

## **Zastosowanie nanowłęglnika Berkovicha do badań warstw stykowych w betonach z dodatkiem popiołów lotnych**

**Grzegorz L. Golewski**

*Katedra Konstrukcji Budowlanych, Wydział Budownictwa i Architektury, Politechnika Lubelska,  
e-mail: g.golewski@pollub.pl*

**Streszczenie:** W pracy przedstawiono wyniki badań nanotwardości (HB) w warstwach stykowych (Interfacial Transition Zone - ITZ) betonów z dodatkiem: 0, 20 i 30 % krzemionkowych popiołów lotnych (FA). Do badań wykorzystano kompaktową platformę firmy CSM Instruments. Podczas eksperymentów analizowano obszar w ITZ kruszywa grubego z zaczynem w pięciu punktach pomiarowych, tzn. w odległości: 5, 25, 50, 100 i 150  $\mu\text{m}$  od granicy ziarna. Odciski w betonie wykonywano włęglnikiem Berkovicha z zastosowaniem techniki DSI. Analiza uzyskanych wyników badań wykazała, że 20% dodatek FA powoduje kilkuprocentowy wzrost nanotwardości, natomiast dodatek 30% FA kilkunastoprocentowy spadek HB. Na podstawie rozkładów nanotwardości ustalono, że najbardziej heterogeniczna jest strefa ITZ w odległości 25 $\mu\text{m}$  od ziarna kruszywa.

**Słowa kluczowe:** beton, popiół lotny, warstwa stykowa, nanotwardość

### **1. Wprowadzenie**

W ostatnich latach obserwuje się zwiększenie znaczenia budownictwa jako odbiorcy FA, głównie jako dodatku do cementu [1]. Związane jest to m.in. z faktem zaobserwowania w licznych badaniach korzystnego wpływu FA na wiele parametrów betonu. Te aktywne wypełniacze podnoszą np. odporność matrycy na czynniki korozyjne, a dodawane w ilości do 20% masy cementu polepszają parametry mechaniki pękania betonów [2,3].

Aktywne dodatki mineralne, jakimi są FA modyfikują skład matrycy cementowej. W wyniku reakcji pucolanowej następuje wzrost fazy C-S-H, o obniżonym stosunku C/S, zmniejsza się natomiast zawartość  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (CH). Skutkuje to występowaniem w ITZ betonów modyfikowanych dodatkiem FA szczelin o mniejszych rozmiarach, co wpływa na podniesienie wartości parametrów mechaniki pękania materiału. Na podstawie pracy [3] ustalono, że średnia wielkość szczeliny na styku kruszywa grubego z zaczynem uległa znacznemu zmniejszeniu o 36% w betonach z 20% dodatkiem FA, w porównaniu do matrycy betonu niemodyfikowanego, natomiast stosunek molowy C/S obniżył się z wartości 7 do poziomu 1,2. Zmienił się również skład fazowy osnowy. W obrazach SEM betonów z popiołami, zamiast heksagonalnych płytek portlandytu widoczne były rozległe obszary włóknistej fazy C-S-H (I) [3].

Potrzeba dokładnej analizy mikrostruktury betonu na styku kruszywa grubego z matrycą cementową wynika głównie z roli jaką pełni w przenoszeniu przez przyczepność sił i przemieszczeń między łączonymi fazami [4]. Warstwa stykowa kruszywa z matrycą cementową jest powszechnie uważana za najsłabsze miejsce w materiale o zwiększonej porowatości, oraz mniejszej wytrzymałości. Skutkiem tego w tej strefie dochodzi zazwyczaj do powstawania pierwszych uszkodzeń w mikrostrukturze betonu. Grubość ITZ w betonach zwykłych wynosi zazwyczaj 40-50  $\mu\text{m}$ , a jej budowa jest zależna od składu kompozytu

