

Speckle Dinámico: Estudio de la sensibilidad de la técnica ante distintos tipos de cemento y energías de mezclado en el proceso de hidratación.

Dynamic Speckle: Study of the sensitivity of the technique to different types of cement and mixing energies in the hydration process.

Presentación: Octubre 2023

Zamateo Magdalena

Centro de Investigación y Desarrollo para la Construcción y la Vivienda (CECOVI), Facultad Regional Santa Fe, Universidad Tecnológica Nacional, Argentina.

mzamateo@frsf.utn.edu.ar

Oliva Francisco

Centro de Investigación y Desarrollo para la Construcción y la Vivienda (CECOVI), Facultad Regional Santa Fe, Universidad Tecnológica Nacional, Argentina.

foliva@frsf.utn.edu.ar

Dobler Eliana Belén

Centro de Investigación y Desarrollo para la Construcción y la Vivienda (CECOVI), Facultad Regional Santa Fe, Universidad Tecnológica Nacional, Argentina.

edobler@frsf.utn.edu.ar

Resumen

El presente trabajo tiene como objetivo evaluar la incidencia de distintos tipos de cemento y diferentes energías de mezclado en el proceso de hidratación del cemento. Para lograrlo, se empleó un prototipo que reproduce la técnica de speckle dinámico, la cual consiste en el análisis de la variación del patrón de moteado originado al iluminar la superficie de un objeto con luz coherente. Los resultados obtenidos se expresan en función de la velocidad de variación del patrón (índice de movilidad) y se reflejan en curvas gráficas. Fue posible cotejar una relación entre los picos de mayor actividad y el inicio de fragüe, en función del tipo de cemento y la energía de mezclado.

Palabras clave: cemento, interferometría, speckle dinámico, hidratación

Abstract

The objective of this work is to evaluate the incidence of different types of cement and different mixing energies in the cement hydration process. To achieve this, a prototype that reproduces the dynamic speckle technique, which consists of the analysis of the variation of the speckle pattern originated when illuminating the surface of an object with coherent light, was used. The results obtained are expressed as a function of the speed of variation of the pattern (mobility index) and are reflected in graphic curves. It was possible to establish a relationship between the peaks of highest activity and the onset of setting, as a function of cement type and mixing energy.

Keywords: cement, interferometry, dynamic speckle, hydration

Introducción

La norma IRAM 50000: “Cementos para uso general” define al cemento como un conglomerante hidráulico de origen artificial obtenido de fábrica cuyo componente principal necesario es el clinker portland, producto de la cocción principalmente de piedra caliza y arcilla. Se trata de un material inorgánico finamente dividido que al entrar en contacto con el agua forma una pasta que fragua y posteriormente adquiere resistencia debido a las reacciones químicas que se dan durante el proceso de hidratación. La norma mencionada junto a la norma IRAM 50001: “Cementos con propiedades especiales” denominan en total doce tipos distintos de cementos, en función de su composición y sus propiedades (IRAM 50000, 2019: 6-8), (IRAM 50001, 2019: 6).

El proceso de hidratación del cemento comienza cuando el mismo es mezclado con el agua. El resultado son diversas reacciones químicas entre los componentes del clinker portland (fundamentalmente silicato tricálcico - C_3S -, silicato bicálcico - C_2S -, aluminato tricálcico - C_3A - y ferroaluminato tetracálcico - C_4AF -) con el agua, que originan la formación de cristales de diferentes formas y tamaños (principalmente silicato de calcio hidratado -SCH- e Hidróxido de Calcio -CH-). Cada uno de los componentes del cemento presenta distintas velocidades de reacción con el agua, siendo el orden de manera decreciente el siguiente: C_3A , C_3S , C_4AF , C_2S . Este hecho tendrá influencia en la velocidad global de hidratación de la pasta (Neville, 2011: 8-11).

