## 4. ENSAYOS REALIZADOS

## 4.1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Una vez hemos explicado la fabricación de las distintas probetas, pasamos a detallar los ensayos realizados con el fin de evaluar la durabilidad del hormigón con lodos.

Estos ensayos nos tienen que permitir hacer una evaluación sobre la posibilidad y la conveniencia o no de utilizar los lodos secos de depuradora como un constituyente más en el hormigón, desde el punto de vista de la durabilidad y, en su caso, estimar la cantidad máxima de lodo que se puede añadir sin que las propiedades del hormigón empeoren excesivamente.

Para valorar la durabilidad del hormigón con adición de lodo hemos realizado los siguientes ensayos:

- Ataque por agua de mar
- Ataque por sulfatos
- Ciclos de humedad-sequedad con agua potable
- Ensayo de estabilidad volumétrica por autoclave
- Ensayo de carbonatación

A partir de las definiciones de durabilidad que nos dan la A.C.I. (American Concrete Institute) y la A.S.T.M. (American Society for Testing and Materials) explicaremos de qué se trata y cuáles son los factores más importantes que la determinan [23]:

- A.C.I.: Capacidad de resistir la acción de los agentes atmosféricos, ataques químicos, abrasión o cualquier proceso de deterioro.
- A.S.T.M.: El funcionamiento seguro de una estructura o parte de ella durante la vida prevista en el proyecto.

La vida prevista o vida útil es el período en el que una estructura cumple sus requisitos funcionales, exigidos a un cierto nivel establecido con anterioridad, sin costes inesperados de mantenimiento y reparación.

Si el tiempo es suficientemente largo, la vida útil equivale a la durabilidad.

La aptitud del hormigón para resistir depende de su capacidad en limitar los intercambios con el exterior.

De las tres fases que encontramos en el hormigón (pasta, árido y medio intersticial), la formación de un nuevo sólido en el hormigón se produce en el medio intersticial (capilares, etc.) Por esto, la composición y los transportes en esta solución intersticial de los capilares es decisiva para la durabilidad.

Los parámetros más importantes que nos condicionan son:

- Porosidad fundamental: Los poros importantes son aquellos que están interconectados, porque a través de estos es posible el transporte de líquidos, sustancias disueltas y gases.
- Distribución tamaños de poros: La distribución de tamaños de poros influye de manera decisiva en el tipo y velocidad de los mecanismos de transporte.

Por tanto, los poros que son importantes en lo que se refiere a la durabilidad del hormigón son los macroporos y los poros capilares.

Los microporos no tienen importancia en intercambios ni en transporte, por tanto, no afectan a la durabilidad del hormigón.

La adición de lodos provoca un aumento en la porosidad del hormigón, por lo que cabe esperar que el hormigón presente peores condiciones de durabilidad conforme aumente su contenido en lodos.

Una vez definida la durabilidad y qué factores la condicionan, pasamos a describir los ensayos realizados.

## 4.2. ENSAYOS EN INMERSIÓN

## 4.2.1. Introducción y descripción de los ciclos

En tres de los cinco ensayos de durabilidad realizados se ha seguido un procedimiento muy parecido. Estos ensayos son:

- Ataque por agua de mar
- Ataque por sulfatos
- Ciclos de humedad-sequedad con agua potable

La característica común de estos ensayos es que en los tres las probetas sufren los mismos ciclos de humedad-sequedad aunque en cada caso la disolución en la que se sumergen es distinta.

Para evaluar la durabilidad de estas probetas se han ido efectuando mediciones cada 28 días del peso de las mismas para ver su variación en el tiempo y poder detectar posibles alteraciones en el hormigón.

En un primer momento, se pensó en realizar ciclos de 7 días (5 días con las probetas sumergidas y 2 días con las probetas secándose a temperatura ambiente alternativamente). Pero se creyó conveniente, para conseguir una buena saturación de las probetas, que antes de pesar las probetas éstas estuvieran más de 5 días sumergidas. Por este motivo, finalmente se optó por la realización de ciclos de 28 días. Estos ciclos incluyen las siguientes fases:

- 2 días secado
- 5 días sumergidas
- 2 días secado
- 5 días sumergidas
- 14 días sumergidas
- Control del peso sumergido y del peso saturado superficie seca

Estos ciclos de humedad-sequedad se empezaron después de 28 días de curado en la cámara húmeda (a 21 °C y una humedad relativa >95%). La duración de estos ciclos ha sido de 8 meses.

Como ya ha quedado explicado con anterioridad, se han utilizado doce probetas en cada ensayo.

Para mantenerlas sumergidas se ha usado un recipiente de plástico de 50x35 cm y 30 cm de altura. Se ha procurado mantener constante el nivel de líquido, con un recubrimiento de 3 cm de altura de agua por encima de la cara superior de las probetas, durante los 8 meses que han durado los ensayos. Para reducir la evaporación y evitar la posible caída o vertido de sustancias ajenas a nuestros ensayos se dispuso una tapa no hermética en cada una de las cajas.



Foto 4.1: Disposición de las probetas sumergidas

El peso de las probetas se ha medido mediante una balanza que tiene una precisión de 0,1g. Se ha tomado el peso saturado con superficie seca y el peso sumergido. Para el secado de las probetas se ha utilizado una toalla previamente humedecida para que el secado sea lo más homogéneo posible y evitar que el secado de las primeras sea mayor que el de las últimas por el hecho de que probeta tras probeta la propia toalla se vaya saturando de agua.

Para la medida del peso sumergido, se ha utilizado la misma balanza pero colocando un cesto que cuelga de la balanza y que queda parcialmente sumergido en agua donde colocaremos las probetas a pesar. Cabe comentar la conveniencia de que el nivel de agua del recipiente que contiene el agua donde se sumerge el cesto sea siempre el mismo, porque en caso contrario las mediciones sufren alteraciones comprobadas de hasta  $\pm$  4 gramos. Estas alteraciones son especialmente importantes en nuestro caso dado que estamos midiendo una evolución en la que no se esperan variaciones demasiado grandes y, por tanto, se requiere de una elevada precisión.

Después de los 8 meses, se rompieron las probetas para medir su resistencia a compresión.

A continuación presentamos los resultados obtenidos en cada uno de los ensayos así como una descripción de las distintas disoluciones utilizadas en cada uno de ellos. Al final de este capítulo comparamos las resistencias a compresión obtenidas después de los 8 meses.



Foto 4.2: Balanza utilizada para la medida del peso de las probetas

## 4.2.2. Ataque por agua de mar

# 4.2.2.1. Introducción

El ambiente marino representa una prueba muy dura de durabilidad para las estructuras de hormigón porque están expuestas simultáneamente a la combinación de muchos factores. En la Normativa Española de Hormigón Estructural (EHE), la exposición al medio marino está clasificada como ambiente agresivo tipo III.

Los principales componentes de la agresión en los hormigones en medio marino son [24]:

- <u>Factores químicos</u>: Diferentes iones que pueden afectar los componentes del hormigón endurecido.

- <u>Factores geométricos</u>: Las fluctuaciones del nivel de mar pueden provocar que una parte del hormigón esté siempre sumergida o sometida a alternancias inmersiónemersión.
- Factores físicos: Hielo-deshielo. La temperatura activa las reacciones.
- <u>Factores mecánicos</u>: Energía cinética del oleaje y de los materiales sólidos transportados. Producen fisuración y erosión.

Estos diferentes factores podrían ir acompañados también por factores biológicos.

El tipo y grado de ataque al hormigón en ambientes marinos depende de las condiciones de exposición. Se consideran cuatro zonas de exposición por durabilidad [24]:

- Zona de atmósfera marina: El hormigón no se moja, pero está expuesto a la brisa y humedad del agua marina, que están cargados de las sales que hay en el agua de mar.
- Zona de salpicadura: Zona por encima de la marea alta, sujeta a la humectación procedente del oleaje y la espuma.
- <u>Zona de mareas</u>: Zona comprendida entre los niveles de marea alta y baja. Está sometida al impacto del oleaje y al efecto inmersión-emersión.
- Zona sumergida: Zona por debajo del nivel de marea baja, donde el hormigón está constantemente sumergido.

El deterioro en las diferentes zonas de exposición viene dado por diversas causas [24]:

## - Zona de atmósfera marina:

Fisuración debida a la corrosión del acero

Fisuración debida a los procesos de hielo-deshielo

## Zona de salpicadura:

Fisuración debida a los procesos de hielo-deshielo.

Efecto de abrasión por el oleaje.

# Zona de mareas:

Fisuración debida a los procesos de hielo-deshielo

Procesos físicos de abrasión debida a la acción del oleaje, arena, grava y hielo flotante.

