

Preparación de morteros y hormigones no tradicionales a base de cemento portland, metacaolín y yeso (15,05%)

Manufacturing of mortars and concretes non-traditionals, by portland cement, metakaoline and gypsum (15.05%)

R. TALERO*, M. R. BOLLATI y F. HERNÁNDEZ**

* Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja-CSIC

** Dpto. de Construc. y Técn. Arquitectónicas-E. T. S. de Arquitectura de Madrid-U. P. M.

Fecha de recepción: 25-XI-97

Fecha de aceptación: 8-IV-99

ESPAÑA

RESUMEN

En una exhaustiva investigación anterior(1), se pudo comprobar que la creación, evolución y desarrollo de los valores de resistencias mecánicas a compresión, RMC, y flexotracción, RMF, proporcionados por probetas de 1x1x6 cm, de mortero 1:2,75, selenitoso tipo ASTM C 452-68(2) -que habían sido preparadas con arena de Ottawa, cemento portland, P-1(14,11% C₃A) o PY-6(0,00% C₃A), metacaolín y yeso(CaSO₄·2H₂O)-, fue semejante a la que, comúnmente, desarrollan los morteros y hormigones tradicionales de cemento portland. En el presente trabajo se exponen los resultados experimentales obtenidos de morteros y hormigones no tradicionales, preparados con dichos cementos ternarios, CT-, siendo las proporciones porcentuales en masa ensayadas, cemento portland/metacaolín, las siguientes: 80/20, 70/30 y 60/40. Finalmente, el comportamiento de estos cementos frente el ataque del yeso, se ha determinado mediante los siguientes parámetros: incremento de longitud($\Delta L\%$), resistencias mecánicas a compresión, RMC, y flexotracción, RMF, y energía de ultrasonido, EU.

Los resultados experimentales obtenidos con tales morteros y hormigones no tradicionales, han dado un aumento de los valores de ΔL , RM y EU, con la cantidad de metacaolín añadida.

ABSTRACT

In a thorough previous research (1), it appeared that creation, evolution and development of the values of compressive mechanical strength(CS) and flexural strength(FS), measured in specimens 1x1x6cm of mortar type ASTM C 452-68(2), manufactured by ordinary portland cement P-1(14.11% C₃A) or PY-6(0.00% C₃A), metakaolin and gypsum(CaSO₄·2H₂O) -or ternary cements, CT-, were similar to the ones commonly developed in mortars and concretes of OPC. This paper sets up the experimental results obtained from non-traditional mortars and concretes prepared with such ternary cements -TC-, being the portland cement/metakaolin mass ratio, as follows: 80/20, 70/30 and 60/40. Finally, the behaviour of these cements against gypsum attack, has been also determined, using the following parameters: increase in length($\Delta L\%$), compressive, CS, and flexural, FS, strengths, and ultrasound energy, UE.

Experimental results obtained from these non-traditional mortars and concretes, show an increase in length(ΔL), in CS and FS, and in UE values, when there is addition of metakaolin.

1. INTRODUCCIÓN

Ante todo, se desea puntualizar que este trabajo constituye una parte de una investigación más amplia (1), que, entre otros objetivos, pretendió obtener la caracterización sulfática de adiciones puzolánicas naturales y artificiales (y, posteriormente, siderúrgicas), mediante el método acelerado de ensayo ASTM C 452-68 (2). Y para alcanzar dicho objetivo (1) (20), una de las adiciones puzolánicas que se tuvo que seleccionar (3), fue metacaolín.

El metacaolín es una puzolana artificial de la que han existido -y existen- muchas citas bibliográficas, dado el enorme interés industrial que siempre ha despertado como material de construcción. De entre todas ellas -y por su relación con este trabajo- no deseamos dejar de citar aquí algunas (5) (6) (7) (8) y (9), ni tampoco los notables comentarios (10) (11) y réplica correspondiente (12) que suscitaron. Existen muchas más, si bien, con diferentes objetivos.

En este artículo, se exponen los resultados experimentales obtenidos con dicho metacaolín, al mezclarlo con los cementos portland P-1 y PY-6, respectivamente, en las proporciones porcentuales en masa siguientes: P-1/M y PY-6/M 80%/20%, 70%/30% y 60%/40%, para ser ensayados mediante el citado método ASTM C 452-68 (2), sus consecuencias en morteros y hormigones y el análisis, estudio y discusión de los mismos.

2. OBJETIVOS

1. Obtener la caracterización sulfática del metacaolín utilizado, es decir, determinar su "carácter" o intencionalidad de comportamiento ante el ataque del yeso, cuando es añadido a un cemento portland, ya sea éste o no, de elevada resistencia a dicho ataque agresivo. En definitiva, determinar si se trata o no, de una puzolana "silícica" o "aluminica" o "sílico-aluminosa" o "alumino-silícica" o "sílico-férrica", etc. (1).

2. En función del "carácter" resultante anterior, preparar cementos, morteros y hormigones no tradicionales, con el metacaolín utilizado.

3. PARTE EXPERIMENTAL

Primeramente se prepararon los cementos binarios P-1/M y PY-6/M, 80/20, 70/30 y 60/40 (relación en masa, cemento portland/ metacaolín M). En la Tabla 1, se pueden ver los resultados del análisis químico de ambos cementos portland, del metacaolín y del yeso utilizado como agresivo.

1. INTRODUCTION

First, it has to be specified that this paper represents a small part of a more extensive research (1) which was aimed, among other goals, at obtaining sulphate characterization of natural and artificial pozzolanic additions (and later, blast furnace slag), by accelerated testing method ASTM C 452-68 (2). To reach this goal (1) (20), one of the pozzolanic additions selected (3) was metakaolin.

Metakaolin is an artificial pozzolan which, since it has been and keeps being the object of a huge interest as construction material, has produced abundant bibliographical quotations. Among them those connected with this paper will be cited (5) (6) (7) (8) and (9), and some of the noteworthy comments (10) (11) and the corresponding answers (12) they arose, will be cited too. However, many more exist but they aim to different objectives.

This paper presents the experimental results obtained from mixing metakaolin with portland cements P-1 and PY-6, respectively, mass ratio 80%/20%, 70%/30% and 60%/40%, tested by ASTM C 452-68 method (2). The impact on mortars and concretes was determined through their analysis, study and discussion.