Las reacciones mencionadas son de carácter exotérmico y tienen lugar en toda la masa, pero se originan en la superficie de los granos de cemento (Giovambattista, 2011: 45-48). A medida que avanzan las reacciones de hidratación, se va produciendo la reducción de la porosidad de la pasta debido a la formación de una matriz continua de SCH. El llenado progresivo de los espacios entre granos de cemento crea puntos de contacto y produce la rigidización de la pasta, determinando el inicio del fragüe. El aumento en el tiempo de hidratación, la concentración de hidratos y el aumento de puntos de contacto, restringen totalmente la movilidad de la pasta, alcanzándose el fin del fragüe.

Las propiedades de las pastas de cemento en estado endurecido dependen en gran medida del desarrollo de la hidratación, en consecuencia, todos los factores que afecten a ésta (relación agua-cemento (a/c), finura del grano, temperatura, edad y mezclado), tendrán una influencia decisiva sobre su comportamiento (Balzamo et al., 2012: 21–22, 45–48, 54–55).

Las discrepancias existentes en la composición química y en las características de los distintos tipos de cementos se ven reflejadas en sus respectivos procesos de hidratación. A su vez, para un mismo tipo de cemento, distintas partidas presentan variaciones en su composición, lo cual complejiza dicho proceso. Esto obliga a tener en cuenta tanto el tipo de cemento como su procedencia y sus características a la hora de estudiar la evolución de la hidratación (Zamateo et al., 2022).

Otro aspecto para tener en cuenta es la energía de mezclado. La norma IRAM 1612/2006 “Cemento Portland. Método de determinación de la consistencia normal” especifica la metodología de amasado de la pasta de cemento, indicando la velocidad y el tiempo a la que debe realizarse, factores que afectan directamente dicho parámetro. Un aumento en la energía de mezclado podría producir en la pasta un incremento de exudación y a su vez, siempre que el aumento de energía no sea excesivo, implicar una mayor resistencia del material final. Una energía de mezclado por debajo de la normalizada podría resultar en una pasta menos homogénea, lo cual se vería reflejado en una menor resistencia final (Neville, 2011: 142-147). Esto hace necesario tener en cuenta el tiempo y la velocidad de mezclado correspondientes a la hora de evaluar el proceso de hidratación de una pasta de cemento, ya que ambos factores podrían afectar directamente sobre los resultados en la evaluación en el proceso de hidratación.

El speckle dinámico es un método óptico no destructivo que se utiliza para evaluar la variación del patrón de moteado de materiales o piezas que experimentan cambios en su superficie. En trabajos previos se obtuvieron resultados que indican la posibilidad de considerar este método como una técnica factible de aplicación para monitorear dicho proceso, obteniendo registros de actividad en las primeras 24 horas del proceso de hidratación. Del análisis de los registros, se identificaron períodos de movilidad que podrían asociarse con el inicio y fin de fragüe (Gomez Arn et al., 2016).

El moteado o speckle es un fenómeno que se origina al iluminar la superficie de un objeto con luz coherente, que se refleja en el material. Esto provoca en un punto del espacio la superposición de luz proveniente de diferentes puntos del objeto, lo que se traduce en un patrón de zonas claras y oscuras de apariencia granular que posee información sobre la superficie en estudio, a una escala superior a la longitud de onda utilizada (Montalvo et al., 2016). Los cambios en la superficie estudiada se reflejan en

alteraciones del patrón, y la rapidez con la que se da esta variación en función del tiempo es lo que se llama grado de actividad o actividad speckle (SA) que es cuantificada por el índice de movilidad (IM / MI). Los resultados de la aplicación del método de speckle dinámico sobre muestras de cemento se plasman en gráficas IM vs tiempo, donde se observan periodos de mayor variación que se corresponden con las primeras horas de la hidratación, momento en el que se están dando la mayor parte de las reacciones químicas entre los componentes del cemento y el agua.