Descomposición química del cemento hidratado

Crecimiento biológico

# - Zona sumergida:

Descomposición química del cemento hidratado:

Ataque del CO<sub>2</sub>

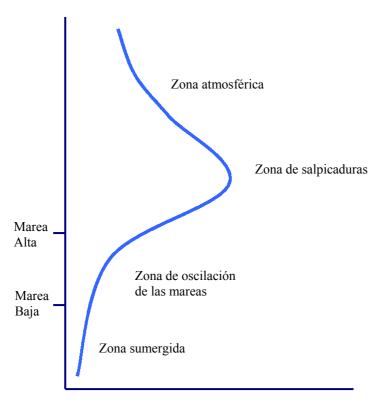
Ataque del ión Mg

Ataque de sulfatos  $(SO_4^{2-})$ 

Crecimiento biológico

El gráfico 4.3 nos indica, de una manera orientativa, como varia el riesgo de corrosión según la zona de exposición.

Gráfico 4.3: Riesgo de corrosión en función del tipo de exposición marina



Riesgo de Corrosión

En nuestro ensayo, los únicos fenómenos de deterioro que se simulan son los de descomposición química del cemento hidratado. Los componentes agresivos del agua de mar son: CO<sub>2</sub>, MgCl<sub>2</sub> y MgSO<sub>4</sub>. El dióxido de carbono reacciona con el Ca(OH)<sub>2</sub> produciendo bicarbonato cálcico. El dióxido de carbono puede reaccionar también con el monosulfoaluminato de calcio y destruir el principal compuesto que proporciona resistencia para formar aragonita. Aunque el MgCl<sub>2</sub> y los sulfatos se encuentren en pequeñas cantidades pueden ocasionar también reacciones perjudiciales. Estos compuestos reaccionan con el Ca(OH)<sub>2</sub>, produciendo CaCl<sub>2</sub> soluble o yeso. El cloruro de sodio en el agua de mar tiene una

fuerte influencia en la solubilidad de bastantes componentes. El lavado de ellos produce un debilitamiento del hormigón. El sulfato de magnesio puede reaccionar también con el monosulfoaluminato de calcio en presencia del Ca(OH)<sub>2</sub> para formar etringita; la velocidad de esta reacción puede disminuir en presencia de NaCl y puede no suceder si el Ca(OH)<sub>2</sub> es convertido antes por el CO<sub>2</sub> en carbonato.

El cloroaluminato de calcio raramente se forma en el agua de mar porque, en presencia de sulfatos, la etringita es la fase que prevalece. La formación de etringita afecta la durabilidad del hormigón en agua marina en presencia de cementos con un contenido mayor del 3% de C<sub>3</sub>A [25].

El agua de mar utilizada se ha obtenido de la playa de Badalona (Mar Mediterráneo). Su caracterización química queda representada en la tabla 4.4

$SO_3^{2-}$	2,41 g/l
C1 <sup>-</sup>	20,71 g/l
Ca <sup>2+</sup>	0,45 g/l
$Mg^{2+}$	1,37 g/l
Na <sup>+</sup>	11,5 g/l
рН	8,08

Tabla 4.4: Caracterización del agua de mar

Al disponer de una cantidad limitada de agua de mar, no se procedió a cambiar el agua después de cada ciclo ya que tampoco se creyó que fuera relevante. Se optó por realizar el cambio de agua solamente dos veces a lo largo de todo el ensayo.

# 4.2.2.2. Resultados obtenidos

En las tablas que se presentan a continuación está representada la evolución del peso de las distintas probetas. Hay 12 filas, 1 para cada probeta y 8 columnas que cada una de ellas representa el peso después de cada uno de los 8 ciclos.

Tenemos dos tablas, una para el peso sumergido (4.5) y otra para el peso saturado con superficie seca (4.6).

Tabla 4.5: Evolución del peso sumergido de las probetas sometidas a ataque por agua de mar

		1	2	3	4	5	6	7	8
	1	1432.0	1433.4	1425.1	1430.5	1436.0	1438.8	1440.1	1434.9
0%	2	1418.3	1419.2	1413.0	1419.7	1423.9	1428.3	1427.8	1422.9
	3	1410.0	1412.0	1405.3	1412.8	1417.0	1422.0	1421.2	1415.8
	1	1254.5	1254.8	1251.6	1256.5	1259.5	1261.5	1260.0	1254.4
2.5%	2	1256.0	1256.5	1251.7	1256.4	1260.8	1265.2	1263.1	1257.8
	3	1259.6	1260.0	1255.6	1260.2	1265.3	1267.4	1265.3	1259.5
	1	1206.4	1207.8	1202.5	1206.8	1212.9	1219.4	1217.6	1213.8
5%	2	1185.1	1185.9	1180.1	1184.1	1189.7	1193.8	1191.7	1187.3
	3	1203.8	1204.8	1197.9	1202.3	1209.5	1213.3	1210.9	1206.7
	1	1140.7	1140.8	1129.1	1134.5	1140.9	1153.4	1150.2	1147.2
10%	2	1156.6	1157.8	1147.1	1152.0	1157.7	1168.4	1165.5	1161.4
	3	1137.0	1138.2	1126.8	1131.7	1138.1	1151.0	1147.7	1143.7

Tabla 4.6: Evolución del peso saturado superficie seca de las probetas sometidas a ataque por agua de mar

		1	2	3	4	5	6	7	8
	1	2450.0	2451.0	2447.9	2450.2	2455.6	2456.0	2458.4	2453.9
0%	2	2434.0	2434.7	2432.5	2435.5	2438.8	2443.3	2443.1	2438.9
	3	2422.0	2422.5	2421.6	2425.5	2429.1	2432.6	2433.4	2429.3
	1	2256.2	2257.3	2257.8	2257.5	2260.7	2263.3	2262.1	2256.8
2.5%	2	2255.6	2255.9	2255.8	2256.4	2260.5	2263.2	2263.1	2258.3
	3	2262.2	2262.5	2263.5	2264.0	2268.3	2269.8	2268.9	2263.8
	1	2201.4	2202.2	2202.6	2202.8	2207.6	2213.3	2213.1	2208.9
5%	2	2181.0	2181.6	2181.5	2181.1	2186.2	2188.6	2188.6	2184.3
	3	2211.3	2212.1	2210.7	2210.6	2216.9	2221.2	2219.1	2215.0
	1	2131.2	2132.1	2127.4	2127.9	2131.4	2142.6	2142.0	2139.0
10%	2	2149.6	2149.8	2147.3	2147.4	2151.2	2160.2	2159.2	2155.3
	3	2132.3	2133.3	2129.7	2130.8	2133.2	2144.7	2143.9	2140.2

## 4.2.2.3. Análisis de los resultados

A partir de los resultados de las tablas, se han elaborado los siguientes gráficos en los que se representa la evolución del peso de las probetas. Para poder comparar los resultados de los distintos hormigones, hemos representado la variación en porcentaje sobre el peso inicial.

Como tenemos tres probetas de cada tipo de dosificación, hemos hecho la media de las tres medidas para la representación gráfica.

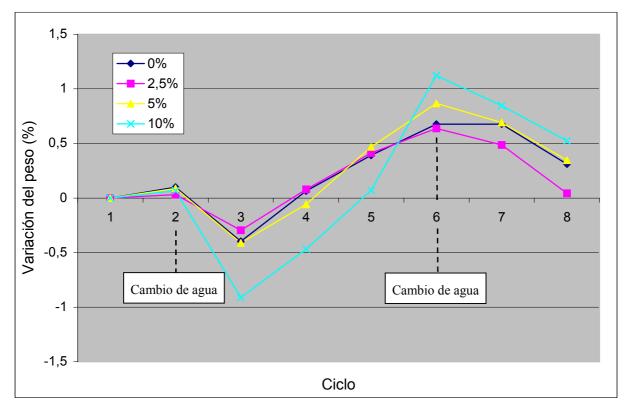


Gráfico 4.7: Variación relativa del peso sumergido medio de las probetas sometidas a ataque por agua de mar

En ambos gráficos podemos apreciar un comportamiento irregular en cuanto a la evolución del peso de las probetas, con variaciones de peso de signo contrario en ciclos consecutivos. Una posible explicación de este comportamiento es la superposición de varios procesos. Por un lado tenemos las reacciones de hidratación del hormigón que, en un hormigón normal, se produce hasta seis meses después de su fabricación, lo que produce un progresivo aumento de peso en las probetas durante este periodo. Por otro lado, tenemos el lavado y disolución de componentes solubles del hormigón, que ocasiona una pérdida de peso. Finalmente, es probable que se produzca la precipitación de sales del agua de mar en el interior de los poros del hormigón, que conllevaría un aumento de peso.

En los gráficos se ha indicado los instantes en los que se cambió el agua. Estos cambios no se realizaron después de cada ciclo debido a que, como ya hemos indicado anteriormente, el volumen de agua necesario hubiera sido muy elevado. En su lugar se optó por cambiar el

agua únicamente dos veces. Para mantener el nivel de agua, fue necesario añadir agua destilada debido a las pérdidas por evaporación que, en cualquier caso, no fueron excesivas.

