

HAC2018 | V Congreso Iberoamericano de Hormigón Autocompactante y Hormigones Especiales

Valencia, 5 y 6 de Marzo de 2018

Influencia de las condiciones de curado en las propiedades a edades tempranas de hormigones autocompactantes con filler calizo, microsílíce y nanosílíce

G. Barluenga ⁽¹⁾, C. Guardia ⁽¹⁾ y J. Puentes ⁽²⁾

⁽¹⁾ Departamento de Arquitectura, Universidad de Alcalá, España.

⁽²⁾ Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, CSIC, España.

DOI: <http://dx.doi.org/10.4995/HAC2018.2018.5339>

RESUMEN

La mayor cantidad de pasta requerida para conseguir una mezcla autocompacta, que implica el uso de gran cantidad de material de tamaño de partícula reducida, hace que los hormigones autocompactables (HAC) sean propensos a sufrir problemas derivados de unas condiciones de curado adversas. El presente trabajo evalúa los resultados experimentales del efecto de diferentes combinaciones de temperatura y humedad relativa durante las edades tempranas (primeras 24 horas) sobre la evolución de la microestructura del HAC y sus propiedades una vez endurecido. Se ha comparado el comportamiento de HAC con filler calizo y microsílíce y nanosílíce en cámara climática sometidos a tres temperaturas (10, 20 y 30 °C) y dos humedades relativas (40 y 80 %). Las muestras se han monitorizado midiendo su temperatura, presión capilar, evaporación, retracción y la velocidad de transmisión de ondas de ultrasonidos de compresión y cortante. La combinación de estas medidas permite analizar el proceso de formación de la microestructura sólida y de la red porosa del material y el desarrollo de sus incipientes propiedades mecánicas. La temperatura afecta a la velocidad de fraguado y acelera el proceso de endurecimiento, aumentando la retracción a edades tempranas y la HR aumenta la evaporación y la retracción a edades tempranas y la porosidad y el módulo dinámico en estado endurecido.

PALABRAS CLAVE: Hormigones autocompactantes, filler calizo, adiciones minerales, condiciones ambientales, monitorización a edades tempranas, propiedades endurecido.

1.- INTRODUCCIÓN

Durante las primeras etapas de formación de los materiales en base cemento, periodo conocido como Edades tempranas (ET) se producen varios efectos como son los procesos químicos, causados por la hidratación del cemento, los procesos físicos, relacionados con la formación de la microestructura sólida/porosa y por último el desarrollo de la capacidad mecánica del material. La combinación de estos procesos es lo que ocasiona que el material

cambie de un estado plástico-fresco a un estado pseudo rígido-endurecido [1, 2]. Las reacciones químicas y el consumo de agua por la evaporación dependen de las condiciones de curado durante las primeras horas (ET) [1, 2]. Las condiciones de curado condicionan fenómenos como la fisuración en edades tempranas o la evolución mecánica del material [3-4], siendo las más importantes en el caso del secado la temperatura, la humedad relativa y el viento [5, 6, 7].

Los hormigones autocompactantes (HAC) son especialmente sensibles a las condiciones de curado debido al aumento de la cantidad de pasta, siendo propensos a fisurar a ET respecto a los hormigones convencionales [2]. La inclusión de adiciones en su composición puede mejorar las características de los HAC [8], modificando la velocidad de hidratación de los mismos [9]. El tipo de partícula así como el tamaño de las adiciones producen cambios en la formación de la microestructura rígida y la red de poros del HAC [10].

En esta investigación se ha estudiado la influencia de la utilización de adiciones minerales como microsílíce (MS) y nanosílíce (NS) en las edades tempranas así como en las propiedades en estado endurecido de los HAC con filler calizo bajo diferentes condiciones de curado. Para ellos se utilizó una cámara climática con la que se simularon diferentes condiciones: 10,20 y 30°C de temperatura y 40 y 80% de humedad relativa. El objetivo principal del trabajo es la evaluación del efecto de las condiciones de temperatura y humedad relativa en la hidratación del cemento, en la formación de la microestructura, el desarrollo de la capacidad mecánica así como la retracción en edades tempranas y las propiedades físicas y mecánicas en estado endurecido de los HAC. De este modo se podrá evaluar la robustez de los hormigones autocompactantes con la adición de microsílíce y nanosílíce.