En instancias anteriores, se utilizó un armado óptico con equipos de alta precisión en laboratorios con condiciones controladas, situados en la Universidad Tecnológica Nacional Facultad Regional Paraná. En base a dichos equipos, se desarrolló un prototipo portátil por parte del grupo de investigación, donde se evaluó y demostró la factibilidad de reproducir el ensayo. En el presente trabajo se busca evaluar la sensibilidad del prototipo frente a diferentes tipos de cemento. Además, se pretende estudiar para un mismo tipo de cemento de una misma partida, como inciden diferentes energías de mezclado.

Metodología

Previa determinación de la cantidad de agua necesaria para la obtención de pasta de consistencia normal según Norma IRAM 1612/2006 “Cemento Portland. Método de determinación de la consistencia normal”, la metodología de ensayo comprende las siguientes etapas:

1. Se moldea la muestra de pasta de cemento según Norma IRAM 1619:2003 “Método de ensayo para la determinación del tiempo de fraguado”.
2. Inmediatamente se coloca dentro del prototipo, que captura 11 imágenes cada 5 minutos.

Como se muestra en la Figura 1, el prototipo cuenta con un microscopio digital de 2.0 MP con sistema de control automático que captura las imágenes y las almacena en una tarjeta de memoria incorporada, y un láser semiconductor de 5 mW y 650 nm como fuente de luz que incide sobre la muestra colocada en el interior.



Figura 1: Prototipo empleado en el ensayo de speckle dinámico.

3. Luego se procesan las imágenes empleando el algoritmo “CECILIA” -definido por el grupo de investigación en proyectos previos- y se determina el índice de movilidad en función de la variación de la intensidad (Budini et al., 2013: 6565-6569).
4. En simultáneo y sobre una probeta moldeada de igual manera a la generada para medir en el prototipo, se determina el tiempo de fragüe según Norma IRAM 1619:2003 a fin de constatar y comparar los resultados obtenidos con el prototipo.

Con el objetivo de evaluar la sensibilidad del prototipo frente a distintos tipos de cemento, se realizó por triplicado el ensayo descrito utilizando Cemento Portland Normal (CPN), Cemento Portland con Filler (CPF) y Cemento Blanco (CB). Para estudiar la influencia de la variación de energía de mezclado en la pasta se realizó por triplicado el ensayo variando velocidades y tiempos de mezclado. En primer lugar, se aumentó la velocidad de amasado (+v), respetando el tiempo normalizado. En segundo lugar, se duplicó el tiempo de mezclado (+t) y por último se lo redujo en un tercio (-t), respetando en ambos casos la velocidad normalizada.

Resultados y discusión

Como puede observarse en la Figura 2, las curvas de movilidad obtenidas con el prototipo son diferentes para cada caso, lo que indica que la tecnología empleada en el dispositivo es sensible a las diferencias en los procesos de hidratación de distintos tipos de cementos. En el caso de las curvas para CPF y CPN se observa que siguen la misma tendencia, esto se debe principalmente a que ambos cementos están constituidos mayoritariamente por clinker más sulfato de calcio

Inicialmente se detecta una alta actividad superficial, asociada a la evaporación del agua y al acomodamiento de las partículas de cemento; luego la actividad superficial disminuye paulatinamente hasta alcanzar un mínimo de movilidad. En una segunda etapa, la actividad crece bruscamente hasta alcanzar el pico máximo de movilidad superficial, el cual es coincidente con el inicio de fragüe propio de cada tipo de cemento. Alcanzado el pico máximo, no se presentan cambios marcados y los valores tienden a pendientes más horizontales, por lo cual no es posible cotejar relación entre la curva de movilidad y el fin de fragüe. Los valores obtenidos de inicio y fin de fragüe se encuentran tabulados en la Tabla 1. Este comportamiento se corresponde con los resultados registrados en experiencias anteriores (González, 2018).