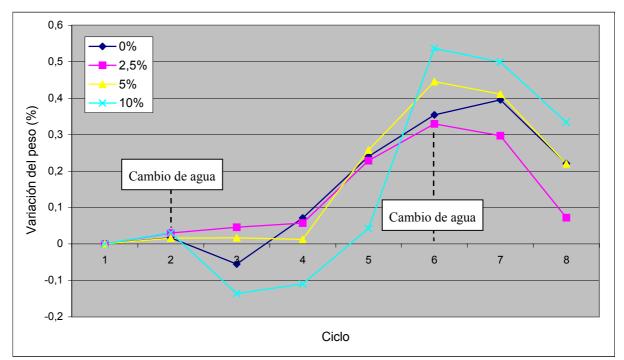


Gráfico 4.8: Variación relativa del peso saturado superficie seca de las probetas sometidas a ataque por agua de mar

Después de los ciclos 2 y 6, se observa una pérdida de peso clara en todos los hormigones. Esto es atribuible a que después de renovar el agua de mar en la que están sumergidas las probetas, se produce una mayor disolución de los componentes solubles del hormigón. A medida que pasa el tiempo el agua cada vez está más saturada y este fenómeno de disolución va perdiendo importancia y predominan los procesos de endurecimiento y precipitación de sales. Esto se observa claramente después del descenso del peso entre el segundo y el tercer ciclo. Sin embargo, después del sexto ciclo, no se produce este aumento de peso, ya que a estas edades, el endurecimiento ya se ha producido prácticamente en su totalidad y, probablemente, los poros ya están colmatados de sales.

A pesar de que no se aprecia claramente la influencia de la adición de lodos en este ensayo, parece que el hecho de que el hormigón con lodos sea más poroso acentúa los procesos de lavado del hormigón y precipitación de sales.

## 4.2.3. Ataque por sulfatos

## 4.2.3.1. Introducción

Probablemente, el ataque de los sulfatos constituya una de las formas más difundidas en el mundo de agresión química al hormigón.

Ámbitos propicios donde encontrar sulfatos:

- Se encuentran presentes en el suelo, particularmente en los arcillosos.
- Disuelto en el agua de las capas freáticas.
- En al agua de mar.
- Otra fuente de aporte la constituyen los ambientes de descomposición orgánica, en procesos anaerobios donde se forma H<sub>2</sub>S compuesto que puede transformarse posteriormente en ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) por acción bacteriológica.
- Ambientes urbanos o industrializados, con altos grados de polución ambiental (lluvia ácida).
- Puede formarse a partir de ciertos procesos biológicos que degradan lentamente al hormigón, incluso en aquellas estructuras que no se hallan en contacto directo con el suelo.

Los efectos negativos del ataque por sulfatos se atribuyen generalmente a la formación de etringita expansiva y yeso, que precipitan en el interior por un mecanismo de disolución-precipitación.

Los iones de sulfato que penetran en el hormigón tienen mayor afinidad para reaccionar con la portlandita (CH), que se forma como una de las fases principales del cemento durante el proceso de hidratación. Como resultado de esta reacción se forma yeso (CaSO $_4 \cdot 2H_2O$ ), según la siguiente reacción:

$$Ca(OH)_2 + Na_2SO_4 \cdot 10H_2O \rightarrow CaSO_4 \cdot 2H_2O + 2 NaOH + 8H_2O$$

El yeso así liberado reacciona con el aluminato tricálcico (C<sub>3</sub>A) formando etringita sulfoenriquecida e insoluble:

$$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + 3(\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) + 26 \text{ H}_2\text{O} \xrightarrow{\bullet} 3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$$

Para la realización de este ensayo se ha utilizado una disolución de sulfato de potasio (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) al 5%. Después de cada ciclo se ha procedido a la renovación de la disolución.

# 4.2.3.2. Resultados obtenidos

A continuación se representan los resultados experimentales obtenidos.

Tabla 4.9: Evolución del peso sumergido de las probetas sometidas a ataque por sulfatos

		1	2	3	4	5	6	7	8
	1	1426.0	1428.2	1436.9	1441.7	1440.2	1441.9	1443.2	1444.8
0%	2	1423.3	1429.1	1434.0	1438.4	1438.2	1439.0	1439.7	1441.0
	3	1421.4	1427.6	1432.3	1435.0	1435.6	1436.4	1437.0	1438.0
	1	1262.7	1265.7	1273.3	1280.3	1285.5	1287.0	1288.7	1289.8
2.5%	2	1237.4	1242.1	1248.7	1255.5	1259.1	1261.3	1263.4	1264.4
	3	1288.8	1291.9	1300.6	1306.8	1310.4	1310.6	1312.7	1313.9
	1	1206.0	1212.1	1218.5	1224.4	1233.9	1236.1	1238.6	1239.0
5%	2	1193.0	1200.1	1206.4	1213.8	1220.6	1222.4	1225.7	1225.5
	3	1184.1	1185.7	1198.6	1203.8	1213.1	1215.0	1218.7	1218.9
	1	1149.4	1155.4	1163.0	1169.7	1182.0	1184.1	1188.0	1186.7
10%	2	1120.4	1124.0	1135.2	1143.7	1157.4	1159.9	1164.8	1162.7
	3	1137.4	1145.9	1153.3	1161.8	1172.8	1173.8	1180.2	1177.6

Tabla 4.10: Evolución del peso saturado superficie seca de las probetas sometidas a ataque por sulfatos

		1	2	3	4	5	6	7	8
	1	2445.0	2448.0	2452.2	2455.8	2458.4	2460.0	2460.6	2462.6
0%	2	2436.7	2439.1	2444.2	2447.2	2449.9	2450.9	2451.8	2453.5
	3	2436.2	2439.0	2444.3	2447.0	2449.5	2449.5	2450.2	2451.8
	1	2270.0	2274.6	2279.1	2284.2	2291.4	2293.9	2293.8	2295.6
2.5%	2	2231.7	2234.5	2240.3	2245.4	2252.2	2253.8	2255.5	2257.4
	3	2297.7	2301.5	2306.3	2311.2	2316.5	2317.1	2318.5	2319.9
	1	2212.0	2216.4	2221.5	2226.8	2237.6	2238.7	2241.2	2240.4
5%	2	2188.6	2193.7	2198.8	2204.8	2213.6	2215.0	2219.1	2217.9
	3	2182.9	2188.2	2194.0	2199.8	2210.2	2210.4	2214.3	2214.7
	1	2141.8	2145.4	2149.6	2156.9	2169.5	2171.4	2175.0	2173.9
10%	2	2117.2	2123.1	2128.1	2135.7	2150.5	2152.4	2157.4	2155.2
	3	2128.2	2134.7	2140.8	2148.0	2160.3	2162.6	2167.3	2164.9

## 4.2.3.3. Análisis de los resultados

Los resultados obtenidos en este ensayo han sido los esperados. En todos los hormigones tenemos un aumento progresivo del peso de las probetas, aunque este aumento se produce cada vez a una velocidad menor. Este aumento de peso es debido a los cristales de sulfatos (principalmente cloroaluminatos y etringita) que se van formando y van cerrando los poros. Al ser el hormigón con lodos un material más poroso, los sulfatos pueden penetrar más fácilmente y se pueden producir más cristales antes que los poros lleguen a colmatarse.

Este aumento de peso, en una primera fase puede ser positivo, pero a largo plazo, pueden llegar a producirse presiones de cristalización que provocarían la fisuración del hormigón. Aunque esto es lo que ocurre con hormigones sin adición de lodos, habría que comprobar si sucede lo mismo con estos hormigones con lodos que son mucho más porosos y por tanto, tienen más capacidad para absorber estas presiones de cristalización. Por este motivo sería recomendable realizar un ensayo de estabilidad volumétrica para detectar posibles expansiones.

