

UNIVERSIDADE DO VALE DO RIO DOS SINOS - UNISINOS
UNIDADE ACADÊMICA DE GRADUAÇÃO
CURSO DE ENGENHARIA CIVIL

MONIQUE PALAVRO LUNARDI

**ANÁLISE DA ZONA DE TRANSIÇÃO EM CONCRETOS COM AGREGADO
RECICLADO A PARTIR DE MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA**

São Leopoldo

2018

MONIQUE PALAVRO LUNARDI

**ANÁLISE DA ZONA DE TRANSIÇÃO EM CONCRETOS COM AGREGADO
RECICLADO A PARTIR DE MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado como requisito parcial para
obtenção do título de Bacharel em
Engenharia Civil, pelo Curso de
Engenharia Civil da Universidade do Vale
do Rio dos Sinos – UNISINOS.

Orientador: Prof Dr. Claudio de Souza Kazmierczak

São Leopoldo
2018

A minha família.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a minha família, Alcioneu, Leoni, Victória e Miley, por me apoiar durante toda esta etapa, por estar ao meu lado em todos os momentos durante esses seis anos e entender as minhas preocupações, escolhas profissionais e caminhos seguidos.

Agradeço ao meu orientador Claudio de Souza Kazmierczak que confiou em mim para essa tarefa, desde a iniciação científica, até a escolha do tema para o TCC, sendo esse um tema tão desafiador e inovador. Por sempre me orientar da melhor maneira possível, elogiando mas também me cobrando quando necessário. E por estar comigo nesses dois anos moldando uma futura pesquisadora e sempre indicando os melhores caminhos a serem seguidos.

A todos os meus professores da graduação que foram essenciais para a minha formação e meu crescimento como profissional e como pessoa.

A todos os meus amigos que estiveram comigo durante a graduação, muitas vezes passando mais tempo juntos que com a própria família, sempre apoiando uns aos outros, dando força e transformando a UNISINOS uma segunda casa.

Ao Itt Fuse pela disponibilização dos equipamentos necessários para a realização deste trabalho e aos laboratoristas do Laboratório de Materiais da Construção Civil pelo auxílio fornecido durante as atividades no laboratório.

E finalmente a mim, que abri mão de muitas coisas me dedicando praticamente exclusivamente ao curso nesses seis anos, principalmente nesses dois últimos anos e superei os meus objetivos evoluindo muito ao longo da graduação e principalmente ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

“Se astronomia é a profissão mais bonita
porque estuda as estrelas, engenharia (...) é a mais linda
porque faz o homem chegar mais perto delas.”
(FÉLIX, Antônio).

RESUMO

Nos últimos anos vem sendo desenvolvidos estudos sobre a zona de transição de concretos afim de avaliar como sua microestrutura interfere nas propriedades da macroestrutura do mesmo. Essa região além de ser considerada o elo mais fraco do concreto é também onde os processos de falha e deterioração começam. Apesar dos avanços obtidos principalmente com a finalidade de entender os mecanismos presentes na zona de transição, não se tem totalmente esclarecido qual é comportamento dos materiais nessa região. Atualmente, a utilização de resíduos de construção e demolição como agregado para concreto está sendo cada vez mais aplicada com vistas a diminuir os impactos ambientais devido a extração de recursos naturais. Estes, porém usualmente pioram as propriedades mecânicas do concreto e por isso ainda são utilizados com cautela. Visando analisar alterações na zona de transição de concretos com diferentes tipos de agregado reciclado de concreto e agregados naturais, este trabalho objetiva avaliar as diferenças de fase, a espessura da zona de transição e o efeito do grau de hidratação em concretos com auxílio de microscopia de força atômica. Foram utilizados agregados naturais e agregado reciclado de concreto, sendo que esses passaram por processo de tratamento por carbonatação e incorporação de microfino de resíduo de cerâmica vermelha com a finalidade de avaliar possíveis melhorias na zona de transição. O concreto é elaborado a partir de uma pasta de cimento Portland CP II-F-40, filler de pó de quartzo na proporção 1:1 e agregados graúdos. As peças são moldadas em formas com dimensão 1x1x1cm, e após cura de 1, 28 e 91 dias são cortadas em serra de precisão e polidas. A zona de transição é avaliada pela varredura das diferenças de fase na região entre o agregado e a pasta, a partir de análise por microscopia de força atômica (AFM). Os agregados que passaram por carbonatação apresentaram uma espessura da zona de transição inferior aos demais enquanto que os agregados com microfinos de cerâmica vermelha mantiveram ou apresentaram um aumento da espessura da zona de transição. Ainda, todas as amostras ensaiadas a 91 dias apresentaram diminuição da espessura da zona de transição e diminuição das diferenças de fase na interface.

Palavras-chave: microscopia de força atômica, zona de transição, agregado reciclado, idade de cura, diferença de fase.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Morfologia de ARC com e sem carbonatação.....	26
Figura 2 - Comparação do gráfico Tensão x Deformação entre agregado x concreto x pasta de cimento	28
Figura 3 - Gráfico da relação de CaO/SiO ₂ x distância do agregado.....	29
Figura 4 - Gráfico da etringita x distância do agregado.....	29
Figura 5 - Preparo da amostra e ensaio em MEV	30
Figura 6 - Representação das zonas de transição em ARC	31
Figura 7 - Demonstração do funcionamento da indentação.....	33
Figura 8 - Modelo de saída de dados de microdureza Vickers.	33
Figura 9 - Gráfico tensão x deformação da indentação.....	33
Figura 10 - Marca de indentação típica, com ponteira Berkovich, em amostra de concreto	33
Figura 11 - Esquema representativo do modo de contato intermitente.....	35
Figura 12 - Representação de métodos de análise da zona de transição.....	38
Figura 13 - Fluxograma das atividades a serem desenvolvidas.....	39
Figura 14 - Zona de transição entre AGRC-R e pasta em MEV (aumento de 70x)...	47
Figura 15 - Zona de transição entre AGRC-R e pasta em MEV (aumento de 1000x)	47
Figura 16 - Zona de transição entre AGRC-P e pasta em MEV (aumento de 100x) .	47
Figura 17 - Zona de transição entre AGRC-P e pasta em MEV (aumento de 1500x)	47
Figura 18 - Zona de transição entre AGRC-C e pasta em MEV (aumento de 100x) .	48
Figura 19 - Zona de transição entre AGRC-C e pasta em MEV (aumento de 1000x)	48
Figura 20 - Esquema representativo do sistema de filtragem de CO ₂	51
Figura 21 - Fluxograma de etapas do AFM.....	54
Figura 22 - Amostra AGN durante a varredura de diferença de fase	55
Figura 23 - Amostra AGRC-C durante a varredura de diferença de fase.....	55
Figura 24 - Relação entre diferença de fase e módulo de elasticidade.....	56
Figura 25 - Estimativa da ZT entre pasta de cimento e agregado graúdo.....	57
Figura 26 - Medição de fase na pasta de cimento (20x20µm)	58
Figura 27 - Medição de fase na argamassa antiga aderida ao ARC (20x20µm).....	59

Figura 28 - Medição de fase no agregado graúdo natural (40x40 μ m)	59
Figura 29 - Medição de fase em grão de areia.....	60
Figura 30 - Medição de fase na argamassa antiga com agregado tratado com incorporação de microfinos de cerâmica vermelha amostra com 91 dias de cura	61
Figura 31 - Mapa topográfico 2D de amostra AGRC-C (1 dia).....	62
Figura 32 - Mapa topográfico 3D de amostra AGRC-C (1 dia).....	62
Figura 33 - Mapa de fase 2D de amostra AGRC-C (1 dia).....	63
Figura 34 - Mapa de fase 3D de amostra AGRC-C (1 dia).....	63
Figura 35 - Seção de corte na medição de fase e respectivo perfil.....	63
Figura 36 - Mapa de fase para amostra de AGN com 1 dia de cura	64
Figura 37 - Varredura da ZT em diferentes traços de concreto aos 28 dias de cura.	65
Figura 38 - Varredura da ZT em diferentes traços de concreto aos 91 dias de cura.	70

LISTA DE FOTOGRAFIAS

Fotografia 1 - Agregado graúdo reciclado de referência	42
Fotografia 2 - Agregado graúdo reciclado carbonatado	43
Fotografia 3 - Agregado graúdo reciclado com pozolana	43
Fotografia 4 - Ensaio de consistência sendo realizado	49
Fotografia 5 - Processo de moldagem	49
Fotografia 6 - Amostras em recipiente com álcool isopropílico	51
Fotografia 7 - Corte das amostras.....	53
Fotografia 8 - Amostras após preparo em recipiente com sílica gel.....	53
Fotografia 9 - Equipamento de Microscopia de Força Atômica	55
Fotografia 10 - Microfinos de RCV no entorno do agregado	68

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - a) Total de resíduos gerados na Europa no ano de 2014 por atividade econômica; b) Resíduos gerados no Brasil no ano de 2016	17
Gráfico 2 - Difração de Raio X do pó de quartzo.....	41
Gráfico 3 - Absorção de água nos minutos iniciais.....	45
Gráfico 4 - Absorção final capilar dos concretos	46
Gráfico 5 - Resistência à compressão aos 28 dias	46
Gráfico 6 - Espessura média da ZT para os traços com 28 dias de cura.....	67
Gráfico 7 - Relação entre coeficiente de capilaridade e espessura da ZT	69
Gráfico 8 - Espessura média da ZT para os traços com 91 dias de cura.....	72
Gráfico 9 - Comparação das espessuras da ZT para as diferentes idades de cura..	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparação das propriedades mecânicas de concretos produzidos com e sem agregados reciclados.....	23
Tabela 2 - Métodos de melhoramento do ARC	25
Tabela 3 - Módulo de elasticidade para diferentes compósitos.....	36
Tabela 4 - Propriedades físicas, químicas e mecânicas	40
Tabela 5 - Nomenclatura dos concretos.....	44
Tabela 6 - Consumo de material para a composição dos concretos.....	44
Tabela 7 - Ensaio realizados nos agregados.....	45
Tabela 8 - Amostragem dos concretos em suas respectivas idades de cura.....	50
Tabela 10 - Compilação das diferenças de fases em cada material	61
Tabela 11 - ANOVA das espessuras médias dos traços.....	68
Tabela 12 - ANOVA dos traços AGRC-C e AGRC-P	69

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Nomenclatura das amostras por idade de cura.....52

LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Normas Brasileiras de Regulação
ZT	Zona de Transição
ARC	Agregado Reciclado de Concreto
AFM	Microscópio de Força Atômica
IBGE	Fundação Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
FEE	Fundação de Economia e Estatística
IBRAM	Instituto Brasileiro de Mineração
RCD	Resíduos de Construção e Demolição
GMAT	Grupo de Pesquisa em Materiais e Reciclagem
AN	Agregado Natural
TSMA	Processo de Mistura em Dois Estágios
SEPP	Agregado Envolvido com Pó de Pozolana
C-S-H	Silicato de Cálcio Hidratado
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
DRX	Difração de Raio X
FB	Fino Basáltico
CCA	Cinza de Casca de Arroz
AGRC	Agregado Graúdo Reciclado de Concreto
RCV	Resíduo de Cerâmica Vermelha
IttFuse	Instituto Tecnológico em Ensaios e Segurança Funcional

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.2 OBJETIVOS	18
1.2.1 Objetivo Geral	18
1.2.2 Objetivos Específicos	19
1.3 JUSTIFICATIVA	19
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	21
2.1 AGREGADOS RECICLADOS DE CONCRETO	21
2.1.1 Utilização de ARC em concretos novos	23
2.2 ZONA DE TRANSIÇÃO EM CONCRETOS	27
2.2.1 Evolução da ZT em função da hidratação	28
2.2.2 Características da ZT em concretos com ARC	31
2.2.3 Técnicas para análise da ZT	32
2.2.4 Formas adotadas para a melhoria e quantificação das propriedades da zona de transição	35
3 METODOLOGIA	39
3.1 PLANEJAMENTO DA METODOLOGIA	39
3.1.1 Variáveis de controle	Erro! Indicador não definido.
3.1.2 Variáveis de resposta	Erro! Indicador não definido.
3.2 MATERIAIS	40
3.2.1 Cimento	40
3.2.2 Aditivo superplastificante	41
3.2.3 Fíler	41
3.2.4 Água	41
3.2.5 Agregados graúdos	42
3.2.5.1 Agregados graúdos naturais	42
3.2.5.2 Agregado graúdo reciclado de concreto	42
3.2.5.2.1 <i>Agregado graúdo reciclado de concreto referência (AGRC-R)</i>	42
3.2.5.2.2 <i>Agregado graúdo reciclado carbonatado (AGRC-C)</i>	43
3.2.5.2.3 <i>Agregado graúdo reciclado com incorporação de pozolana (AGRC-P)</i>	43
3.3 METODOS	44
3.3.1 Procedimentos já realizados	44
3.3.1.1 Ensaio relacionados aos agregados	45

	15
3.3.1.1.1 <i>Massa específica e Absorção de água total</i>	45
3.3.1.1.2 <i>Absorção de água dos agregados</i>	45
3.3.1.1 <i>Absorção de água por capilaridade dos concretos</i>	46
3.3.1.2 <i>Resistência à compressão</i>	46
3.3.1.3 <i>Microscopia de Força Atômica – MEV</i>	47
3.3.2 Análise da zona de transição	48
3.3.2.1 <i>Produção dos corpos de prova</i>	48
3.3.2.2 <i>Processo de interrupção de cura das amostras</i>	50
3.3.2.3 <i>Preparo das amostras</i>	52
3.3.2.4 <i>Varredura das amostras em AFM</i>	54
3.3.2.5 <i>Análise dos dados</i>	55
3.3.2.5.1 <i>Método de análise da correlação entre fase e módulo de elasticidade</i>	55
3.3.2.5.2 <i>Verificação da espessura da ZT</i>	56
4 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	58
4.1 <i>ANÁLISE DA DIFERENÇA DE FASE NOS MATERIAIS QUE COMPÕEM AS AMOSTRAS</i>	58
4.2 <i>ANÁLISE DA ZONA DE TRANSIÇÃO</i>	62
4.2.1 Amostras com idade de cura de 1 dia	62
4.2.2 Amostras com idade de cura de 28 dias	64
4.2.2.1 <i>Espessura da ZT</i>	66
4.2.3 Amostras com idade de cura de 91 dias	70
4.2.3.1 <i>Espessura da ZT</i>	72
4.3 <i>INFLUÊNCIA DO GRAU DE HIDRATAÇÃO NA ZT</i>	72
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	74
6.1 <i>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</i>	75
REFERÊNCIAS	76
APÊNDICE A: MAPEAMENTO DE CONTRASTE DE FASE 2D E 3D AOS 28 DIAS	84

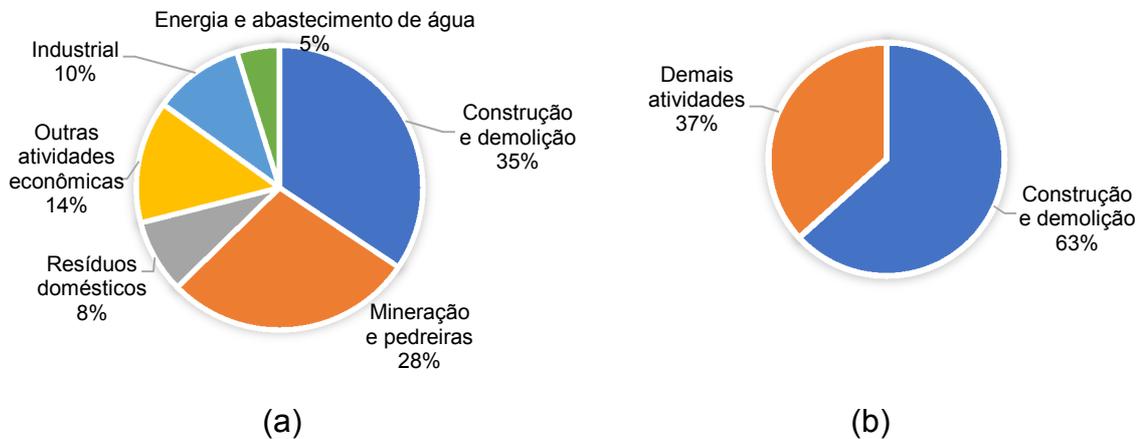
1 INTRODUÇÃO

A construção civil tem grande participação na evolução das grandes cidades e no desenvolvimento urbano, estando entre os principais setores industriais do Brasil. Segundo a Fundação Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) e Fundação de Economia e Estatística (FEE) (2015) a construção civil tem participação de 5,4% no PIB do estado do Rio Grande do Sul, apesar de ter tido queda de desenvolvimento nos últimos anos.

Entre os materiais mais utilizados na construção civil está o concreto, utilizado em larga escala no mundo. (SANCHEZ; SOBOLEV, 2010). É composto por aglomerantes, sendo ele o cimento e em alguns casos adições minerais, agregado gráudo, geralmente utilizando-se do basalto e do granito, agregado miúdo, e água. A pasta de cimento tem a função de manter os agregados agrupados. (MONDAL; SHAH, MARKS, 2009). Assim o setor da construção civil acaba por consumir uma grande quantidade de recursos naturais. Segundo o Sumário Mineral Brasileiro de 2015 (KULAIFF; RECUEIRO, 2015) o setor produziu e consumiu cerca de 392Mton de areia para construção, produziu 309Mton e consumiu 309Mton de brita e cascalho para o ano de 2014, com estimativa do Instituto Brasileiro de Mineração (IBRAM) para 2022 de produção de agregados de 807Mton (INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO, 2012).

É um cenário presente em todo o mundo, onde estudos apontam que a maior parte dos resíduos sólidos urbanos são gerados pelo setor da construção civil, demolição e exploração mineral. Segundo levantamento da EUROSTAT (2014), órgão responsável pelos dados estatísticos da União Européia, só no ano de 2014, cerca de 63% de todo o resíduo gerado na Europa era proveniente de processos de construção, demolição e extração mineral. Esse dado é semelhante com o encontrado no Brasil, segundo a ABRELPE (2016), o país gerou cerca de 41,5Mton de resíduos de construção e demolição (RCD), equivalendo a aproximadamente 63% do resíduo gerado no Brasil.

Gráfico 1 - a) Geração de resíduos: gerados na Europa no ano de 2014 por atividade econômica; b) Gerados no Brasil no ano de 2016



Fonte: a) Adaptado de Eurostat (2014); b) adaptado de ABRELPE (2016)

Como a maior parte dos países não possuem planos de reutilização desses resíduos, eles acabam sendo encaminhados para aterros ao invés de serem inseridos novamente nos materiais de construção, na forma de coprodutos. (SILVA; DE BRITO; DHIR, 2014). Visando, então, reduzir o consumo de recursos naturais, tornando a economia linear em uma economia circular, a Comissão Europeia (2014) desenvolveu um programa de zero resíduos com o intuito de racionalizar ao máximo o uso de recursos e reutilizar diversas vezes um produto, desenvolvendo-os com possibilidade de reutilização e transformação em outras matérias-primas.

Como uma possibilidade de reutilização de materiais para agregados no concreto estão os agregados reciclados de concreto (ARC) provenientes de demolições. Estes estão sendo estudados frente a diversas propriedades, como a durabilidade, resistência à compressão, porosidade e tem apresentado bom potencial de utilização quando substituídos em até de 30%. (TAM; GAO; TAM, 2005).

Outros estudos feitos com a substituição total de agregado graúdo natural por ARC, a partir de processos controlados de qualidade já mostraram ser possível a utilização de 100% de agregado reciclado de concreto sem a perda das propriedades mecânicas ou da durabilidade da estrutura. (ARAÚJO et al., 2016).

No Brasil, ainda não é normatizada a utilização de ARC em concretos para fins estruturais, mas a NBR 15116 (ABNT, 2004) vigente a partir de 30 de setembro de 2004, já normatiza a utilização de agregados provenientes de resíduos de concreto ou mistos em preparo de pavimentação ou em concretos para fins não estruturais. A norma não restringe o percentual de ARC a ser utilizado, mas estabelece padrões de

qualidade com relação a absorção de água, teores máximos de contaminantes e composição dos agregados. Ainda, a curva granulométrica deve obedecer a NBR 7211 (ABNT, 2009) e o ajuste deve ser feito acrescentando frações de agregados naturais ao concreto.

Como a NBR 15575 (ABNT, 2013) prevê que a vida útil de projeto das edificações deve ser superior a 50 anos, estudos sobre a durabilidade das estruturas de concreto com utilização de agregados naturais já são amplamente difundidos. (HELENE; ANDRADE; MEDEIROS, 2011). Quando adicionado ARC, se fazem necessários novos estudos sobre a durabilidade e os agentes que agredem a estrutura.

Uma das principais diferenças entre o concreto convencional e o concreto com agregado reciclado é a presença de uma nova zona de transição formada entre o agregado natural e a argamassa antiga. Uma vez que a zona de transição é o elo mais frágil do concreto, pois a mesma está sujeita ao surgimento de microfissuras devido a processos de retração e sobrecarga da estrutura nos estágios iniciais, são necessários estudos mais aprofundados quanto a sua influência na durabilidade e os meios para melhorar a interface entre a nova matriz de cimento e agregado reciclado. (TAM; TAM, 2008; MEHTA; MONTEIRO, 2006).

A zona de transição vem sendo estudada com o objetivo de identificar sua espessura, seu módulo de elasticidade, a dureza e composição dos materiais constituintes, bem como desenvolvimento de métodos para sua melhoria e sua análise. Dentre os métodos, os mais utilizados são com Microscópio Eletrônico de Varredura, micro e nanoindentação e o método de análise mais recente, por Microscopia de Força Atômica (AFM).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo geral a análise em escala nanoestrutural de concretos com agregados reciclados tratados com ênfase na zona de transição formada entre matriz de cimento e agregado a partir de microscópio de força atômica.

1.2.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos deste trabalho são:

- a) quantificar a espessura da zona de transição;
- b) verificar a influência do tratamento por carbonatação e por incorporação de microfios de RCV do agregado reciclado na zona de transição;
- c) verificar a influência do grau de hidratação do cimento na zona de transição.

1.3 JUSTIFICATIVA

Estudos concluem que a zona de transição (ZT) é o elo mais fraco do concreto, isso porque ela é caracterizada como uma região extremamente heterogênea e possui muitos poros e fissuras, produtos não hidratados, maior relação a/c que no restante da pasta de cimento e problemas na ligação. (MONDAL; SHAH; MARKS, 2009; ZHU; BARTOS, 2000).

Seu estudo é uma necessidade, pois é a interface mais importante do concreto, uma vez que as propriedades mecânicas da macroestrutura da mistura são significativamente afetadas pelas propriedades e pela qualidade da ZT, na qual os processos de falha e deterioração tem início. (SCRIVENER; CRUMBIE; LAUGESSEN, 2004; ZHU et al., 2007).

Porém estudos sobre a ZT, principalmente com presença do ARC, ainda são pouco abordados, visto que esta é difícil de ser analisada em função de suas dimensões e da dificuldade de se obter uma amostra representativa e íntegra para as análises necessárias e necessita de técnicas e equipamentos específicos para sua análise. Nesse sentido a nanotecnologia vem contribuindo para o melhor entendimento dessa região a partir de técnicas avançadas de nível molecular e atômico com a finalidade de melhorar esta ligação e entender melhor a interação dos materiais. (SANCHEZ; SOBOLEV, 2010).

Um dos equipamentos para análise em nanoescala é o Microscópio de Força Atômica (AFM), capaz de visualizar átomos individuais e dar diversas informações sobre a superfície do material, tornando-se uma das ferramentas mais importantes para a análise de materiais na última década. O equipamento é capaz de fazer leituras

em escala nanométrica fornecendo dados em três dimensões. (LOPES; FONSECA FILHO; ZAMORA, 2012; LOPES; FONSECA FILHO, 2015).

A fim de contribuir com os trabalhos já desenvolvidos pelo GMAT – Grupo de Pesquisa em Materiais e Reciclagem da UNISINOS, especificamente a partir do trabalho realizado por Hentges (2018) que consistiu em proceder o tratamento de agregados reciclados e substituí-los no concreto no valor de 25% em relação aos agregado naturias e avaliar o comportamento destes concretos, este trabalho justifica-se como uma análise sobre a zona de transição para avaliar nanoestruturalmente a interação entre agregados e pasta verificando possíveis melhoras geradas na ligação destes a partir do beneficiamento dos ARC produzidos no trabalho.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo foi dividido com os principais temas necessários para o embasamento teórico do trabalho e o entendimento dos mecanismos que serão avaliados. Assim, primeiramente abordou-se uma breve introdução sobre a utilização de agregados reciclados de concreto bem como suas principais propriedades, e sua utilização em novos concretos. Após abordou-se a zona de transição dos concretos, com foco em concretos com agregado reciclado e por último algumas das técnicas utilizadas para a análise da zona de transição.

2.1 AGREGADOS RECICLADOS DE CONCRETO

O agregado reciclado de concreto (ARC) é o produto gerado pelo processo de britagem de concretos provenientes de demolição, de controle tecnológico do concreto e de pré-fabricados, podendo ser fração miúda ou graúda. Quando britados, parte da argamassa do antigo concreto fica aderido ao agregado natural, o que acaba resultando em propriedades mecânicas inferiores aos de um agregado convencional. (HANSEN, 1986).

O ARC possui diversas características que devem ser levadas em consideração para sua aplicação em novos concretos, sendo que estas foram divididas em três categorias por Mehta e Monteiro (2006), aquelas dependentes da porosidade do agregado, que influenciam na densidade, absorção de água, resistência, dureza, módulo de elasticidade e solidez; aquelas dependentes da exposição prévia e do beneficiamento e processo de moagem, como o tamanho das partículas, forma e textura; e as características dependentes da composição química e mineralógica do agregado, como resistência, dureza e seu módulo de elasticidade.