Respecto al CB la curva difiere notoriamente, lo cual podría asociarse a las particularidades de la harina cruda del Clinker para este tipo de cemento (falta de óxido de hierro), ya que esto se traduce en distintas temperaturas de cocción y se refleja en variaciones de las características del proceso de hidratación. Este cemento presenta un elevado contenido de C_3A y un mayor grado de finura que el CPN y el CPF, lo que se traduce en una reacción de hidratación más rápida y consecuentemente, en un tiempo de inicio de fragüe menor.

En un primer tramo de la gráfica, se observa una alta actividad superficial, con grandes variaciones en tiempos reducidos, descendiendo y ascendiendo bruscamente para terminar en un valor de IM similar a la inicial. En una segunda etapa, la actividad crece hasta alcanzar el pico máximo relativo de movilidad superficial, el cual se aproxima al inicio de fragüe. Seguidamente, no se presentan cambios marcados y los valores tienden a pendientes más horizontales, levemente descendientes.

Tipo de cemento	Inicio [min]	Fin [min]	Inicio [hs]	Fin [hs]
CPN	245	390	4:05	6:30
CB	120	210	2:00	3:30
CPF	210	360	3:30	6:00

Tabla 1. Tiempo de fragüe de los distintos tipos de cemento medido según IRAM 1619.

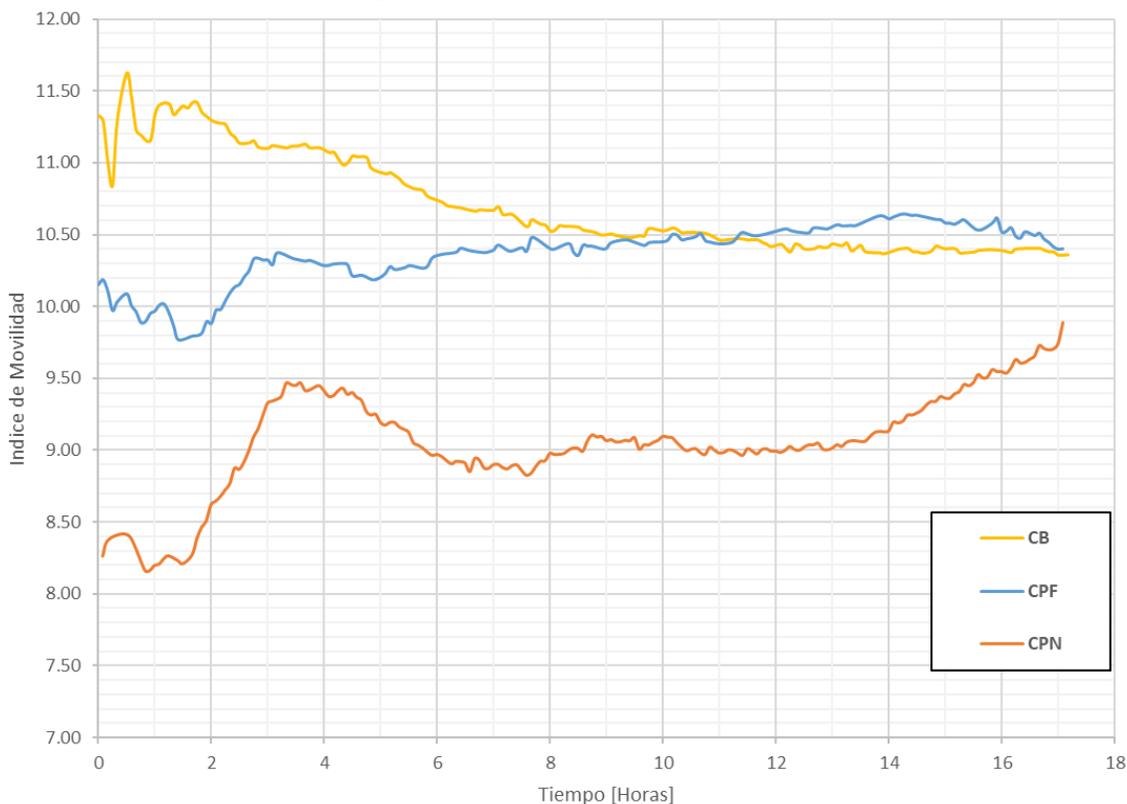


Figura 2. Curva movimiento vs tiempo. Distintos tipos de cemento.

