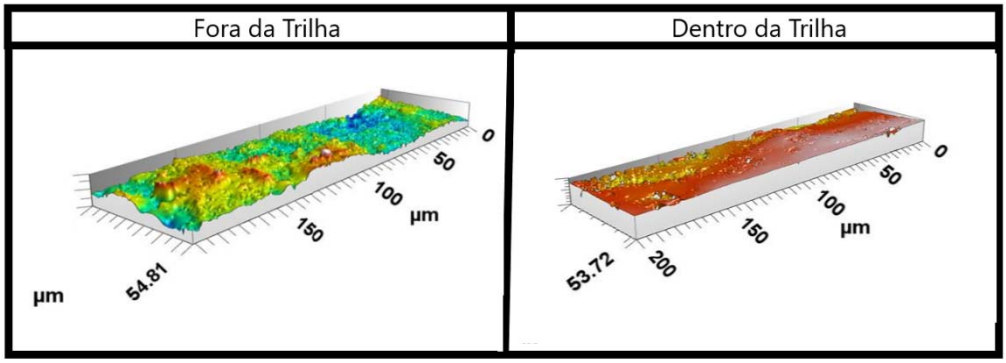

Figura 41: Regiões 3D extraídas: fora e dentro da trilha de degaste após o nivelamento.

Neste trabalho, para se realizar as análises quantitativas a partir das superfícies 3D foram obtidos parâmetros topográficos os quais servem de suporte para a interpretação e caracterização das superfícies quanto a: amplitude, amplitude em função da área (híbrido) e funcionalidade da superfície. A análise por tais classes de parâmetros topográficos possui a capacidade de caracterizar completamente uma topografia de superfície. Portanto, foram obtidos do *MountainsMap* todos os parâmetros para as trilhas dentro e fora do desgaste para todas as 3 amostras representativas de cada condição de velocidade (0,2 mm/s e 2 mm /s), tempo de ensaio (5 minutos e 30 minutos) e tipo de concreto foram: S_q, S_{dq}, V_v, S_{ci}, S_{sk}, S_{ku}. Para cada parâmetro foram traçados os gráficos a partir da média de 3 amostras ensaiadas para cada condição de velocidade e tempo dentro e fora das trilhas.

A norma ISO 25178-2 (2012) define os parâmetros de rugosidade tridimensional que nada mais são que uma extrapolação dos parâmetros bidimensionais, sendo: S_q é o desvio médio quadrático da rugosidade superficial dos valores absolutos dos picos e vales da superfície partindo de um plano médio dentro de uma área de amostragem; S_{dq} é a inclinação média das irregularidades (3D); V_v é o volume dos vazios por unidade de área calculado a partir da curva de *Abbott – Firestone* (curva de descreve a textura da superfície); S_{ci} é o índice de retenção de fluido central calculado a partir da curva de *Abbott – Firestone*; S_{sk} é a assimetria da curva de distribuição das alturas de topografia; e S_{ku} quantifica a agudez ou achatamento da curva de distribuição das alturas de topografia.

Após os ensaios de fretting, foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia Raman nos concretos. O MEV utilizado foi o Tescan Vega3, equipado com sonda de espectroscopia de raios X por

dispersão de energia (EDS), da Oxford Instruments, permitindo análises químicas semiquantitativas. O equipamento Raman utilizado nas espectroscopias foi o Renisham 2000, com laser de argônio de 514,5 nm, ambos realizados no Laboratório de Materiais (Labmat) na UFSC.

4 Resultados e discussões

A seguir são apresentados os resultados obtidos nos experimentos executados, conjuntamente com as análises estatísticas, realizadas através da análise da variância (ANOVA), e discussões dos mesmos, no intuito de verificar se os objetivos propostos para este estudo foram atingidos por meio dos ensaios que foram realizados.

4.1 Ensaios de caracterização dos materiais (matérias primas).

4.1.1 Aglomerante cimentício

Nas Tabelas 7, 8, e 9 são apresentadas as características do cimento utilizado, comparativamente aos limites da NBR 16.697/2018.

Tabela 7: Caracterização física do cimento

Caracterização física do cimento		
Características avaliadas	CP V – Obras Especiais	
	Laboratório - FURG	Exigências da NBR 16.697/2018
Massa específica (cm^3/g)	3,00	-
Expansão a quente (mm)	-	≤ 5,0
Tempo de início de pega (h:minutos)	04:07	≥1,0
Tempo de fim de pega (h:minutos)	06:08	≤ 10,0
Finura de Blaine (cm^2/g)	5046	≥3000
Resíduo peneira 75 mm (%)	0,7	≤ 6,0

Tabela 8: Caracterização mecânica do cimento

Caracterização mecânica do cimento			
Características avaliadas		CP V – Obras Especiais	
		Laboratório - FURG	Exigências da NBR 16.697/2018
Resistência à compressão (MPa)	1 dia	17,25	≥14
	3 dias	24,72	≥24
	7 dias	42,63	≥34

Tabela 9: Caracterização química do cimento

Caracterização química do cimento		
Parâmetros avaliados (% em massa)	CP V – Obras Especiais	
	Laboratório - UFSM	Exigências da NBR 16.697/2018
MgO	4,90	≤6,50
SO_3	3,50	≤3,50
SiO_2	15,72	-
Al_2O_3	4,19	-
Fe_2O_3	4,00	-
CaO	64,11	-
K_2O	1,80	-
TiO_2	0,45	-
Outros	1,33	-

De acordo com a Tabela 7 nota-se que o início de pega do cimento ensaiado se apresentou um pouco maior do que o cimento CPV - ARI (3 h) da pesquisa de Silva (2015). Provavelmente, isso tenha ocorrido porque o cimento CP V para obras especiais tenha uma quantidade menor de C_3A (composto basicamente por CaO e Al_2O_3) do que o CPV - ARI. Considerando que os componentes principais do cimento Portland são: silicato tricálcico (C_3S), silicato dicálcico (C_2S), aluminato tricálcico (C_3A) e ferro aluminato tetracálcico (C_4AF), dos quais o C_3A é o componente principal responsável pela pega e endurecimento do cimento.

O enrijecimento da pasta denominado de pega rápida é caracterizado por acentuada liberação de calor o que, geralmente, ocorre quando há falta de sulfato de cálcio (C_3A). Outro motivo pode ser devido à quantidade de gesso na composição, pois como esse componente é capaz de regular o início de pega; é possível que o cimento dessa pesquisa tenha uma quantidade um pouco maior de gesso se comparado ao CPV-ARI (BATTAGIN, 2011). Entretanto, como os valores dos ensaios de resistência à compressão do cimento dessa pesquisa (Tabela 8) estão dentro das exigências da NBR 16.697/2018, é provável que não haja diferença sobre a cura e resistência mecânica do concreto elaborado com tal cimento em relação ao uso do CPV - ARI. Na Tabela 9 é possível ver que a composição química do cimento utilizado está dentro das exigências da NBR 16.697/2018.

4.1.2 Agregado miúdo

Os resultados dos ensaios de distribuição granulométrica, módulo de finura, massa específica aparente e massa unitária.

Tabela 10: Caracterização física da areia

Agregado miúdo		
Abertura das peneiras (mm)	Média retida (%)	Média retida acumulada (%)
4,8	0,32	0,32
2,4	3,90	4,22
1,2	19,30	23,52
0,6	33,89	57,41
0,3	30,01	87,43
0,15	4,06	91,49
0,075	8,05	99,54
0,001	0,46	100,00
Módulo de finura		3,64
Dimensão máxima característica (mm)		2,40
Massa específica (g/cm^3)		4,76
Massa unitária (g/cm^3)		1,46

Dos resultados de caracterização física da areia o módulo de finura (MF) obtido foi de 3,64; pode-se dizer que essa é uma areia grossa e dentro da zona utilizável para concreto (NBR 7211, 2019). Por ser uma areia grossa é necessária uma quantidade maior de cimento para envolver os grãos e também de água de molhagem para obter a consistência adequada, pois quanto maior o módulo de finura, mais graúdo é o agregado e menor o empacotamento das partículas. Convém destacar que o empacotamento é o processo de preenchimento dos espaços vazios (deixados por partículas de diâmetro maior) por partículas de menor diâmetro. O valor de massa unitária de 1,46 g/cm^3 também informa que se trata de areia predominantemente grossa (NBR 7211, 2019) (Tabela 10).

Os poros internos presentes na massa do concreto irão determinar a resposta da estrutura frente às solicitações mecânicas, como a resistência à compressão. Já a massa específica da areia é aquela que considera os poros internos por unidade de

volume e está diretamente relacionada com a massa específica do concreto. Portanto, pode-se dizer que quanto maior o valor de massa específica da areia, maior poderá ser a resistência à compressão do concreto. Portanto, o valor de 4,76 g/cm^3 de massa específica da areia está dentro dos padrões de uso em concreto (GARCEZ et al., 2013; NBR 7211, 2019).

Na determinação de impurezas orgânicas da areia o resultado obtido foi que a solução do ensaio (mistura de agregado miúdo + hidróxido de sódio) foi mais clara que a solução padrão (estabelecido por norma) após 24 h. Nesse caso se pode dizer que a areia utilizada nessa pesquisa é aceitável para concreto, pois a quantidade de substâncias nocivas foi menor do que o limite preconizado por norma. A presença de substâncias nocivas (orgânicas) acima do padrão é prejudicial à qualidade do concreto (NBR 7211, 2019).

Dos ensaios de distribuição granulométrica do agregado miúdo pode-se verificar através da Figura 42 que até o diâmetro de peneira de 1,5 mm a areia ficou entre os limites inferior e superior para a zona ótima, e também próxima ao limite superior. A partir do diâmetro de 1,5 mm a curva de distribuição ficou abaixo do limite inferior para a zona ótima. Por outro lado, considerando os limites inferior e superior descritos pela ABNT NBR 7211 (2019) para a zona utilizável, a areia manteve-se dentro dos limites inferior e superior, indicando que é apropriada para o uso em concretos. Todos os procedimentos do ensaio foram realizados de acordo com a ABNT NBR NM 248 (2003). Através da curva de distribuição granulométrica pode-se observar que a areia é contínua, ou seja, com formato suave e alongado na horizontal e está de acordo com os limites inferior e superior proposto pela NBR 7211/2019 para a zona ótima (Figura 42) e utilizável (Figura 43) para o uso em concreto.

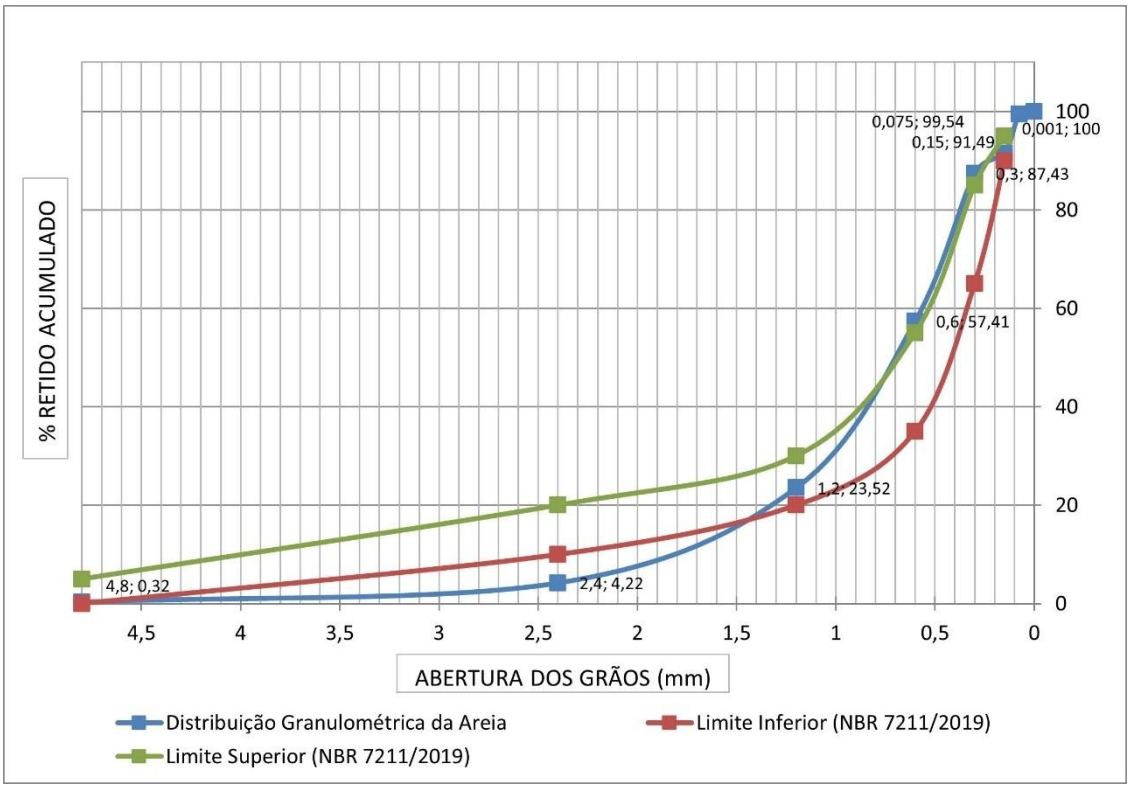

Figura 42: Curva de Distribuição Granulométrica do Agregado Miúdo com Limites da Zona Ótima.

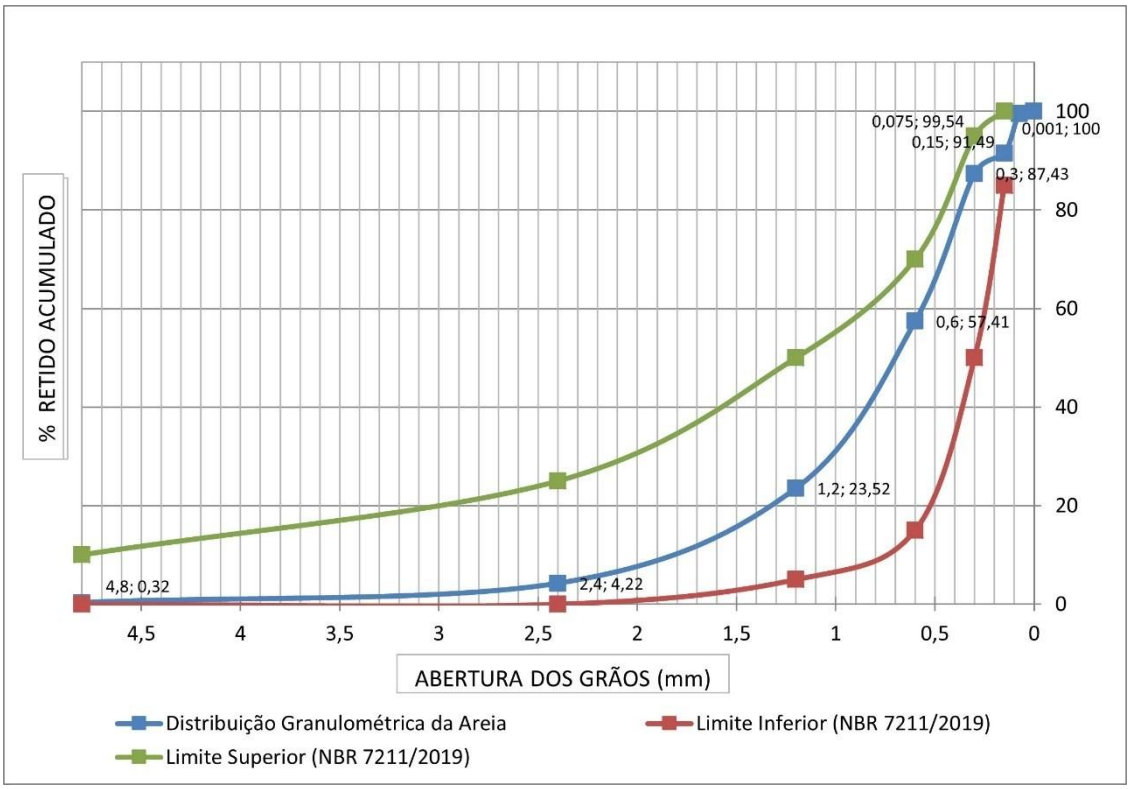

Figura 43: Curva de Distribuição Granulométrica do Agregado Miúdo com Limites da Zona Utilizável.

4.1.3 Agregado graúdo

Os resultados dos ensaios de caracterização física do agregado graúdo são apresentados na Tabela 11. Pode-se observar que o módulo de finura = 5,18 g/cm^3, massa específica = 5,50 g/cm^3 e massa unitária = 1,36 são valores dentro dos valores esperados para um pedrisco e dentro do que é preconizado pela NBR 7211 (2019). A perda por abrasão de 28,20% foi inferior ao limite máximo de 50% (em massa de material) o qual está dentro do estipulado pela NBR 7211 (2019) no ensaio de abrasão de Los Angeles. De acordo com os resultados dos ensaios o pedrisco é aceitável para o uso em concreto.

O mesmo procedimento de ensaio para a determinação da composição granulométrica realizado no agregado miúdo foi realizado no agregado graúdo. Na Figura 44 é apresentada a curva de distribuição granulométrica do agregado graúdo. É representado o gráfico do percentual retido acumulado versus abertura de peneiras padrão ABNT NBR NM 248 (2003) e as curvas correspondentes aos limites inferior e superior do percentual retido acumulado propostos pela NBR 7211/2019. Pode-se observar que a brita pesquisada está dentro da zona aproveitável (indicada pelos limites inferior e superior) e dos padrões de norma para o uso em concreto e é classificada como uma brita zero.

Tabela 11: Caracterização da brita zero

Agregado Graúdo		
Abertura das peneiras (mm)	Média retida (%)	Média retida acumulada (%)
25	0	0,00
19	0	0,00
12,5	0	0,00
9,5	1,63	1,63
6,3	40,84	42,47
4,8	34,57	77,04
2,4	20,82	97,86
1,2	1,37	99,23
0,6	0,39	99,62
0,3	0,20	99,82
0,15	0,18	100,00
Módulo de finura		5,18
Massa específica (g/cm^3)		5,50
Massa específica unitária (g/cm^3)		1,36
Perda por abrasão (%)		28,20

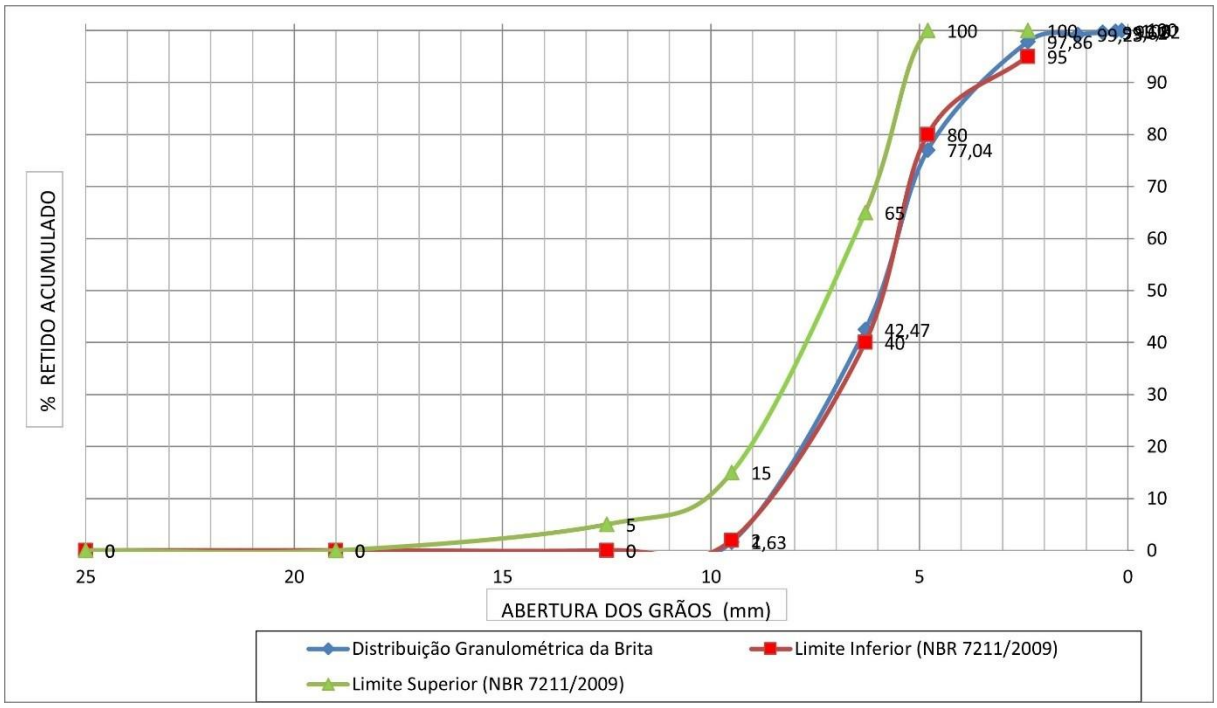

Figura 44: Curva de Distribuição Granulométrica do Agregado Graúdo.

4.1.4 Nanofolhas *MXenes*

Com parte das nanofolhas obtidas dos ensaios foi possível avaliar a sua morfologia através de imagens de MEV (Figura 45). Antes das análises de MEV propriamente ditas as nanofolhas *MXenes* foram centrifugadas.

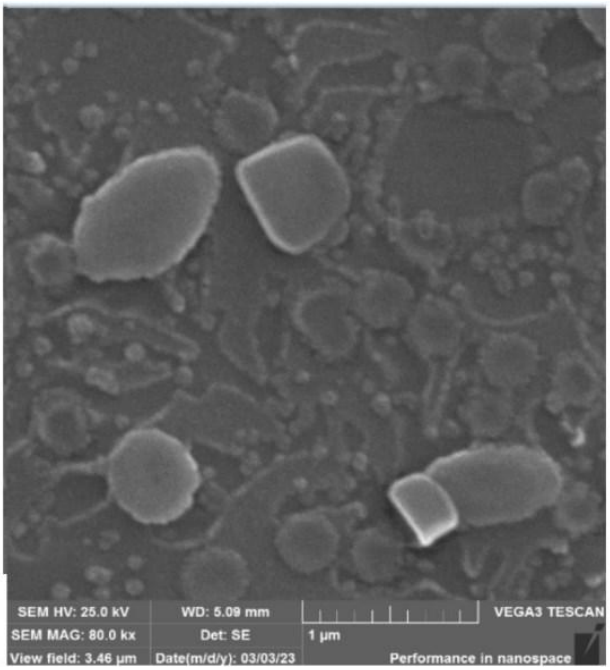

Figura 45: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - *MXenes* após centrifugação.