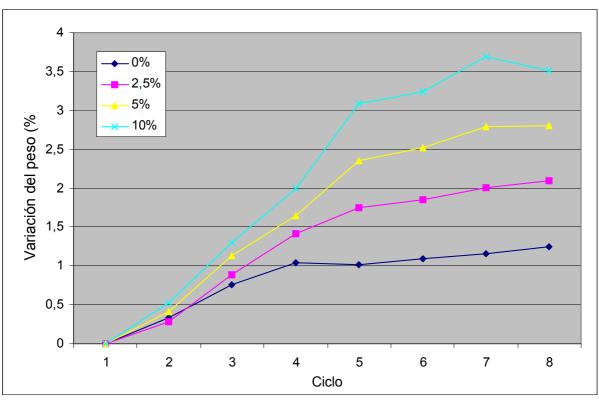
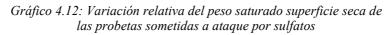
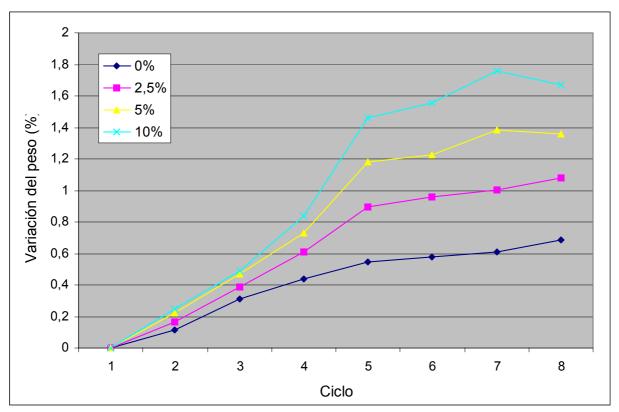


Gráfico 4.11: Variación relativa del peso sumergido medio de las probetas sometidas a ataque por sulfatos





# 4.2.4. Ciclos de humedad-sequedad con agua potable

## 4.2.4.1. Introducción

En este ensayo se trata de simular la acción de los ciclos de mojado-secado que se pueden producir en cualquier elemento de hormigón sometido a contacto directo con el agua o expuesto a la intemperie. El agua utilizada en los distintos ciclos ha sido el agua potable procedente de la red de abastecimiento del laboratorio. Después de cada ciclo se procedió a la renovación del agua contenida en el recipiente.

## 4.2.4.2. Resultados obtenidos

Tabla 4.13: Evolución del peso sumergido de las probetas sometidas a ciclos de humedad-sequedad con agua potable

		1	2	3	4	5	6	7	8
	1	1429.5	1430.6	1431.2	1431.7	1433.7	1432.5	1430.9	1432.6
0%	2	1417.8	1418.6	1421.3	1421.1	1421.9	1421.0	1419.9	1420.6
	3	1424.7	1425.9	1428.1	1427.3	1429.0	1427.3	1427.1	1427.3
	1	1274.8	1273.5	1273.9	1276.2	1274.5	1273.7	1274.2	1273.0
2.5%	2	1242.1	1241.1	1241.8	1240.2	1241.2	1239.3	1239.3	1238.8
	3	1262.7	1261.7	1262.8	1263.8	1262.1	1260.2	1261.1	1259.9
	1	1224.3	1223.5	1222.6	1222.8	1222.7	1222.9	1221.5	1221.4
5%	2	1201.0	1200.9	1200.1	1200.6	1198.1	1197.9	1196.8	1196.1
	3	1182.8	1182.8	1182.5	1181.8	1183.8	1182.3	1181.0	1179.5
	1	1146.6	1144.9	1144.5	1144.2	1143.4	1142.1	1139.2	1134.4
10%	2	1149.5	1149.0	1148.1	1147.2	1147.4	1147.2	1143.7	1139.0
	3	1156.8	1155.7	1155.4	1152.8	1154.3	1155.4	1154.0	1150.3

Tabla 4.14: Evolución del peso saturado superficie seca de las probetas Sometidas a ciclos de humedad-sequedad con agua potable

		1	2	3	4	5	6	7	8
	1	2441.1	2442.4	2441.9	2442.4	2443.8	2443.6	2443.6	2443.9
0%	2	2429.5	2429.9	2430.1	2430.1	2430.8	2430.8	2430.5	2430.8
	3	2440.8	2442.3	2441.6	2442.6	2443.6	2443.3	2443.5	2443.6
	1	2281.4	2280.3	2279.8	2281.2	2281.7	2280.7	2280.2	2280.0
2.5%	2	2242.8	2242.3	2242.0	2241.8	2242.0	2240.5	2239.7	2239.0
	3	2266.2	2266.1	2267.8	2265.8	2266.2	2265.1	2264.4	2263.6
	1	2233.7	2233.9	2232.8	2233.6	2233.7	2232.8	2231.1	2229.6
5%	2	2190.1	2190.4	2188.9	2189.8	2189.0	2188.4	2186.7	2185.7
	3	2179.3	2178.7	2177.7	2178.9	2180.7	2178.7	2176.3	2174.8
	1	2137.2	2134.6	2133.3	2133.2	2132.6	2129.2	2123.6	2120.7
10%	2	2142.6	2140.5	2140.1	2139.9	2138.9	2136.4	2130.9	2127.6
	3	2149.4	2146.6	2145.2	2146.1	2145.2	2144.7	2140.6	2137.9

# 4.2.4.3. Análisis de los resultados

Gráfico 4.15: Variación relativa del peso sumergido medio de las probetas sometidas a ciclos de humedad-sequedad con agua potable

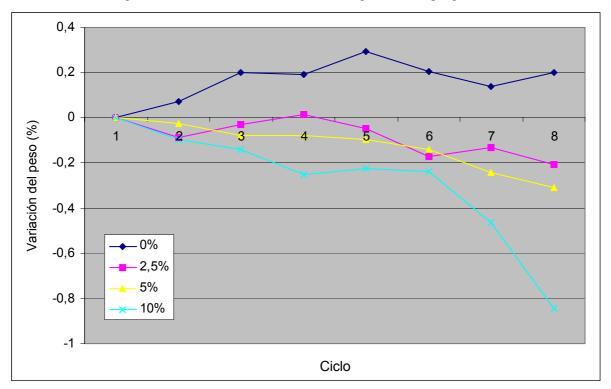
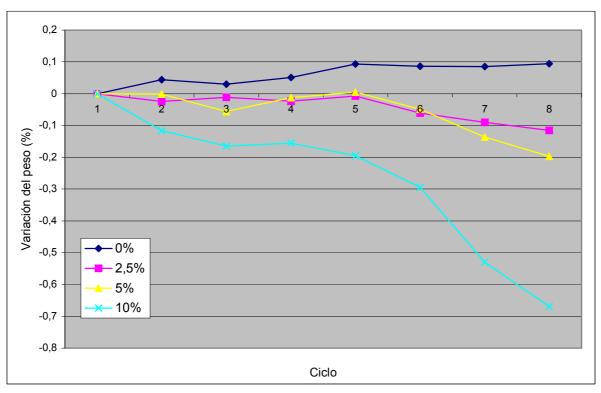


Gráfico 4.16: Variación relativa del peso saturado superficie seca medio de las probetas sometidas a ciclos de humedad-sequedad con agua potable



En este caso, las únicas probetas en las que el peso ha aumentado han sido las que no contenían lodos. Las demás han ido perdiendo peso progresivamente, y esta pérdida ha sido mayor cuando la cantidad de lodo añadido ha sido también mayor.

Esta pérdida de peso de las probetas con adición de lodos es debida, probablemente, a la descomposición de la materia orgánica unida a la disolución de componentes solubles del hormigón. En el hormigón sin lodos no se produce pérdida de peso por descomposición de materia orgánica y se produce un aumento de peso debido a que el endurecimiento del hormigón produce un aumento de peso mayor que la pérdida de peso por disolución de componentes.

## 4.2.5. Comparación de los resultados obtenidos en los ensayos en inmersión

En los apartados anteriores queda representada gráficamente la evolución del peso de las probetas para cada uno de los ensayos y para cada tipo distinto de hormigón fabricado. No obstante, al adoptar una escala vertical distinta en cada caso para poder apreciar más claramente la variación relativa del peso en cada ensayo, se pierde la perspectiva de la comparabilidad entre ensayos. En los gráficos siguientes (4.17, 4.18, 4.19 y 4.20) está representado para cada tipo de hormigón la evolución del peso de las probetas para cada uno de los tres ensayos realizados: ataque por agua de mar, ataque por sulfatos y ciclos de humedad-sequedad con agua potable. Todos los gráficos están a la misma escala para poder comparar resultados fácilmente. Como se ha visto anteriormente, la evolución del peso saturado con superficie seca es muy similar a la evolución del peso sumergido, por lo que en este caso sólo representaremos uno de los dos; concretamente, el peso saturado con superficie seca.