Para os ARC serem inseridos dentro de um novo concreto é preciso conhecer suas características e o concreto de origem, já que essas, podem afetar a durabilidade das estruturas. Silva, De Brito e Dhir (2014) apontam que a presença de contaminantes provenientes da demolição, como asfalto, gesso, metal, plástico e madeira, podem prejudicar a qualidade do ARC e por isso é necessária a separação dos mesmos. Ainda, os autores citam as composições químicas e o local de origem do ARC como fundamentais para sua reutilização, uma vez que os mesmos podem conter presença de sulfatos ou álcalis provenientes da gipsita, da argamassa antiga,

sílicas reativas nos agregados, entre outros, que podem causar reações expansivas no concreto e deteriorar as estruturas. Assim como agregados reciclados provenientes da região litorânea ou marinha, que podem conter altos níveis de cloretos e em quando em contato com o aço, corroem a armadura, diminuindo a vida útil das estruturas.

A forma do grão é diretamente influenciada pelo processo de britagem desses agregados e exercem maior influência no concreto no estado fresco, que no estado endurecido, sendo que, agregados de forma mais angulada acabam requisitando maior quantidade de pasta de cimento para envolver o grão. (MEHTA; MONTEIRO, 2006).

Os ARC geralmente possuem textura mais porosa e rugosa que os AN devido à argamassa aderida ao agregado, e forma mais angular, o que varia de acordo com as propriedades do concreto de origem e o britador usado, sendo que o britador de mandíbulas tende a tornar o grão mais angular, ao passo que o de impacto com eixo vertical tende a deixar o grão mais arredondado. (BAZUCO, 1999).

Com o objetivo de avaliar como a idade dos agregados reciclados poderia influenciar sobre os concretos novos a serem produzidos, Buttler (2003) testou agregados reciclados de concreto de diferentes idades, 1, 7 e 28 dias e, relacionando a absorção de água desses agregados, concluiu que quanto maior o grau de hidratação da argamassa antiga aderida, menor será a absorção de água do agregado. Ou seja, a argamassa aderida no agregado é responsável por influenciar diversas propriedades, entre elas por tornar o ARC mais poroso proporcionando maior absorção de água e diminuição da massa específica. Com a densidade do ARC estando ligada diretamente com a quantidade de argamassa antiga aderida à sua superfície, também é possível relacioná-la com o processo de moagem desses agregados, uma vez que processos mais longos de moagem acabam por reduzir a quantidade de argamassa aderida. Por outro lado, agregados processados por longos períodos podem tornar-se muito finos para serem utilizados em alguns traços. (SILVA; DE BRITO; DHIR, 2014).

Existem alguns procedimentos utilizados para garantir uma melhor qualidade ao agregado reciclado. Por exemplo, submeter o agregado à abrasão Los Angeles com objetivo de aumentar sua massa específica e diminuir sua absorção de água uma vez que diminui a quantidade de argamassa antiga aderida ao agregado natural e melhora a forma dos grãos; carbonatação dos agregados, o que garante menor porosidade e conseqüentemente, menor absorção de água; como também, processos

rápidos de separação por líquidos densos que separam agregados com diferentes porosidades e composições mineralógicas (ARAÚJO et al., 2016; XUAN; ZHAN; POON, 2017; ULSEN; KAHN; ANGULO; JOHN; HAWLITSCHKEK, 2014).

2.1.1 Utilização de ARC em concretos novos

A utilização de agregados reciclados ao concreto é um método efetivo para a diminuição dos resíduos, porém este, possui diversos problemas associados a qualidade do ARC que influenciam nas propriedades mecânicas do concreto. Na Tabela 1 estão expostas comparações das propriedades mecânicas encontradas para concretos produzidos com agregados naturais e os produzidos com ARC.

Tabela 1 - Comparação das propriedades mecânicas de concretos produzidos com e sem agregados reciclados

Comparação das propriedades de concretos com agregados reciclados e agregado natural em composições similares	
Aderência entre argamassa e agregado	
Agregado graúdo em concretos com teor elevado de brita do concreto antigo	Comparável à referência
Agregado miúdo em concretos com teor elevado de argamassa do concreto antigo	Cerca de 55% da referência
Resistência à compressão	64-100% da referência
Módulo de elasticidade estático na compressão	60-100% da referência
Resistência à tração	80-100% da referência
Resistência ao gelo e degelo	Comparável à referência
Coefficiente linear de expansão térmica	Comparável à referência
Retração de concretos armazenados por 28 dias em umidade relativa 90% e 23°C	Comparável à referência
Abatimento	Comparável à referência

Fonte: Adaptado de Frondistou-Yannas (1980, apud Mehta e Monteiro, 2006)

Segundo Tam e Tam (2007) um dos principais problemas que influenciam na qualidade do concreto produzido é a alta absorção de água que os ARC possuem devido a quantidade de argamassa antiga aderida à eles. Por isso os autores testaram 0%, 20% e 100% de substituição por ARC em dois tipos de mistura, processo de mistura normal e processo de mistura em dois estágios (TSMA) que consiste em adicionar no primeiro estágio de mistura os agregados miúdos e graúdos, o cimento e metade da água necessária, para formar um filme de cimento no entorno dos agregados, e no segundo estágio adiciona-se o restante da água. Notaram que, conforme foram aumentando os teores de substituição de agregados naturais por

ARC, o concreto foi tendo um menor desempenho. Porém, com o TSMA conseguiu-se melhorar o concreto em aproximadamente 30% contra a penetração de cloretos em um teor de substituição de 100% e no teor de 20% de substituição obteve-se melhora de 35% na absorção de água e 52% na permeabilidade do ar.

Como o ARC absorve maior quantidade de água que os agregados naturais alguns autores também optam por fazer uma pré-molhagem, com vistas a não perder a trabalhabilidade do concreto, pela absorção da água da mistura. Etxeberria et al., (2007) comentam que valores recomendados de umidade no agregado seria cerca de 80% de sua absorção total, pois a saturação dos agregados poderia levar ao enfraquecimento da zona de transição. Padovan (2013) elaborou concretos com 50% de ARC submetidos à pré-molhagem nos teores de 40%, 60%, 80% e 100%. A pré-molhagem foi feita dentro de um recipiente plástico utilizando um borrifador de água, que após foi tampado e lacrado, onde os agregados permaneceram por 7 dias a fim de evitar a perda da água e a umidade interna dos agregados ser redistribuída. A autora verificou que o teor de pré-molhagem de 80% apresentou as menores perdas de abatimento em relação aos demais. A partir de análise estatística, concluiu que o teor de pré-molhagem não tem influência sobre os valores de resistência à compressão dos concretos. Para a absorção de água por capilaridade os menores valores de absorção foram observados para o teor de pré-molhagem de 80% sem adição de aditivo superplastificante.

Saravanakumar, Abhiram e Manoj (2016) também trabalharam com o tratamento dos agregados reciclados. Eles propuseram tratamento por ácido clorídrico (HCl), ácido clorídrico + sílica ativa, ácido sulfúrico (H_2SO_4) e ácido nítrico (HNO_3), o que facilita a remoção das partes soltas na argamassa aderida, melhorando sua qualidade. Todos os traços com ARC tratado apresentaram valores superiores de resistência à compressão que os concretos com ARC sem tratamento. A análise microestrutural mostrou que o traço com agregado tratado com HCl + sílica ativa apresentou uma microestrutura mais densa e a sílica preencheu os poros maiores dos agregados, esse traço ainda apresentou melhores resultados de resistência em idades mais avançadas. A compilação dos diferentes tipos de tratamento de ARC estão expostos na tabela 2.

Tabela 2 - Métodos de melhoramento do ARC

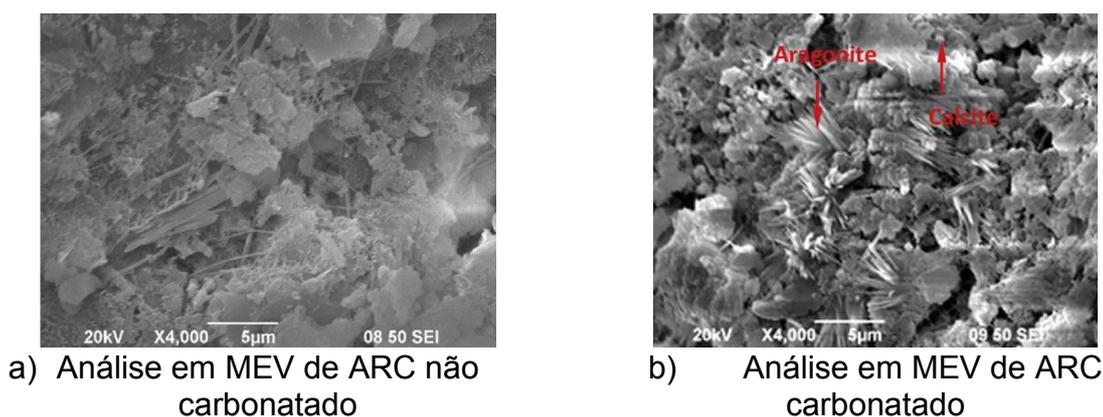
	Tratamento	Praticabilidade e impactos ambientais
Remoção da argamassa residual do ARC	Pré-embebição em soluções ácidas: HCl, H ₂ SO ₄ , H ₃ PO ₄	Inconveniente; Necessidade de descartar agregados miúdos; Aumento do teor de cloreto e sulfato no ARC.
	Método de limpeza com ultrassom	Demorado; Necessidade de descartar águas residuais.
	Beneficiamento mecânico: Triturador de rotor excêntrico, processo abrasivo, etc	Aumento da emissão de CO ₂ ; Um aumento da produção de finos; Maior consumo de energia de 40% a 70% Necessidade de descartar agregados finos.
	Beneficiamento termo-mecânico: Alta temperatura e triagem, aquecimento e fricção, microondas e fricção, etc.	
Melhoramento da superfície do ARC	Melhoramento da superfície orgânica: Solução de PVA, agente do tipo óleo, agente do tipo silano, etc.	Inconveniente; Demorado; Custo alto; Poluição da solução.
	Melhora da superfície cimentícia: pasta de cinzas volantes, pasta de sílica ativa, etc.	Inconveniente; Demorado;
	Processo de carbonatação para colmatação dos poros	
Método de mistura	Mistura em dois estágios, métodos de mistura tripla, etc.	Maneira prática eficiente.

Fonte: Adaptado de Xuan, Zhan e Poon (2016)

Os materiais pozolânicos também estão sendo estudados pelo processo de agregado envolvido com pó de pozolana (SEPP) ou processo normal de mistura testados visando melhorar a qualidade do ARC. Li, Xiao e Zhou (2009) testaram 3 tipos de pozolanas, sendo elas, cinza volante, sílica ativa e escória de alto forno com 100% de utilização de ARC. O processo de mistura utilizado para metade dos traços seguiu primeiramente a adição de metade da água e a pozolana por 60s, após o agregado reciclado por 60s e após o cimento, areia e a outra metade da água por 120s a outra metade seguiu o processo normal de mistura. Os resultados obtidos mostraram que, quando utilizados o SEPP tanto a resistência à compressão como à tração apresenta maiores valores, e o traço com sílica ativa e cinza volante em combinação com o cimento Portland apresenta maior eficiência para a melhoria das propriedades mecânicas, causado pelo melhor empacotamento das partículas.

Uma outra forma de melhorar o ARC quanto a absorção de água e permeabilidade é o tratamento dos agregados, como por exemplo, por processo de carbonatação dos mesmos. Assim, Xuan, Zhan e Poon, (2017), buscando melhorias quanto à durabilidade de concretos produzidos com ARC, fizeram traços com e sem ARC carbonatado. Obtiveram melhorias na absorção de água de 14,5%, na resistência à compressão de 22,6%, resistência à tração de 28,7%, permeabilidade de gases de 42,4% e penetração de íons cloreto de 36,4%, o que indica que concretos feitos com ARC carbonatados possuem durabilidade maior que os que não passaram por processo de carbonatação. Ainda, na Figura 1, por MEV, é possível notar que após o processo de carbonatação dos agregados houve o aparecimento de aragonitas e calcitas que tornou o agregado mais denso e fechando os poros maiores, tornando-os menos permeáveis.

Figura 1 - Morfologia de ARC com e sem carbonatação



Fonte: Xuan, Zhan e Poon (2017)

Hentges (2018) procurou testar como o tratamento prévio dos ARC poderia melhorar seu desempenho quando inseridos em um novo concreto. Assim, parte dos ARC passaram por processo de carbonatação, e parte passou por incorporação de microfios de cerâmica vermelha. A substituição sobre os AN foi de 25%, e obteve-se que, concretos feitos com ARC com resíduo de cerâmica vermelha absorveram mais água por capilaridade que os demais e as resistências à compressão não apresentaram muita influência pelo tratamento dos agregados. Já concretos onde foram utilizados ARC carbonatado apresentaram menor absorção de água por capilaridade que os demais, inclusive que os concretos com agregados naturais e apresentaram menor emissão de CO₂ ao ambiente.

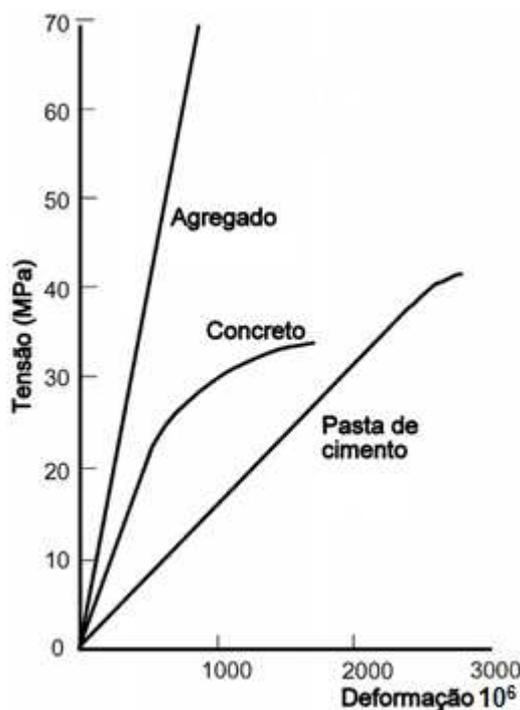
2.2 ZONA DE TRANSIÇÃO EM CONCRETOS

O concreto é um sistema de três fases que comporta os agregados graúdos, a matriz de argamassa e a zona de transição, sendo esta considerada por muitos o elo mais fraco da mistura, isto porque é uma área que possui muitas fissuras e poros na região, e por ser o local em que começam os primeiros processos de deterioração do concreto. (OLLIVIER; MASO; BOURDETTE, 1995; ZHU; BARTOS, 2000; TAM; TAM, 2008; MONDAL; SHAH; MARKS, 2009).

Em muitos estudos concluiu-se que a ZT é uma região existente em torno dos agregados. Ela possui algumas partículas não hidratadas, pouco C-S-H, alta porosidade e fissuras o que por muitas vezes impede a boa transferência de carga entre o agregado e a pasta de cimento. (MEHTA; MONTEIRO, 2006; MONDAL; SHAH; MARKS, 2009). A explicação deste comportamento baseia-se no fato de que durante o processo de mistura do concreto forma-se um filme de água no entorno do agregado, conferindo a essa região uma relação a/c maior que no restante da matriz cimentícia. Por esse motivo os íons se diluem com mais facilidade, criando cristais maiores e, portanto, tornando a região mais porosa. Essa porosidade tende a diminuir conforme o grau de hidratação da pasta, uma vez que novos cristais de etringita e hidróxido de cálcio são formados na região e preenchem parte dos vazios, contribuindo para uma melhora na resistência da ZT. (MONTEIRO; MASO; OLLIVIER, 1985; MASO; 1980 apud Mehta; Monteiro, 2006).

Devido ao inadequado empacotamento das partículas nessa região, forma-se o “efeito parede” que contribui para uma maior concentração de água ao redor do agregado, aumentando a porosidade dessa região. Ela ocorre, pois, sendo os agregados muito maiores que os grãos de cimento, cada agregado tornando-se uma mini parede que dificulta o empacotamento do agregado pelos grãos de cimento. Por esse motivo, a região acaba conferindo propriedades mecânicas inferiores ao concreto, quando comparadas com as tensões x deformações obtidas somente no agregado ou na pasta de cimento (Figura 2). Enquanto o agregado e a pasta possuem um comportamento elástico seguido por ruptura frágil, o concreto possui um comportamento quase dúctil, devido às fissuras formadas na ZT. (SCRIVENER; CRUMBIE; LAUGESSEN, 2004).

Figura 2 - Comparação do gráfico Tensão x Deformação entre agregado x concreto x pasta de cimento

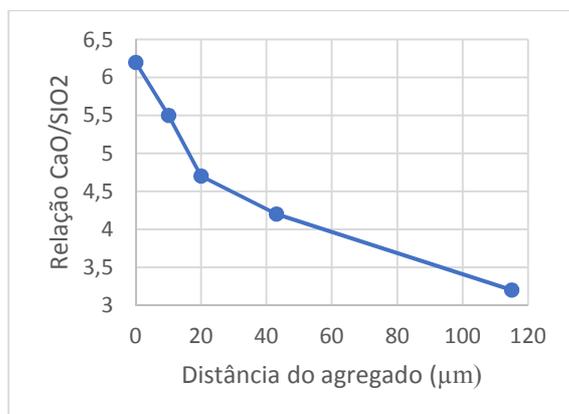


Fonte: Adaptado de Scrivener, Crumbie e Laugesen (2004)

2.2.1 Evolução da ZT em função da hidratação

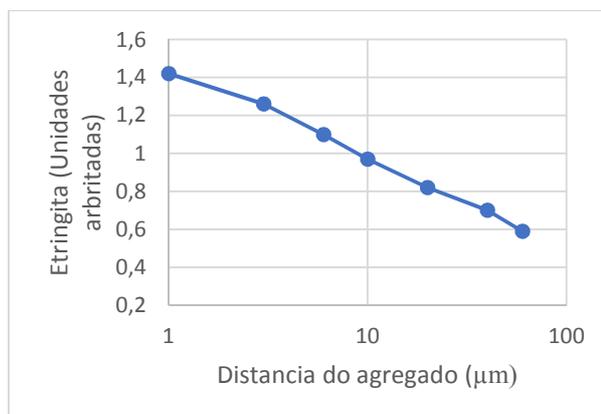
Segundo Ollivier, Maso e Bourdette (1995) a zona de transição é composta por poros e pelo produto resultante da hidratação. A hidratação do cimento nessa região é diferente do restante da pasta pois essa contém maior relação a/c e possui menos grãos de cimento no estado fresco, proporcionando uma maior relação a/c em torno dos agregados (SCRIVENER; CRUMBIE; LAUGESSEN, 2004). No estudo de Ollivier, Maso e Bourdette (1995) foram apresentados os resultados da relação CaO/SiO₂ obtidos por Yuan e Odler (1987) e os valores de etringita obtidos por Grandet e Ollivier (1980) presentes na ZT, os quais foram sintetizados nos gráficos apresentados abaixo, onde é possível notar que ambos os resultados diminuíram com a distância do agregado.

Figura 3 - Gráfico da relação de CaO/SiO₂ x distância do agregado



Fonte: Adaptado de Yuan e Odler (1987 apud Ollivier, Maso e Bourdette, 1995)

Figura 4 - Gráfico da etringita x distância do agregado

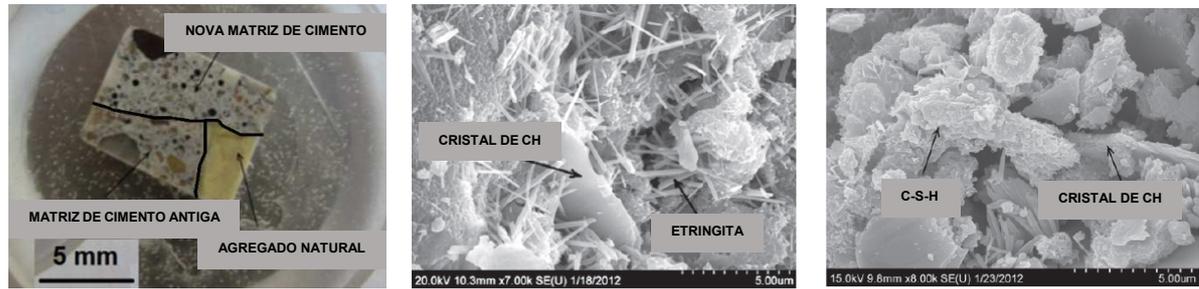


Fonte: Adaptado de Grandet e Ollivier (1980 apud Ollivier, Maso e Bourdette, 1995)

Ollivier, Maso e Bourdette (1995) concluíram também que hidratação do cimento é formada por duas principais fases, o Silicato de Cálcio Hidratado - C-S-H e o Hidróxido de Cálcio Ca(OH)₂, sendo que nos primeiros instantes a concentração de silicatos na mistura é baixa, por isso ocorre uma deposição do C-S-H em torno dos grãos de cimento, já a concentração de cálcio é alta, assim o hidróxido de cálcio fica depositado principalmente nos poros.

Assim, Scrivener, Crumbie e Laugesen (2004) realizaram ensaios onde encontraram que ao longo de um ano os valores de hidróxido de cálcio na ZT diminuam, sendo que nessa região a quantidade de material anidro é mais baixa, assim concluíram que é provável que o hidróxido de cálcio seja formado a partir de íons de cálcio solubilizados fora da ZT, pela hidratação do cimento. Já Xiao et al (2013) utilizaram de nanoindentação para analisar a zona de transição entre agregado e argamassa antiga, e agregado reciclado e argamassa nova, observaram em MEV vazios e maior concentração de hidróxido de cálcio e etringita, sendo esses encontrados tanto na zona de transição antiga quanto na nova.

Figura 5 - Preparo da amostra e ensaio em MEV



- a) Amostra polida de concreto a ser analisada em MEV
 b) MEV realizada na antiga ZT aos 90 dias
 c) MEV realizada na ZT da argamassa nova aos 90 dias

Fonte: Adaptado de Xiao et al (2013)

Segundo Mehta e Monteiro (2006), ao longo do tempo a ZT pode vir a adquirir resistência igual ou superior ao restante da pasta, isso porque em alguns casos ocorrem reações químicas tardias do C-S-H o que tende a preencher os vazios ali presentes e a diminuir a concentração de hidróxido de cálcio na região.

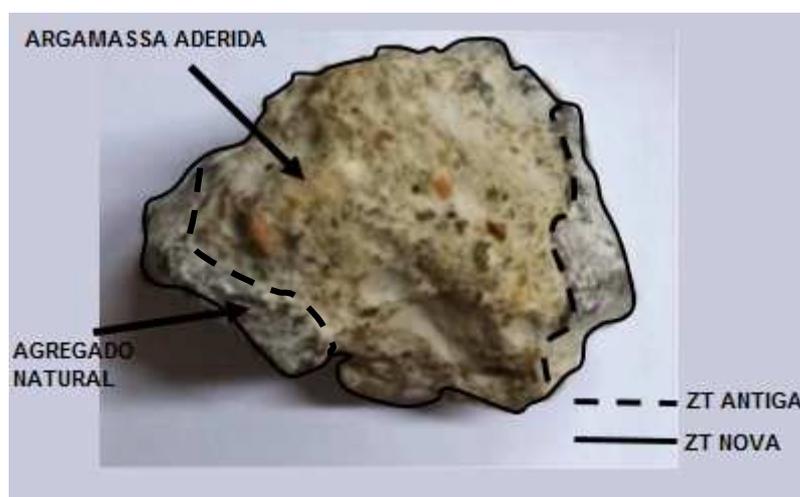
A porosidade da ZT é dependente de inúmeras variáveis. Segundo Scrivener, Crumbie e Laugesen, (2004) a porosidade corresponde ao volume não preenchido pelos grãos de cimento, que devido ao seu mau empacotamento leva a uma zona mais porosa em torno do agregado, de aproximadamente 15 μ m à 20 μ m de espessura. Em um estudo realizado por Santos et al (2013) verificou-se que a porosidade do agregado, da matriz de argamassa e da ZT afetam o módulo de elasticidade da zona de transição, assim como o grau de hidratação do cimento, a relação a/c e o teor de adições minerais são determinantes da porosidade na matriz de argamassa.

A zona de transição, por ser uma região mais porosa que o agregado e a matriz de cimento, é considerada um canal para a penetração de agentes agressivos ao concreto. Halamickova et al. (1995) testaram então a permeabilidade e difusão de cloretos em pastas sem areia, ou seja, sem zona de transição, e com areia, ao longo do tempo. Observou-se que, conforme adicionava-se areia à pasta, a permeabilidade de água e o coeficiente de difusão de cloretos aumentava. Ao longo do tempo, a permeabilidade da argamassa e o coeficiente de difusão de cloretos diminuiu com o aumento do grau de hidratação.

2.2.2 Características da ZT em concretos com ARC

Segundo Etxeberria, Vázquez e Marí (2006) a principal diferença no uso do agregado reciclado é a pré-existência de uma nova zona de transição, localizada entre o agregado natural e a argamassa antiga, e outra entre a argamassa antiga e argamassa nova. Portanto a zona de transição em concretos com agregados reciclados torna-se muito mais complexa que com agregados naturais. Essa região possui muitos poros e fissuras, o que diminui a resistência do concreto e absorve maior quantidade de água, resultando em uma menor quantidade de água para a hidratação do cimento. (TAM; GAO; TAM, 2005).