i wskaźnika w/c [4]. W literaturze dostępnych jest kilka modeli, które opisują budowę ITZ, np. [5,6], a dogłębny ich przegląd przedstawiono w pracy [4]. ITZ ma istotny wpływ na właściwości mechaniczne zwłaszcza w betonach powszechnie stosowanych tzn. o wytrzymałości 30-40 MPa [7]. A. M. Brandt twierdzi, że rola ITZ w betonach wysokowartościowych jest mniejsza i możliwe jest ograniczenie wpływu tej strefy na odkształcalność i wytrzymałość kompozytów poprzez modyfikacje struktury betonu dodatkami mineralnymi, a także dobór technologii wykonania betonu [4]. Potwierdzeniem tej tezy są zmiany w mikrostrukturze ITZ betonów z dodatkiem FA [3]. Ponieważ ITZ ma fundamentalny wpływ na kształtowanie cech mechaniczno - wytrzymałościowych betonu, oraz w głównej mierze decyduje o trwałości i procesach destrukcji materiału, przeto wymaga ona precyzyjnych badań. Wg pracy [7] stosowanych jest kilka różnych metod oceniających właściwości strefy niekorzystnie zmodyfikowanego zaczynu przy granicy z kruszywem. Zaliczyć do nich można: badania mechaniczne, m.in. analizy mikrotwardości, badania przy zastosowaniu technik proszkowych, analizy mikroskopowe. Z grupy przytoczonych metod efektywnym sposobem pozwalającym na ocenę parametrów matrycy cementowej w obszarze styku z kruszywem są badania mikro- i nanotwardości. Wg autorów pracy [7] wykorzystanie metody badań mikrotwardości pozwala na ocenę cech mechanicznych ITZ, oraz na wyznaczenie szerokości tej strefy. Natomiast analizy twardości stref kontaktowych we wszystkich kompozytach betonowych wykonywane są najczęściej przy zastosowaniu nanowłgłębników [8].

Kontynuując badania dotyczące diagnostyki parametrów mechanicznych betonów modyfikowanych dodatkiem FA [2,3] w niniejszej pracy przedstawiono opis eksperymentów oceniających nonotwardość ITZ w przedmiotowych betonach.

## 2. Badania mikro- i nanotwardości kompozytów betonowych

Twardość jest charakterystyką, która świadczy o odporności na działanie obciążeniem skupionym. Wartość tego parametru wyznaczana jest jako iloraz siły przekazywanej poprzez specjalny wgłębnik, który umieszczany jest w materiale do powierzchni jego odcisku. W zależności od struktury materiału i skali odniesienia wykorzystywanych jest kilkanaście typów wgłębników, których przegląd przedstawiono w pracach [7,8]. Badania twardości są realizowane na różnych poziomach obserwacji począwszy od skali makro, poprzez mikro, aż do oceny nanotwardości materiałów.

Pierwsze próby badań mikrotwardości betonu były podejmowane już ponad 50 lat temu przez badaczy rosyjskich, np. [9]. Wyniki przedstawione w [9] pozwoliły na ustalenie, że w dużej bliskości od sztywnego ziarna kruszywa mikrotwardość przyjmuje relatywnie duże wartości zbliżone do wyników uzyskiwanych w matrycy oddalonej od inkluzji o ponad 50 $\mu$ m, po czym następuje gwałtowny spadek jej wartości. Potwierdzeniem przedstawionych w [9] rozkładów mikrotwardości na długości ITZ były badania w obszarach styku zbrojenia z matrycą cementową w elementach fibrobetonowych [10] i żelbetowych [11], oraz zaprezentowane w 2013 r. rezultaty badań mikrotwardości w strefie ITZ betonów z dodatkami mineralnymi [12,13]. Na podstawie wcześniejszych eksperymentów możliwe jest z dużym przybliżeniem wyodrębnić w obszarze ITZ trzech stref mikrotwardości różniącymi się między sobą wyraźnie wynikami badań. Są to: strefa I znajdująca się w najbliższym sąsiedztwie ziarna kruszywa, bądź zbrojenia, tzn. 0-10 $\mu$ m, strefa II w odległości 10-50  $\mu$ m, strefa III oddalona od ziarna kruszywa o ponad 50 $\mu$ m.

W trakcie realizacji tradycyjnych badań mikrotwardości istotnym problemem jest ustalenie dokładnych wymiarów odcisku powstałego po umieszczeniu wgłębnika

w materiale. Trudności wynikające z oceny miejsca odcisku były prawdopodobnie jedną z głównych przyczyn, która spowodowała znaczące ograniczenie wykonywania tego typu badań po wstępnych eksperymentach przeprowadzonych przez autorów pracy [9].