4.2 Ensaios Realizados nos Concretos Referência e com *MXenes* Adicionados à Massa

4.2.1 Ensaio de resistência à compressão dos concretos pesquisados

A Figura 46 compara a resistência à compressão média dos corpos de prova de concreto com e sem *MXenes* aos 3 e 28 dias. Os resultados demonstram um aumento na resistência à compressão do concreto em ambas as idades estudadas (3 e 28 dias) com a adição de *MXenes* em relação ao concreto de referência. É provável que, devido ao desvio padrão elevado aos 28 dias (amostras referência), isso tenha feito com que o resultado se sobrepusesse aos demais, não sendo possível considerar o aumento de resistência à compressão nessa idade. Outro motivo também seria o comportamento característico do cimento (obras especiais) utilizado, que demonstrou um ganho de resistência significativo entre os 3 e 7 dias de idade. Por este motivo, não foi significativo o ganho de resistência à compressão dos concretos aos 28 dias. O desenvolvimento da alta resistência inicial é conseguido pela utilização de uma dosagem diferente de calcário e argila na produção do clínquer, bem como pela moagem mais fina do cimento, de modo que, ao reagir com a água, ele adquira elevadas resistências, com maior velocidade (ABCP, 2002).

Os corpos de prova sem *MXenes* apresentaram resistência à compressão média de 38 MPa aos 3 dias de idade. Já as amostras com *MXenes* apresentaram uma resistência à compressão média de 44,1 MPa, o que refletiu um aumento de 15,0%, aumento considerado estatisticamente significativo. Isso se confirmou pelo *valor-p* de 0,003 obtido pelo teste ANOVA para uma significância de 5%, considerando-se que um valor de valor-p inferior a 0,05 seja admitido como significativo.

Os resultados obtidos a partir dos ensaios de resistência à compressão das amostras com e sem *MXenes* após 3 dias de cura podem ser visualizados nas Tabelas A1 e A2 do Apêndice A e após 28 dias de cura podem ser visualizados através das tabelas A3 e A4 (Apêndice A).

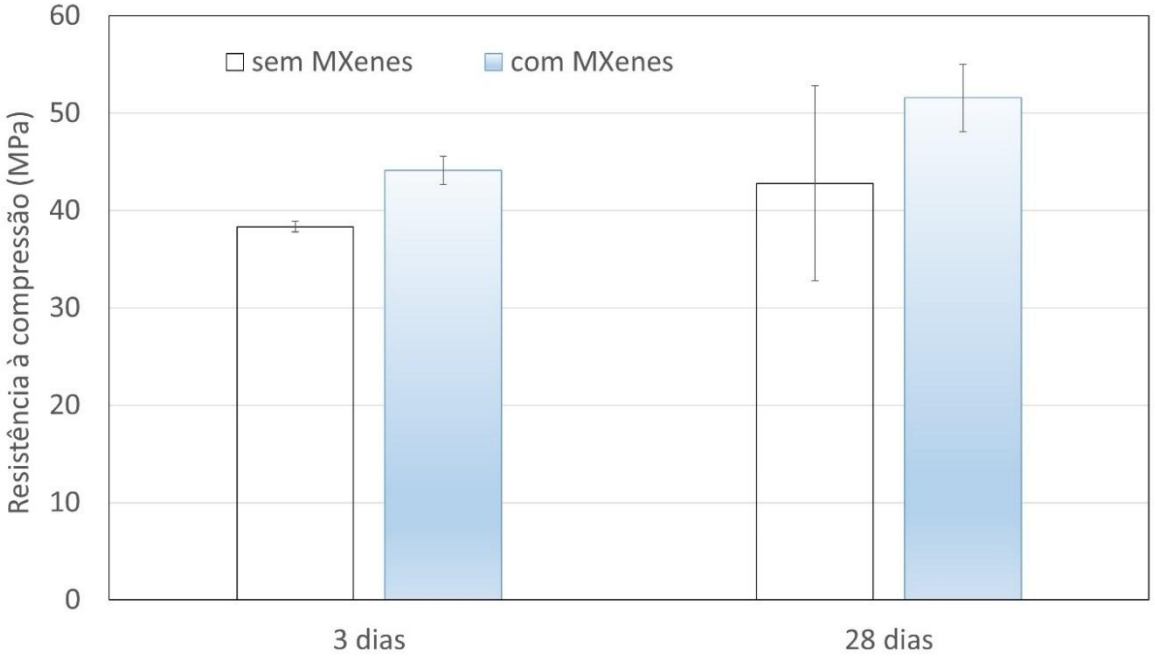

Figura 46: Resistência à compressão do concreto para diferentes idades (dias).

Acredita-se através dos resultados obtidos que, a adição de *MXenes* possa trazer resultados positivos não apenas para argamassas de cimento, mas também para concretos. Possivelmente, isso deva-se ao crescimento da rede de cristais, os quais podem ter ocasionado a transformação da etringita desordenada em uma distribuição regular, devido à melhor coesão da matriz de cimento, onde as nanofolhas puderam atuar como ancoragens entre os grãos de cimento e agregados. Além disso, não se pode excluir a hipótese de que as nanofolhas de *MXene*, com seu tamanho extremamente pequeno, possam ter promovido o preenchimento dos vazios entre os agregados maiores, resultando em um aumento na resistência à compressão (YIN et al., 2015; MARCONDES et al., 2015; CHAIPANICH et al., 2010; MAKAR et al., 2005).

4.2.2 Ensaios de absorção de água por imersão e índice de vazios dos concretos pesquisados

Muitos materiais, especialmente o concreto, apresentam microfissuras e poros de diferentes tamanhos que são capazes de influenciar no comportamento do material frente a ações mecânicas. Há de se considerar que exista uma relação direta entre resistência mecânica do concreto e sua porosidade, considerando que a ação externa

do concreto frente a ação dos desgastes possa estar relacionada com a resistência mecânica e essa com a porosidade (NEVILLE, 2015). Nesse caso tornou-se importante avaliar a porosidade dos concretos pesquisados (referência e com adição de nanofolhas *MXenes* adicionados à massa de concreto). Para tal, foram realizados ensaios de absorção de água por imersão e de índice de vazios nas amostras sem nanofolhas *MXenes* e com nanofolhas *MXenes* inseridos à massa do concreto conforme descrito pela NBR 9778 (2005), os quais encontram-se nas Tabelas B1 e B2 (Apêndice B).

Na Figura 47, são representadas a absorção de água por imersão e o índice de vazios, respectivamente, para os concretos de referência e para aqueles com as nanofolhas *MXenes* adicionadas à massa do concreto.

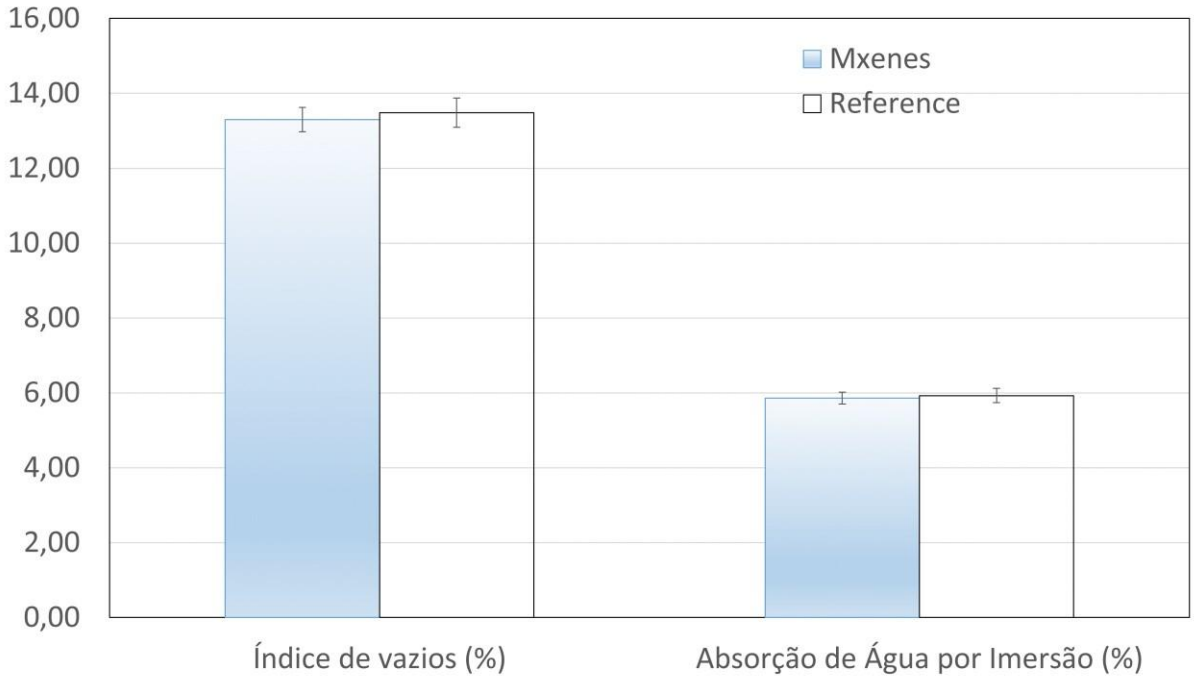

Figura 47: Índice de vazios e Absorção de água por imersão versus tipo de adição.

Pode-se observar através do gráfico que os corpos de prova sem *MXenes* apresentaram, em média, índice de vazios semelhantes aos corpos de prova com *MXenes*. Os mesmos resultados médios foram obtidos para a absorção de água por imersão onde os corpos de prova sem *MXenes* apresentaram resultados um pouco superior em relação aos corpos de prova com adição. Andrade (1992) classifica os

concretos conforme sua porosidade aparente em: i. de boa qualidade e compactos quando a porosidade é inferior a 10 %; ii. bons, mas permeáveis e não adequados para ambientes agressivos como o ambiente marítimo quando a porosidade assume valores entre 10 % e 15 % e iii. muito permeáveis e inadequados para proteger a armadura por longos períodos, para o caso de concreto armado quando a porosidade é superior a 15%. Dos resultados de índice de vazios médios obtidos (Figura 47) de 13,30 % e 13,49 % (como se pode verificar através das Tabelas B1 e B2 do apêndice B) para os concretos com e sem *MXenes*, respectivamente, conclui-se que tais concretos referência e com *MXenes* podem ser considerados concretos bons para o uso em obras, mas permeáveis e não adequados para o uso em ambientes agressivos. Outro ponto a considerar é que o uso de adição de *MXenes* não promoveu diferenças significativas em relação ao concreto referência no que se refere ao índice de vazios e à absorção de água por imersão, o que é confirmado através das barras de erro e *valor-p* de 0,97 e 0,99, respectivamente obtido pelo teste ANOVA.

Os *MXenes* parecem promissores para aumentar a resistência à compressão de argamassas e também de concretos, principalmente nos primeiros dias de cura conforme os resultados da Figura 46. Isto foi atribuído a uma redução da porosidade porque as nanofolhas podem preencher os poros de argamassas e concretos (LIN et al., 2023), bem como podem induzir a nucleação, considerando que a nucleação seja o processo pelo qual pequenos cristais são formados dentro da matriz de concreto durante a sua solidificação (YIN et al., 2015). No entanto, a ligeira melhoria não pode ser diretamente ligada a uma redução da porosidade do concreto em nível macro, uma vez que não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas em termos de índice de vazios e/ou absorção de água por imersão entre o concreto referência e o concreto reforçado com nanofolhas de *MXenes* adicionadas à massa do concreto.

4.2.3 Ensaios de resistência à abrasão

Na Figura 48 são mostradas algumas das amostras sendo pesadas antes e após os ensaios de abrasão. Pode-se verificar que as trilhas de desgaste são bem evidentes se comparado aos corpos de prova antes do desgaste.

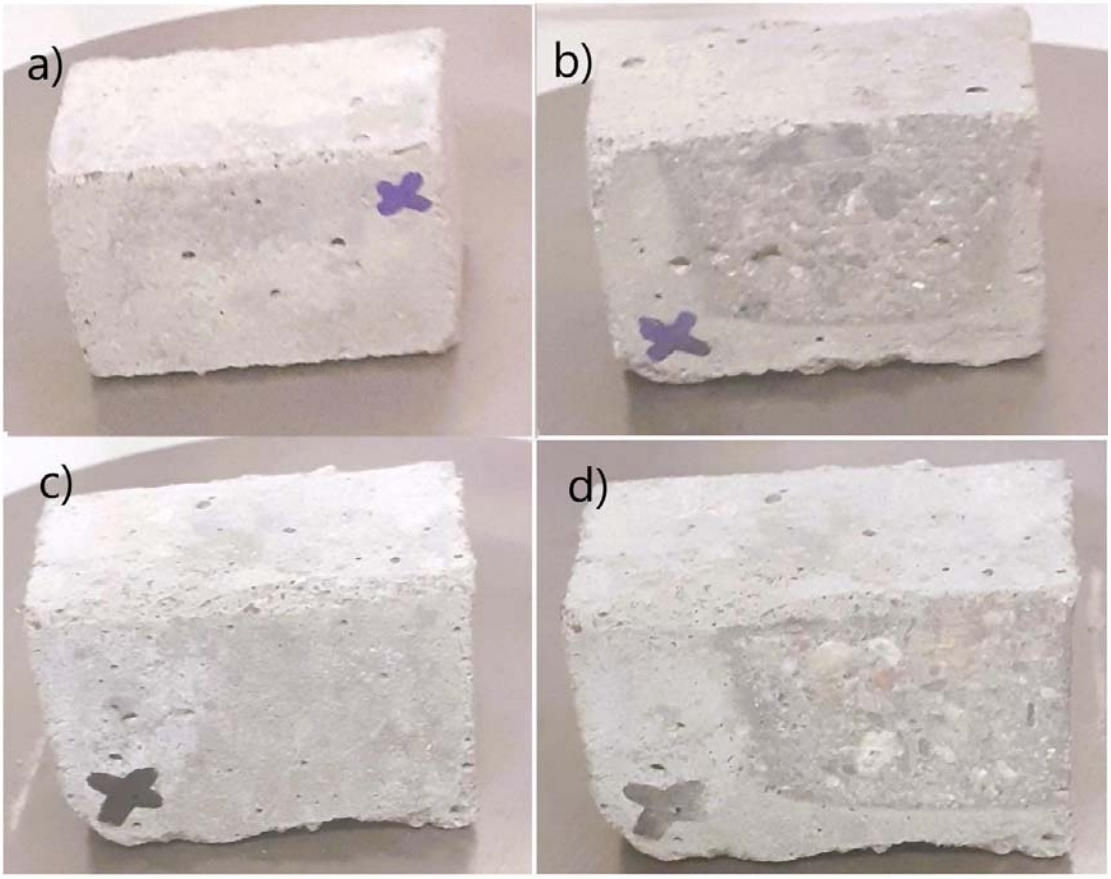

Figura 48: Imagem das amostras antes e após os desgastes de abrasão: a) corpo de prova com *MXenes* antes do ensaio; b) corpo de prova com *MXenes* após o ensaio; c) corpo de prova sem *MXenes* antes do ensaio; d) corpo de prova sem *MXenes* após o ensaio.

Na Tabela B3 do apêndice B são apresentados os resultados dos ensaios de desgaste dos corpos de prova produzidos nos ensaios de abrasão em roda de borracha. Na Figura 49 é representada a correlação da taxa de desgaste com o tipo de abrasivo (areia) utilizado nos ensaios de desgaste por abrasão e os tipos de adição utilizadas nos corpos de prova ensaiados (com ou sem nanofolhas *MXenes*).

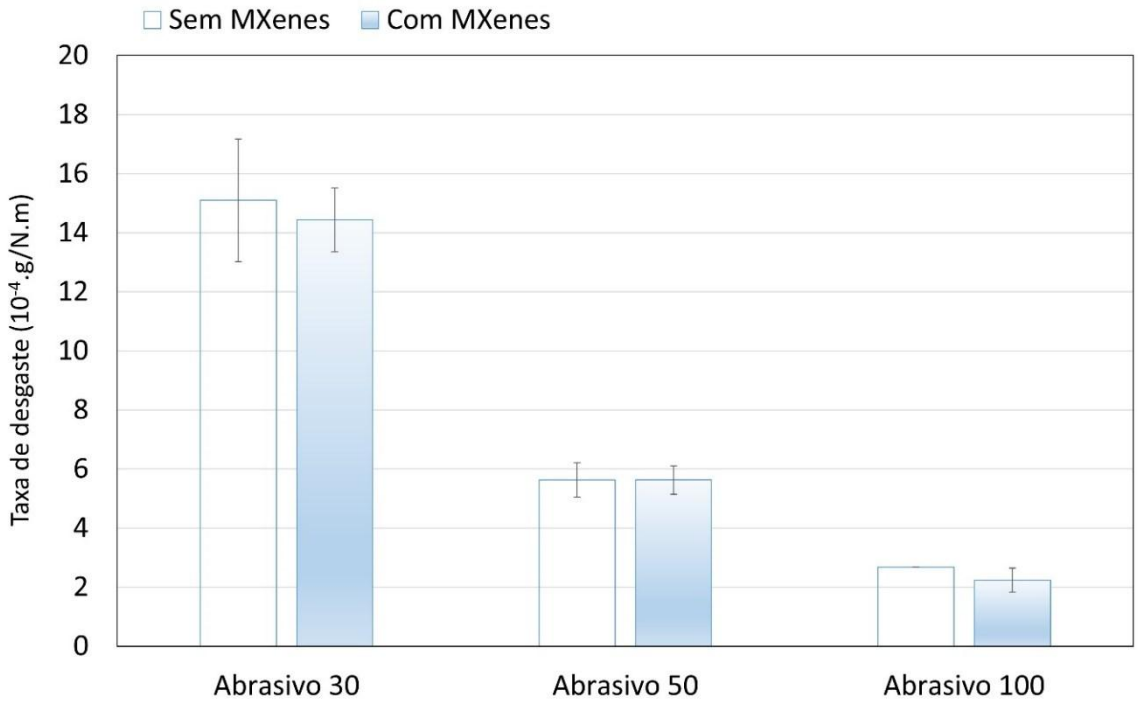

Figura 49: Gráfico taxa de desgaste *versus* tipo de abrasivo por tipo de adição utilizado - ensaios de resistência à abrasão.

Na Figura 49 os resultados demonstram uma considerável redução nas taxas de desgaste à medida que o tamanho do abrasivo diminui. Para materiais frágeis como o concreto, quanto maiores os tamanhos dos abrasivos, menos partículas abrasivas estão em contato, resultando em uma menor carga normal suportada por eles. Cargas mais elevadas por partícula aumentam a suscetibilidade do material a mecanismos de desgaste frágil, pois a carga crítica para a propagação de trincas é mais facilmente alcançada (COSTA et al., 1997). Outro ponto evidenciado pela Figura 49 é uma tendência de redução nas taxas médias de desgaste quando o *MXene* é adicionado a massa do concreto para todos os três tamanhos de grão, embora as diferenças sejam estatisticamente significativas apenas para o abrasivo mais fino (tamanho de grão 100).

Já era esperado uma taxa de desgaste média maior ao utilizar o abrasivo 30, visto que o desgaste pode ser fortemente influenciado pelo tamanho do abrasivo, conforme destacado por Silva (2008). A diferença nos resultados de desgaste abrasivo das amostras com os abrasivos 30, 50 e 100 foi confirmada pelo teste ANOVA com um valor-p de 2,24 x 10-6. Para o abrasivo com granulometria 30, embora as diferenças não sejam estatisticamente significativas (p-valor = 0,64), parece haver uma menor variabilidade entre as repetições para as amostras com

MXenes, as quais também apresentaram uma média ligeiramente inferior. É importante destacar que o abrasivo 30 (granulometria 0,59 mm) possui grãos de tamanho superior em relação ao abrasivo 50 (granulometria 0,297 mm) e ao abrasivo 100 (granulometria 0,149 mm). Por fim, é importante comentar que houve uma tendência de redução na taxa de desgaste média para as amostras com *MXene* adicionados à massa de concreto em comparação com as amostras sem *MXene* ao usar o abrasivo 100 (Figura 50).

Na Figura 50 são apresentadas as imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) mostrando elétrons secundários dentro e fora das trilhas de desgaste de alguns dos corpos de prova, tanto com quanto sem a incorporação de nanofolhas de *MXenes* à massa do concreto, após os ensaios de desgaste por abrasão em roda de borracha com diferentes tamanhos de abrasivos. Pode-se observar que o desgaste abrasivo foi fortemente influenciado pelo tamanho do abrasivo ((HUTCHINGS & SHIPWAY, 1992; ZUM GAHR, 1987), conforme corroborado pelos resultados de taxa de desgaste da Figura 49. Houve uma maior evidência de exposição do agregado graúdo dentro da trilha de desgaste quando se utilizaram abrasivos mais grossos 30 e 50 (Figura 50.b, c, f e g), em comparação com o uso do abrasivo 100 (Figura 50.d e h), independentemente da presença de nanofolhas *MXenes* incorporadas à massa do concreto ou não. Isso pode justificar o elevado desvio padrão observado nos ensaios com abrasivos mais grossos (30 e 50), uma vez que, eventualmente, algum agregado graúdo pode ser removido durante o ensaio devido à perda de sustentação quando o agregado miúdo e a matriz cimentícia são desgastados.

Ao comparar os corpos de prova sem nanofolhas *MXenes* após os ensaios de desgaste por abrasão (Figuras 50.b e c) com aqueles que possuem *MXenes* (Figuras 50.f, 50.g), ambos dentro das trilhas de desgaste, não foi observada diferença visual significativa no uso dos abrasivos 30 e 50. Em termos de resistência à abrasão, quando o abrasivo é mais fino e, portanto, menos agressivo, a adição de *MXene* melhora a resistência à abrasão. Para abrasivos maiores, o dano é muito severo e, portanto, o concreto não pode se beneficiar de uma morfologia mais homogênea no micronível.