2. OBJECTIVES

1. To obtain the sulphatic characterization of the metakaolin, and thus, to determine its "behaviour" against gypsum attack, when added to a portland cement either of high or low sulfate resistance; and of course, to determine if metakaolin is "silicious" or "aluminous", or "silicic-aluminous", or "aluminous-silicic", or "silicic-ferrous", etc. (1), pozzolan.

2. To prepare non-traditional mortars and concretes with this metakaolin, in accordance with the resulting "behaviour".

3. EXPERIMENTAL PROCESS

First, binary cements P-1/M and PY-6/M, 80/20, 70/30, 60/40 (mass ratio portland cement/metakaolin M) were prepared. In Table 1, the results of the chemical analysis of both portland cements, of the metakaolin and the gypsum used as aggressive, are shown.

TABLA 1/ TABLE 1

Análisis químico de los cementos portland, el metacaolín y el yeso.

Chemical analysis of portland cements, metakaoline and gypsum.

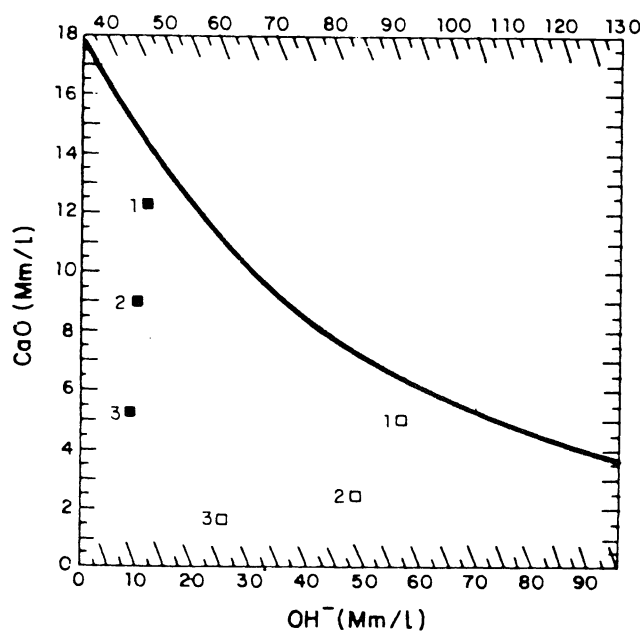
DETERMINACIONES (%) DETERMINATIONS (%)	CEMENTOS PORTLAND PORTLAND CEMENTS		PUZOLANA POZZOLAN	YESO GYPSUM
	P-1 (3,08)*	PY-6 (3,21)*	M (2,55)*	
PF	1,60	1,11	0,60	-
RI	0,70	0,15	0,22	0,26
SiO ₂	19,18	21,70	73,53	0,04
Al ₂ O ₃	6,44	1,52	23,11	-
Fe ₂ O ₃	1,75	4,11	1,19	-
CaO	63,94	67,97	0,63	32,54
MgO	1,48	0,42	0,03	0,36
SO ₃	3,50	2,34	-	45,87
Na ₂ O	0,90	0,43	0,07	0,02
K ₂ O	0,52	0,20	0,70	0,01
H ₂ O (40 - 217°C)	-	-	-	20,13
CO ₂ (217 - 1000°C)	-	-	-	0,75
Total	100,01	99,95	100,05	99,98
H ₂ O (105°C)	0,24	0,22	0,16	-
H ₂ O (40°C)	-	-	-	0,41
CaO (libre)	1,90	1,75	-	-
Total	100,01	99,95	100,05	99,98
SUP. ESPECÍFICA BLAINE (cm ² /g) SPF SURF. (cm ² /g)	3192	3287	3981	-
COMPOSICIÓN MINERALÓGICA (Bogue) (%) / MINERALOGICAL COMPOSITION (%)				
C ₃ S	51,05	79,43	-	-
C ₂ S	16,48	2,29	-	-
C ₃ A	14,11	0,00	-	-
C ₄ AF *	5,33	10,19	-	-
Cuarzo	-	-	≅ 50	-
CaSO ₄ ·2H ₂ O	-	-	-	95,58
CaSO ₄ ·1/2 H ₂ O + CaSO ₄	-	-	-	2,47
CaCO ₃	-	-	-	0,75
MgCO ₃	-	-	-	0,81

* Peso específico (g/cm³) / Specific weight (g/cm³)

FIGURA 1/FIGURE 1

Ensayo de Frattini. Edad: 7 días

Frattini test. Age: 7 days



1 □ = P-1/M 80/20 1 ■ = PY-6/M 80/20
 2 □ = P-1/M 70/30 2 ■ = PY-6/M 70/30
 3 □ = P-1/M 60/40 3 ■ = PY-6/M 60/40

El metacaolín, cuyo contenido de cuarzo era de, aproximadamente el 50%, se preparó calcinando caolín a 800 °C durante el tiempo necesario. A continuación se verificó su carácter puzolánico mediante el ensayo de Frattini (4), véase la Figura 1.

A continuación, cada cemento portland y cada cemento binario anterior, se ensayó según el método acelerado de ensayo ASTM C 452-68 (2). Los parámetros determinados en cada familia de probetas de mortero 1:2,75, selenitoso (cemento más yeso = 7,0% SO₃) fueron: incremento de longitud, ΔL (%), resistencias mecánicas a compresión, RMC, y flexotracción, RMF, y contenido de sulfatos, SO₄⁼, en las aguas de conservación de las probetas tipo ASTM C 452-68. Este último

The metakaolin, whose quartz content was 50%, was prepared by burning kaolin at 800 °C for the time required. Following, its pozzolanic character was verified by Frattini test (4), see Figure 1.

Later, each portland cement and each binary cement was tested according to the ASTM C 452-68 test (2). Parameters determined were the following: increase in length ΔL (%), compressive strength -CS-, flexural strength -FS- and sulphate content-SO₄⁼-in storage water where ASTM 452-68 type specimens were kept. This last parameter was determined by

parámetro se determinó periódicamente en las aguas de conservación de las probetas, precipitando, en medio ácido clorhídrico, los sulfatos, en forma de sulfato de bario.

