

# Durabilidad del hormigón

## I. Resistencia química de los cementos (\*)

PABLO GARCIA DE PAREDES GAIBROIS  
 Lcdo. en Ciencias Químicas  
 I.E.T.c.e.

### Método de ensayo de la durabilidad frente a los sulfatos y cloruros

J. H. P. VAN AARDT

#### I. OBJETO

Conocer el comportamiento de morteros de cemento en contacto con disoluciones de sulfatos y cloruros alcalinos y alcalino-térreos.

#### II. CRITERIO APLICADO

La durabilidad de los conglomerantes frente a los sulfatos y cloruros se juzga según el número de días que se necesitan para que una probeta de mortero, preparado con el cemento que se investiga, manteniéndola sumergida en disoluciones de las sales, sufra una dilatación que represente el 0,4 % de la longitud inicial.

#### III. MATERIALES

Arena normalizada, Rilem-Cembureau. (Párrafo 2.6.1.1. del Pliego General de Condiciones para la recepción de conglomerantes hidráulicos. B.O.E. n.º 109-1964. Madrid).

Sulfato sódico  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ .

Sulfato magnésico  $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ .

Sulfato amónico  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ .

Cloruro sódico  $\text{NaCl}$ .

Cloruro magnésico  $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ .

Cloruro amónico  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .

Reactivo para análisis.

(\*) Continuación: Materiales de Construcción n.º 165, pág. 77.

#### **IV. APARATOS**

- a) Moldes y aparatos de medida (comparador): Los utilizados para el ensayo de la estabilidad de volumen en autoclave. (ASTM C 227-66).
- b) Utensilios para el amasado y moldeado de las probetas: Los indicados en la especificación ASTM C 305.

#### **V. COMPOSICION DEL MORTERO**

Arena normalizada .....	1.500 gramos
Conglomerante ensayado .....	500 gramos
Agua .....	500 mililitros

#### **VI. PREPARACION DE LAS DISOLUCIONES Y DEL MORTERO**

- a) Mortero: La preparación del mortero se realizará siguiendo las indicaciones contenidas en la especificación ASTM C 227, números 5 y 6.
- b) Las disoluciones se prepararán disolviendo en agua destilada las cantidades de sales hidratadas necesarias para conseguir las concentraciones siguientes:

5 % de sal anhidra (50 g/l) en las disoluciones de los sulfatos y los cloruros.

Mezclas de dos disoluciones al 2 % de sal anhidra (20 g/l) de las siguientes sales:

Sulfato sódico + cloruro sódico. Sulfato magnésico + cloruro sódico.

Se deberá comprobar la concentración de las disoluciones por métodos químico-analíticos.

#### **VII. PREPARACION Y FRAGUADO DE LOS PRISMAS**

La preparación de los prismas y su endurecimiento inicial se llevarán a cabo de acuerdo con los párrafos 5 (a y b) de la norma ASTM C 151-63.

#### **VIII. CURADO PREVIO DE LOS PRISMAS**

Los prismas se extraerán de los moldes una vez terminado su endurecimiento en la cámara húmeda, esto es a las 24 horas de amasado; en caso de no estar suficientemente endurecidos, se les dejará en los moldes y en la cámara húmeda otras 24 horas.

Después de extraídos de los moldes, los prismas se mantendrán en la cámara húmeda a  $21 \pm 2^{\circ}\text{C}$  y más de 90 % de h.r. durante 28 días.

#### **IX. ENSAYO DE LA DURABILIDAD**

Al finalizar el período previo de curado, mencionado en el artículo anterior, se medirán los prismas según se indica en el párrafo 7 de la norma ASTM C 151-63. La longitud medida se considerará como magnitud de referencia para las mediciones ulteriores.

Después de medida su longitud, se sumergerán los prismas en las disoluciones. En cada una de ellas se colocarán tres prismas; otros tres se sumergerán en agua destilada o desionizada para servir como “testigos”. El número total de prismas para un conglomerante será 21.

Las variaciones de longitud se apreciarán realizando mediciones a intervalos regulares. Por ejemplo, mensualmente.

Las variaciones de longitud se calculan según ASTM 151-63, párrafo 7.

Las disoluciones se renovarán mensualmente. Para los conglomerantes muy vulnerables, por ejemplo los ricos en aluminato tricálcico, la renovación se realizará semanalmente durante los tres primeros meses.

# Ensayo de la resistencia de los conglomerantes a la corrosión por los sulfatos

I. I. KARSPINSKI

## 1. CRITERIO APLICADO

La resistencia que un conglomerante opone al ataque originado por los sulfatos, se mide por el número de ciclos de inmersión, en una disolución saturada de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ; seguida de secado, en estufa, hasta que la probeta de mortero haya perdido el 3 % de su peso inicial.

## 2. MATERIALES

### 2.1. Arena

Silícica: Preparada por la mezcla a partes iguales en peso, de 3 fracciones cuyos tamaños de granos son:

0,5 a 1,0 mm

1,0 a 3,0 mm

3,0 a 5,0 mm

### 2.2. Sulfato sódico

Cristalizado ( $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) de la calidad "reactivo para análisis".

## 3. APARATOS

### 3.1. Moldes

En acero duro, capaces para obtener prismas rectangulares de  $4 \times 4 \times 16$  cm.

### 3.2. Útiles para el amasado

Placa de vidrio o acero inoxidable, paletas, paletines, etc., los usuales para la preparación normal del mortero.

### 3.3. Estufa

De laboratorio, capaz para desecar a  $30^\circ\text{C}$  y 50 % de humedad relativa, un conjunto de, por lo menos, 6 prismas de  $4 \times 4 \times 16$  cm.

### 3.4. Cámara húmeda

Recinto que pueda mantenerse saturado de vapor de agua a  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  y que pueda contener por lo menos 12 prismas de  $4 \times 4 \times 16$  cm.

### **3.5. Depósito para el curado bajo agua**

Cubeta de material no atacable, que pueda contener bajo agua, por lo menos 12 prismas de  $4 \times 4 \times 16$  cm, dotada de medios para mantener la temperatura del agua a  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

### **3.6. Depósito para el ataque**

Cubeta de material inalterable que pueda contener, por lo menos, 6 prismas de  $4 \times 4 \times 16$  cm sumergidos en una disolución saturada de  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  mantenida a  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

### **3.7. Balanza**

Capaz de pesar un prisma de mortero de  $4 \times 4 \times 16$  cm apreciando el decigramo.

## **4. PREPARACION DEL MORTERO**

Se amasan, a mano, las cantidades necesarias para preparar tres morteros con la proporción 1:3 de cemento y arena (mezclada) y con los coeficientes agua/cemento de 0,50; 0,55; y 0,60, respectivamente.

De cada tipo de mortero, se preparan, por lo menos, 12 prismas.

La colocación en los moldes se realiza sin forzar la compactación.

## **5. PREPARACION DE LA DISOLUCION DE ATAQUE**

En agua desionizada se disuelve el sulfato sódico cristalizado hasta obtener una disolución saturada a  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , en cantidad suficiente para cubrir en la cubeta (3-6) por lo menos un conjunto de 6 prismas de mortero, distanciados entre sí 2 centímetros como mínimo.