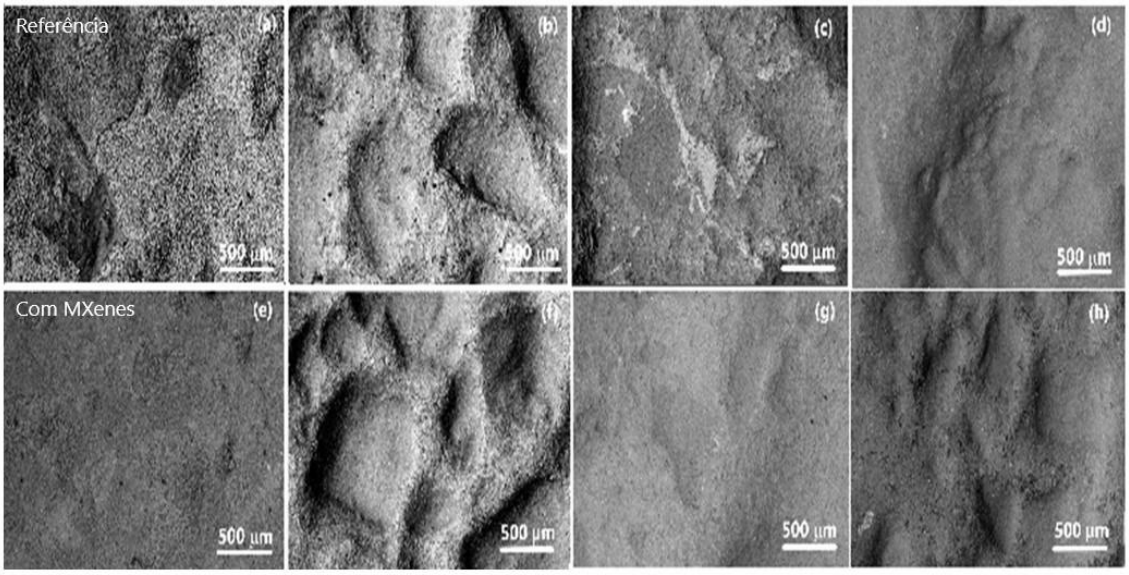

Figura 50: Imagens de MEV das superfícies dentro e fora da trilha: desgaste por abrasão nos corpos de prova referência: a) fora da trilha; b) abrasivo 30; c) abrasivo 50; d) abrasivo 100 e desgaste por abrasão nos corpos de prova Com *MXenes* incorporados ao concreto: e) fora da trilha; f) abrasivo 30; g) abrasivo 50; h) abrasivo 100.

Na Figura 51, comparam-se os parâmetros estatísticos de rugosidade para ambas as amostras de concreto (com e sem nanofolhas de *MXenes* adicionadas à massa) antes dos ensaios de abrasão. A rugosidade média (Sq) foi menor para o concreto com *MXenes*, mas tal diferença não foi estatisticamente significativa (p-valor = 0,179). A diferença máxima de altura pico/vale (S_z) também foi menor para o concreto com *MXenes*, sugerindo uma superfície mais lisa, embora o p-valor (0,08) tenha sido ligeiramente elevado para que essa diferença fosse considerada estatisticamente significativa. Por outro lado, o índice relacionado à capacidade da topografia superficial em suportar carga (S_{bi}) foi maior para o concreto com *MXenes* adicionado à massa, indicando uma superfície com menos vazios e defeitos (p-valor = 0,001), e provavelmente mais lisa.

Os *MXenes* apresentam um potencial promissor para aumentar a resistência à compressão de argamassas de cimento. Nesta pesquisa, os resultados mostraram aumento na resistência à compressão, principalmente nos primeiros dias de cura (3 dias), bem como aumento na resistência à abrasão para ensaios com areia mais fina (granulometria 100). A resistência à compressão foi comparável àquela encontrada na literatura quando foram utilizadas quantidades de *MXenes* inferiores a 0,5% na massa do concreto (LIN et al., 2023). Embora a literatura sugira uma redução da porosidade devido à adição das nanopartículas, não foi possível correlacionar essa melhoria a uma redução de porosidade em nível macro, considerando as medições

através dos ensaios de índice de vazios e de absorção de água por imersão, conforme NBR 9778 (2005). No entanto, as imagens de MEV (Figura 50) e as medições topográficas (Figura 51) sugerem que as superfícies do concreto com adição de nanofolhas de *MXenes* apresentaram-se mais lisas, oferecendo uma melhor capacidade de carga.

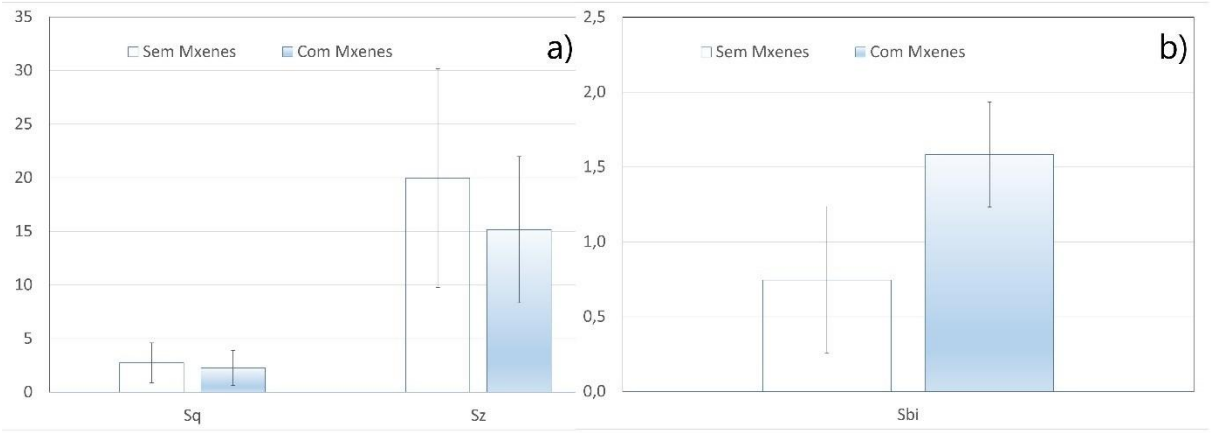

Figura 51: Parâmetros estatísticos dos concretos: a) *Sq, Sz*; b) *Sbi*

Portanto, embora a quantidade de *MXenes* utilizada tenha sido pequena, mudanças no atrito entre partículas podem ter favorecido uma distribuição mais uniforme durante a cura, afetando a morfologia do concreto em nível microscópico. Outra abordagem estaria baseada na natureza lubrificante das nanofolhas de *MXenes* e seu efeito no atrito interpartículas durante a pega e o endurecimento, e principalmente na reologia do concreto (FERNANDEZ et al., 2013). Tal efeito lubrificante dos *MXenes* pode reduzir o atrito entre as partículas que compõem o concreto e, portanto, afetar a reologia do material durante a pega, com implicações mais amplas. Um exemplo disso seria durante a construção de arranha-céus, onde na concretagem o bombeamento do concreto para cima é muito desafiador porque a pasta pode endurecer mesmo antes de atingir o topo do edifício. Por outro lado, o uso das nanofolhas de *MXenes* e seu efeito lubrificante em pequenas adições ao concreto pode ajudar a controlar a reologia durante a cura, a fim de evitar desperdícios desse material na engenharia civil. É provável que tanto a natureza lubrificante das nanofolhas de *MXenes*, afetando a reologia das pastas, quanto o efeito nanométrico das partículas, ajudando a nuclear a rede de cristais de etringita, desempenhem um papel na resistência do concreto.

4.3 Ensaios Realizados nos Concretos Referência, com *MXenes* Adicionados à Massa e com *MXenes* Aplicados na Superfície das Amostras (1 e 5 Aplicações)

4.3.1 Ensaio de resistência ao *fretting* dos concretos pesquisados

Após os ensaios de *fretting* os dados foram coletados a partir do software do computador acoplado ao equipamento do tribômetro. Foram ensaiados 3 corpos de prova por condição de ensaio e tipo de concreto pesquisado. Dos resultados obtidos do Software foram calculadas as médias móveis e traçados os gráficos do comportamento do coeficiente de atrito médio (média de 3 amostras) em função do tempo das condições de ensaio. Convém salientar que os dados foram obtidos com uma taxa de aquisição elevada (100 Hz), resultando em um número de pontos muito elevado (30000 pontos e 180000 pontos para 5 e 30 minutos, respectivamente), o que dificultava a plotagem e a visualização dos gráficos. Portanto, foram calculadas médias móveis com um intervalo de 100 pontos, plotando-se os gráficos dessas médias móveis.

Para os ensaios de curta duração de 5 minutos (Figura 52.a), observou-se grande variabilidade do atrito entre as diferentes repetições de cada condição de ensaio tanto para o concreto com *MXenes* quanto para os concretos com 1 e com 5 aplicações na superfície. Um exemplo específico dessa variabilidade pode-se observar para as amostras com 1 aplicação *MXenes*, onde uma das repetições (repetição 3) mostrou atrito mais baixo (entre 0,12 e 0,15), enquanto as outras duas repetições mostrou uma transição inicial de 0,12 para valores próximos a 0,3.

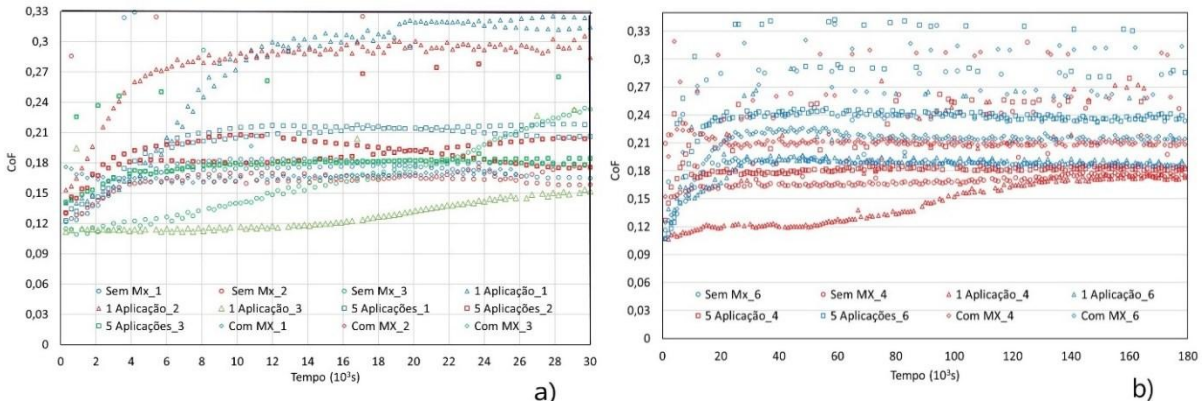

Figura 52: Coeficiente de atrito versus tempo de ensaio para todos os tipos de concreto pesquisados: a) condição de velocidade = 0,2 mm/s e tempo de 5 minutos (30.10^3s) e b) condição de velocidade = 0,2 mm/s e tempo de 30 minutos (180.10^3s).

Pode-se afirmar que para os ensaios de curta duração não houve diferença estatisticamente significativa no atrito, seja pela adição ou não de *MXenes* ao concreto ou pela aplicação de *MXenes* no concreto por *drop-casting*. Para verificar se tempos mais longos de ensaio modificariam o comportamento do atrito no concreto, causado, por exemplo, por debris de desgaste presos no contato, pela possível formação de tribofilmes ou por variação significativa da rugosidade, pode-se observar a Figura 52.b. Comparando-se as Figuras 52.a e 52.b, não foi observada nenhuma transição significativa do atrito com o aumento do tempo de ensaio para nenhum dos tipos de concreto pesquisados. Além disso, as diferenças entre as condições de ensaio, seja pela adição ou não de *MXenes* à massa de concreto ou na sua aplicação na superfície por *drop-casting* os reultados não apresentaram significância estatística. Portanto, para uma velocidade mais baixa de 0,2 mm/s, não houve efeito do uso de *MXenes* no atrito por fretting do concreto contra aço, seja para 5 ou 30 minutos de ensaio.

Na Figura 53 pode-se observar o coeficiente de atrito versus tempo na condição de velocidade de 2 mm/s. Novamente, não houve transição no atrito em função do tempo de ensaio, comparando-se 5 minutos e 30 minutos (Figuras 53.a e 53.b). Além disso, assim como se observou para uma menor velocidade de 0,2 mm/s, também para a velocidade de 2 mm/s não houve efeito significativo da presença de *MXenes* no ensaio de atrito, tanto para os concretos com nanofolhas *MXenes* adicionados à massa quanto para os concretos com 1 e 5 aplicações na superfície. Esperava-se que os coeficientes de atrito reduzissem com o uso de nanofolhas *MXenes* (concretos com *MXenes* adicionados à massa e aplicados na superfície das amostras), em relação às amostras de referência, assim como obtido na pesquisa de Rosenkranz et al., (2019). Pode ser que a elevada pressão de contato (600MPa) e a pequena quantidade de *MXenes* (0,02% em relação à água de mistura do concreto) utilizada possam ter causado um efeito específico nas nanofolhas, levando-as a serem empurradas para as porosidades do concreto ou para as laterais do contato, resultando em pouco efeito no atrito.

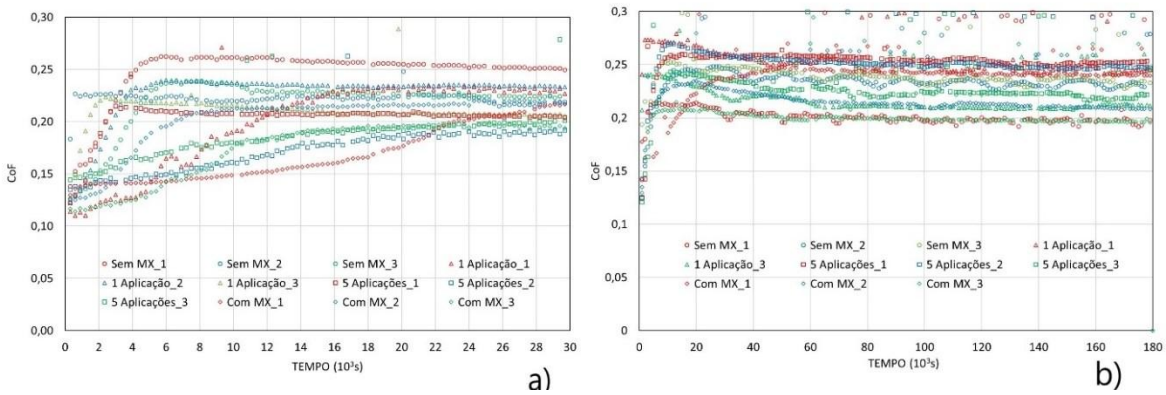

Figura 53: Coeficiente de atrito versus tempo de ensaio para todos os tipos de concreto pesquisados: a) condição de velocidade = 2 mm/s e 5 minutos (30.10^{3}s) e b) condição de velocidade = 2 mm/s e tempo de 30 minutos (180.10^{3}s).

Após as medidas de massa, antes e após os ensaios, foram calculadas as taxas de desgaste médias e os desvios padrões da média para todas as condições de ensaio e tipos de concreto. Nas tabelas do Apêndice C são mostradas as taxas de desgaste médias calculadas após os ensaios de *fretting* nos concretos (sem MXenes, com *MXenes* adicionados à massa de concreto e com *MXenes* aplicados às superfícies dos concretos – 1 e 5 aplicações pelo método *drop-casting*) para diferentes condições de velocidade (0,2 mm/s e 2 mm/s) e tempo de ensaio (5 e 30 minutos). Tais taxas de desgaste também são mostradas graficamente (Figura 54 a Figura 57).

Para os ensaios com menor velocidade de deslizamento (0,2 mm/s) e menores tempos de ensaio (5 minutos), como mostrado na Figura 54, verifica-se que, no uso dos concretos modificados (com *MXenes* adicionados à massa, com 1 e 5 aplicações aplicadas na superfície das amostras), não se pode afirmar uma redução na taxa de desgaste média dos corpos de prova quando comparado ao concreto de referência. Apenas no uso de 1 aplicação de *MXenes* aplicados à superfície das amostras parece ter ocorrido uma redução na taxa de desgaste média.

Com o aumento do tempo de ensaio de 5 para 30 minutos (Figura 55), observa-se que a taxa de desgaste média das amostras com 1 aplicação de *MXenes* à superfície continuou sendo inferior à do concreto sem *MXenes* adicionados na massa, embora essa diferença não seja estatisticamente significativa, conforme indicado pela ANOVA na Tabela 12.

Tabela 12: *Valor-p* entre cada tipo de concreto pesquisado e o concreto referência.

Condições estudadas	Com *MXenes*/referência	1 Aplicação/referência	5 Aplicações/referência
v=0,2 mm/s; t = 5 minutos	0,821	0,075	0,709
v=0,2 mm/s; t = 30 minutos	0,635	0,147	0,030
v=2 mm/s; t = 5 minutos	0,479	0,016	0,004
v= 2 mm/s; t = 30 minutos	0,263	0,863	0,260

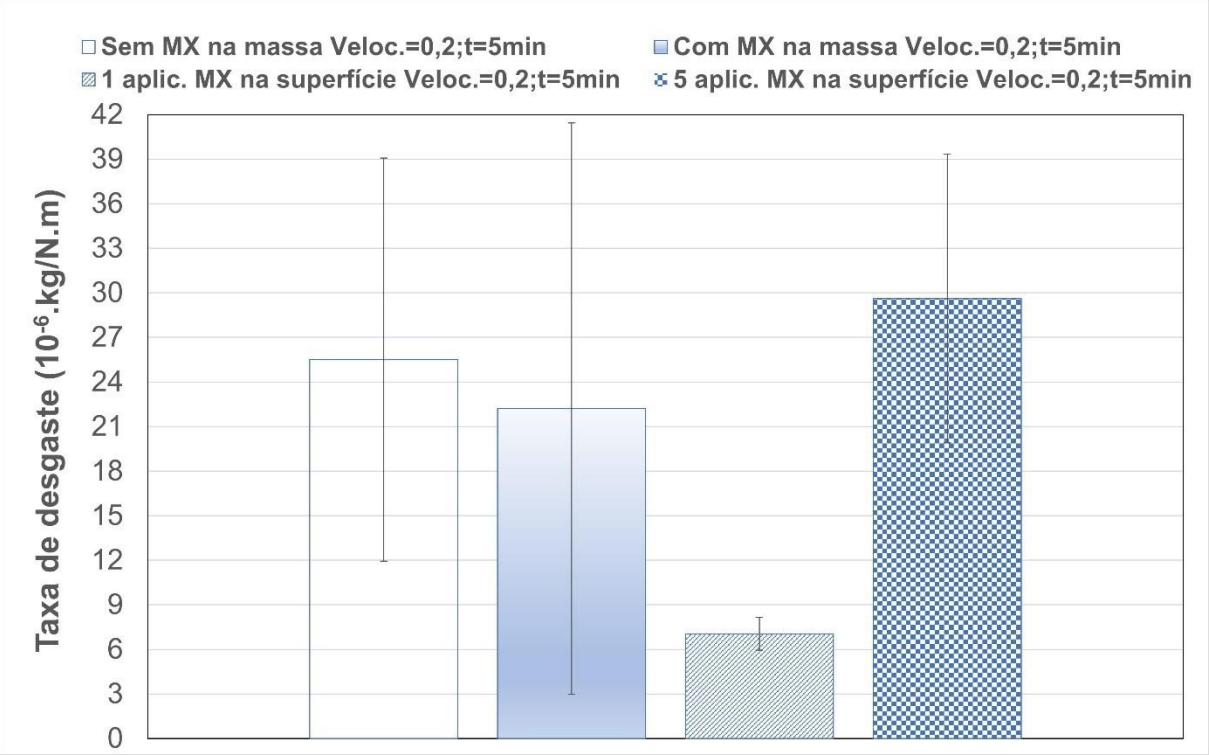

Figura 54: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 0,2 mm/s e tempo = 5 minutos.

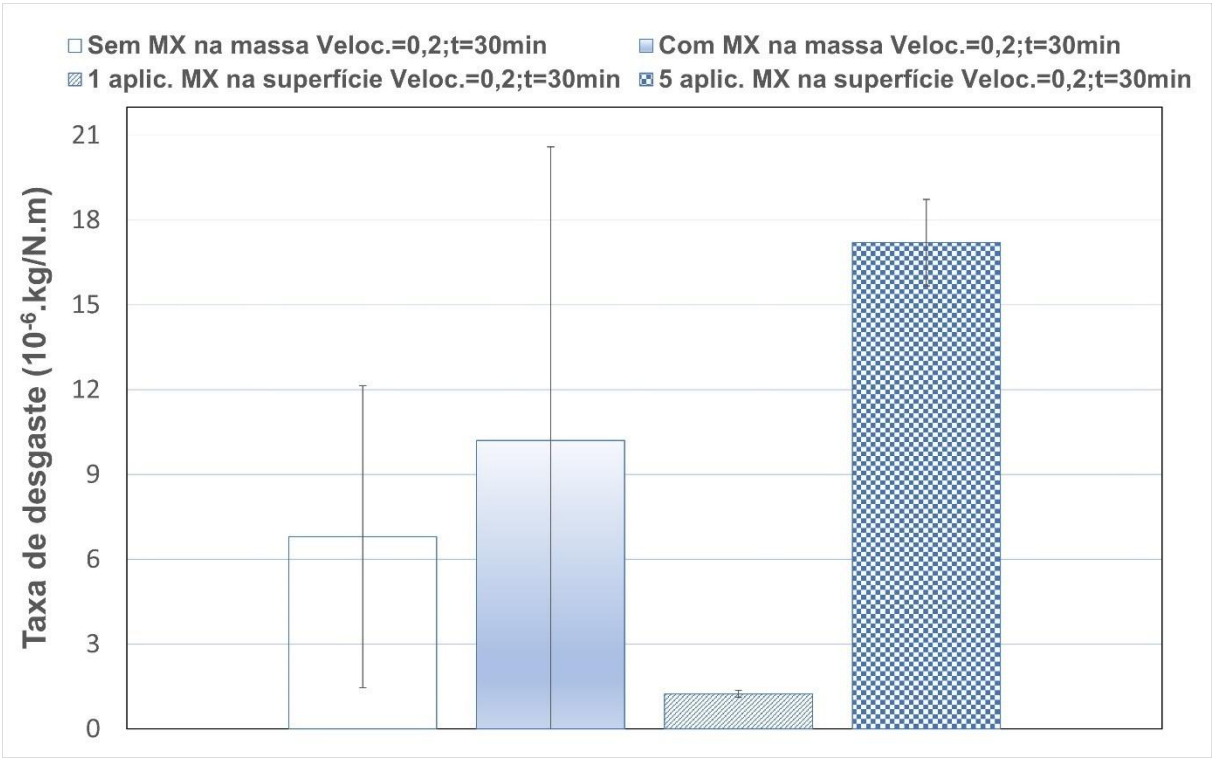

Figura 55: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 0,2 mm/s e tempo = 30minutos.

Por outro lado, na condição de velocidade = 2 mm/s e tempo = 5 minutos (Figura 56) é que a taxa de desgaste para 1 aplicação *MXenes* na superfície foi menor que a referência (concretos sem *MXenes* adicionados na massa), e com significância estatística (Tabela 12). No uso de 5 aplicações na superfície ambos os valores de taxas de desgaste foram superiores as amostras sem *MXenes* adicionados na massa, em condição velocidade = 0,2 mm/s e tempo = 30 minutos e velocidade = 2 mm/s e tempo = 5 minutos, respectivamente nas Figuras 55 e 56 (Tabela 12). Um comportamento inverso ocorreu para um tempo de ensaio de 30 minutos (Figura 57); ou seja, as amostras com 5 aplicações na superfície foram as que apresentaram menores taxas de desgaste se comparadas às amostras sem *MXenes* adicionados na massa, porém sem significância estatística (Tabela 12). No concreto com *MXenes* adicionados na massa não houve alteração significativa tanto para 5 minutos de ensaio quanto para um tempo maior de 30 minutos.