Una vez obtenidos y analizados los resultados experimentales obtenidos con los morteros, se prepararon una serie de hormigones que ratificaron el mejor comportamiento de los cementos ternarios, CT, preparados ante el ataque del yeso, si la cantidad añadida de éste, era adecuada. La dosificación de éstos hormigones fue la siguiente: **(A)** Hormigones cuyo CT tenía 7,0% SO₃ (=15,05% de yeso), y **(B)** Hormigones cuyo CT tenía 21,0% SO₃ (45,16% de yeso), véase la Tabla 2.

Con estas dosificaciones se prepararon probetas de hormigón de tres tipos:

1. Prismáticas, de 10x10x50 cm, en las que se determinó su ΔL (%), en función del tiempo.
2. Cilíndricas, de φ 15x18 cm, en las que se determinó su RMC (kp/cm²) y resistencia mecánica a tracción indirecta o ensayo “brasileño”, BS (kp/cm²), a las edades de 7, 28 y 90 días.

periodically testing the storage water, where sulphates precipitate in the chloride acid environment as barium sulphate.

Once experimental results obtained from mortars were analysed, a series of concretes were prepared, which ratify the better behaviour of the tertiary cements (TC) prepared when addition of gypsum was adequate. The dosage of these concretes was : **(A)** TC with 7.0% SO₃ (=15.05% of gypsum), and **(B)** TC with 21.0% SO₃ (=45.16% of gypsum), see Table 2.

With these dosages, concrete specimens of three types, were prepared:

1. Prisms of 10x10x50 cm where the ΔL (%) was determined as a function of time,
2. Cylinders of φ15x18 cm, where the CS (kp/cm²) and compressive strength to indirect traction (“brasilian” test) BS (kp/cm²), were determined at age 7, 28 and 90 days;

TABLA 2/TABLE 2

Dosificación de los hormigones (kp/m³)/Concretes dosages (kp/m³)

PROPORCIÓN MEZCLAS MIXTURE PROPORTIONS	YESO/GYPSUM								
	CON 7% SO ₃			CON 21% SO ₃			SIN YESO WITHOUT GYPSUM		
IDENTIFICACIÓN IDENTIFICATION	C	Y	A/C	C	Y	A/C	C	Y	A/C
P1	282,0	39,0	0,500	193,0	159,5	158,5	315	-	158,5
PY6	280,0	41,0	0,500	174,5	193,0	158,5	315	-	158,5
P1/M 80/20	276,5	44,5	0,525	190,0	164,0	170,0	315	-	158,5
P1/M 70/30	274,5	46,5	0,585	188,0	166,0	189,0	315	-	158,5
P1/M 60/40	273,0	48,0	0,665	186,0	168,0	189,0	315	-	158,5
PY6/M 80/20	276,0	45,0	0,525	185,0	170,0	189,0	315	-	158,5
PY6/M 70/30	247,5	46,5	0,585	184,0	171,0	189,0	315	-	158,5
PY6/M 60/40	273,0	48,0	0,665	183,0	172,0	189,0	315	-	158,5
ÁRIDO CALIZO DE MACHAQUEO GRUESO Y FINO, ABS. 1,21(kg/cm ³) / ABSORPTION OF COARSE AND FINE AGGREGATE (L2 kg/cm ³)									
10-20 mm	643,0			654,0			654,0		
5-10 mm	436,0			436,0			436,0		
Fino / Fine	1012,0			1017,0			1017,0		
PROPIEDADES DEL HORMIGÓN FRESCO / FRESH CONCRETE PROPERTIES									
P.ESPECÍFICO APARENTE UNIT WEIGHT	2410 kg/m ³			2250 kg/m ³			2250 kg/m ³		
ASENTAMIENTO SLUMP	0 cm			6 cm			6 cm		
COMPACTACIÓN COMPACTION	VIBRADO VIBRATED			PICADO RODDED			PICADO RODDED		
PROBETAS (cm) SPECIMENS	10x10x50 y 15x18			7,5x15			7,5x15		

3. Cilíndricas, de ϕ 7,5x15 cm, en las que se determinó su Acción Sinérgica Expansiva, ASE.

Todas las probetas se fabricaron con un sistema de vibro-compactación de amplitud y frecuencia variables que permite obtener las probetas en el laboratorio, en las mismas condiciones que en obra.

Las probetas prismáticas y las cilíndricas de ϕ 15x18 cm y ϕ 7,5x15 cm, se conservaron bajo agua potable filtrada, hasta que fue constante su ΔL (%) para las primeras. Se obtuvieron sus valores de RMC y de resistencia mecánica a tracción indirecta o ensayo "brasileño", BS, de las segundas, y se degradaron las terceras.

Una probeta cilíndrica, de ϕ 15x18 cm fue regada intermitentemente con agua, de modo semejante al caso anterior, mientras que era sometida al ensayo de energía de ultrasonido, EU.

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES OBTENIDOS

- Del ensayo de Frattini (4): Figura 1.
- Del método acelerado de ensayo ASTM C 452-68 (2): Figuras 2 (ΔL); 3 ($Vcl = [\Delta L(\%)/\text{día}]$); 4 (RMC y RMF) y 5 ($SO_4^=$).
- Del ensayo de los hormigones: ΔL (mm/m), Figura 5; RMC (kp/cm^2) y BS (kp/cm^2), Tabla 3; EU (24), Figura 7.
- Del agua de consistencia normal, tiempo de fraguado y estabilidad de volumen (14) (15), de los CT: Tabla 4.

5. DISCUSIÓN E INTERPRETACIÓN

De los resultados experimentales obtenidos se pudo deducir que el 7,0% SO_3 (=15,05% de yeso) del método ASTM C 452-68 (2), había actuado lógicamente como agresivo en el caso de los cementos portland P-1 y PY-6 cuando se ensayaron solos, y, en especial, con el P-1, pero no así, en cambio, cuando estuvo presente la puzolana M en los cementos ternarios, CT, en cuyo caso, actuó como regulador de fraguado.

Para confirmar esta deducción, a los CT P-1/M y PY-6/M 80/20, 70/30 y 60/40, se les determinó, además, sus Tiempos de Fraguado (Principio y Fin) y Estabilidad de Volumen (14) (15), respectivamente. Los valores obtenidos fueron los que aparecen en la Tabla 4. Como se puede apreciar en dicha tabla, todos

3. *Cylinders of ϕ 7.5x15 cm, where Expansive Synergic Action, ESA, was determined.*

All specimens were made through vibro-compaction system of variable amplitude and frequency which allows to manufacture similar specimens in laboratory as in work site.

