



DOI: 10.31416/rsdv.v11i2.613

## Nanoindentação em concretos: uso da técnica para análise da zona de transição

*Nanoindentation in concrete: use of the technique for interfacial zone transition analysis*

TEIXEIRA, Eduardo da Cruz. Prof. Dr.

Instituto Federal da Paraíba - Campus Campina Grande. Av. Tranquilino Coelho Lemos 671 (Dinâmica) - Campina Grande - Paraíba - Brasil. CEP: 58.432-300 / Telefone: (83) 2102-6200 / E-mail: educrtx@hotmail.com

BARBOSA, Normando Perazzo. Prof. Dr.

Universidade Federal da Paraíba - LABEME. Endereço da instituição - João Pessoa - Paraíba - Brasil. CEP: 58051-900 / Telefone: (83) 3216.7200 / E-mail: nperazzob@yahoo.com.br

MEDEIROS, Camila Macêdo. Profa. MSc.

Instituto Federal da Paraíba - Campus Campina Grande. Av. Tranquilino Coelho Lemos 671 (Dinâmica) - Campina Grande - Paraíba - Brasil. CEP: 58.432-300 / Telefone: (83) 2102-6200 / E-mail: camilamedeirosm@gmail.com

ROSSIGNOLO, João Adriano. Prof. Dr.

Universidade de São Paulo - FZEA. Endereço da instituição - Cidade - Estado - Brasil. CEP: 13.635-900 / Telefone: (19) 3565.4000 / E-mail: jarossignolo@gmail.com

FERREIRA, Thássia Isis Barbosa. Graduada em Construção de Edifícios

Instituto Federal da Paraíba - Campus Campina Grande. Av. Tranquilino Coelho Lemos 671 (Dinâmica) - Campina Grande - Paraíba - Brasil. CEP: 58.432-300 / Telefone: (83) 2102-6200 / E-mail: tacinha.isis@gmail.com

### RESUMO

Dentro do contexto de avanços tecnológicos dos concretos, a nanotecnologia tem sido elemento de destaque nas pesquisas recentes, ela tem mudado progressivamente a ciência e engenharia de materiais, sobretudo no âmbito da compreensão de suas propriedades através das técnicas de nanociência. A técnica da nanoindentação, capaz de obter valores de dureza e módulo de elasticidade em escala nanométrica de fases distintas, utilizando cargas significativamente pequenas, é uma alternativa viável para estudos específicos na zona de transição de concretos. Sendo assim, o objetivo deste trabalho é o estudo das propriedades da zona de transição (ZT) de concretos através da técnica de nanoindentação. Foram adotadas as seguintes variáveis independentes: consumos de cimento distintos e a proporção de mistura dos demais constituintes dos concretos (traços); e tempo de cura (dias). Adotaram-se como variáveis de resposta: resistência à compressão axial; espessura da zona de transição; dureza e módulo de elasticidade. Para investigação da ZT, foram usados 4 perfis horizontais em cada amostra, num comprimento total de 120  $\mu\text{m}$  e espaçados verticalmente em 20  $\mu\text{m}$ , ou seja, 9 pontos na horizontal espaçados em 15  $\mu\text{m}$  e 4 na vertical espaçados em 20  $\mu\text{m}$ , totalizando 36 indentações por amostra. Constatamos que a técnica de nanoindentação permitiu analisar a ZT, suas respectivas espessuras e formação dos compostos hidratados, comprovando como uma técnica viável para este tipo de análise.

**Palavras-chave:** concreto; nanoindentação; zona de transição.



## ABSTRACT

Within the context of technological advances in concretes, nanotechnology has been a prominent element in recent research, it has progressively changed the science and engineering of materials, especially in terms of understanding its properties through nanoscience techniques. The nanoindentation technique, capable of obtaining hardness values and elasticity modulus on a nanometric scale of different phases, using significantly small loads, is a viable alternative for specific studies in the concrete interfacial zone transition. Therefore, the objective of this work is to analyze the properties of the interfacial zone transition of concretes using the technique of nanoindentation. The following independent variables were adopted: different cement consumptions and the mixing ratio of the other concrete constituents (mixtures); and healing time (days). The following response variables were adopted: resistance to axial compression; interfacial zone transition thickness; hardness and elasticity modulus. Four horizontal profiles were used in each sample, with a total length of 120  $\mu\text{m}$  and spaced vertically by 20  $\mu\text{m}$ , that is, 9 points horizontally spaced by 15  $\mu\text{m}$  and 4 vertically spaced by 20  $\mu\text{m}$ , totaling 36 indentations per sample. The nanoindentation technique allowed to verify the formation of the IZT and its respective thicknesses, proving to be a viable technique for this type of analysis.

**keywords:** concrete; nanoindentation; interfacial zone transition.

## Introdução

Dentro do contexto de avanços tecnológicos aos concretos, a nanotecnologia tem sido elemento de destaque nas pesquisas recentes. Ela tem mudado progressivamente a ciência e engenharia de materiais, sobretudo no âmbito de propriedades através das técnicas de nanociência, incluindo os materiais cimentícios (ANDRADE, 2017). A possibilidade de geração de novos concretos mais resistentes e duráveis, propriedades inovadoras e aplicação inéditas se darão através do melhor conhecimento de comportamentos do material cimentício no ponto de vista micro e nanoestrutural (SEFFF, 2009; SANCHEZ; SOBOLEV, 2010; HOU et al., 2013).

Paulo Monteiro, professor da Universidade da Califórnia-Berkeley, afirmou categoricamente em seu trabalho, que a compreensão da micro e da nanoestrutura dos compósitos cimentícios continua como uma necessidade crítica para desenvolvimento científico e tecnológico do concreto (MONTEIRO, et. al. 2019).

A técnica da nanoindentação, capaz de obter valores de dureza e módulo de elasticidade em escala nanométrica de fases distintas, utilizando cargas significativamente pequenas, é uma alternativa viável para estudos específicos na zona de transição (ZT) de concretos (CONSTANTINIDES, et al., 2004; MONDAL et al., 2008; HE, 2014).

No Brasil, existem poucas pesquisas que utilizam a técnica de nanoindentação em materiais cimentícios. Os autores PELISSER et al., (2011) e TEIXEIRA (2019) apontam como principal aperfeiçoamento do uso dessa técnica a associação com outras técnicas de análises microestruturais para dar suporte e confrontamento dos resultados obtidos.