Figura 6 - Representação das zonas de transição em ARC



Fonte: Adaptado de Hentges (2018)

Agregados reciclados obtidos de concretos de alta resistência tendem a possuir uma argamassa mais densa, e conseqüentemente uma ZT com menos poros. Poon, Shui e Lam (2004) provaram isso, ao comparar concretos com agregado natural, ARC proveniente de concreto com alta resistência e ARC proveniente de concreto de média resistência. Os autores verificaram que o traço com ARC de alta resistência aos 90 dias de cura atingiu o mesmo nível de resistência à compressão que o traço com agregados naturais. Isso foi explicado pela utilização de MEV, onde foi identificado que os ARC de média resistência possuíam muitos poros e partículas soltas na ZT, já os ARC de alta resistência possuíam uma ZT relativamente mais densa.

Casuccio et al. (2008) procuraram elaborar concretos de mesmo nível de resistência com diferentes agregados: agregado natural de granito; ARC de alta resistência; e ARC de média resistência. Foi encontrado que, apesar de resistirem

igualmente à compressão, o módulo de elasticidade foi o que mais variou entre os diferentes tipos de concreto, tendo uma redução maior que em concretos com agregado natural, isso porque o concreto possui maior compatibilidade elástica entre as fases ARC e matriz de cimento.

Xiao et al., (2013) mediram a espessura da zona de transição utilizando nanoindentação, onde esta foi estimada pela localização do local onde havia pouca variação no módulo de indentação partindo da distância do agregado natural para a antiga pasta, por exemplo. Assim, encontraram que a espessura da ZT na pasta antiga era de 40-50 μ m e o módulo de elasticidade foi cerca de 70 a 80% menor que o módulo da antiga pasta, e a espessura da ZT da nova pasta foi de 55-65 μ m e o módulo de 80 à 90% menor que o da nova pasta de cimento.

2.2.3 Técnicas para análise da ZT

Uma das primeiras técnicas utilizadas para a análise de zona de transição foi a combinação do DRX, que consiste em um equipamento de difração de raio X, com o MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura, que trabalha com imagens qualitativas, capaz de detectar as composições dos materiais além de sua topografia. Para a análise da zona de transição, alguns autores os consideram métodos difíceis para serem relacionados com as propriedades da interface, e que o preparo da amostra pode acarretar em danos na ZT. (MONTEIRO; MASO; OLLIVIER, 1985; YANG et. al. 1997; ZHU; BARTOS, 2000).

Outro método para análise de zona de transição é a microdureza Vickers, que trata-se de um equipamento microindentador que causa indentações em linha na amostra com intervalos usuais de 10 μ m. O microdurômetro é capaz de medir dureza da amostra como também quantificar o módulo de elasticidade, trabalhando a partir de então com análises quantitativas da ZT, além das qualitativas. (ZHU; BARTOS, 2000). Esta técnica é visualizada nas figuras 7 e 8.

Figura 7 - Demonstração do funcionamento da indentação.

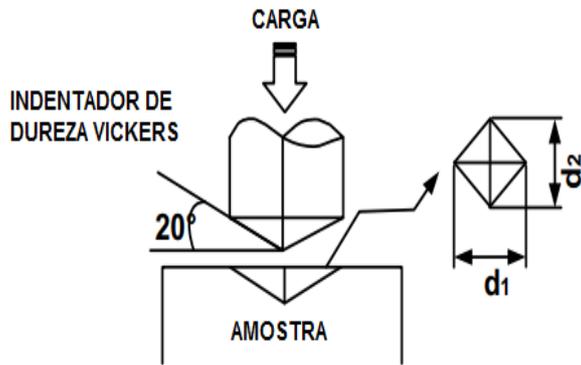
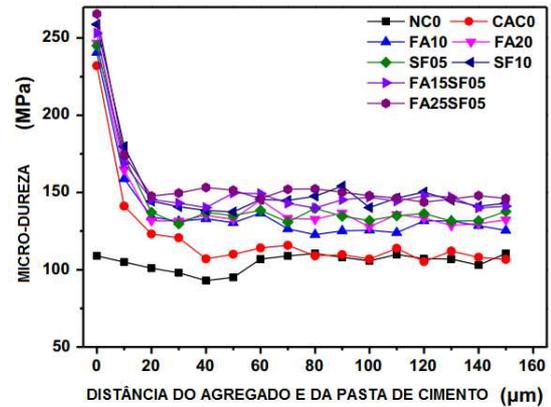


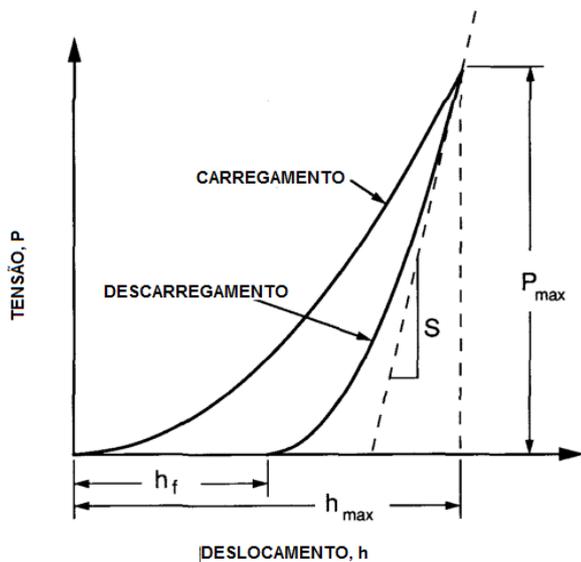
Figura 8 - Modelo de saída de dados de microdureza Vickers.



Fonte: Adaptado de Wu et al., (2018)

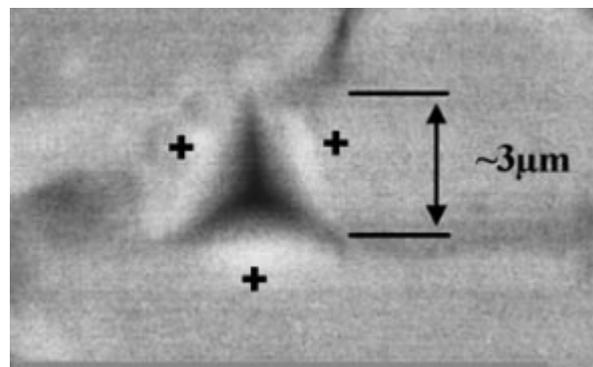
A técnica da microindentação (figuras 9 e 10) consiste em fazer a amostra entrar em contato com uma ponteira indentadora, de dureza e propriedades mecânicas conhecidas. Aplica-se uma força contínua a uma certa profundidade e um descarregamento. Esse contato causa uma deformação permanente (plástica) e uma deformação temporária (elástica). Após a aplicação da carga o equipamento gera o gráfico tensão x deformação do ponto e a partir dele é possível calcular o módulo de elasticidade e a dureza do material. (OLIVER; PHARR, 1992; ULM ET. AL., 2007; ZHU et al., 2007).

Figura 9 - Gráfico tensão x deformação da indentação



Fonte: Adaptado de Oliver, Pharr (1992)

Figura 10 - Marca de indentação típica, com ponteira Berkovich, em amostra de concreto



Fonte: Adaptado de Zhu et al. (2007)

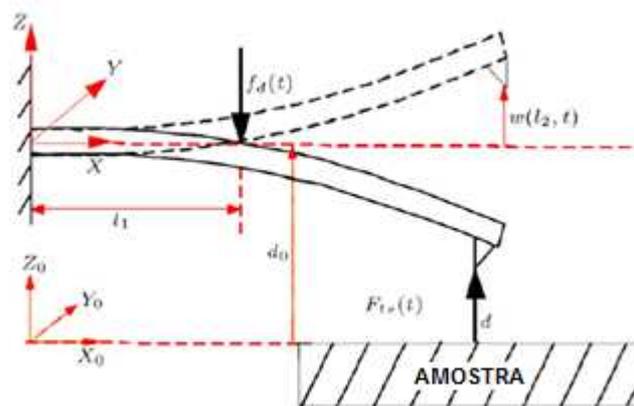
Os recursos mais utilizados para análise quantitativa de zona de transição são os provenientes da nanotecnologia, pela técnica da nanoindentação, que consiste em utilizar um material com propriedades mecânicas conhecidas e utilizá-lo para produzir uma marca em um material de propriedades desconhecidas e a partir disso aferir quais são as propriedades desse material. (PACHECO-TORGAL; JALALI, 2011).

A nanoindentação possui o mesmo princípio da medição anterior, mas essa em nanoescala. Segundo Sanchez e Sobolev (2010) existem duas técnicas da nanotecnologia utilizadas para análise de concretos, a nanoengenharia e a nanociência, sendo que esta última trabalha com técnicas avançadas a nível molecular e atômico afim de mensurar e caracterizar a influência da nanoescala na macroescala.

A utilização de nanotecnologia aplicada em concretos está sendo cada vez mais utilizada e teve-se um aumento de aproximadamente 40% nos investimentos nessa área entre os anos de 1997 e 2003. O foco dessas pesquisas está sendo na zona de transição e na análise dos produtos de hidratação para minimizar os problemas de corrosão das armaduras por carbonatação e por cloretos. (PACHECO-TORGAL; JALALI, 2011).

Um dos equipamentos mais modernos para análise em nanoescala é o Microscópio de Força Atômica (AFM), capaz de visualizar átomos individuais e dar diversas informações sobre a superfície do material, tornando-se uma das ferramentas mais importantes para a análise de materiais na última década. O equipamento é capaz de fazer as leituras em escala nanométrica fornecendo dados em três dimensões. Seu funcionamento depende do modo operante, e da ponteira utilizada para medição. Basicamente, a medição ocorre com a deflexão do cantilever, que passa varrendo a amostra (figura 11). A partir das diferenças de intensidades das forças de interação o cantilever vai sofrendo deflexões que são medidas a partir de um laser presente no equipamento que detecta as diferenças no ângulo de deflexão, sendo lidas por um fotodetector. (LOPES; FONSECA FILHO; ZAMORA, 2012; LOPES; FONSECA FILHO, 2015).

Figura 11 - Esquema representativo do modo de contato intermitente



Fonte: Adaptado de Korayem, Kavousi e Ebrahimi (2011)

O AFM possui basicamente três possíveis modos operacionais, o modo contato, o modo não-contato e o modo de contato intermitente (tapping mode), também chamado de semi-contato ou modulação de amplitude. Este último trabalha com oscilações da ponteira a uma amplitude constante, até que esta, entre em contato com a superfície, sendo essa leitura variável por diversos parâmetros, como a elasticidade do material, a viscosidade, a adesão e as cargas superficiais. (LOPES; FONSECA FILHO, 2015; MARTI, 1997).

O tapping mode pode fornecer dados como a topografia da amostra e diferença de fase, sendo essa, medida pelo contraste de energia dissipada. Normalmente materiais mais cristalinos tentem a dissipar menos energia, o que proporciona à fase cores mais claras, enquanto que uma maior dissipação tende a gerar regiões mais escuras.(SCHÖN et al., 2011).

2.2.4 Formas adotadas para a melhoria e quantificação das propriedades da zona de transição

Existem diversos fatores responsáveis pela alteração da ZT nos concretos, sendo eles a relação a/c da mistura, o consumo de cimento, o grau de hidratação do cimento, o emprego de adições minerais e a porosidade do agregado utilizado. (SANTOS et al., 2013; GAO et al., 2014).

Segundo Mehta e Monteiro (2006) a dureza e o módulo de elasticidade da zona de transição são menores que da matriz cimentícia, isso porque ela é diretamente influenciada pela quantidade de poros e microfissuras presentes na região. Como a

zona de transição serve como uma ponte para transferência de tensões entre agregado e pasta, essas características acabam por diminuir a dureza de toda a mistura, mesmo que os materiais constituintes possuam maior dureza individual. Abaixo estão representados os módulos de elasticidade encontrados para alguns tipos de materiais encontrados no concreto.

Tabela 3 - Módulo de elasticidade para diferentes compósitos

	Constantinides e Ulm (2004)	Constantinides e Ulm (2005, apud Souza 2011)	Zhu et al. (2007)	Sorelli et al. (2008)	Vandamme (2008 Apud Souza 2011)	Hu e Li (2015)
C-S-H Baixa Densidade	21,7±2,2	18,8±4,0	23,4±3,4	19,7±2,5	23,3±8,5%	24,2
C-S-H Alta Densidade	29,4±2,4	30,1±4,0	31,4±2,1	34,2±5,0	30,6±5,7%	30,3
CH	38±5	41,0±3,9	-	-	43,2±5,1%	36,4
Microporo	-	-	-	7,0±4,0	-	0
Macroporo	-	9,1±2,3	-	-	-	0
Pasta de cimento	-	21,6±3,2	-	-	-	-
Areia	-	-	-	76,3±15,1	-	-
Cimento Anidro	-	-	-	141,1±34,8	-	90,3

Fonte: Adaptado de Wilbert (2015)

A resistência da zona de transição tende a melhorar conforme o grau de hidratação com a reação secundária do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e uma adição pozolânica. (NEVILLE, 2016). Segundo os autores Elsharief, Cohen e Olek (2003) a maneira mais eficaz de modificar a ZT é adicionando um microfino ao concreto. Wilbert, Kazmierczak, Kulakowski, (2017) provaram isso ao testar a influência da adição da cinza de casca de arroz – CCA e fino basáltico – FB na zona de transição utilizando a técnica de nanoindentação. Obteve-se como resultado que a utilização de CCA melhorou a dureza da ZT e o seu módulo de elasticidade.

Além de adicionar material mais fino que o cimento afim de melhorar a ZT, Li et al. (2012) também concluíram que o processo de mistura altera as propriedades da zona de transição. Para tanto, os mesmos utilizaram técnica de nanoindentação e MEV para avaliar a melhoria na zona de transição quando utilizado um processo normal de mistura e o processo de mistura de dois estágios (TSMA), com a utilização de agregado reciclado de concreto, e concluíram que houve melhora nas propriedades da ZT com o processo TSMA e, aos 90 dias o concreto apresentou resistências quase tão boas quanto com agregado natural.

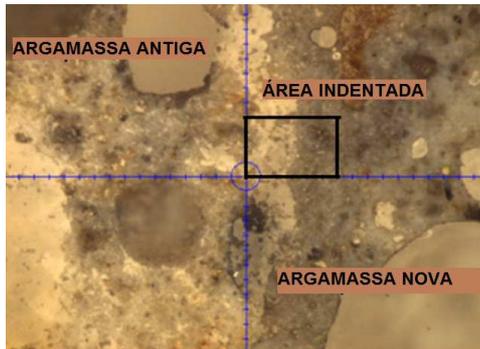
Wilbert, Kazmierczak e Kulakowski (2017) procuraram analisar a ZT quando adicionado fração de agregado reciclado ao concreto enfocando o teor de umidade do ARC no estudo, por nanoindentação observaram que o uso do agregado seco gerou uma zona de transição de boa qualidade quando comparada com agregados pré-molhados.

Rossignolo (2007) mediu a espessura da ZT como a distância do agregado até o ponto em que os valores de cálcio e sílica se estabilizaram. Em outro estudo realizado por Elsharief, Cohen e Olek (2003) foi estimada a espessura da zona de transição a partir da utilização de Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV onde obtiveram-se curvas de porosidade, essas foram estendidas até que se cruzassem com as da matriz de cimento. Com essa técnica os autores concluíram que utilizando agregados graúdos de dimensões grandes encontram-se como espessura 40 μ m e 50 μ m em 1 e 180 dias, respectivamente. Já ao utilizar agregados graúdos de menor tamanho a espessura da zona de transição mantêm-se constante, com tendência a diminuir a porosidade da mesma e aumentar a quantidade de partículas não hidratadas.

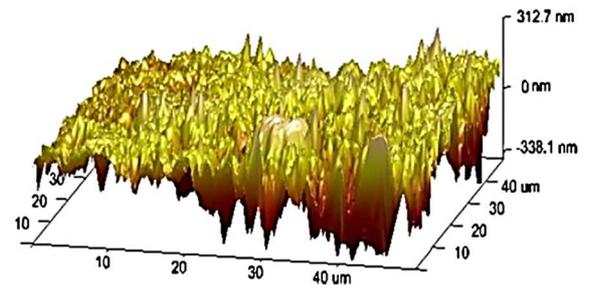
Em um estudo realizado por Sáez Del Bosque et al., (2017) verificou-se que os agregados reciclados são esmagados com maior facilidade e apresentam absorção de água superior a do agregado natural. Procurou-se analisar as propriedades presentes na ZT de concretos com agregados reciclados a partir de utilização de microscópio eletrônico de varredura (MEV) e nanoindentação, sendo que para agregados reciclados de concreto (ARC) foi encontrada uma espessura da ZT de 55 μ m, e módulo de elasticidade de 22,52GPa com desvio-padrão de $\pm 3,15$ GPa.

Por meio das técnicas de nanoindentação e AFM, Xiao et. al, (2013) avaliaram a espessura da zona de transição pela idade de cura do concreto e a dureza dos materiais presentes ao utilizar agregado reciclado de concreto. Obtiveram que conforme a idade de cura do concreto a zona de transição tende a diminuir sua espessura, apresentando nesse caso, uma espessura média de 55 μ m na maior idade de cura, ou seja, aos 90 dias. Já os valores de dureza e módulo de elasticidade da zona de transição foram próximos aos valores da argamassa nova, sendo que os menores valores de módulo de elasticidade localizavam-se de 10-20 μ m de distância da argamassa antiga. Na figura 12 estão representadas os processos de quantificação da zona de transição utilizada pelos autores.

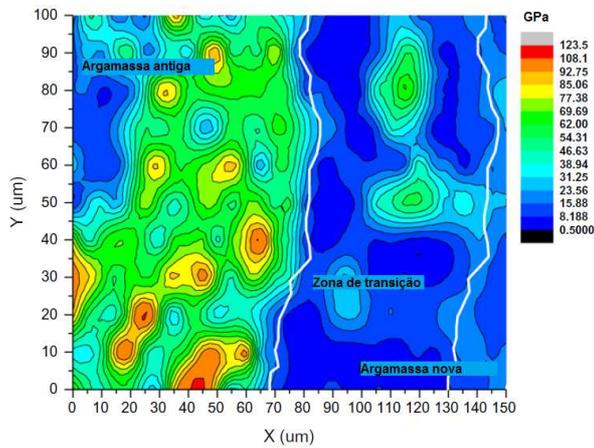
Figura 12 - Representação de métodos de análise da zona de transição



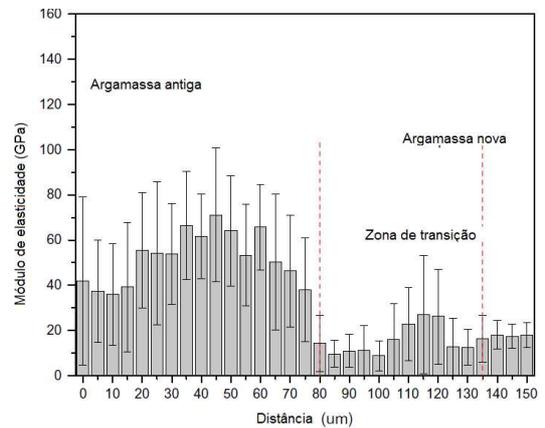
a) Imagem da área a ser estudada;



b) Topografia da região entre a argamassa antiga e nova por AFM (50x50μm);



c) Mapeamento do módulo de elasticidade por nanoindentação (100X100μm);



d) Gráfico com as médias dos módulos obtidos no mapeamento (100x100μm).

Fonte: Xiao et. al (2013)

3 METODOLOGIA

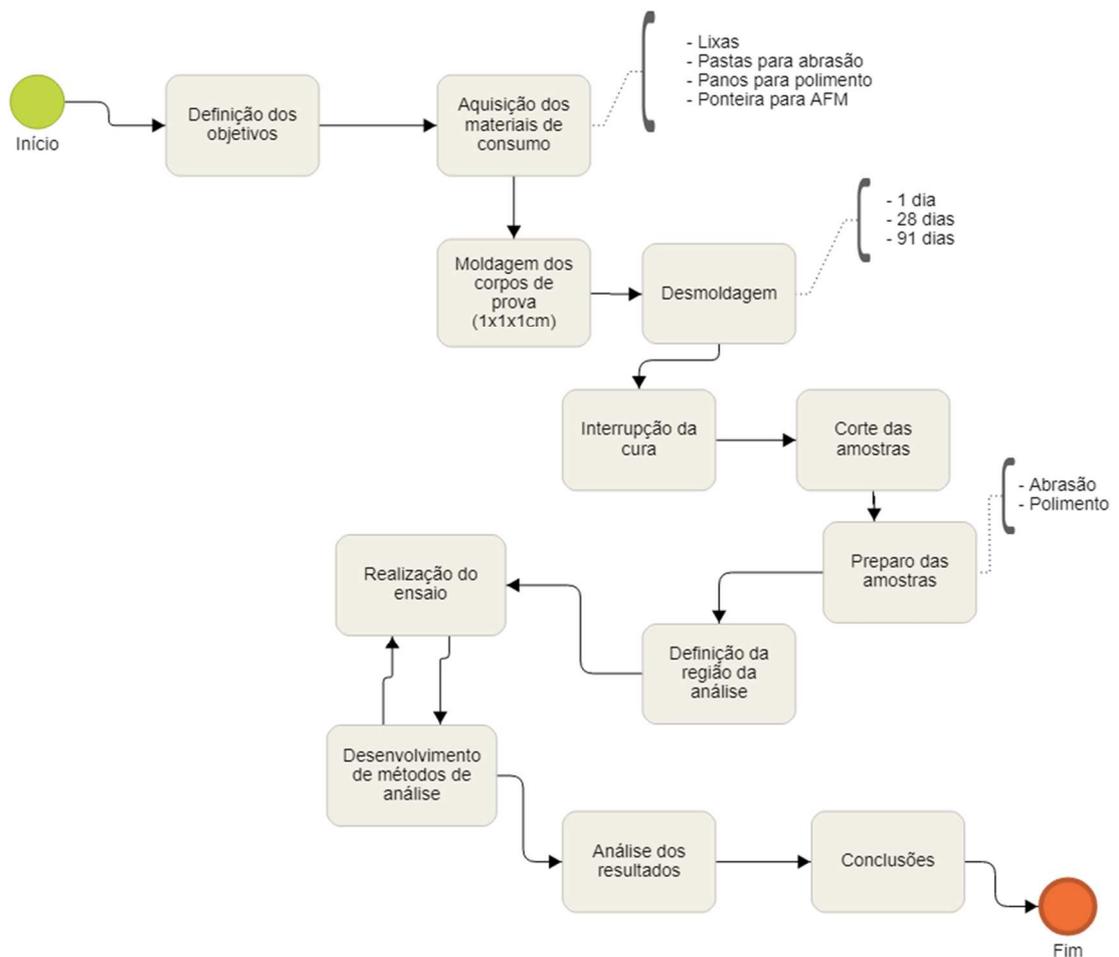
A metodologia exposta neste capítulo foi feita com base na revisão bibliográfica com o intuito de avaliar a zona de transição do concreto e suas peculiaridades quanto as diferenças de fase presentes nessa região.

Serão apresentados os métodos de análise desenvolvidos e as variáveis de controle e resposta. Também serão apresentados os materiais e ensaios realizados.

3.1 PLANEJAMENTO DA METODOLOGIA

Visando organizar o passo-a-passo a ser desenvolvido durante este capítulo está representado abaixo um fluxograma das atividades.

Figura 13 - Fluxograma das atividades a serem desenvolvidas



Fonte: Elaborado pela autora

3.2 MATERIAIS

Este trabalho visa a análise nanoestrutural dos concretos desenvolvidos no trabalho de dissertação de mestrado apresentado por Hentges (2018) no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil (PPGEC) da Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS, portanto a caracterização dos materiais exposta a seguir já foi desenvolvida nas dissertações do Grupo de Pesquisa em Materiais e reciclagem - GMAT e utilizada neste trabalho.

3.2.1 Cimento

O cimento utilizado foi CP II-F-40 da marca Itambé por este não conter quantidades de adições que atrapalhem a interpretação dos resultados. As propriedades do mesmo estão apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4 - Propriedades físicas, químicas e mecânicas

Parâmetro	Lote julho /2017
Al ₂ O ₃ (%)	4,19
SiO ₂ (%)	18,16
Fe ₂ O ₃ (%)	2,95
CaO (%)	59,94
MgO (%)	3,56
SO ₃ (%)	3,30
Perda ao Fogo (%)	5,28
CaO Livre (%)	0,59
Resíduo Insolúvel (%)	0,96
Equivalente Alcalino (%)	0,74
Expansão à Quente (mm)	0,50
Início de Pega (h:min)	03:10:00
Fim de Pega (h:min)	04:00:00
Água Cons.Normal (%)	29,80
Blaine (cm ² /g)	4,43
#200 (%)	0,02
#325 (%)	0,40
fc 1 dia (MPa)	23,7
fc 3 dias (MPa)	37,7
fc 7 dias (MPa)	46,1
fc 28 dias (MPa)	53,5
Massa Específica (g/cm ³)	3,08

Fonte: Hentges, 2018

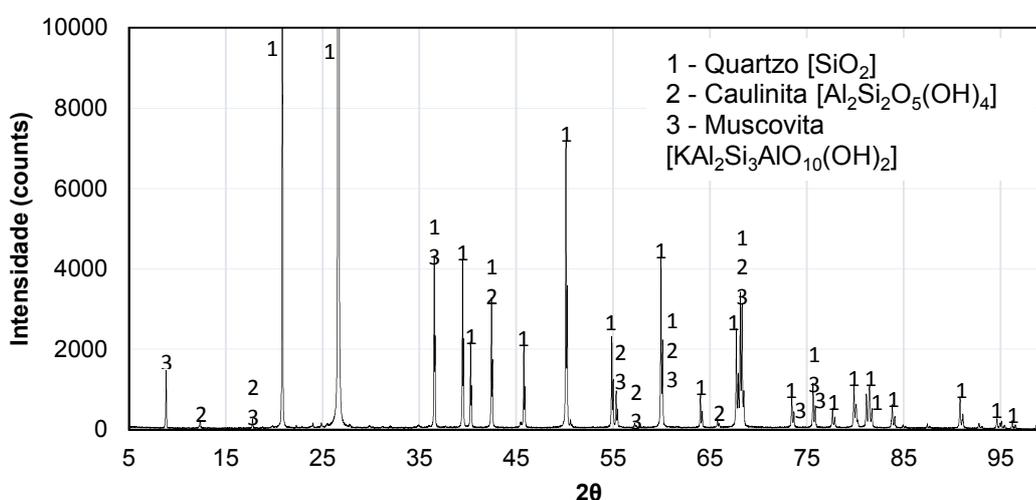
3.2.2 Aditivo superplastificante

O aditivo superplastificante utilizado Tec-Flow 8000, da marca Grace Construction foi adicionado para que se obtivesse boa trabalhabilidade da pasta, para tanto realizou-se ensaios pilotos para verificar a quantidade de aditivo necessária afim de garantir que a pasta envolvesse todo o agregado durante a moldagem.