Prismatic and cylindrical specimens of ϕ 15x18 cm and ϕ 7.5x15cm, were soaked in filtered potable water until the ΔL (%) was constant, in the first set. CS values and indirect traction values ("brasilian specimens" BS) were obtained in the second set, and the third set was degraded.

One cylindrical specimen of ϕ 15x18 was watered intermittently with similar water to the one used in the test before, while being submitted to an ultrasound energy test (UE).

4. EXPERIMENTAL RESULTS

- *Frattini test (4): Figure 1.*
- *ASTM C 452-68 (2): Figures 2(ΔL); 3 ($Vcl = [\Delta L(\%)/\text{day}]$), 4 (CS and FS) and 5 ($SO_4^=$)*
- *Concretes test: ΔL (mm/m), Figure 5; CS and FS (kp/cm^2) and BS (kp/cm^2), Table 3; and UE (24), Figure 7.*
- *Water of normal consistency, setting time and volume stability (14) (15), of TC: Table 4.*

5. DISCUSSION AND INTERPRETATION

From experimental results it was inferred that 7,0% SO_3 (=15.05% of gypsum) of ASTM C 452-68 (2) test, had acted, as expected, as aggressive in the case of portland cements P-1 and PY-6 when they were plain cements and particularly in the case of P-1; but it acted differently when the pozzolan M was present since this one acted as setting regulator.

To confirm what had been inferred, Setting Time (Start and End) and Volume Stability (14) (15) were determined. Values obtained are shown in Table 4.

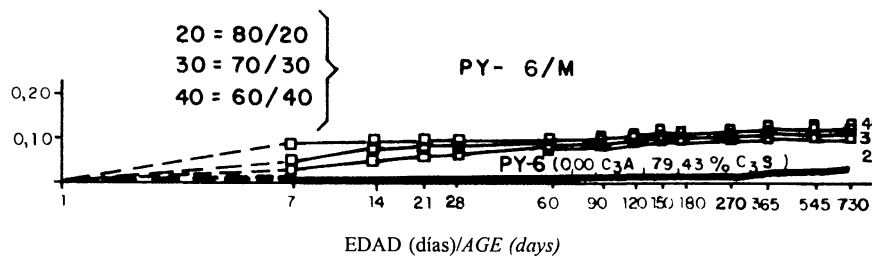
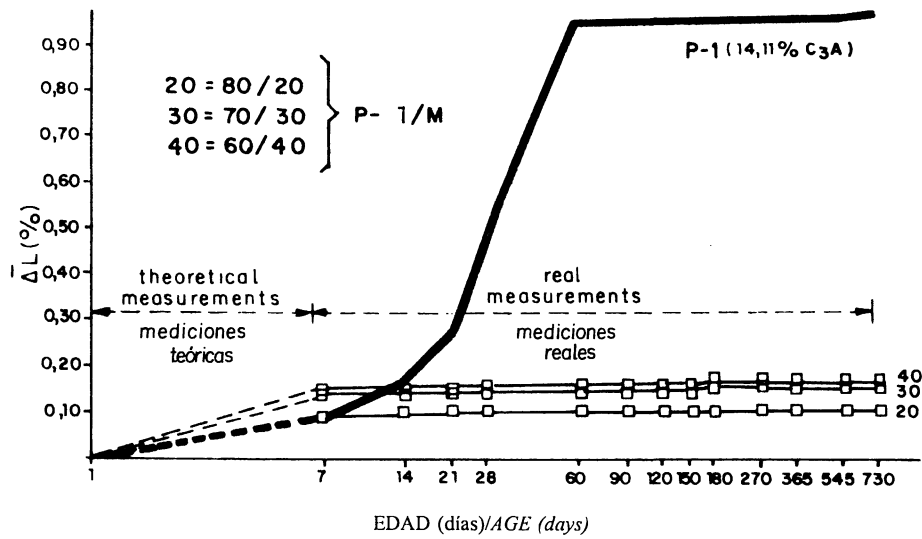


Figura 2.- Probetas: $1'' \times 1'' \times 11^{1/4}''$; Parámetros: Incremento de Longitud (%); Morteros: ASTM C 452 - 68 (2); Cementos: OPC = P-1, SRPC = PY-6; Puzolana: M

Figure 2.- Specimens: $1'' \times 1'' \times 11^{1/4}''$; Parameter: Increase in Length (%); Mortars: ASTM C 452 - 68 (2); Cements: OPC = P-1, SRPC = PY-6; Pozzolan: M

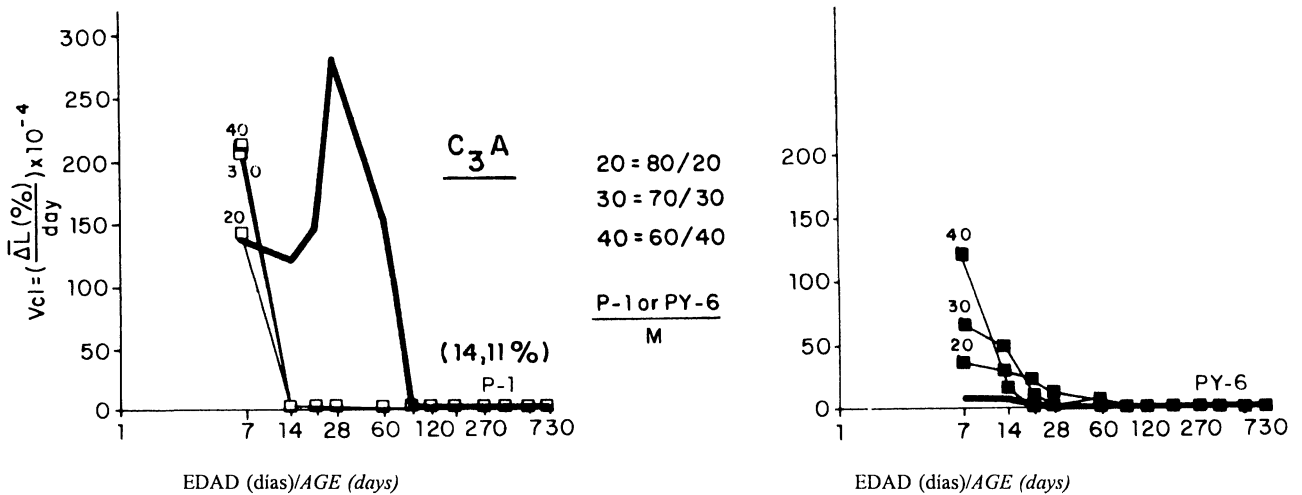


Figura 3.- Probetas: $1'' \times 1'' \times 11^{1/4}''$; Parámetros: $V_{cl} = \Delta L$ (%)/día; Morteros: ASTM C 452 - 68 (2); Cementos: OPC = P-1, SRPC = PY-6; Puzolana: M

