

## PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA EM INTERFACES DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Eduardo Pereira (Professor – Universidade Estadual de Ponta Grossa) E-mail: [engenheiroeduardopereira@gmail.com](mailto:engenheiroeduardopereira@gmail.com)

Isac José da Silva (Coordenador Técnico - Votorantim Cimentos)

Marienne do Rocio Mello Maron da Costa (Professora – Universidade Federal do Paraná)

**Resumo:** A durabilidade e viabilidade do revestimento cerâmico na construção civil dependem basicamente da fixação das peças cerâmicas ao substrato. Sendo a aderência de sistemas de revestimentos de piso sobre piso resultados do contato da argamassa colante com a superfície sobre a qual ela será assentada, imagens em microscopia eletrônica de varredura (MEV) podem ser uma ferramenta interessante para analisar a ligação entre a argamassa colante e as placas cerâmicas. Motivado pela pequena quantidade de material instrutivo quanto a preparação de amostras para análise em MEV este artigo apresenta uma metodologia para preparação de amostras. Esta abordagem consiste desde a retirada da amostra em campo, embutimento, polimento, metalização até a aquisição de imagens no equipamento. Apresenta-se ainda correlações de imagens obtidas com amostras preparadas seguindo a metodologia e ensaios de resistência de aderência de revestimentos assentados em um campo de testes, obtendo-se correlações satisfatórias entre estes, demonstrando-se assim a eficiência dos procedimentos sugeridos.

**Palavras-chave:** Argamassa Colante, Piso sobre piso, MEV, Aderência.

## SAMPLES PREPARATION FOR ANALYSIS IN SCANNING ELECTRON MICROSCOPY OF CERAMIC TILE SYSTEM INTERFACE

**Abstract:** The durability and feasibility of the ceramic coating in civil construction depends on the fixing of the ceramic tiles to substrate. As the adhesion of “tile on tile” coatings systems is results of the adhesive mortar contact with the surface on which it is seated, images in scanning electron microscopy (SEM) can be an interesting tool to analyze the connection between adhesive mortar and the ceramic tiles. Motivated by the small number of papers discussing the preparation of samples for SEM analysis, this paper presents a methodology for sample preparation. This approach consists from the removal of the sample in the field, inlay, polishing, metallization, and image acquisition in equipment. It presents also correlation of images obtained on samples prepared following the methodology and testing the strength of adhesion of coatings seated in a field test, obtaining satisfactory correlation between them. The results demonstrated the efficiency of the suggested procedures.

**Keywords:** Adhesive mortar, Tile on tile. SEM, Adherence.

### 1. INTRODUÇÃO

Um sistema de revestimento cerâmico usual é o resultado do assentamento de uma placa cerâmica sobre uma base ou substrato, com a utilização de argamassa colante, formando um conjunto de camadas aderido e contínuo. A técnica de aplicação de piso sobre piso consiste no assentamento de uma nova camada cerâmica, utilizando-se argamassa colante especial para este tipo de aplicação, em sobreposição a um sistema de revestimento cerâmico já existente (PEREIRA, 2012). A Figura 1 apresenta um esquema da disposição de um sistema de revestimento piso sobre piso.

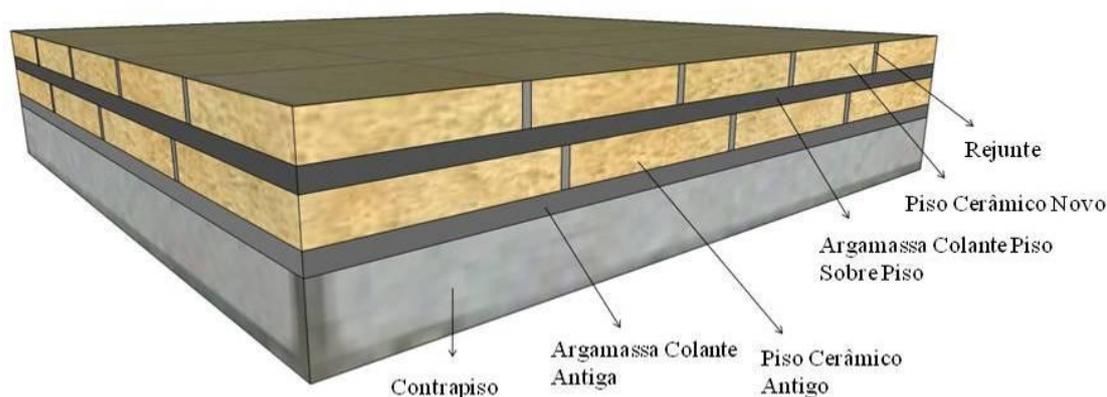


Figura 1 - Sistema de revestimento cerâmico de piso sobre piso (PEREIRA, 2012).