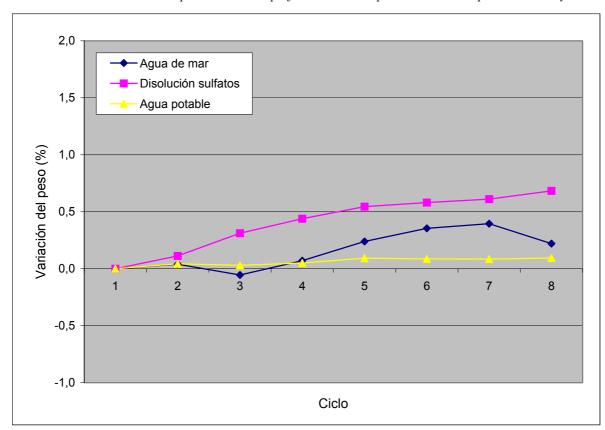


Tabla 4.17: Evolución del peso saturado superficie seca de las probetas sin lodos para cada ensayo

Tabla 4.18: Evolución del peso saturado superficie seca de las probetas con 2,5% de lodos para cada ensayo

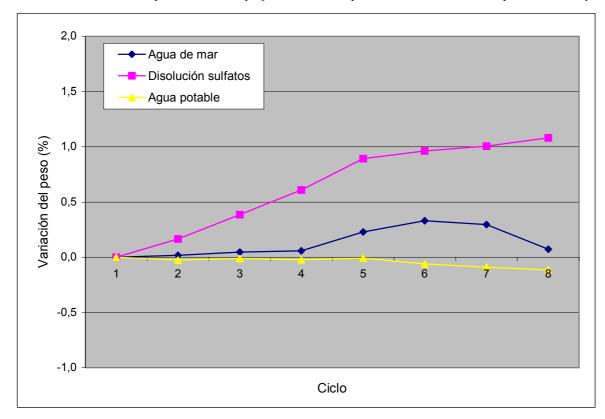
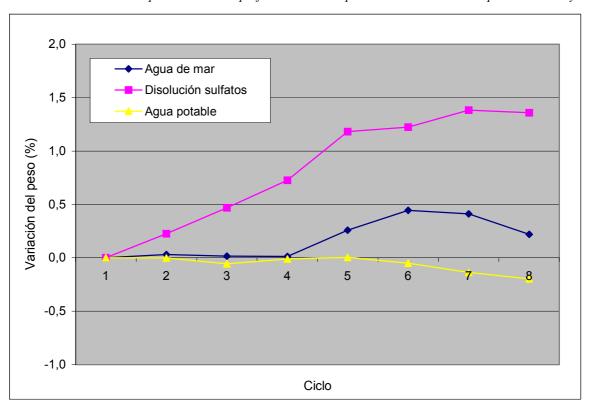


Tabla 4.19: Evolución del peso saturado superficie seca de las probetas con 5% de lodos para cada ensayo



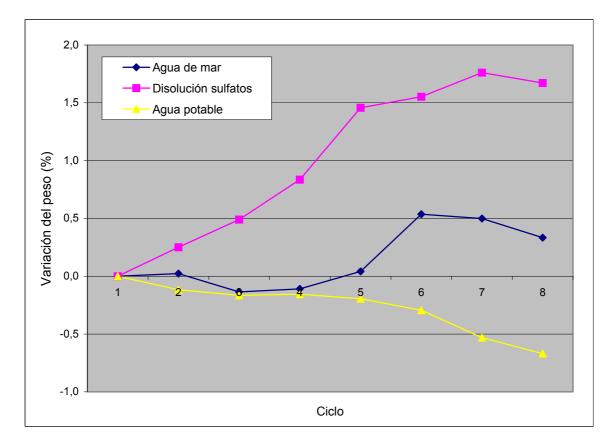


Tabla 4.20: Evolución del peso saturado superficie seca de las probetas con 10% de lodos para cada ensayo

De estos gráficos se concluye que el ataque por sulfatos tiene una influencia bastante superior en la evolución del peso de las probetas que los otros ensayos y, como ya se dedujo en apartados anteriores, que los efectos de variación de peso se van amplificando a medida que aumentamos el porcentaje de lodos añadido al hormigón.

## 4.2.6. Resistencia a compresión

Después de someter a las probetas a los diversos ataques durante ocho meses, se ha efectuado el ensayo de resistencia a compresión a todas las probetas. Además de las probetas sometidas a ciclos de humedad-sequedad, se han ensayado también probetas de referencia que han estado durante los ocho meses en la cámara húmeda.

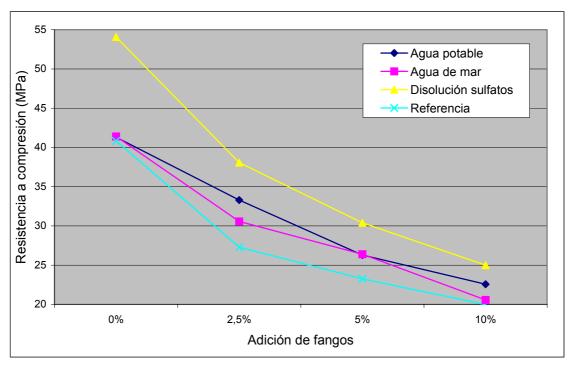
Los resultados de dichas resistencias los encontramos reflejados en la tabla 4.21.

Tabla 4.21: Resistencia a compresión simple de las probetas (MPa)

		Potable	Mar	Sulfatos	Refer.
	1	38,5	43,5	54,5	40,5
0%	2	44,2	40,7	53,2	42,0
	3	41,2	40,0	54,5	40,0
	1	34,0	31,2	38,7	28,0
2,5%	2	32,7	29,5	36,5	29,2
	3	33,2	31,0	39,0	24,7
	1	22,0	28,0	33,2	24,6
5%	2	27,2	23,2	27,5	22,5
	3	29,7	28,0	30,5	22,7
	1	22,0	20,5	25,5	19,2
10%	2	21,7	20,0	24,0	20,5
	3	24,0	21,2	25,5	20,2

Estos resultados se han representado en el gráfico 4.22, efectuando la media de las tres medidas obtenidas para cada tipo de probeta.

Gráfico 4.22: Resistencia media a compresión de las probetas en función del porcentaje de lodos que contienen y de la agresión a la que han sido sometidas



En primer lugar, cabe destacar el aumento de resistencia que experimentan las probetas que han estado sometidas a ciclos de humedad-sequedad con la disolución de sulfatos. Este aumento de resistencia está directamente relacionado con el aumento de peso, ya que este

aumento de peso es debido a la formación de nuevos compuestos que van colmatando los poros del hormigón y al tener una matriz menos porosa, conseguimos un material de más calidad y con una resistencia mayor. Sin embargo, como ya hemos apuntado anteriormente, la formación de estos nuevos compuestos puede derivar en presiones internas que produzcan expansión y posterior fisuración en el hormigón.

Por otro lado, las probetas ensayadas con agua de mar y con agua potable presentan resultados muy parejos aunque en el caso de las que han estado sumergidas en agua potable la resistencia a compresión parece ser ligeramente superior.

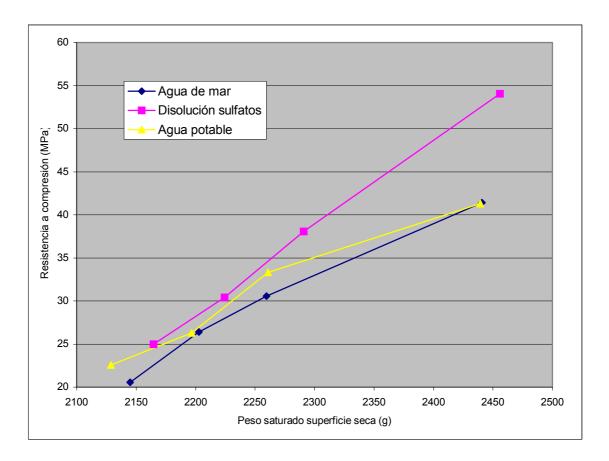
En cualquier caso, después de todos los ensayos realizados, ninguno de los hormigones presenta una resistencia a compresión menor que el que ha permanecido los ocho meses en la cámara húmeda. Esto indicaría que ninguno de los ataques que se han realizado a las probetas tiene consecuencias especialmente perjudiciales para las probetas de hormigón con adición de lodos.

Tabla 4.23: Relación entre el peso y la resistencia a compresión después de los ciclos de humedad-sequedad Los valores corresponden a la media de los distintos valores obtenidos en los ensayos

	Mar		Sul	fatos	Potable		
	Peso	R <sub>comp</sub>	Peso	R <sub>comp</sub>	Peso	R <sub>comp</sub>	
0%	2441	41,4	2456	54,1	2439	41,3	
2,5%	2260	30,6	2291	38,1	2261	33,3	
5%	2203	26,4	2224	30,4	2197	26,3	
10%	2145	20,6	2165	25,0	2129	22,6	

En el gráfico 4.24 se representa la relación entre el peso saturado con superficie seca de las probetas al final de los ciclos y la resistencia a compresión tratando de establecer una correlación entre ambas variables. Aunque la cantidad de datos disponibles no es suficiente para formular una ley estadística, parece claro que hay una relación directa entre ambas variables y que esta relación es de tipo lineal. Para las probetas sometidas a ataque por agua de mar y las sometidas a ciclos de humedad-sequedad con agua potable la relación lineal es muy similar. En las probetas sumergidas en la disolución de sulfatos, en cambio, aunque la relación también es de tipo lineal, se observan, para un peso determinado, resistencias sensiblemente mayores que en los otros dos casos.