Outro ponto importante que se pode observar na Figura 56 é que as taxas de desgaste médias à condição de velocidade = 2 mm/s e tempo de 5 minutos foram inferiores se comparadas à condição de v = 0,2 mm/s e tempo de ensaio de 5 minutos (Figura 54). Isso pode estar relacionado a dois possíveis efeitos: *i.* o solvente não tenha se evaporado completamente e promova algum feito de lubrificação

hidrodinâmica para as maiores velocidades; e/ou *ii.* a maior velocidade torna mais difícil o escape dos debris da região de fretting, além de tornar o contato mais adiabático, podendo então ajudar a preencher os vales da topografia com uma tribocamada resultante de contínua cominuição, aglomeração e transferência dos debris (GUO et al., 2019; ANASORI et al., 2017). Consideram-se tais hipóteses porque, com uma velocidade maior (2 mm/s), espera-se uma taxa de desgaste média maior em relação à velocidade de 0,2 mm/s.

Através dos resultados obtidos, verifica-se que o comportamento da taxa de desgaste dos concretos modificados é interessante. Com uma maior velocidade e 30 minutos de ensaio (Figura 57), houve um maior efeito sobre a taxa de desgaste, o que pode ser resultado de uma reação triboquímica no contato. É notório que, nesse caso, a contribuição triboquímica seja mais significativa, pois há um maior contato entre as superfícies e uma elevação da temperatura no local, ocasionando uma redução das taxas de desgaste. Essa tribocamada provavelmente possa promover o alisamento das superfícies de contato e o preenchimento de poros (ZUM GAHR, 1987).

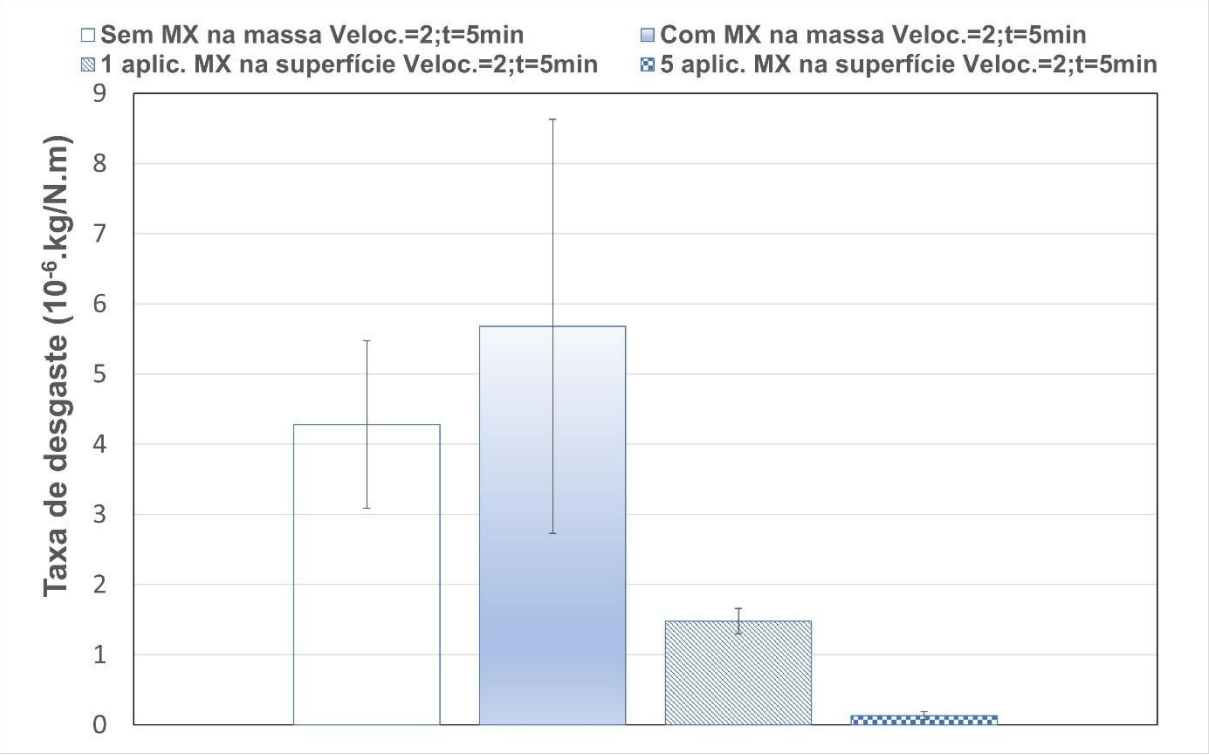

Figura 56: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 2 mm/s e tempo = 5 minutos.

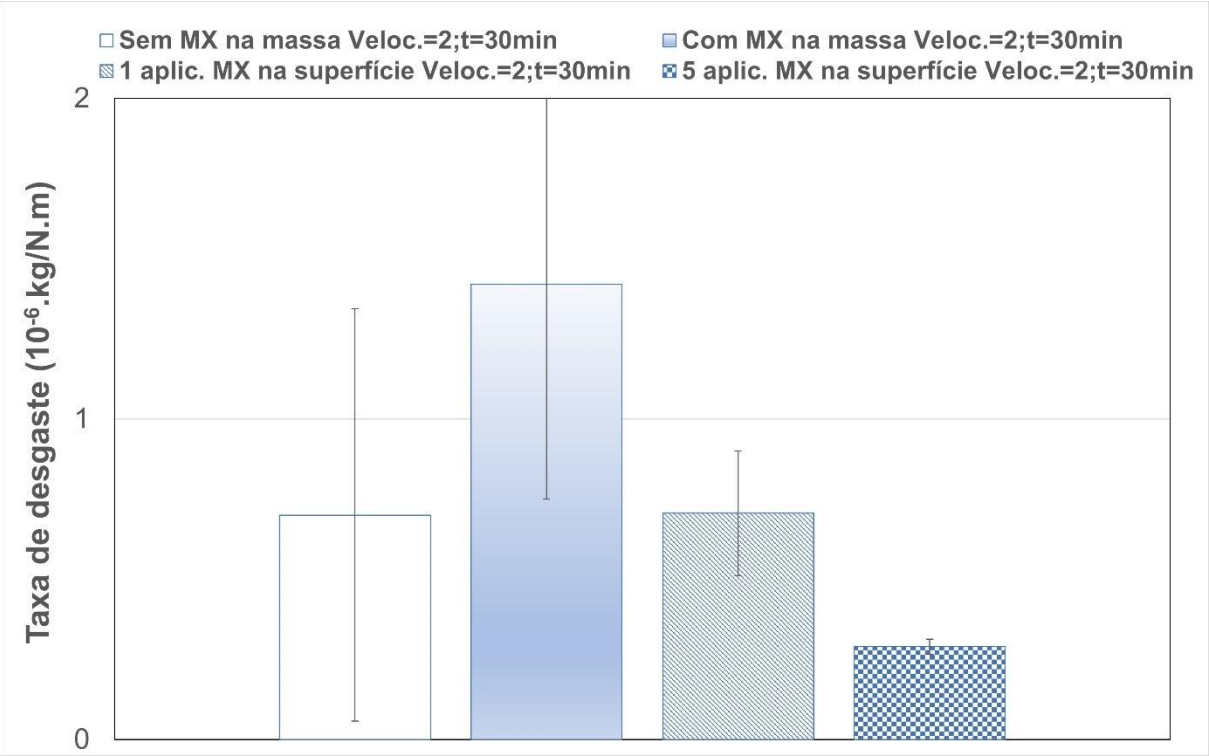

Figura 57: Taxa de desgaste média para a condição de ensaio com velocidade = 2 mm/s e tempo = 30 minutos.

Após os ensaios de fretting as trilhas de desgaste foram analisadas em interferômetro de onde se obteve as imagens das trilhas de desgaste. Para cada condição e tipo de concreto foram obtidas imagens 3D das superfícies desgastadas onde se pôde visualizar as regiões dentro e fora das trilhas de desgaste. Na Figura 58 são apresentadas as superfícies para cada tipo de condição de ensaio e concreto pesquisado. Nessa figura, foram colocadas uma superfície exemplo típica (1 de cada das 3 amostras ensaiadas) por condição de ensaio.

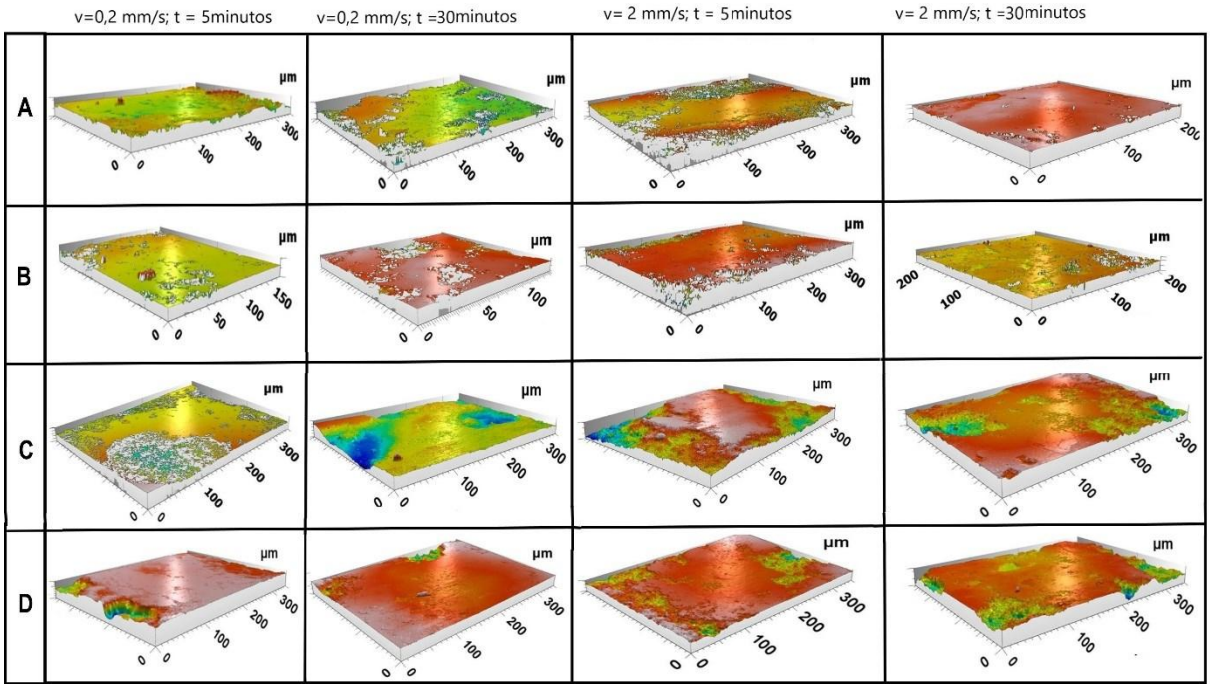

Figura 58:Superfícies topográficas 3D após os desgastes por *fretting:* por tipo de ensaio realizado e concreto utilizado: A) sem *MXenes* adicionado na massa; B) com *MXenes* adicionado na massa; C) 1 aplicação *MXenes* na superfície; D) 5 aplicações *MXenes* na superfície.

Com o uso do Software *MountainsMap* foram obtidos parâmetros topográficos estatísticos de altura, híbridos, funcionais e índices funcionais dentro e fora das trilhas de desgaste para todos os corpos de prova. Na Figura 58 é representado o comportamento de cada parâmetro obtido através da média dos valores de superfície dentro e fora das trilhas de desgaste para cada 3 amostras ensaiadas, por tipo de concreto e por condição de velocidade (v = 0,2 mm^3/s e v = 2 mm^3/s) e de tempo de ensaio (t = 5 minutos e t = 30 minutos). Os valores numéricos que correspondem aos gráficos dessas figuras são apresentados nas tabelas D1 a D5 do Apêndice D.

Na Figura 59, é possível observar o comportamento de *Sq* para todas as condições de velocidade e tempo de ensaio. Pode-se notar que, para todos os tipos de concreto pesquisados, a rugosidade das superfícies dentro das trilhas reduziu em comparação com as superfícies fora delas, indicando que as superfícies dentro da trilha se tornaram mais 'lisas'. Este fenômeno sugere uma grande possibilidade de que o material arrancado esteja preenchendo os poros, resultando em uma superfície mais lisa (ISO 25178-2, 2012; MARTINS DE OLIVEIRA JR, 2018).

Esse comportamento também é consistente com os valores de taxa de desgaste menores observados em tempos de ensaio mais longos, conforme mostrado na Figura 57. Durante o *fretting*, devido ao tamanho reduzido do movimento de

oscilação, os detritos não conseguem escapar do contato. Ao serem arrancados, eles permanecem no contato, sofrendo cominuição, aglomeração, deformação e transferência para a superfície, o que pode contribuir para o alisamento da superfície e, consequentemente, para uma taxa de desgaste mais baixa (BHUSHAN, 2013; GUO et al., 2019). A rugosidade dentro da trilha é consideravelmente menor, apresentando uma diferença significativa em relação às superfícies fora dela.

Por outro lado, a uma velocidade de 2 mm/s e um tempo de ensaio de 30 minutos, tanto para 1 quanto para 5 aplicações de *MXenes* na superfície, as rugosidades parecem ser relativamente altas, indicando que as superfícies são mais rugosas nessas condições. Observa-se que a diferença nos valores médios entre as condições dentro e fora das trilhas é estatisticamente significativa para todas as condições de ensaio. No que diz respeito ao comportamento dentro das trilhas, apenas a amostra com 1 aplicação de *MXenes* na superfície do concreto apresentou valores médios de *Sq* com diferença estatisticamente significativa em relação à referência para todas as condições de ensaio investigadas. Dentro das trilhas, as amostras com *MXenes* adicionados à massa e aquelas com 5 aplicações na superfície não demonstraram diferenças estatisticamente significativas em relação à referência (consulte a Tabela 13).

Tabela 13: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_q.

Valor-p - Resultados dentro da trilha	
Com MXenes/referência	0,4001
1 Aplicação/referência	0,0067
5 Aplicação/referência	0,6423
Valor-p – Dentro/fora da trilha	0,0004

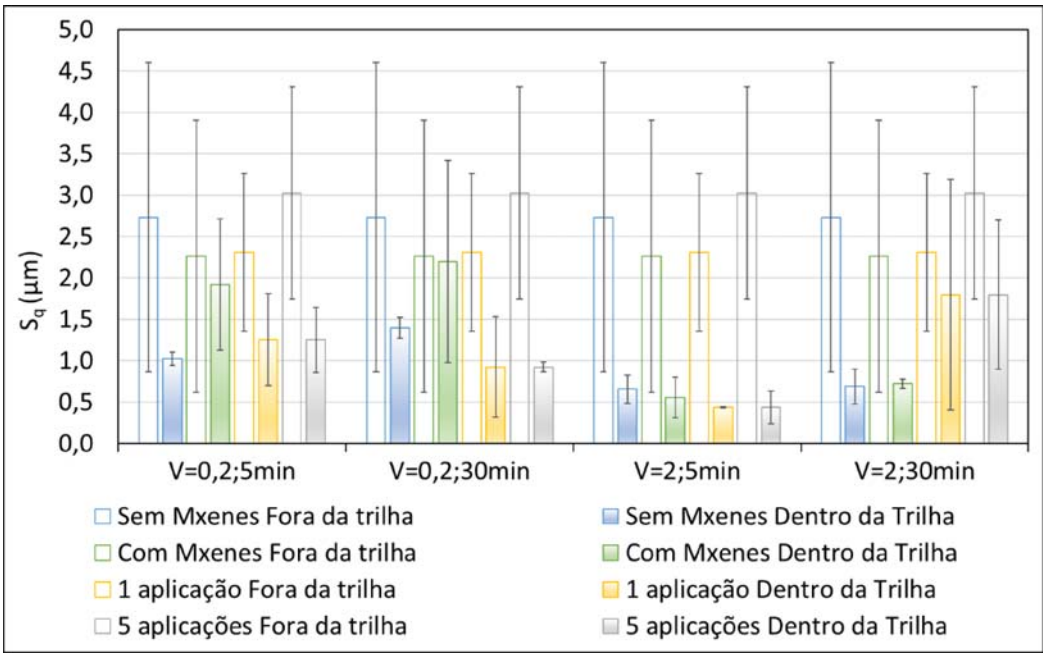

Figura 59: Parâmetro S_q para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

Na análise das inclinações das asperidades (*Sdq* - inclinação média das irregularidades) mostrada na Figura 60, nota-se que todas as inclinações diminuíram para as superfícies dentro das trilhas em comparação com as de fora das trilhas, confirmando a observação de que as superfícies dentro das trilhas ficaram mais lisas. Do ponto de vista estatístico, ao comparar os valores de *Sdq* dentro e fora da trilha, confirma-se a existência de uma diferença significativa. Entretanto, dentro da trilha, não há diferença estatisticamente significativa entre cada amostra e o concreto de referência, como pode ser observado na Tabela 14 (MARTINS DE OLIVEIRA JR, 2018).

Tabela 14: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{dq}.

Valor-p - Resultados dentro da trilha	
Com MXene/referência	0,4745
1 Aplicação/referência	0,3362
5 Aplicação/referência	0,4477
Valor-p - Dentro/fora da trilha	3.10^{-5}

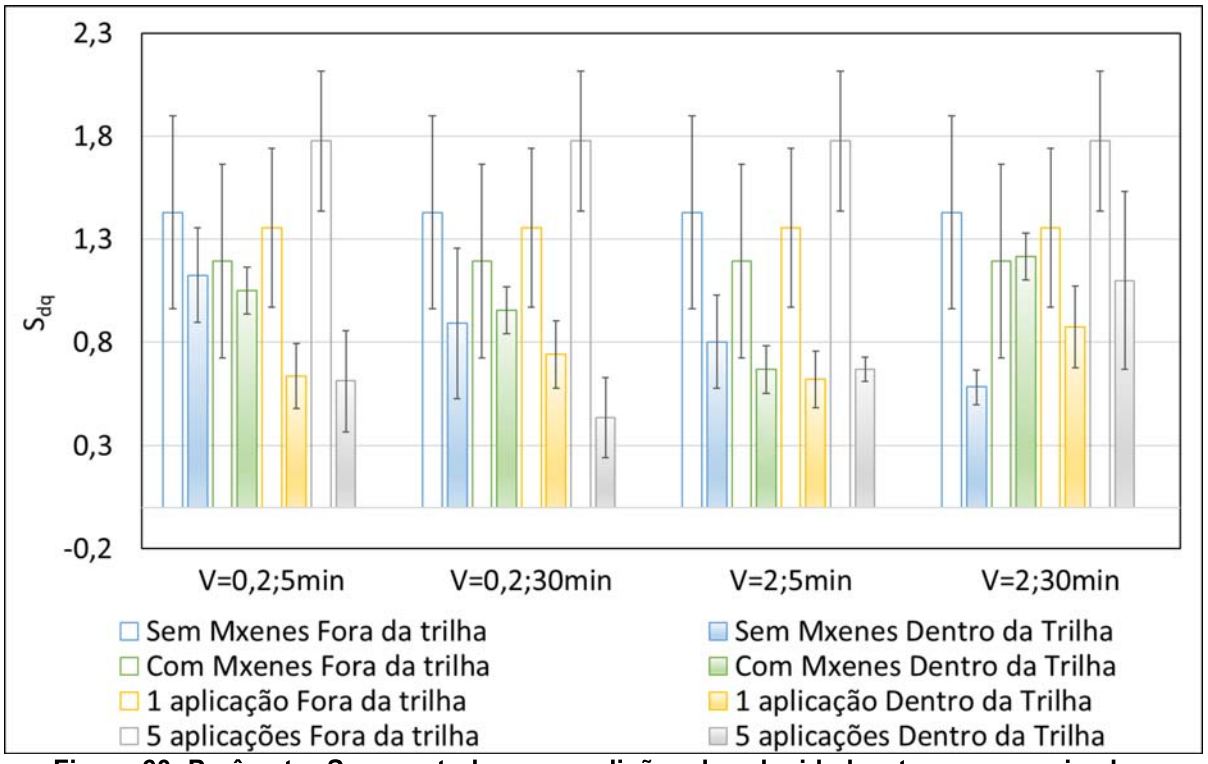

Figura 60: Parâmetro S_{dq} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

Na Figura 61, é apresentado o comportamento do volume de vazios (Vv) para todas as condições de ensaio. Observa-se que esse parâmetro, que corresponde aos vales mais profundos, diminuiu dentro das trilhas em todas as condições de velocidade e tempo estudadas. Isso confirma a hipótese de que, à medida que o material foi sendo retirado devido à ação do desgaste, os detritos cominuídos e aglomerados possivelmente foram transferidos, preenchendo os poros do concreto. Essa observação é consistente com as hipóteses observadas nos ensaios de taxa de desgaste (Figuras 56 e 57). Os valores-p mostrados na Tabela 15 confirmam que os valores médios do volume de vazios dentro das trilhas são menores do que fora delas para todas as condições de velocidade e tempo, sendo essas diferenças estatisticamente significativas. Uma exceção ocorre no concreto com *MXenes* adicionados à massa, com velocidade de 2 mm/s e tempo de 30 minutos, onde quase não houve alteração em relação à referência.

Na média dentro das trilhas o volume de vazios ficou em torno de 2 µm, sendo que em alguns casos tal parâmetro ficou em torno de 0,5 µm como é caso de 5 aplicações nas condições de velocidade menor (5 e 30 minutos) e condição de velocidade maior de 2 mm/s e tempo de 5 minutos. Em relação ao volume de vazios

dentro das trilhas no uso de concretos modificados (com *MXenes* adicionados à massa, com 1 e 5 aplicações na superfície) não se obteve diferenças estatisticamente significativas em relação ao concreto referência. Por outro lado, é possível observar a diferença de valores do volume de vazios dentro e fora das trilhas, indicando uma diminuição desse parâmetro dentro das trilhas. Essas diferenças são estatisticamente significativas para todas as condições de velocidade e tempo, o que sugere uma redução dos poros do concreto. Este fenômeno ocorre provavelmente porque o material que está sendo 'arrancado' pode se alojar nos poros existentes.

Tabela 15: Análise ANOVA das variações do parâmetro V_v.