Figure 3.- Specimens: $1'' \times 1'' \times 11^{1/4}''$; Parameter: $V_{cl} = \Delta L$ (%)/day; Mortars: ASTM C 452 - 68 (2); Cements: OPC = P-1, SRPC = PY-6; Pozzolan: M

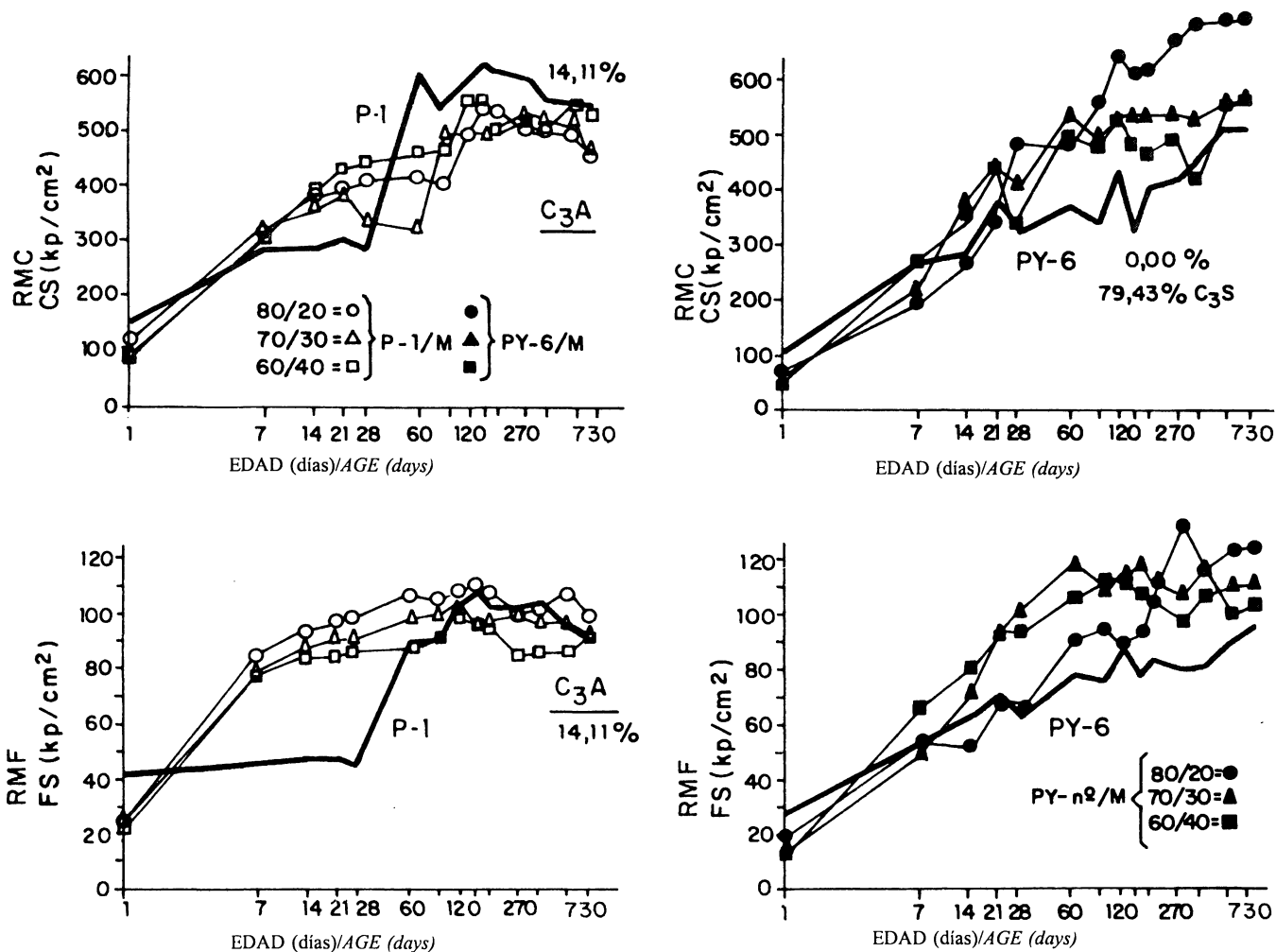


Figura 4.- Probetas: 1x1x6 cm; Parámetros: Resistencias Mecánicas a Flexotracción, FS, y Compresión, CS; Morteros: ASTM C 452 - 68 (2); Cementos: OPC=P-1, SRPC=PY-6; Pozzolana: M

Figure 4.- Specimens: 1x1x6 cm; Parameter: Flexural Strength, FS, and Compressive Strength, CS; Mortars: ASTM C 452 - 68 (2); Cements: OPC = P-1, SRPC = PY-6; Pozzolan: M