2.- PROGRAMA EXPERIMENTAL

2.1.- Materiales

A continuación se exponen los diferentes componentes utilizados en las mezclas:

- Cemento tipo CEM I 42.5 R, acorde con la norma UNE-EN 197-1:2000, suministrado por Cementos Portland Valderrivas.
- Aditivo superplastificante (HRWRA) Viscocrete® 5920 fabricado por SIKA.
- Filler calizo Betocarb® P1-DA, suministrado por Omya Clariana SL.
- Microsílíce (m) Meyco MS610, suministrado por BASF, con una densidad de 2.3g/cm³ y una densidad aparente de 0.23g/cm³ con un contenido de SiO₂ mayor al 90%.
- Suspensión acuosa de nanosílíce (n) Meyco 685 MS suministrado por BASF, con una densidad de 1.134+0.003 g/cm³ a 20°C. El contenido sólido de la suspensión (100°C) es del 22+1.5%. El agua se descuenta del agua líquida usada en la mezcla.

En anteriores publicaciones ya se explicó las composiciones químicas del cemento, filler calizo, microsílíce y del nanosílíce [1].

La Tabla 1 recoge las composiciones de HAC usadas en el estudio. Se realizó una dosificación de referencia con filler calizo (HCA), a la que se le sustituyó el 10% del filler calizo por microsílíce y el 5% del filler calizo por nanosílíce, respectivamente. La relación agua/finos se mantuvo constante en 0.30 para todas las dosificaciones.

Tabla 1- Dosificaciones de HAC (kg/m³).

	HCA	HCAMS	HCANS
Cement	350.00	350.00	350.00
Filler	350.00	315.00	332.50
Gravel (4-20)	790.00	790.00	790.00
Sand (0-4)	679.00	679.00	679.00
Micro-silica	-	35.00	-
Nano-silica	-	-	79.50
Water (*)	179.00	179.00	117.00
HRWRA	3.50	3.50	3.50
w/c (**)	0.60	0.60	0.60
w/fines (**)	0.30	0.30	0.30

* agua añadida.

** También se consideró la cantidad de agua intrínseca en los componentes (humedad arena (4.3%), HRWRA y NS).

2.2.- Condiciones de curado

Se introdujeron las muestras de las diferentes dosificaciones dentro de una cámara climática FDM-C140SX. Se fijaron tres temperaturas diferentes, 10, 20 y 30°C y dos humedades relativas (HR), 40 y 80%. Las 18 muestras estudiadas se nombraron incluyendo la dosificación y la temperatura y humedad de curado, tal y como se observa en la Tabla 2.

2.3.- Métodos experimentales

A ET se monitorizaron presión capilar, evaporación, retracción libre, temperatura y velocidad de ultrasonidos de ondas de compresión y cortante (P- y S).

Los parámetros de evaporación y retracción se midieron en un molde de 250 x 100 x 50 mm al que se le colocó un captador de desplazamiento, el cual se ubicó encima de una balanza para poder controlar la pérdida de peso. En un molde de 150 x 100 x 70 mm se monitorizaron temperatura, presión capilar y los ultrasonidos de ondas de P con transductores de 54kHz. Las ondas de P y S se midieron con transductores de 250 kHz en un molde de 100 x 60 x 40 mm con el fin de poder calcular el coeficiente de Poisson (ν), módulo de compresibilidad (K) y el módulo dinámico de Young (E_{dyn}). Los procedimientos de ensayo han sido explicados con más detalle en anteriores publicaciones [2].

Se midieron en probetas cúbicas de 100 mm en muestras endurecidas a 28 días, la resistencia a compresión (CS), densidad aparente (D) y porosidad abierta accesible al agua (OP). El coeficiente de Poisson, el módulo de compresibilidad y el módulo dinámico de Young en muestras endurecidas se calcularon midiendo ondas P y S con transductores de 250kHz. La permeabilidad al aire y al agua de las muestras se ensayó sobre Losas Kraai modificadas de 450 x 300 x 50 mm usando un equipo PorosiscopeTM cuyo funcionamiento está basado en el método de Figg [11-13].