## **6. EJECUCION DEL ENSAYO**

### **6.1. Curado previo**

Los prismas de mortero se conservan, dentro de sus moldes, inmediatamente después de preparados, en la cámara húmeda (3.4.) durante 24 horas.

Finalizado este plazo, se extraen los prismas de los moldes y se trasladan al depósito de agua (3.5) en el cual se les conservan, bajo agua, durante 27 días a  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

### **6.2. Secado previo**

A la edad de 28 días, contados a partir de su fabricación, se extraen por lo menos 6 prismas del depósito (3.5) y se les traslada a la estufa donde se les deseca durante cuatro días a  $30^\circ\text{C}$  y 50 % h.r.

### **6.3. Pesada inicial**

Al terminar el secado previo se pesa cada prisma apreciando hasta 0,1 g. Se anota el peso que servirá como término de comparación para todas las otras pesadas.

#### **6.4. Ataque**

Los prismas secos y pesados se introducen en la disolución saturada de sulfato sódico (depósito 3.6) en la cual se conservan durante  $18 \pm 3$  horas. Transcurrido este plazo se extraen los prismas y se les lava con agua desionizada.

#### **6.5. Segunda desecación**

A continuación se desecan como en 6.2.

#### **6.6. Pesada posterior al ataque**

Finalizado el plazo de cuatro días de desecación se pesa cada prisma como en 6.3.

#### **6.7. Cálculo**

La diferencia de peso entre 6.3. y 6.6. se refiere al peso inicial.

#### **6.8. Nuevos ataques**

Los tratamientos descritos en los párrafos 6.2. a 6.7. se repiten hasta que la pérdida de peso represente el 3 % del peso inicial.

## Métodos para conocer la resistencia química de los cementos hidratados frente a líquidos agresivos

T. MERRIMAN

La pasta hidratada del cemento es, en el hormigón, el elemento activo que puede acusar las influencias externas y también es el lugar donde se pueden producir alteraciones nocivas debidas a defectos del cemento o de los áridos empleados.

Debido a ello se escogió un método que pusiese en contacto con disoluciones agresivas la pasta hidratada, para de ese modo poder llegar a fijar un valor orientativo de la “resistencia química del conglomerante”.

Se comenzó utilizando el método de Merriman, y se encontraron los siguientes inconvenientes:

En primer lugar las placas se alteraban a plazos muy largos; se imponía acelerar el proceso. Por otra parte, las adiciones de ácido sulfúrico convertían a las disoluciones, al poco tiempo, en disoluciones saturadas en sulfato cálcico debido al enriquecimiento de ion cálcico originado durante la hidratación del cemento y emigrado de la placa.

Con el fin de alcanzar más pronto la alteración de las placas sin aumentar la temperatura, lo que motivaría procesos diferentes a los que ocurren a temperaturas medias entre 10 y 30°C, se disminuyó el espesor de la placa hasta 2 mm; la dimensión fue fruto de los resultados obtenidos pues se observó que, aproximadamente, ese espesor presentaba las láminas en que se exfoliaban las placas al atacarse.

Se suprimieron las adiciones de ácido y se sustituyeron por la renovación de los líquidos a plazos de 7-30-60-90-180-360-540, etc.; así se realizaron ensayos en colaboración internacional y los resultados se publicaron en los “Cuadernos de Investigación” núms. 12 y 13 del IETCC.

Para aceptar la calificación de un cemento, deducida del estado de alteración de una placa comparado con el de otra, en contacto ambas con el mismo tipo de líquido, se imponía poder asegurar que eran homólogas. Con objeto de lograr esto, en lo posible, se adoptó la utilización de placas más pequeñas que se denominan “hermanas” pues se obtienen por fragmentación de una placa de mayores dimensiones.

Se exponen con mayor extensión las variaciones introducidas en el método de Merriman porque constituyeron tema de investigación, durante años, en la División de Durabilidad del Instituto Eduardo Torroja de la Construcción y del Cemento.

77

# Ensayo de la resistencia química de los conglomerantes hidratados en contacto con disoluciones acuosas de sulfatos

T. MERRIMAN

## Finalidad

Conocer, en breve plazo, la resistencia química de los conglomerantes hidratados frente al ataque de las disoluciones acuosas de sulfatos.

## Criterio

La vulnerabilidad química se mide por las alteraciones que experimenta el estado físico de las placas de pasta, hidratadas y endurecidas, sumergidas en una disolución de sulfato sódico.

## Materiales

El cemento que se ensaya.

Agua desionizada.

Sulfato sódico anhidro  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  r.a.

Acido sulfúrico 6N.

Parafina.

Disolución hidro-alcohólica de fenolftaleína (indicador).

Papel pergamino.

Esféricas de acero, de 5 mm diámetro.

Alambre de cobre barnizado, 0,5 mm de grueso aproximadamente.

Placas de cristal, de 20 × 15 cm.

Tapón de goma (para la vasija de amasado).

## Aparatos

Balanza que aprecie decigramos.

Vasija de goma, para amasar la pasta; provista de un orificio en el fondo para su vaciado.

Vidrios de reloj.

Pobetas de vidrio cilíndricas, graduadas. De 100 y de 1.000 ml.

Espátula para amasar y agitadores de vidrio.

Cámara húmeda.

Frascos de material inatacable: de 2 litros de capacidad y tapa roscada que poseerá un orificio central de 5 mm de diámetro.

Bureta de 50 ml, divididos en décimas.



### **Preparación de la disolución agresiva**

Se disuelven, para cada litro de disolución agresiva, diez gramos (10) de sulfato sódico anhidro  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , en mil (1.000) mililitros de agua desionizada. Conviene preparar mil quinientos (1.500) mililitros de disolución para cada placa de pasta hidratada que se ensaye.

### **Preparación de las placas que servirán de molde**

Las placas de cristal se forran con papel pergamino. En una de ellas se fijan, con parafina, cuatro esferillas de acero, cada una a un centímetro de cada vértice.

### **Preparación de la placa de pasta conglomerante que se somete a ensayo**

Se mezclan durante un minuto, 150 gramos del conglomerante anhidro con 65 ml de agua desionizada, colocados previamente en la vasija de goma destinada al amasado que tendrá tapado el orificio de descarga. Terminado el plazo de amasado se destapa la vasija y se recibe la papilla de cemento sobre la placa de cristal que tiene adheridas las esferillas; una vez vertida la papilla, se cubre con la segunda placa, evitando que permanezcan burbujas de aire entre las placas y la papilla. Sobre la placa superior se debe colocar algún pequeño peso.

### **Curado de la pasta aglomerante**

El conjunto de las placas con su contenido de papilla se mantiene durante 24 horas en cámara húmeda (con h.r. superior o igual al 80 %) y después, 24 horas, bajo agua (potable o desionizada).

Transcurrido este intervalo de tiempo, se apartan las placas de cristal y el papel; a la pasta endurecida se le da forma de cuadrilátero rectángulo, cortándola, con la sierrecilla, hasta obtener una placa de  $5 \times 10 \times 0,5$  cm. Además se taladra un orificio a 1 cm de la dimensión superficial menor para que se pueda suspender la placa mediante un alambre de cobre barnizado. Se mantienen las placas de cemento endurecidas, otras 24 horas, sumergidas en agua desionizada.

### **Ataque de la placa de conglomerante endurecido**

En el frasco de dos litros de capacidad se vierten 1.500 ml de la disolución de sulfato sódico y se le adicionan unas gotas del indicador.

