

Estudio fractográfico del clínker por medio del microscopio electrónico de barrido (SEM) Resultados preliminares

P. KITTL*, P. LYON* y M. R. MARRAPODI*

RESUMEN

Usando la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) se observó un clínker enfriado lentamente. Las muestras observadas consistieron en zonas de fractura reciente de un clínker que se rompió para ese objeto. Se pudo detectar fácilmente las diferentes fases presentes en el clínker, así como también ciertas características básicas que requieren estudios posteriores. La extremada facilidad de preparación de las muestras y la gran rapidez de observación hacen que este método sea llamado a sustituir el de réplica para el estudio de los detalles finos del clínker.

INTRODUCCION

En un trabajo anterior (1) se dieron a conocer los resultados obtenidos mediante la técnica de réplicas observando al microscopio electrónico dos clínkeres, uno enfriado lentamente y otro rápidamente. La extremada lentitud de esta técnica indujo a intentar este estudio por un medio diferente y más rápido, como la microscopía electrónica de barrido. Se comenzó por la fractografía por ser lo más simple, ya que ni siquiera requiere pulido. Los resultados inmediatamente obtenidos parecen lo suficientemente interesantes como para su publicación.

PREPARACION DE LAS MUESTRAS

El clínker, preparado en la planta experimental del IDIEM (Cerrillos) y enfriado lentamente, fue el mismo que el usado en el trabajo anterior (1). Una muestra de este clínker fue rota con el objeto de observar las zonas recientes de fractura. Los trozos así preparados se metalizaron con oro (Au) en una cámara de evaporación de alto vacío, quedando dispuestos para su observación en el microscopio de barrido electrónico.

* Instituto de Investigaciones y Ensayos de Materiales (IDIEM), Laboratorio de Microscopía Electrónica, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. Universidad de Chile. Casilla n.º 1.420, Santiago, Chile.

Los fundamentos de la técnica de microscopía de barrido electrónico se hallan descritos en varias publicaciones, destacándose el trabajo de Kimoto y Russ (2). En general las operaciones previas a la observación necesitan un tiempo no superior a 2 horas y no requieren una técnica especial. El tamaño de la muestra que se puede introducir en el microscopio es de $1 \times 1 \times 1$ cm aproximadamente y la profundidad de campo es lo suficientemente grande como para permitir el estudio de las muestras fracturadas.

RESULTADOS

Debido a la gran profundidad de campo del microscopio de barrido electrónico es posible observar con gran exactitud la forma y distribución de los poros. En una visión general con aumentos débiles (fig. 1) se pueden observar dos clases de poros: unos de forma más o menos esférica (E) y otros de forma tubular (T). Los del tipo E presentan en su superficie libre silicato bicálcico (C_2S) de tipo liso (3) (fig. 2). En los alrededores de este poro en la zona de fractura —parte inferior de la figura 2— pueden observarse claramente cristales de silicato tricálcico (C_3S) rodeados de una masa vítrea. Estos cristales de C_3S se destacan, más oscuros, del resto de la masa. Hay que recordar que el microscopio de barrido electrónico no sólo revela el relieve, sino la diferencia de composición, puesto que ésta condiciona el diferente poder de reflexión de los electrones incidentes. En una zona más ampliada del fondo del poro (fig. 3) puede verse claramente que la mayor parte de los granos son de C_2S y que aparecen muy pocos cristales de C_3S ; estos últimos tienen una apariencia de puntas alargadas. Con una ampliación mayor (fig. 4) se ve que algunos de los granos de C_2S presentan estrías paralelas, típicas del silicato bicálcico secundario (C_2S)_{II} y otras estrías entrecruzadas, del tipo silicato bicálcico primario (C_2S)_I. Aunque hay en general poco vidrio, el fundente puede observarse (fig. 4) como una zona globular de la que emergen algunos granos. Los poros alargados (fig. 5) se observan en forma de manchas totalmente negras, debido a que el fondo de ellos se encuentran a una distancia superior a la focal. En la masa fracturada que rodea esos poros pueden observarse abundantes cristales de C_3S .