A técnica de assentamento de piso sobre piso demonstra uma tendência de mercado que é o assentamento de placas cerâmicas sobre substratos cerâmicos não porosos. Sendo assim os principais conhecimentos adquiridos quanto aos mecanismos de aderência entre substrato poroso/ argamassa colante/ placa cerâmica podem não ocorrer da mesma forma quando se assenta uma placa sobre um substrato não poroso.

Segundo Silva (2003), o descolamento da placa cerâmica é, sem dúvida, a manifestação patológica mais importante que o revestimento cerâmico pode apresentar, preocupando muito mais pela segurança dos usuários, do que pelo aspecto estético comprometido. Apesar do desenvolvimento da indústria de cerâmica e dos procedimentos de fixação das peças, os problemas relacionados com o deslocamento de revestimento são ainda hoje uma manifestação patológica grave e frequente, registrada tanto nos primeiros anos de utilização, quer após longos períodos (SÁ, 2005).

A durabilidade e conseqüente viabilidade do revestimento cerâmico como solução na construção civil dependem basicamente da fixação das peças cerâmicas ao substrato (THURLER; FERREIRA, 1995), o que torna a discussão e o estudo do tema imprescindível. Sendo a aderência de sistemas de revestimentos de piso sobre piso resultados de ligações químicas e do contato da argamassa colante com a superfície sobre a qual ela será assentada, imagens em microscopia podem ser uma ferramenta interessante para analisar o contato entre a argamassa e as placas.

A principal função de qualquer microscópio é tornar visível ao olho humano o que for muito pequeno para tal. A máxima resolução dos microscópios ópticos fica limitada a um aumento máximo de 2000 vezes, porque acima deste valor, detalhes menores são imperceptíveis. Um microscópio eletrônico de varredura (MEV) utiliza um feixe de elétrons no lugar de fótons utilizados em um microscópio óptico, o que permite solucionar o problema de resolução relacionado com a fonte de luz branca. O MEV é um aparelho que pode fornecer rapidamente informações sobre a morfologia de uma amostra sólida.

O MEV é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise de características microestruturais de objetos sólidos. A principal razão de sua utilidade é a alta resolução que pode ser obtida quando as amostras são observadas; valores da ordem de 2 a 5 nanômetros são geralmente utilizados (NAGATANI et al., 1987). Outra característica importante é a aparência tridimensional da imagem das amostras, resultado direto da grande profundidade de campo. Permite, também, o exame em pequenos aumentos e com grande profundidade de foco, o que é extremamente útil, pois a imagem eletrônica complementa a informação dada pela imagem óptica.

Os resultados deste ensaio (imagens) podem ser associados com as características reológicas das argamassas, uma vez que o comportamento ideal seria aquele onde a

argamassa preenchesse completamente a interface com a placa sem deixar espaços vazios, o que interfere de maneira negativa sobre a resistência de aderência do conjunto (COSTA, 2006). Além disto, imagens de interface entre os revestimentos podem ser ferramentas importantes para que os fabricantes de argamassas colantes modifiquem suas formulações de tal forma a oferecer um produto de melhor qualidade e com a vida útil estendida.

Este trabalho tem como objetivo apresentar uma sequência de procedimentos para preparação de amostras e avaliação da interface de argamassas colantes e placas cerâmicas, utilizando-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura, com o máximo de representatividade do real comportamento dos revestimentos assentados em escala real.

A motivação deste artigo baseia-se na escassa literatura que oriente pesquisadores quanto aos procedimentos de preparação de amostras a fim de garantir, tanto quanto possível, a integridade de interfaces para a sua análise através de imagens.

## **2. PROCEDIMENTOS PARA PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS**

A seguir será apresentado um procedimento para retirada e preparação de amostras de revestimentos cerâmicos do tipo piso sobre piso. À medida que os pontos forem abordados será apresentado um caso real onde o procedimento foi adotado bem como os resultados obtidos após a preparação das amostras e aquisição das imagens em MEV.