3.- RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1.- Monitorización de las propiedades en edades tempranas.

La tasa de evaporación durante las 6 primeras horas está recogida en la Tabla 2. Se observa que este parámetro está relacionado directamente con la humedad relativa, es decir, un 40% de humedad relativa produce mayor evaporación que un 80% en todos los casos. Sin embargo, la influencia de la temperatura no es igual en todas las dosificaciones. HCA y HCAMS presentan una tasa de evaporación mayor con 20°C mientras que la tasa de evaporación mayor en HCANS ocurre con 30°C.

Tabla 2-Edades tempranas (<6 hours) Retracción (Shr.) (mm/m), tiempo inicial retracción (T_{shr}) (min), Tasa evaporación ($E_{v,rate}$) (kg/m^2h), Punto de Equilibrio (PSS) (min), and Propiedades en endurecido a 28 días Resistencia a compresión (C) (MPa), Densidad aparente (D) (kg/m^3), Porosidad abierta (OP) (%), Poisson (ν), Modulo de compresibilidad (K) and Young modulus (E) (GPa) de HAC.

		Edades tempranas				Endurecido					
		PSS (min)	Shr. (mm/m)	T_{shr} (min)	$E_{v,rate}$ (kg/m^2h)	C (MPa)	D (kg/m^3)	OP (%)	ν	K	E (GPa)
HCA	1040	45	0.56	100	0.16	35.0	2340	1.09	0.21	21.83	38.21
	1080	55	0.10	80	0.11	32.5	2310	1.35	0.25	21.68	31.71
	2040	35	0.60	80	0.32	35.0	2330	0.79	0.24	24.34	38.37
	2080	35	0.08	200	0.04	30.5	2370	1.36	0.26	23.48	33.46
	3040	35	0.56	80	0.19	33.5	2340	-	0.25	22.51	33.93
	3080	55	0.12	20	0.07	36.6	2200	0.97	0.20	18.91	34.58
HCAMS	1040	45	0.32	60	0.18	36.5	2250	2.47	0.28	21.59	29.14
	1080	45	0.36	50	0.13	35.5	2240	1.28	0.27	19.02	26.79
	2040	55	0.76	40	0.38	32.0	2240	2.22	0.25	22.32	34.04
	2080	25	0.28	50	0.03	36.5	2300	2.33	0.27	21.31	29.44
	3040	25	0.52	50	0.35	29.0	2310	2.06	0.22	21.87	36.65
	3080	15	0.16	110	0.11	30.0	2210	0.92	0.26	22.49	33.01
HCANS	1040	35	0.44	80	0.12	41.5	2200	1.98	0.25	20.70	31.18
	1080	15	0.76	60	0.02	37.0	2250	2.58	0.26	21.64	31.39
	2040	05	0.84	60	0.09	33.5	2310	1.43	0.27	23.91	32.56
	2080	05	0.84	50	0.09	36.2	2290	2.21	0.25	21.43	32.56
	3040	15	0.52	60	0.20	32.5	2160	4.64	0.29	20.50	25.81
	3080	25	0.32	20	0.15	36.0	2250	0.89	0.24	20.48	31.69

Nomenclatura utilizada para dosificaciones: HCA/HCAMS/HCANS-°C-%RH (ej. HCA1040)

La Figura 1 presenta la evolución de la presión capilar durante las primeras 6 horas de ensayo de las dosificaciones bajo las diferentes condiciones de curado.

Se observa como la presión capilar pasa de ser positiva (presión hidrostática) a ser negativa (succión). El punto donde se produce este cambio, es decir donde la presión capilar es igual a 0, se conoce como Punto de Equilibrio (PSS) de la presión capilar. La Tabla 2 presenta el momento en el que ocurre este cambio en cada una de las dosificaciones en los diferentes escenarios.

Como norma general el Punto de Equilibrio disminuye con el incremento de temperatura, no viéndose afectado por la humedad. Del mismo modo se observa que en general, HCANS presenta un valor menor de PSS respecto a las otras dosificaciones.