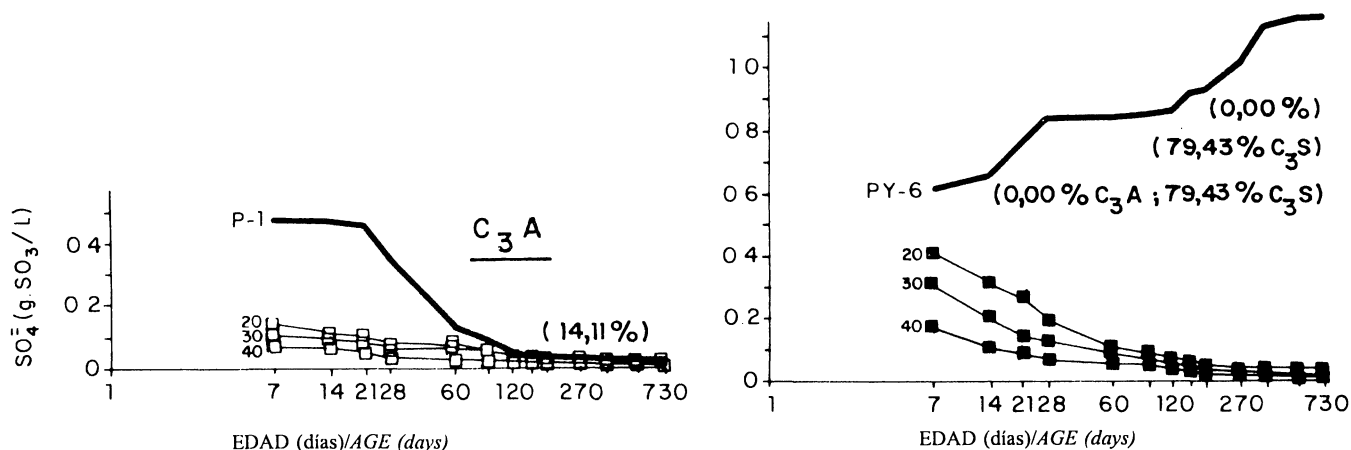


Figura 5.- Probetas: 1x1x6 cm; Parámetros: Contenido de SO_4^{2-} en las aguas de conservación a diferentes edades; Morteros: ASTM C 452 - 68 (2); Cementos: OPC=P-1, SRPC=PY-6; Pozzolana: M

Figure 5.- Specimens: 1x1x6 cm; Parameter: Conservation water SO_4^{2-} contents at different ages; Mortars: ASTM C 452 - 68 (2); Cements: OPC = P-1, SRPC = PY-6; Pozzolan: M

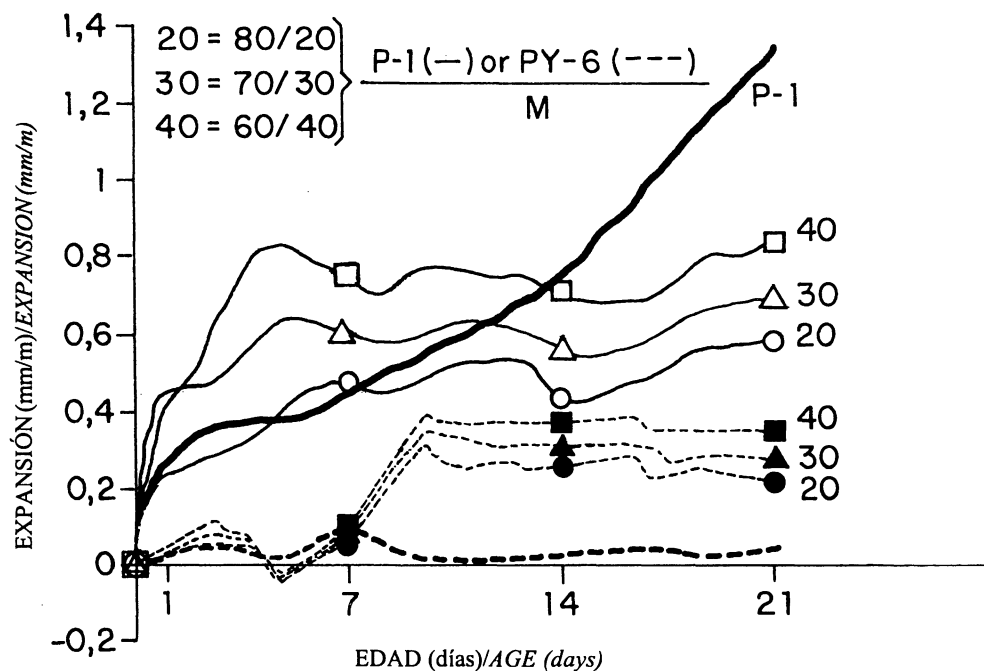


Figura 6.- Probetas: 10x10x50 cm; Hormigones: Dosificación (ver Tabla 2); Cementos con yeso (7,0% SO₃): OPC = P-1, SRPC = PY-6 y 6 CT: P-1/M 80/20 (○), 70/30 (Δ) y 60/40 (□) y PY-6/M 80/20 (●), 70/30 (▲) y 60/40 (■)

Figure 6.- Specimens: 10x10x50 cm; Concretes: Dosage (see Table 2); Cements with gypsum (7.0% SO₃): OPC = P-1, SRPC = PY-6 and 6 CT: P-1/M 80/20 (○), 70/30 (Δ) and 60/40 (□) and PY-6/M 80/20 (●), 70/30 (▲) and 60/40 (■)

TABLA 3/TABLE 3

Resistencias mecánicas de los hormigones (kp/cm²)
 Mechanical strengths of the different concretes (kp/cm²)

Hormigones/Concretes			Con yeso With gypsum (≅ 15,05 % = 7,00 % SO ₃)						Sin yeso Without gypsum														
Probetas/Specimens			ϕ 15 x 18 cm						ϕ 7,5 x 15 cm														
Compactación/Compact.			Vibrado (8")*						Picado Rodded				Vibrado (4")**										
Edades/Ages			7 d.		28 d.		90 d.		28 d.														
Parámetros/Parameters			Resistencias mecánicas(kp/cm ²)/Mechanical strengths(kp/cm ²)																				
Cementos./Cements			T.Ind.***		Comp.		T.Ind.***		Comp.		T.Ind.***		Comp.		Trac. Ind.***		Comp.		Trac. Ind.***		Comp.		
			Curado / Cured																				
			Bajo agua a 20 ± 2 °C In water						*** En cámara M.cured		Bajo agua In water		*** En cámara M.cured		Bajo agua In water		*** En cámara M.cured		Bajo agua In water				
P1/M	3,50	100/00	26	352	37	380	48	415	25,0	28,0	119,1	118,0	26,25	31,1	125,0	131,0							
	7,00	100/00	21	221	21	250	29	315	-	-	-	-	-	-	-	-							
	+ "x" % SO ₃	7,00	80/20	21	231	38	358	40	405	29,5	35,0	140,0	146,0	44,0	59,0	210,0	244,0						
		7,00	70/30	22	266	34	401	39	352	16,0	31,0	151,0	151,0	24,0	52,0	226,0	262,0						
		7,00	60/40	23	266	34	346	39	329	13,0	13,6	173,0	159,0	19,5	23,0	260,0	266,0						
PY6/M	2,34	100/00	25	350	40	407	54	444	20,0	17,0	150,0	148,0	21,0	19,0	118,0	100,0							
	7,00	100/00	20	226	28	298	34	331	-	-	-	-	-	-	-	-							
	+ "x" % SO ₃	7,00	80/20	29	251	33	380	36	485	27,0	28,0	205,0	240,0	34,0	40,0	254,0	372,0						
		7,00	70/30	30	274	35	358	39	463	21,5	22,0	166,0	187,5	24,0	26,0	194,0	201,0						
		7,00	60/40	30	310	29	372	40	356	17,0	19,0	143,5	151,0	22,0	25,0	185,5	193,0						