### **2.1 Retirada das amostras em campo**

Para a retirada de amostras em campo é essencial que estas sejam representativas de todo o sistema de revestimento cerâmico. Para isto devem-se selecionar pontos aleatórios na área para retirada das amostras. Um cuidado deve ser tomado para que todas as amostras não sejam extraídas da mesma região das placas cerâmicas como, por exemplo, da parte superior esquerda das placas, pois isto comprometeria a representatividade dos resultados (Figura 2a). O ideal é que aleatoriamente as amostras sejam extraídas de regiões mais próximas das bordas das placas e da região central para desta forma minimizar o efeito provocado pela penetração de água através do rejuntamento das placas, o que pode afetar seu desempenho quanto à aderência entre as camadas.

Sabendo-se que a amostra deve ter aproximadamente 2,0 cm<sup>2</sup> devido a limitação do tamanho do porta amostra para análise em MEV, aconselha-se a retirada de um corpo de prova com área de aproximadamente 50,0 cm<sup>2</sup> ( $\cong 7,0 \times 7,0$  cm). Isto se deve a necessidade de diminuição da amostra em laboratório até as dimensões do porta amostra e também para que assim os danos a peça retirada sejam minimizados. Quando se precede a redução da amostra em laboratório, minimizam-se os efeitos de quebra das peças, pois peças maiores tendem a ser mais resistentes ao impacto provocado pela retirada da amostra em campo.

O corte da área a ser extraída do piso externo pode ser realizado com serra de corte de cerâmicas com disco diamantado (Figura 2b). Para retirada da amostra recomenda-se após a delimitação da área com a serra de corte, a retirada de parte do material ao redor para que então a porção selecionada seja retirada (Figura 2c). O ideal é que a amostra seja retirada com todas as camadas que formam o sistema, com um esforço de baixo para cima, podendo este ser feito com o auxílio de martelotes. A Figura 2d apresenta em detalhes uma amostra de piso sobre piso retiradas de um campo de testes. Pela Figura é possível visualizar na amostra a camada de contrapiso, argamassa colante antiga, piso cerâmico antigo, argamassa colante nova e piso cerâmico novo.