Algunos poros pueden ser poligonales, como se observa en la zona central y a la derecha de la figura 6. La fisura transversal fue producida por la rotura ad-hoc; ampliando esa fisura (fig. 7) se ven los cristales de C_3S como manchas negras. El C_2S no se diferencia mucho de los fundentes y se necesitan aumentos altos para su observación en las zonas de fractura (fig. 8). En el caso de superficies libres su aspecto redondeado no requiere de mayores aumentos. En la figura 8 se pueden ver gránulos de C_2S y de C_3S rodeados de fundente. Estos granos presentan la típica fractura según planos de falla, que revela la falta de subestructura interna; por ejemplo en el caso de C_2S , su forma de silicato bicálcico terciario (C_2S)_{III}. Los fundentes que están situados entre los granos de C_2S presentan —en todos los casos— fractura por falta de cohesión. Las características de los diferentes tipos de fractura, por los planos de falla y por falta de cohesión, se exponen en un trabajo de Low (4). En el caso del (C_2S)_I y (C_2S)_{II} la fractura por los planos presenta una disposición en bandas que revela la estructura típica de estos compuestos (fig. 9). En esta figura se observa fractura por planos de falla en el C_2S , mientras el fundente presenta fractura por falta de cohesión.

En el extremo inferior derecho de la figura 9 aparece un pequeño cristal típico de C_3S . Una ampliación de la figura 9 (fig. 10) muestra la fractura de un gránulo de (C_2S)_{II}.

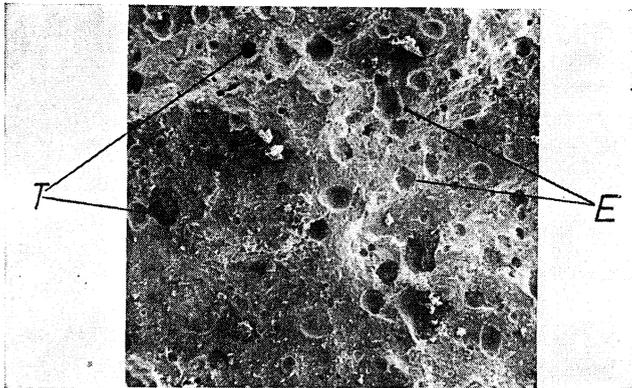


Fig. 1.—Se observan dos tipos de poros: unos de forma esférica (E) con granos de C_2S en su interior y otros de aspecto tubular (T), que aparecen como manchas totalmente negras y de bordes irregulares. 180 \times .

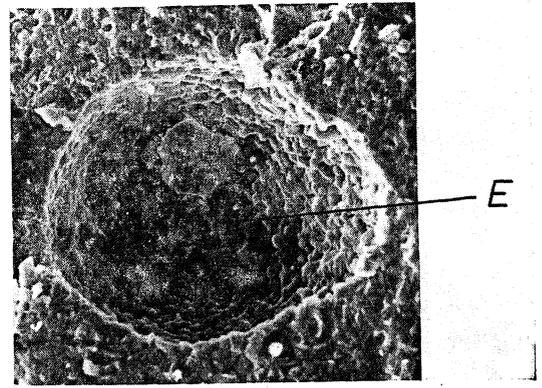


Fig. 2.—Aspecto de uno de los poros esféricos observado a un mayor aumento. 1.800 \times .

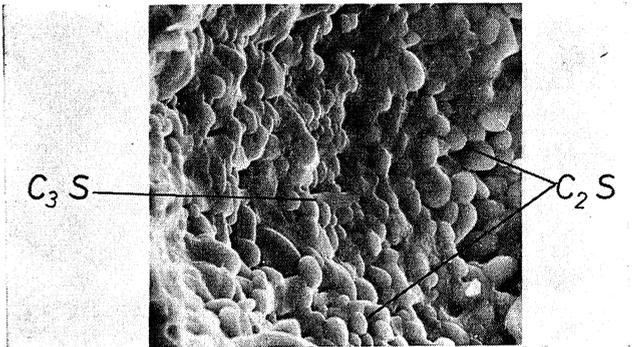


Fig. 3.—Interior del poro de la figura 2. Se ve una colonia de C_2S con algunos granos de C_3S típicamente alargados. 5.400 \times .