Desse modo, o aspecto motivador central desta pesquisa é a análise nanoestrutural como necessidade de compreensão mais acentuada de suas propriedades através da técnica de nanoindentação.



## Fundamentação Teórica

### Nanoindentação em materiais cimentícios

A nanoindentação nos materiais à base de cimento repercute em dificuldades por sua heterogeneidade, fazendo com que sejam necessários dezenas de indentações numa única amostra para uma análise estatística confiável, com uma escolha adequada da profundidade da indentação para garantir as propriedades correspondentes ao ensaio. (MILLER, et al. 2008; WILBERT, et al, 2017).

Ainda de acordo com MILLER et al. (2008), a técnica de nanoindentação de malha foi comprovada para fornecer informações quantitativas e úteis sobre o comportamento mecânico de pastas de cimento em nanoescala.

Alguns trabalhos já realizados, a exemplo de ULM (2004; 2007) e SILVA; NEMECEK; STEMBERK (2014), conseguiram aferir as propriedades dos compostos hidratados demonstrando a existência de dois compostos de C-S-H que se diferenciam estruturalmente entre si pela densidade (alta e baixa), mas assemelham-se na composição. Segundo JENNINGS, et al (2007) os módulos de elasticidade dos tipos de C-S-H de pasta de cimento correspondem aos valores de, 18 GPa, para baixa densidade, e de 31 GPa para alta densidade.

Também, algumas pesquisas foram desenvolvidas para avaliar os compostos do clínquer e seus respectivos valores de E (módulo de elasticidade), como pode-se observar na Tabela 1 abaixo:

**Tabela 1 - Resultado de nanoindentações nos compostos do clínquer**

Autor	Propriedade	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
VELEZ et al. (2001)	E(GPa)	135±7	130±20	145±10	125±25
SOUZA (2007)	E(GPa)	127±6	130±11	135±4	143±5

Fonte: WILBERT (2015)

Autores que trabalham com a técnica da nanoindentação em materiais cimentícios têm apresentados valores de referências de dureza (H) e módulo de elasticidade (E) do principal composto hidratado do compósito, o C-S-H em suas derivações morfológica, a Tabela 2 elenca os valores de referência:

**Tabela 2 - Resultado de nanoindentações nos compostos do clínquer**

Referência	Ca/Si	Módulo de elasticidade - E (GPa)	Dureza - H (GPa)	Densidade - $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	Porosidade - P (%)
ACKER (2001)	< 1	C-S-H LD: 20	C-S-H LD: 0,8	-	-
	> 1	C-S-H HD: 31,6	C-S-H HD: 0,9	-	-
CONSTATINIDADES E ULM (2003)	-	C-S-H LD: 21,7	C-S-H LD: 0,8	-	-
	-	C-S-H HD: 29,7	C-S-H HD: 1	-	-
CONSTATINIDADES E ULM (2007)	-	C-S-H LD: 18,2	C-S-H LD: 0,45	-	-
	-	C-S-H HD: 29,1	C-S-H HD: 0,83	-	-
JENNINGS et al. (2007)	-	C-S-H LD: 18,1	-	C-S-H LD: 1700	C-S-H LD: 36
	-	C-S-H HD: 31	-	C-S-H HD: 2000	C-S-H HD: 26



ZHU et al. (2007)	-	C-S-H LD: 23,4	C-S-H LD: 0,73	-	-
	-	C-S-H HD: 31,4	C-S-H HD: 1,27	-	-
MONDAL et al. (2007,2008)	-	C-S-H LS: 22,89	C-S-H LS: 0,93	-	-
	-	C-S-H MS: 31,16	C-S-H MS: 1,22	-	-
	-	C-S-H HS: 41,45	C-S-H HS: 1,75	-	-

Fonte: PELISSER et al. (2009)

Segundo XU; DENG; CHI, (2017) relatam que as propriedades mecânicas da pasta de cimento também devem ser analisadas quantitativamente através da análise com base nos resultados dos testes de nanoindentação. Portanto, os valores médios do módulo de elasticidade e dureza das fases na pasta de cimento com diferentes proporções a/c e as frações de volume correspondentes são mostrados na Tabela 3.

**Tabela 3 - Resultados de referência dos compostos hidratados**

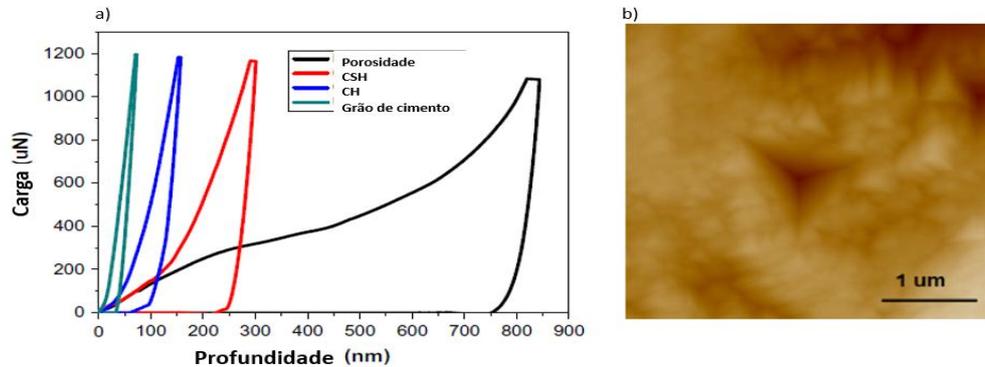
a/c	Fase	E		H	
		$\mu_j$ (GPa)	$f_j$ (%)	$\mu_j$ (GPa)	$f_j$ (%)
0,35	Porosidade	13,65	6,2	-	-
	LD C-S-H	20,67	25,6	0,634	31,2
	HD C-S-H	29,29	30,7	1,25	35,5
	CH/C-S-H	38,67	31,3	1,77	28,3
	Clínquer	98,33	6,2	7,98	5,0
0,40	Porosidade	13,13	20,5	0,233	24,3
	LD C-S-H	19,70	37,1	0,478	29,1
	HD C-S-H	29,30	22,6	0,891	30,4
	CH/C-S-H	41,24	16,7	1,57	15,0
	Clínquer	108,73	3,1	6,02	1,3
0,45	Porosidade	13,13	36,7	0,305	40,3
	LD C-S-H	20,23	32,5	0,648	35,7
	HD C-S-H	28,94	15,1	0,972	16,5
	CH/C-S-H	38,46	14,5	1,51	6,7
	Clínquer	96,98	1,2	5,20	0,8

Fonte: Adaptado de XU; DENG; CHI, (2017)

Além dos valores que fornecem referências quantitativas para análises de materiais cimentícios por nanoindentação, as curva p-h possuem comportamentos semelhantes para cada tipo de componente microestrutural da matriz cimentícia, conforme apresentando por XIAO (2013), ilustrado na Figura 1.