Gráfico 4.24: Re lación entre el peso y la resistencia a compresión después de los ciclos de humedad-sequedad



# 4.3. ESTABILIDAD VOLUMÉTRICA POR AUTOCLAVE

## 4.3.1. Descripción del ensayo

La finalidad de este ensayo es realizar un envejecimiento acelerado del hormigón para estudiar su inestabilidad dimensional. Se pretende acelerar el proceso de hidratación de los potenciales componentes expansivos que puede aportar o formar el lodo añadido al hormigón y poder comprobar de esta manera si es apta su utilización en hormigones, sin perjudicar su durabilidad.

Empezamos el ensayo de estabilidad volumétrica por autoclave después de 30 días de curado en cámara húmeda de las probetas.

Saturamos las probetas en agua durante 48 horas. Después hacemos 4 ciclos de 4 horas en el autoclave a 0,2 Mpa y 20 horas a temperatura ambiente. Después de cada ciclo medimos la retracción de cada una de las probetas.

En el ensayo hemos controlado las variaciones dimensionales de cada una de las probetas mediante un comparador de 0,01 mm de precisión. Las medidas han sido puntuales, en el centro de las caras y se han realizado siempre en el mismo punto.

## 4.3.2. Resultados y análisis

Foto 4.25: Comparador utilizado para la medida de las probetas

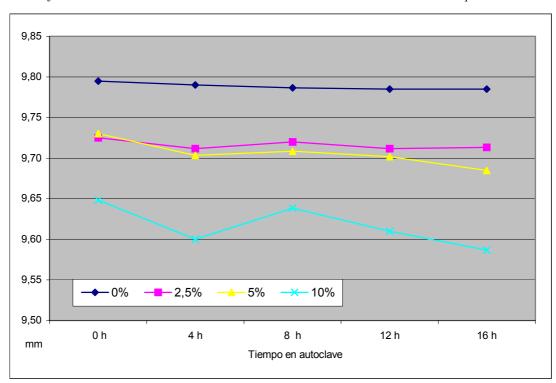


Tabla 4.26: Dimensiones obtenidas con el comparador al inicio y después de cada ciclo

		0 h	4 h	8 h	12 h	16 h
	1	9.835	9.830	9.830	9.820	9.825
0%	2	9.840	9.840	9.840	9.835	9.830
	3	9.710	9.700	9.690	9.700	9.700
	1	9.590	9.585	9.590	9.585	9.590
2.5%	2	9.930	9.920	9.915	9.930	9.930
	3	9.655	9.630	9.655	9.620	9.620
	1	9.810	9.770	9.785	9.785	9.770
5%	2	9.680	9.650	9.640	9.610	9.615
	3	9.700	9.690	9.700	9.710	9.670
	1	9.465	9.400	9.465	9.410	9.370
10%	2	9.800	9.780	9.770	9.790	9.765
	3	9.680	9.620	9.680	9.630	9.625

Estos valores sólo tienen sentido desde un punto de vista relativo ya que para calibrar el comparador se ha utilizado un patrón de dimensiones desconocidas. A este patrón le hemos asignado valor 0, y las medidas de las probetas las hemos tomado en relación con esta referencia. De este modo, valores crecientes indicarán expansión de las probetas y, por consiguiente, valores decrecientes indicarán retracción.

Gráfico 4.27: Evolución del valor medio de las dimensiones obtenidas con el comparador



En la gráfica 4.27 hemos representado la evolución de las dimensiones de las probetas tomando los valores medios de las tres probetas ensayadas de cada tipo de hormigón.

Antes de iniciar el ensayo, tomamos la primera medida (0h). Aunque no es objetivo de este ensayo medir la retracción del hormigón durante la fase de curado, parece evidente que las probetas con mayor cantidad de lodo han sufrido una mayor retracción (este fenómeno ya fue detectado en otro estudio sobre propiedades físicas y mecánicas del hormigón con lodos [26]. De todos modos, hay que tener en cuenta que estas diferencias podrían ser debidas a una geometría desigual de los moldes o imprecisiones propias del método que hemos usado para medirlas.

En el gráfico 4.28 en el que se representa la variación relativa de las dimensiones de las probetas en función de las horas que las probetas han pasado en el autoclave, podemos ver que todas las probetas sufren retracción y ésta es más importante cuanto mayor es el porcentaje de lodos añadido. Sin embargo, para las probetas con un 0% y un 2,5% de lodos, la retracción es prácticamente la misma.

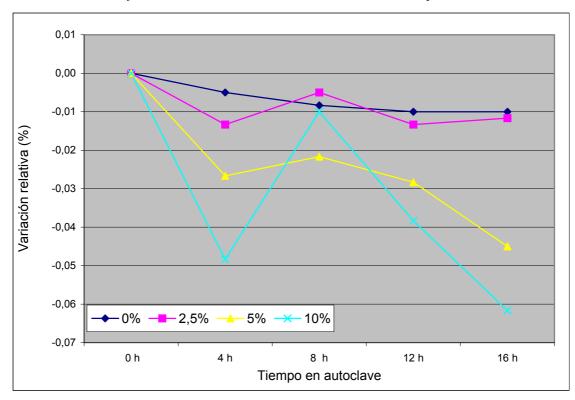


Gráfico 4.28: Variación relativa de las dimensiones de las probetas

Las variaciones de signo contrario que se aprecian en los gráficos pueden ser debidas a los errores inherentes al método de medida que permite que pequeñas diferencias en la colocación de las probetas pueden dar lugar a resultados significativamente distintos. Esto es debido a que la geometría de las probetas no es perfectamente cúbica y a que la superficie de las probetas no es lisa, y el vástago del comparador puede llegar a introducirse parcialmente en alguno de los poros. No es de extrañar, por tanto, que la imprecisión en las medidas sea mayor en las probetas con mayor porcentaje de lodos ya que son las que mayor irregularidad presentan en su superficie debido a su mayor porosidad.

Al finalizar el ensayo de estabilidad volumétrica, realizamos el ensayo de resistencia a compresión simple, obteniendo los resultados del gráfico 4.29. En el gráfico se aprecia que la resistencia a compresión disminuye de una manera muy considerable con la adición de fangos, reduciéndose en casi un 50 % en el caso del hormigón con un 2,5% de lodos y llegando esta reducción a más de un 90 % en el caso del hormigón con un 10 % de lodos.

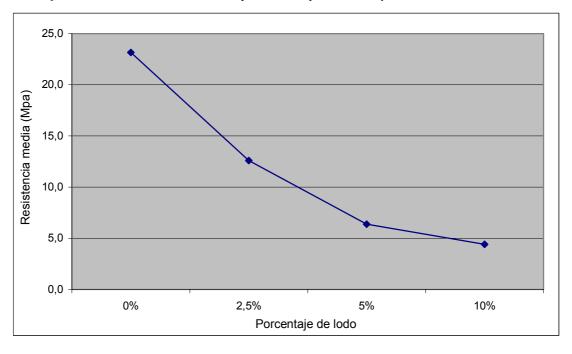


Gráfico 4.29: Resistencia media de las probetas después del ensayo de estabilidad volumétrica

Estos resultados no son comparables a las resistencias obtenidas después de los ensayos en inmersión ya que mientras éstas han estado solamente 28 días en cámara húmeda antes de someterlas al ensayo de estabilidad volumétrica, las otras no se ensayaron a compresión hasta 8 meses después de su fabricación. Además, aunque la dosificación utilizada fue la misma en ambos casos, entre la fabricación de unas y otras transcurrieron varios meses y los componentes no fueron exactamente los mismos.

# 4.4. ENSAYO DE CARBONATACIÓN

## 4.4.1. Introducción

La carbonatatación es una alteración superficial del hormigón por acción de la atmósfera que implica una pérdida de su capacidad protectora sobre las armaduras y en nuestro país constituye una de las principales causas de deterioro de las estructuras de HA.

En el proceso de carbonatación se produce una reacción química entre el dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) contenido en el aire y el hidróxido de calcio (Ca[OH]<sub>2</sub>) contenido en la pasta de cemento.

Inicialmente, el CO<sub>2</sub> reacciona con los hidróxidos de sodio y de potasio, procedentes del cemento Pórtland, de acuerdo con las ecuaciones (1) y (2), los cuales por ser los alcalinos más solubles de la pasta de cemento, normalmente se encuentran ya disueltos como iones.

$$2 \text{ KOH} + \text{CO}_2 \rightarrow \text{K}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} \tag{1}$$

$$2 \text{ NaOH} + \text{CO}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$$
 (2)

Posteriormente, reacciona el CO2 con el hidróxido de calcio de solubilidad menor que los otros alcalinos del cemento, encontrándose normalmente en forma de cristales y cuya ecuación es:

$$2 \operatorname{Ca(OH)}_2 + \operatorname{CO}_2 \rightarrow \operatorname{CaCO}_3 + \operatorname{H}_2\operatorname{O} \tag{3}$$

Como resultado de estas reacciones se originan los carbonatos como consecuencia del proceso llamado carbonatación.