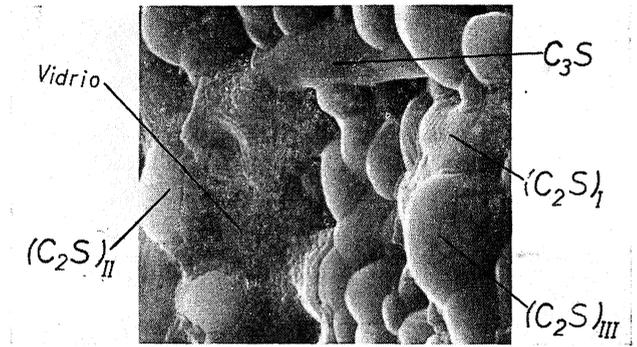


Fig. 4.—Material vítreo entre los granos de C_2S en el interior del poro de la figura 2, algunos granos de $(C_2S)_{II}$ y $(C_2S)_I$ entre $(C_2S)_{III}$. 18.000 \times .

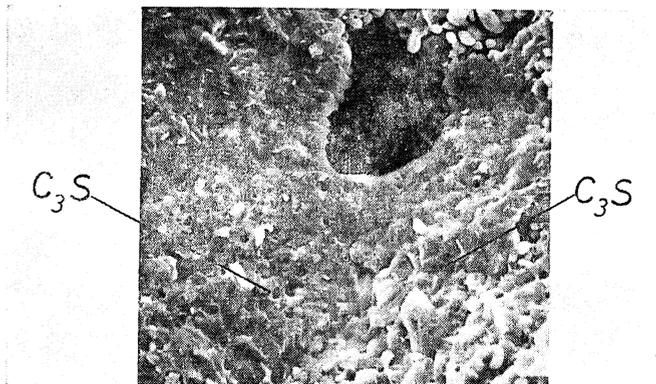


Fig. 5.—Poro de aspecto tubular de bordes irregulares y presencia de C_3S en el material amorfo que lo rodea. El C_3S se destaca por su forma acicular y color más negro. 2.850 \times .

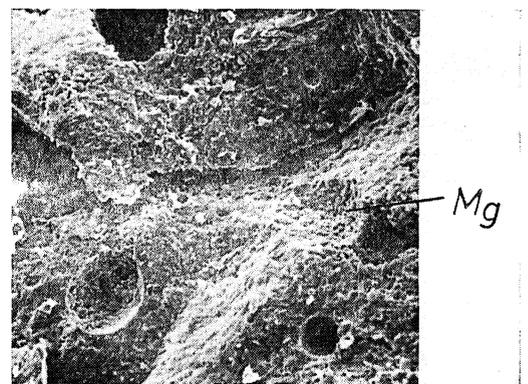


Fig. 6.—Observación de poros poligonales en el extremo derecho medio de la figura. Una fisura cruza en forma casi horizontal. 900 \times .

NOTA: Todas las fotografías originales tienen 88 \times 83 mm.

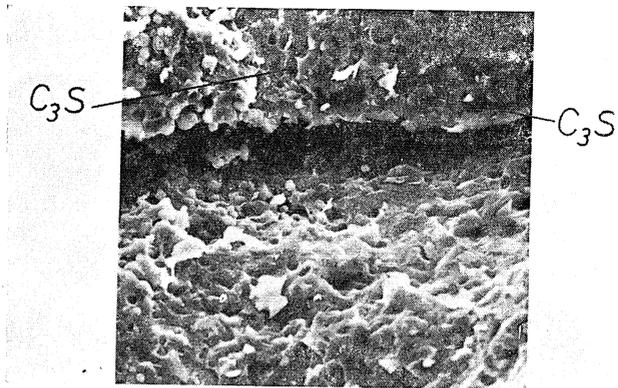


Fig. 7.—Aspecto de la fisura anterior observada con mayor aumento. Presenta C_3S en el material vítreo. 2.850 \times .