**Figura 1** - a) Típica curva p-h dos componentes da matriz cimentícia; b) típica indentação no C-S-H .



Fonte: Adaptado de XIAO et al. (2013)

## Procedimentos metodológicos

### Materiais

Para preparo dos concretos foram utilizados e caracterizados os seguintes insumos: cimento Portland CP V, areia quartzosa, brita de origem granítica de (12 e 19 mm), aditivo químico plastificante polifuncional para concretos, água fornecida pela concessionária local, conforme demonstrado na Tabela 4.

**Tabela 4** - Materiais e sua respectiva descrição

Materiais	Descrição
Aglomerante	Cimento CP V - ARI
Agregado miúdo	Areia média quartzosa
Agregado graúdo	Brita granítica (12 a 19mm)
Água	Água fornecida pela COMPESA
Aditivo	Aditivo plastificante polifuncional

Fonte: Pesquisa direta

### Cimento

Com intuito de utilizar um cimento de maior teor de clínquer, que não possui adições pozolânicas em sua composição evitando que os resultados sejam influenciados pela presença de outro material pozolânico, optou-se pelo Cimento Portland CP V - ARI (alta resistência inicial) da marca MIZU, fabricado pela MIZU Cimentos Especiais, Baraúna - RN.

A Tabela 5 apresenta dados de caracterização do aglomerante utilizado:

**Tabela 5 - Caracterização do aglomerante**

Propriedade	Resultado	Norma
Massa Específica (g/cm <sup>3</sup> )	3,06	ABNT NBR - 23
Finura Blaine (cm <sup>2</sup> /g)*	4695,70	ABNT NBR NM - 76
Perda ao fogo (%)*	4,31	ABNT NBR NM - 18
Início de pega (min.)	120,71	ABNT NBR NM - 65
Fim de pega (min.)	178,20	ABNT NBR NM - 65
Resistência à compressão (7 dias) MPa	38,21	ABNT NBR - 7215
Determinação da consistência padrão (%)	32,00	ABNT NBR NM - 43

\*dados fornecidos pelo fabricante. Fonte: Pesquisa direta

Foi realizada uma análise de composição química do cimento, passante na peneira de malha #200 (Tyler / Mesh), através da técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX). Como a intensidade dos raios X fluorescente é função da concentração, a análise quantitativa também é possível pela medição da quantidade de raios X com o comprimento de onda específico de cada elemento. A Tabela 6 apresenta a composição química do cimento através do ensaio de FRX.

**Tabela 6 - Composição química do cimento - FRX**

Composto químico	Resultado
CaO	43.9443 %
SiO <sub>2</sub>	35.4620 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.8501 %
MgO	4.5052 %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.4511 %
SO <sub>3</sub>	3.4381 %

Fonte: Pesquisa direta

### Brita

Nesta pesquisa foi utilizada a brita de origem granítica como agregado graúdo nas misturas dos concretos, especificamente de 12 mm e 19 mm. O sistema binário de britas já estava previsto nos traços dos concretos para que se possa ter melhor distribuição granulométrica.

Utilizou-se as britas produzidas e fornecidas pela Pedreira Barbosa, BR 232 Km 510, Salgueiro - PE, sendo caracterizadas em laboratório, conforme Tabela 7.

**Tabela 7- Caracterização da brita granítica 12mm.**

Propriedade	Bruta 12mm	Brita 19mm	Norma
Absorção (%)	0,75%	0,67%	NBR NM - 53
Massa específica real (g/cm <sup>3</sup> )	2,70	2,65	NBR NM - 53
Módulo de finura (%)	5,89	6,92	NBR NM - 248
Teor médio de material fino (%)	0,96	0,51	NBR NM - 46
Teor parcial de argila em torrões (%)	0,91	0,57	NBR 7218
Massa unitária solta (kg/dm <sup>3</sup> )	1,59	1,47	NBR NM - 248

Fonte: Pesquisa direta



## Agregado miúdo

Foi utilizada para esta pesquisa a areia quartzosa de leito de rio, fornecida pela Pedreira Barbosa. A caracterização foi realizada em laboratório, conforme Tabela 8.

**Tabela 8-** Caracterização da areia

Propriedade	Areia	Norma
Módulo de finura	1,72	NBR NM - 248
Massa específica real (g/cm <sup>3</sup> )	2,57	NBR NM - 52
Teor parcial de argila em torrões (%)	2,80	NBR 7218
Teor de materiais pulverulentos (%)	3,99	NBR NM - 46
Massa unitária solta (kg/dm <sup>3</sup> )	1,42	NBR NM - 52

Fonte: Pesquisa direta

## Água

Os concretos foram preparados no Laboratório de Materiais de Construção do IF Sertão PE, campus Salgueiro, por questões favoráveis de logística e apoio técnico na execução de ensaios de caracterização e monitoramento das condições de ensaios e cura.

## Métodos

### Dosagem

Para alcançar os valores teóricos de resistência mecânica à compressão, os concretos tiveram as seguintes proporções de misturas, a partir dos dados de caracterização dos constituintes envolvidos, conforme Tabela 9.

**Tabela 9-** Proporções de misturas dos concretos (traços)

Famílias	Cimento (kg/m <sup>3</sup> )	Areia (kg/m <sup>3</sup> )	Brita 12 (kg/m <sup>3</sup> )	Brita 19 (kg/m <sup>3</sup> )	MCAR (kg/m <sup>3</sup> )	Água (a/a)*	P(%)**
C30	280	881	487	487	-	0,71	0,70
C60	512	739	480	480	-	0,43	0,92

\* a/a = relação água/aglomerante

\*\* P (%) = percentual de incorporação de aditivo em relação ao aglomerante

Fonte: Pesquisa direta



Por conseguinte, as famílias dos espécimes de concretos preparadas ficaram com os seguintes traços de misturas, conforme Tabela 10. Foram produzidos 06 corpos de prova cilíndricos 10x20 cm para cada classe de concreto e idade específica.