Ponowne zainteresowanie tymi zagadnieniami nastąpiło z końcem XX. i na początku XXI. wieku wraz z rozwojem nowoczesnych technik indentacji, które znacząco różniły się od typowych prób twardości [11,14]. Wyraźny postęp w zakresie oceny mikro- a nawet nanomechanicznych właściwości materiałów możliwy był głównie dzięki zastosowaniu nowych urządzeń, które pozwalały na ciągły pomiar siły i przemieszczenia w trakcie trwania procesu indentacji. Metoda Depth-Sensing Indentation (DSI) wyklucza występowanie problemów związanych z identyfikacją wymiarów odcisku po umieszczeniu wgłębnika, gdyż pozwala na wyznaczenie właściwości badanego materiału nawet w przypadku, gdy uzyskane pole odcisku, nie nadaje się do pomiaru jego powierzchni w sposób konwencjonalny. Przebieg badania, zasady pomiaru i graficzną interpretację procesu indentacji podano w pracy [15]. Badanie przy pomocy techniki DSI, polega na ciągłym zapisie parametrów pracy urządzenia takich jak: przyrost siły i przemieszczenie wgłębnika najczęściej w formie wykresów, które obejmują trzy fazy eksperymentu: obciążenie, podczas którego wgłębnik jest umieszczany w materiale przy założonej prędkości wciskania aż do osiągnięcia zadanej siły maksymalnej, zablokowanie wgłębnika w materiale przez założony czas paazy, powolne odciążenie wgłębnika. Sukcesywne śledzenie procesu indentacji w funkcji siły normalnej pozwala na ustalenie zależności graficznej, na podstawie której można m.in. ocenić: rodzaj materiału poddanego analizie, np.: kruszywo, matryca, włókno zbrojeniuowe [16], poprawność przeprowadzenia badania poprzez analizę wykresu indentacji [17], rodzaj fazy betonu, która była badana, np. CH, C-S-H [18]. Ponadto w przypadku zastosowania metody DSI w badaniach betonu możliwe jest ustalenie takich parametrów materiałowych jak: wytrzymałość, moduł sprężystości i pełzanie, np. [11,15,19,20].

Do badań mikrotwardości matrycy cementowej najczęściej wykorzystywany jest wgłębnik Vickersa. Metodę pomiaru mikrotwardości betonu szczegółowo opisano w [21]. Eksperymenty tego typu mogą służyć do ustalania zależności między mikrotwardością a parametrami betonu lub zaczynu [7,21], bądź wyznaczania odporności na pękanie  $K_{Ic}$ . Na podstawie statystycznego rozkładu wyników mikrotwardości możliwa jest również klasyfikacja w matrycy faz C-S-H w zależności od ich gęstości [22].

Analizy mające na celu identyfikację jakościową i ilościową składników mikrostruktury betonów prowadzone są również z wykorzystaniem metod nanoindentacji. Pozwalają one, podobnie jak w przypadku prób wgłębnikiem Vickersa [22] na rozróżnienie typów C-S-H w zależności od ich gęstości i sztywności [17,23,24], czy wyodrębnienie kilku różnych rodzajów faz w betonie [25]. Możliwe jest również tworzenie map rozkładu badanych parametrów, np. nanotwardości co może być szczególnie pomocne w analizach ITZ [26]. Ogólne założenia dotyczące badania nanotwardości materiałów przedstawił A.C. Fischer-Cripps [27]. W badaniach nanotwardości betonu jednym z powszechniej używanych jest wgłębnik Berkovicha [16-18,20,23-25]. Na rys. 2 pokazano widok wgłębnika z przewidywaną powierzchnią kontaktu. Pozostałe charakterystyki geometryczne wgłębnika Berkovicha przedstawiono w pracy [27].