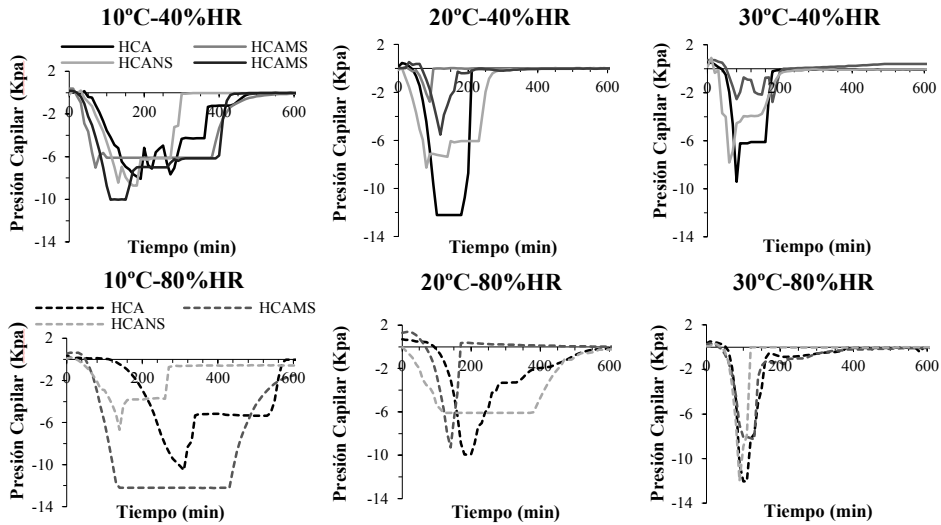


Figura 1. Evolución de la presión capilar durante las primeras horas.

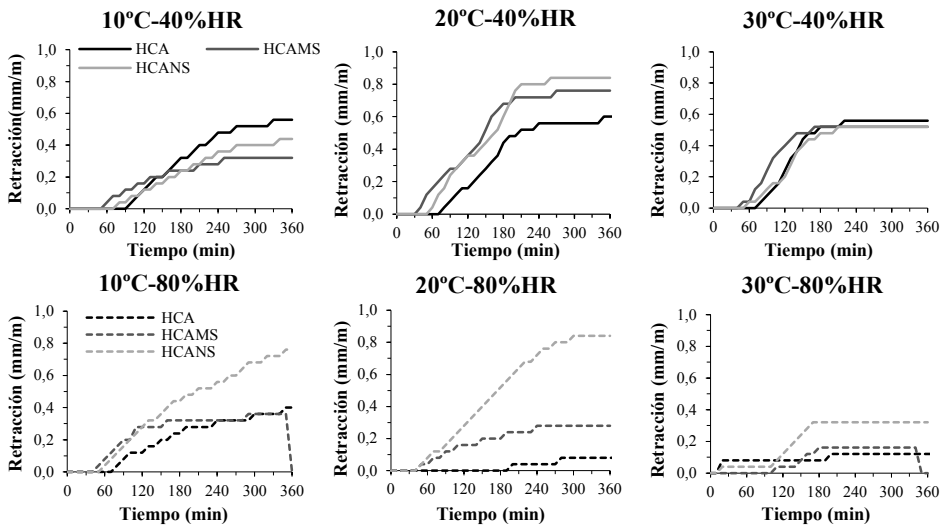


Figura 2. Evolución de la retracción libre durante las primeras 6 horas.

En la Figura 2 se muestra la retracción libre durante las primeras 6 horas del ensayo. La Tabla 2 presenta los tiempos de inicio de la retracción así como la retracción final de cada una de las dosificaciones. La retracción ocurre en todos los casos antes de las 6 horas. En general, cuanto menor es la humedad relativa mayor es la retracción registrada. Por otro lado se observa una relación directa entre evaporación y retracción en las dosificaciones

HCA y HCAMS, ocurriendo la situación inversa en el caso de HCANS. Las dosificaciones con adiciones minerales son más sensibles a la temperatura mostrando valores de retracción más elevados que la dosificación HCA. Los valores más elevados, al contrario de lo que se esperaba, se observaron en las dosificaciones HCANS y HCAMS en unas condiciones de temperatura de 20°C y no con una temperatura de 30°C. Esta situación se puede explicar considerando que la retracción depende no solo de la cantidad de agua en los poros sino que también depende de la formación de la estructura sólida del material en endurecido [1, 2]. Así mismo, se observa como HCANS en lo referente a la retracción, es más sensible a las condiciones de curado que HCAMS.