Valor-p - Resultados dentro da trilha	
Com *MXene*/referência	0,4326
1 Aplicação/referência	0,9832
5 Aplicação/referência	0,3794
Valor-p - Dentro/fora da trilha	$6.3.10^{-4}$

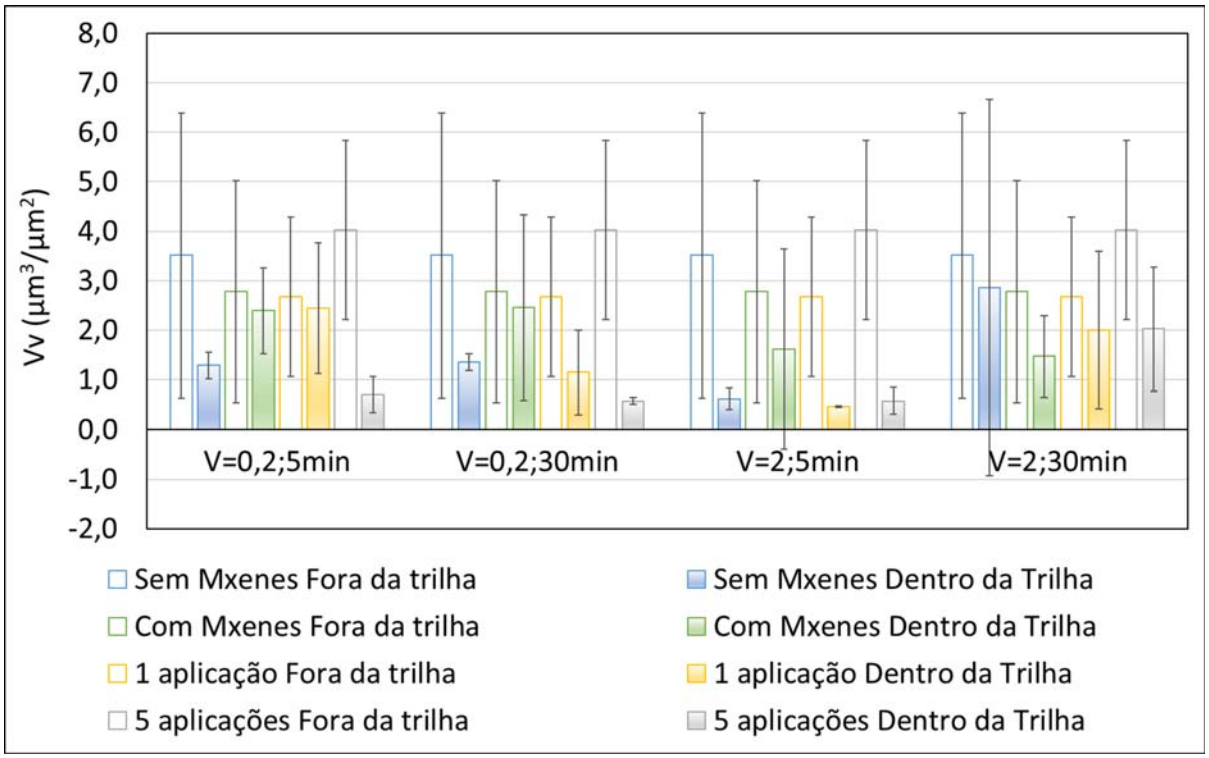

Figura 61: Parâmetro V_v para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

Na Figura 62 pode-se verificar o parâmetro S_{ci}, o qual apresentou uma tendência de redução dentro das trilhas em relação a fora das trilhas, considerando um aumento da velocidade (de 0,2 para 2 mm/s) e de tempo de ensaio (de 5 para 30 minutos). Considerando que esse parâmetro é o índice de material na região intermediária da

curva (S_{ci}), que também está associada aos poros do concreto, continua-se com a hipótese de que o material desgastado tenha recoberto os poros com a resposta na redução do valor de S_{ci}. Isso se confirmou pelo teste ANOVA em que S_{ci} dentro das trilhas em relação fora das trilhas se mostrou significativo estatísticamente (Tabela 16). Dentro das trilhas em relação aos concretos modificados (com *MXenes* adicionados à massa, com 1 e 5 aplicações na superfície) os resultados não se confirmaram através do teste ANOVA

Tabela 16: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{ci}.

Valor-p - Resultados dentro da trilha	
Com *MXene*/referência	0,6026
1 Aplicação/referência	0,4378
5 Aplicação/referência	0,9829
Valor-p – Dentro/fora da trilha	0,0108

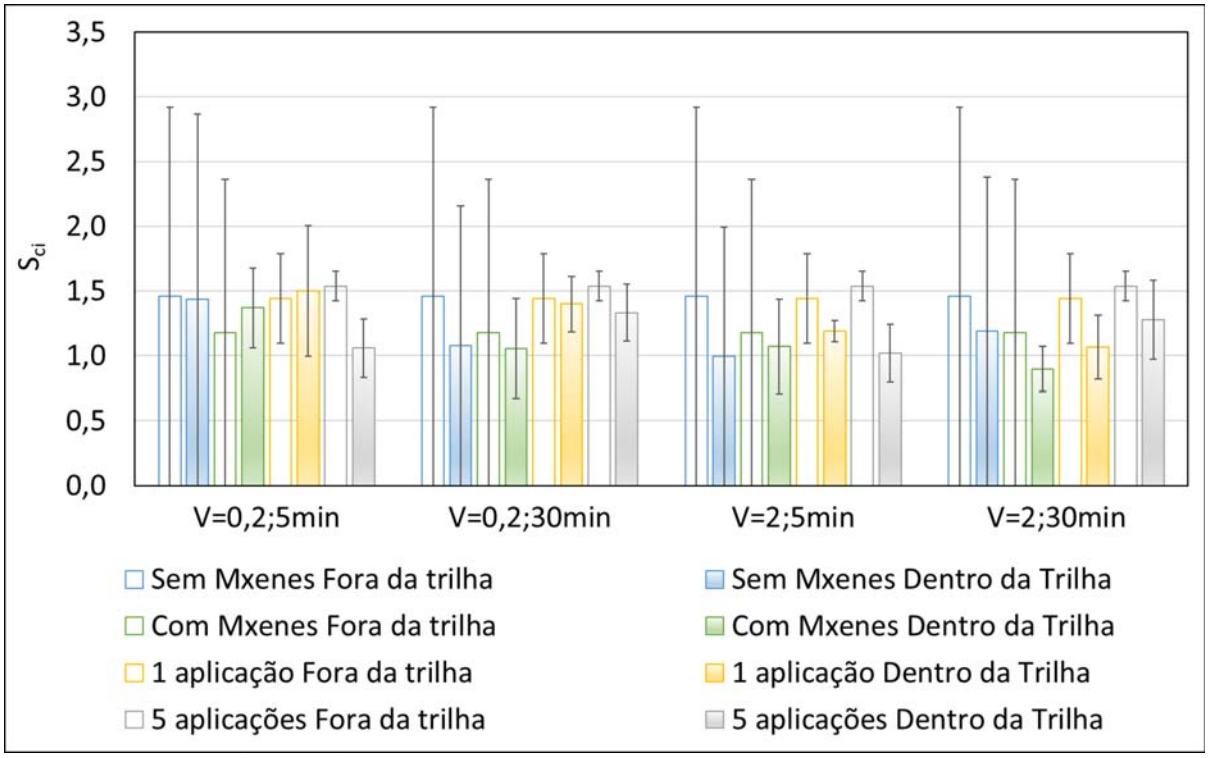

Figura 62: Parâmetro S_{ci} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

Para o parâmetro S_{sk}, ao analisar-se o gráfico da Figura 63, parece haver certa variação entre as trilhas de desgaste dentro e fora nas condições pesquisadas, mas ao analisar as barras de erro verifica-se que não há diferença estatística entre os tipos de concreto pesquisados. Isso se confirma através de *valor-p* de 0,1038 (Tabela 17).

Para uma maior velocidade, pode-se observar que os concretos referências parecem apresentar alguma diferença no valor de S_{sk} dentro da trilha em relação à fora da trilha de desgaste, porém esses valores também não têm significância estatística através da análise ANOVA. Portanto, não foi possível identificar a diferença entre os desgastes dentro e fora das trilhas através do parâmetro S_{sk}. No uso dos concretos modificados (com *MXenes* adicionados à massa, com 1 e 5 aplicações na superfície) e com o aumento do tempo de ensaio e de velocidade pareceu promover um aumento de S_{sk}, mas estas diferenças não foram significativas estatisticamente. Através do parâmetro S_{sk} não se identificou alterações significativas dentro/fora da trilha e nem no uso dos concretos modificados/concreto referência (Tabela 17).

Tabela 17: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{sk}.

Valor-p - Resultados dentro da trilha	
Com *MXene*/referência	0,8469
1 Aplicação/referência	0,7878
5 Aplicação/referência	0,7275
Valor-p - Dentro/fora da trilha	0,1038

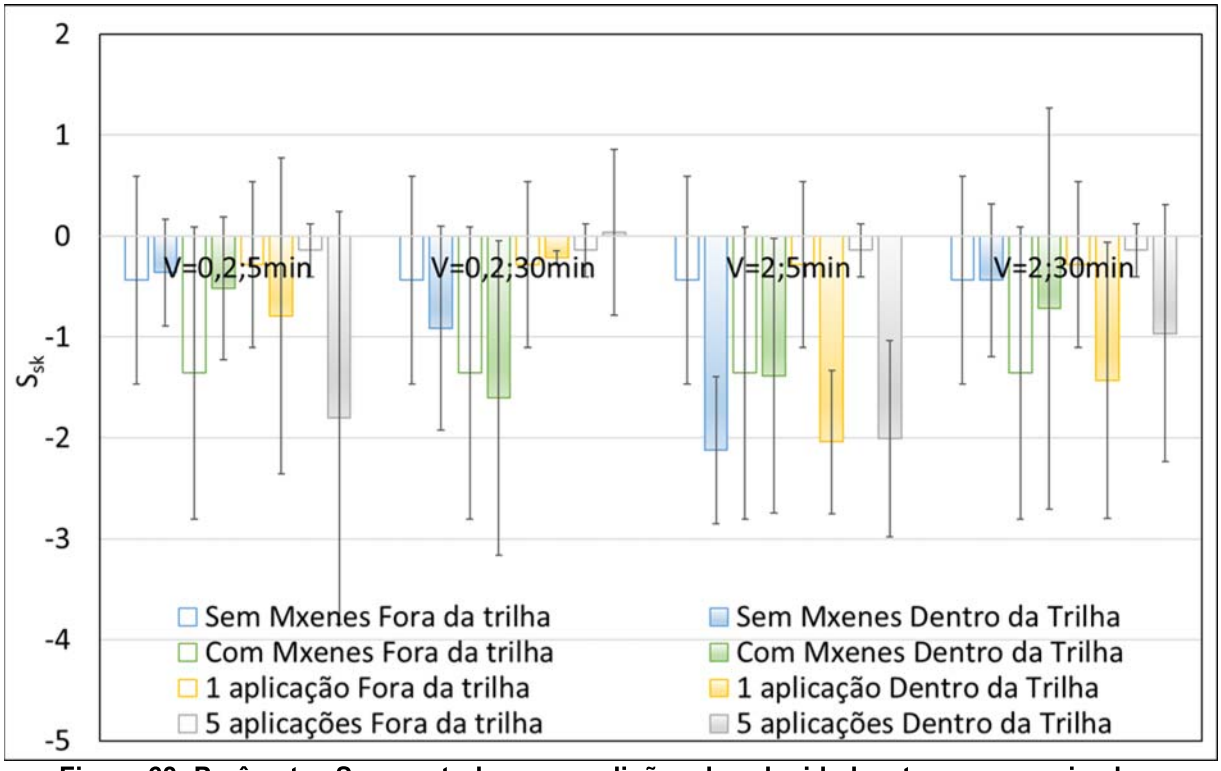

Figura 63: Parâmetro S_{sk} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

Na Figura 64, é apresentado o gráfico referente ao parâmetro *Sku* para todas as condições de velocidade (0,2 e 2 mm/s) e tempo de ensaio de 5 e 30 minutos. O

Sku apresentou uma tendência de aumento dentro das trilhas em relação à fora das trilhas. A significância estatística da diferença entre fora e dentro da trilha se confirmou através do teste ANOVA (Tabela 18). Na condição dentro da trilha com 5 aplicações *MXenes* na superfície para 0,2 mm/s e tempo de 30 minutos, o *Sku* apresentou-se um pouco inferior em relação à mesma condição dentro da trilha para 0,2 mm/s e tempo de 5 minutos, embora ambos ainda tenham se mantido superiores à referência. O mesmo se observou dentro da trilha no uso de 1 aplicação *MXenes* na superfície (condição de velocidade de 2 mm/s e tempo de 30 minutos), o qual reduziu em relação à condição dentro da trilha (velocidade de 2 mm/s e tempo de 5 minutos), embora também tenham se mantido superiores à referência (Figura 64). Esses resultados, tanto para 5 aplicações como para 1 aplicação *MXenes* na superfície e dentro das trilhas, foram estatisticamente significativos. O *Sku* fora das trilhas de desgaste apresentou-se reduzido com valores próximos de 3, o que mostra que essa curva se aproxima de uma superfície Gaussiana. Por outro lado, dentro das trilhas, os valores de *Sku* foram elevados porque a superfície é não Gaussiana, ou seja, com o desgaste provavelmente asperidades com diferentes alturas foram geradas na superfície, resultando em uma curva de distribuição de alturas mais achatada (ISO 25178-2, 2012).

Dos tipos de concretos pesquisados (com *MXenes* adicionados à massa, e com 1 e 5 aplicações na superfície) e dentro das trilhas não se observou diferenças estatísticas significativas em relação ao concreto referência (Tabela 18).

Tabela 18: Análise ANOVA das variações do parâmetro S_{ku}.

Valor-p - Resultados dentro da trilha	
Com *MXene*/referência	0,8090
1 Aplicação/referência	0,8006
5 Aplicação/referência	0,2816
Valor-p - Dentro/fora da trilha	0,0010

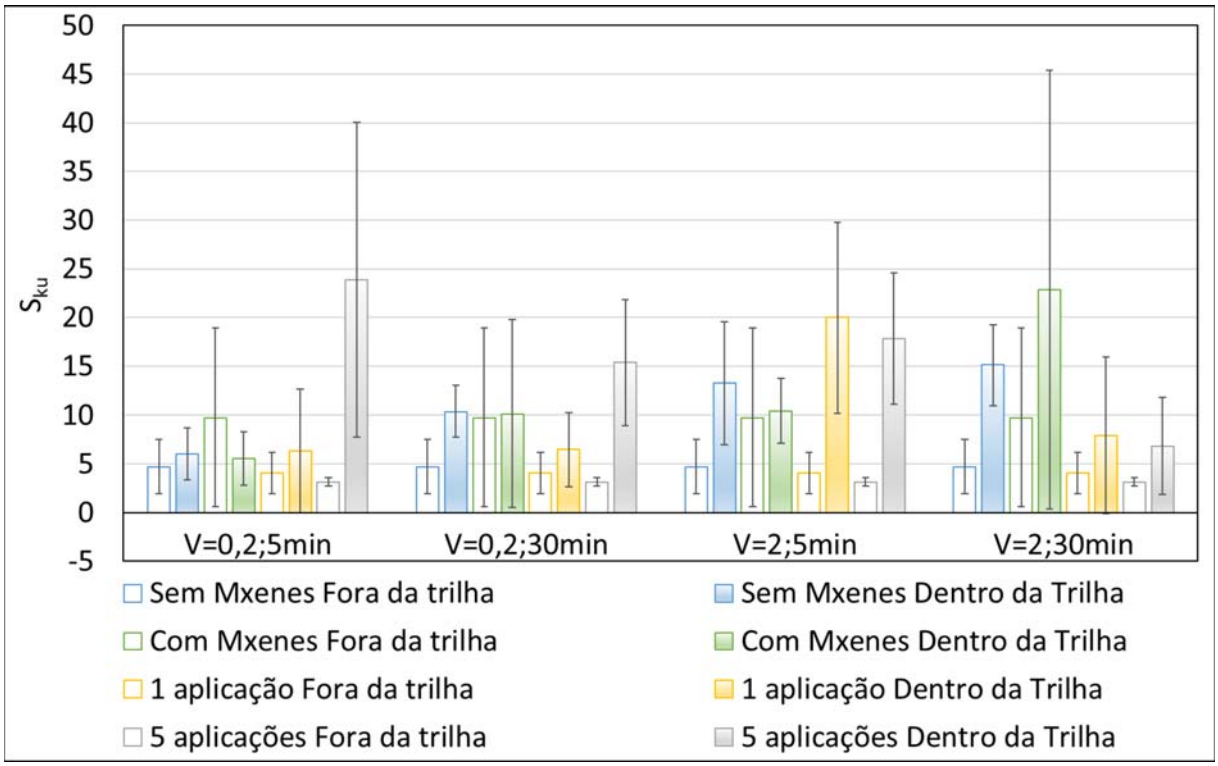

Figura 64: Parâmetro S_{ku} para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

4.4 Análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia Raman dos concretos pesquisados

Nas análises em microscópio eletrônico de varredura foi identificada a composição, a superfície topográfica, a morfologia e as associações de fases a partir da resposta da interação do fino feixe de elétrons com a área e o microvolume analisado. Da análise das imagens obtidas de MEV foi possível determinar os mecanismos de desgaste envolvidos, bem com auxiliar na compreensão do comportamento tribológico devido à adição de *MXenes* nos concretos modificados. Abaixo são mostradas algumas figuras das imagens de MEV das amostras sem *MXenes* e dos concretos modificados.

Observa-se através da Figura 65 a delimitação das trilhas para as amostras referência, 1 e 5 aplicações *MXenes* na superfície pelo método *drop-casting*. Na ampliação das imagens pode-se visualizar as regiões de fora das trilhas mais irregulares no entorno e no interior com uma região mais “alisada” (região indicada por uma seta) que corresponde à trilha de desgaste. Observa-se que apesar das regiões dentro das trilhas serem mais lisas ainda apresentam alguns poros os quais parecem ser remanescentes da porosidade natural do concreto.

As trilhas dos concretos referência (sem *MXenes*) são maiores que dos concretos com 1 aplicação *MXenes* na superfície (comparar primeira e segunda linhas de imagens na Figura 65). Para 5 aplicações *MXenes* na superfície (terceira linha de imagens), a região de desgaste não parece estar tão definida como as dos concretos referência e com 1 aplicação *MXenes* na superfície.

A imagem de 1 aplicação *MXenes* na superfície se apresentou mais lisa, corroborando com o valor mais baixo de S_q dentro da trilha para essa condição (Figura 59). Também, para 1 aplicação *MXenes* na superfície ocorreu a menor de taxa de desgaste em relação aos outros tipos de concreto na condição de velocidade de 2 mm/s e tempo de ensaio de 5 minutos (Figura 56). É provável que as nanofolhas *MXenes* tenham favorecido a formação de uma tribocamada protetora, que pode ter ajudado a preencher os vales de topografia, resultando em um desgaste menor (ZUM GAHR, 1987; GUO et al., 2019). Para as amostras com 5 aplicações *MXenes* na superfície, pode-se verificar visualmente que além da região dentro da trilha estar mais "alisada" parece existir uma camada transferida na superfície, assim como trincas, as quais quase não existem para sem *MXenes* e 1 aplicação. Deve-se lembrar que no desgaste por *fretting*, existe dificuldade para que os debris saiam do contato e o mesmo podem ter um importante papel na formação de tribocamadas. Inclusive a literatura mostra com frequência que tribocamadas mais espessas tendem a trincar (FERNANDEZ et al., 2013). A aplicação *MXenes* por *drop-casting* na superfície parece ter contribuído para uma maior aglomeração dos debris no contato. Inicialmente, isso pode ter sido o responsável por uma maior taxa de desgaste nos ensaios com menor velocidade e tempo (Figura 54), devido à abrasão promovida pelos debris. Com o aumento da velocidade e do tempo de ensaio, o aumento da temperatura do contato provavelmente possa ter contribuído para a formação de uma tribocamada com características auto-lubrificantes devido à presença dos *MXenes*, mais lisa e protetora, levando à menor taxa de desgaste entre todas as amostras (Figura 57).

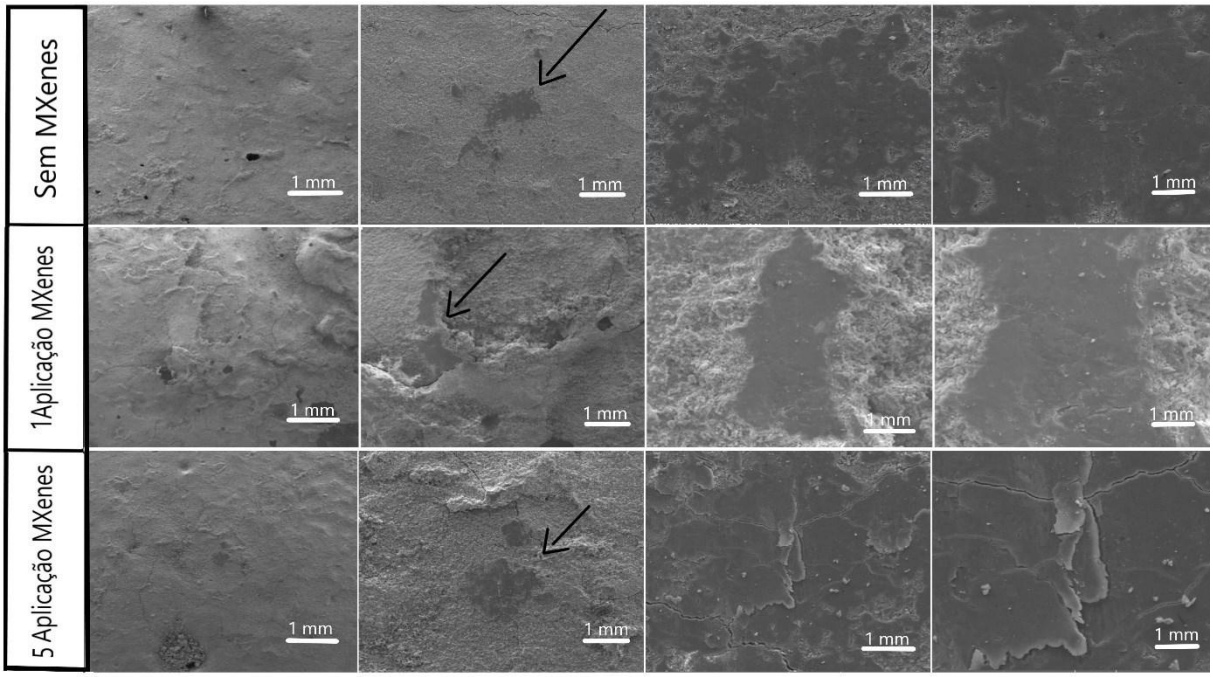

Figura 65: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras, elétrons secundários (SE) das trilhas para as diferentes condições de teste: as diferentes colunas correspondem a aumentos crescentes.