Se corta un trozo de alambre de cobre barnizado, aproximadamente de 20 cm de longitud; uno de sus extremos se dobla en forma de gancho del cual se suspenderá la placa mediante el orificio que en ella se practicó; el otro extremo del alambre se pasa a través del orificio de la tapadera roscada. La placa suspendida de la tapa se sumerge en la disolución contenida en el frasco y el extremo exterior del alambre se retuerce sobre la tapa de forma que el borde superior de la placa sumergida quede a 2,5 cm de la superficie de la disolución. Una vez tapado el frasco se le mantiene en un local cuya temperatura permanezca a  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

La disolución, por el contacto con la placa, adquiere reacción alcalina frente al indicador; para neutralizar se añaden, cada 24 horas, cuantitativamente, los ml necesarios de ácido sulfúrico 6N. Esta operación se repite durante 28 días; durante la neutralización la placa permanecerá fuera de la disolución y protegida del CO<sub>2</sub> atmosférico.

### **Calificación del conglomerante**

Transcurridos 28 días, si la placa no presenta alteraciones en su aspecto físico, tales como grietas, hinchamientos o disgregaciones, se considera que el conglomerante es resistente al ataque químico de los sulfatos disueltos en medios líquidos.

Carecen de importancia fisuras superficiales en los bordes y algún pequeño alabeo.

Es conveniente ensayar más de una placa.

# Método de Merriman modificado

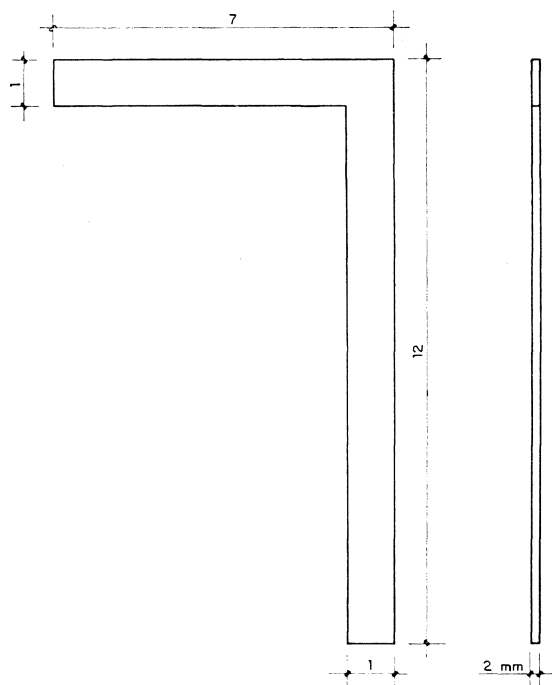
PABLO GARCIA DE PAREDES

## Objeto

Conocer, en un plazo de tiempo relativamente corto, la resistencia química de los conglomerantes hidráulicos, hidratados y endurecidos, mantenidos en contacto con disoluciones acuosas que contiene agresivos, por ejemplo  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ , etc.

Para ello se preparan placas delgadas de pasta pura, con una relación agua/cemento similar a la que, en la práctica, se aplica en los hormigones de  $300 \text{ kg/m}^3$ ; se las deja endurecer y se las traslada a las disoluciones agresivas donde se las mantiene totalmente sumergidas durante más de 90 días.

## Aparatos



ENSAYO MERRIMAN MODIFICADO  
ANGULOS EN PLASTICO

Figura 1

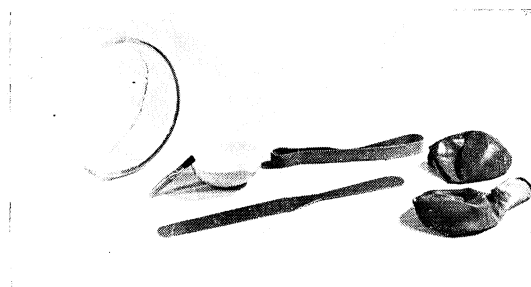


Foto 1

Moldes: Angulos de plástico con un espesor de 2 mm (fig. 1);  $7 \times 12 \times 1$  cm.

Soporte del molde: Membrana de caucho (vejiga de las que se emplean para inflar globitos).

Cristalizador de vidrio de fondo muy plano.

Anillo de goma.

Vasija para amasar la pasta: Recipiente de goma o de vidrio que permita realizar cómodamente la operación.

Pincel plano pequeño.

Espátula.

Balanza analítica.

Vidrios de reloj para pesar el cemento.

Probetas de vidrios, graduadas de 100-500-1.500 ml.

Dos placas de vidrio de  $10 \times 20$  cm.

Cápsulas de porcelana, de unos 10 cm de diámetro.

Frasco de plástico, con boca ancha, tapón rosado que poseerá un orificio central con 5 mm de diámetro; conviene que el frasco pueda contener más de 1.500 ml de líquido (foto 1).

## **Materiales**

Agua desionizada.

Parafina, p.f. 40 a 50°C.

El conglomerante que se ensaya.

La, o las disoluciones agresivas que se ensayen.

## **Modo operatorio**

### *Preparación del molde*

Sobre el cristizador, con su base en alto, se extiende la vejiga de goma (a la que se habrá cortado la embocadura); se asegura su adherencia a las paredes del cristizador mediante la cinta de goma extendida (foto 2).

Se colocan en la cápsula de porcelana unos trozos de parafina y se les calienta hasta su fusión. Con el pincel se toma un poco de la parafina fundida y se fija con ella el ángulo de plástico (molde) sobre la membrana de goma extendida, se repite la operación en el otro ángulo para cerrar el molde, (foto 3). Debe procurarse que los moldes se adhieran a la membrana en toda su extensión para evitar pérdidas del agua de amasado; la cantidad de parafina empleada no debe salir al espacio interior limitado por los ángulos.

### *Preparación de la pasta*

Se mide, con la probeta, la cantidad de agua necesaria para 25 g de cemento y se vierte en la vasija dedicada al amasado. Se pesan 25 g de cemento y se agregan poco a poco sobre el agua contenida en la vasija; con la espátula se amasa en la forma usual hasta obtener una masa de aspecto homogéneo.

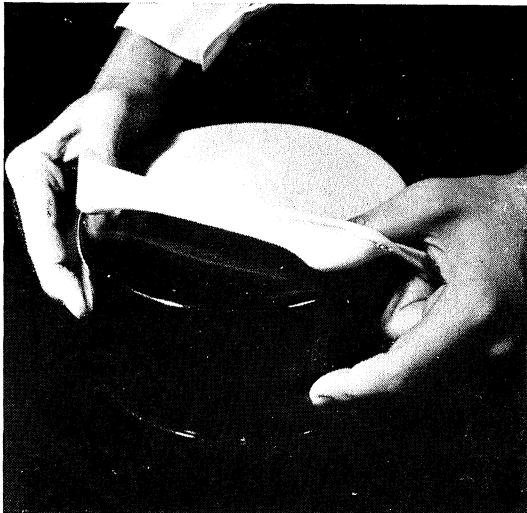


Foto 2

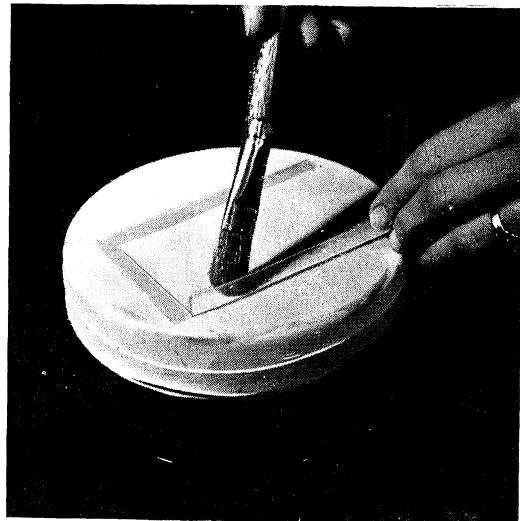


Foto 3

### *Llenado de los moldes*

Sin pérdida de tiempo se traspasa la cantidad necesaria de masa a los moldes; mediante unos golpes se facilita la eliminación del aire interpuesto. Finalmente se alisa con la espátula la superficie de la placa (foto 4).