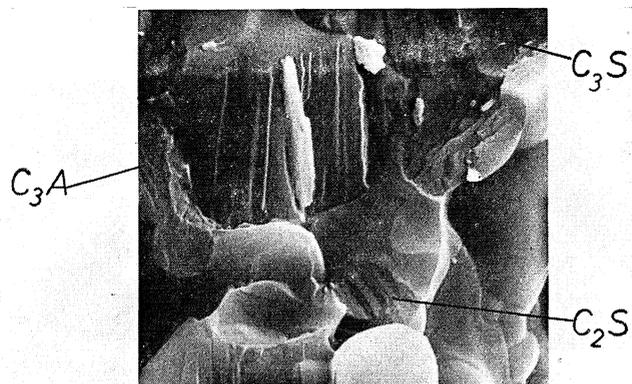


Fig. 8.— C_2S y C_3S entre fundentes. Los silicatos presentan fractura por planos y el vidrio por falta de cohesión; se observa algo de C_3A en la masa de C_3AF . 18.000 \times .

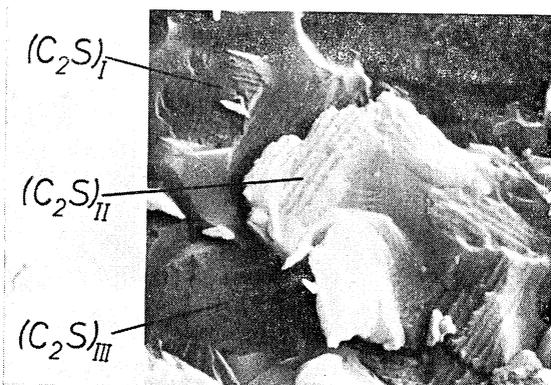


Fig. 9.— C_2S del tipo $(C_2S)_I$ y $(C_2S)_{II}$. Se observa también $(C_2S)_{III}$ en el extremo inferior izquierdo de la figura. 18.000 \times .

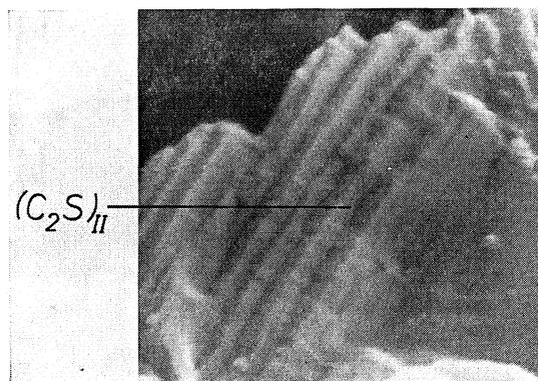


Fig. 10.—Ampliación de un grano de $(C_2S)_{II}$. 54.000 \times .

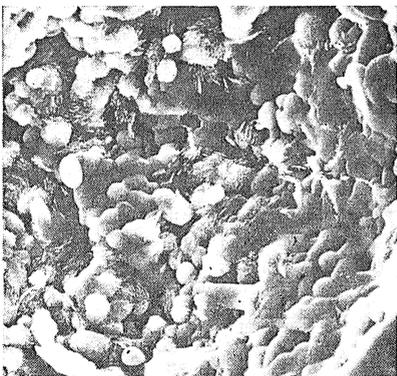


Fig. 11.—Comienzo de hidratación en el interior de un poro. 5.400 \times .