3.2.3 Filer

O filer utilizado neste trabalho foi o pó de quartzo, já caracterizado em Fernandes (2018), o qual possui massa específica de $2,62 \text{ g/cm}^3$ e diâmetro médio (D_{50}) $3,38\mu\text{m}$ obtido a partir de granulometria de difração à laser realizado em equipamento Microtrac S3500 no LCVMat da UNISINOS, sendo composto majoritariamente por SiO_2 (Gráfico 2).

Gráfico 2 - Difração de Raio X do pó de quartzo



Fonte: LCVMat (UNISINOS)

3.2.4 Água

A água utilizada para a composição dos concretos é proveniente da rede pública da cidade de São Leopoldo/RS.

3.2.5 Agregados graúdos

3.2.5.1 Agregados graúdos naturais

Para a moldagem dos corpos de prova foram utilizados agregados graúdos naturais de origem basáltica provenientes da cidade de Bento Gonçalves na fração retida na peneira #6,3. Os agregados graúdos naturais foram os mesmos utilizados por Hentges (2018).

3.2.5.2 Agregado graúdo reciclado de concreto

Utilizou-se para a composição dos concretos três tipos de agregados graúdo reciclados de concreto (AGRC), os mesmos que foram utilizados também no trabalho de Hentges (2018).

3.2.5.2.1 Agregado graúdo reciclado de concreto referência (AGRC-R)

Como agregado graúdo reciclado de concreto utilizou-se resíduos de concreto proveniente de controle tecnológico de uma empresa fornecedora de concreto aos 28 dias, apresentando classe de resistência C25. Os corpos de prova passaram por moagem e peneiramento, mas para este trabalho somente a fração retida na peneira #6,3 foi utilizada.

Fotografia 1 - Agregado graúdo reciclado de referência



Fonte: Elaborado pela autora

3.2.5.2.2 Agregado graúdo reciclado carbonatado (AGRC-C)

Com o intuito de verificar possíveis melhorias na zona de transição a partir da colmatação dos poros devido a carbonatação do concreto, parte dos agregados reciclados passaram por processo de carbonatação sendo que os agregados ficaram em câmara de carbonatação por 14 dias, com concentração de CO₂ em 10% e a umidade dos agregados em 70%.

Fotografia 2 - Agregado graúdo reciclado carbonatado



Fonte: Elaborado pela autora

3.2.5.2.3 Agregado graúdo reciclado com incorporação de pozolana (AGRC-P)

Ainda visando verificar possíveis melhorias na zona de transição do concreto, outra parte do agregado reciclado passou por um processo de incorporação de microfinos de resíduo de cerâmica vermelha – RCV com D₅₀ de 2,97 μ m (variando abaixo de 1 μ m até aproximadamente 10 μ m) caracterizado em Hentges (2018), com a hipótese de que esse material fino aja no preenchimento dos poros da argamassa antiga do agregado.

Fotografia 3 - Agregado graúdo reciclado com pozolana



Fonte: Elaborado pela autora

3.3 METODOS

3.3.1 Trabalho precursor - Procedimentos já realizados

Como este trabalho visa proceder a avaliação nanoestrutural dos concretos produzidos por Hentges (2018) com o objetivo de explicar os comportamentos encontrados, serão apresentados abaixo alguns dos ensaios já realizados bem como seus resultados.

Como uma forma de padronizar a nomenclatura dos concretos com seus respectivos agregados, optou-se por manter a nomenclatura adotada por Hentges (2018), sendo ela:

Tabela 5 - Nomenclatura dos concretos

Nomenclatura	Tipo de agregado
AGN	Natural
AGRC-R	Reciclado Referência
AGRC-P	Reciclado com Pozolana
AGRC-C	Reciclado Carbonatado

Fonte: Elaborado pela autora

Hentges (2018) utilizou para a composição dos concretos com relação a/c 0,65 um traço 1:2,97:3,25, sendo que procedeu a substituição de 25% do respectivo agregado reciclado em relação ao agregado natural. Segue na tabela 6 o consumo de material utilizado.

Tabela 6 - Consumo de material para a composição dos concretos

Tipo de concreto	AGRC (%)	Relação a/c	Consumos (kg/m ³)					
			Cimento	AM	AGN	AGRC	Água	Aditivo AEH
AGN	0	0,65	300	890	973	0	195	0,600
AGRC-R	25				730	201		
AGRC-P	25							
AGRC-C	25							

Fonte: Adaptado de Hentges (2018)

3.3.1.1 Ensaios relacionados aos agregados

3.3.1.1.1 Massa específica e Absorção de água total

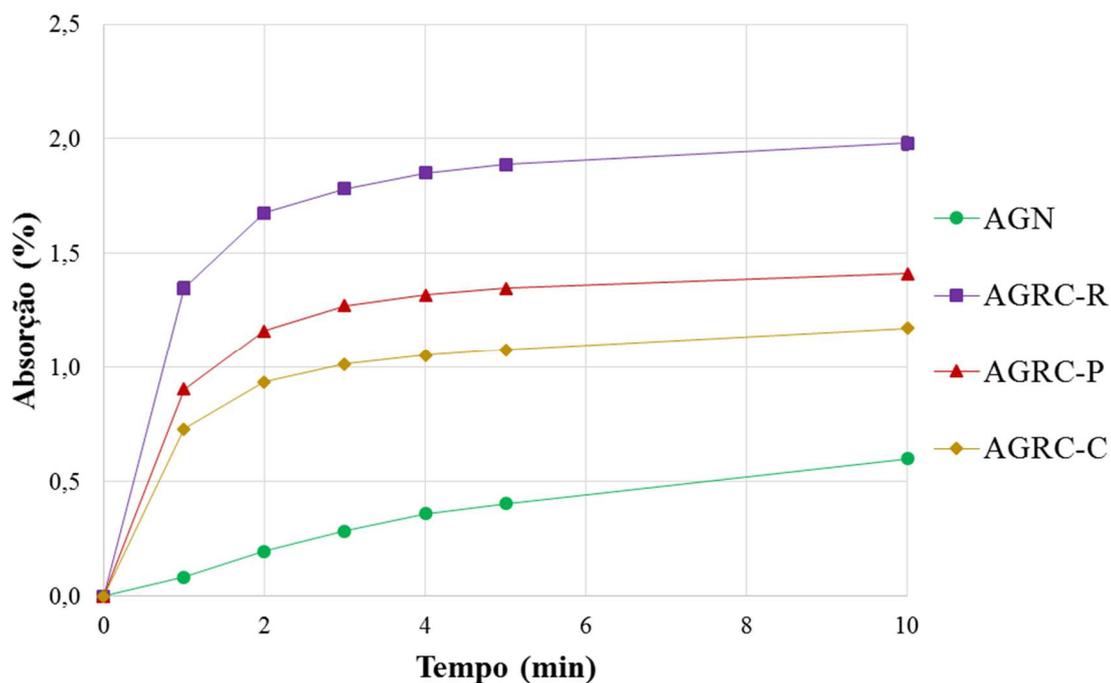
Tabela 7 - Ensaios realizados nos agregados

Tipo de agregado	Massa específica (g/cm ³)	Absorção de água total (%)
AGN	2,58	2,247
AGRC-R	2,48	6,493
AGRC-P	2,49	3,759
AGRC-C	2,55	4,965

Fonte: Adaptado de Hentges (2018)

3.3.1.1.2 Absorção de água dos agregados

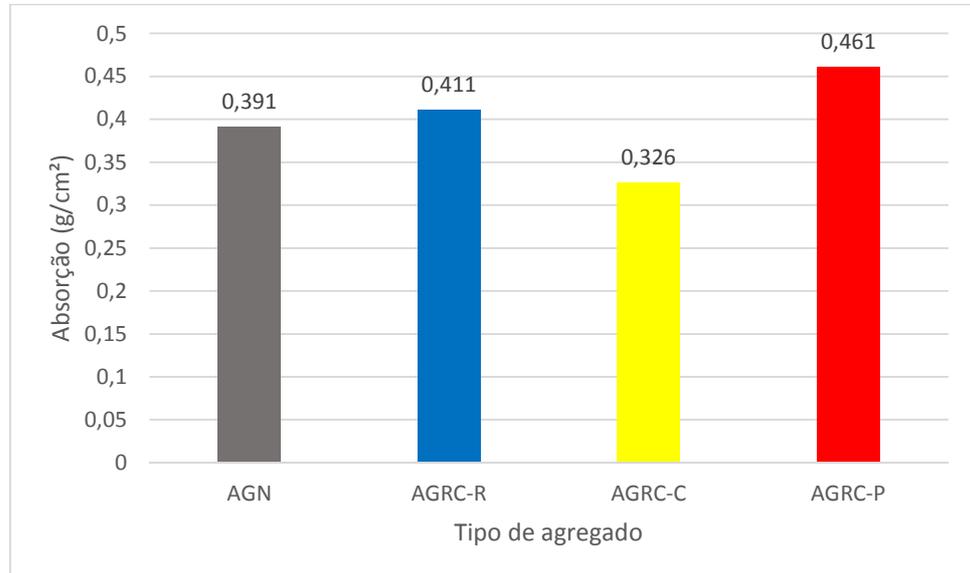
Gráfico 3 - Absorção de água nos minutos iniciais



Fonte: Hentges (2018)

3.3.1.1 Absorção de água por capilaridade dos concretos

Gráfico 4 - Absorção capilar dos concretos

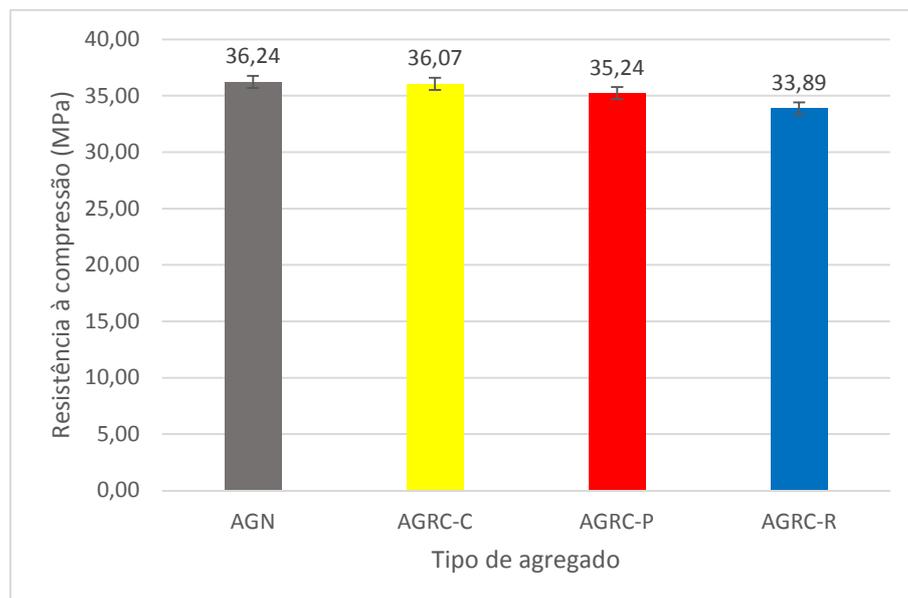


Fonte: Adaptado de Hentges (2018)

3.3.1.2 Resistência à compressão

Abaixo estão apresentados os valores médios de resistência à compressão em MPa para cada concreto, com rompimento aos 28 dias.

Gráfico 5 - Resistência à compressão aos 28 dias

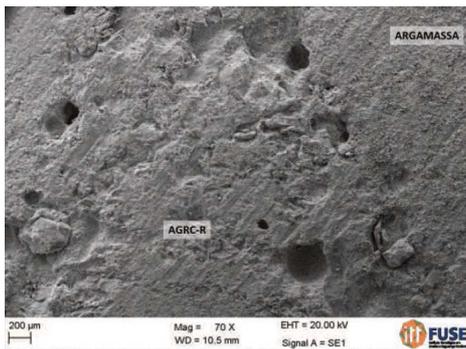


Fonte: Adaptado de Hentges (2018)

3.3.1.3 Microscopia de Força Atômica – MEV

Hentges (2018) procedeu ainda uma análise microestrutural em MEV para visualização da ZT com os diferentes agregados.

Figura 14 - Zona de transição entre AGRC-R e pasta em MEV (aumento de 70x)



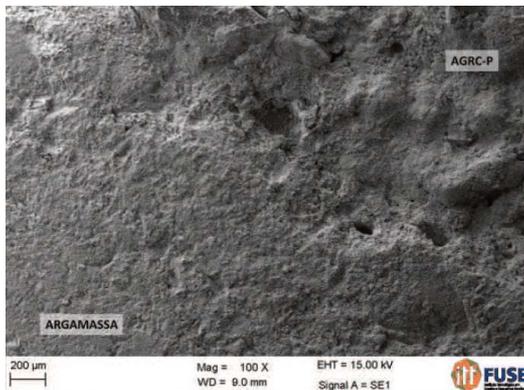
Fonte: Hentges (2018)

Figura 15 - Zona de transição entre AGRC-R e pasta em MEV (aumento de 1000x)



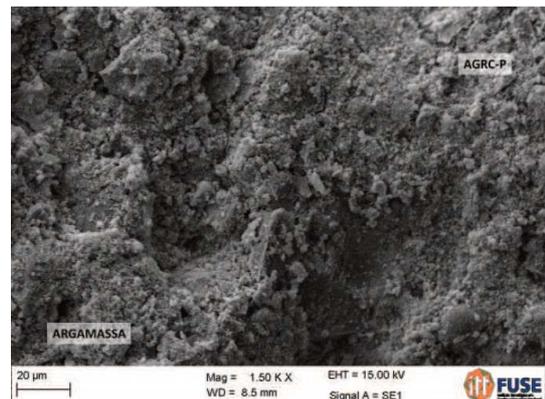
Fonte: Hentges (2018)

Figura 16 - Zona de transição entre AGRC-P e pasta em MEV (aumento de 100x)



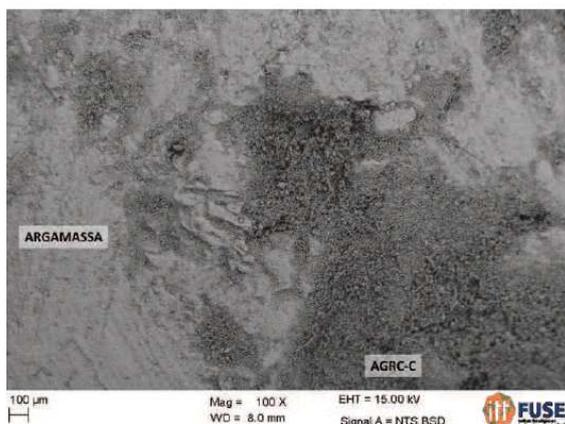
Fonte: Hentges (2018)

Figura 17 - Zona de transição entre AGRC-P e pasta em MEV (aumento de 1500x)



Fonte: Hentges (2018)

Figura 18 - Zona de transição entre AGRC-C e pasta em MEV (aumento de 100x)



Fonte: Hentges (2018)

Figura 19 - Zona de transição entre AGRC-C e pasta em MEV (aumento de 1000x)



Fonte: Hentges (2018)

Os resultados obtidos por Hentges (2018) nesta etapa foram inconclusivos sobre melhorias na zona de transição, necessitando assim de outros métodos para sua análise e quantificação.

3.3.2 Análise da zona de transição

3.3.2.1 Produção dos corpos de prova

Para a produção dos corpos de prova utilizou-se o traço adotado por Hentges (2018) que consiste em 1:1 (cimento : pó de quartzo), fração de agregados graúdos retida na peneira #6,3, uma relação a/c de 0,65 e ajustou-se a consistência a partir do uso de aditivo superplastificante.

A pasta foi misturada em argamassadeira de bancada em sala com temperatura controlada de $(23 \pm 2^\circ\text{C})$ e umidade de $(60 \pm 10\%)$. O processo de mistura seguiu as especificações da ABNT NBR 7215/1996 que primeiramente consistiu em adicionar a água já com aditivo superplastificante na cuba e o cimento. Foi ligada a argamassadeira por 30s na velocidade lenta e adicionado o pó de quartzo. Após mudou-se para velocidade rápida por 30s. Ao término deste tempo, foi realizada uma parada de 120s onde foi feita a raspagem dos cantos da cuba e da espátula e posteriormente cobrindo a mistura com um pano úmido, a qual repousou até o término

do tempo. Foi ligada novamente em velocidade alta por 60s e após foi realizado o ajuste da consistência.

A consistência da pasta baseou-se no relatório ACI 238.1R-08 a partir do método de Mini-slump test desenvolvido por Kantro em 1980, que consiste na utilização de um mini-cone, conforme fotografia 4, posicionado sobre uma placa de vidro. Coloca-se então a pasta no interior do cone e o mesmo é levantado, após um minuto são feitas as medições da propagação da consistência. A consistência da pasta média encontrada foi de 102mm.

Fotografia 4 - Ensaio de consistência sendo realizado



a) Mini-cone preenchido com a pasta



b) Espalhamento da pasta após 1 minuto

Fonte: Elaborado pela autora

Como o objetivo deste trabalho é uma avaliação nanoestrutural de concretos optou-se pela não utilização de agregados miúdos, produzindo assim pastas de concreto que foram moldadas em fôrmas com dimensões 1x1x1cm.

Fotografia 5 - Processo de moldagem



a) Agregados graúdos posicionados no molde;



b) Pasta já adensada no molde;

Fonte: Elaborado pela autora

Para moldar os concretos, colocou-se o agregado a temperatura ambiente na sua respectiva fôrma, preencheu-se a fôrma com a mistura da pasta de cimento, após os mesmos passaram por processo de vibração por um minuto para que fosse eliminado a maior quantidade possível de ar aprisionado possível. Rasou-se a fôrma para tirar o excesso de pasta, a mesma foi coberta com uma placa de vidro e levou-se a sala de cura úmida com temperatura de $(21\pm 2^\circ\text{C})$ e umidade de 95%, onde ficaram até sua desmoldagem.

3.3.2.2 Processo de interrupção de cura das amostras

Com o objetivo de avaliar a influência do grau de hidratação na composição dos concretos fez-se a interrupção de cura das amostras nas idades apresentadas na tabela 8.

Tabela 8 - Amostragem dos concretos em suas respectivas idades de cura

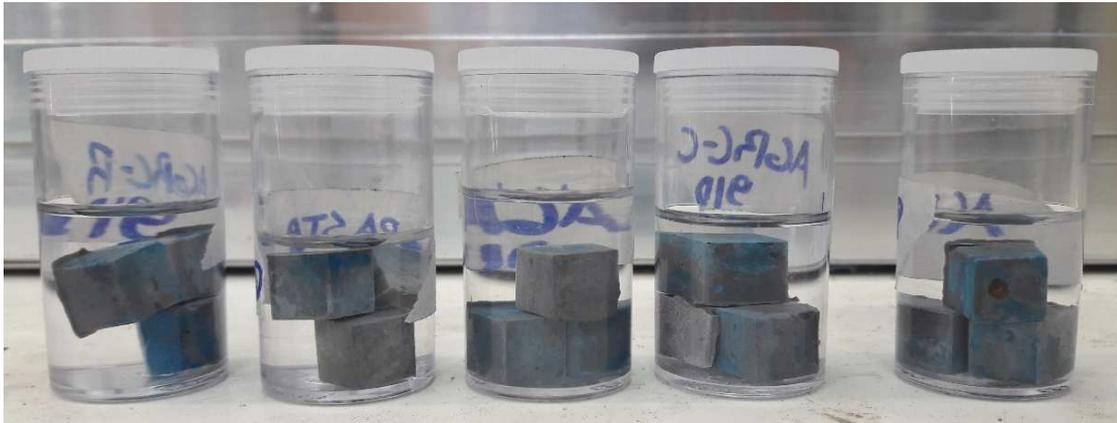
Idade de cura (dias)	Pasta	AN	ARC-R	ARC-P	ARC-C	Ensaaiadas (por traço)
1	3	3	3	3	3	*
28	3	3	3	3	3	3
91	3	3	3	3	3	1

*As amostras com idade de cura de 1 dia apresentaram falhas nas medições

Fonte: Elaborado pela autora

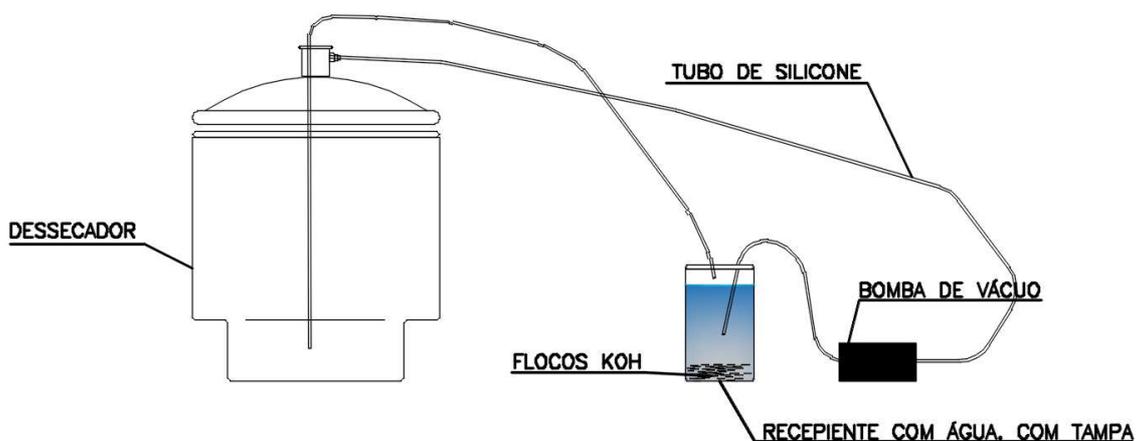
Uma vez desmoldadas, as peças foram colocadas em recipiente imersas em álcool isopropílico (fotografia 6). Como as amostras perdem grande quantidade de água no primeiro dia, o álcool isopropílico foi trocado após uma hora, um dia e três dias, maneira mais eficaz de interrupção de cura segundo Avet, Li, e Scrivener, (2018) e mantiveram-se imersas por no mínimo sete dias. Após, as amostras foram cortadas em serra de precisão e submetidas à vácuo em dessecador para a remoção do isopropanol.

Fotografia 6 - Amostras em recipiente com álcool isopropílico



Fonte: Elaborado pela autora

Como o equipamento utilizado para a varredura da zona de transição possui uma grande precisão, fazendo medições em nano escala, é necessário evitar a reação das amostras por CO_2 , isto porque a carbonatação produz uma colmatação dos poros e conseqüentemente gera uma maior dureza superficial o que viria a alterar a medição da fase da ZT. Por essa razão foi necessária a filtragem do CO_2 , figura 20, realizada com as amostras dentro de um dessecador, onde uma bomba de vácuo foi instalada para transportar o ar interno para o lado de fora do dessecador. O novo ar que entrava no dessecador passava primeiramente por um recipiente fechado, com água e flocos de hidróxido de potássio, sendo esse o agente responsável pela filtragem do CO_2 .

Figura 20 - Esquema representativo do sistema de filtragem de CO_2 

Fonte: Elaborado pela autora

3.3.2.3 Preparo das amostras

Para proceder a varredura da zona de transição nas amostras, conforme quadro 1, é necessário o preparo das mesmas. Elas devem ser polidas de tal forma que sua superfície fique completamente lisa e sem ranhuras, para evitar que as ponteiros do microscópio sofram quebras. Para tanto o preparo foi dividido em quatro etapas, corte, lixamento, polimento e limpeza das amostras.