**Tabela 10-** Proporções de misturas dos concretos

Famílias	Traços	Slump desejado	P(%)*
C30	1 : 3,83 : 4,24 : 0,71	12 cm +/- 2cm	0,70
C60	1 : 1,44 : 1,87 : 0,43	12 cm +/- 2cm	0,92

Fonte: Pesquisa direta

## Nanoindentação na ZT

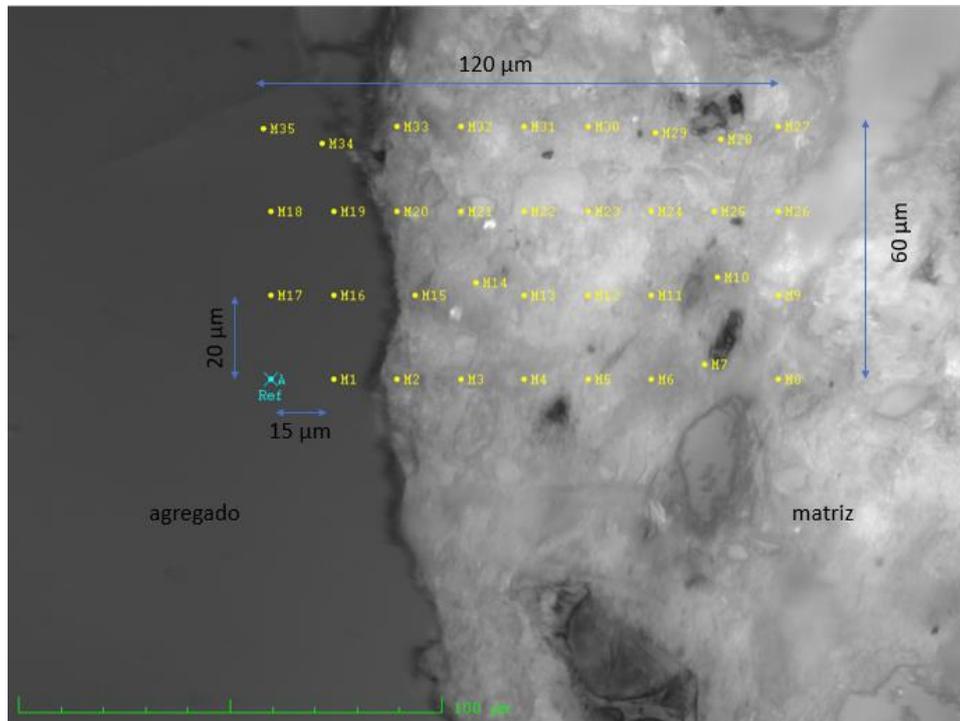
Para análise de nanoindentação, cada tipo de concreto preparado, foram selecionadas 04 amostras para cada classe de concreto utilizada, C30 E C60. Foram executados ensaios de nanoindentação nos concretos aos 28 dias de idade.

Para execução dos ensaios, foi utilizado o Nanodurômetro fabricado pelo ZwickRoell, modelo ZHN - Sistema Universal de Testes Nanomecânicos. Trata-se de um equipamento usado para caracterização mecânica abrangente de camadas finas ou pequenas áreas de superfície com a força necessária e resolução de deslocamento. Isso inclui medir a dureza de recuo, o módulo de indentação e a dureza de Martens conforme ISO 14577 (teste de indentação instrumentada), com as seguintes características técnicas, Tabela 3.20. O ZHN funciona como uma dureza de profundidade testador na faixa de micro, com uma força máxima de 2 N. Também pode ser usado na faixa nano para indentação profundidades inferiores a 200 nm.

Os ensaios foram realizados no LabNano - Laboratório de Propriedades Nanomecânicas de Superfícies da UFPR, Departamento de Física, do campus I - Curitiba-PR.

Para análise mais precisa da nanodureza e módulo de elasticidade dos concretos na região da ZT, foram usados 4 perfis horizontais em cada amostra, num comprimento total de 120  $\mu\text{m}$  e espaçados verticalmente em 20  $\mu\text{m}$ , ou seja, padronizou-se uma análise com uma matriz de pontos, 9 na horizontal espaçados em 15  $\mu\text{m}$  e 4 na vertical espaçados em 20  $\mu\text{m}$ , conforme Figura 2, totalizando 36 indentações por amostra, considerando que são 04 amostras pra cada família de concreto, totalizam 144 indentações por família estudada.

A análise estatística foi realizada por meio de média aritmética das indentações com determinação do desvio padrão, a ser verificado a consistência dos dados se são satisfatórios para promover resultados consistentes e conclusivos. O número de indentações são compatíveis com os procedimentos metodológicos dos trabalhos de XU, et al. (2017), ROSSIGNOLO et al. (2017), HU (2014), WANG et al (2009) e MONDAL (2008).