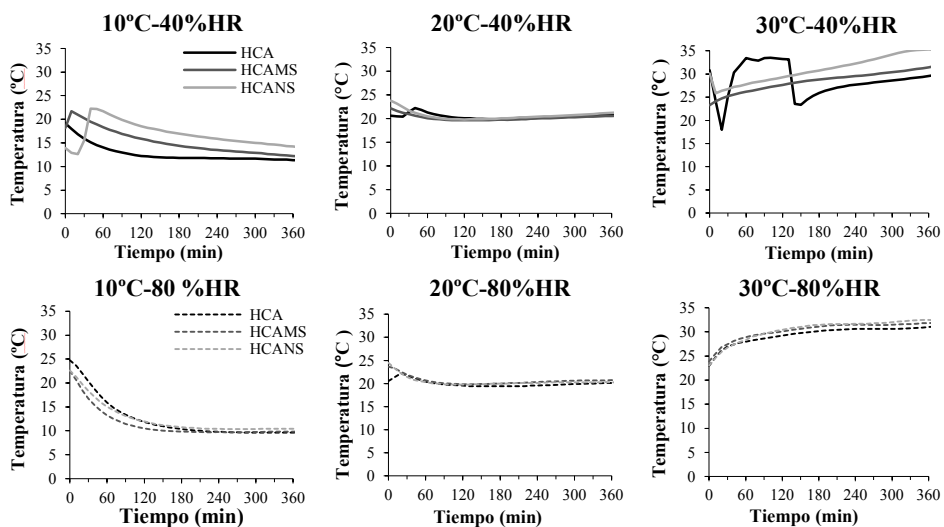


Figura 3. Evolución de la temperatura interior de la muestra durante las primeras 6 horas.

La evolución de la temperatura del núcleo de las diferentes muestras en las diferentes condiciones de curado durante las primeras 6 horas se muestra en la Figura 3. Como se esperaba, las muestras tendieron a equilibrarse con la temperatura ambiente, aunque el aporte calorífico de la hidratación del cemento produjo un retraso. Una mayor temperatura de curado supuso una aceleración en la reacción química. Se aprecia mayor temperatura de núcleo con 40% de humedad que con 80% de humedad relativa, debido al menor calor específico de las muestras secas debido a la mayor tasa de evaporación.

La Figura 4 muestra el módulo de Young (E_{dyn}) y el coeficiente de Poisson (ν) de las diferentes dosificaciones en diferentes condiciones de curado en edades tempranas.

Las primeras lecturas de onda S se obtuvieron a las 3 horas de ensayo, usando la transformada de Hilbert. [3]. Inicialmente (E_{dyn}) presentó un valor de 2-3 GPa evolucionando este hasta alcanzar, después de 24 horas, valores entre los 15 – 30 GPa. En el caso del coeficiente de Poisson, los valores iniciales son de 0.5 en todos los casos, lo que corresponde a materiales no compresibles e indica que los poros se encuentran saturados de agua. Pasadas 24 horas, ν alcanzó unos valores de entre 0.25 y 0.38. Se puede observar que

la temperatura afecta a la evolución de E_{dyn} ya que a mayor temperatura mayor valor de E_{dyn} . Por otro lado la humedad relativa afecta positivamente a 30°C , donde mayor valor de HR corresponde con un valor mayor de E_{dyn} . Sin embargo no se identifica ningún efecto de la temperatura ni de la humedad relativa en el coeficiente de Poisson.