En la Figura 3 se observa que, al variar la energía de mezclado, las curvas de movilidad CPF siguen una misma tendencia. En un primer tramo, se observa que luego de un I.M. alto, se produce un descenso del mismo, que se traduce en una concavidad en la curva. Seguidamente, se vuelve a incrementar bruscamente, con una pendiente casi vertical, para luego mantener una cierta horizontalidad. Es posible apreciar que el incremento pronunciado de IM se condice con el inicio de fragüe, mientras que para el fin de fragüe no se refleja un punto o tramo a destacar. Los valores obtenidos de inicio y fin de fragüe se encuentran tabulados en la Tabla 2.

Tipo de cemento	Inicio [min]	Fin [min]	Inicio [hs]	Fin [hs]
CPF	210	360	3:30	6:00
CPF (+v)	120	210	2:00	3:30
CPF (+t)	230	475	3:50	7:55
CPF (-t)	235	450	3:55	7:30

Tabla 2. Tiempo de fragüe CPF variando energía de mezclado medido según norma IRAM 1619.

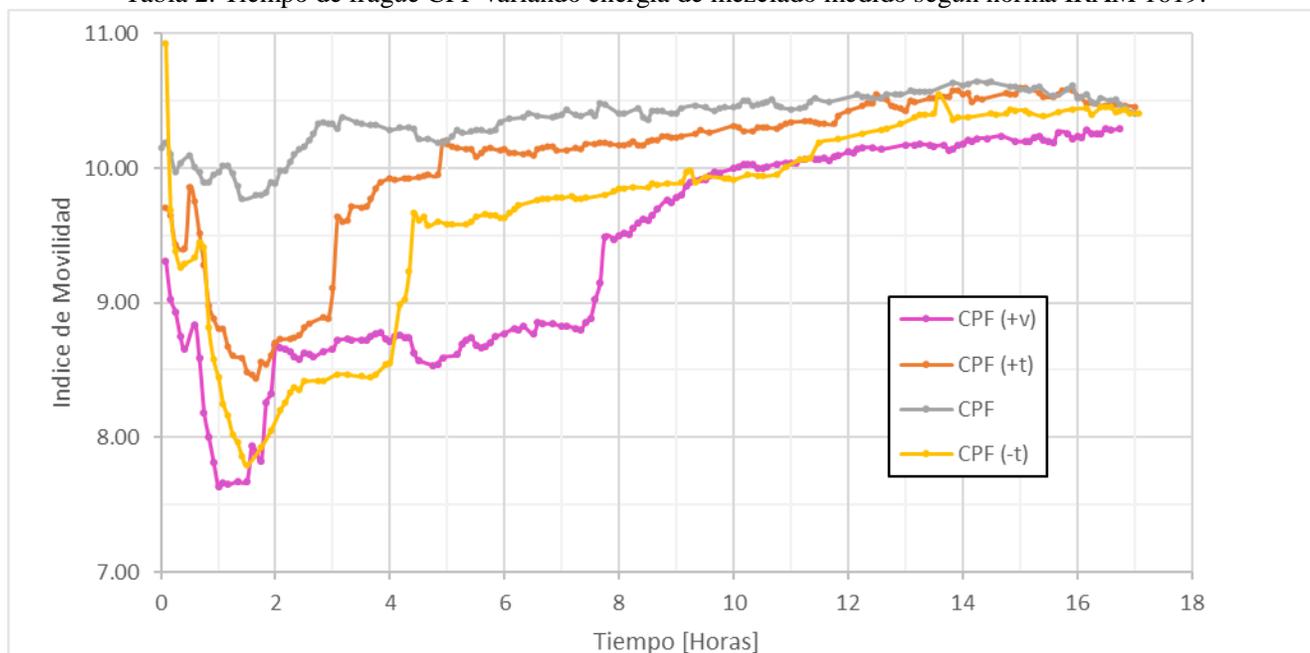


Figura 3. Curva movimiento vs tiempo. Variación de energía de mezclado.

Los resultados obtenidos con el prototipo quedan a la espera de ser validados mediante la comparación de las curvas obtenidas de los ensayos realizados con el equipo de precisión. A raíz de esto, las conclusiones son de carácter parcial.

Conclusiones

A partir de los resultados obtenidos, se concluye que:

- Se presenta relación entre el inicio de fragüe y las curvas de movilidad para distintos tipos de cemento y diferentes energías de mezclado. Esto impulsa a continuar evaluando la posibilidad de emplear la técnica de speckle dinámico para el monitoreo del proceso de hidratación del cemento y la determinación de los tiempos de fragüe.
- El método se posiciona como una potencial herramienta para el control de la calidad del hormigón en obra, especialmente teniendo en cuenta las variaciones en la energía de mezclado que pueden influir en la resistencia final del material.