Z uwagi na wymiary ITZ badania tej strefy z wykorzystaniem metod nanoindentacji okazują się optymalnym rozwiązaniem. Eksperymenty takie wymagają jednak użycia specjalistycznego sprzętu oraz zachowania odpowiednich procedur dotyczących: przygotowania próbek, wyboru miejsc do badań i przeprowadzenia pomiarów. Urządzenie do przeprowadzenia prób nanotwardości powinno umożliwiać stały pomiar siły w zakresie do 10 N oraz przemieszczenie w zakresie do 50  $\mu\text{m}$  z rozdzielczością wynoszącą 1mN dla siły

i 2nm dla przemieszczenia. Typowy zakres obciążeń w przypadku badania ITZ wynosi od 20 do 50 mN [7,14]. Ustalając dobór siły w badaniach nanotwardości trzeba mieć na uwadze, że skoro planowane jest wykonanie kilku odcisków w przestrzeni ITZ, której grubość wynosi mniej więcej 50 $\mu$ m, to rozmiar pojedynczego odcisku nie powinien przekroczyć 10-15  $\mu$ m. Ponadto aby nie dopuścić do wzajemnego oddziaływania pomiędzy kolejnymi próbami wymagane jest zachowanie odpowiedniej odległości między odciskami, która równa jest co najmniej dwukrotnej długości przekątnej odcisku.

### 3. Badania własne

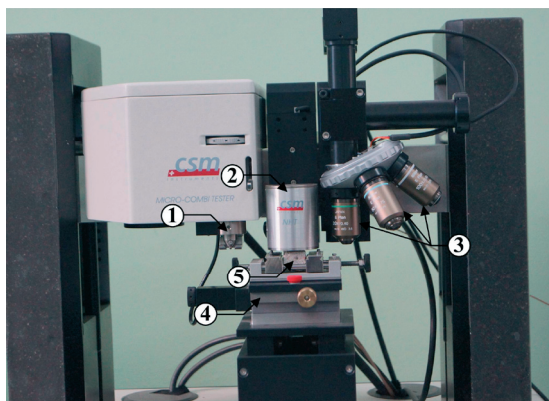
Podczas studiów literaturowych napotkano na dwie publikacje dotyczące badania ITZ w betonach z dodatkiem krzemionkowych FA metodami indentacji [12,28]. W pracy [28] oceniano procentowy wpływ tego substytutu spoiwa (w ilości od 20 do 60%) na parametry strefy stykowej badane w różnych okresach czasowych, natomiast artykuł [12] prezentuje wyniki badań betonów wysokowartościowych z dodatkiem FA o różnych wskaźnikach w/c. Z wniosków przedstawionych w tych pracach wynika, że FA podnosi jednorodność matrycy w strefie styku kruszywa z zaczynem [12], natomiast najwyższe wskaźniki twardości we wszystkich okresach dojrzewania występują gdy ilość mikrowypełniacza wynosi 20% [28]. Obydwie z powyższych prac [12,28] dotyczą testów z wykorzystaniem wglębniaka Vickersa, a więc badań mikrotwardości.

Celem badań własnych było przeanalizowanie zmian nanotwardości w obszarach ITZ pomiędzy kruszywem a zaczynem cementowym w betonach zwykłych oraz modyfikowanych dodatkiem krzemionkowych FA. Podobnie jak w przypadku wcześniejszych eksperymentów [2,3] badania przeprowadzono na trzech rodzajach betonów różniących się między sobą ilością dodatku FA: bez dodatku FA (FA-00), z 20% dodatkiem FA (FA-20) i z 30% dodatkiem FA (FA-30). Do wykonania mieszanek zastosowano: cement portlandzki CEM I 32,5 R, kruszywo żwirowe o uziarnieniu do 8 mm, piasek kopalny, oraz krzemionkowy FA i plastyfikator. Wszystkie mieszanki miały taki sam wskaźnik wodno - spoiwowy w/s = 0,4. Szczegółowe ilości materiałów, które zastosowano do wykonania mieszanek podano w pracy [3], natomiast średnie wartości (z 6 pomiarów) parametrów wytrzymałościowych i mechaniki pękania analizowanych betonów zestawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Charakterystyki mechaniczno - wytrzymałościowe analizowanych betonów