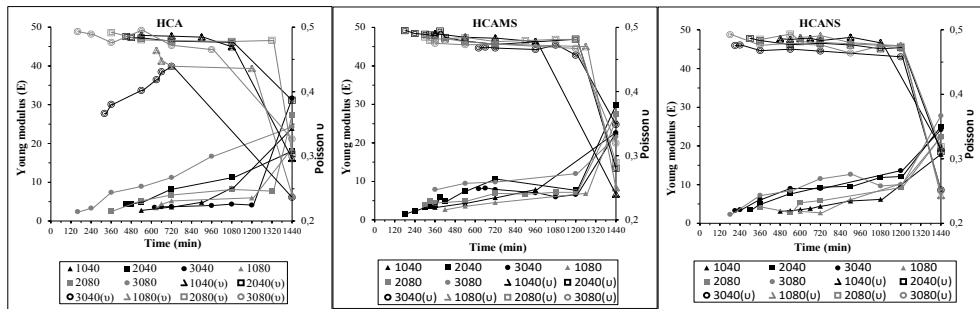


Figura 4. Evolución Modulo Young y coeficiente de Poisson.

3.2.- Propiedades en estado endurecido.

Las propiedades en endurecido de los HAC están resumidos en la Tabla 2. La resistencia a compresión está comprendida entre 30 y 40 MPa. El uso de adiciones minerales aumenta la resistencia de los HAC. El uso de nanosílice aumenta la resistencia respecto al uso de microsilíce aun habiéndose añadido la mitad de ésta en la mezcla. En la Figura 5 se pueden ver las resistencias a compresión representadas gráficamente. Del mismo modo, se observa como por un lado, el uso de adiciones minerales reduce la densidad aparente (D), el módulo de compresibilidad (K) y el módulo dinámico de Young (E_{dyn}) y por otro lado aumenta la porosidad abierta y el coeficiente de Poisson. Estos resultados concuerdan con anteriores resultados obtenidos de HCA [3].

La resistencia a compresión es mayor en condiciones de seco-frío (10°C y 40% HR) y en húmedo-calor (30°C y 80%HR). Esto nos indica que la microestructura sólida de la mezcla necesita más agua a temperaturas más altas para su formación debido a que la evaporación es más alta, mientras que en condiciones de climas fríos, menos humedad relativa supone mejores resultados.

En relación a la porosidad abierta y densidad aparente de los HAC, se observa una relación inversa. Del mismo modo, entre la porosidad abierta y el módulo dinámico de Young también existe relación. Por otro lado también existe una relación entre la resistencia a compresión y el coeficiente de Poisson. Las dosificaciones HCA y HCANS presentan una relación inversa mientras que en HCAMS la relación es directa entre estos parámetros.

La Figura 5 presenta no sólo la resistencia a compresión de las dosificaciones sino que también la permeabilidad al aire y al agua de las mismas. Lo primero que se puede apreciar es que no existe una clara relación entre la permeabilidad al aire o al agua de las muestras y la resistencia a compresión de las mismas. Esto se puede entender como que un parámetro (permeabilidad) está relacionado con la estructura porosa del material y el otro parámetro (resistencia) está relacionado con la estructura sólida del mismo. En cuanto a la permeabilidad, se observa como las dosificaciones curadas en condiciones calientes y secas

(30°C-40%HR) son las dosificaciones más permeables al aire. HCANS presenta los valores más altos para la permeabilidad al aire, es decir HCANS es la dosificación menos permeable al aire, a excepción de las dosificaciones bajo las condiciones de curado de 10 y 30°C y 80% de humedad relativa respectivamente. HCA es la dosificación que presenta más permeabilidad al aire. En cuanto a la permeabilidad al agua, las dosificaciones en condiciones de curado de 10°C de temperatura presentan los valores más bajos y con 30°C los valores más altos, siendo HCANS la más permeable al agua.