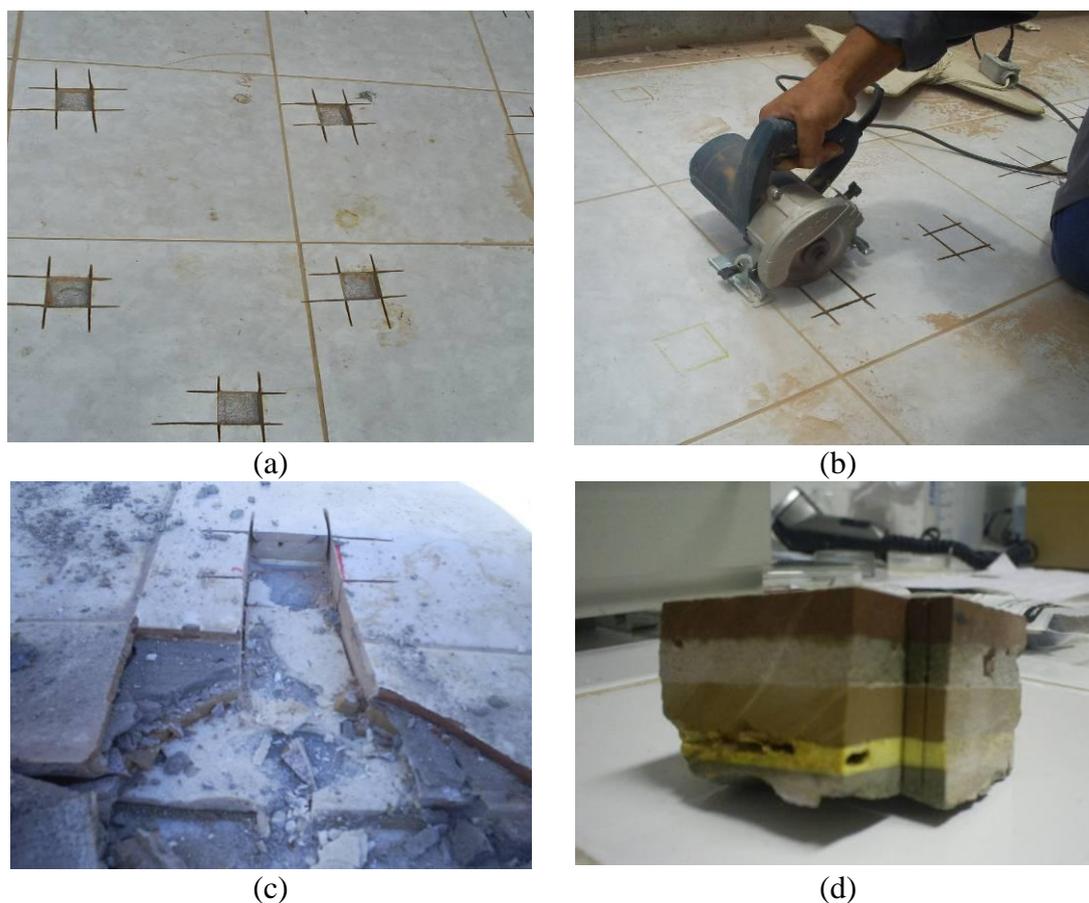


Figura 2 – Retirada de amostras no campo de testes: (a) seleção dos pontos para amostragem; (b) corte dos pisos com serra de corte; (c) retirada de material em uma das faces da amostra para facilitar retirada da amostra; (d) amostra extraída.

## 2.2 Redução em laboratório do tamanho das amostras

Para redução das amostras ao tamanho adequado para encaixe no porta amostras do MEV, estas devem ser levadas ao laboratório e com o auxílio de uma serra de precisão, submetidas a redução até o tamanho adequado para a análise.

O porta amostra de equipamentos de microscopia tem geralmente seção circular de aproximadamente 2,5 cm de diâmetro e a altura máxima de 2,0 cm de altura. Com base nas medidas dos porta amostras, recomenda-se a confecção de amostras de piso sobre piso com aproximadamente 2,0 cm<sup>2</sup> e altura de 1,5 cm. A utilização da serra de precisão visa não danificar as amostras, uma vez que ligações existentes na interface dos sistemas de revestimentos cerâmicos formado por uma placa cerâmica e argamassa colante são frágeis e um esforço elevado poderia descolar o material.

Desta forma, indica-se o emprego do corte abrasivo, pois este oferece como resultado superfícies planas com baixa rugosidade, de modo seguro. O equipamento utilizado para o corte é conhecido como “cut-off”, ou policorte, com discos abrasivos refrigerados (evitando deformações devido ao aquecimento) a relativas baixas rotações. A Figura 3 demonstra esta etapa de trabalho.

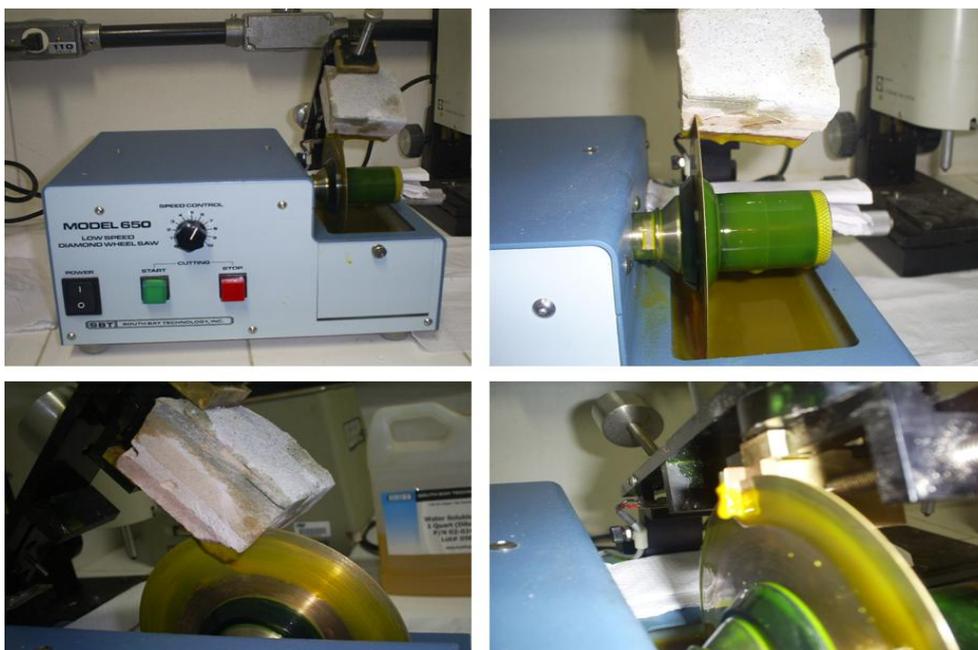


Figura 3 – Redução de amostras utilizando-se uma serra policorte de precisão.