### *Curado en cámara húmeda*

Se traslada el molde relleno a una cámara húmeda (h.r. 80 %), estanca al CO<sub>2</sub> o, mejor, llena de un gas inerte, por ejemplo, nitrógeno. En estas condiciones se conserva durante 24 horas.

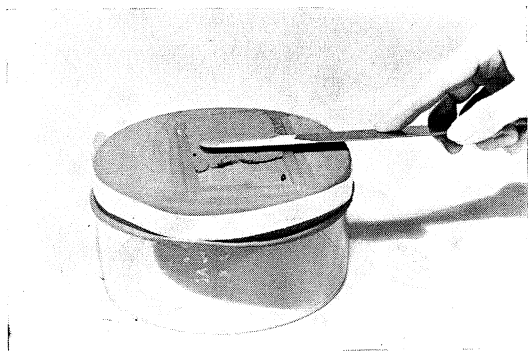


Foto 4

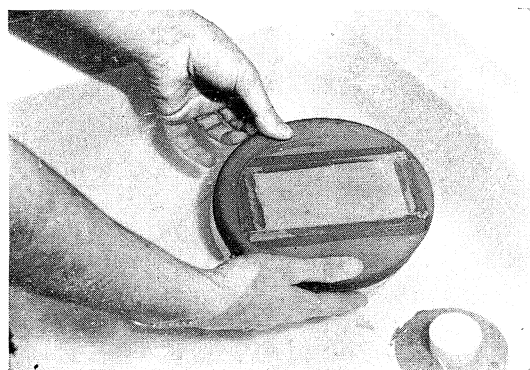


Foto 5

### *Extracción de la placa*

Se traslada el molde con la placa a un recipiente que permita operar bajo agua (foto 5). Se quita la banda de goma que sujeta la membrana al cristizador. Al separar éste, se destensa la membrana lo que facilita la separación del conjunto molde-placa (foto 6). Para separar los moldes se coloca la placa entre dos láminas de cristal dejando afuera uno de los dos ángulos de plástico que forman el molde. Basta una presión ejercida normalmente a la superficie del ángulo para que éste se desprenda sin romper la placa (foto 7). Se repite la operación con el otro ángulo y se limpian los bordes de la placa. Para suspender ésta, durante el ataque, se le ata, en el sentido de su mayor longitud, un trozo de hilo de nylon de longitud suficiente para que los extremos del hilo puedan salir fuera del frasco unos diez centímetros.

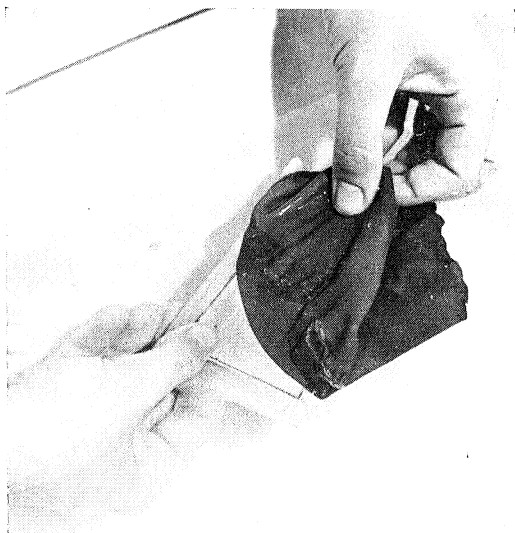


Foto 6

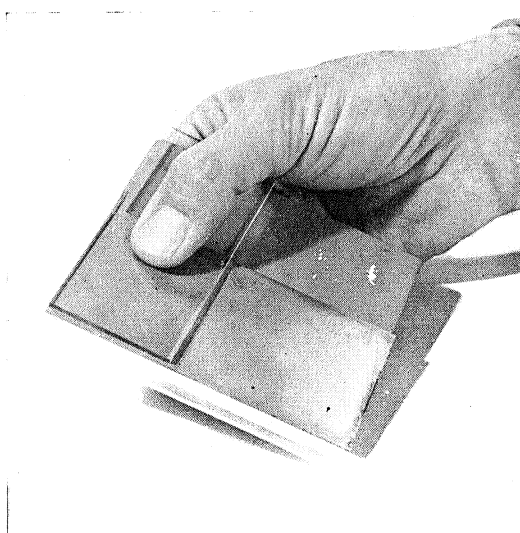


Foto 7

### *Curado inicial*

En un frasco se vierten 1.000 ml de agua desionizada y se sumerge en ella la placa. El espacio entre la superficie del líquido y la boca del frasco se llena con nitrógeno: a través del orificio central de la tapa se sacan los extremos del hilo y se les sujeta a la tapa con papel adhesivo. Se rosca la tapa cerrando así el frasco. Este se conserva en un local cuya temperatura varíe 2°C (por ejemplo  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ). El curado se prolonga 30 días.

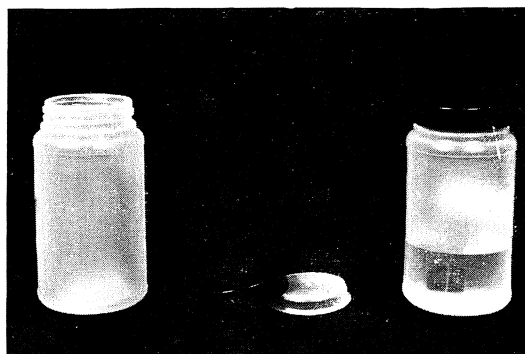


Foto 8

### *Ataque de la placa*

Terminado el curado inicial se extrae la placa, con agua desionizada muy fría, se lava y con papel de filtro se la seca superficialmente. A continuación se la traslada a un frasco en el cual, previamente, se han colocado 1.200 ó 1.500 ml de la disolución frente a la cual se desea estudiar el comportamiento del conglomerante. La placa se sumerge totalmente en la disolución y se procede en forma similar a como se procedió para el curado inicial. El frasco con su contenido se mantiene en un lugar cuya temperatura no sufra variaciones mayores de 2°C. Al iniciarse los plazos de ataque, la disolución debe ser analizada; igualmente al finalizar los plazos.