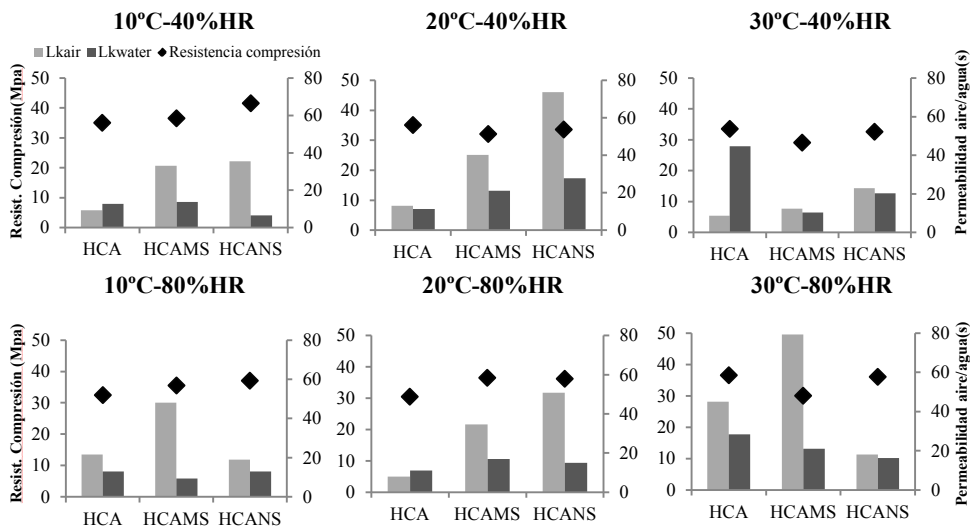


Figura 5. Permeabilidad al aire y al agua y resistencia a compresión de las diferentes dosificaciones.

3.3. Efecto de las condiciones de curado en las propiedades de los HAC.

Se observa como la temperatura influye en el tiempo de aparición del Punto de equilibrio en la presión capilar, en la retracción de los HAC con adiciones minerales, la velocidad de hidratación y la formación de la estructura sólida. Por otro lado existe una influencia de la humedad relativa sobre la tasa de evaporación y retracción en edades tempranas así como también modifica la velocidad de reacción y por lo tanto la formación de la microestructura sólida. La velocidad de hidratación, medida gracias a la temperatura interna de la muestra, así como la formación de la microestructura y la retracción a edades tempranas fueron influenciados por la combinación de ambos parámetros de condiciones de curado. Además, algunas relaciones entre ET y parámetros en estado endurecido pueden asociarse a la influencia de las condiciones de curado. Por ejemplo, la tasa de evaporación a edades tempranas de los HAC se puede relacionar con la HR, ya que la HR más baja produjo mayor evaporación en la mayoría de los casos. Y a su vez la microestructura en estado endurecido se vio afectada por la tasa de evaporación.

En general, se observa que una mayor tasa de evaporación significa una reducción de la porosidad abierta en endurecido. En cuanto a la composición de la mezcla, se puede

observar como el HCANS muestra una relación inversa entre los parámetros mientras que en HACMS no se observa ninguna tendencia clara. Del mismo modo, se aprecia como una mayor tasa de evaporación corresponde con un mayor valor del módulo dinámico de Young.

4.- CONCLUSIONES

Se ha realizado un estudio experimental para evaluar el efecto de las condiciones de curado en el comportamiento de los HAC a edades tempranas y las propiedades en estado endurecido en HAC con filler calizo, microsilíce y nanosilíce. Las muestras se han analizado bajo tres temperaturas (10,20 y 30°C) y dos humedades relativas (40 y 80%) diferentes. Los resultados experimentales indicaron que:

- Las condiciones ambientales no solo modifican la microestructura a edades tempranas sino que también las propiedades físicas y mecánicas en estado endurecido.
- El tipo y tamaño de partícula de las adiciones a los HAC, también influyen en los efectos que puedan sufrir.
- La temperatura afecta a la velocidad de reacción y a la formación de la microestructura, reduciendo el tiempo inicial de fraguado, acelerando el proceso de endurecido. La temperatura también aumenta la retracción en las primeras horas del HAC con adiciones minerales.
- La temperatura también afecta en la formación de la estructura porosa del material afectando a la permeabilidad al aire y al agua de los HAC.
- La humedad relativa (HR) afecta a la tasa de evaporación y retracción, reduciendo el tiempo de comienzo de la misma. La HR también modifica la velocidad de hidratación así como la formación de la microestructura.
- En estado endurecido la humedad relativa en el curado de las mezclas cambia la porosidad abierta del material así como el módulo dinámico de Young.
- La combinación de condiciones de curado calientes y secas aumentan la velocidad de hidratación, la formación de la estructura y la retracción en edades tempranas del HAC.
- Por otro lado, la combinación de condiciones de curado frías y secas y calientes y húmedas producen una resistencia a compresión mayor.