Na Figura 66 são mostradas as imagens de MEV dos contracorpos que deslizaram em relação às diferentes amostras: referência (sem *MXenes)*, 1 aplicação e 5 aplicações *MXenes* na superfície. Nessa figura, as diferentes colunas correspondem a diferentes aumentos e as linhas correspondem às diferentes amostras. Para cada condição, são mostradas tanto as imagens de elétrons secundários (SE), que dão contraste de topografia, quanto imagens de elétrons retroespalhados (BSE), que dão contraste de composição química. Para todos os contracorpos, o desgaste mostrado pelas imagens SE foi negligenciável. Porém, as imagens BSE identificaram claramente a presença de material transferido de coloração escura e, portanto, menor número atômico. Observa-se que os contracorpos que deslizaram sobre as amostras com 5 aplicações *MXenes* na superfície (terceira linha) apresentaram menor quantidade de material transferido quando comparados aos que deslizaram sobre amostras com 1 aplicação *MXenes* na superfície (segunda linha).

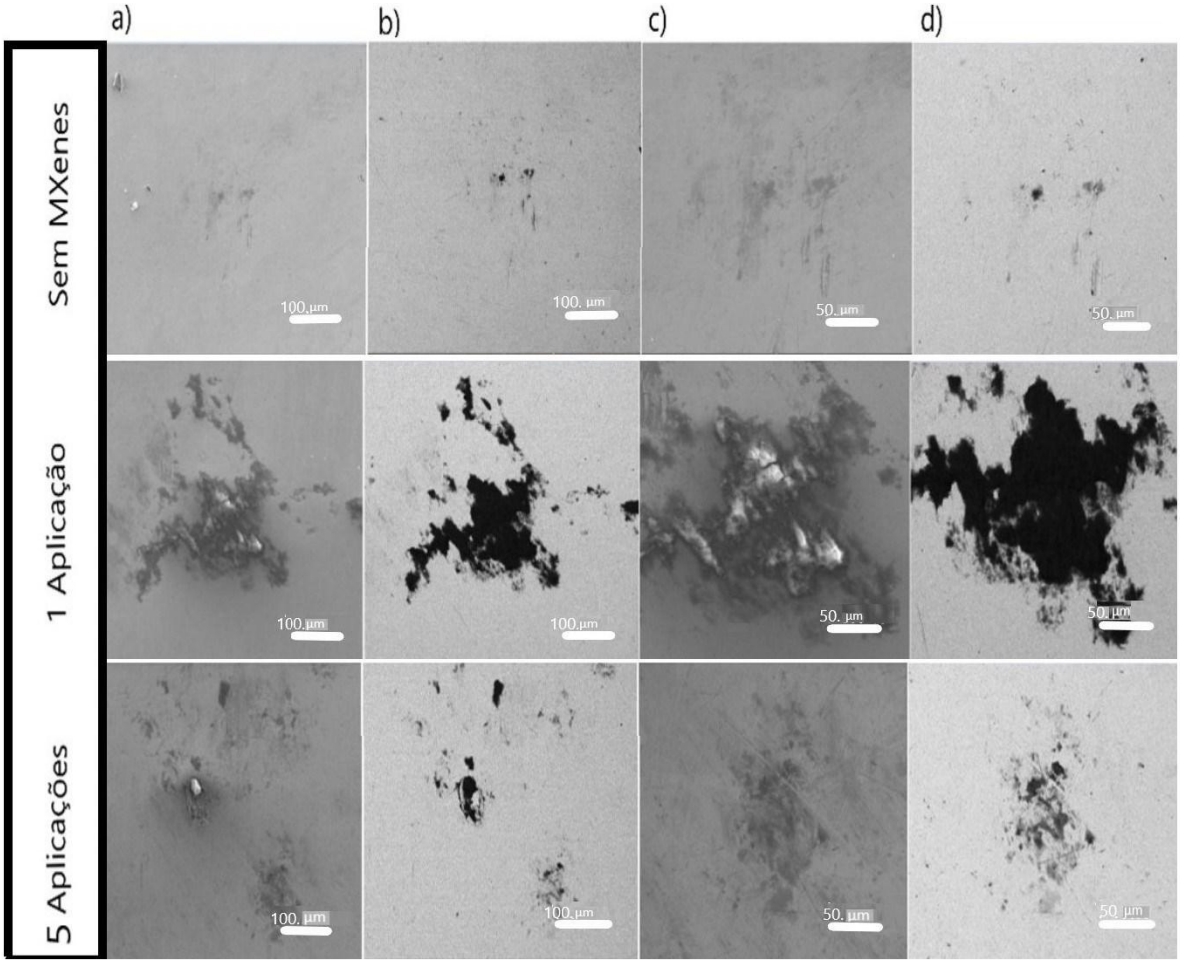

Figura 66: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos contracorpos para as diferentes condições de teste: as diferentes colunas correspondem a aumentos crescentes – a) SE; b) BSE; c) SE e d) BSE.

A menor transferência de material foi para os contracorpos no uso do concreto referência (Figura 66.c: sem *MXenes*) com menor dano na superfície, onde debris não se aglomeram no local. Já no uso dos concretos modificados parece que os *MXenes* promoveram a aglomeração dos debris, os quais foram parcialmente transferidos para o contracorpo. Provavelmente as nanofolhas *MXenes* ocasionaram um menor arrancamento de material e mais produção de uma tribocamada dentro das trilhas de desgaste. Deve-se considerar que o material aderido à superfície dos contracorpos representados pelas regiões escuras nas imagens BSE da Figura 66, sejam dos componentes do concreto e/ou das nanofolhas *MXenes* (Ca, Ti, C, N, Al, Mg, K, Na, Si, S), os quais são confirmados, pois ambos possuem elementos químicos com um número atômico inferior ao dos contracorpos (ferro). Essa verificação confirma que existe material aderido à superfície no contato; isso é mais evidente no uso de 1 aplicação *MXenes* na superfície, inclusive em relação à referência (sem *MXenes*), o que sugere que as nanofolhas *MXenes* tenham contribuído com um efeito lubrificante

no local. Isso justifica os valores de taxa de desgaste menores para 1 aplicação na superfície em um tempo de ensaio maior de 30 minutos (Figura 54).

Na Figura 67.a, é apresentada a imagem SE de uma amostra referência (sem nanofolhas *MXenes* na superfície), e na Figura 67.b é apresentado um dos espectros EDS dentro da trilha de desgaste dessa condição de amostra. De acordo com o espectro 1 (Figura 67.b) pode-se observar que os elementos encontrados fazem parte da composição química esperada para o concreto. Portanto, não se observou diferenças significativas de composição ocasionadas pelo desgaste por *fretting* (dentro e fora das trilhas). O ouro (Au) encontrado em todos os espectros corresponde à deposição por *sputtering* (deposição catódica onde ocorre a deposição de filmes finos em substratos sólidos) necessária para tornar as amostras condutoras na obtenção das imagens EDS/MEV.

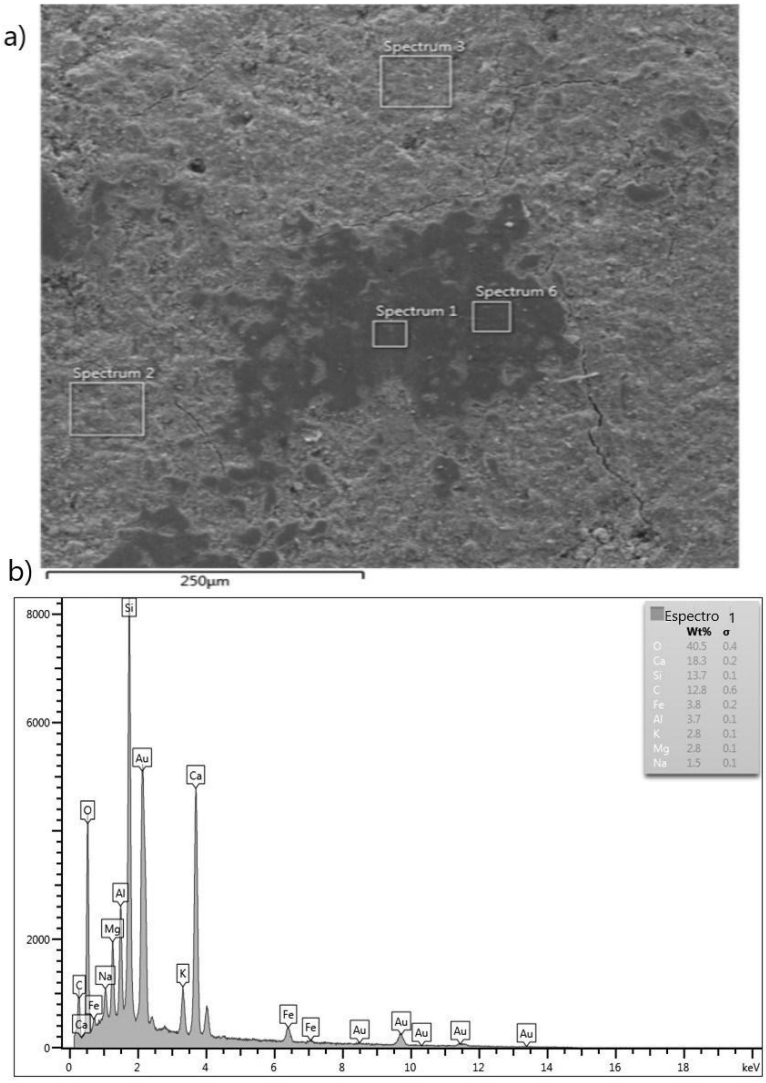

Figura 67: Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDS/MEV): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra sem *MXenes*.

Na Figura 68.a, é apresentada a imagem SE de uma amostra com 1 aplicação *MXenes* na superfície, e na Figura 68.b é apresentado um dos espectros EDS dentro da trilha de desgaste dessa condição. De acordo com o espectro 13 (Figura 68.b) há uma pequena quantidade de (Ti) titânio, que é um dos elementos preponderantes nas nanofolhas *MXenes.* O mesmo elemento de titânio se observou para o espectro 6 (dentro da trilha). Na Figura 68.a, os espectros 13, 14, 16, 20 e 21 correspondem a regiões dentro da trilha, enquanto os espectros 17, 18 e 19 correspondem a pontos fora das trilhas de desgaste.

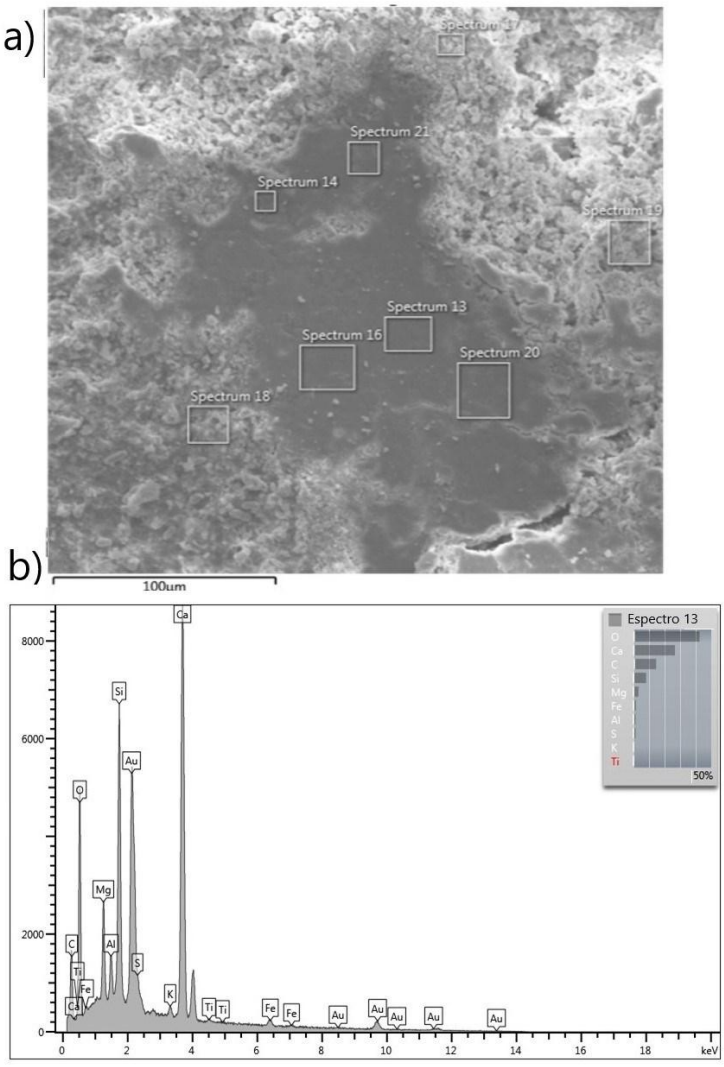

Figura 68: Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDS/MEV): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra 1 aplicação.

Na Figura 69.a, os espectros 1, 2, 3, 6 e 10 correspondem a dentro da trilha, enquanto os espectros 4 e 5 correspondem a pontos fora das trilhas de desgaste. No espectro 2 (dentro da trilha) (Figura 69.b), foi encontrado nitrogênio, o que pode indicar

que esse componente seja das nanofolhas *MXenes,* pois esse elemento não faz parte da composição do concreto ou do contracorpo de aço. No entanto, é importante salientar que a areia e a brita zero (componentes do concreto) podem conter pequenas quantidades de impurezas como o nitrogênio, mas em quantidades muito pequenas.

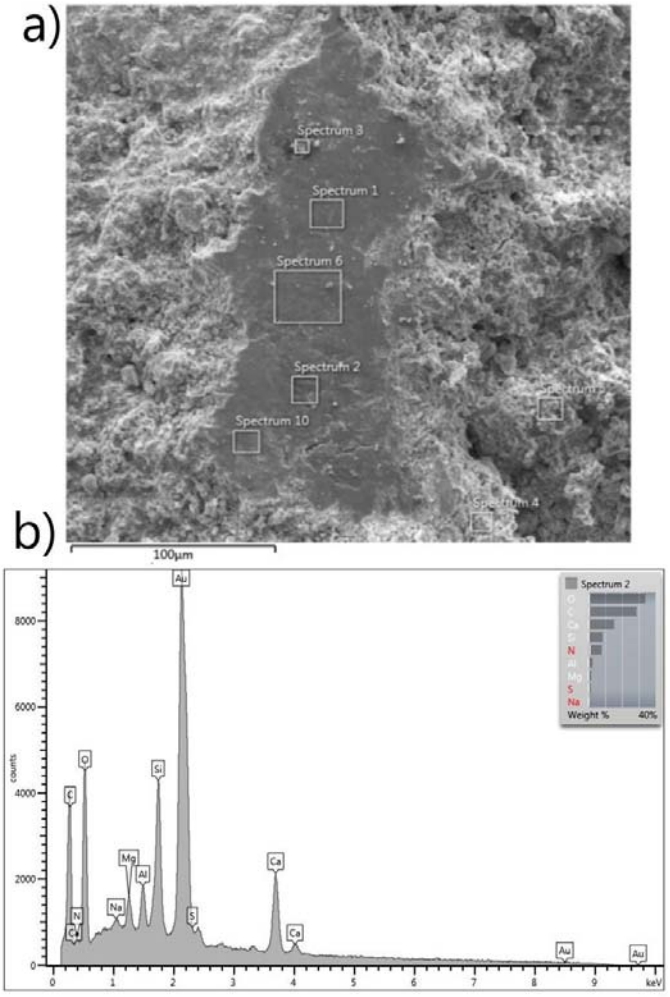

Figura 69: Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDS/MEV): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra 1 aplicação.

Na Figura 70.a, é apresentada a imagem SE de uma amostra com 5 aplicações *MXenes* e na Figura 70.b é apresentado um dos espectros EDS dentro da trilha de desgaste. De acordo com o espectro 5 (Figura 70.b), há uma pequena quantidade de (Ti) titânio, que é um dos elementos preponderantes nas nanofolhas *MXenes.* O mesmo elemento de titânio se observou para o espectro 9 (dentro da trilha). Na Figura 69.a, os espectros 3, 5 e 7 e 9 foram obtidos dentro da trilha, enquanto os espectros 2, 4 e 11 foram obtidos fora da trilha.

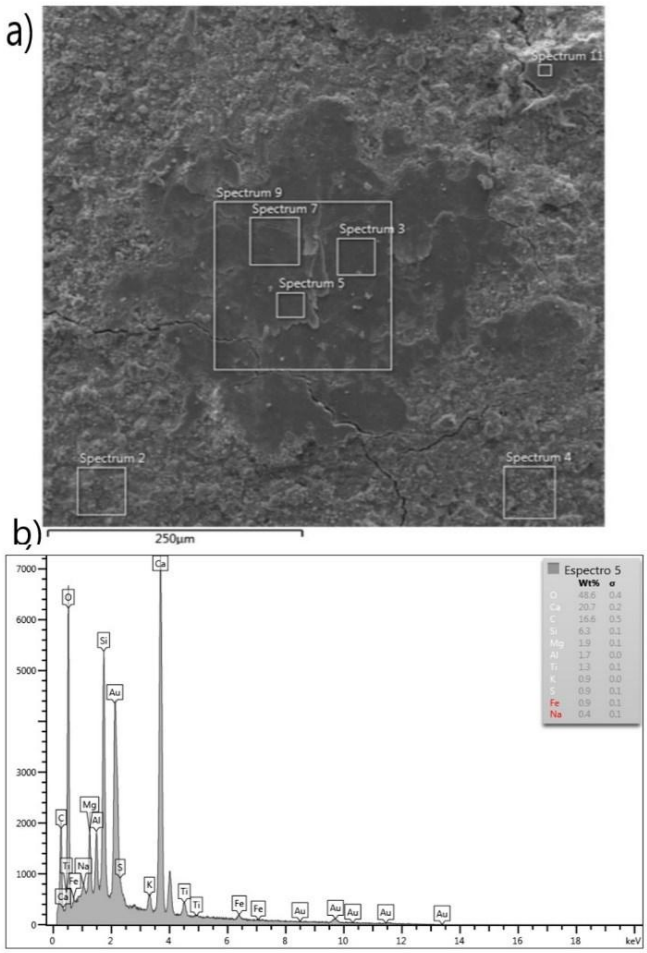

Figura 70: Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS): a) imagem SE; b) espectros EDS – amostra 5 aplicações.

Através dos espectros analisados é possível confirmar a hipótese que a aplicação de *MXenes* por *drop-casting* na superfície possa ocasionar um menor arrancamento de material e mais alisamento da superfície de desgaste, o que pode ser o resultado da formação de uma tribocamada no local do desgaste (ZUM GAHR, 1987; GUO et al., 2019).

Na Figura 71 são mostrados os espectros Raman obtidos em diferentes regiões, tanto dentro quanto fora da trilha. Para todas as amostras, tanto fora da trilha quanto na interface (região que delimita a área dentro e fora do desgaste) e dentro da trilha de desgaste, não houve diferença nos picos identificados. Isso pode ter ocorrido por dois motivos: i. a quantidade de *MXenes* na trilha pode ser muito pequena para ser identificada nos espectros, e/ou o tipo de laser (argônio com comprimento de onda de 514,5 ηm) utilizado; ii. ou o aumento utilizado (20x) considerando-se que a visualização dos picos também pode ser afetada pelo tipo de aumento utilizado nas análises (SARYCHEVA & GOGOTSI, 2020). Embora, se considere mais provável que

tenha sido devido à quantidade reduzida de nanofolhas *MXenes* utilizadas na composição dos concretos modificados.

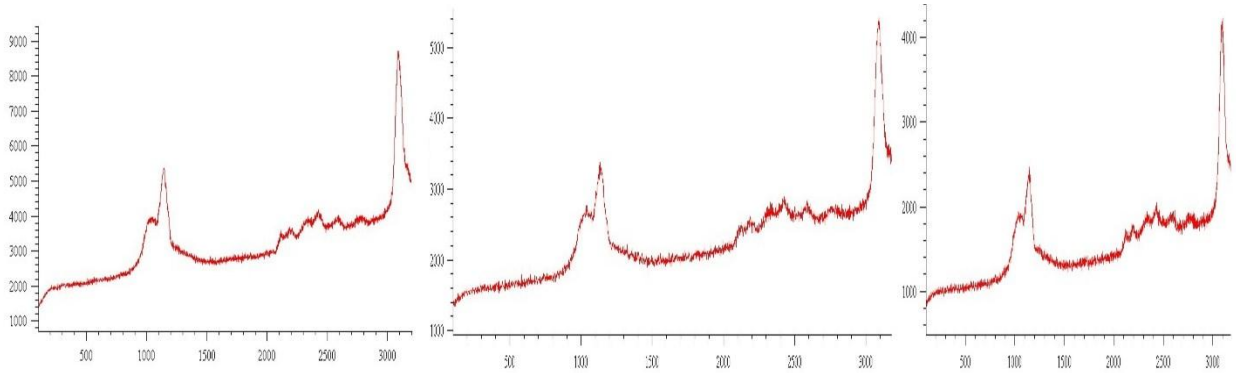

Figura 71: Raman de concreto modificado pela adição de nanofolhas MXenes à massa das amostras - aumento de 20x: a) fora da trilha; b) Interface; c) Dentro da trilha.

5 Considerações finais

Apenas nos ensaios mecânicos de resistência à compressão realizados aos 3 dias, nas amostras com nanofolhas *MXenes* adicionadas à massa, foi observado um aumento de 15,0% na resistência à compressão em relação à referência.

Dos ensaios de absorção de água e de índice de vazios realizados pelo Princípio de Arquimedes (PA), o uso de nanofolhas de *MXenes* adicionadas à massa não promoveu diferenças significativas em relação à referência.

É possível observar que o desgaste por abrasão foi fortemente influenciado pelo tamanho do abrasivo utilizado. Nos ensaios de desgaste por abrasão, o uso do abrasivo 30 foi o que ocasionou a maior taxa de desgaste média entre todos os corpos de prova ensaiados, independentemente da adição ou não de nanofolhas de *MXenes* à massa do concreto. Com o uso do abrasivo 50, o desgaste não foi alterado pela adição ou não de *MXenes*. Já com o uso do abrasivo 100, a taxa de desgaste média foi menor para as amostras com *MXenes* adicionados à massa em comparação com a referência. Isso justifica as imagens óticas, nas quais se visualizou uma maior evidência de exposição do agregado graúdo dentro da trilha de desgaste com os abrasivos mais grosseiros (30 e 50) em comparação com o abrasivo 100.