Al finalizar cada plazo de observación, cuya duración y número se habrán previamente establecido, se traslada la placa a otro frasco como se hizo al finalizar el curado inicial. Cuando la placa se extrae para cambiarla de recipiente, se lava con agua desionizada fría, por ejemplo a 2°C, procurando no arrastrar los depósitos sólidos que hubiesen formado; con papel de filtro se absorbe el exceso de agua. Todas estas operaciones se deberán realizar cuidando evitar la carbonatación de la placa por el CO<sub>2</sub> atmosférico, bien sea en una cámara con guantes y estanca al CO<sub>2</sub> o dirigiendo sobre la placa un chorro de nitrógeno desde una bala de gas comprimido. Procediendo así no se altera la concentración de la disolución que va a continuar el ataque, que siempre será analizada al iniciarlo.

### *Calificación del conglomerante*

Los resultados que el método proporcione, para conocer la resistencia química del conglomerante son las variaciones en la concentración de la disolución atacante, la velocidad de estas reacciones y las alteraciones físicas de las placas.

Esta modificación del ensayo Merriman difiere de la anterior en el empleo de plaquitas pequeñas (25 × 25 × 2 mm) “hermanas” y en que para cada plazo que se proyecte (15-30 etc.) se utiliza un par de plaquitas, la testigo y su colateral. Si el plazo es mayor de 15 días, cada 30 días se cambian las plaquitas a otro frasco.

## 1. Objeto

Conocer el comportamiento de las pastas hidratadas de conglomerantes cuando se encuentran sumergidas en líquidos potencialmente agresivos.

## 2. Esquema

Las pastas hidratadas de los cementos, en forma de pequeñas placas, se sumergen en los líquidos cuya agresividad se presume y, a plazos de 7-30-60-180-360, etc., previamente establecidos, se examinan las variaciones producidas en la composición química de las pastas y de los líquidos; las alteraciones morfológicas de las placas y se identifican los nuevos compuestos (caso que se formasen). Como índice de la resistencia química del cemento y/o de la agresividad del líquido para un cemento dado, se puede adoptar, en una primera aproximación, la relación que se pueda establecer entre las alteraciones morfológicas de la pasta, las alteraciones en la composición química de los líquidos y el tiempo transcurrido para que se acusen.

## 3. Materiales

Además del material usual en análisis químico, se utilizan: Cristalizadores de vidrio, con fondo muy plano. Cápsula de porcelana (8 cm Ø). Pincel pequeño. Espátula de material inoxidable. Bandas estrechas de goma. Vejigas de goma (las que se usan para inflar globitos). Recipientes de plástico con tapa roscada y de ajuste a presión. Pesasustancias con buen cierre esmerilado. Moldes de plástico cuyo detalle y dimensiones se indican en la figura 1. Hilo de nylon del que se usa para cañas de pesca. (Características 26/100 3.500). Cámara húmeda. Vasiija de goma o mortero para amasar.

## 4. Preparación y curado de las placas

### 4.1. Preparación del molde

Sobre un cristalizador con la base en alto se extiende la membrana de goma obtenida cortando del “globito” la parte estrecha (foto 1)\* y se asegura su adherencia a las paredes del cristalizador ciñéndola con la cinta de goma (foto 2)\*.

\* De la modificación antes expuesta.

Se funden en la cápsula unos trozos de parafina y, con el pincel, se extiende la cantidad necesaria para fijar los moldes (foto 3)\*. Debe procurarse que los moldes se adhieran a la goma sin dejar espacios vacíos para evitar pérdidas de agua al colocar la pasta.

#### 4.2. Preparación de la pasta

Con una bureta se vierten en la vasija de goma o en un mortero de vidrio o porcelana, la cantidad de agua necesaria para amasar 25 g del cemento que se ensaya. Se pueden adoptar para fijar la cantidad de agua uno de los criterios siguientes: Según Coopeland, la hidratación completa del cemento no se obtiene con coeficientes agua/cemento menores de 0,4. Hay cementos que requieren mayores cantidades de agua y, entonces para hacer posible una comparación se puede aplicar la cantidad de agua que en los "Pliegos" oficiales se señala para preparar la pasta de consistencia normal. Se pesan 25 g de cemento, se les agrega poco a poco al agua y amasan con la espátula hasta obtener una masa homogénea o (a fines de comparación) durante un tiempo fijado por ensayos anteriores.

#### 4.3. Llenado de los moldes

Sin pérdida de tiempo se traspasa al molde antes preparado (foto 4)\* la cantidad necesaria, extendiéndola con la espátula y facilitando el escape del aire, interpuesto, mediante unos golpecitos con el cristizador sobre la mesa de trabajo.

#### 4.4. Curado de las placas

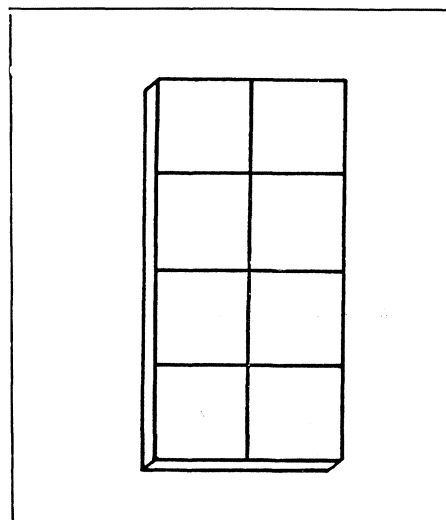
Se traslada el molde, relleno, a una cámara húmeda (estanca al  $\text{CO}_2$  o, mejor llena de un gas inerte por ejemplo nitrógeno con humedad relativa igual o superior al 80 %) y se conserva allí durante 24 horas o hasta que el cemento empleado esté endurecido, en caso de que lo haga lentamente.

#### 4.5. Extracción de la placa

Se opera bajo agua (foto 5)\*. Se quita la banda de goma y, seguidamente, se destensa la membrana; al contraerse ésta se facilita la separación como lo muestra la foto 6\*. Finalmente se desprenden los moldes, para lo cual se coloca la placa entre dos láminas de vidrio o material rígido dejando fuera de los bordes de las placas los moldes (foto 7)\*; basta una presión, ejercida normalmente a la superficie del molde, para que éste se desprenda sin romper la placa; los bordes de la placa se rectifican con espátula o cualquier instrumento adecuado.

#### 4.6. Obtención de placas "hermanas" de $25 \times 25 \times 2$ mm de dimensiones

Sobre la superficie de la placa obtenida (4.5.) que tiene  $100 \times 50 \times 2$  mm de dimensiones, se marcan con un punzón cuatro surcos ortogonales entre sí, como se indica en el esque-



\* De la modificación antes expuesta.



ma adjunto. Valiéndose de dos placas de vidrio o material rígido y en forma análoga a la descrita en 4.5. se separan ocho pequeñas plaquitas. Rápidamente se encierran en sendos pesasustancias previamente tarados y se pesan en una balanza analítica, con una precisión de  $\pm 0,0001$  g. Los valores obtenidos se utilizarán como se indicará más adelante. Si se opera en poco tiempo, se puede admitir que la humedad en las ocho plaquitas es igual.

## 5. Preparación de los líquidos cuando se utilicen disoluciones acuosas

Cuando se desee investigar la resistencia química de los cementos hidratados en contacto con disoluciones acuosas, generalmente de compuestos inorgánicos, es conveniente preparar una cantidad de disolución que permita realizar todos los recambios requeridos por el plazo de conservación que se haya proyectado.