Se propone en próximas instancias evaluar distintas relaciones a/c y constatar lo realizado con los resultados de los equipos de precisión de UTN Regional Paraná.

Referencias bibliográficas

- Balzamo, H., Bascoy, D. A., Bonave, V., Cabreea, O. A., Carrasco, M. F. (2012) “Cementos” en Ese material llamado hormigón, Eds. Buenos Aires, Argentina, 21–22, 45–48, 54–55.
- Budini, N., Mulone, C., Vincitorio, F. M., Freyre, C., López, A. J., Ramil, A, (2013) “Two simple methods for overall determination of mobility in dynamic speckle patterns”. *Optik* 124, Pp 6565-6569.
- Giovambattista, A. (2011) “Hormigón. Materiales, vida útil, criterios de conformidad y su consideración en el reglamento CIRSOC 201-2005”. Buenos Aires, Argentina, 45-48.
- Gomez Arn, E., Bertoluzzi, L., Suri F., Gervasoni, J., Freyre, C., Vincitorio, M., Gonzalez, D., Yoris, A., Guilarducci, A., Ulibarrie, N. (2016) “Estudio del fragüe del cemento mediante el patrón de speckle dinámico”, Actas de la IX Reunión Iberoamericana de Óptica y XII Reunión Iberoamericana de Óptica, Láseres y Aplicaciones “RIAO/OPTILAS 2016”, Pucón, Chile, 21-25 de noviembre.
- Gonzalez, Dianela (2018) “Estudio del proceso de hidratación del cemento mediante interferometría”, Actas de la 8º Jornada Jóvenes Investigadores Tecnológicos, Rafaela, Argentina, 25 y 26 de octubre.
- IRAM 50000 (2000) “Cemento. Cemento para uso general. Composición, características, evaluación de la conformidad y condiciones de recepción”. Buenos Aires, Argentina, 6-8.
- IRAM 50001 (2019) “Cementos con propiedades especiales”. Buenos Aires, Argentina.
- Neville, A.M., (2013) “Tecnología del concreto”, Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, Ciudad de México, México, 8-11, 142-147.
- Zamateo, M., Oliva, F., Cabral, T. (2022) “Speckle Dinámico: evaluación de la reproducibilidad de ensayo para el monitoreo del proceso de hidratación del cemento e incidencia del entorno”, Actas de la 12º Jornada Jóvenes Investigadores Tecnológicos, Reconquista, Argentina, 3 y 4 de noviembre.