Quadro 1 - Nomenclatura das amostras por idade de cura

Tipo de concreto	Idade de cura (dias)		
	1		
	CP1	CP2	CP3
Pasta	1-P1	1-P2	1-P3
AGN	1-AN1	1-AN2	1-AN3
AGRC-R	1-ARC-R1	1-ARC-R2	1-ARC-R3
AGRC-C	1-ARC-C1	1-ARC-C2	1-ARC-C3
AGRC-P	1-ARC-P1	1-ARC-P2	1-ARC-P3
	28		
	CP1	CP2	CP3
Pasta	28-P1	28-P2	28-P3
AGN	28-AN1	28-AN2	28-AN3
AGRC-R	28-ARC-R1	28-ARC-R2	28-ARC-R3
AGRC-C	28-ARC-C1	28-ARC-C2	28-ARC-C3
AGRC-P	28-ARC-P1	28-ARC-P2	28-ARC-P3
	91		
	CP1	CP2	CP3
Pasta	91-P1	91-P2	91-P3
AGN	91-AN1	91-AN2	91-AN3
AGRC-R	91-ARC-R1	91-ARC-R2	91-ARC-R3
AGRC-C	91-ARC-C1	91-ARC-C2	91-ARC-C3
AGRC-P	91-ARC-P1	91-ARC-P2	91-ARC-P3

Fonte: Elaborado pela autora

Primeiramente as amostras foram cortadas em serra de precisão (fotografia 7), de forma a tornar-se visível a pasta de cimento no entorno do agregado. Então, as amostras foram transferidas para o Instituto Tecnológico em Ensaios e Segurança Funcional (Itt Fuse) onde foi feito o lixamento em politriz Buehler MetaServ 250 com lixas de carbetto de silício nas granas 400, 600, 800 e 1200 respectivamente. Em

seguida, as amostras foram polidas, em pano de polimento, primeiro com pasta de alumina de 1μ e $0,3\mu$ para finalizar o preparo.

Fotografia 7 - Corte das amostras



a) Fixação da amostra em adaptador para corte



b) Amostra sendo cortada em serra de precisão



c) Visualização do interior da amostra (pasta nova, argamassa antiga e agregado natural)

Fonte: Elaborado pela autora

Após o corte e o polimento das amostras elas passaram por limpeza em ultrassom da marca Buehler, modelo UltraMet 2002 Sonic Cleaner. A amostra foi colocada em um becker com acetona e o ultrassom fez a limpeza durante 5 minutos, tempo recomendado para materiais cimentícios. As amostras foram levadas a estufa à 40°C por 10 minutos para a evaporação da acetona e após foram colocadas novamente em recipiente fechado com sílica gel.

Fotografia 8 - Amostras após preparo em recipiente com sílica gel

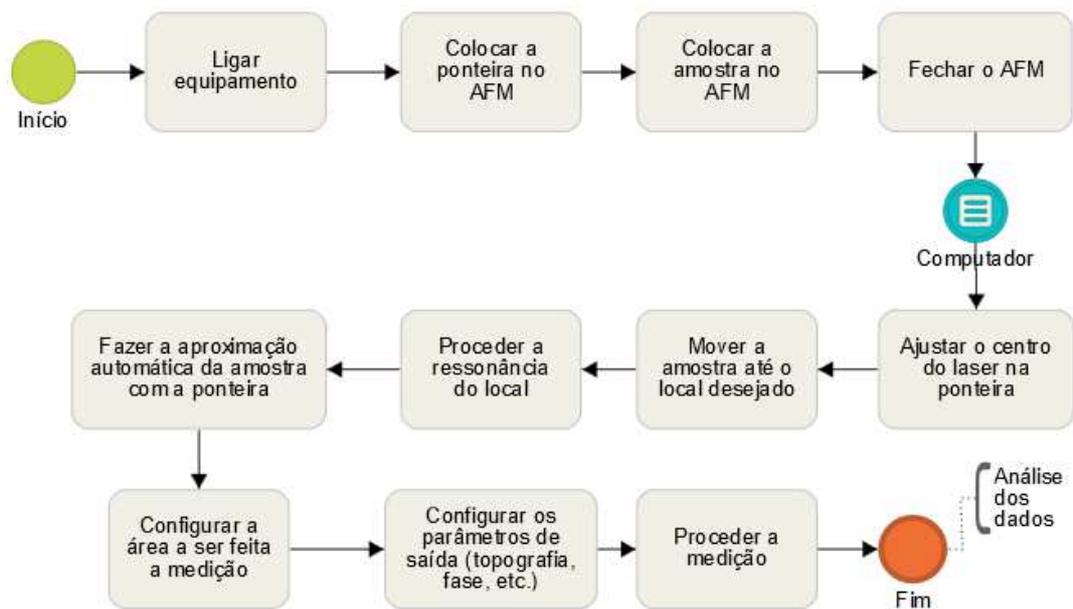


Fonte: Elaborado pela autora

3.3.2.4 Varredura das amostras em AFM

As amostras são colocadas em um microscópio de força atômica (AFM) da marca NT-MDT, modelo Solver Next (Figura 21) do Itt Fuse. Serão exemplificados os processos necessários para proceder a varredura das amostras no fluxograma a seguir.

Figura 21 - Fluxograma de etapas do AFM



Fonte: Elaborado pela autora

Foi utilizado para a análise das amostras ponteiros do tipo NT-MDT NSG10, que consiste em uma ponteira da série ouro, de semi-contato com frequência padrão de 240kHz e carga de 11,8N/m. O ajuste de amplitude e magnitude das leituras foi feito automaticamente pelo AFM na ressonância.

O modo de operação utilizado foi o de semi-contato, tapping-mode, onde foi configurado como dados de saída a imagem 2D da topografia da área, a imagem 2D da fase dos elementos constituintes na região, e suas respectivas imagens 3D. Todas as medições foram feitas considerando uma área quadrada, com 456x456 pontos, de normalmente 40x40µm (eixo x e y), podendo ser ajustada conforme a área de medição, já para o eixo z nas medidas de fase foi padronizado escala de -150 à +150° e nas medidas de topografia foram utilizadas as escalas do programa. Durante a varredura das amostras a escolha da área a ser varrida foi feita procurando-se uma região uniforme, sem macroporos e fissuras visíveis a olho nu.

Fotografia 9 - Equipamento de Microscopia de Força Atômica

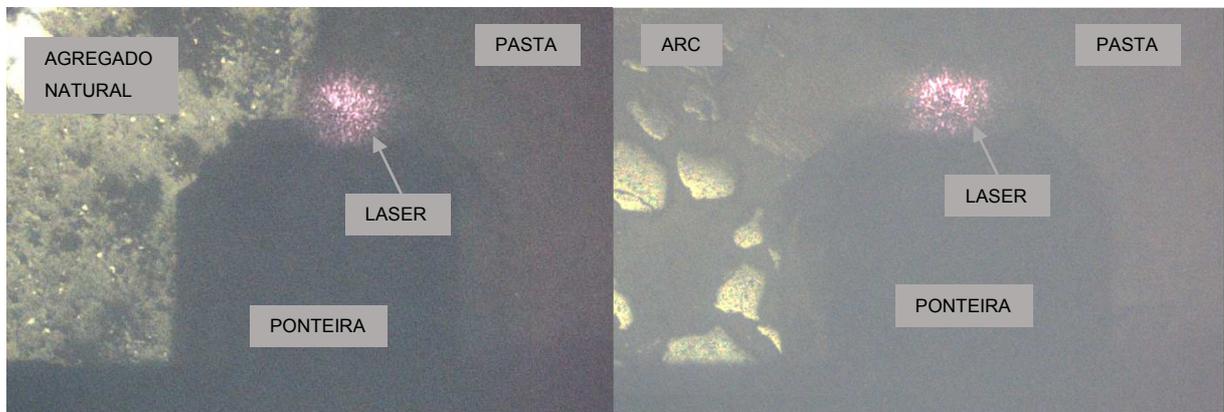


- a) A esquerda computador para análise de dados e a direita processador de dados e AFM; b) Amostra posicionada no AFM.

Fonte: Elaborado pela autora

Figura 22 - Amostra AGN durante a varredura de diferença de fase

Figura 23 - Amostra AGRC-C durante a varredura de diferença de fase



Fonte: Elaborado pela autora

3.3.2.5 Análise dos dados

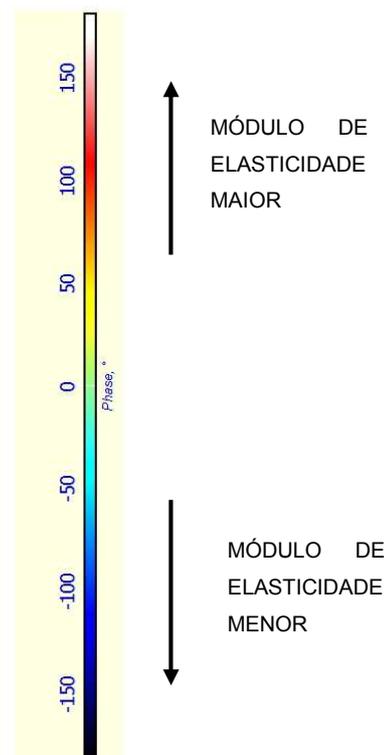
3.3.2.5.1 Método de análise da correlação entre fase e módulo de elasticidade

Conforme visto no capítulo de fundamentação teórica (SCHÖN et al., 2011) a medição de fase no AFM está diretamente associada com as propriedades mecânicas dos materiais, entre elas a elasticidade do material. Assim, para possibilitar a análise será padronizado que no eixo Z, quanto maior a fase do material (valores positivos)

maior o módulo de elasticidade e quanto mais baixa a fase (valores negativos) menor o módulo de elasticidade.

O eixo de fase é uma variável do microscópio, ou seja, ele se ajusta as diferenças de módulo presentes na amostra, por isso, deve-se analisar as imagens pelos valores de contraste de fase ($^{\circ}$) que são relacionados com a dissipação de energia do material, e não pelas cores, pois essas são ajustadas automaticamente pelo microscópio.

Figura 24 - Relação entre diferença de fase e módulo de elasticidade



Fonte: Elaborado pela autora

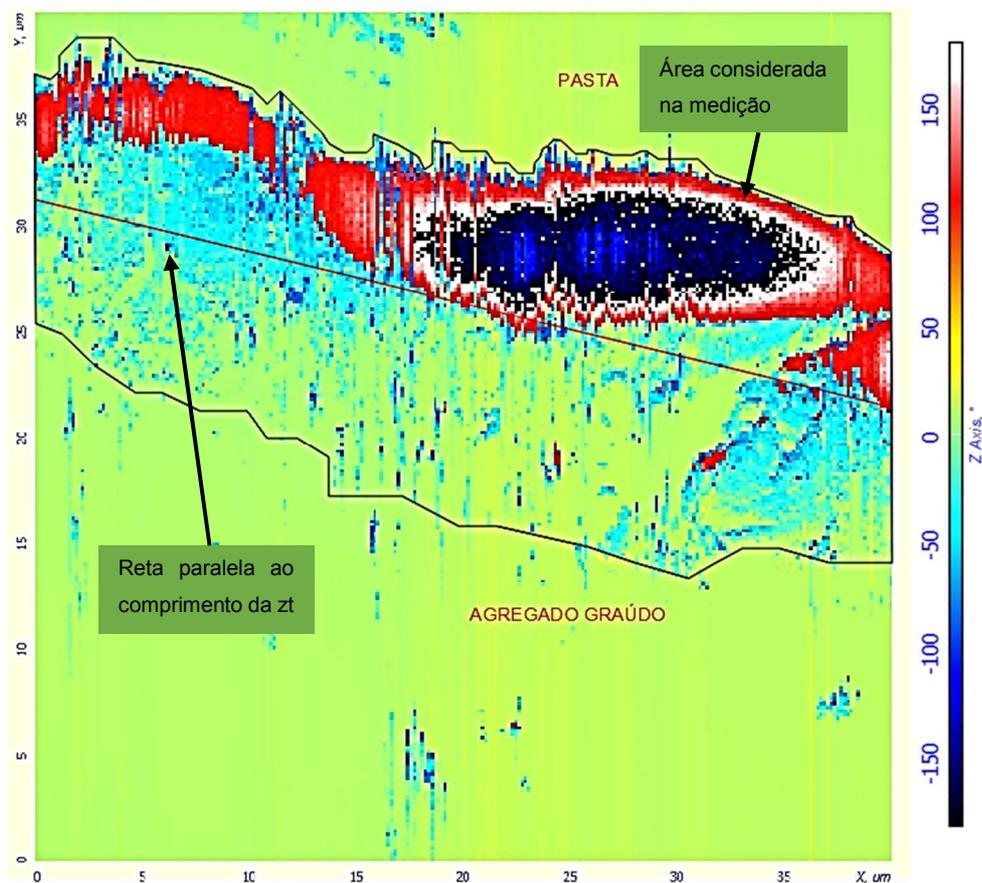
3.3.2.5.2 Verificação da espessura da ZT

Após a varredura da zona de transição das amostras é necessário mensurar a espessura média da ZT, porém essa, não é uniforme, tendo diferentes espessuras ao longo da interface. Para a análise foi utilizado o método semelhante ao proposto por Werle (2010) para identificação de profundidade de carbonatação, que consiste nos seguintes passos:

- a) A imagem do AFM é colocada no AutoCAD e escalada para tamanho real ($40 \times 40 \mu\text{m}$);

- b) A área a ser analisada é contornada, sua área interna é medida, é traçada uma reta paralela ao comprimento da zona de transição e por último, divide-se a área total pela reta, assim encontra-se a largura média da ZT. Como a zona de transição não é homogênea, foi feito o contorno da área até a espessura em que a fase não apresentasse grandes alterações. A Figura 25 demonstra como foi feita a medição, onde o contorno, em preto, é a área considerada e a linha interna, em vermelho, é a reta paralela ao comprimento da ZT;
- c) Após, os valores das espessuras são transferidos para o excel, onde calcula-se o valor médio por traço.

Figura 25 - Estimativa da ZT entre pasta de cimento e agregado graúdo



Fonte: Elaborado pela autora

4 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

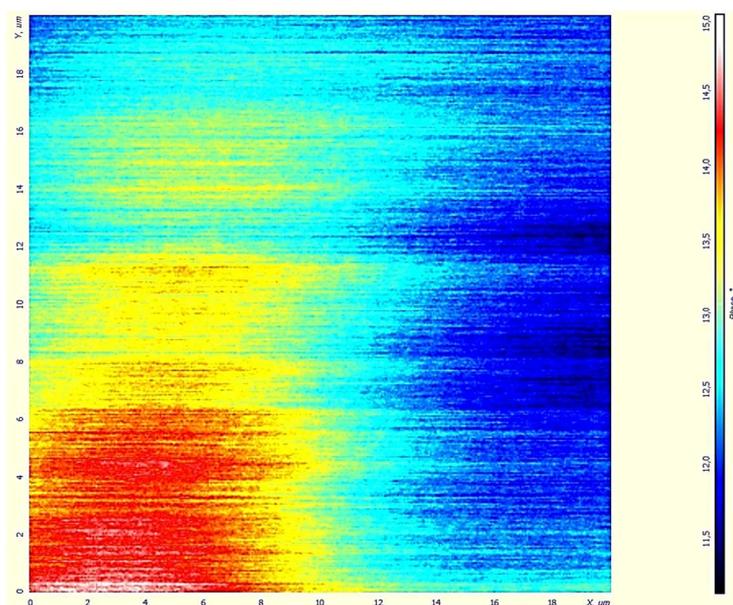
Neste capítulo serão apresentados os resultados e discussões obtidos a partir dos métodos de ensaios propostos no capítulo anterior referente a análise nanoestrutural dos diferentes traços propostos e suas respectivas zonas de transição.

4.1 ANÁLISE DA DIFERENÇA DE FASE NOS MATERIAIS QUE COMPÕEM AS AMOSTRAS

Conforme apresentado no capítulo de metodologia, as fases de um material estão diretamente ligadas com suas propriedades mecânicas, sendo obtidas fases mais claras (valores maiores no eixo Z) para materiais mais cristalinos com dureza maior e fases mais escuras (valores menores do eixo Z) para materiais de menor dureza, assim todas as amostras foram analisadas dessa forma.

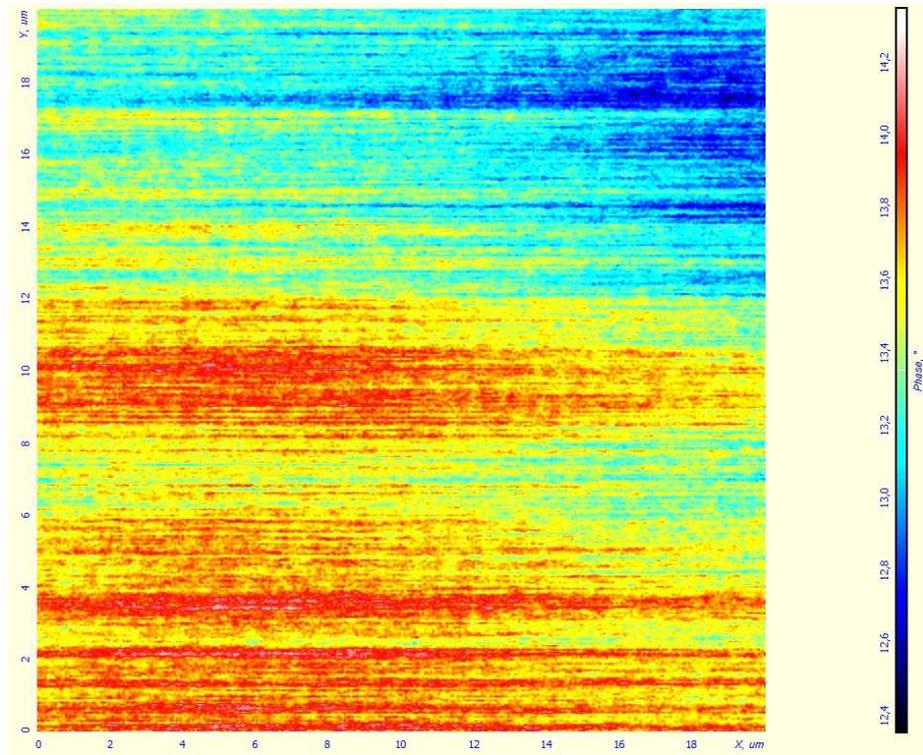
Deve-se ressaltar que as cores fornecidas pela medição de fase são alteradas pelo software do equipamento em função da escala do eixo vertical, e que essa escala é função das diferenças de fase observadas no exemplar em análise. Essa particularidade deve ser considerada ao se comparar os resultados das medições realizadas. Nas figuras 26 a 30 estão apresentadas as diferentes medições de fase nas amostras com 28 dias de cura na pasta, argamassa antiga e agregado graúdo.

Figura 26 - Medição de fase na pasta de cimento (20x20 μ m)



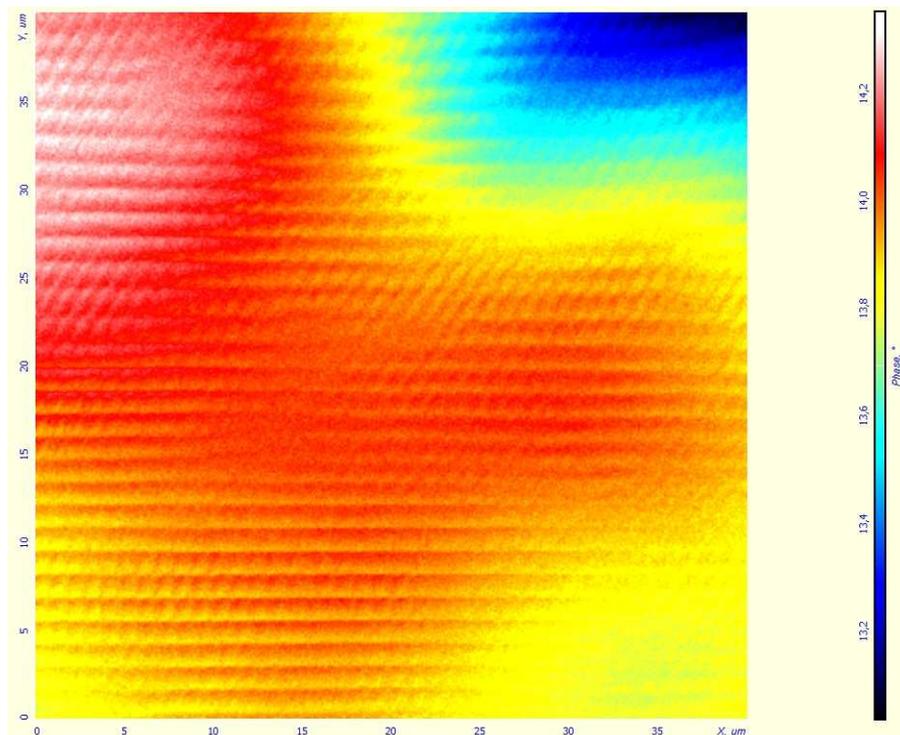
Fonte: Elaborado pela autora

Figura 27 - Medição de fase na argamassa antiga aderida ao ARC no concreto com 28 dias de cura (20x20 μm)



Fonte: Elaborado pela autora

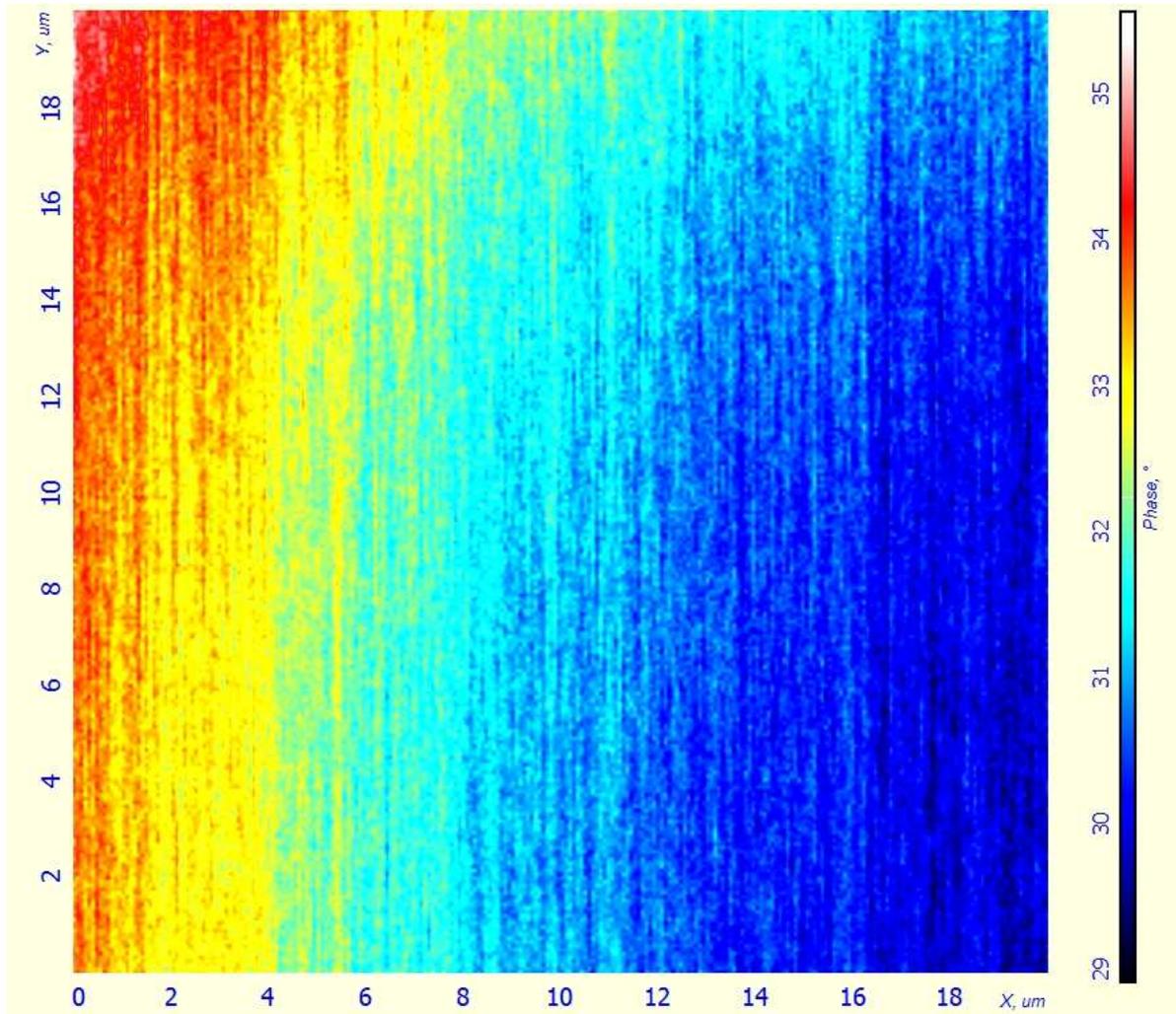
Figura 28 - Medição de fase no agregado gráudo natural (40x40 μm)



Fonte: Elaborado pela autora

Com base nas imagens 26, 27 e 28 é possível verificar que todas apresentaram um mapeamento uniforme e com baixa variação de fase, não sendo possível identificar diferenças na região onde foi realizada a análise.