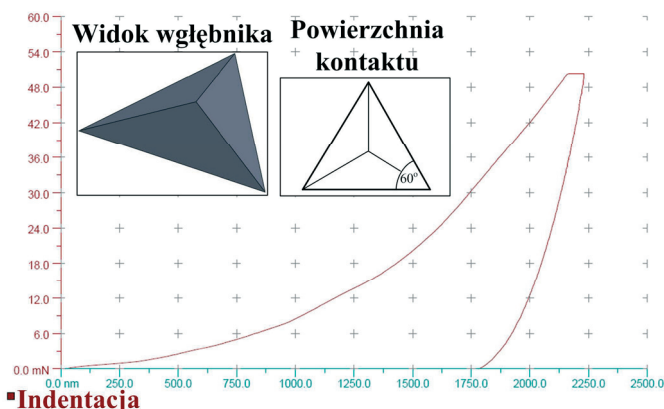
Seria betonu	Analizowany parametr				
	$f_{cm15}$ [MPa]	$f_{cm}$ [MPa]	$K_{Ic}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_{IIc}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]	$K_{IIIc}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]
FA-00	47,51	3,58	1,06	4,24	2,49
FA-20	48,96	3,36	1,09	4,39	2,60
FA-30	45,10	3,27	0,93	3,65	2,14

Do badań nanotwardości betonu wykorzystano kompaktową platformę szwajcarskiej firmy CSM Instruments (rys.1). W korpusie urządzenia pokazanym na rys.1 znajduje się wglębniak Vickersa (1) i Berkovicha (2), oraz zestaw trzech lunet o powiększeniach: 5, 20 i 50x (3). Lunety służą do wyboru miejsca do badań na próbce (5), która jest umieszczana na stoliku urządzenia o wymiarach 120x20 mm (4). Nanowglębniak Berkovicha charakteryzuje się następującymi parametrami: maksymalna wartość siły 500 mN przy rozdzielczości 0,04  $\mu$ N, maksymalna głębokość odcisku 20 $\mu$ m przy rozdzielczości 0,04 nm.



Rys. 1. Urządzenie do badania mikro- i nanotwardości (opis w tekście)

Eksperymenty przeprowadzono przy zastosowaniu techniki DSI opisanej w [15]. Rejestrowany automatycznie pomiar obejmował: umieszczenie węglownika w próbce do momentu osiągnięcia maksymalnej założonej siły równej 50 mN, utrzymanie węglownika przez 10s, oraz odciążenie. Zarówno przy obciążeniu jak i odciążeniu przyrost i spadek siły wynosił 100 mN/min. Materiał do badań pobrano z kostek, wykorzystanych wcześniej do oceny odporności betonów na pęknięcie [3]. Z sześciątów wycięto tzw. zglądy o wymiarach: 20x20x10 mm. Następnie wybierano próbki z takimi obszarami gdzie występowały duże ziarna kruszywa grubego z przyległymi ITZ. Chcąc dokładnie przeanalizować rozkłady nanotwardości ustalono, że próby będą wykonywane w każdej z III wyszczególnionych stref ITZ (por. p. 2) oraz w matrycy. Założono że nanotwardość będzie badana w następujących odległościach od ziarna kruszywa: 5, 25, 50, 100 i 150  $\mu\text{m}$ . Dzięki lunetom (rys. 1) możliwe było dokładne zaplanowanie miejsca wykonania testu, a potwierdzeniem poprawności wyboru były zdjęcia z pomiarami odległości wykonywane po zakończonym badaniu. Ponieważ badany materiał był miejscami porowaty i heterogeniczny testy wymagały częstych powtórzeń, a poprawność uzyskanych wyników oceniano m.in. analizując kształt krzywych z indentacji [18-20] (rys. 2). Na podstawie pomiaru głębokości na jaką wciśnięty został węglownik w próbkę przy sile maksymalnej, a w konsekwencji znając powierzchnię jego odcisku [15] program dołączony do urządzenia sam wyznaczał nanotwardość i przedstawiał wyniki wraz z wykresami (rys. 2) w formie raportów. Ostateczne wartości uzyskane z badań dla każdego punktu w obszarze ITZ stanowiły średnią z 12 pomiarów.