### 2.3 Embutimento em resina

As amostras já no tamanho ideal para análise devem ser embutidas a frio em resina. O embutimento consiste em circundar a amostra com um material adequado, formando um corpo único. O embutimento é de grande importância para o ensaio, pois além de facilitar o manuseio de peças pequenas, evita que amostras com arestas rasguem a lixa ou o pano de polimento, bem como o abaulamento durante o polimento.

O embutimento a frio é feito usando-se uma resina sintética de polimerização rápida que consiste de dois componentes, uma resina e um catalizador, formando um líquido viscoso quando misturados. Para ilustração deste documento utilizou-se a resina e o catalizador da marca Arotec (Figura 4a). A reação de polimerização, a despeito do nome que é a operação de embutimento a frio tem, é exotérmica, atingindo temperaturas entre 50 e 120° C, dependendo do tipo de resina empregada e do catalisador.

A mistura deve ser derramada dentro de um molde onde se encontrava a amostra. Estes moldes podem ser obtidos no comércio ou mesmo serem confeccionados com PVC usado em tubulações hidráulicas. A Figura 4b demonstra o procedimento de preparação das amostras para embutimento a frio.

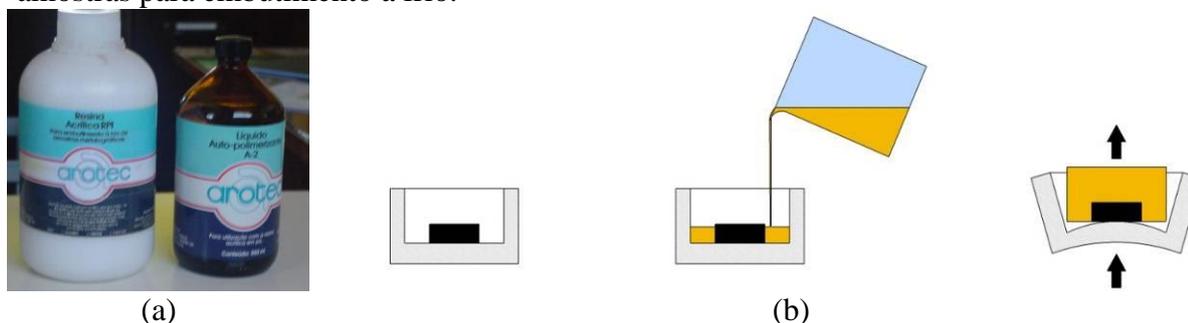


Figura 4 – (a) resina de embutimento a frio da marca Arotec; (b) esquema de posicionamento da amostra no molde, embutimento com a resina e retirada da amostra do molde.

Deve-se aguardar o período adequado de cura da resina para posteriormente proceder-se a retirada do conjunto de dentro do molde. O tempo de endurecimento é de

aproximadamente 30 minutos. Após esta etapa procede-se o lixamento e o polimento do conjunto.

## 2.4 Lixamento e Polimento

Devido ao grau de perfeição requerida no acabamento de uma amostra, é essencial que cada etapa da preparação seja executada cautelosamente, e o lixamento é um dos processos mais demorados da preparação de amostras. Esta operação tem por objetivo eliminar riscos e marcas mais profundas da superfície dando um acabamento a esta superfície, preparando-a para o polimento.

A técnica de lixamento manual consiste em se lixar a amostra sucessivamente com lixas de granulometria cada vez menor, mudando-se de direção ( $90^\circ$ ) em cada lixa subsequente até desaparecerem os traços da lixa anterior. As sequências de lixas recomendadas são de lixas nº 220, 320, 400, 600, 800, 1000 e 1200. Quanto mais baixo o número, mais grossa será a lixa, ou seja, maior os grãos abrasivos.

Após o lixamento deve-se proceder ao polimento das amostras visando um acabamento superficial polido isento de marcas. Utiliza-se para este fim pasta de alumina como abrasivo. O pano de polimento mais adequado é o veludo.

Anteriormente a realização do polimento procede-se a limpeza na superfície da amostra, de modo a deixá-la isenta de traços abrasivos, solventes, poeiras e outros. A operação de limpeza pode ser feita por lavagem com água corrente. A Figura 5 mostra o equipamento utilizado para o lixamento e para o polimento das amostras.