**Figura 2 - Definição da malha de indentações**

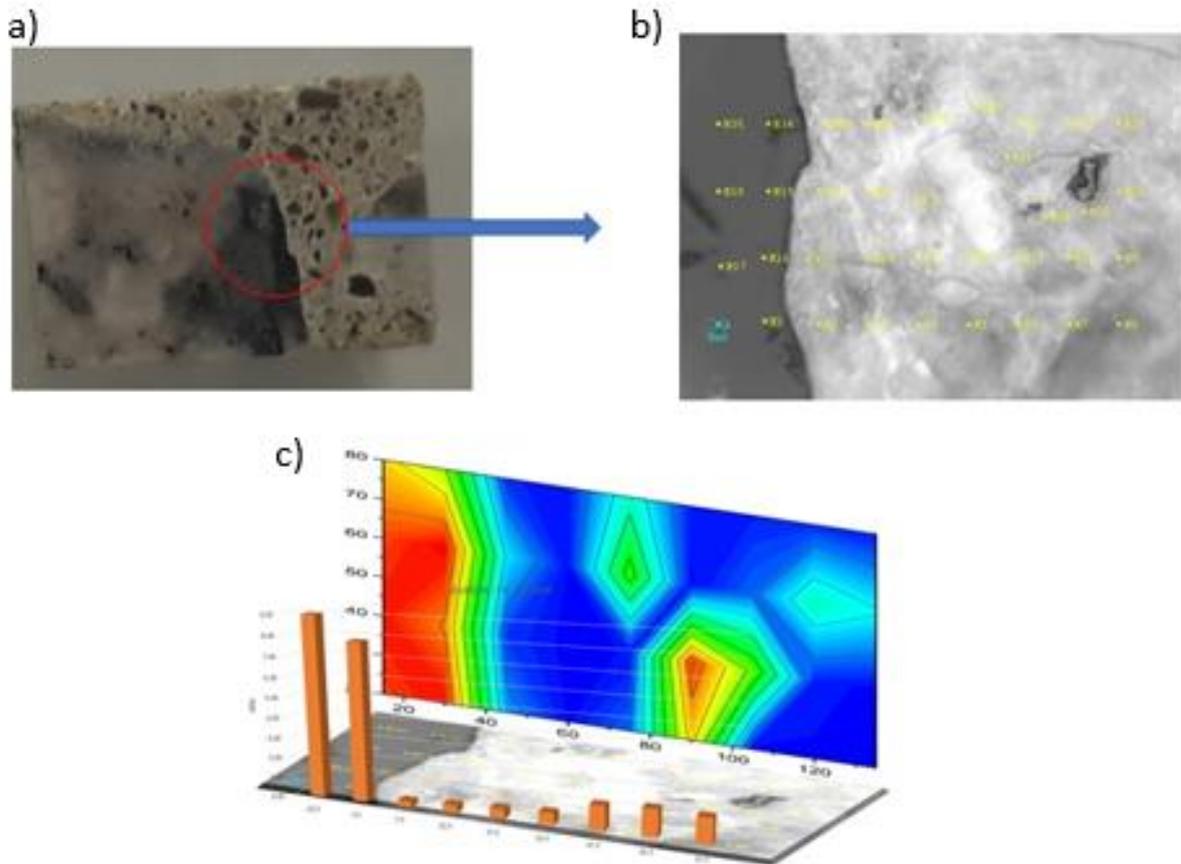
Fonte: Pesquisa direta

Com amostras reservas, foram feitos testes para que a profundidade máxima das indentações ficasse entre 250 - 600 nm, considerada uma profundidade adequada e compatível com as análises dos compostos cimentícios hidratados. HU (2014), WANG et al (2009) e MONDAL (2008).

A carga máxima compatível a com profundidade máxima desejada foi de 5 mN ou 5000  $\mu$ N, a ponta utilizada foi Berkovich (raio de 0,6 mm, ângulo de 142,3°). Todas as análises mantiveram uma programação de ensaio, o indentador assim que entra em contato com a superfície da amostra aplica uma carga com taxa constante de 166,7 mN/s. Os tempos de carregamento e descarregamento foram de 10 segundos cada.

Os gráficos de Dureza (H) e distância na ZT ( $\mu$ m) foram plotados na imagem real da área de investigação. Para facilitar a constatação da instabilidade na ZT foi feito um zoom para facilitar visualização dos valores instáveis, porém, a ferramenta de gráfico de contorno é a que melhor ilustra o comportamento de instabilidade dos valores de indentações na ZT, conforme modelo de resultado da Figura 3.

**Figura 3** - Análise da ZT por nanoindentação - a) localização da região estudada; b) mapeamento dos pontos a serem indentados; c) mapa de contorno na região específica da ZT



Fonte: Pesquisa direta

## Resultados e discussão

No âmbito da macroestrutura do concreto, foi escolhida a resistência mecânica à compressão axial como variável dependente, com intuito de correlacionar com caracterização da zona de transição dele. Dessa forma podemos comparar com resultados de trabalhos da área e otimizar a discussão da influência da nanoestrutura com as propriedades da macroestrutura dos concretos.

A Tabela 11 apresenta os resultados de resistência mecânica à compressão axial dos concretos nas idades específicas, variando de 24 horas a 28 dias de idade.

**Tabela 11-** Resistência mecânica à compressão dos concretos ao longo do tempo

Família	1	3	7	28
C30	3,72	12,71	20,77	32,21
C60	0,81	40,71	48,85	60,80

Fonte: Pesquisa direta



A técnica da nanoindentação possibilitou investigação nanomecânica na ZT dos concretos preparados, apresentam-se os resultados de dureza (GPa), módulo de elasticidade (GPa) e profundidade máxima (nm) das indentações, conforme Tabela 12.

**Tabela 12-** Resultados da nanoindentação dos concretos - 28 dias DUREZA (GPa)

Famílias	Agregado		Matriz cimentícia						
	Distância ( $\mu\text{m}$ )		Distância à interface ( $\mu\text{m}$ )						
	- 22,5 $\mu\text{m}$	-7,5 $\mu\text{m}$	7,5 $\mu\text{m}$	22,5 $\mu\text{m}$	37,5 $\mu\text{m}$	52,5 $\mu\text{m}$	67,5 $\mu\text{m}$	82,5 $\mu\text{m}$	97,5 $\mu\text{m}$
C30	9,43	9,62	0,29	0,38	0,39	0,49	0,91	0,82	0,91
$\sigma$	1,15	1,15	0,13	0,30	0,24	0,40	0,47	0,57	0,63
C60	9,57	9,74	0,53	0,64	0,82	0,87	1,54	1,24	1,27
$\sigma$	0,65	2,01	0,28	0,29	0,55	0,46	1,79	0,47	1,57

#### MÓDULO DE ELASTICIDADE (GPa)

Famílias	Agregado		Matriz cimentícia						
	Distância ( $\mu\text{m}$ )		Distância à interface ( $\mu\text{m}$ )						
	- 22,5 $\mu\text{m}$	-7,5 $\mu\text{m}$	7,5 $\mu\text{m}$	22,5 $\mu\text{m}$	37,5 $\mu\text{m}$	52,5 $\mu\text{m}$	67,5 $\mu\text{m}$	82,5 $\mu\text{m}$	97,5 $\mu\text{m}$
C30	75,23	78,00	14,27	17,10	17,96	18,32	26,36	30,19	30,72
$\sigma$	7,92	14,20	2,42	4,94	4,95	1,83	16,59	11,29	13,71
C60	81,44	79,95	22,94	28,09	31,10	28,14	27,88	28,85	27,14
$\sigma$	5,50	5,70	6,00	9,40	22,17	5,87	9,07	6,31	8,72