Rys. 2. Przykładowy wykres indentacji i geometria węglownika Berkovicha

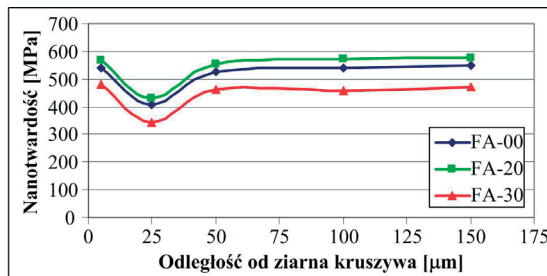


#### 4. Wyniki badań i ich analiza

Tabela 2. Nanotwardość w obszarze warstw stykowych analizowanych betonów

Seria betonu	Nanotwardość [MPa]				
	HB5 ± δ; ν	HB25 ± δ; ν	HB50 ± δ; ν	HB100 ± δ; ν	HB150 ± δ; ν
FA-00	542 ± 30 ; 8,9	407 ± 35 ; 9,7	525 ± 28 ; 9,2	541 ± 31 ; 9,4	548 ± 30 ; 9,3
FA-20	568 ± 32 ; 9,5	431 ± 38 ; 11,6	555 ± 32 ; 10,4	570 ± 35 ; 10,8	576 ± 35 ; 10,5
FA-30	480 ± 35 ; 10,7	344 ± 45 ; 12,8	462 ± 40 ; 11,9	458 ± 42 ; 12,1	473 ± 40 ; 11,6

W tabeli 2 zestawiono średnie wartości HB w strefie ITZ wraz z rozrzutami wyników - δ i współczynnikami zmienności - ν [%]. W każdym z analizowanych punktów najwyższe wartości HB odnotowano dla betonu FA-20, natomiast najniższe dla FA-30. Z wyjątkiem betonu FA-30 we wszystkich pozostałych seriach maksima HB występowały w odległości 150 μm od ziaren kruszywa, natomiast minimalne odczyty zanotowano w odległości 25 μm od inkluzji. Uzyskane wartości mieściły się w przedziale od 290 do 620 MPa i charakteryzowały się stosunkowo wysokimi parametrami δ i ν, na co zwrócono również uwagę w innych pracach [8,22]. Na podstawie analizy rozrzutów wyników badań stwierdzono, że największe odchylenia od średniej występowały w betonach z 30% dodatkiem FA, a najmniejsze w kompozytach serii FA-00. We wszystkich betonach maksymalne rozrzuty występowały w wynikach HB25 co może świadczyć, iż ta strefa matrycy jest najbardziej heterogeniczna, a w przypadku betonu FA-30 jej struktura charakteryzuje się również niską gęstością [22]. Na rys. 3 pokazano porównanie rozkładów nanotwardości na długości ITZ dla wszystkich serii betonów. Są one podobne do wyników prezentowanych w innych pracach [9-13] i pokazują, że duże wartości HB odnotowano przy styku kruszywa z matrycą (co jest prawdopodobnie spowodowane wiązaniami, które występują w poprzek ITZ [14]), oraz poza strefą ITZ w odległości 50, 100 i 150 μm od kruszywa. Bardzo zbieżne tendencje w rozkładach HB występują w betonach FA-00 i FA-20, natomiast nieco inaczej wygląda wykres dla FA-30. W przypadku betonu zwykłego i z dodatkiem 20% FA w odległości 50 μm od granicy z kruszywem następuje sukcesywny wzrost HB matrycy i w najbardziej oddalonym z analizowanych punktów wyniki HB przyjmują najwyższe wartości. W przypadku FA-30 w odległości 50-100 μm widoczny jest jeszcze nieznaczny spadek HB, po czym następuje jego wzrost. Mimo to w przypadku dodatku 30% FA HB jest najwyższa w odległości 5 μm od ziarna kruszywa a nie tak jak w pozostałych betonach 150 μm. Na podstawie rys. 3 można stwierdzić, że prawdopodobnie obszar ITZ w betonach FA-00 i FA-20 wynosi około 50 μm, natomiast większa ilość dodatku powoduje wzrost grubości tej strefy i pogorszenie jej parametrów mechanicznych. Ponieważ parametry ITZ w istotny sposób rzutują na właściwości wytrzymałościowe betonu uzyskane wyniki potwierdzają rezultaty wcześniejszych eksperymentów (tab. 1) [2,3].