La carbonatación comienza sobre la superficie del hormigón y se propaga lentamente en profundidad. Al colmar los poros, tiene una influencia positiva aumentando la resistencia mecánica y la durabilidad del hormigón haciendo las veces de protección natural contra la penetración de gases y líquidos. Sólo el hormigón en masa goza entonces de estas ventajas de la carbonatación.

Para el hormigón armado, por el contrario, el mismo fenómeno de carbonatación puede ser el origen de serios daños estructurales. En efecto, gracias a la elevada alcalinidad que le confiere el cemento (pH>12), el hormigón protege al acero de la corrosión. La carbonatación reduce la alcanidad (pH<9) y si el "frente de carbonatación" alcanza la zona de la armadura,

ésta comienza a oxidarse. Dado que la formación de óxido se acompaña siempre con un aumento de volumen, esto acarrea generalmente la disgregación del hormigón que cubre al hierro. Entonces, la armadura deja de estar protegida y el hormigón armado comienza a perder su capacidad portante.

Para que tenga lugar la carbonatación, es necesaria la presencia de humedad. La reacción de carbonatación avanza más rápidamente cuando la humedad relativa se encuentra entre el 50 y el 55 %. Si la humedad es menor, no hay suficiente agua en los poros del hormigón para que se disuelvan cantidades significativas de hidróxido de calcio. Por encima del 75%, la situación se revierte y los poros se bloquean progresivamente por la presencia del agua.

La permeabilidad del hormigón influye negativamente en el proceso de carbonatación. El hormigón permeable se carbonatará rápidamente. El hormigón armado puede tener muchos años de protección frente a al carbonatación si los constructores siguen las normas de buena práctica para producir hormigón de baja permeabilidad. Entre estas normas se incluye: relaciones bajas de agua / cemento, compactación apropiada por vibración, uso de puzolanas tales como ceniza volante o humo de sílice y curado apropiado. Todas estas prácticas reducen la permeabilidad del hormigón y dificultan la difusión del dióxido de carbono a través de él. La velocidad de penetración del frente de carbonatación al interior del hormigón es proporcional a su porosidad. La velocidad disminuye con el paso del tiempo debido a que el estrato carbonatado protege al resto del hormigón del contacto con el exterior.

La carbonatación también puede causar problemas de corrosión aun en hormigón de alta calidad. Un recubrimiento bajo y defectos de superficie tales como grietas y pequeños hoyos proporcionan un acceso directo a la armadura. [27]

## 4.4.2. Descripción del ensayo

Para reproducir el proceso de carbonatación de una manera acelerada hemos utilizado una mezcla de gases formada por CO<sub>2</sub> (20%) y aire comprimido (80%). Cabe destacar que en la atmósfera hay sólo un 0,033% de CO<sub>2</sub>. Utilizando una concentración elevada de dióxido de carbono se puede simular en pocos días el efecto de la carbonatación de varios años.

Hemos colocado las 12 probetas en un recipiente de plástico de 50 x 35 cm y 30 cm de altura al que hemos hecho un agujero para permitir la entrada del gas procedente de la

bombona. En la cara opuesta del recipiente, hemos hecho otro agujero al que hemos acoplado un regulador de caudal para que a medida que el gas vaya entrando, el aire contenido en el interior del recipiente pueda ir saliendo por este segundo agujero. En la parte superior de la caja hemos colocado una tapa que ha sido sellada herméticamente. Hemos ido renovando cada dos o tres días el gas del interior del recipiente por si la hermeticidad no fuera total y poder mantener una concentración más o menos constante.

Al final del proceso, para medir la carbonatación, se rompen las probetas por la mitad con la ayuda de una prensa y dos barras de acero. Las barras de acero se colocan en caras opuestas y según la misma dirección. La prensa transmite la tensión a la probeta a través de estas barras hasta la rotura de la misma. De este modo conseguimos una superficie de corte bastante regular y plana.

Una vez rota la probeta y retirado el polvo residual, humedecemos una de las superficies de rotura con una disolución de fenolftaleina al 1%. Las áreas carbonatadas del hormigón no cambiarán de color, mientras que las áreas con un pH mayor que 9 adquirirán un color rosáceo brillante. Este cambio muy apreciable de color muestra la progresión del frente de carbonatación dentro del hormigón. Existen otros métodos y otros indicadores para detectar la carbonatación, pero éste es, con mucho, el método más fácil y común de detección.

Inicialmente se pensó que a los 30 días las probetas podían estar suficientemente carbonatadas como para obtener resultados significativos. Al cabo de este tiempo se midió la carbonatación de una probeta de cada tipo pero se consideró oportuno dejar el resto de probetas 30 días más para obtener una carbonatación mayor.

### 4.4.3. Resultados obtenidos

Para la medición de la profundidad de carbonatación se ha hecho una foto con una cámara digital, procurando la máxima ortogonalidad de la cámara respecto a la superficie de rotura. Para compensar las distorsiones provocadas por las lentes de la cámara y la falta de perpendicularidad se ha utilizado un programa informático de retoque fotográfico para reparar estas distorsiones hasta que conseguimos un contorno de la probeta perfectamente cuadrado y de dimensiones 10 x 10 cm. Con la ayuda de un programa de dibujo asistido por ordenador, hemos reseguido el frente de carbonatación con una curva. Después se ha medido el área encerrada por esta curva y se ha hallado las dimensiones de un cuadrado con la misma área.

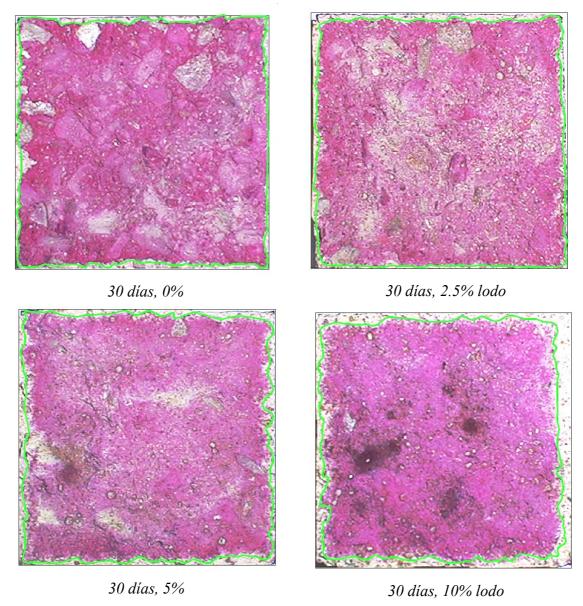
# Lado cuadrado equivalente = $\sqrt{Area}$

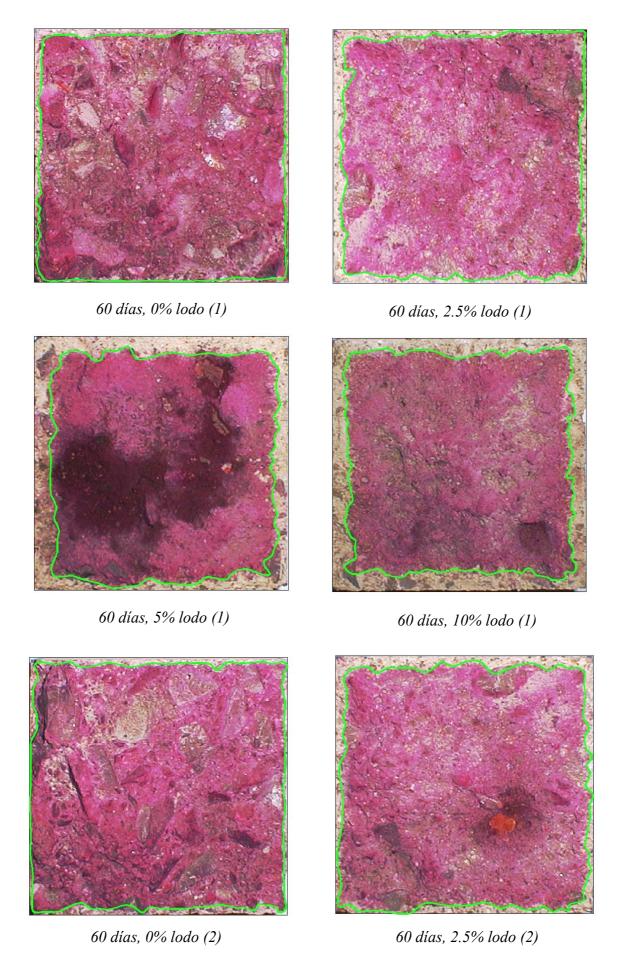
La profundidad media la tomaremos como:

Profundidad media de carbonatación = 
$$\frac{10 - lado cuadrado equivalente}{2}$$

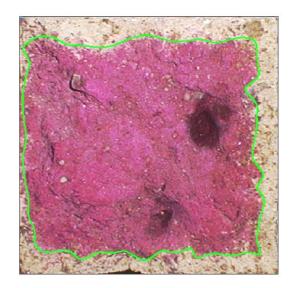
A continuación presentamos las fotos de las 12 probetas una vez realizado todo el postproceso. En color verde está representado el frente de carbonatación.