Figura 5 – Preparação das amostras para microscopia: (a) equipamentos para lixamento e polimento; (b) procedimento de lixamento.

## 2.5 Metalização

As amostras polidas devem ser recobertas com ouro, buscando-se uma melhor condutibilidade das amostras, o que influenciará diretamente na qualidade das imagens obtidas pelo MEV. O recobrimento deve ser tão uniforme quanto possível na superfície da amostra, de forma que imagens possam ser adquiridas sem ajustes de contraste e brilho intermediários. A Figura 6a apresenta o equipamento utilizado para recobrimento da amostra e a Figura 6b mostra a amostra após a operação de recobrimento, já sendo possível ver a superfície recoberta por ouro.



Figura 6 – Preparação das amostras para microscopia: (a) Equipamento utilizado para recobrimento das amostras com ouro; (b) Amostras após o recobrimento.

Após a metalização da amostra, estas já estão aptas para serem levadas ao microscópio eletrônico de varredura – MEV para aquisição das imagens.

### 2.5 Aquisição de Imagens

Após a metalização da amostra, as amostras podem ser levadas ao microscópio eletrônico de varredura – MEV para aquisição das imagens. A Figura 7 - 7 apresenta o MEV e em detalhe o porta amostras do equipamento.



Figura 7 - Microscópio eletrônico de varredura – MEV de bancada com detalhe do porta amostras.

### 3. APLICAÇÃO DA METODOLOGIA

A fim de demonstrar a eficiência da metodologia apresentada, a Figura 8 apresenta imagens obtidas da interface em revestimentos cerâmicos de piso sobre piso em um microscópio eletrônico de Bancada - Modelo FEI Phenom Tabletop Microscope.

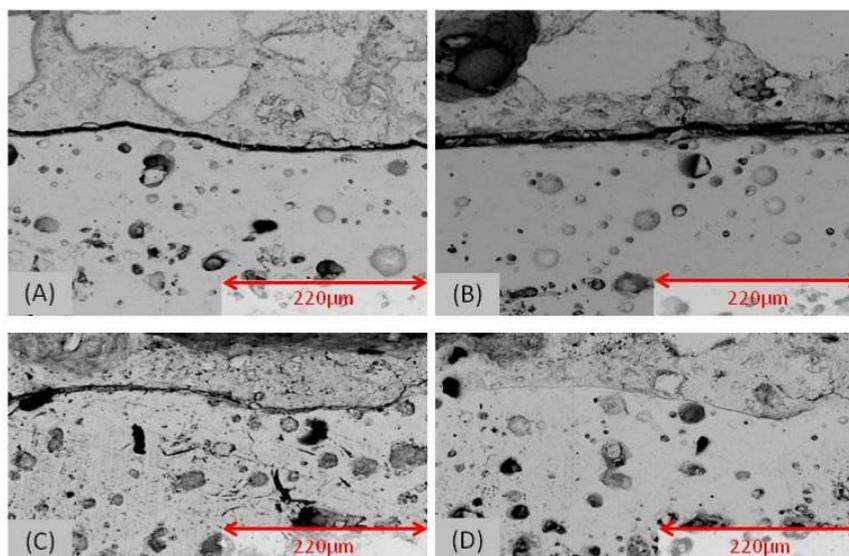


Figura 8 – Imagens em microscopia eletrônica de varredura (MEV) da interface de quatro amostras de pisos antigos e argamassas colantes assentadas externamente, com aumento de 540 vezes.

Para correlacionar as imagens obtidas para as interfaces entre as argamassas colantes e as placas cerâmicas do revestimento antigo executou-se sobre os revestimentos ensaios de arrancamento conforme NBR 14084 (2004). Este ensaio avalia a resistência de aderência de argamassas colantes, sendo esta propriedade a mais utilizada no controle de qualidade deste material e de avaliação de desempenho de revestimentos cerâmicos assentados em campo. A figura 9 apresenta os resultados de resistência de aderência obtidos para as argamassas estudadas.