Rys. 3. Rozkłady nanotwardości w strefie warstw stykowych analizowanych betonów

## 5. Wnioski

Wnioski z przeprowadzonych badań są następujące:

1. Dodatek FA do betonu modyfikuje mikrostrukturę ITZ.
2. Najbardziej heterogeniczna strefa ITZ o najniższej nanotwardości, występuje w odległości 25  $\mu\text{m}$  od ziarna kruszywa.
3. W całym obszarze ITZ dodatek 20% FA powoduje kilkuprocentowy wzrost nanotwardości, natomiast dodatek 30% FA wyrażny kilkunastoprocentowy jej spadek.
4. Grubość ITZ wynosi: w betonach FA-20 około 50 $\mu\text{m}$ , w betonach FA-30 ponad 50 $\mu\text{m}$ .
5. Istnieje związek pomiędzy wartościami HB uzyskanymi w strefie ITZ, a parametrami mechaniki pękania betonów modyfikowanych dodatkiem FA.

## Literatura

- 1 Giergiczny Z., Małolepszy J., Szwabowski J., Śliwiński J. CEMENTY z dodatkami mineralnymi w technologii betonów nowej generacji. Instytut Śląski Sp. z o.o., Opole 2002.
- 2 Golewski G.L. Analiza odporności na pęknięcie, przy trzecim modelu pęknięcia betonów z dodatkiem popiołów lotnych. *Budownictwo i Architektura* 12 (3) (2013) 145-152.
- 3 Golewski G.L., Sadowski T. An analysis of shear fracture toughness  $K_{IIc}$  and microstructure in concretes containing fly-ash. *Construction and Building Materials* 51 (2014) 207-214.
- 4 Brandt A.M. Wpływ warstwy przejściowej na właściwości mechaniczne betonów wysokowartościowych (BWW). II Konferencja Naukowo-Techniczna MATBUD'98, Kraków-Mogilany 1998, 21-30.
- 5 Barnes, B.D., Diamond, S., Dolch W.L. The contact zone between Portland cement paste and glass "aggregate" surfaces. *Cement and Concrete Research* 8 (1978) 233-243.
- 6 Zimbelmann R.A. Contribution to the problem of cement-aggregate bond. *Cement and Concrete Research* 15 (1985) 801-808.
- 7 Brandt A.M., Kasperkiewicz J. (red.) Metody diagnozowania betonów i betonów wysokowartościowych na podstawie badań strukturalnych. IPPT PAN, Warszawa 2003.
- 8 Kasperkiewicz J., Sobczak M. O możliwości oceny wytrzymałości betonu na podstawie badania mikrotwardości. *Cement Wapno Beton* 3 (2004) 138-142.
- 9 Lyubimova T.J., Pinus E.R. Crystallization processes in the contact zone between aggregate and matrix in the cement concrete. *Kolloidnyi Zhurnal* 24 (5) (1962) 578-587 (in Russian).
- 10 Wei S., Mandel J.A., Said S. Study of the interface strength in steel-fiber reinforced cement-based composites. *ACI Journal* 83 (1986) 597-605.
- 11 Zhu W., Bartos P.J.M. Application of depth-sensing microindentation testing to study of interfacial transition zone in reinforced concrete. *Cement and Concrete Research* 30 (2000) 1299-1304.
- 12 Wang G., Kong Y., Sun T., Shui Z. Effect of water-binder ratio and fly ash on the homogeneity of concrete. *Construction and Building Materials* 38 (2013) 1129-1134.
- 13 Duan P., Shui Z., Chen W. Shen Ch. Effects of metakaolin, silica fume and slag on pore structure, interfacial transition zone and compressive strength of concrete. *Construction and Building Materials* 44 (2013) 1-6.
- 14 Igarashi S., Bentur A., Mindess S. Microhardness testing of cementitious materials. *Advanced Cement Based Materials* 4 (1996) 48-57.
- 15 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* 7 (1992) 1564-1583.
- 16 Wang X.H., Jacobsen S., He J.Y., Zhang Z.L., Lee S.F., Lein H.L. Application of nanoindentation testing to study of the interfacial transition zone in steel fiber reinforced mortar. *Cement and Concrete Research* 39 (2009) 701-715.
- 17 Mondal P., Shah S.P., Marks L.D. Nanoscale characterization of cementitious materials. *ACI Materials Journal* 105 (2008) 174-179.