Siempre se comprobará mediante el análisis químico la composición inicial de las disoluciones obtenidas y será conveniente, para plazos largos (algunos meses), repetir el análisis.

## 6. Ejecución del ensayo. Operaciones iniciales

### 6.1. Placas testigos

De las ocho placas obtenidas por fraccionamiento, se destinan a servir como testigos cuatro situadas alternativamente (véase el dibujo). Se extraen de sus respectivos pesasustancias y se las ata con el hilo de nylon como se indica en el dibujo. Seguidamente se las introduce en sendos frascos de material plástico que no se altere, se llena el recipiente de nitrógeno o de aire descarbonatado y se cierra el recipiente, convenientemente rotulado.

### 6.2. Placas destinadas al ataque

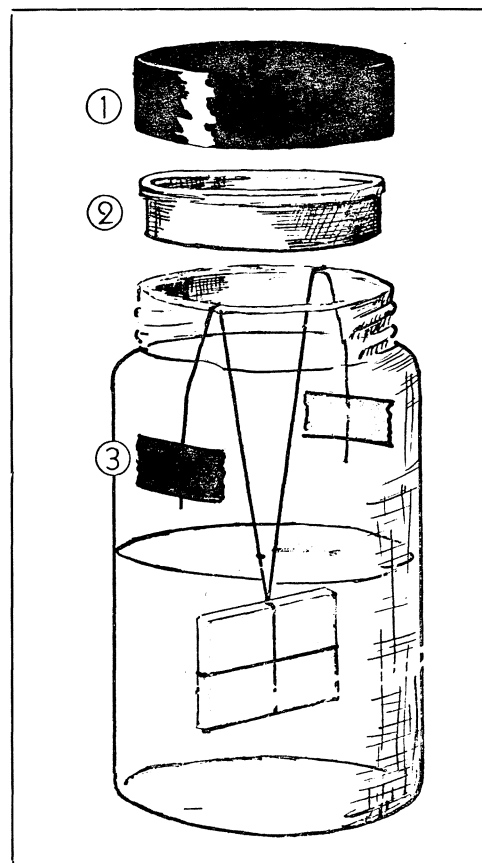
Se procede como con las testigos, sólo que en los recipientes se colocará un volumen exactamente medido de la disolución o del líquido agresivo.

### 6.3. Los recipientes

En la foto 8\* se puede apreciar la clase de recipientes que, sin carácter discriminatorio, se utilizan. Poseen doble tapa: una que ajusta a presión y que además de asegurar la estanquidad sirve para sustentar las placas al ajustar los extremos de los hilos que atan a la placa. Sobre ésta se rosca otra tapa que contribuye a la hermeticidad del cierre.

### 6.4. Entretenimiento y observaciones

Durante el plazo que se haya proyectado, si es mayor que 15 días o si en un ensayo anterior se apreciase que el cemento rápidamente se deteriora, será necesario renovar el



- (1) Tapón roscado.
- (2) Tapón a presión.
- (3) Banda de adhesivo.

\* De la modificación antes expuesta.

líquido agresor. Para ello se dispone, en primer lugar, otro recipiente lleno de gas inerte o aire descarbonatado y con un volumen, exactamente medido, de líquido agresor. A continuación se destapa el recipiente que contiene la placa, se extrae ésta lavándola rápidamente con agua muy fría (2°C) y trasladándola a un desecador lleno sólo de nitrógeno donde se la deja escurrir. Seguidamente se la sumerge en el otro frasco procediéndose como en 6.2. El frasco que contuvo la placa se cierra y conserva para el análisis.

Es conveniente anotar el aspecto de la placa y, si hubiesen ocurrido importantes variaciones, obtener una fotografía. Durante el lavado y traslado de la placa conviene mantenerla bajo un chorro de gas inerte.

## 6.5. Operaciones finales

### 6.5.1. Placas testigo

Se extraen de los frascos las placas testigo y se las traslada a una estufa donde se las mantiene a 110°C durante seis horas para desecarlas. A continuación se las traslada a sendos crisoles de platino, en los cuales se calcinarán cuidando de elevar paulatinamente la temperatura para evitar proyecciones a pesar de la desecación antes efectuada. Alcanzada la constancia de peso, se trata el contenido de los crisoles en la forma usual de analizar los cementos.

### 6.5.2. Placas atacadas

Se extraen de los frascos las placas atacadas y se lavan con agua destilada (1). Las placas lavadas se colocan en sendas cápsulas de porcelana y se las disuelve tratándolas con ácido clorhídrico 1:1 evitando las pérdidas por efervescencia o proyección. La disolución se ayuda con una varilla de vidrio y se continúa el análisis químico en la forma usual de analizar los cementos o los silicatos y aluminatos cálcicos hidratados.

### 6.5.3. Los líquidos

Los líquidos de los cambios intermedios se van reuniendo para analizar el conjunto; el resultado comparado con el análisis de la disolución antes del ataque, expresará la variación de la concentración causada por el ataque durante el plazo total.

## 7. Cálculos

### 7.1. Contenido de cemento en las placas "testigo"

En estas placas sólo se encuentra cemento y agua, por ello los resultados de su análisis se pueden referir al peso calcinado y calcular así el contenido de los componentes referido a cien.

### 7.2. Contenido inicial de cemento en las placas atacadas

Se establece la proporción siguiente:

$$\frac{\text{Peso calcinado de la placa testigo}}{\text{Peso "húmeda" de la placa testigo}} = \frac{\text{Peso calcinado de la placa atacada}}{\text{Peso "húmeda" de la placa atacada}}$$

(1) Muy fría (p. ej. 2°C).

De esos cuatro valores se conocen, experimentalmente, (6.1.1. y 6.1.2.) los pesos calcinada y "húmeda" del testigo y el peso "húmeda" de la placa atacada. El resultado de esta proporción permite continuar el cálculo como en 7.1.

### 7.3. *Variaciones en la composición de las placas atacadas*

Los resultados del análisis químico de las placas atacadas y del cálculo referido en 7.2. permiten establecer las diferencias o variaciones de la composición en las placas atacadas, así como la composición de nuevos compuestos originados por las reacciones con los líquidos.

## 8. Diagnóstico o calificación de los cementos o de los líquidos

8.1. *Las variaciones de la composición de las placas atacadas y la formación de nuevos compuestos, es uno de los criterios aplicables*

8.2. *Las alteraciones morfológicas de las placas atacadas es otro de los criterios utilizables*

8.3. *Para el análisis químico se emplean seis placas entre testigos y atacadas*

Quedan una atacada sin analizar y otra testigo; éstas se pueden someter a otras técnicas de estudio (Rayos X, Rayos infrarrojos, Análisis térmico, etc.) cuyos resultados son, también, parámetros que contribuyen a dictaminar sobre el comportamiento del conglomerante.

Plaquetas "hermanas" que se obtienen de una misma placa mayor. Con el fin de conocer hasta qué punto la supuesta homogeneidad física tenía realidad, se procedió así:

Se preparó una placa de 2 mm de espesor y con longitud suficiente para obtener de ella, después de curada en cámara con una h.r. igual o superior a 80 % exenta de  $\text{CO}_2$ , un número mayor de plaquetas de  $25 \times 25 \times 2$  mm. A éstas se las trató como se indica en el método para las placas "testigos" y se obtuvieron así un conjunto de valores "peso húmeda" y "peso calcinada". El cociente de estos valores para cada plaqueta se adoptó como criterio de semejanza; se calculó con sus valores el valor medio, la desviación específica, el coeficiente de variación y el error porcentual relativo al valor medio. Los resultados se reúnen en la tabla 1.