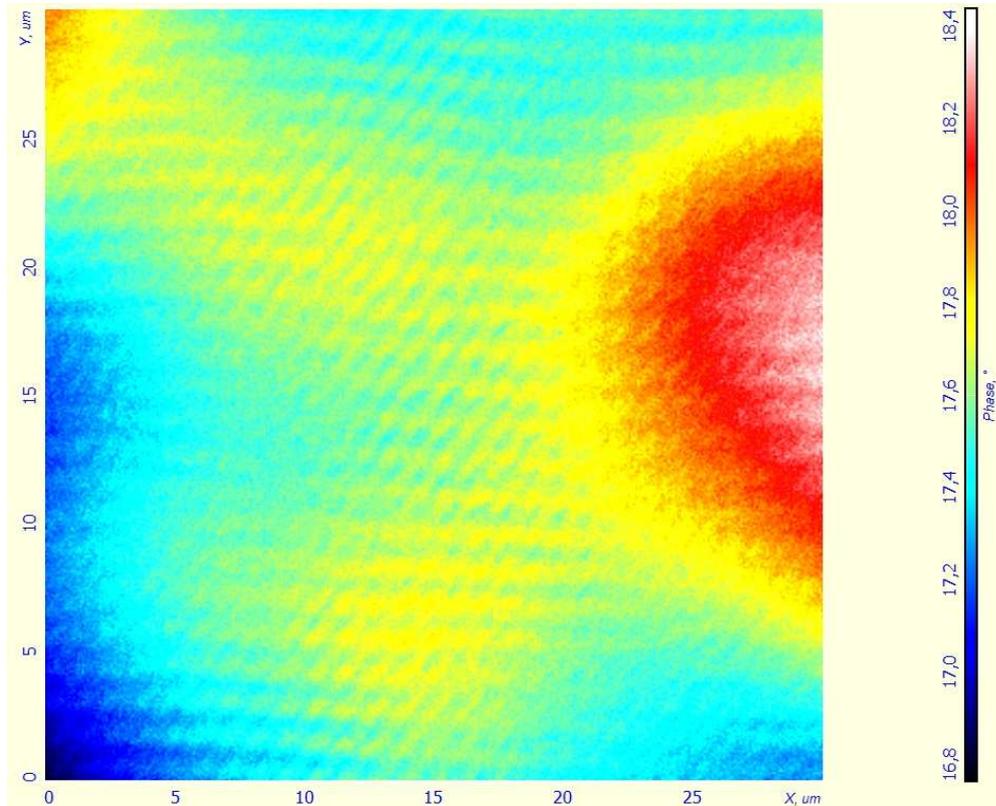
Figura 29 - Medição de fase em grão de areia



Fonte: Elaborado pela autora

Quando a fase é medida em um grão de areia é possível ver que essa apresenta uma diferença maior em relação aos demais materiais. Pode-se verificar que a amostra apresenta uma variação de fase muito pequena, na ordem de 6, o que indica que o material é homogêneo e não há variação de fase.

Figura 30 - Medição de fase na argamassa antiga com agregado tratado com incorporação de microfinos de cerâmica vermelha amostra com 91 dias de cura



Fonte: Elaborado pela autora

Na imagem 30 está representado o mapeamento de fase da argamassa antiga em agregado com incorporação de microfinos de cerâmica vermelha curado à 91 dias. Este apresentou um aumento de fase de cerca de 2° quando comparado com o agregado testado aos 28 dias. Tem-se a hipótese de uma possível reação pozolânica por conta do RCV incorporado à amostra.

Na tabela 9 é apresentada uma compilação dos resultados de fase encontrados para cada tipo de material.

Tabela 9 - Compilação das diferenças de fases em cada material

	Fase ($^\circ$)		Variação
	Limite inferior	Limite superior	
Pasta 28 dias	11	15	4
Agregado gráudo natural	13	15	2
Argamassa (AGRC-P) 28 dias	12	15	3
Argamassa (AGRC-P) 91 dias	16,8	18,4	1,6
Grão de Areia	29	35	6

Fonte: Elaborado pela autora

4.2 ANÁLISE DA ZONA DE TRANSIÇÃO

4.2.1 Amostras com idade de cura de 1 dia

As amostras que passaram por interrupção de cura com 1 dia apresentaram uma grande dificuldade de serem ensaiadas, isso porque o processo de polimento não foi eficiente para essa idade. Muitas delas ao passarem por polimento apresentaram diferenças topográficas visíveis a olho nu entre o agregado e a pasta, em função pouca resistência nos primeiros dias o que faz com que ela seja mais suscetível a abrasão das lixas. Essas diferenças apresentaram-se ainda maiores em escala nanométrica o que acarretou diversas vezes na quebra das ponteiras, o que inviabiliza o ensaio.

Nas figuras 31 e 32 pode-se ver o mapa topográfico encontrado em uma das poucas amostras onde foi possível se realizar o ensaio.

Figura 31 - Mapa topográfico 2D de amostra AGRC-C (1 dia)

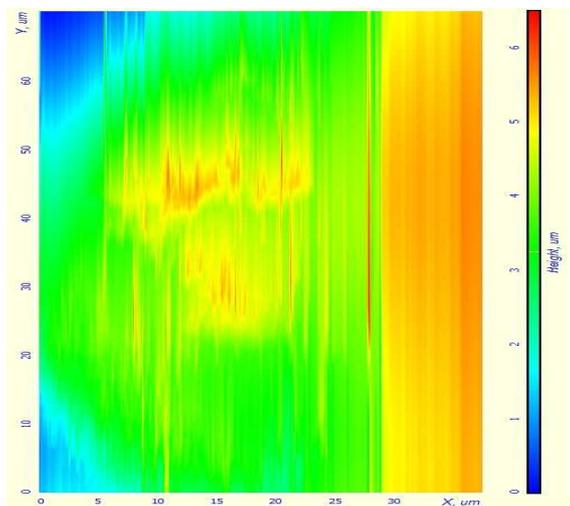
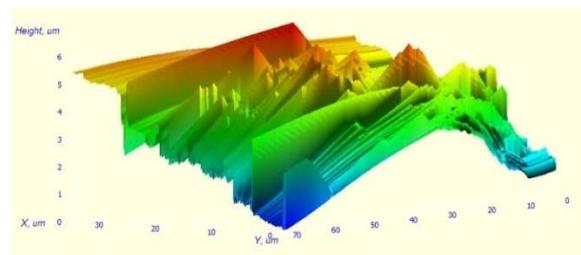


Figura 32 - Mapa topográfico 3D de amostra AGRC-C (1 dia)



Fonte: Elaborado pela autora

A partir das figuras 31 e 32 é possível verificar que a topografia da amostra está variando de 0 à 6 μ m, isso muitas vezes em uma mesma linha de medição, o que contribui para a quebra das ponteiras. Ainda assim, foi possível fazer a medição em parte das amostras, sendo que normalmente esta era interrompida na metade da medição pela quebra da ponteira. Abaixo será apresentado um exemplo de falha na medição.

Figura 33 - Mapa de fase 2D de amostra AGRC-C (1 dia)

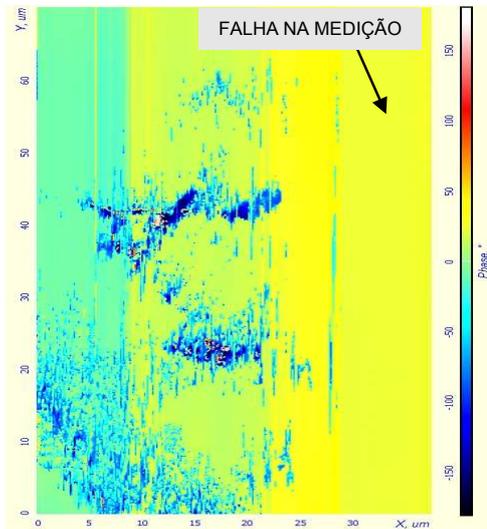
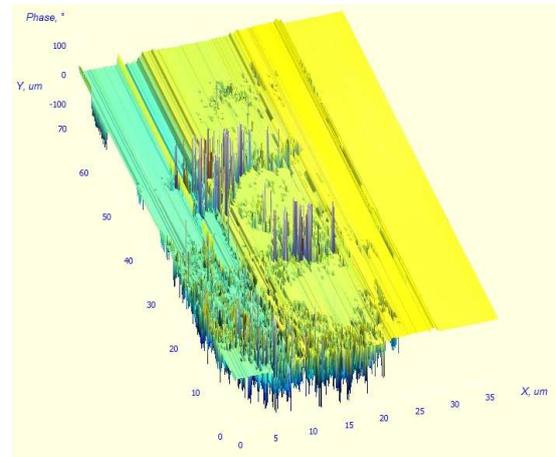


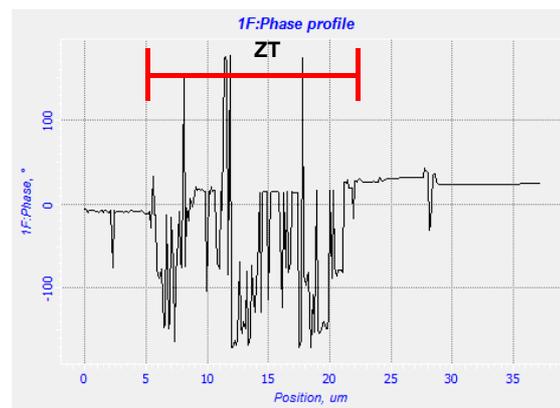
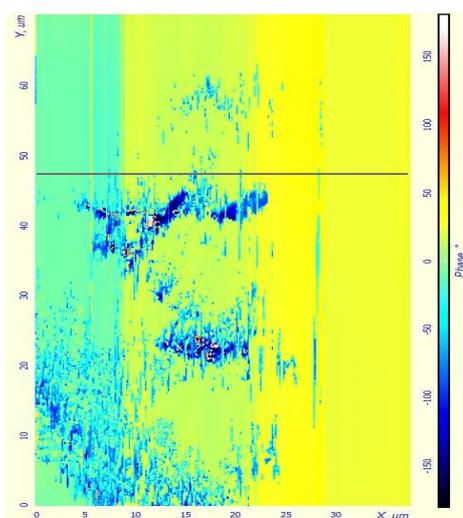
Figura 34 - Mapa de fase 3D de amostra AGRC-C (1 dia)



Fonte: Elaborado pela autora

É possível notar nas figuras 33 e 34 que aproximadamente no ponto 30 μ m do eixo x a medição apresentou falha, ou seja, o equipamento não procedeu a medição a partir deste ponto devido à variação topográfica elevada. Ainda assim, é possível perceber que a espessura da ZT (Figura 35) se apresentou variando de 0 à 25 μ m, espessura cerca de 2 vezes superior a encontrada para o mesmo agregado aos 28 dias de cura.

Figura 35 - Seção de corte na medição de fase e respectivo perfil



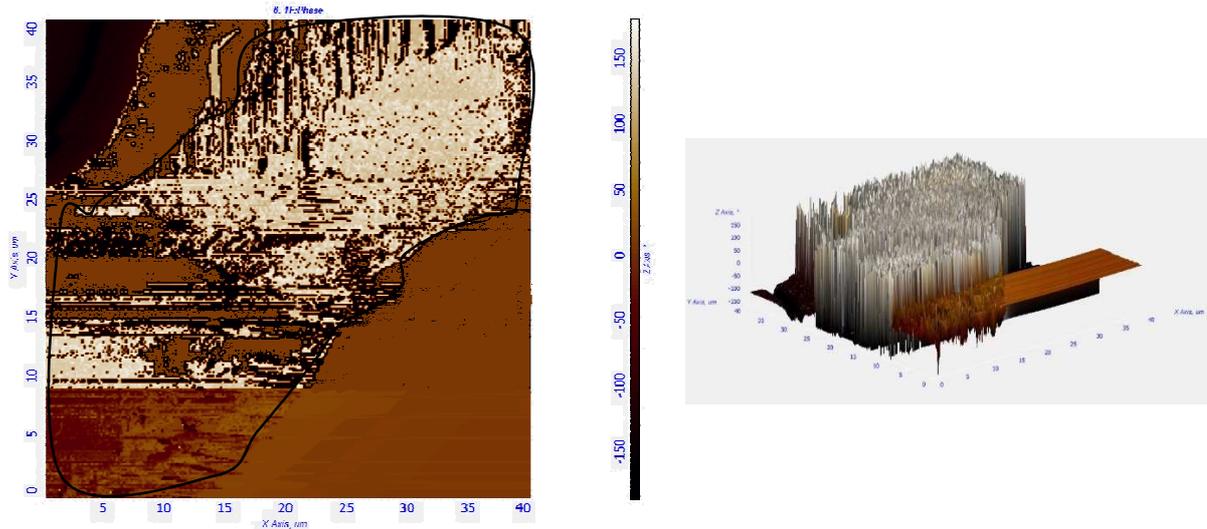
a) Mapa de fase 2D de AGRC-C com seção

b) Corte da seção de fase de AGRC-C com representação da ZT

Fonte: Elaborado pela autora

Outra amostra em que foi possível a medição foi a de AGN com 1 dia de cura. Esta é apresentada na figura 36, onde sua paleta de cores é diferente das demais pois não foi possível a troca da mesma na medição, porém é possível identificar o mesmo padrão de diferença de fase que as demais amostras.

Figura 36 - Mapa de fase para amostra de AGN com 1 dia de cura



a) Mapa de fase 2D de AGN com 1 dia de cura (40x40 μ m)

b) Mapa de fase 3D de AGN com 1 dia de cura (40x40 μ m)

Fonte: Elaborado pela autora

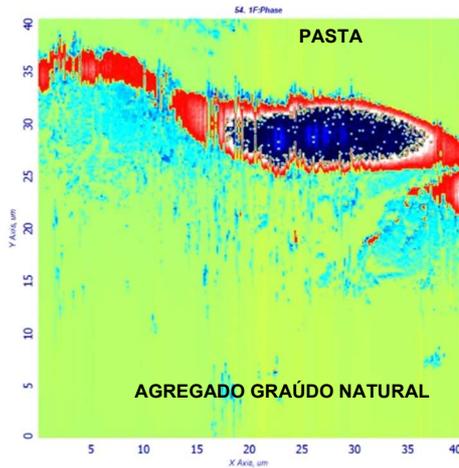
Na imagem 36 é possível notar que a amostra de AGN possui uma ZT de fácil identificação, possuindo uma espessura média de aproximadamente 19 μ m. Essa apresenta uma ZT cerca de 1,3 vezes superior quando comparado com a mesma amostra aos 28 dias, o que demonstra novamente que nos primeiros dias de idade a ZT possui uma zona de transição mais espessa que vai diminuindo ao longo da hidratação do cimento.

4.2.2 Amostras com idade de cura de 28 dias

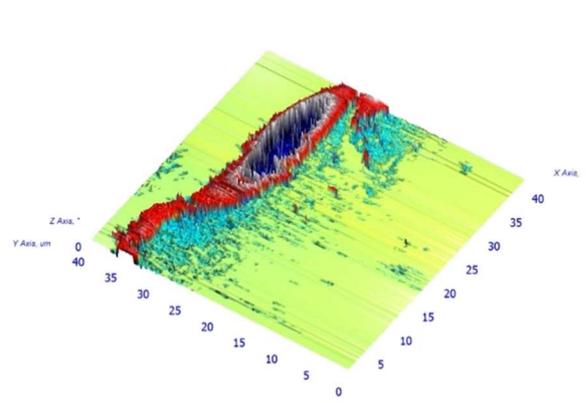
Diferentemente do mapa uniforme apresentado na pasta e na argamassa antiga, quando a varredura é feita na zona de transição fica claro a diferença dos módulos de elasticidade presentes na mesma. Na figura 37 é apresentada uma das medições de fase 2D e 3D nas zonas de transição para os diferentes traços, com

exceção do traço referente a pasta que não possui zona de transição. As demais medições do mesmo traço serão apresentadas no apêndice A.

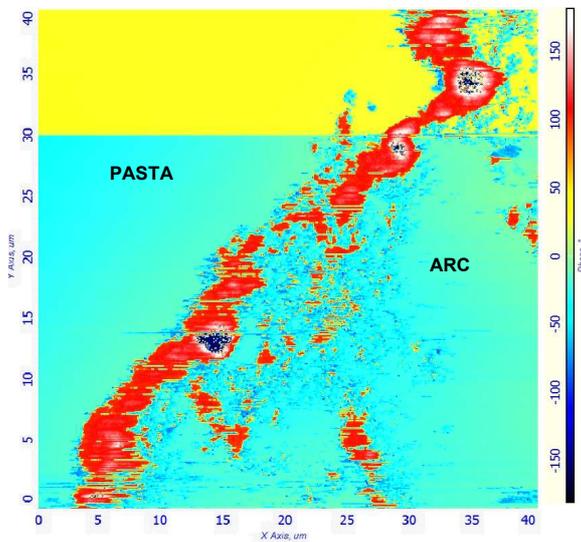
Figura 37 - Varredura da ZT em diferentes traços de concreto de AN e ARC aos 28 dias de cura



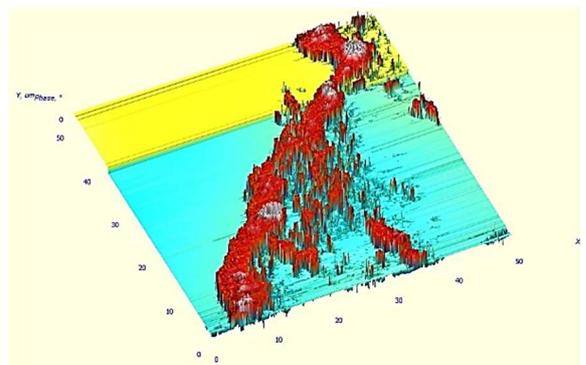
a) Mapeamento 2D de fase para o traço AGN 3 (40x40µm);



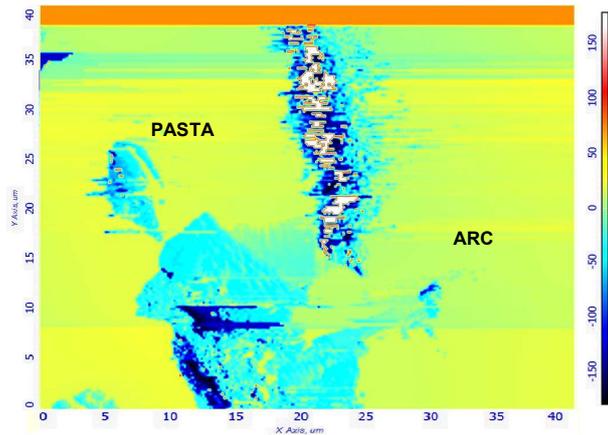
b) Mapeamento 3D de fase para o traço AGN 3 (40x40µm);



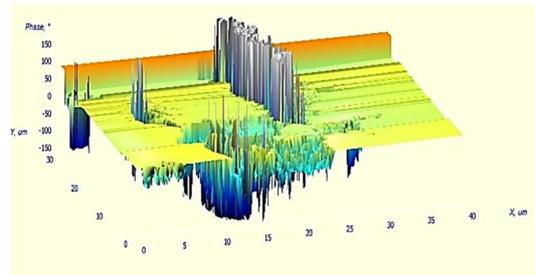
c) Mapeamento 2D de fase para o traço AGRC-R 1 (ARC referência) (50x50µm);



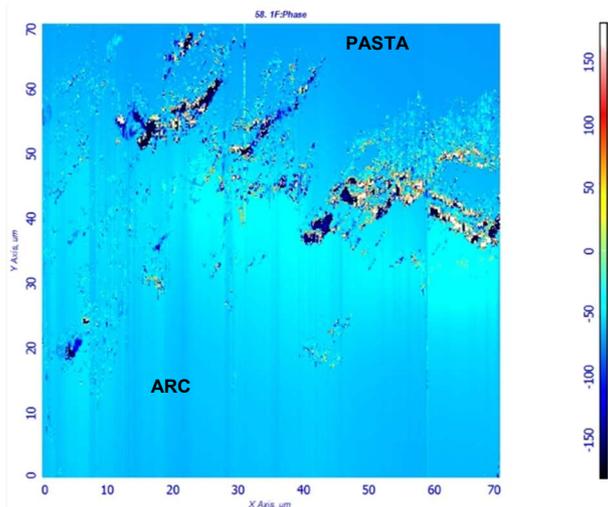
d) Mapeamento 3D de fase para o traço AGRC-R 1 (ARC referência) (50x50µm);



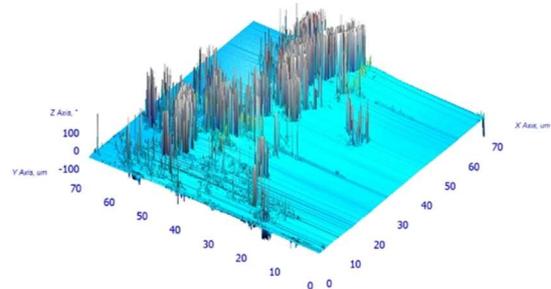
e) Mapeamento 2D de fase para o traço AGRC-C (ARC carbonatado) (30x30µm);



f) Mapeamento 3D de fase para o traço AGRC-C (ARC carbonatado) (30x30µm);



g) Mapeamento 2D de fase para o traço AGRC-P (ARC com pozolana) (70x70µm);



h) Mapeamento 3D de fase para o traço AGRC-P (ARC com pozolana) (70x70µm);

Fonte: Elaborado pela autora

A partir da varredura das amostras é possível verificar que todos os traços mostram a ZT como uma região muito heterogênea com grande diferença de fase dos materiais e conseqüentemente de módulo de elasticidade comparado ao restante da pasta ou agregado.

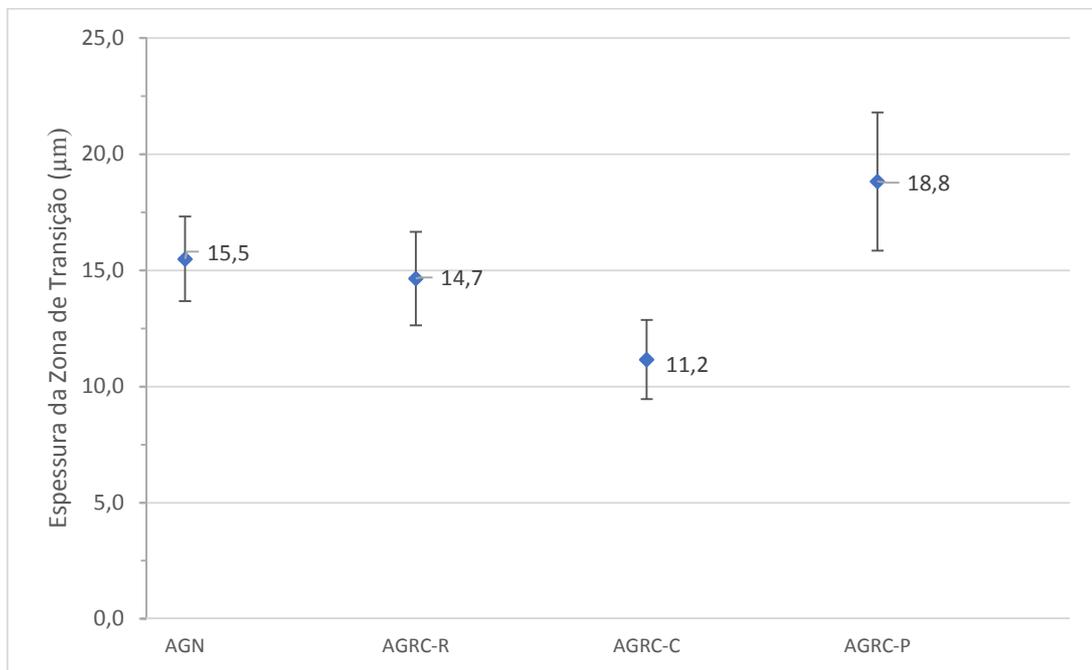
4.2.2.1 Espessura da ZT

Pensando em melhorar a zona de transição de um concreto, além de melhorar seu módulo de elasticidade, diminuir sua porosidade e melhorar o empacotamento

das partículas é importante diminuir sua espessura. Foi visto no capítulo de fundamentação teórica autores que trabalharam com a quantificação da espessura da ZT. Muitos deles encontraram problemas para medir exatamente a espessura e identificar onde terminava a ZT e onde começava a pasta.

A partir da medição de diferença de fase foi possível identificar visualmente a ZT, além de ter possibilitado uma medição mais precisa. No gráfico 6 estão apresentadas as espessuras médias para cada traço ensaiado com os respectivos desvios padrão.

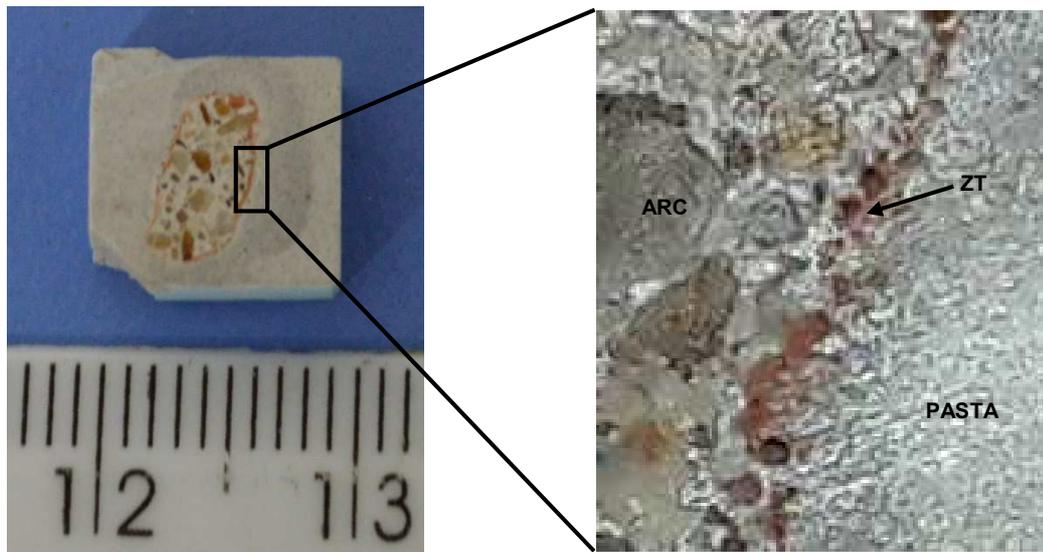
Gráfico 6 - Espessura média da ZT para os traços com 28 dias de cura



Fonte: Elaborado pela autora

A partir do gráfico 6 é possível notar que a espessura da zona de transição não apresentou mudanças significativas quando adicionado agregado reciclado em comparação ao agregado natural. Já quando analisado o traço que continha ARC com incorporação de microfinos de cerâmica vermelha vemos que este apresentou uma espessura da ZT cerca de 25% superior ao AGN. Isso pode ter ocorrido devido ao material fino acrescentado a superfície do agregado reciclado (Fotografia 10) que ao invés de diminuir sua espessura, os grãos de RCV que variavam de 1 à 10µm contribuíram para um aumento da espessura no entorno do agregado reciclado.