* Consistencia seca, semejante al HCR; ** Consistencia plástica, ***Ensayo "brasileño"; ****HR = 95 % y T = 20 ± 2 °C

Dry consistence; **Plastic consistence; *"Brazilian" test

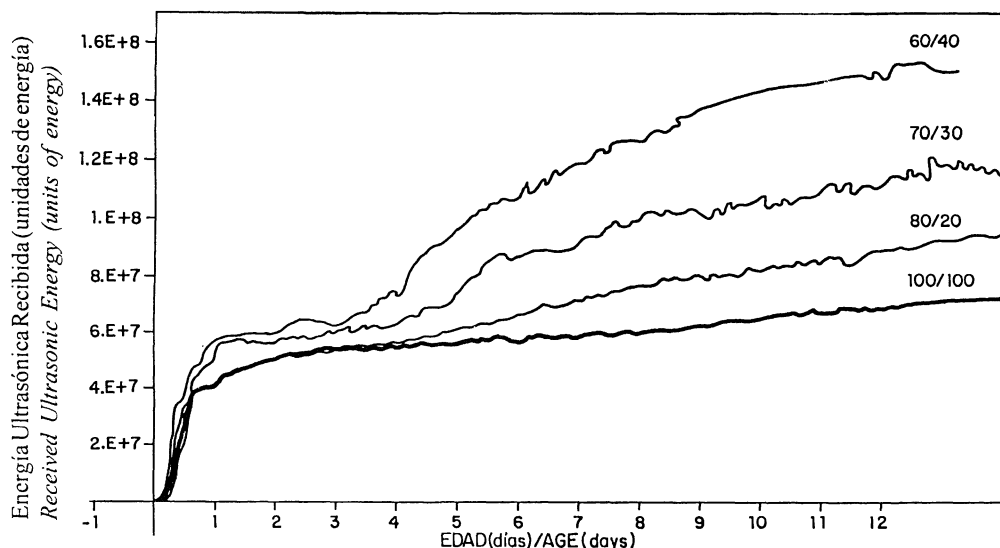


Figura 7.- Probetas: ϕ 15x18 cm; Parámetro: EU; Hormigones: Dosificación (ver Tabla 2); Cementos con yeso (7,0% SO₃): OPC = P-1 (-) y 3 CT = P-1/M 80/20 (○), 70/30 (Δ) y 60/40 (□); Cámara Húmeda: 21 ± 2 °C y 95% HR.

Figure 7.- Specimens: ϕ 15x18cm; Parameter: UE; Concretes: Dosage (see Table 2); Cements with gypsum (7.0 % SO₃): OPC = P-1 (-) and 3 CT = P-1/M 80/20 (○), 70/30 (Δ) and 60/40 (□); Moist Closet: 21 ± 2 °C and 95% RH.

TABLA 4/TABLE 4

Tiempo de fraguado (h, m)
Time of setting (h, m)

CEMENTOS CEMENTS			Pasta de consistencia normal N.consistency (%)	Tiempo de fraguado (aguja de Vicat) Time of setting (Vicat test)			Agujas de Le Chatelier (mm)/Le Chatelier Needles(mm)							
							100 °C	21 ± 2 °C						
				Inicial	Final	TF.	7*	7*	12*	21*	28*	60*	90*	120*
P1/M + x% SO ₃	3,50	100/00	26,0	2h 00m	2h 39m	0h 39m	0,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70	1,70
	7,00	80/20	29,6	3h 15m	4h 10m	0h 55m	0,50	3,33	5,65	7,20	9,35	12,00	12,15	12,15
	7,00	70/30	30,8	3h 05m	4h 10m	1h 05m	0,50	5,15	6,00	6,33	6,65	6,71	6,75	7,75
	7,00	60/40	32,8	3h 15m	4h 10m	0h 55m	0,50	5,75	5,75	5,75	5,75	5,75	5,75	5,75
PY6/M + x% SO ₃	2,34	100/00	21,2	0h 05m	0h 25m	0h 20m	1,00	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30
	7,00	80/20	27,2	6h 15m	8h 10m	1h 55m	0,50	2,00	3,50	3,55	3,60	3,90	4,00	4,50
	7,00	70/30	28,8	5h 45m	6h 55m	1h 10m	0,00	3,20	3,70	3,80	4,00	4,60	4,60	4,70
	7,00	60/40	31,6	5h 50m	7h 35m	1h 45m	0,50	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00

*BAJO AGUA / IN WATER

los valores se encuentran dentro de lo especificado al respecto por las normas ASTM C 191-82 (14), EN 196-3 (15) y ASTM C 845-80 (16), menos las probetas de los CT P-1/M 70/30 y 60/40, que proporcionaron unos valores de ΔL_{7d} del 0,141% y 0,148%, respectivamente, es decir, > 0,10% (16). Por

This Table shows that all values are within ASTM standards C 191-82 (14), EN 196-3 (15) and ASTM C 845-80 (16), unless specimens of TC P-1/M 70/30 and 60/40 which gave values of ΔL_{7d} of 0.141% and 0.148%, respectively, which means > 0.10% (16); reason why those two TCs cannot be considered

esta razón, ambos CT no pudieron ser considerados expansivos (16), el resto, en cambio, sí. A pesar de lo cual, en todos ellos, la cantidad de yeso aportada como agresivo (= 15,05% = 7,0% SO₃), no actuó como tal agresivo, sino como regulador de fraguado. Por esta razón todos estos cementos ternarios, CT, están de acuerdo con la propuesta de Matousek y Sauman (5).