Para confirmar más el resultado se calculó el "peso calcinada" de cada plaqueta, como si no se conociese, aplicando los valores "calcinada" y "húmeda" de la plaqueta adyacente procediendo como se indica en el método para conocer el contenido inicial de las placas atacadas; el resultado numérico se comparó con el peso "calcinada" ya conocido por gravimetría y se calculó el error porcentual. Los resultados se reúnen en la tabla 2.

El cociente: "Peso calcinada/Peso húmeda" es de gran utilidad pues permite conocer el valor del "peso calcinada" en las placas ya atacadas y con ese valor calcular el contenido de cemento de la placa antes de sufrir el ataque. Esto impuso la comprobación experimental del supuesto, que se aplicaba como fundamento, de que en la placa calcinada sólo había la misma cantidad de constituyentes que en una porción de cemento después de realizar con ella la "pérdida por calcinación". Se realizaron los análisis químicos necesarios y se compararon los porcentajes de  $\text{SiO}_2$  de 28 placas testigo, conservadas durante plazos diferentes de permanencia en la cámara con una h.r. superior o igual a 80 % y protegidas del  $\text{CO}_2$ . Los resultados se reúnen en la tabla 3.

Aunque razonablemente se pueden considerar válidas las hipótesis de partida, cuando se aplica el método, cada plaquita se calcula con los datos de su colateral. Es conveniente no utilizar coeficientes agua/cemento menores que 0,4 para asegurar la hidratación más completa de la pasta.

Quedan aún por ensayar todas estas hipótesis cuando se apliquen a cementos compuestos que contengan constituyentes alterables o volátiles cuando se someta a la acción del calor y, conocer mediante técnicas instrumentales, el avance de la hidratación del cemento durante los plazos de observación.

T A B L A 1

Valores del cociente: "peso calcinada/peso húmeda" de 16 placas obtenidas por fraccionamiento de una de mayor dimensión

Valores ordenados	Diferencias con el valor medio $10^{-4}$	Cuadrado de las diferencias $10^{-8}$
0,7623	17	289
0,7623	17	289
0,7624	16	256
0,7628	12	144
0,7629	11	121
0,7631	9	81
0,7634	6	36
0,7641	1	1
0,7644	4	16
0,7645	5	25
0,7646	6	36
0,7649	9	81
0,7649	9	81
0,7653	13	169
0,7658	18	324
0,7667	27	729
12,2244		$2.678 \times 10^{-8}$

$$\bar{x} = 0,7640$$

Desviación específica  $s = 0,00134$ .

Coficiente de variación  $V = 0,175$ .

Desviación media  $s_m = 0,0004$ .

$$\bar{x} \ 95 \% = 0,7640 \pm 0,0028 = 0,7668.$$

$$0,7612.$$

T A B L A 2

Error que se comete al calcular el "peso calcinada" de una placa, a partir de los pesos "húmeda" y "calcinada" de la placa colindante y "húmedo" de la propia placa

Placa n.º	1	2	2	3	4	5	7	8
Peso "húmeda" H	2,5648	2,4994	2,6161	2,4478	3,0930	2,7943	3,1248	2,7919
Peso "calcinada" C	1,9600	1,9070	1,9956	1,8680	2,3612	2,1400	2,3821	2,1356
Peso "calcinada" calculado C'	1,9567	1,9087	1,9963	1,8677	2,3686	2,1332	2,3902	2,1283
Diferencia %	0,17	0,096	0,04	0,08	0,31	0,32	0,34	0,34
Cociente H/C	0,7641	0,7629	0,7628	0,7631	0,7634	0,7658	0,7623	0,7649
Placa n.º	11	12	13	14	15	16	17	18
Peso "húmeda" H	2,5562	2,4941	2,6070	2,6084	2,5107	2,6084	2,4852	2,6276
Peso "calcinada" C	1,9554	1,9069	1,9928	1,9945	1,9144	1,8881	1,9055	2,0110
Peso "calcinada" caculado C'	1,9542	1,9077	1,9933	1,9939	1,9139	1,8883	1,9019	2,0146
Diferencia %	0,07	0,04	0,03	0,03	0,03	0,01	0,19	0,13
Cociente H/C	0,7649	0,7645	0,7644	0,7646	0,7624	0,7623	0,7667	0,7653

El peso "calcinada" calculado C', se obtiene multiplicando el peso "húmeda" H por el cociente H/C de la placa colateral derecha o izquierda:  $C'_1 = (H_2/C_2) \times H_1$ .

Diferencia % =  $[(C - C')/C] \times 100$ .

TABLA 3

Contenido de SiO<sub>2</sub> % ponderal de las plaquitas "testigo" conservadas en cámara húmeda (90 % h.r.) y a 20 ± 5°C, apreciado mediante análisis químico. El cemento calcinado contenía 22,40 % de SiO<sub>2</sub>

	15 días	30 días	60 días	90 días	180 días	360 días
A	22,43	22,11	21,96	22,37	22,23	22,35
B	22,38	22,04	22,09	21,99	22,16	22,41
C	22,50	22,43	21,88	22,13	22,18	22,35
D	22,45		21,82			
E	22,40	22,40	21,95	21,86	22,12	22,43
F	22,60	22,60	21,80	22,12	22,18	22,53
G	22,50	22,47		22,18	21,94	22,49
H	22,50					
I	22,44		22,04	21,99	22,07	22,47
J	22,72		21,94	22,12	22,11	22,43
K	22,45		22,01	21,99	22,04	
L	22,18					
M	22,36	22,03	22,01	22,14	22,12	22,12
N	22,45	22,13	22,13	22,11	22,20	22,20
N	22,42	21,94		22,18	22,22	22,22
O	22,34		21,99			
P	22,33	22,19	21,93	22,20		22,33
Q	22,34	22,23	22,26	22,11	21,79	22,34
R	22,39	22,02	22,28	22,13	22,77	22,39
T	22,56	22,06	22,02	22,04	22,10	22,02
U	22,37	22,16	22,03	22,08	22,18	22,02
V	22,33		22,06	22,15	21,75	22,13
X	22,37	22,10	21,81		22,28	21,73
	22,44	22,11		22,14	21,97	22,04
	22,33				21,77	22,06
—						
x	22,42	22,18	22,00	22,10	22,15	22,25
s	0,214	0,200	0,277	0,100	0,226	0,207
v	0,95	0,90	1,20	0,45	1,02	0,93
—						
x 95 %	22,42 ± 0,09	22,18 ± 0,11	22 ± 0,13	22,10 ± 0,05	22,15 ± 0,23	22,25 ± 0,10
e	9/22,42 = 0,4 %	0,4 %	0,6 %	0,45 %	0,45 %	0,44 %

A los 28 días, las placas no deben presentar señales de ataque si el conglomerante posee buena durabilidad frente a los sulfatos; no tiene importancia las posibles grietas superficiales cuando aparecen en los bordes y algún pequeño alabeo.