Dos coeficientes de atrito obtidos nos ensaios de *fretting*, seja para tempos de ensaio curtos (5 minutos) ou mais longos (30 minutos), seja para menor ou maior velocidade (0,2 e 2 mm/s, respectivamente), observou-se grande variabilidade entre as diferentes repetições. Ou seja, não houve diferença estatística significativa no atrito para as condições de ensaio e concreto pesquisadas. Provavelmente, a elevada pressão de contato (600 MPa) e a pequena quantidade de *MXenes* utilizada tenham impulsionado os debris para as porosidades do concreto ou para as laterais do contato, produzindo tal efeito no atrito. Nos ensaios de desgaste por *fretting* na condição de menor velocidade e tempo de ensaio de 5 minutos, não se pôde afirmar que a taxa de desgaste média reduziu no uso dos concretos modificados em relação à referência, exceto no uso de 1 aplicação de *MXenes* na superfície, no qual parece ter reduzido a uma velocidade menor de 0,2 mm/s, continuando a reduzir com o aumento da velocidade (2 mm/s e tempo de 5 minutos)

Por outro lado, no uso de 5 aplicações de *MXenes* na superfície, observou-se uma tendência de aumento da taxa de desgaste, que voltou a reduzir na velocidade e tempo de ensaio maiores (v = 2 mm/s e tempo = 30 minutos). Nas amostras com *MXenes* adicionados à massa, não houve alteração significativa da taxa de desgaste média nas condições de ensaio estudadas.

Dos gráficos, as taxas de desgaste médias parecem ter sido maiores para uma condição de menor velocidade. Ou seja, na condição de velocidade de 2 mm/s, as taxas de desgaste foram inferiores se comparadas à condição de 0,2 mm/s, em ambos os ensaios de 5 e 30 minutos. Nesse caso, é possível que o solvente não tenha evaporado completamente e tenha promovido um efeito de lubrificação hidrodinâmica, ou que a maior velocidade possa ter dificultado o escape dos debris da região de *fretting*, além de tornar o contato mais adiabático, favorecendo a formação de uma tribocamada protetora, que pode ajudar a preencher os vales da topografia, resultando em um desgaste menor.

Dos parâmetros topográficos, a rugosidade das superfícies (S_q) para todos os tipos de concreto reduziu dentro das trilhas em comparação a fora da trilha. Dentro das trilhas, apenas a amostra com 1 aplicação na superfície é que apresentou S_q médio com a tendência de redução em tempos de 5 minutos de ensaio em relação ao de referência. Isso se confirmou na análise dos parâmetros S_{dq}, V_v, S_{ci}, S_{ku}. Nos resultados obtidos para as outras condições de ensaio e tipos de concreto, não se observou uma tendência clara no comportamento dos parâmetros topográficos.

Nas imagens de MEV as trilhas sem *MXenes* (concreto referência) foram maiores que a do concreto com 1 aplicação *drop-casting* na superfície. Para as amostras com 5 aplicações *de MXenes* na superfície, a região de desgaste não ficou tão definida como as dos concretos sem *MXenes* (referência) e com 1 aplicação de *MXenes* na superfície. A imagem com 1 aplicação na superfície apresentou-se mais lisa, assim como para as amostras com 5 aplicações, com uma camada transferida na superfície e com trincas, as quais quase não foram visualizadas no concreto sem *MXenes* (referência) e 1 aplicação de *MXenes* na superfície.

No uso dos concretos modificados (referência, 1 e 5 aplicações nanofolhas de *MXenes* na superfície) os *MXenes* promoveram uma aglomeração dos debris, os quais foram parcialmente transferidos para o contracorpo. Isso se confirmou através dos espectros EDS nos quais as amostras com 1 e 5 aplicações *MXenes* na superfície apresentaram pequenas quantidades de titânio (Ti) dentro das trilhas, demonstrando

que as nanofolhas *MXenes* ficaram aderidas ao contato, confirmando sua atuação como lubrificante local para contribuir na redução do desgaste. Dos espectros Raman fora da trilha, na interface e dentro das trilhas de desgaste, não se observou diferença nos picos identificados, provavelmente devido à quantidade reduzida de *MXenes, que* pode não ter sido suficiente para identificar as nanofolhas de *MXenes*.

5.1 Conclusões

- A adição de nanofolhas de *MXenes* à massa dos concretos demonstrou a capacidade de promover um ganho de resistência nas primeiras idades. Este aumento de resistência parece não ser atribuível à redução de poros, como indicado pelos ensaios de índice de vazios e absorção de água, que não registraram alterações significativas na porosidade do material. É provável que as nanofolhas de *MXenes*, quando adicionadas à massa do concreto, melhorem a coesão da matriz de cimento, atuando como ancoragens entre os grãos de cimento e os agregados (YIN et al., 2015)
- No que diz respeito ao desgaste, observou-se um melhor desempenho quando as nanofolhas de *MXenes* foram adicionadas à massa do concreto, especialmente em relação à taxa de desgaste média quando expostas a abrasivos menos agressivos (#100) e com uma menor exposição de agregado graúdo;
- Nos ensaios de *fretting*, tanto a adição de nanofolhas de *MXenes* à massa do concreto quanto a sua deposição na superfície não apresentaram efeito significativo sobre os coeficientes de atrito. Isso provavelmente deveu-se à alta pressão de contato (600 MPa) e/ou à pequena quantidade de *MXenes* utilizada;
- Em relação às taxas de desgaste média, apenas as amostras com 1 aplicação de nanofolhas de *MXenes* na superfície do concreto pareceram contribuir para um melhor desempenho, resultando em uma redução das taxas de desgaste médias;
- Analisando os parâmetros topográficos, observou-se que a rugosidade das superfícies (*Sq*) reduziu-se dentro da trilha em comparação com fora da trilha para todos os tipos de concreto estudados. Somente a amostra com 1 aplicação de nanofolhas de *MXenes* na superfície do concreto apresentou médias de *Sq* com tendência de redução em tempos de 5 minutos, o que foi confirmado pela análise dos parâmetros *Sdq*, *Vv*, *Sci* e *Sku*;

- Com base nos resultados das taxas de desgaste média e nas imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV), a superfície com 1 aplicação de nanofolhas de *MXenes* foi a que se apresentou mais lisa e com melhor definição quando comparada com as superfícies dos concretos de referência e com 5 aplicações na superfície.
- Embora a quantidade de *MXenes* utilizada tenha sido pequena, mudanças no atrito entre partículas podem ter favorecido uma distribuição mais uniforme durante a cura, afetando a morfologia do concreto em nível microscópico. É provável que tanto a natureza lubrificante das nanofolhas de *MXenes*, afetando a reologia das pastas, quanto o efeito nanométrico das partículas, ajudando a nuclear a rede de cristais de etringita, tenham desempenhado um papel na resistência do concreto. Os resultados mostraram uma melhora entre 15 e 20% na resistência à compressão com a adição de *MXenes*, mas as diferenças foram estatisticamente significativas apenas após 3 dias de cura. O reforço com *Mxenes* também tendeu a aumentar a resistência à abrasão do concreto, particularmente para abrasivos mais finos (#100). No entanto, esse aumento na resistência à compressão e à abrasão não foi associado a mudanças na macroporosidade do concreto. No nível micro, as superfícies com *Mxenes* apresentaram-se mais lisas, evidenciando um fluxo mais fácil da pasta de concreto durante a pega. A natureza lubrificante das nanofolhas de *MXenes* aparentemente reduziu o atrito entre partículas, melhorando a microtopografia do concreto.
- Para todos os tipos de concreto, a rugosidade das superfícies dentro das trilhas reduziu em comparação com as superfícies fora delas, indicando que as superfícies dentro da trilha se tornaram mais 'lisas'. Este fenômeno sugere uma grande possibilidade de que o material arrancado esteja preenchendo os poros, resultando em uma superfície mais lisa. Esse comportamento também é consistente com os valores de taxa de desgaste menores observados em tempos de ensaio mais longos. Durante o *fretting*, devido ao tamanho reduzido do movimento de oscilação, os detritos não conseguem escapar do contato. Ao serem arrancados, eles permaneceram no contato, sofrendo cominuição, aglomeração, deformação e transferência para a superfície, o que pode contribuir para o alisamento da superfície e, consequentemente, para uma taxa de desgaste mais baixa. A rugosidade dentro da trilha é consideravelmente menor, apresentando uma diferença significativa em relação às superfícies fora dela.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Durante a realização desta pesquisa surgiram novos questionamentos sobre o percentual de adição de nanofolhas *MXenes* ideal a ser adicionado à massa de concreto e para a aplicação à superfície pelo método *drop-casting,* e como isso se relacionou com as respostas obtidas nas taxas de desgaste por abrasão e por *fretting*. Logo novas pesquisas nesta linha podem ser feitas no sentido de tentar obter menor dispersão dos resultados, tais como:

- Seria interessante aumentar o número de amostras para 5 corpos de prova em todos os ensaios, tanto para os ensaios mecânicos de resistência à compressão, quanto para os ensaios de desgaste por abrasão e por *fretting*, bem como para os ensaios de porosidade no sentido de tentar minimizar a heterogeneidade das amostras. Além disso, poderia ser utilizado um contato em linha, com um contra-corpo cilíndrico alinhado formando uma linha de contato, o que aumentaria significativamente a área analisada e minimizaria a questão da heterogeneidade das amostras.

- Em relação aos ensaios mecânicos de resistência à compressão nos concretos, tanto para as amostras com *MXenes* adicionados à massa quanto para aquelas sem a adição de nanofolhas de *MXenes*, seria interessante conduzir ensaios com diferentes percentuais de adição de *MXenes*. Isso seria feito na tentativa de identificar qual percentual seria ideal para alcançar um ganho de resistência à compressão significativo também aos 28 dias;

- Outro ponto importante a ser analisado seria o custo/benefício da adição de nanofolhas de MXenes à massa do concreto e da sua deposição na superfície, levando em consideração o seu elevado custo.

- Dada a resposta da taxa de desgaste média para 1 aplicação de nanofolhas de *MXenes* na superfície do concreto, seria interessante realizar ensaios de desgaste por *fretting* com a mesma quantidade de aplicação, mas em percentuais diferentes de nanofolhas de *MXenes* do que os utilizados nesta pesquisa, tanto para 1 aplicação quanto para 5 aplicações na superfície. É possível que a utilização de outros percentuais de nanofolhas de *MXenes* misturados na solução a ser aplicada por drop-

casting na superfície dos concretos possa proporcionar resultados mais significativos na redução da taxa de desgaste por fretting.

Referências Bibliográficas

ABCP – Associação Brasileira de Cimento Portland. **Guia básico de utilização do cimento portland.** 7.ed. São Paulo, 2002. 28p. (BT-106)

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. NBR 9778. (2005)**. Rio de Janeiro. 2005.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Concreto de Cimento Portland - Preparo, Controle, Recebimento e Aceitação - Procedimento. NBR 12655. (2015).** Rio de Janeiro. 2015.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Concreto - Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. NBR 5738. (2015).** Rio de Janeiro. 2015.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Concreto – Ensaio de Compressão de Corpos de Prova Cilíndricos. NBR 5739. (2018).** Rio de Janeiro. 2018.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Projeto de estruturas de Concreto – Procedimento. NBR 6118. (2014).** Rio de Janeiro. 2014.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Cimento Portland e outros Materiais em Pó — Determinação da Massa Específica. NBR 16605. (2017).** Rio de Janeiro. 2017.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Cimento Portland — Determinação dos Tempos de Pega. NBR 16607. (2018).** Rio de Janeiro. 2018.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Cimento Portland de Alta Resistência Inicial. NBR 16697. (2018).** Rio de Janeiro. 2018.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Cimento Portland - Determinação da finura por meio da peneira 75 µm (n° 200) - Método de ensaio. NBR 11579. (2012).** Rio de Janeiro. 2012.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Agregados para Concreto - Especificação. NBR 7211. (2019).** Rio de Janeiro. 2019.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Cimento Portland - Determinação da Resistência à Compressão de Corpos de Prova Cilíndricos. NBR 7215. (2019).** Rio de Janeiro. 2019.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Agregados - Determinação da Composição Granulométrica. NBR NM 248. (2003).** Rio de Janeiro. 2003.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Agregados - Determinação da Massa Unitária e do Volume de Vazios NBR NM 45. (2006).** Rio de Janeiro. 2006.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Agregado Fino - Determinação de Impurezas Orgânicas. NBR NM 49. (2001).** Rio de Janeiro. 2001.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Agregado Graúdo - Ensaio de Abrasão "Los Ángeles". NBR NM 51. (2001).** Rio de Janeiro. 2001.

ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Agregado Miúdo - Determinação da Massa Específica e Massa Específica Aparente. NBR NM 52. (2003).** Rio de Janeiro. 2003.

ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas. **Agregado Graúdo - Determinação de Massa Específica, Massa Específica Aparente e Absorção de Água NBR NM 53. (2009).** Rio de Janeiro. 2009.

ASTM G 65-00. (2001). **Standard test method for measuring abrasion using the dry sand/rubber wheel apparatus. ASTM International** - ASTM G 65-00. 2001.

ABID, S. R.; HILO, A. N.; DAEK, Y. H. **Experimental Tests on the Underwater Abrasion of Engineered Cementitious Composites.** Construction and Building Materials, v. 171, p. 779-792, 2018. ISSN 0950-0618.

ALHABEB, M., MALESKI, K., MATHIS, T. S., SARYCHEVA, A., HATTER, C. B., UZUN, S., LEVITTt, A., & GOGOTSI, Y. (2018). **Selective Etching of Silicon from Ti_3SiC_2 (MAX) To Obtain 2D Titanium Carbide (MXene).** Angewandte Chemie International Edition, 57(19), 5444–5448.

ALY, M., HASHMI, M. S. J., OLABI, A. G., MESSEIRY, M., & HUSSAIN, A. I. (2011). **Effect of Nano Clay Particles on Mechanical, Thermal and Physical Behaviours of Waste-Glass Cement Mortars.**Materials Science and Engineering A, 528(27), 7991–7998. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.07.058

ANASORI, B., LUKATSKAYA, M. R., & GOGOTSI, Y. (2017). **2D Metal Carbides and Nitrides (MXenes) for Energy Storage**. Nature Reviews Materials, 2(2). https://doi.org/312502949

ANDRADE, M. C. **Manual para diagnóstico de obras deterioradas por corrosão de armaduras.** Tradução e adaptação de Antônio Carmona e Paulo Helene. São Paulo, Pini, 1992.

ANDRADE, T. Tópicos Sobre Durabilidade do Concreto. Isaía, Geraldo Cechella. **Concreto: Ensino, Pesquisas e Realizações.** São Paulo: Ibracon, V.2, 2005.

ANDRADE, J. J. O. & TUTIKIAN, B. F. Resistência Mecânica do Concreto. Isaía, Geraldo Cechella. **Concreto: Ciência e Tecnologia.** São Paulo: Ibracon, V.2, 2011.

ARAÚJO, R.; RODRIGUES, E.; FREITAS, E. (2000). **Materiais de construção.** Rio de Janeiro.

ARAÚJO, J. M. (2014). **Curso de Concreto Armado.** Ed. Dunas (org.); 4a ed.

ARCHARD, J. F.; HIRST, W. **The Wear of Metals under Unlubricated ConditionsSource: Proceedings of the Royal Society of London.** Series A, Mathematical and Physical Sciences. v. 236, n. 1206, p. 397-410, 1956.

BHUSHAN, B. (2013). **Introduction to tribology**. John Wiley & Sons, 2013. ISBN 1118403223.

BATTAGIN, A. F. (2011). Cimento Portland. Isaía, Geraldo Cechella. **Concreto: Ciência e Tecnologia.** São Paulo: Ibracon, V.1.

BAUER, R. J. F.; PAULON, V. A.; TOKUDOME, S.; SANTOS, F. B. 2002. **Influência dos Endurecedores de Superfície Sobre a Resistência ao Desgaste por Abrasão.** In: REIBRAC-IBRACON, 44.

BERENGUER, R. A., Helene, P., BARRETO MONTEIRO, E. C., LINS, C. S., & LIMA, A. (2016). **Inspection of the Pathological Manifestations on Janga Bridge.** Electronic Journal of Geotechnical Engineering, 21(12), 4583–4594.

BOIDI, G., DE QUEIRÓZ, J. C., PROFITO, F. J. & ROSENKRANZ, A. (2022). **"$Ti_3C_2T_x$ MXene Nanosheets as Lubricant Additives to Lower Friction under High Loads, Sliding Ratios, and Elevated Temperatures."** *ACS Applied Nano Materials*.

CAO, S., SHEN, B., TONG, T., FU, J., & YU, J. (2018). **2D/2D Heterojunction of Ultrathin MXene/Bi 2WO6 Nanosheets for Improved Photocatalytic CO_2 Reduction.** Advanced Functional Materials, 28(21), 1800136.

CHAIPANICH, A., NOCHAIYA, T., WONGKEO, W., & TORKITTIKUL, P. (2010). **Compressive Strength and Microstructure of Carbon Nanotubes–Fly Ash Cement Composites.** Materials Science and Engineering: A, 527(4–5), 1063–

CHODOUNSKY, M. A. & VIECILLI, F. M. (2007). Pisos Industriais de Concreto - Aspectos Teóricos e Executivos.

CINTI, S.; ARDUINI, F. Graphene-based screen-printed electrochemical (bio)sensors and their applications: Efforts and criticisms. **Biosensors and Bioelectronics**, v. 89, p. 107–122, março, 2017.

CINCOTTO, M. A. Reações de Hidratação e Pozolânicas. Isaía, Geraldo Cechella. **Concreto: Ciência e Tecnologia.** São Paulo: Ibracon, V.2, 2011.

DAL MOLIN, D. C. C. (2011). Adições minerais. Isaía, Geraldo Cechella.**Concreto: Ciência e Tecnologia.** São Paulo: Ibracon, v. 1, p. 261-309, 2011.

DE MELLO, J. D. B., BINDER, C., HAMMES, G., BINDER, R., & KLEIN, A. N. (2017). **Tribological Behaviour of Sintered Iron Based Self-lubricating Composites.** Friction, 5(3), 285–307.

DHIR, R. K., HEWLETTt, P. C., & CHAN, Y. N. (1991). **Near-Surface Characteristics of Concrete: Abrasion Resistance.** Materials and Structures, 24(2), 122–128. https://doi.org/10.1007/BF02472473

DONG, H. S.; QI, S. J. Realising the potential of graphene-based materials for biosurfaces – A future perspective. **Biosurface and Biotribology**, v. 1, n. 4, p. 229–248, dez. 2015.

DORIA, M. R., SALES, A. T. C., & ANDRADE, N. F. de A. (2015). **Bond Strength Between Stell-Concrete and Between Concretes With Different Ages in Structural Rehabilitation.** Revista IBRACON de Estruturas e Materiais, 8(5), 604–624. https://doi.org/10.1590/s1983-41952015000500004

DANESHVAR, D; BEHNOOD, A. & A. ROBISSON, A. (2022). **"Interfacial bond in concrete-to-concrete composites: A review."** Construction and Building Materials **359**.

FERNANDEZ, N.: MANI, R.; RINALDI, D.; KADAU, D.; MOSQUET, M.; LOMBOIS-BURGER, H.; CAVER-BARRIOZ, J.; HERMANN, H. J.; SPENCER, N. D.; ISA, L.. **Microscopic mechanism for shear thickening of non-brownian suspensions.** Physical Review Letters, v. 111, n. 10, 3 set. 2013.

FERNANDES, S. E., TASHIMA, M. M., DE MORAES, J. C. B., ISTUQUE, D. B., FIORITI, C. F., MELGES, J. L. P., & AKASAKI, J. L. (2015). **Sugarcane Bagasse Ash (GCB) as Mineral Admixture in Concrete to Check its Durability.**Revista Materia, 20(4), 909–923.

FILHO, J. G. D., & GENOVEZ, A. I. B. (2004). **Métodos para Avaliaçao do Desgaste em Amostras de Concreto Submetidas à Abrasão e à Cavitação.** Ingeniería del agua, 11(4), 389. https://doi.org/10.4995/ia.2004.2542

FONSECA, N. M. S. (2009). **Betões Estruturais com a Incorporação de Agregados Grossos Reciclados de Betão: Influência das Condições de Cura no Desempenho.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Instituto Superior Técnico, Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa. mecânico.248.

GAHR, K. Z. (1987). **Microstructure and Wear of Material.** Tribology Series, 10. In Elsevier Science Ltda (2º ed).

GARCEZ, M. R. ., SANTOS, T. ., & GATTO, D. A. . (2013). **Pré-Moldados Com Adição De Serragem Em Substituição Ao Agregado Miúdo.** Ciência & Engenharia (Science & Engineering Journal) 22 (2): 95 – 104, jul. – dez. 2013. 22(2), 95–104.

GARCÍA, A., FRESNO, D. C., & POLANCO, J. A. (2008). **Effect of Dry-Shaking Treatment on Concrete Pavement Properties.** Construction and Building Materials, 22(11), 2202–2211. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.08.010

GRZESZCZYK, S. & JANUS, G. **Reactive powder concrete with lightweight aggregates.** Construction and Building Materials, v. 263, 10 dez. 2020.

GUO, Y., ZHANG, Z., WANG, D., & ZHANG, S. (2019). **Fretting Wear Behavior of Rubber Against Concrete for Submarine Pipeline Laying Clamping.**Wear, 432–433(June), 102925. https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.05.040

HELENE,P. & ANDRADE, T. Concreto de Cimento Portland. Isaía, Geraldo Cechella. **Materiais de Construção Civil e Princípio de Ciência dos Materiais.** São Paulo: Ibracon, v.2, 2010.

HU, J., LI, S., ZHANG, J., CHANG, Q., YU, W., & ZHOU, Y. (2020). **Mechanical Properties and Frictional Resistance of Al Composites Reinforced With Ti3C2T MXene.** Chinese Chemical Letters, 31(4), 996–999. https://doi.org/10.1016/j.cclet.2019.09.004

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. Butterworth-Heinemann, 1992. ISBN 0081009518.

ISO 25178-2:2012 International Organization for Standardization, - Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Areal -- Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters, 2012.

KAUR, I., ELLIS, L.-J., ROMER, I., TANTRA, R., CARRIERE, M., ALLARD, S., MAYNE-L'HERMITE, M., MINELLI, C., UNGER, W., POTTHOFF, A., RADES, S., & VALSAMI-JONES, E. (2017). **Dispersion of Nanomaterials in Aqueous Media: Towards Protocol Optimization.** Journal of Visualized Experiments, 2017(130).

KHAYATI, G. R., GHASABE H. M. & KARFARMA M. (2015). **A survey on the application of oxide nanoparticles for improving concrete processing.** Advances in Concrete Construction 3(2): 145-159.

KIHARA, YUSHIRO & CENTURIONE, S. L. (2005). O Cimento Portland. Isaía, Geraldo Cechella. **Concreto: Ensino, Pesquisa e realizações.** São Paulo: Ibracon, V.1.