Fotografia 10 - Microfinos de RCV no entorno do agregado



- a) Amostra de AGRC-P com presença de microfinos de RCV na ZT b) Zoom na ZT para visualização do microfino de RCV

Fonte: Elaborado pela autora

Pela Análise de Variância (ANOVA) não foi possível comprovar estatisticamente diferenças entre as espessuras de cada traço. Isso pode ser explicado pois a ZT não é uniforme, tendo apresentado um desvio padrão alto o que fez com que os resultados não apresentassem diferenças estatísticas.

Tabela 10 - ANOVA das espessuras médias dos traços

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico	Significância
Entre grupos	93,78716	3	31,26239	3,535903	0,068009	4,066181	Não
Dentro dos grupos	70,73133	8	8,841416				
Total	164,5185	11					

Onde: SQ= soma quadrada; gl= graus de liberdade; MQ= média quadrada

Fonte: Elaborado pela autora

Já quando analisado o concreto com ARC que passou por carbonatação prévia observa-se que este apresentou uma diminuição na espessura da ZT de cerca de 24% quando comparado com o ARC de referência. Hentges (2018) encontrou que ao proceder a carbonatação prévia dos agregados reciclados e fazendo a substituição de 25% a um novo concreto este apresenta resistência à compressão similar à do concreto com agregado natural. Pode-se explicar esse fator então pela diminuição da espessura da ZT, que contribuiu com uma melhor distribuição das tensões do agregado para a pasta e conseqüentemente melhora sua resistência a compressão.

Explica-se essa diminuição da espessura da ZT em agregado carbonatado pois após a carbonatação os poros presentes nas argamassas tendem a ser preenchidos com os produtos da carbonatação como aragonitas e calcitas, diminuindo a porosidade da região superficial do agregado, que apresenta microfissuras em função do processo de cominuição, gerando um agregado de qualidade similar ao agregado natural.

Analisando estatisticamente somente os traços que passaram por tratamento do agregado, ou seja, com agregado carbonatado e com microfinos de cerâmica vermelha vemos que entre eles há diferenças nas espessuras.

Tabela 11 - ANOVA dos traços AGRC-C e AGRC-P

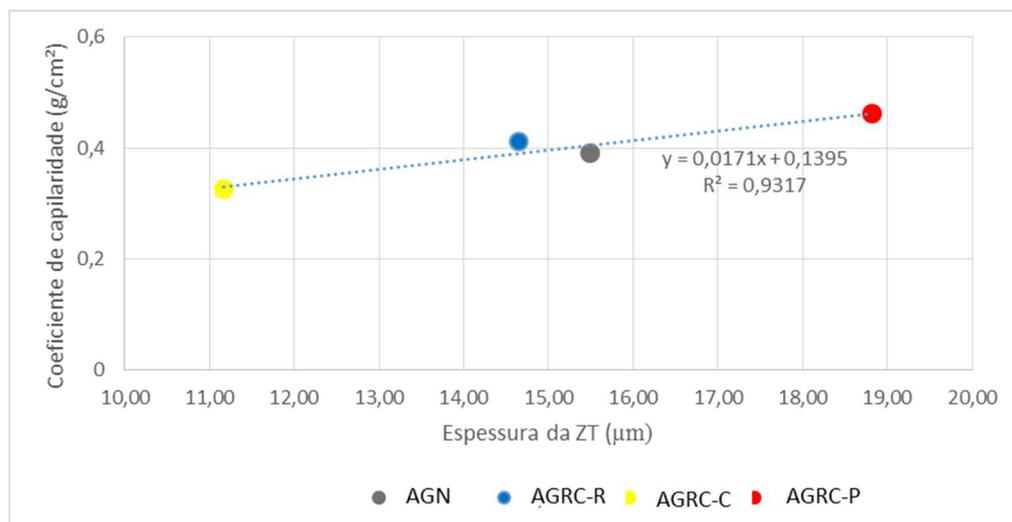
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico	Significância
Entre grupos	92,61753	1	92,61753	8,803542	0,041264	7,708647	Sim
Dentro dos grupos	42,08194	4	10,52048				
Total	134,6995	5					

Onde: SQ= soma quadrada; gl= graus de liberdade; MQ= média quadrada

Fonte: Elaborado pela autora

Os valores de resistência à compressão encontrados por Hentges (2018) – variando entre 34 e 36MPa – não apresentam diferenças significativas, o que não permite a associação dessa propriedade com as diferenças de espessura da ZT. Buscando explicar as diferenças de espessura encontradas para cada tipo de agregado relaciona-se a espessura da ZT com o coeficiente de capilaridade dos concretos, o que pode ser visualizado no Gráfico 7.

Gráfico 7 - Relação entre coeficiente de capilaridade e espessura da ZT



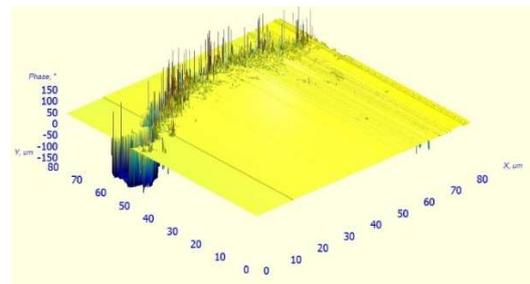
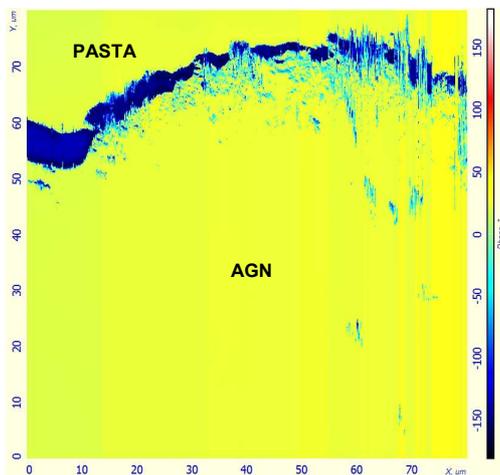
Fonte: Elaborado pela autora

É possível notar que há uma relação entre a espessura da ZT e o coeficiente de capilaridade do agregado, pois quanto maior o coeficiente de capilaridade, maiores são as espessuras encontradas. Esses resultados estão de acordo com a revisão bibliográfica (POON; SHUI; LAM 2004) onde é exposto que quanto mais densos os agregados reciclados, melhor a zona de transição.

4.2.3 Amostras com idade de cura de 91 dias

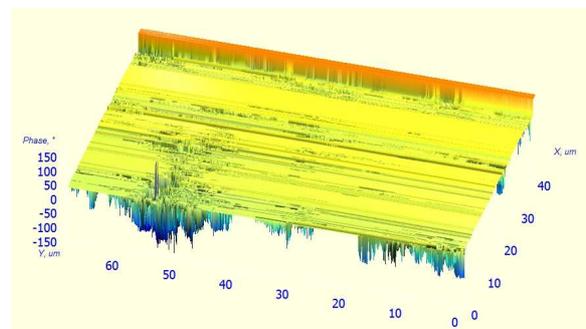
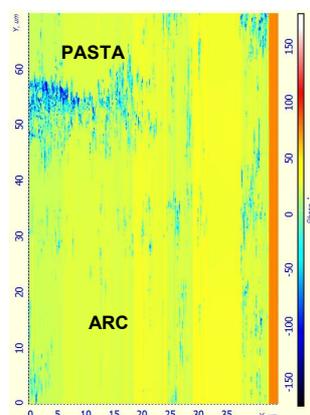
A seguir, na figura 36 estão apresentadas as medições realizadas nas amostras com 91 dias de idade.

Figura 38 - Varredura da ZT em diferentes traços de concreto aos 91 dias de cura



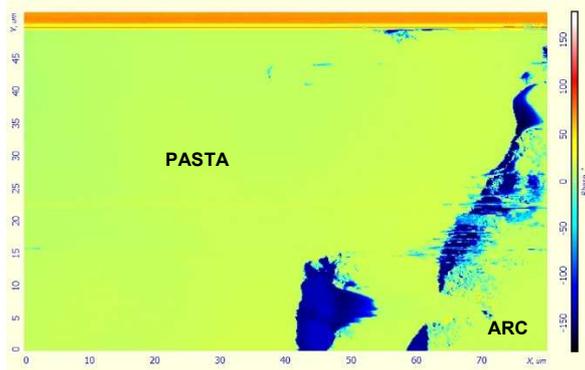
a) Mapeamento 2D de fase para o traço AGN (80x80µm);

b) Mapeamento 3D de fase para o traço AGN (80x80µm);

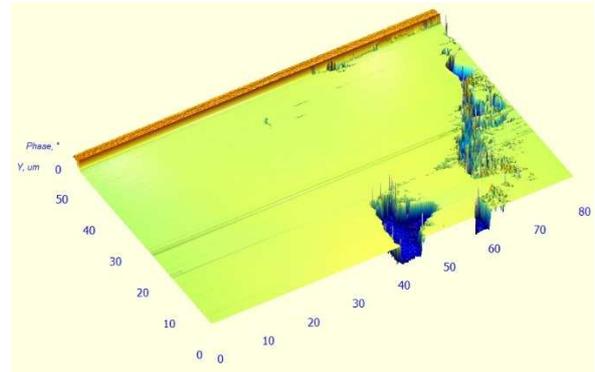


c) Mapeamento 2D de fase para o traço AGRC-R (70x45µm);

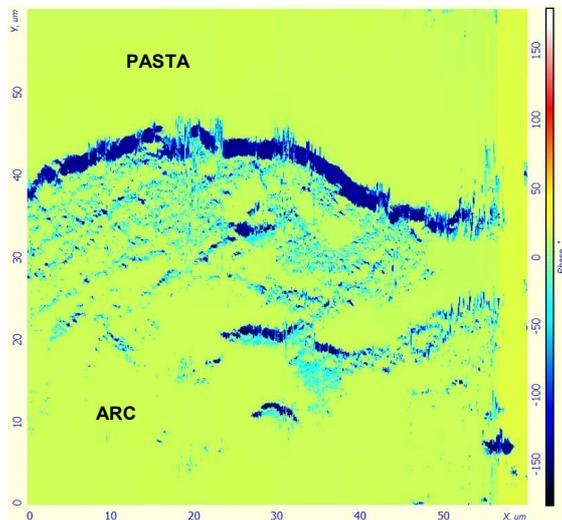
d) Mapeamento 3D de fase para o traço AGRC-R (70x45µm);



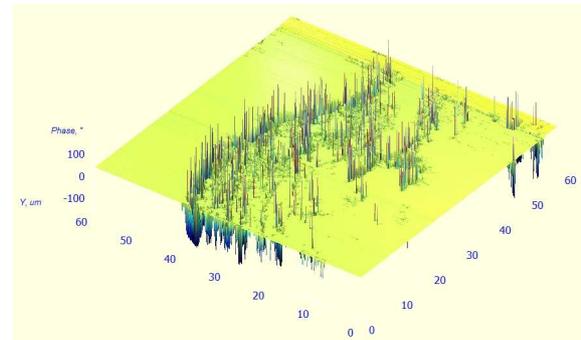
e) Mapeamento 2D de fase para o traço AGRC-C (50x70µm);



f) Mapeamento 3D de fase para o traço AGRC-C (50x70µm);



g) Mapeamento 2D de fase para o traço AGRC-P (60x60µm);



h) Mapeamento 3D de fase para o traço AGRC-P (60x60µm);

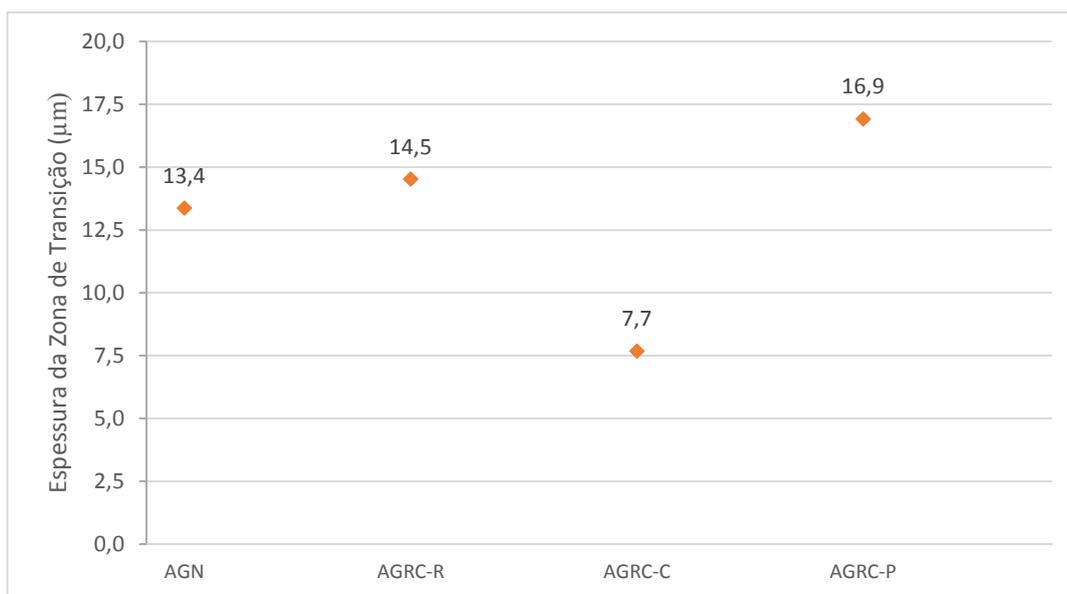
Fonte: Elaborado pela autora

É possível notar que todas regiões analisadas apresentam um mesmo padrão de ZT, não possuindo mais grandes diferenças de fase (visualizada pela diferença de cor) como nas amostras de 28 dias de cura. Isso pode ser explicado devido a continuidade do processo de hidratação, apresentando agora, na zona de transição, materiais com maior módulo de elasticidade.

4.2.3.1 Espessura da ZT

Assim como nas amostras com idade de 28 dias, abaixo será apresentado o gráfico 8 com os resultados das amostras com idade de cura de 91 dias.

Gráfico 8 - Espessura média da ZT para os traços com 91 dias de cura



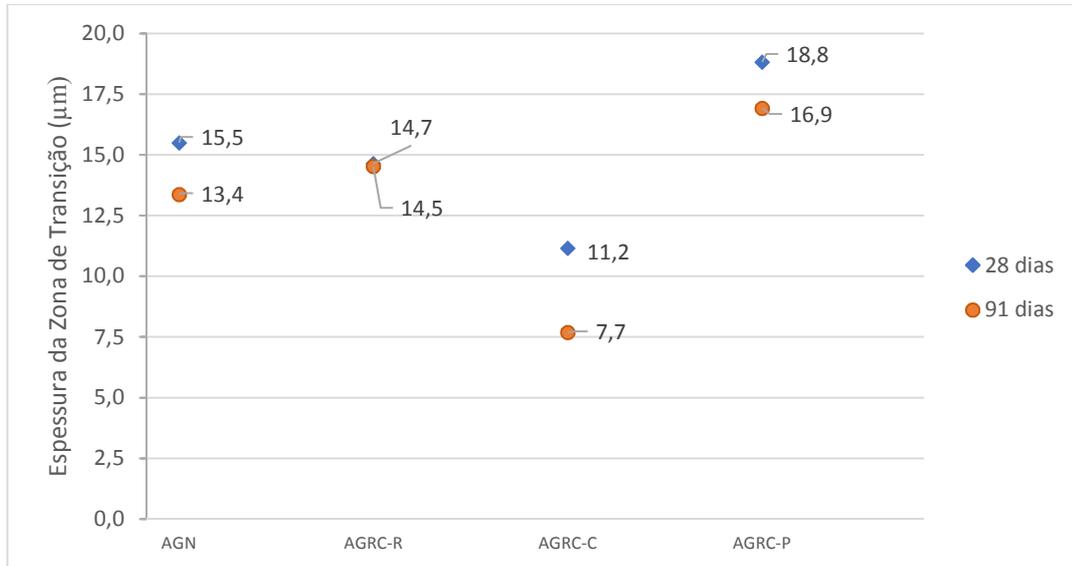
Fonte: Elaborado pela autora

É possível notar a mesma tendência de espessuras vistas nas amostras com idade de 28 dias, onde o agregado reciclado carbonatado apresentou espessura menor que os demais e o agregado com incorporação de cerâmica vermelha apresentou as maiores espessuras de ZT. Como somente uma amostra de cada traço foi testada nessa idade não é possível a verificação da variância.

4.3 INFLUÊNCIA DO GRAU DE HIDRATAÇÃO NA ZT

Como visto nos itens anteriores as amostras foram ensaiadas com idade de cura de 1, 28 e 91 dias. Nas amostras ensaiadas com 1 dia de idade apresentaram dificuldades para medição, impossibilitando os ensaios em todos os traços. Porém, os traços que se pode analisar, mostraram uma ZT com espessura consideravelmente maior que aos 28 dias, cerca de 25µm, isso porque muitos grãos de cimento ainda estão com um grau de hidratação muito baixo e teor de água livre mais elevado, tendo contribuído muito pouco para a diminuição da zona de transição.

Gráfico 9 - Comparação das espessuras da ZT para as diferentes idades de cura



Fonte: Elaborado pela autora

Conforme o gráfico 9 é possível notar que todas as amostras com 91 dias de idade apresentaram menor espessura da ZT que as com 28 dias de idade, com exceção do agregado reciclado referência que apresentou a mesma espessura.

Esse resultado comprova que a espessura da ZT diminui ao longo do tempo, o que melhora a durabilidade do concreto. Isso já era esperado pois conforme visto no capítulo de fundamentação teórica segundo Mehta e Monteiro (2006) pode ocorrer a hidratação tardia do C-S-H que passa a densificar a região diminuindo consequentemente a sua espessura.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este capítulo aborda as considerações finais obtidas através da análise dos resultados encontrados, bem como sugestões para trabalhos futuros.

Para as amostras com idade de cura de 1 dia a análise onde foi possível a análise, verificou-se que sua zona de transição possui espessura superior as amostras curadas a 28 dias, porque essas amostras estão em início de hidratação do cimento, possuindo muitos espaços vazios.

A partir da análise de diferença de fase nas amostras curadas a 28 dias foi possível a medição nanoestrutural das diferenças de fase entre agregados e matriz de cimento de forma individual onde foi possível a visualização do aumento de fase conforme o aumento do módulo de elasticidade do material.

A análise da zona de transição nas amostras com 28 dias de idade permitiu a quantificação da ZT, uma vez que esta se apresentava com grandes diferenças de fase quando comparadas com a matriz de cimento ou com o agregado, o que é uma característica da zona de transição por ser uma área muito heterogênea e com grande quantidade de vazios. Nas amostras analisadas com 91 dias de idade essa diferença de fase ainda é visível, porém suas diferenças diminuem não possuindo mais tantos contrastes de fases. Esse efeito é devido ao processo de hidratação do cimento que tende deixar a ZT menos heterogênea e mais compacta com o tempo.

O método utilizado permite a quantificação da zona de transição, com expressivas diferenças de fase em relação a matriz ou ao agregado. Para as amostras com agregado natural a ZT apresentou aos 28 dias média de espessura de $15,5\mu\text{m}$ e aos 91 dias de $13,4\mu\text{m}$. Quando adicionado o agregado reciclado de concreto referência, ou seja, que não passou por nenhum tipo de tratamento aos 28 dias a espessura média é de $14,7\mu\text{m}$ e aos 91 dias $14,5\mu\text{m}$, sendo este valor considerado igual aos encontrados aos 28 dias para amostras com agregado natural.

Os concretos com agregados submetidos a tratamento prévio visando a reciclagem apresentam diferenças de espessura em relação aos de referência, moldados com agregados naturais. O concreto com agregado com incorporação de microfinos de RCV apresentou aos 28 dias uma espessura média de $18,8\mu\text{m}$ e aos 91 dias de $16,9\mu\text{m}$. Sua espessura se apresentou maior que no restante das amostras, e isso pode ser devido ao tamanho das partículas de RCV que ao invés de contribuir para a espessura da ZT, acabou por aumentá-la.

O concreto que continha agregado carbonatado apresentou grande diminuição de espessura quando comparado aos demais concretos, principalmente aos 91 dias onde apresenta espessura de $7,7\mu\text{m}$, e aos 28 dias de $11,2\mu\text{m}$. Nesse caso o tratamento do agregado foi eficiente, uma vez que a carbonatação densificou a argamassa aderida, diminuindo sua absorção capilar e conseqüentemente sua espessura de ZT.

A influência do grau de hidratação do cimento na espessura da zona de transição se mostrou presente em todas as amostras, com exceção do concreto com agregado reciclado de referência. Essa influência se deve principalmente pela continuidade do processo de hidratação do cimento, que principalmente na zona de transição é afetada nos primeiros momentos pela sua grande homogeneidade, pela relação a/c diferente do restante da pasta entre outros fatores, provando que ao longo do tempo a ZT tende a diminuir sua espessura e também apresentar um aumento no seu módulo de elasticidade, conforme visto pela diminuição das diferenças de fase aos 91 dias.

Conclui-se que o método de análise da nanoestrutura de concretos com base em sua diferença de fase pelo modo tapping-mode em microscópio de força atômica se mostra adequado para a identificação e análise quantitativa da ZT, sendo mais eficiente que os demais métodos referidos na revisão bibliográfica.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Durante o desenvolvimento do programa experimental do trabalho foram surgindo algumas dúvidas e dificuldades, não sanadas ao longo deste trabalho. Assim serão apresentadas sugestões que podem contribuir para um melhor entendimento do trabalho bem como a continuidade do processo de verificação da microestrutura do concreto, como:

- a) Melhoria no processo de polimento para possibilitar a análise em amostras com baixo grau de hidratação, seja por polimento automático, impregnação de resina epoxy, entre outros;
- b) Analisar amostras a partir de nanoindentação para a quantificação do módulo de elasticidade na ZT e mapeamento das diferenças de módulo em uma imagem 2D e 3D, permitindo correlacionar as diferenças de fase do material com o módulo de elasticidade;

REFERÊNCIAS

- ABRELPE. (2016). *Panorama dos resíduos sólidos no Brasil 2016*. São Paulo, Brasil: ABRELPE, Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais. Disponível em <<http://www.abrelpe.org.br/Panorama/panorama2016.pdf>>
- AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. Committee 238. **Report on measurements of workability and rheology of fresh concrete (ACI 238.1R-08)**. Farmington Hills, 2008, 74p.
- ANDERSON, Gerson et al. Estudos de superfícies em escala nanométrica com o Microscópio de Força Atômica. [s. l.], v. 2, p. 1–9, 2012.
- ARAÚJO, Daniel De Lima; FELIX, Ludmylla Pires; SILVA, Leonardo Costa e; SANTOS, Thiago Martins dos. Influence of recycled aggregates from construction waste on mechanical properties of concrete (in Portuguese). **REEC - Revista Eletronica de Engenharia Civil**, [s. l.], v. 11, p. 16–34, 2016.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 7215**: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1996.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 15116**: Agregados reciclados de resíduos sólidos da construção civil – Utilização em pavimentação e preparo de concreto sem função estrutural – Requisitos. Rio de Janeiro, 2004.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 15575-1**: Edificações habitacionais — Desempenho - Parte 1: Requisitos gerais. Rio de Janeiro, 2013.
- AVET, François; LI, Xuerun; SCRIVENER, Karen. Determination of the amount of reacted metakaolin in calcined clay blends. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 106, n. February, p. 40–48, 2018.
- BAZUCO, Régis Sandro. **Utilização de agregados reciclados de concreto para produção de novos concretos**. 1999. 128 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia

Civil)- Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1999. Disponível em: <<https://core.ac.uk/download/pdf/30361902.pdf>>. Acesso em: 09 ago. 2018.

BUTTLER, Alexandre Marques. **Concreto com agregados graúdos reciclados de concreto: influência da idade de reciclagem nas propriedades dos agregados e concretos reciclados.** 2003. 220 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil)- Faculdade de Engenharia Civil de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18134/tde-06082003-172935/en.php>>. Acesso em: 13 jun. 2018.

CASUCCIO, M.;TORRIJOS, M. C.; GIACCIO, G.; ZERBINO, R. Failure mechanism of recycled aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 22, n. 7, p. 1500–1506, 2008.

ELSHARIEF, Amir; COHEN, Menashi D.; OLEK, Jan. Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 33, n. 11, p. 1837–1849, 2003.

ETXEBERRIA, M. et al. Influence of amount of recycled coarse aggregates and production process on properties of recycled aggregate concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 37, n. 5, p. 735–742, 2007.

ETXEBERRIA, M.; VÁZQUEZ, E.; MARÍ, A. Microstructure analysis of hardened recycled aggregate concrete. **Magazine of Concrete Research**, [s. l.], v. 58, n. 10, p. 683–690, 2006.

EUROPEAN COMMISSION – Environment. Towards a circular economy: A zero waste programme for Europe, Brussels, 2 July 2014. Disponível em: <<http://ec.europa.eu/environment/circular-economy/pdf/circular-economy-communication.pdf>>

EUROSTAT. (2014). *Generation of waste by waste category, hazardousness and NACE Rev. 2 activity 2014*. Luxembourg: Publications Office of the European Union. Retrieved from <http://appsso.eurostat.ec.europa.eu/nui/show.do?dataset=env_wasgen&lang=en>

FUNDAÇÃO DE ECONOMIA E ESTATÍSTICA. Contas Regionais para 2015. FEE/IBGE. Disponível em: <https://www.fee.rs.gov.br/indicadores/pib-rs/estadual/destaques/>. Acesso: 02 abril 2018.