Por lo tanto, se puede decir que las propiedades en estado endurecido de los HAC son consecuencia de la formación de la microestructura en las primeras horas de las mezclas, la cual se ve afectada por las condiciones de curado así como por la composición de las mismas.

5.- AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a I. Palomar y M. Giménez su contribución en la realización de las mezclas, el suministro de materiales a BASF Construction Chemicals España S.L, Omya Clariana SL y Cementos Portland Valderrivas y la financiación a la Junta de Comunidades de Castilla La Mancha (PII-2014-022-P) (cofinanciado por el Fondo Social Europeo) y al Ministerio Español de Economía y Competitividad (proyectos BIA2013-48480-C2-2-R y BIA2016-77911-R).

6.- REFERENCIAS

- [1] Barluenga G, Palomar I, Puentes J. “Early age and hardened performance of fluid cement pastes combining mineral additions.” *Mater Struct* V. 46, No. 6, 2013, pp. 921–941.
- [2] Barluenga G., Puentes J., Palomar I.: “Early age monitoring of self-compacting concrete with mineral additions.” *Construction and Building Materials*, V. 77, 2015, pp. 66-73.
- [3] Barluenga G., Palomar I., Puentes J., “Hardened properties and microstructure of SCC with mineral additions.” *Construction and Building Materials*, V.94, 2015, pp. 728-736.
- [4] Aparicio S., Martínez-Ramírez S., Ranz J., Fuente J.V., Hernández M.G.: “Microstructural and mechanical properties study of the curing process of self-compacting concrete.” *Materials & Design*, V. 94, No. 15, 2016, pp. 479-486.
- [5] Zhang W., Zhang Y., Liu L., Zhang G., Liu Z.: “Investigation of the influence of curing temperature and silica fume content on setting and hardening process of the blended cement paste by an improved ultrasonic apparatus.” *Construction and Building Materials*, V. 33, 2012, pp. 32-40.
- [6] Ortega, J.M., Sánchez, I., Climent, M.Á.: “Influence of different curing conditions on the pore structure and the early age properties of mortars with fly ash and blast-furnace slag.” *Materiales de Construcción*, V. 63, No. 310, 2013, pp. 219-234.
- [7] Serpukhov I, Mechtcherine V.: “Early-Age Shrinkage of Ordinary Concrete and a Strain-Hardening Cement-Based Composite (SHCC) in the conditions of hot Weather casting”. *Concreep 10 (ASCE)*, 2015, pp. 1504-1513.
- [8] Scrivener, KL Kirkpatrick, RJ: “Innovation in use and research on cementitious material”, *Cement and Concrete Research*, V. 38, No. 2, 2008, pp. 128-136.
- [9] Poppe A-M., De Schutter G.: “Cement hydration in the presence of high filler contents.” *Cement and Concrete Research*, V. 35, No. 12, 2005, Pages 2290-2299.
- [10] Ye G., Liu X., De Schutter G., Poppe A-M, Taerwe L.: “Influence of limestone powder used as filler in SCC on hydration and microstructure of cement pastes.” *Cement and Concrete Composites*, V. 29, No. 2, 2007, pp. 94-102
- [11] J. Figg, M. Leeming, *Impact of Non-Destructive Testing*. Proceedings of the 28th Annual British Conference on Non-Destructive Testing. [ed.] C. Brook y Hanstead P.D. Sheffield : Pergamon Press, (1989).
- [12] NDT James Instrument Inc. *Non destructive testing Systems. Operating Instructions*. P-6050 & P-6000 - Poroscope Plus. Chicago, U.E.A
- [13] Barluenga, G Puentes, J. y Guardia, C. “Effect of curing conditions on sustainable SCC durability”. 14th DBMC 14th International Conference on Durability of Buildings Materials and Components. RILEM Publications S.A.R.L. (2017) pages 163-164. ISBN: 978-2-351558-159-9.