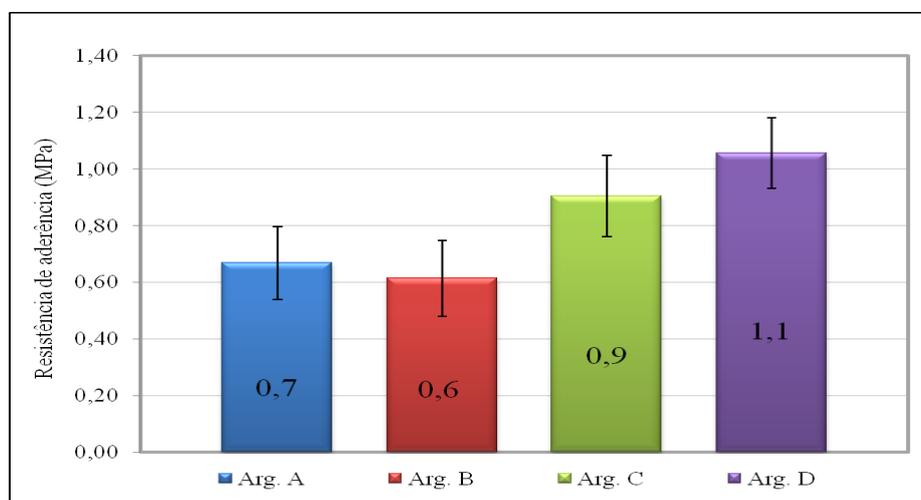


Figura 9 – Resistência de aderência dos revestimentos cerâmicos de piso sobre piso.

Ao observarem-se os valores de resistência de aderência obtidos e confronta-los com as imagens em MEV é possível verificar uma correlação entre a extensão de contato nas interfaces observadas nas imagens e os valores de resistência de aderência obtidos em campo. Isto demonstra que o procedimento de preparação de amostras apresentado e que foi utilizado na aquisição das imagens apresentadas foram eficientes para representar o comportamento dos revestimentos cerâmicos do tipo piso sobre piso, validando assim a metodologia apresentada.

Ressalta que os procedimentos apresentados podem ser utilizados para preparação de amostras de outros tipos de aplicação de revestimentos cerâmicos ou de argamassas.

#### 4. CONCLUSÕES

O estudo da interface entre materiais cerâmicos e argamassas colantes é de muito interesse para pesquisadores da área. Imagens obtidas em MEV podem ser associadas a resultados de ensaios sejam estes no estado fresco ou endurecido. Revestimentos cerâmicos assentados sobre substratos não porosos têm tornado-se cada vez mais frequentes o que exige de pesquisadores o aperfeiçoamento das metodologias existentes para caracterização destes sistemas.

O projeto de pesquisa que gerou este artigo apresenta resultados que associam, com boa correlação, resultados de resistência de aderência de revestimentos cerâmicos aos 28 dias às imagens de interface entre argamassa colante e placa cerâmica, o que pode ser parcialmente verificado pelos resultados apresentados. Maiores detalhes sobre o comportamento dos revestimentos cerâmicos do tipo piso sobre piso podem ser verificado em Pereira (2012).

Este documento, através de um protocolo de atividades para preparação de amostra de interfaces de revestimentos cerâmicos para MEV, contribui com a comunidade, na medida em que apresenta de uma forma sistematizada etapas a serem seguidas para obtenção de imagens, ferramenta esta que tem se popularizado em estudos relacionado aos materiais de construção civil.

#### REFERÊNCIAS

**COSTA, M. R. M. M.** *Análise comparativa de argamassas colantes de mercado através de parâmetros reológicos*. Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - USP, São Paulo (SP), 2006.

**NAGATANI, T; SAITO S; SATO, M; YAMADA, M.** *Development of an ultra high resolution scanning electron microscope by means of a field emission source and in-lens system*. Scanning Microscopy. v.11, 1987.

**PEREIRA, E.** *Estudo da influência das propriedades de argamassas colantes na resistência de aderência de revestimentos cerâmicos aplicados no assentamento de piso sobre piso*. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Construção Civil da Universidade Federal do Paraná – PPGECC/ UFPR. Curitiba, 2012.

**SÁ, A. M. V. D. O.** *Durabilidade de Cimentos Cola em Revestimentos Cerâmicos Aderentes a Fachadas*. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Porto – Portugal. 2005.

**SILVA, C. O.** *Análise crítica dos requisitos e critérios de qualidade da argamassa colante*. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2003.

**THURLER, C. L; FERREIRA, V. A.** *A evolução da resistência de aderência de algumas argamassas colantes nacionais*. I simpósio de tecnologia de argamassas. Goiania. 1995.