LATORRE, P. E. V. (2002). **Estudo de Argamassas para Reparos de Estruturas de Concreto Sujeitas à Abrasão, em Locais com Umidade Elevada.** Dissertação Apresentada como Requisito Parcial à Obtenção do Grau de Mestre em Ciências da Construção Civil, Curso de Pós-graduação em Engenharia Civil, PPGCC, Universidade Federal do Paraná. UFPR_PPGECC. Dissertação de Mestrado.

LIAN, W., MAI, Y., LIU, C., Zhang, L., Li, S., & Jie, X. (2018). **Two-dimensional Ti_3C_2 coating as an emerging protective solid-lubricant for tribology.** Ceramics International, 44(16), 20154–20162.

LIMA, S. A., SALES, A., AIMEIDA, F. do C. R., MORETTI, J. P., & PORTELLA, K. F. (2011). **Concretos com Cinza do Bagaço da Cana-de-açúcar: Avaliação da Durabilidade por Meio de Ensaios de Carbonatação e Abrasão.** Ambiente Construído, 11(2), 201–212. https://doi.org/10.1590/s1678-86212011000200014.

COSTA, H L; PANDOLFELLI, V, C AND DE MELLO, J.B. (1997) **On the abrasive wear of zirconias.** *Wear* 203-204 626-636.

LIN, Z. et al. Effect of two-dimensional MXene on electrical conductivity of cement pastes. **Cement and Concrete Composites**, v. 142, 1 set. 2023.

LIU, T. C. (1981). **Abrasion Resistance of Concrete.** ACI Journal - Proceedings., 78, 341–350.

MAI, Y. J., LI, Y. G., LI, S. L., ZHANG, L. Y., LIU, C. S., & JIE, X. H. (2019). **Self-Lubricating Ti3C2 Nanosheets/copper Composite Coatings.** Journal of Alloys and Compounds, 770, 1–5. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.08.100

MARIAN, M., TREMMEL, S., WARTZACK, S., SONG, G., WANG, B., YU, J., & ROSENKRANZ, A. (2020). **MXene Nanosheets as an Emerging Solid Lubricant for Machine Elements – Towards Increased Energy Efficiency and Service Life.** Applied Surface Science, 523, 146503.

MAKAR, J. M.; MARGESON, J. C.; LUH, J. (2005). **NRC Publications Archive (NPArC) Archives des publications du CNRC (NPArC) Carbon Nanotube/Cement Composites** - Early Results and Potential Applications. Construction.

MARCONDES, C. G. N.; MEDEIROS, M. H. F.; MARQUES FILHO, J.; HELENE, P. (2015). **Nanotubos de carbono em concreto de cimento portland: Influência da dispersão nas propriedades mecânicas e na absorção de água**. Revista ALCONPAT, v. 5, n. 2, p. 96–113, 30 maio 2015.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais**. 2014. 2 ed. ed. Califórnia, Estados Unidos.

NAGUIB, M., Kurtoglu, M., PRESSER, V., LU, J., NIU, J., HEON, M., HULTMAN, L., GOGOTSI, Y., & BARSOUM, M. W. (2011). **Two-Dimensional Nanocrystals Produced by Exfoliation of Ti_3AlC_2.** Advanced Materials, 23(37), 4248–4253.

NAIK, T. R.; SINGH, S. S.; HOSSAIN, M. M. (1995). **Abrasion Resistance of High-Strength Concrete Made With Class C Fly Ash.** Materials Journal, 92, n. 6, 649–659.

NEVILLE, A. M. **Tecnologia do concreto**. Bookman Editora, 2013. ISBN 8582600720.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto - 5ª Edição**. Bookman Editora, 2015. ISBN 8582603665.

NÓBREGA, P. G. B. D. Análise Dinâmica de Estruturas de Concreto: Estudo Experimental e Numérico das Condições de Contorno de Estruturas Pré-Moldadas. 2004. Universidade de São Paulo.

NUNES, F. R. G., SILVA, C. L. DA, & FROTA, C. A. DA. (2009). **Identificação do Dano Induzido por Fadiga e Cura de Microtrincas em Compósitos Cerâmicos Particulados, Voltados à Aplicação em Pavimentos Flexíveis.** Cerâmica. 55(336), 425–436.

PEREIRA, L. E., SPINELLI, D.; BOSE FILHO, W. . (2000). **Comportamento à Fadiga por "Fretting " de um Aço Inoxidável Martensítico Din X90 Nitretado por Plasma.** Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 14.
RAMESH K. G. B. & SHARMA, U. K. (2014). **Abrasion Resistance of Concrete Containing Marginal Aggregates.**Construction and Building Materials 66 (2014) 712-722. (p. 11).

RASHAD, A. M. (2013). **Effects of ZnO2, ZrO2, Cu2O3, CuO, CaCO3, SF, FA, Cement and Geothermal Silica Waste Nanoparticles on Properties of Cementitious Materials - A Short Guide for Civil Engineer.** Construction and BuildingMaterials,48,1120-1133.https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.06.083

REIS, J. H. C. Dos. (2006). **Modelo De Atrito Estático Em Interfaces De Contato entre Concreto e Areia.** p. 188. Tese Apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, como Parte dos Requisitos Para Obtenção do Título de Doutor em Ciência.

ROSENKRANZ, A., GRÜTZMACHER, P. G., ESPINOZA, R., FUENZALIDA, V. M., BLANCO, E., ESCALONA, N., GRACIA, F. J., VILLARROEL, R., GUO, L., KANG, R., MÜCKLICH, F., SUAREZ, S., & ZHANG, Z. (2019). **Multi-layer $Ti_3C_2T_x$-nanoparticles (MXenes) as solid lubricants – Role of surface terminations and intercalated water.** Applied Surface Science, 494(July), 13–21. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.07.171

SARYCHEVA, A. & GOGOTSI, Y. **Raman Spectroscopy Analysis of the Structure and Surface Chemistry of Ti3C2T X MXene**. Chemistry of Materials, v. 32, n. 8, p. 3480–3488, 28 abr. 2020.

SHEKHIREV, M.; SHUCK, C. E.; SARYCHEVA, A.; GOGOTSI, Y. **Characterization of MXenes at every step, from their precursors to single flakes and assembled films**. **Progress in Materials Science.** Elsevier Ltd, , 1 jul. 2021.

STELMAKH, A. U.; KOSTUNIK, V. A.; MAYSTRENKO A. L.; SOKHAN S. V.; KULICH V. G.; EVDOKIMOVA O. V. **The Tribology of Ceramics–Steel Hybrid Sliding Friction Pairs under Different Greasing Conditions.** Journal of Friction and Wear, v. 41, n. 2, p. 183–189, 1 mar. 2020.

SILVA, C. A. (2010). **Comportamento dos Perfis de Cloreto em Tetrápodes Localizados Nos Molhes da Barra (Rio Grande – RS – Brasil).** Dissertação Apresentada para a Obtenção do Título de Mestre em Engenharia Oceânica pela Universidade Federal do Rio Grande, RS.

SILVA, C. V. da. (2015). **Estudo da Influência das Propriedades Relacionadas à Superfície e à Matriz na Resistência à Abrasão de Concretos para Pisos.**Tese Apresentada para a Obtenção do Título de Doutor(a) em Engenharia Civil pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS.

SILVA, W. M. (2008). **Simulação do Desgaste Abrasivo via Interações Múltiplas.** Tese Apresentada para a Obtenção do Título de Doutor(a) em Engenharia Mecânica pela Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia.

WANG, B., ZHOU, A., LIU, F., CAO, J., WANG, L., & HU, Q. (2018). **Carbon Dioxide Adsorption of Two-Dimensional Carbide MXenes.** Journal of Advanced Ceramics, 7(3), 237–245. https://doi.org/10.1007/s40145-018-0275-3

YAN, H., Li, W., Li, H., FAN, X., & ZHU, M. (2019). Ti3C2 MXene Nanosheets Toward High-Performance Corrosion Inhibitor for Epoxy Coating. **Progress in Organic Coatings**, v. 135, n. May, p. 156–167.

YAN, H., ZHANG, L., LI, H., FAN, X., & ZHU, M. (2020). **Towards High-Performance Additive of Ti3C2/graphene Hybrid With a Novel Wrapping Structure in Epoxy Coating.** Carbon, 157, 217–233.

YIN, H., ZHU, J., GUAN, X., YANG, Z., ZHU, Y., ZHAO, H., ZHANG, Z., ZHOU, A., ZHANG, X., FENG, C., & LI, D. (2015). **Effect of MXene (nano-Ti3C2) on early-age hydration of cement paste.** Journal of Nanomaterials.

APÊNDICES

Apêndice A – Resultados obtidos dos ensaios de resistência à compressão (concretos referência e com adição de nanofolhas *MXenes* à massa).

Tabela A1: Resistência à compressão dos concretos sem nanofolhas *MXenes* - 3 dias de cura.

	Área (m^2)	Carga (kN)	Resistência (MPa)
CP1	0,00785	305200	38,88
CP2	0,00785	296800	37,81
CP3	0,00785	300800	38,32
Média (MPa) =			38,34
Desvio Padrão =			0,54

Tabela A2: Resistência à compressão dos concretos com nanofolhas *MXenes* - 3 dias de cura.

	Área (m^2)	Carga (kN)	Resistência (MPa)
CP1	0,00785	351700	44,80
CP2	0,00785	354000	45,10
CP3	0,00785	333100	42,43
Média (MPa) =			44,11
Desvio Padrão =			1,46

Tabela A3: Resistência à compressão dos concretos sem nanofolhas *MXenes* - 28 dias de cura.

	Área (m^2)	Carga (kN)	Resistência (MPa)
CP1	0,01	400100,00	50,97
CP2	0,01	359500,00	45,80
CP3	0,00	51100,00	31,65
Média (MPa) =			42,80
Desvio Padrão =			10,00

Tabela A4: Resistência à compressão dos concretos com nanofolhas *MXenes* - 28 dias de cura.

	Área (m^2)	Carga (kN)	Resistência (MPa)
CP1	0,01	410600,00	52,31
CP2	0,01	375200,00	47,80
CP3	0,01	428600,00	54,60
Média (MPa) =			51,57
Desvio Padrão =			3,46

Apêndice B – Resultados obtidos dos ensaios de absorção de água por imersão, índice de vazios e taxas de desgaste por abrasão (concretos referência e com adição de nanofolhas *MXenes* à massa).

Tabela B1: Valores de Absorção de água por imersão e índice de vazios das amostras com *MXenes*.

Amostras	Massa seca (g)	Massa saturada (g)	Massa saturada submersa (g)	Absorção de água por imersão (%)	Índice de vazios (%)
Corpo de prova 1	114,70	121,61	70,96	6,02	13,64
Corpo de prova 2	115,42	122,02	71,22	5,72	12,99
Corpo de prova 3	121,20	128,28	74,91	5,84	13,27
			Valores Médios =	5,86	13,30
			Desvio Padrão =	0,154	0,327

Tabela B2: Valores de Absorção de água por imersão e índice de vazios das amostras sem *MXenes*.

Amostras	Massa seca (g)	Massa saturada (g)	Massa saturada submersa (g)	Absorção de água por imersão (%)	Índice de vazios (%)
Corpo de prova 1	124,44	132,09	77,20	6,15	13,94
Corpo de prova 2	118,46	125,35	73,51	5,82	13,29
Corpo de prova 3	126,01	133,34	77,94	5,82	13,23
			Valores Médios =	5,93	13,49
			Desvio Padrão =	0,191	0,391

Tabela B3: Taxas de desgaste dos corpos de prova com e sem adição de nanofolhas *MXenes*.

Taxa de desgaste	Taxa Desgaste (mg/N.m)		Taxa Desgaste (mg/N.m)		Taxa Desgaste (mg/N.m)		Taxa Desgaste (mg/N.m)		Taxa Desgaste (mg/N.m)		Taxa Desgaste (mg/N.m)	
	Areia 30 CP com MXene	1,568230	Areia 30 CP sem MXene	1,662056	Areia 50 CP com MXene	0,603165	Areia 50 CP sem MXene	0,589762	Areia 100 CP com MXene	0,187651	Areia 100 CP sem MXene	0,268074
		1,380579		1,595037		0,576358		0,495936		0,268074		0,268074
		1,380579		1,273349		0,509340		0,603165		0,214459		0,268074
Taxa de desgate médio	Areia 30 CP com MXene	1,443129	Areia 30 CP sem MXene	1,510147	Areia 50 CP com MXene	0,562954	Areia 50 CP sem MXene	0,562954	Areia 100 CP com MXene	0,223395	Areia 100 CP sem MXene	0,268074
Desvio padrão médio	Areia 30 CP com MXene	0,088460	Areia 30 CP sem MXene	0,169662	Areia 50 CP com MXene	0,039459	Areia 50 CP sem MXene	0,047704	Areia 100 CP com MXene	0,033435	Areia 100 CP sem MXene	9,002E-15

Apêndice C – Taxas de desgaste versus condição de velocidade e tempo de ensaio (concretos referência, com adição de nanofolhas *MXenes* à massa, com 1 e 5 aplicações de nanofolhas *MXenes* na superfície).

Tabela C1: Taxas de desgaste média e desvio padrão para a condição: v= 0,2 mm/s e tempo de 5 minutos das amostras com e sem *MXenes* e para 1 e 5 aplicações *MXenes* por *drop-casting*.

Amostras sem *MXenes*			
Tempo	Velocidade=0,2 mm/s		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CPSEM 1= 123,23	CPSEM 1= 123,20	33,3
	CPSEM 2= 123,20	CPSEM 2= 123,17	33,3
	CPSEM 3= 122,84	CPSEM 3= 122,84	9,8
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			25,5
Desvio Padrão da taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			13,6
Amostras com *MXenes*			
Tempo	Velocidade=0,2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CPCOM 1= 118,19	CPCOM 1= 118,18	11,1
	CPCOM 2= 118,04	CPCOM 2= 118,03	11,1
	CPCOM 3= 117,75	CPCOM 3= 117,71	44,4
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			22,2
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			19,2
Amostras com 1 aplicação *MXenes*			
Tempo	Velocidade=0,2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CP11=109,60	CP11= 109,60	7,8
	CP12= 109,61	CP12= 109,60	6,7
	CP13=109,60	CP13= 109,60	5,6
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			6,7
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			1,1
Amostras com 5 aplicações *MXenes*			
Tempo	Velocidade=0,2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CP51= 106,79	CP51= 106,76	27
	CP52= 106,76	CP52= 106,73	40
	CP53= 106,73	CP53= 106,71	21
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			29,3
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			9,7

Tabela C2: Taxas de desgaste média e desvio padrão para a condição: v= 0,2 mm/s e tempo de 30 minutos das amostras com e sem *MXenes* e para 1 e 5 aplicações *MXenes* por *drop-casting*.

Amostras sem *MXenes*			
Peso corpo antes e após o *fretting* (g)			
Tempo	Velocidade=0,2 mm/s		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CPSEM 4= 122,92	CPSEM 4= 122,90	4,35
	CPSEM 5= 123,17	CPSEM 5= 123,100	12,9
	CPSEM 6= 122,90	CPSEM 6= 122,88	3,07
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			6,7
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			5,3
Amostras com *MXenes*			
Tempo	Velocidade=0,2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CPCOM 4= 117,94	CPCOM 4= 117,92	4,8
	CPCOM 5= 118,18	CPCOM 5= 118,06	22,2
	CPCOM 6= 118,0	CPCOM 6= 118,04	3,7
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			10,2
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			10,4
Amostras com 1 aplicação *MXenes*			
Tempo	Velocidade=0,2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CP14= 109,21	CP14= 109,20	1,1
	CP15= 109,20	CP15=109,20	1,3
	CP16= 109,20	CP16= 109,19	1,3
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			1,2
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			0,1
Amostras com 5 aplicações *MXenes*			
Tempo	Velocidade=0,2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CP54= 106,98	CP54= 106,89	17
	CP55= 106,89	CP55= 106,79	19
	CP56= 106,99	CP56= 106,91	16
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			17,3
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			1,5

Tabela C3: Taxas de desgaste média e desvio padrão para a condição: v= 2 mm/s e tempo de 5 minutos das amostras com e sem MXenes e para 1 e 5 aplicações *MXenes* por *drop-casting*.

Amostras sem *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CPSEM 7= 122,84	CPSEM 7= 122,80	3,9
	CPSEM 8= 122,80	CPSEM 8= 122,75	5,6
	CPSEM 9= 122,75	CPSEM 9= 122,72	3,3
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			4,3
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			1,2
Amostras com *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CPCOM 7= 117,92	CPCOM 7= 117,85	8,7
	CPCOM 8= 117,84	CPCOM 8= 117,82	2,8
	CPCOM 9= 117,80	CPCOM 9= 117,75	5,6
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			5,7
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			3,0
Amostras com 1 aplicação *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CP17=109,15	CP17=109,15	1,4
	CP18=109,15	CP18=109,13	1,7
	CP19=109,13	CP19=109,13	1,4
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			1,5
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			0,2
Amostras com 5 aplicações *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 5 minutos	CP57= 106,65	CP57= 106,65	0,1
	CP58= 106,65	CP58= 106,65	0,2
	CP59= 106,65	CP59= 106,65	0,1
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			0,1
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			0,1

Tabela C4: Taxas de desgaste média e desvio padrão para a condição: v= 2 mm/s e tempo de 30 minutos das amostras com e sem MXenes e para 1 e 5 aplicações *MXenes* por *drop-casting*.

Amostras sem *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CPSEM 10= 122,72	CPSEM 10= 122,69	0,6
	CPSEM 11= 122,69	CPSEM 11= 122,61	1,5
	CPSEM 12= 122,61	CPSEM 12= 122,60	0,3
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			0,8
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			0,6
Amostras com *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CPCOM 10= 117,71	CPCOM 10= 117,60	2
	CPCOM 11= 117,60	CPCOM 11= 117,53	1,3
	CPCOM 12= 117,53	CPCOM 12= 117,48	0,9
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			1,4
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			0,5
Amostras com 1 aplicação *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CP110=109,24	CP110=109,20	0,7
	CP111=109,20	CP111=109,17	0,5
	CP112=109,20	CP112=109,15	0,9
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			0,71
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			0,19
Amostras com 5 aplicações *MXenes*			
Tempo	Velocidade=2		Taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)
	Peso inicial	Peso Final	
t = 30 minutos	CP510= 106,70	CP510= 106,68	0,3
	CP511= 106,68	CP511= 106,67	0,3
	CP512= 106,67	CP512= 106,65	0,3
Média taxa de desgaste (10^{-6} Kg/N.m)			0,3
Desvio Padrão perda de massa (10^{-6} Kg/N.m)			0,02

Fonte: Autoria própria.

Apêndice D – Parâmetros topográficos versus condição de velocidade e tempo de ensaio (concretos referência, com adição de nanofolhas *MXenes* à massa, com 1 e 5 aplicações de nanofolhas *MXenes* na superfície).

Tabela D1: Valores de *Sq* para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

	Sem Mxenes		Com Mxenes		1 aplicação		5 aplicações	
	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro
V=0,2; 5 minutos	2,731	1,023	2,262	1,919	2,310	1,252	3,025	1,252
V=0,2;30 minutos	2,731	1,398	2,262	2,197	2,310	0,924	3,025	0,924
V=2;5 minutos	2,731	0,656	2,262	0,556	2,310	0,435	3,025	0,435
V=2;30 minutos	2,731	0,687	2,262	0,722	2,310	1,797	3,025	1,797

Tabela D2: Valores de *Sdq* para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

	Sem Mxenes		Com Mxenes		1 aplicação		5 aplicações	
	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro
V=0,2;5 minutos	1,431	1,125	1,19391667	1,05056667	1,35588333	0,63733333	1,77683333	0,6118
V=0,2;30 minutos	1,431	0,89213333	1,19391667	0,95513333	1,35588333	0,74026667	1,77683333	0,43556667
V=2;5 minutos	1,431	0,8026	1,19391667	0,6693	1,35588333	0,6208	1,77683333	0,66903333
V=2;30 minutos	1,431	0,58236667	1,19391667	1,216	1,35588333	0,8745	1,77683333	1,09996667

Tabela D3: Valores de Vv para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

	Sem Mxenes		Com Mxenes		1 aplicação		5 aplicações	
	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro
V=0,2;5 minutos	3,51325833	1,2883	2,787625	2,3927	2,67706667	2,4463	4,02308333	0,7046
V=0,2;30 minutos	3,51325833	1,3560	2,787625	2,4560	2,67706667	1,1519	4,02308333	0,5785
V=2;5 minutos	3,51325833	0,6235	2,787625	1,6206	2,67706667	0,4720	4,02308333	0,5802
V=2;30 minutos	3,51325833	2,8644	2,787625	1,4730	2,67706667	2,0052	4,02308333	2,0278

Tabela D4: Valores de *Sci* para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

	Sem Mxenes		Com Mxenes		1 aplicação		5 aplicações	
	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro
V=0,2;5 minutos	1,46041667	1,4327	1,18003333	1,3690	1,44206667	1,500	1,53708333	1,058
V=0,2;30 minutos	1,46041667	1,0776	1,18003333	1,0549	1,44206667	1,399	1,53708333	1,333
V=2;5 minutos	1,46041667	0,9960	1,18003333	1,0723	1,44206667	1,187	1,53708333	1,017
V=2;30 minutos	1,46041667	1,1887	1,18003333	0,8987	1,44206667	1,064	1,53708333	1,276

Tabela D 5: Valores de *Ssk* para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas

	Sem Mxenes		Com Mxenes		1 aplicação		5 aplicações	
	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro
V=0,2;5 minutos	-0,43731083	-0,36036667	-1,35733083	-0,51833667	-0,28053417	-0,79139667	-0,14069167	-1,8033
V=0,2;30 minutos	-0,43731083	-0,91363333	-1,35733083	-1,60456667	-0,28053417	-0,21293333	-0,14069167	0,03626667
V=2;5 minutos	-0,43731083	-2,123	-1,35733083	-1,38393333	-0,28053417	-2,041	-0,14069167	-2,00766667
V=2;30 minutos	-0,43731083	-0,437	-1,35733083	-0,71666667	-0,28053417	-1,42736667	-0,14069167	-0,96236667

Tabela D 6: Valores de *Sku* para todas as condições de velocidade e tempo pesquisadas.

	Sem Mxenes		Com Mxenes		1 aplicação		5 aplicações	
	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro	Fora da trilha	Dentro
V=0,2;5 minutos	4,71841667	6,043	9,75141667	5,57066667	4,06433333	6,31666667	3,13183333	23,869
V=0,2;30 minutos	4,71841667	10,371	9,75141667	10,1406667	4,06433333	6,47433333	3,13183333	15,373
V=2;5 minutos	4,71841667	13,2266667	9,75141667	10,417	4,06433333	19,9896667	3,13183333	17,85
V=2;30 minutos	4,71841667	15,110	9,75141667	22,868	4,06433333	7,918	3,13183333	6,81633333

Fonte: Autoria própria.