GAO, Yun; SCHUTTER, Geert De; YE, Guang; TAN, Zhijun; WUA, Kai. The ITZ microstructure, thickness and porosity in blended cementitious composite: Effects of curing age, water to binder ratio and aggregate content. **Composites Part B: Engineering**, [s. l.], v. 60, p. 1–13, 2014.

HALAMICKOVA, Pavla et al. (Refereed) (Received June 24, 1994; in final form January 6, 1995). **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 25, n. 4, p. 790–802, 1995.

HANSEN, Torben C. Recycled aggregates and recycled aggregate concrete second state-of-the-art report developments 1945-1985. **Materials and Structures**, [s. l.], v. 19, n. 3, p. 201–246, 1986.

HELENE, Paulo. **Vida Útil das Estruturas de Concreto** In: IV Congresso Ibero Americano de Patologia das Construções e VI Congresso de Controle da Qualidade CON PAT-97, 1997, Porto Alegre. IV Congresso Ibero Americano de Patologia das Construções e VI Congresso de Controle da Qualidade CONPAT-97., 1997. v.1. p.1 – 30

HENTGES, T. I. **Tratamento do agregado reciclado de concreto por carbonatação e por impregnação de microfinos de cerâmica vermelha**. 2018. 160f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS, São Leopoldo, RS, 2018.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (Brasil). Informações e análises da economia mineral brasileira, 2012. Brasília, DF, 2012. 65 p.

KORAYEM, M. H.; KAVOUSI, A.; EBRAHIMI, N. Dynamic analysis of tapping-mode AFM considering capillary force interactions. **Scientia Iranica**, [s. l.], v. 18, n. 1, p. 121–129, 2011.

KULAIF, Y.; RECUERO, J.C. Brita e Cascalho. Sumário Mineral 2015, Brasília, DF. Ed. 35, 2015.

KULAIF, Y.; RECUERO, J.C. Areia para construção. Sumário Mineral 2015, Brasília, DF. Ed. 35, 2015.

LEITE, Monica Batista. **Avaliação das propriedades mecânicas de concretos produzidos com agregados reciclados de resíduos de construção e demolição**. 2001. 290 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil)- Faculdade de Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001. Disponível em: <<http://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/21839/000292768.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 12 jun. 2018.

LI, Jiusu; XIAO, Hanning; ZHOU, Yong. Influence of coating recycled aggregate surface with pozzolanic powder on properties of recycled aggregate concrete. [s. l.], v. 23, p. 1287–1291, 2009.

LI, Wengui; XIAO, Jianzhuang; SUN, Zhihui, KAWASHIMA, Shiho, SHAH, Surendra P. Interfacial transition zones in recycled aggregate concrete with different mixing approaches. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 35, p. 1045–1055, 2012.

LOPES, Gerson Anderson de Carvalho; FONSECA FILHO, Henrique Duarte Da. Dissipated energy in tapping mode by the atomic force microscope. **Acta Scientiarum. Technology**, [s. l.], v. 37, n. 4, p. 403, 2015.

LOPES, Gerson Anderson de Carvalho; FONSECA FILHO, Henrique Duarte da; ZAMORA, Robert Ronald Maguina. Estudos de superfícies em escala nanométrica com o Microscópio de Força Atômica. **Estação Científica (UNIFAP)**, [s. l.], v. 2, p. 1–9, 2012.

MARTI, A. Rosa-Zeiser and E. Weilandt and S. Hild and O. The simultaneous measurement of elastic, electrostatic and adhesive properties by scanning force microscopy: pulsed-force mode operation. **Measurement Science and Technology**, [s. l.], v. 8, n. 11, p. 1333, 1997.

- MEHTA, P. Kumar; MONTEIRO, Paulo J. M. Concrete: Microstructure, Properties, and Materials. 3^o. ed. [S.l.]: McGraw-Hill, 2006. 647 p. Disponível em: <<http://file:///C:/Users/Monique%20P%20Lunardi/Downloads/ConcreteMicrostructurePropertiesandMaterials.pdf>>. Acesso em: 12 jun. 2018.
- MONDAL, P.; SHAH, S. P.; MARKS, L. D. Nanotechnology in Construction 3. [s. l.], n. June 2015, 2009.
- MONTEIRO, P. J. M.; MASO, J. C.; OLLIVIER, J. P. The aggregate-mortar interface. **Cement and concrete research**, [S.l.], v. 15, n. 6, p. 953-958, mar. 1985.
- NEVILLE, A.M. **Propriedades do Concreto**. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2016. 841 p. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788582603666/cfi/23!/4/4@0.00:68.8>>. Acesso em: 17 set. 2018.
- OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research**, [S.l.], v. 7, n. 6, p. 1564-1583, jun. 1992.
- OLLIVIER, J. P.; MASO, J. C.; BOURDETTE, B. Interfacial transition zone in concrete. **Advanced Cement Based Materials**, [s. l.], v. 2, n. 1, p. 30–38, 1995.
- PACHECO-TORGAL, F.; JALALI, Said. Nanotechnology: Advantages and drawbacks in the field of construction and building materials. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 25, n. 2, p. 582–590, 2011.
- PADOVAN, R. G. **Influência da pré-molhagem nas propriedades de concretos produzidos com agregados reciclados de concreto**. 2013. 154f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS, São Leopoldo, RS, 2013.
- PALACIOS, Marta et al. Laser diffraction and gas adsorption techniques. In: PALACIOS, Marta et al. A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials. New York: CRC Press, 2016. p. 445-484. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/290096526_A_Practical_Guide_to_Microstructural_Analysis_of_Cementitious_Materials>. Acesso em: 06 out. 2018.

POON, C. S.; SHUI, Z. H.; LAM, L. Effect of microstructure of ITZ on compressive strength of concrete prepared with recycled aggregates. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 18, n. 6, p. 461–468, 2004.

ROSSIGNOLO, J. a. Avaliação da zona de transição interfacial pasta-agregado leve em concretos com sílica ativa e látex SBR. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [s. l.], v. 12, n. 3, p. 532–540, 2007.

SÁEZ DEL BOSQUE, I. F. et al. Properties of interfacial transition zones (ITZs) in concrete containing recycled mixed aggregate. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 81, p. 25–34, 2017.

SANCHEZ, Florence; SOBOLEV, Konstantin. Nanotechnology in concrete - A review. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 24, n. 11, p. 2060–2071, 2010.

Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.03.014>>

SANTOS, André Miranda dos; CABRAL, Larissa Marques Cunha; MONTEIRO, Eliana Barreto; HELENE, Paulo Roberto do Lago. Análise Do Módulo De Elasticidade Estático E Dinâmico Para Diferentes Dosagens De Concreto. In: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO – CBC, 55., 2013, Gramado. **Anais eletrônicos...** São Paulo: IBRACON, 2013.

SARAVANAKUMAR, P.; ABHIRAM, K.; MANOJ, B. Properties of treated recycled aggregates and its influence on concrete strength characteristics. [s. l.], v. 111, p. 611–617, 2016.

SCHÖN, Peter et al. Quantitative mapping of elastic moduli at the nanoscale in phase separated polyurethanes by AFM. **European Polymer Journal**, [s. l.], v. 47, n. 4, p. 692–698, 2011.

SCRIVENER, Karen L.; CRUMBIE, Alison K.; LAUGESSEN, Peter. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. **Interface Science**, [s. l.], v. 12, n. 4, p. 411–421, 2004.

SHEN, Yang; XU, Zhongzi; TANG, Mingshu. The Process of Sulfate Attack on Cement Mortars. **Advanced Cement Based Materials**, [S.l.], v. 4, p. 1-5, jul. 1996.

SILVA, R. V.; DE BRITO, J.; DHIR, R. K. Properties and composition of recycled aggregates from construction and demolition waste suitable for concrete production. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 65, p. 201–217, 2014.

TAM, Vivian W. Y.; TAM, C. M. Assessment of durability of recycled aggregate concrete produced by two-stage mixing approach. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 42, n. 10, p. 3592–3602, 2007.

TAM, Vivian W. Y.; TAM, C. M. Diversifying two-stage mixing approach (TSMA) for recycled aggregate concrete: TSMAsand TSMAsc. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 22, n. 10, p. 2068–2077, 2008.

TAM, VWY Vivian W. Y.; GAO, X. F. XF; TAM, CM C. M. Microstructural analysis of recycled aggregate concrete produced from two-stage mixing approach. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 35, n. 6, p. 1195–1203, 2005.

ULM, Franz-Josef; VANDAMME, Matthieu; BOBKO, Chris; ORTEGA, Jose Alberto; TAI, Kuangshin; ORTIZ, Christine; Statistical Indentation Techniques for Hydrated Nanocomposites: Concrete, Bone, and Shale. **Journal of the American Ceramic Society**, [S.l.], v. 90, n. 9, p. 2677-2692, jul. 2007.

ULSEN, Carina; KAHN, H.; ANGULO, S. C.; JOHN, V. M.; HAWLITSCHKE, G. SEPARABILIDADE DE AGREGADOS RECICLADOS PROVENIENTES DE RESÍDUOS DE CONSTRUÇÃO E DEMOLIÇÃO DE DIFERENTES ORIGENS. **Holos** (Natal. Online), v. 3, p. 341-348, 2014.

WERLE, A. P. **Determinação de propriedades de concreto com agregado reciclados de concreto, com ênfase na carbonatação**. 2010. 162f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS, São Leopoldo, RS, 2010.

WILBERT, Daniel Gustavo Brusius; KAZMIERCZAK, Claudio de Souza; KULAKOWSKI, Marlova Piva. Análise da interface entre agregados reciclados de concreto e argamassas de concretos com cinza de casca de arroz e filer basáltico por nanoindentação. **Ambiente Construído**, [s. l.], v. 17, n. 2, p. 253–268, 2017.

WILBERT, D. G. B. **Análise da interface entre argamassa de concreto com adição de fino basáltico e cinza de casca de arroz por meio de nanoindentação.**

2016. 164f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS, São Leopoldo, RS, 2015.

WU, Wenjuan et al. The effect of fly ash and silica fume on mechanical properties and durability of coral aggregate concrete. **Construction and Building Materials**, [s. l.], v. 185, p. 69–78, 2018.

XIAO, Jianzhuang et al. Cement & Concrete Composites Properties of interfacial transition zones in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 37, p. 276–292, 2013.

XUAN, Dongxing; ZHAN, Baojian; POON, Chi-Sun. Assessment of mechanical properties of concrete incorporating carbonated recycled concrete aggregates. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 65, p. 67–74, 2016.

XUAN, Dongxing; ZHAN, Baojian; POON, Chi Sun. Durability of recycled aggregate concrete prepared with carbonated recycled concrete aggregates. **Cement and Concrete Composites**, [s. l.], v. 84, p. 214–221, 2017.

ZHU, Wenzhong; HUGHES, John J.; BICANIC, Nenad; PEARCE, Chris J. Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks. **Materials Characterization**, [s. l.], v. 58, n. 11–12 SPEC. ISS., p. 1189–1198, 2007.

ZHU, Wenzhong; BARTOS, Peter J. M. Application of depth-sensing microindentation testing to study of interfacial transition zone in reinforced concrete. **Cement and Concrete Research**, [s. l.], v. 30, n. 8, p. 1299–1304, 2000.

APÊNDICE A: MAPEAMENTO DE CONTRASTE DE FASE 2D E 3D AOS 28 DIAS

Figura A1 - Mapa de fase 2D da amostra AGN 28D 1

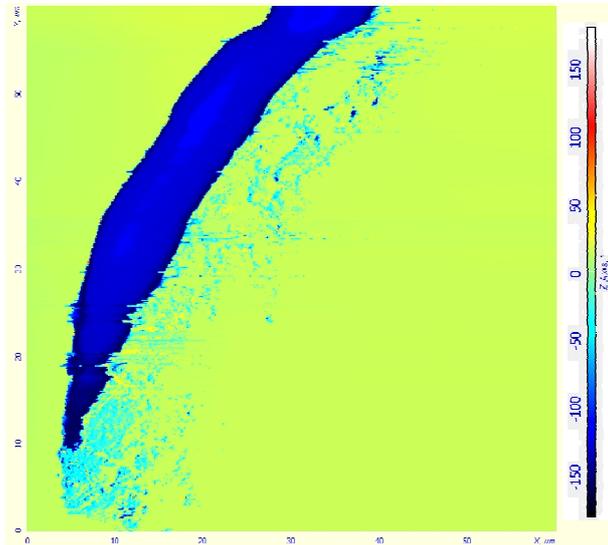


Figura A2 - Mapa de fase 3D da amostra AGN 28D 1

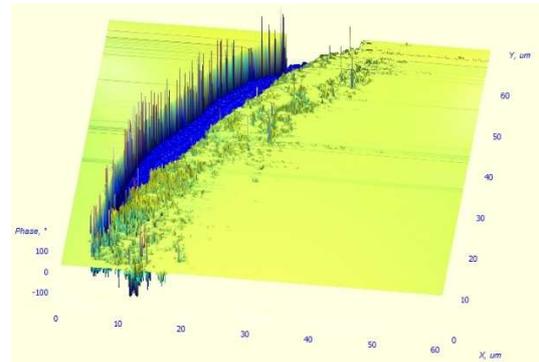


Figura A3 - Mapa de fase 2D da amostra AGN 28D 2

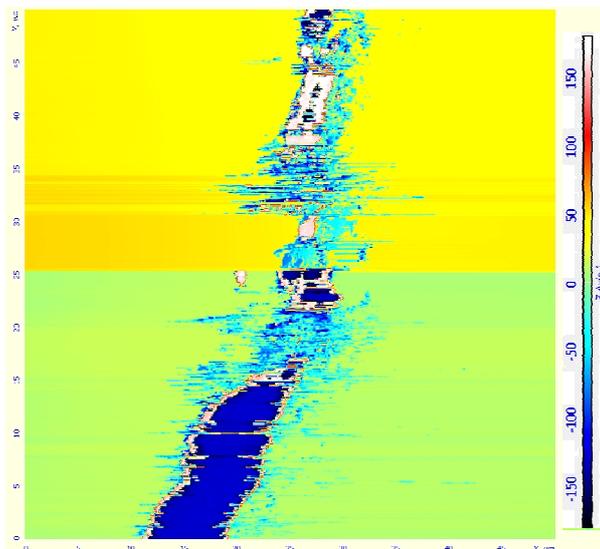


Figura A4 - Mapa de fase 3D da amostra AGN 28D 2

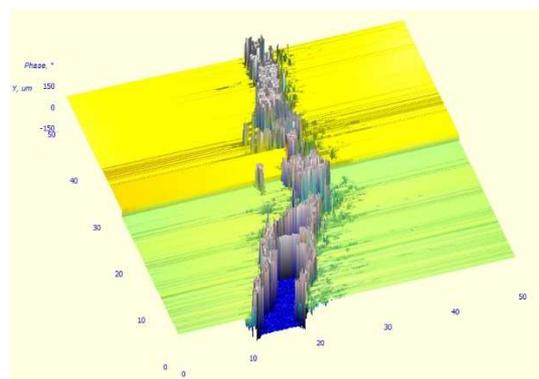


Figura A5 - Mapa de fase 2D da amostra AGRC-R 28D 2

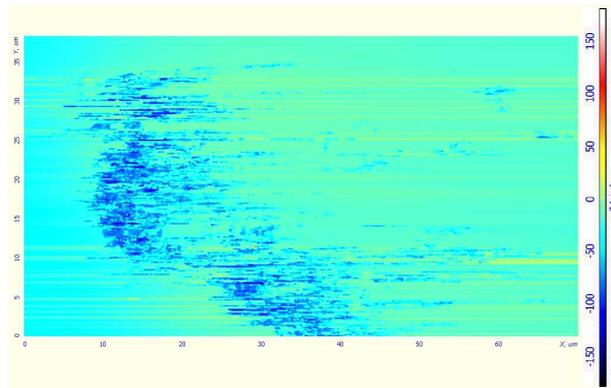


Figura A6 - Mapa de fase 3D da amostra AGRC-R 28D 2

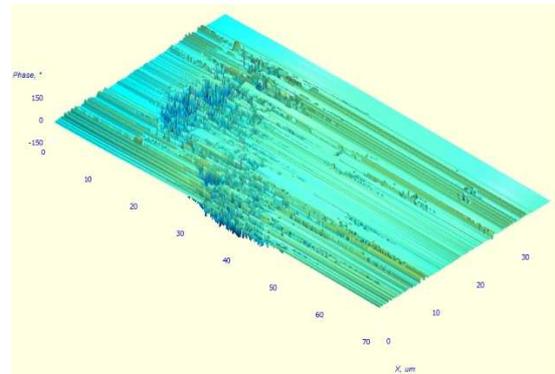


Figura A7 - Mapa de fase 2D da amostra AGRC-R 28D 3

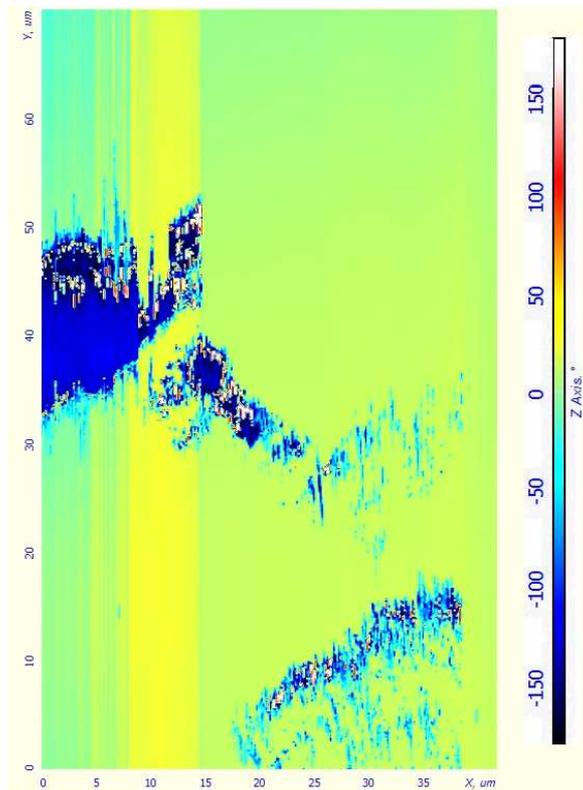


Figura A8 - Mapa de fase 3D da amostra AGRC-R 28D 3

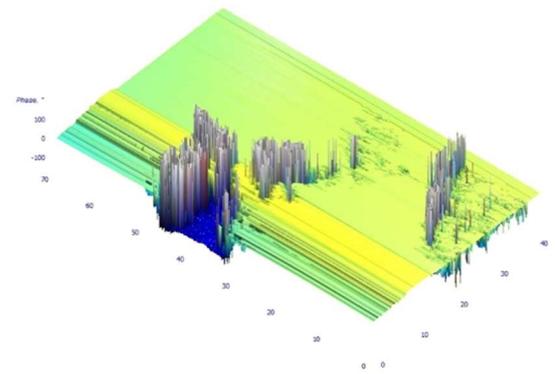


Figura A9 - Mapa de fase 2D da amostra AGRC-C 28D 2

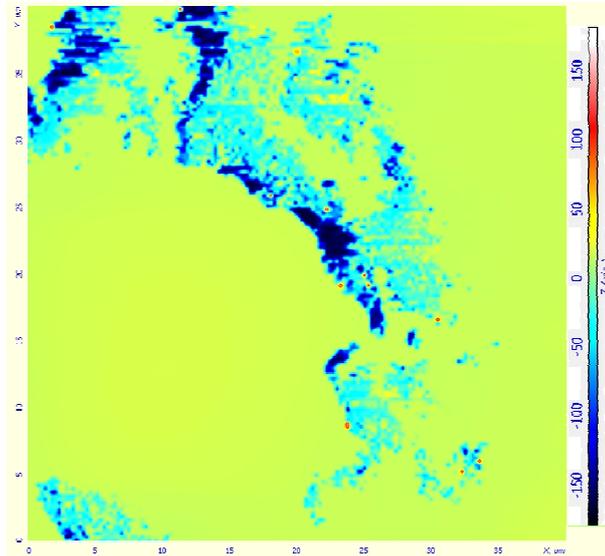


Figura A10 - Mapa de fase 3D da amostra AGRC-C 28D 2

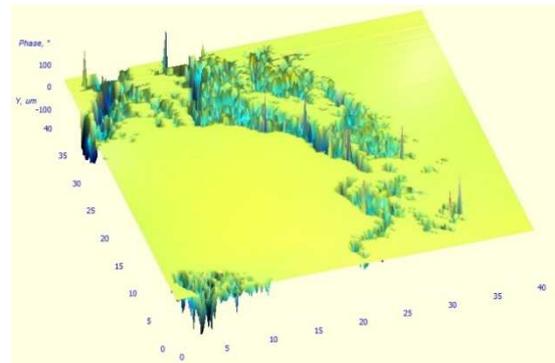


Figura A11 - Mapa de fase 2D da amostra AGRC-C 28D 3

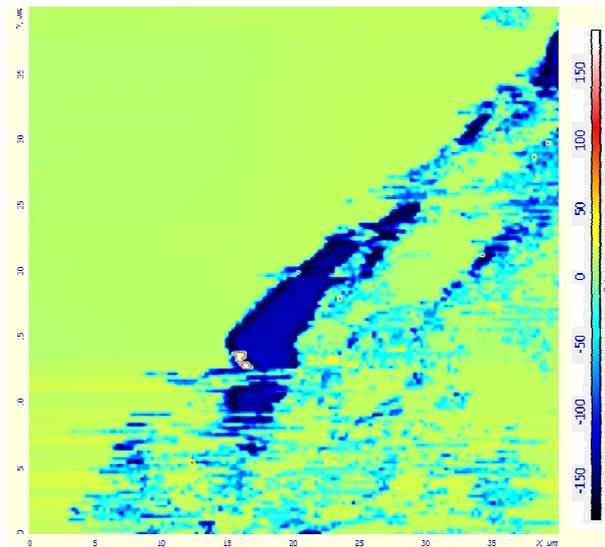


Figura A12 - Mapa de fase 3D da amostra AGRC-C 28D 3

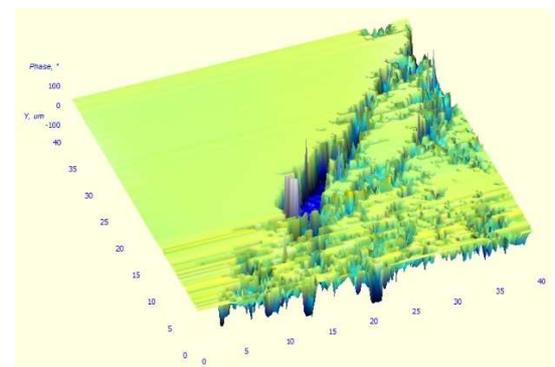


Figura A13 - Mapa de fase 2D da amostra AGRC-P 28D 1

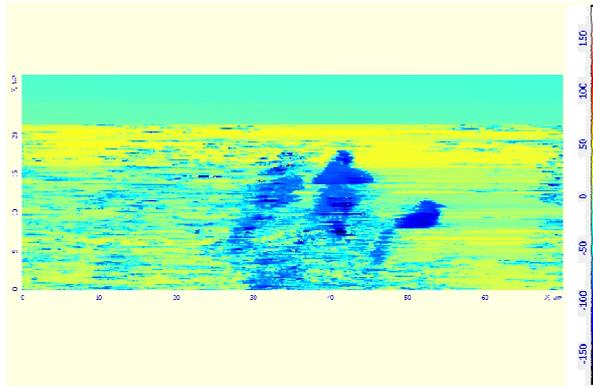


Figura A14 - Mapa de fase 3D da amostra AGRC-P 28D 1

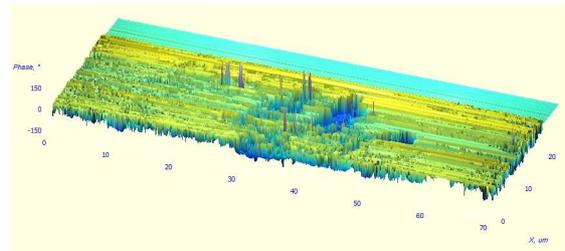


Figura A15 - Mapa de fase 2D da amostra AGRC-P 28D 2

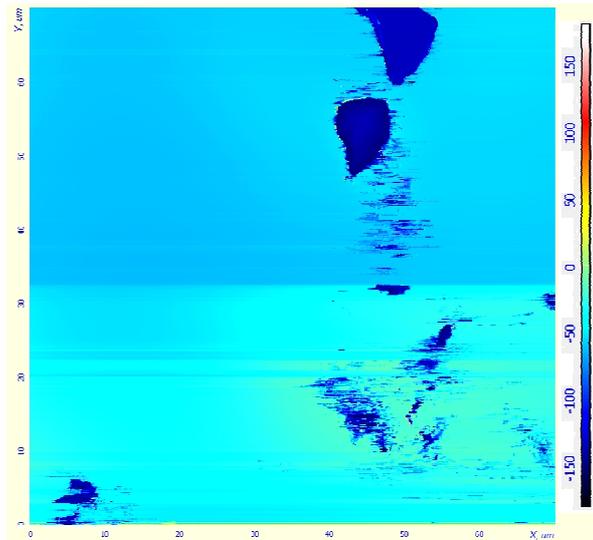


Figura A16 - Mapa de fase 3D da amostra AGRC-P 28D 2