#### PROFUNDIDADE MÁXIMA (nm)

Famílias	Agregado		Matriz cimentícia						
	Distância ( $\mu\text{m}$ )		Distância à interface ( $\mu\text{m}$ )						
	- 22,5 $\mu\text{m}$	-7,5 $\mu\text{m}$	7,5 $\mu\text{m}$	22,5 $\mu\text{m}$	37,5 $\mu\text{m}$	52,5 $\mu\text{m}$	67,5 $\mu\text{m}$	82,5 $\mu\text{m}$	97,5 $\mu\text{m}$
C30	194,29	192,00	310,25	358,38	408,25	427,38	495,25	491,50	411,25
$\sigma$	10,73	16,41	152,03	174,29	147,84	204,13	208,35	174,82	275,72
C60	187,00	189,88	549,75	383,00	388,13	534,63	396,50	434,00	455,88
$\sigma$	6,23	14,05	179,30	155,16	243,29	130,74	191,71	101,43	141,67

Fonte: Pesquisa direta

Os resultados obtidos através da média aritmética das dos pontos nas malhas de indentações, os valores e o desvio padrão, apresentados na Tabela 12, corroboram com os dados obtidos nos trabalhos de XU, et al. (2017), ROSSIGNOLO et al. (2017), HU (2014), WANG et al (2009) e MONDAL (2008).

Os valores de dureza, módulo de elasticidade e profundidade máxima da indentações, apresentados na Tabela 11, correspondem às amostras com 28 dias de idade, é notória a diferença expressiva dos valores na fase agregado graúdo, 7,83 - 9,67 GPa (dureza), 67,75 - 97,29 GPa (módulo de elasticidade), com os valores da fase ZT e matriz cimentícia, 0,28 - 2,43 GPa (dureza) e 14,27 - 41,03 GPa (módulo de elasticidade), esse comportamento dar-se pelas propriedades

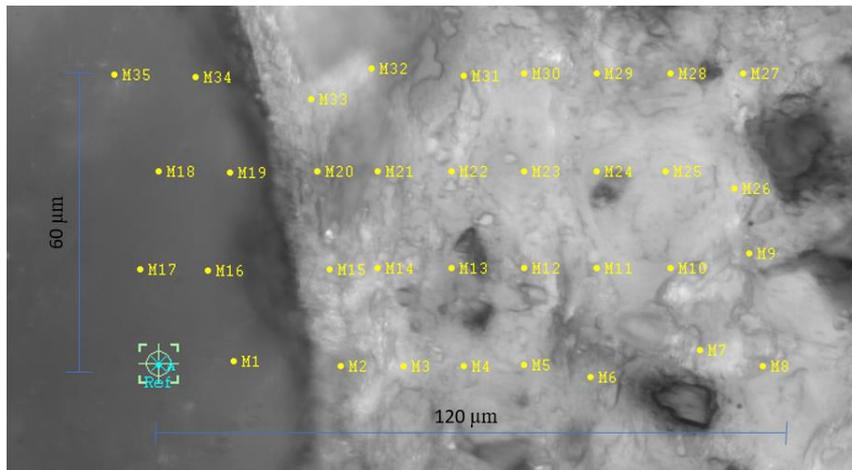


mecânicas distintas entre agregado graúdo e matriz cimentícia. Ressalta-se ainda que o agregado graúdo utilizado foi a brita granítica.

A impressão causada pelo indentador na superfície analisada é extremamente pequena, aproximadamente em 3 µm de diagonal com profundidade máxima de 250 - 600 nm, sendo praticamente impossível a localização das imagens. Porém, algumas das indentações puderam ser registradas, sendo apresentada na Figura 3 (matriz de indentações) e a Figuras 4 que faz registro da indentações nos pontos M23, M24, M25 e M26, o caso em questão foi o C30 aos 28 dias de idade.

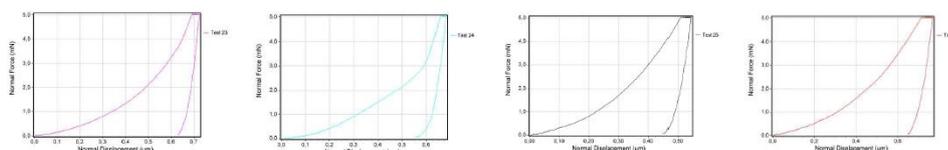
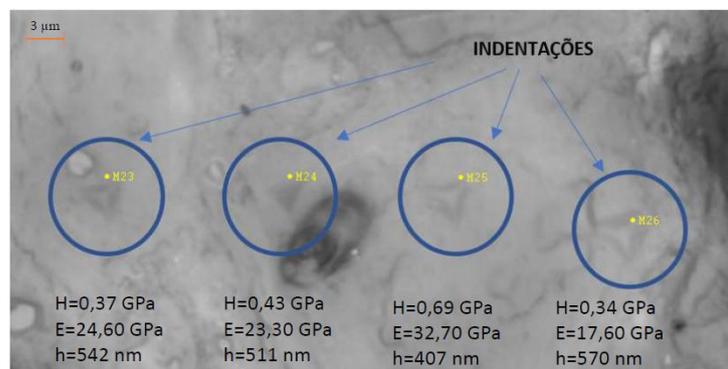
Os pontos M23, M24, M25 e M26 foram observados na matriz cimentícia, analisando os gráficos de carga x deslocamento de cada um deles e os valores de dureza, os pontos M23 e M26, com 0,37 e 0,34 GPa respectivamente, são característicos como pontos de porosidade, já os pontos M24 e M25, com 0,43 e 0,69 GPa respectivamente, tem características compatíveis com do CSH de baixa densidade. (CONSTANTINIDES e ULM, 2004, SORELLI et al., 2008, ULM et al., 2007.