- 18 Xiao J., Li W., Sun Z., Lange D.A., Shah S.P. Properties of interfacial transition zone in recycled aggregate concrete tested by nanoindentation. *Cement and Concrete Composites* 37 (2013) 276-292.
- 19 Trik P., Bartos P.J.M. Micromechanical properties of cementitious composites. *Materials and Structures* 32 (1999) 388-393.
- 20 Velez K., Maximilien S., Damidot D., Fantozzi G., Sorrentino F. Determination by nanoindentation of elastic modulus and hardness of pure constituents of Portland cement clinker. *Cement and Concrete Research* 31 (2001) 555-561.
- 21 Glinicki M.A., Kasperkiewicz J., Sobczak M., Zieliński M. Badanie mikrotwardości betonu za pomocą węgelnika Vickersa. 49 Konferencja Naukowa KILiW PAN i KN PZITB, Warszawa-Krynica 2003, t. III, 139-146.
- 22 Glinicki M.A., Krzywobłocka-Laurów R., Ranachowski Z., Dąbrowski M., Wołowicz J. Analiza mikrostruktury betonów modyfikowanych dodatkiem popiołów lotnych wapiennych. *Drogi i Mosty* 2 (2013) 173-189.
- 23 Constantinides G., Ulm F.-J. The effects of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials: Results from nanoindentation and micromechanical modeling. *Cement and Concrete Research* 34 (2004) 67-80.
- 24 Mondal P., Shah S.P., Marks L. A reliable technique to determine the local mechanical properties at the nanoscale for cementitious materials. *Cement and Concrete Research* 37 (2007) 1440-1444.
- 25 Sorelli L., Constantinides G., Ulm F.-J., Toutlemonde F. The nano-mechanical signature of Ultra High Performance Concrete by statistical nanoindentation techniques. *Cement and Concrete Research* 38 (2008) 1447-1456.
- 26 Zhu W., Hughes J.J., Bicanic N., Pearce Ch.J. Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks. *Materials Characterization* 58 (2007) 1189-1198.
- 27 Fischer-Cripps A.C. *Nanoindentation*. Second Edition. Springer - Verlag, New York, LLC 2010.
- 28 Wang Z.-J., Wang Q., Wei Y.-F. Effects on mineral admixtures and superplasticizers on micro-hardness of aggregate-paste interface in cement concrete. *Journal of Shanghai Jiaotong University (Science)* 17 (5) (2012) 629-634.

## The Application of Berkovich nanoindenter to the study of interfacial transition zone in concretes containing fly-ash

Grzegorz L. Golewski

*Department of Civil Engineering Structures, Faculty of Civil Engineering and Architecture,  
Lublin University of Technology, e-mail: g.golewski@pollub.pl*

**Abstract:** The paper presents the results of nanohardness (HB) in the Interfacial Transition Zones (ITZ) of concretes with the addition of 0, 20 and 30% siliceous fly ashes (FA). A compact platform CSM Instruments was used in the testing. An area in the ITZ of coarse aggregates with paste was analysed in the five measurement points during the experiments, i.e. at the distance of: 5, 25, 50, 100 and 150  $\mu\text{m}$  from the grain boundary. The indents in concrete were created by Berkovich indenter using DSI technique. Analysis of the results revealed that the 20% additive of FA causes a few percent increase in nanohardness, while 30% FA additive leads to between ten and twenty percent drop of HB. On the basis of nanohardness distributions in particular concretes, it was found that the most heterogeneous one is the ITZ zone within the distance of 25  $\mu\text{m}$  from the aggregate grain.

**Keywords:** concrete, fly ash, interfacial transition zone, nanohardness