### Micro Merriman

#### Ejemplo

#### 1. Peso de las plaquitas

Al finalizar el plazo de 24 horas, contadas a partir de la confección de la placa preparada para la observación a un plazo de 15 días (por ejemplo), se procede a desenmoldarla y fragmentarla como se describe en las instrucciones.

Sin pérdida de tiempo se colocan las ocho placas "hermanas" (de 25 × 25 × 2 mm) en sendos pesasustancias, previamente tarados; con las precauciones usuales así se obtienen los pesos de los ocho recipientes y, con estos valores, se obtienen el peso "húmedo" de cada una de las ocho plaquitas: dos de ellas se reservan para examen con RX, IR, etc.

Sean, por ejemplo:

Plaquitas	Peso	Plaquitas	Peso
A	3,2180	9	3,5760
B	3,4452	10	3,1581
C	3,1850	11	3,4212

Las plaquitas A, B y C se utilizan como “testigos”, y las 9, 10 y 11 se destinan a experimentar el ataque en contacto con una de las disoluciones agresivas.

Las tres plaquitas “testigos” (A, B y C) se colocan en sendas cápsulas de porcelana, taradas, y se desecan en estufa hasta constancia de peso a 105-110°C, para evitar posibles pérdidas por proyección; la estufa de desecación se pone en servicio después de introducir las cápsulas con las plaquitas.

Alcanzada una constancia de peso aceptable (+ 2 % referido al peso inicial), se pasan las plaquitas a sendos crisoles de Pt, tarados, y en ellos se calcinan (con lento incremento de temperatura) en una mufla eléctrica hasta  $1.000 \pm 5^\circ\text{C}$ , después de enfriadas en un desecador, se pesan. De esta forma se conoce el “peso calcinado” de cada plaquita.

Sea, por ejemplo:

Plaquitas	Peso
A	2,5332
B	2,7109
C	2,5072

Para juzgar sobre la homogeneidad de la placa “madre” se obtienen los cocientes “peso calcinado/peso húmeda”.

Plaquitas	Peso
A	0,7872
B	0,7869
C	0,7872

Hasta este momento se dispone de los siguientes datos experimentales:

	Plaquitas	Peso	Plaquitas	Peso
peso “húmeda”	A	3,2180	9	3,5760
	B	3,4452	10	3,1581
	C	3,1850	11	3,4212
peso “calcinado”	A	2,5332		
	B	2,7109		
	C	2,5072		
cocientes	A	0,7872		
	B	0,7869		
	C	0,7872		

Con estos valores se puede calcular el peso que tendrían las plaquitas 9, 10 y 11 si se calcinasen:

Plaquitas	Peso
9	2,8150
10	2,4849
11	2,6931

Estos valores “calculados” servirán para fijar la cuantía (expresados en óxidos % el Si, el Al, el Fe y el S; y en iones % el Ca y el Mg) de los componentes del cemento contenidos inicialmente en las plaquitas sometidas al ataque.

Se continúan las operaciones indicadas en los núms. 2.6. y 3.1.

## 2. Composición de las placas “testigo” y de las atacadas

Las placas testigo, en el mismo crisol donde se las calcinó, se atacan con HCl como es usual en el análisis de cementos; y en el líquido (sin separar el residuo insoluble) se determinan  $\text{SiO}_2 + \text{R.I.}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  que se expresan como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$  y  $\text{SO}_4$ .

Como se ha puesto de manifiesto que la placa calcinada es equivalente a su peso de cemento anhidro se obtienen los valores por ciento de  $\text{SiO}_2 + \text{R.I.}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ca}$ ,  $\text{Mg}$  y  $\text{SO}_4$ .

Al finalizar el plazo previsto del ataque, se extraen las plaquitas (como se indica en las instrucciones) y ya lavadas con agua helada o muy fría, se colocan en sendas cápsulas de porcelana (sin trocearlas para evitar pérdidas); se les ataca suavemente, primero en frío y después calentando, con HCl como si se tratase de cemento anhidro y se analizan; los pesos obtenidos de  $\text{SiO}_2 + \text{R.I.}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  y  $\text{SO}_4$  se refieren a 100 utilizando los valores “peso calcinada” calculados como se ha indicado en el párrafo 1 de este ejemplo.

La diferencia entre los % de los testigos y de las placas permite apreciar la intensidad del ataque sufrido.

La experiencia adquirida en el IETCC se resume así: No se pueden fijar valores para ningún parámetro químico, físico o temporal que indiquen fiablemente de un modo absoluto la durabilidad del conglomerante o la agresividad de la disolución que le rodea. Es conveniente aplicar el método, paralelamente, al conglomerante que se ensaya y a otro cuya conducta, a escala real, sea conocida. Lo mismo cabe decir de las disoluciones haciéndolas actuar, simultáneamente, sobre un mismo conglomerante que se mencionará como tipo al expresar los resultados. (Por ejemplo: La disolución de concentración  $N_1$  moles/litro de tal sulfato es más agresiva para el cemento de tal tipo, clase y categoría, que la de concentración  $N_2$  moles/litro).

No puede utilizarse un solo sulfato para juzgar la agresividad de otros. No es índice del ataque la cantidad de hidróxido cálcico que pasa del sólido a la disolución; el cemento aluminoso no enriquece a la disolución de sulfato sódico con calcio y es destruido con facilidad. Más significativa, en orden al progresivo ataque, es la cantidad de  $\text{SO}_4^{2-}$  fijado por la placa y que se aprecia por la disminución del  $\text{SO}_4^{2-}$  en las disoluciones durante el tiempo de contacto.

La variación de la concentración del  $\text{SO}_4^{2-}$  puede ocurrir por formación de sulfatos poco solubles, que darán lugar a la presencia de precipitados o a la formación de sólidos adheridos a la placa. También pueden formarse nuevos compuestos sulfatados en el interior de la placa, en los canalillos capilares de la masa. Estos son los causantes del ataque, pues si se forman con aumento de volumen, disgregan mecánicamente la masa y si el nuevo compuesto no tiene propiedades conglomerantes disminuye la cohesión del sólido.

En términos generales son síntomas de poca durabilidad del conglomerante o agresividad de la disolución las variaciones de la concentración o de la composición de las disoluciones en magnitud mayor que la experimentada, a igualdad de condiciones, por el conglomerante utilizado como término de comparación, o por la disolución aplicada, también como tipo de comparación.

Las alteraciones físicas de la placa, tales como exfoliación, hinchamiento, fisuraciones, son señales de ataque y pueden, con su magnitud, dar idea de la gravedad del proceso.

## **NOTA**

En el n.º 169 de esta revista, artículo 684-56, página 75, por error se omitieron los pies de las figuras, los cuales se relacionan a continuación:

### **A D I T I V O S (Pies de figuras)**

1. Espectro IR de formiato cálcico.
2. Espectro IR ácido tartárico.
3. Espectro IR ácido cítrico.
4. Espectro IR cromato potásico.
5. Espectro IR glucosa.
6. Espectro IR nitrito sódico.
7. Espectro IR almidón soluble.
8. Espectro IR fosfato bisódico.
9. Espectro IR bórax.
10. Espectro IR trietanolamina (entre placas de NaCl).
11. Espectro IR lignosulfonato magnésico.
12. Espectro IR lignosulfonato amónico.
- 13-20. Diversos aditivos comerciales. Todos ellos dan espectros IR característicos de lignosulfonatos.