**Figura 4** - Malha de indentações no C30 aos 28 dias de idade.



Fonte: Pesquisa direta

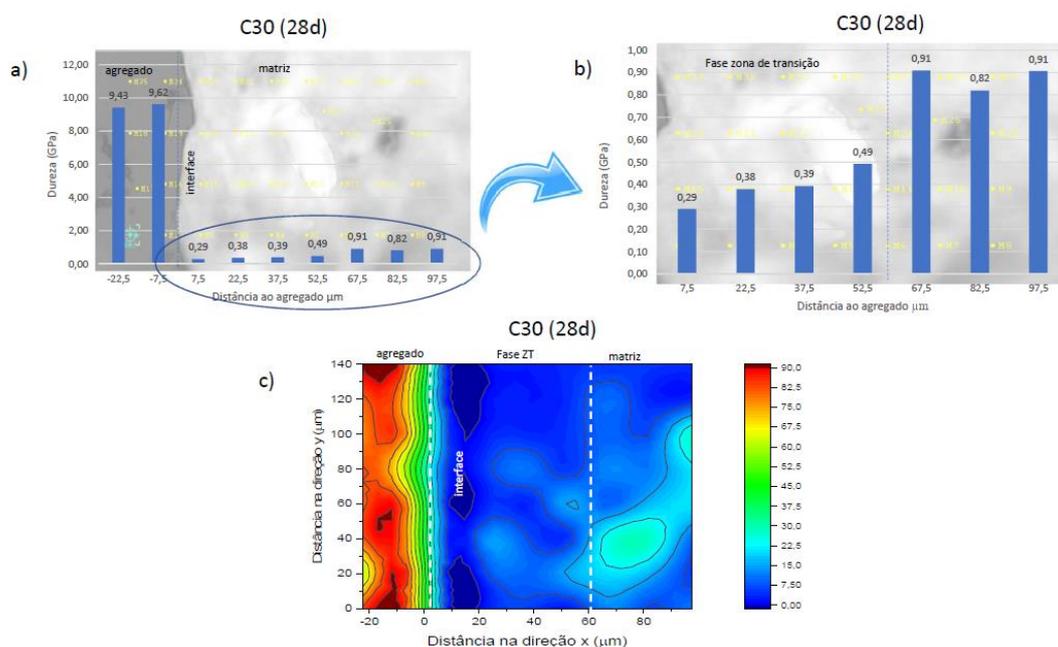
**Figura 5** - Registro das indentações M23, 24, 25 e 26 no C30 aos 28 dias de idade



Fonte: Pesquisa direta

Os dados do comportamento nanomecânico, nanodureza por exemplo, na região da ZT dos concretos oferecem informações que podem ser reproduzidas graficamente, com intuito de melhor visualização da formação distinta da ZT em relação à fase agregado e à matriz cimentícia, para cada concreto estudado, seguem os gráficos de interpretação e marcação da espessura da ZT, conforme Figuras 6 e 7.

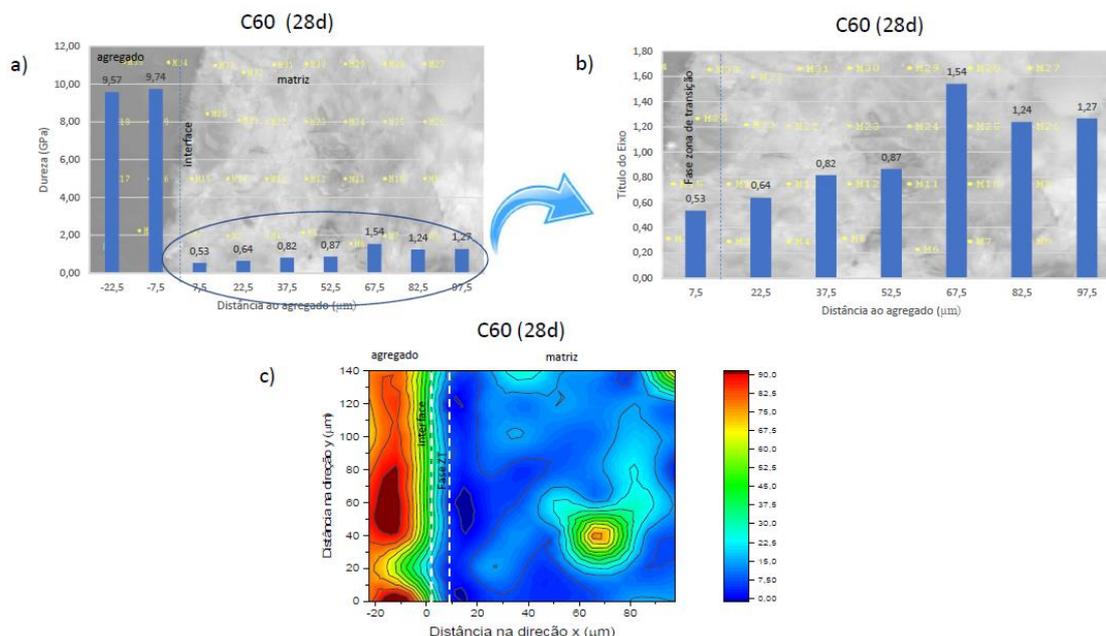
**Figura 6** - Gráfico de nanodureza na ZT do C30 aos 28 dias de idade - a) gráfico na região específica; b) ampliação do gráfico na ZT; c) mapa de contorno na mesma região.



Fonte: Pesquisa direta

Aos 28 dias de idade, no concreto C30, os valores de dureza (H) foram se estabilizando após a distância de 60  $\mu\text{m}$  da interface agregado/matriz, como sendo caracterizada como ZT e sua espessura podendo ser definida como 60  $\mu\text{m}$  (aproximadamente), conforme discutido e abordado neste trabalho. Resultados compatíveis com os estudos de XU, et al. (2017), ROSSIGNOLO et al. (2017).

**Figura 7** - Gráfico de nanodureza na ZT do C60 aos 28 dias de idade - a) gráfico na região específica; b) ampliação do gráfico na ZT; c) mapa de contorno na mesma região.



Fonte: Pesquisa direta

Aos 28 dias de idade, no concreto C60, os valores de dureza (H) foram se estabilizando após a distância de 10 μm da interface agregado/matriz, como sendo caracterizada como ZT e sua espessura podendo ser definida como 10 μm (aproximadamente). Resultados compatíveis com os estudos de XU, et al. (2017), ROSSIGNOLO et al. (2017).