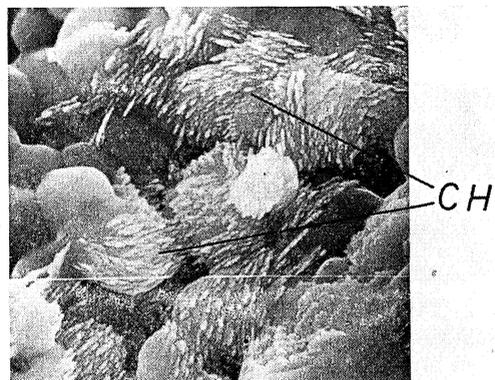


Fig. 12.—Zona anterior (fig. 11) con mayor aumento. Se observa CH en forma de láminas. 18.000 \times .

NOTA: Todas las fotografías originales tienen 88 \times 83 mm.

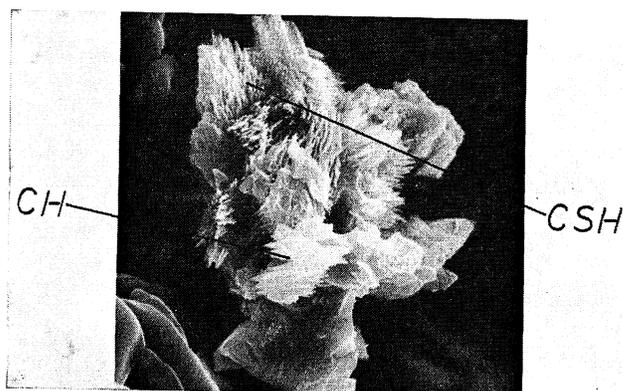


Fig. 13.—Se presenta una mezcla de CH y CSH. 9.000 ×.

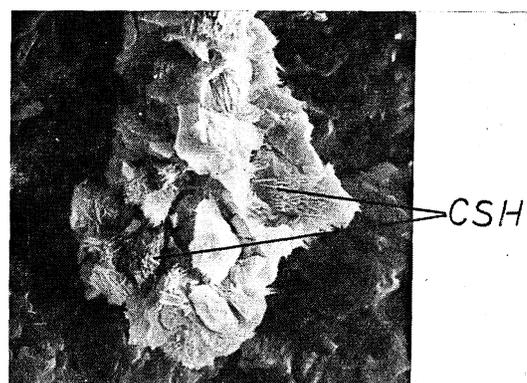


Fig. 14.—CSH con aspecto de cigarros. 14.400 ×.

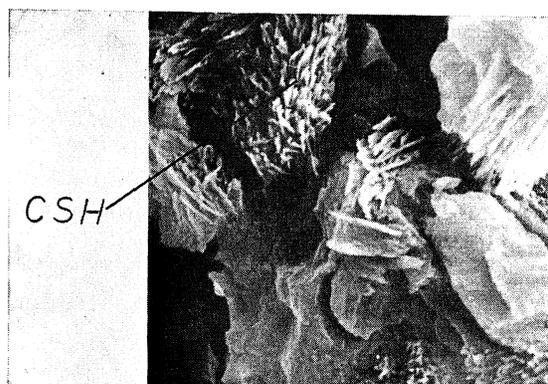


Fig. 15.—Zona de la figura 14 con mayor aumento. 18.000 ×.

En algunos de los poros casi esféricos que aparecen en la superficie libre de los compuestos C_2S y C_3S es posible observar el comienzo de la hidratación que se origina cuando se expone la muestra al aire húmedo durante algunas horas (fig. 11). En este caso, como puede observarse con fuertes aumentos en la figura 12, el primer producto de hidratación es el hidróxido de calcio (CH), que se presenta en forma de láminas descritas por otros autores (5) como de forma hexagonal. En otras zonas (fig. 13) aparece el CH conjuntamente en la tobermorita (CSH), que tiene la forma típica de cigarros (5). En las figuras 14 y 15 se puede ver el gel de CSH a dos aumentos diferentes.