Figura 4.30: Penetración del frente de carbonatación de las 12 probetas ensayadas









60 días, 5% lodo (2)

60 días, 10% lodo (2)

Tabla 4.31: Área no carbonatada y profundidad media de penetración del frente de carbonatación

% Lodo	Tiempo ensayo (días)	Área no carbonatada (mm2)	Profundidad carbonatación (mm)
	30	9407	1,51
0%	60 (1)	9341	1,68
	60 (2)	9235	1,95
	30	9238	1,94
2,5%	60 (1)	8920	2,78
	60 (2)	8840	2,99
	30	9175	2,11
5%	60 (1)	7729	6,04
	60 (2)	7685	6,17
	30	8602	3,63
10%	60 (1)	7643	6,29
	60 (2)	7345	7,15

## 4.4.4. Análisis de los resultados

Hacemos la media de los resultados de profundidades de carbonatación de las muestras sometidas al ensayo de carbonatación durante 30 y 60 días (tabla 4.32) y representamos los resultados en un gráfico (gráfico 4.33).

Tabla 4.32: Media de las profundidades medias de carbonatación

	0%	2,5%	5%	10%
30 días	1,51	1,94	2,11	3,63
60 días	1,81	2,88	6,11	6,72

En el gráfico podemos observar que el porcentaje de lodo influye directamente en la profundidad de carbonatación. Al aumentar la cantidad de lodo, el hormigón aumenta su porosidad con lo que el CO<sub>2</sub> tiene más facilidad para penetrar en el interior de la probeta. Esto conlleva una penetración del frente de carbonatación mayor que en el caso del hormigón con un 10% de lodos llega a ser casi cuatro veces superior a la penetración que en el caso del hormigón sin lodos.

Como ya hemos indicado anteriormente, la carbonatación del hormigón tiene una influencia muy negativa en la corrosión del acero de las armaduras, por lo que el uso de este hormigón con lodos quedaría restringido exclusivamente al hormigón en masa.

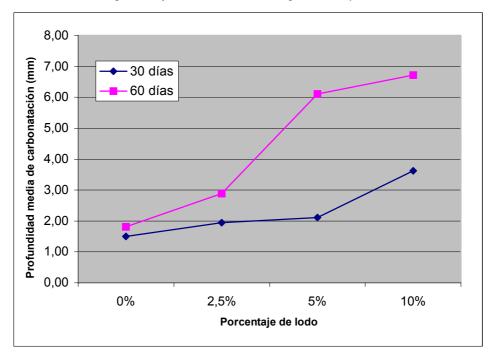


Gráfico 4.33: Profundidad media de penetración del frente de carbonatación en función del porcentaje de lodos añadido después de 30 y 60 días

Otro parámetro que puede resultar de interés es la velocidad de propagación del frente de carbonatación. En un hormigón normal, la velocidad de carbonatación va disminuyendo con el tiempo ya que el propio frente de carbonatación supone una cierta barrera a la entrada del propio CO<sub>2</sub>. En la tabla 4.34 representamos el aumento relativo (en porcentaje) de la profundidad de carbonatación durante el segundo mes de ensayo respecto a la profundidad de carbonatación durante el primer mes. Un aumento relativo de un 100% indicaría una velocidad constante de carbonatación.

Tabla 4.34: Aumento relativo de la penetración del frente de carbonatación durante los el segundo mes para los distintos hormigones

0%	2,5%	5%	10%
20 %	48 %	190 %	85 %

Según esta tabla parece que la velocidad de propagación del frente de carbonatación disminuye más lentamente conforme crece el porcentaje de lodo. En el caso del 5% de lodo en lugar de una disminución de la velocidad se produce un aumento. Esto puede ser debido a la poca fiabilidad estadística debido al reducido número de probetas ensayadas y a los errores inherentes a los métodos de medida y ensayo.

# 4.5. ESTUDIO DE LOS PRODUCTOS DE HIDRATACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

#### 4.5.1. Introducción

El estudio consiste en determinar cualitativamente la presencia y la formación de determinadas fases formadoras de los diferentes hormigones. Para este estudio se ha realizado el análisis de muestras correspondientes a probetas con un 0% y un 10% de lodos sometidas a los ensayos de carbonatación, ataque por sulfatos, ataque por agua de mar y probetas no sometidas a ningún ataque que nos servirán de referencia. En total son 8 muestras. En los gráficos de las difracciones que encontramos en el anejo, se han superpuesto para cada ensayo los resultados de los dos tipos distintos de hormigones.

Esta técnica requiere una preparación minuciosa. La muestra debe estar bien triturada hasta un tamaño pequeño, hay que evitar los contaminantes del laboratorio y hay que colocarla con cuidado en el porta-muestra, evitando irregularidades en la superficie.

La difracción tiene una serie de limitaciones y ventajas. Entre las limitaciones más importantes está el hecho de que sólo es válida para fases cristalinas y además sólo detecta a partir del 1 % de la fase. Las ventajas son que no requieren mucha muestra y que el ensayo no es destructivo.

Para los análisis se ha utilizado un difractómetro Siemens D-500, con radiación K $\alpha$  Cu ( $\lambda$ =1,5418Å), monocromador de grafito y detector de centelleo, bajo unas condiciones del tubo de rayos X de 30 mA y 40 kV. La velocidad angular de 0,05 (2 $\theta$ ) cada 3 segundos, con un rango de 2 $\theta$  entre 4 $^{\circ}$  y 70 $^{\circ}$ .

El reconocimiento de las fases formadoras es posible a partir de las fichas del JCPDS [10] (Joint Committee for Powder Diffraction Standards), en las cuales se describe la celda primitiva, los índices de Miller (hkl), el espacio reticular (d) y la intensidad porcentual de la difracción experimental (I). En los difractogramas se representa la intensidad de difracción en función de  $2\theta$ , donde  $\theta$  es el ángulo entre el haz de rayos y el plano cristalino que difracta. El ángulo de difracción  $\theta$  se relaciona con la distancia entre planos, d, y la longitud de onda del rayo incidente,  $\lambda$ , mediante la fórmula de Bragg:  $\lambda$ =2 d sin $\theta$ 

## 4.5.2. Estudio de los productos de hidratación

Las fases formadoras que se pueden detectar por la técnica de análisis son:

#### Anhídridos:

- Silicatos bicálcicos y tricálcicos (C<sub>2</sub>S y C<sub>3</sub>S respectivamente)
- Aluminato tricálcico (C<sub>3</sub>A)
- Aluminato férrico tetracálcico (C<sub>4</sub>AF)
- Yeso

#### Hidratos:

- Portlandita (CH)
- Etringita

El resto de fases como el CSH son amorfas y no se pueden determinar por difracción de rayos X, aunque se dispone de correlaciones directas entre fases amorfas y fases cristalinas como, por ejemplo, la proporcionalidad entre la cantidad de CSH y la cantidad de CH.

En todas las muestras aparece el silicato bicálcico en poca cantidad, portlandita y etringita. Se observa como ya no hay silicatos ni aluminatos tricálcicos, tampoco aluminato férrico tetracálcico, éstos anhídridos son los primeros en desaparecer y al contrario que ocurre con el silicato bicálcico que tarda mucho en hacerlo, desaparece en los primeros días de curado.

Destacamos el hecho de la gran aparición de calcita (CaCO<sub>3</sub>) en todos los difractogramas. Esto es debido a que para realizar el análisis con un percutor se tritura la muestra de forma suficientemente pequeña para que pueda ser analizada, y al ser los áridos de origen calizo quedan reflejados al realizar esta técnica en los picos de calcita.

También se aprecia que la fase amorfa es superior en aquellas muestras que contienen fangos, esto queda denotado en la zona izquierda del difractograma que es más elevada a mayor cantidad de fango, sin destacar los picos que están muy juntos y más o menos igualados sin que se distinga ningún componente cristalino.

La principal diferencia reside en que la hidratación del cemento en el hormigón con adición de lodos es más lenta y esto se detecta en una mayor presencia de larnita (C<sub>2</sub>S), que todavía no se ha hidratado completamente. También hay una mayor presencia de portlandita y

etringita que en la de referencia ya que estas han aparecido más tarde y todavía no han reaccionado.

Finalmente, con los análisis realizados, concluimos que el hormigón con la inclusión de fangos secos de depuradora como adición no presenta ninguna anomalía respecto al hormigón de referencia en ninguno de los ensayos de durabilidad realizados en lo que a componentes cristalinos se refiere.