Ainda sobre análise do comportamento da ZT por técnicas de investigação da nanomecânica, a compilação dos dados de dureza (H) e módulo de elasticidade (E) oferecem subsídios para interpretação do comportamento da ZT e sua influência considerando as variáveis independentes deste trabalho, assim como os percentuais de frequência dos principais componentes analisados, CSH, CH (hidróxido de cálcio) e porosidade. Os percentuais de frequência dos elementos na matriz cimentícia foram possíveis de serem identificados de acordo com os valores de dureza (H) e módulo de elasticidade (E) de cada indentação realizada, consultando a Tabela 2 com os valores de referência.

**Tabela 13-** Valores médios de Dureza (H) e módulo de elasticidade (E) correspondentes aos componentes da matriz cimentícia

Elementos	H(GPa)		E(GPa)	
	C30	C60	C30	C60
Porosidade	0,290	0,503	13,05	13,55
CSH BD	0,580	0,790	20,78	20,05
CSH AD	0,855	1,350	26,67	30,62
CH	1,550	1,950	37,99	40,72
Clínquer	5,45	6,550	79,65	90,43

Fonte: Pesquisa direta



Os resultados apresentados na Tabela 13 estão muito próximos dos dados alcançados pelo trabalho de HE et al. (2013), em que investigou matriz cimentícia com adição de metacaulim através de nanoindentação.

## Conclusões

Considerando os resultados e suas respectivas discussões apresentadas neste trabalho, pode-se chegar às seguintes conclusões:

a) os valores de dureza (H), módulo de elasticidade (E) e profundidade máxima (h) obtidos com a técnica de nanoindentação instrumentada são capazes de oferecer subsídios para análises nanoestrutural dos concretos, caracterização de ZT e potencial para correlacionar com as propriedades macroestruturais;

b) quanto maior a relação água/aglomerante, menores os valores médios de dureza e módulo elástico obtidos na nanoindentação, além de constatar maior espessura da ZT nestes casos; e

c) embora a heterogeneidade do material e a extrema dificuldade no manuseio e preparo das amostras, a técnica de nanoindentação instrumentada é uma ferramenta válida para análises das propriedades nanomecânicas de materiais cimentícios e das fases constituintes como matriz e ZT.

## Referências

C. HU, Z. LI. **A review on the mechanical properties of cement-based materials measured by nanoindentation.** *Constr. Build. Mater.*, 90 (2015), pp. 80-90.

H.M. JENNINGS. **Colloid model of C-S-H and implication to the problem of creep and shrinkage.** *Mater. Struct.*, 37 (2004), pp. 59-70. View in Scopus Google Scholar

CONSTANTINIDES, G.; ULM, F.-J. **The effect of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials: Results from nanoindentation and micromechanical modeling.** *CEMENT AND CONCRETE RESEARCH*, Oxford, v. 34, n. 1, p. 67-80, 2004.

JENNINGS, H.M. et al. **A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste.** *Cement and Concrete Research*, v. 37, p. 329-336, 2007.

MILLER, M. ; BOBKO, C.; VAN DAMME, M.; ULM, F.-J. **Surface Roughness criteria for cement paste nanoindentation.** *CEMENT AND CONCRETE RESEARCH*, Oxford, v. 38, p.467-476, 200

MONDAL P, SHAH SP, MARKS LD. **Nanoscale characterization of cementitious materials.** *ACI Mater vol.* 105(2), p. 174-9. 2008.

OLIVER, W. C. ; PHARR, G. M. **An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiment.** *Research Society*, v. 7, n. 6, p. 1564-1583, 1992.



PHARR, G. M.; OLIVER, W. C.; BROTZEN, F. R. **Onthegeneralityoftherelationshipamongcontactstiffness, contactarea, andelasticmodulusduringindentation.** *JournalofMaterialsResearch* Vol. 7, nº 3, pp. 613 - 617, 1992.

PELISSER, FERNANDO; GLEIZE PHILIPPE J.P.; MIKOWSKI, ALEXANDRE. **Propriedades Nanomécnicas do Silicato de Cálcio Hidratado de Síntese.** *REVISTA AMBIENTE CONSTRUÍDO*, v.9, p.129-139, Dezembro de 2009.

ROSSIGNOLO, J. A.; RODRIGUES, M. S.; FRIAS, M.; SANTOS, S.; SAVASTIANO JR, H. **Improved interfacial transition zone betweenaggregate-cementitiousmatrixbyadditionsugarcane industrial ash.** *Cement and Concrete Composites* vol. 80. Pag. 157 a 167. 2017

SILVA, W.R.L.; NEMECEK, J.; STEMBERK, P. **Methodology for nanoindentation-assistedpredictionofmacro-scaleelasticpropertiesof high performance cementitiouscomposites.** *Cement & Concrete Composites*, v. 45, p. 57-68, 2014.

X.H. WANG, S. JACOBSEN, J.Y. HE, Z.L. ZHANG, S.F. LEE, H.L. LEIN. **Applicationofnanoindentationtestingtostudyofthe interfacial transition zone in steelfiberreinforcedmortar.** *Cem. Concr. Res.*, 39 (2009), pp. 701-715

WILBERT, D.G.B. **Análise da interface entre argamassas de concreto com adição de fino basáltico e cinza da casca de arroz por meio de nanoindentação.** Dissertação (mestrado) -Universidade do Vale do Rio dos Sinos - UNISINOS Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2015.

WILBERT, D. G. B.; KAZMIERCZAK, C. de S.; KULAKOWSKI, M. P. **Análise da interface entre agregados reciclados de concreto e argamassas de concretos com cinza de casca de arroz e fíler basáltico por nanoindentação.** *Ambiente Construído*, Porto Alegre, v. 17, n. 2, p. 253-268, abr./jun. 2017.

XIAO, J., WENGUI L., SUN, Z; LANGE, D. A.; SHAH, S. P; **Properties of interfacial transition zones in recycledaggregate concrete testedbynanoindentation.** *Cement & Concrete Composites*, v. 37, p. 276-292. 2013.

M. XU, B. HALLINAN, K. WILLE. **Effectofloading rates onpulloutbehaviorof high strengthsteelfiberembedded in ultra-high performance concrete.** *Cem. Concr. Compos.*, 70 (2016), pp. 98-109.