DISCUSION DE LOS RESULTADOS

Los poros, casi esféricos, y cuya superficie libre está constituida de C_2S y muy poco C_3S , casi no presentan fundentes y, de acuerdo con Fernández París (3), dichos poros se han originado por esa escasez. La presencia de $(C_2S)_I$ indica que el clínker fue sobrecocido, lo que nos hace sospechar que la formación de poros de aspecto tubular es consecuencia de la elevada temperatura que adquirió el clínker. Los poros poligonales (fig. 6) probablemente se deban a inclusiones de Mg.

NOTA: Todas las fotografías originales tienen 88 × 83 mm.

En lo que respecta al tipo de fractura, la producida por planos de falla observada en los C_2S y C_3S es propia de los materiales cristalinos, y cuando se trata del $(C_2S)_I$ y del $(C_2S)_{II}$ denota un cambio de orientación cristalina en la subestructura. El doble estriado del $(CS_2)_I$ es poco frecuente, no así el estriado simple del $(C_2S)_I$ que aparece con mayor frecuencia; esto es típico de un clínker que además de sobrecocido ha sido enfriado lentamente. El vidrio aluminato tricálcico + ferrito aluminato tetracálcico ($C_3A + C_4AF$) presenta fractura concoidal, típica de un sólido amorfo, aunque en algunas zonas (fig. 8) se observa C_3A cristalizado en forma rectangular con fractura por planos; esto, una vez más, pone de manifiesto que el clínker se ha enfriado lentamente.

Referente al proceso de hidratación, las anteriores observaciones concuerdan con las de Sierra (5), en el sentido de que se inicia con una formación de CH, originándose posteriormente el gel de CSH. Efectivamente, el CH se encuentra con gran frecuencia y el CSH es muy escaso, como corresponde al comienzo del fenómeno. En su crecimiento, el CH parece preferir los bordes de contacto entre los gránulos y tiene tendencia a crecer en forma de láminas perpendiculares a la superficie de aquéllos y en haces paralelos entre sí. Dichos haces de láminas tienen tendencia a cambiar su orientación cuando traspasan el límite de un gránulo (fig. 12). En los casos de coexistencia de CH y CSH (figs. 13, 14 y 15), el gel de CSH se aparece muy claramente. También se puede observar que los "cigarrillos" de CSH tienen tendencia a crecer normalmente a la superficie libre (fig. 15).

De todo lo expuesto se deduce que este método presenta las características de ser muy práctico, rápido y preciso para el estudio y clasificación de un clínker, lo que compensa el elevado costo de un microscopio de barrido electrónico "Scanning Electron Microscope" (SEM).

Constituye también un arma poderosa para el estudio de la hidratación. Es de esperar que un estudio sistemático de un gran número de muestras de clínker, empleando este instrumento y aplicando otras técnicas que impliquen un ataque húmedo de dicho material, pueda contribuir en forma importante a su conocimiento.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen: al Dr. Juan H. Tramezzani, director del Instituto de Neurobiología de Buenos Aires, por las facilidades dadas para el uso del Microscopio electrónico de barrido; al Sr. Natalio de Vincenzo por la asistencia técnica prestada, y a la Sra. Mariana Ramos por el trabajo fotográfico.

BIBLIOGRAFIA

- (1) KITTL, P., LYON, P., FÜHRER, X.: "Microscopía electrónica del clínker por la técnica de réplicas". Materiales de Construcción. (En publicación).
- (2) KIMOTO, S. y RUSS, J. C.: "The characteristics and applications of the scanning electron microscope". American Scientist, tomo 57, n.º 1, pp. 112-133 (1969).
- (3) FERNANDEZ PARIS, J. M.: "Microscopía del clínker de cemento portland". Manuales y normas del Instituto Eduardo Torroja de la Construcción y del Cemento, Madrid (1968).
- (4) LOW, J. R.: "A Review of the Microstructural Aspects of Cleavage Fracture". Fracture. Edited by Averbach y col., Willey, New York and London (1959).
- (5) SIERRA, R.: "Etude au microscope électronique de l'hydratation des silicates calciques du ciment portland". J. Microscopie, tomo 7, n.º 4 pp. 491-508 (1968).