En definitiva, cuando el contenido de yeso de los CT (15,05%) fue el adecuado, la acción del mismo sobre el metacaolín no pudo calificarse de nociva, siendo, por tanto, intrascendente, que no equivalente, el tipo de cemento portland que lo acompañaba.

Por el contrario, cuando dicha cantidad de yeso se triplicó, entonces resultó muy nociva y, por tanto, inadecuada. De aquí que las probetas de hormigón picado de ϕ 7,5x15 cm, de los CT P-1/M y PY-6/M, se hubieran auto-destruido por ataque del yeso, 1,5 años antes (Fotos 1-6).

Y ambos comportamientos diferentes del metacaolín ante el ataque del yeso, positivo en el primer caso y negativo en el segundo, han sido debidos a la Acción Sinérgica Expansiva, ASE (1), que se ha originado a tiempo y destiempo, respectivamente, entre: la ettringita de rápida formación (25) o de origen alúmina reactiva, Al₂O₃^r, o alúmina tetra o penta-coordinada (26), de la puzolana M, en este caso, y la ettringita de lenta formación (25) o de origen C₃A del cemento portland -el P-1 principalmente, en este caso-, que le acompañaba (1) (21).



Foto 1.- Probetas de ϕ 7,5x15 cm de hormigón picado y de árido calizo, de los cementos portland, CP, P-1 (14,11% C₃A) y PY-6 (0,00% C₃A). El contenido inicial de yeso de ambos CP fue del 45,16%. Edad: 180 días. El CP P-31 (7,63% C₃A), no se ha incluido en esta investigación.

Photo 1.- Specimens (ϕ 7.5x15 cm) of rodded concrete and limestone aggregates that were manufactured with the OPC, P-1 (14,11% C₃A) and PY-6 (0.00% C₃A). Initial gypsum content for both OPC 45,16%. Age: 180 days. The OPC P-31 was not take into account for this research.

expansive (16), while the rest already is. However, in all of them, the amount of the gypsum added as aggressive (= 15.05% = 7.0% SO₃) did not acted as aggressive but as setting regulator or setting control, reason why all these CT are in agreement with Matousek and Sauman's proposal (5).

In short, when gypsum content in TC was appropriate (15.05%), its effect on metakaolin could not be considered harmful, being indifferent the kind of portland cement used.

On the other hand, when the gypsum amount was tripled, it appeared to be very noxious, therefore inadequate, which explains why specimens of rodded concrete of ϕ 7.5 x 15 cm of the TC P-1/M and PY-6/M were self-destroyed after gypsum attack one year and a half, earlier. Photos 1-6.

Both metakaolin behaviours were different when facing the gypsum attack: positive in the first case, negative in the second, due to the Synergic Expansive Action, SEA (1) which appeared in-time and off-time, respectively, between: quick formation ettringite (25), or of reactive alumina origin Al₂O₃^r, or tetra, or penta-coordinated alumina (26), of pozzolan M in this case, and slow formation ettringite (25) or from the C₃A of portland cement, mainly P-1 in this case, which was involved in it (1) (21).



Foto 2.- Probetas de ϕ 7,5x15 cm de hormigón picado y de árido calizo, de la familia de los cementos ternarios, CT, P-1/M. El contenido inicial de yeso de ambos CT fue del 45,16%. Edad: 180 días. Obsérvese que las probetas 70/30 y 60/40, ya han sido destruidas por ataque selenitoso.

Photo 2.- Specimens (ϕ 7.5x15 cm) of rodded concrete and limestone aggregates of the ternary cements families, P-1/M. Initial gypsum content for each ternary cement was 45.16%. Age: 180 days. See that 70/30 and 60/40 specimens, have been cracked due to gypsum attack.

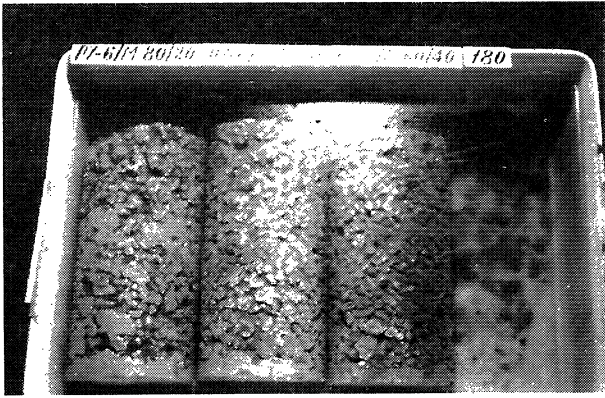


Foto 3.- Idem Foto 2, sólo que la familia de los cementos ternarios, PY-6/M, no ha comenzado a sufrir aún los efectos del ataque selenitoso. Edad: 180 días.

Photo 3.- Same as Photo 2, but PY-6/M specimens have not started to suffer the effects of gypsum attack. Age: 180 days.

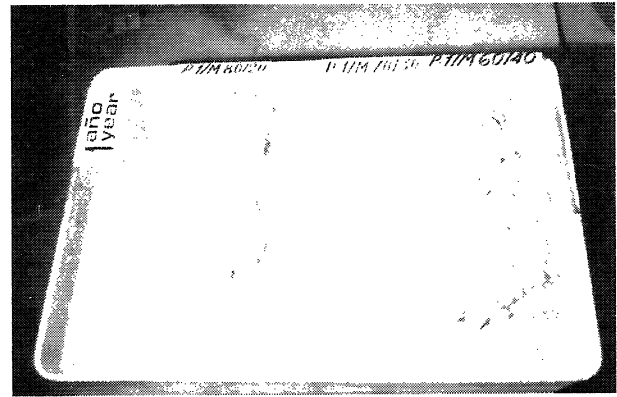


Foto 4.- Idem Foto 2, sólo que los malos efectos del ataque selenitoso han llegado a su fin. Edad: 1 año.

Photo 4.- Same as Photo 2, but all damage due to gypsum attack have already taken place. Age: 180 days.

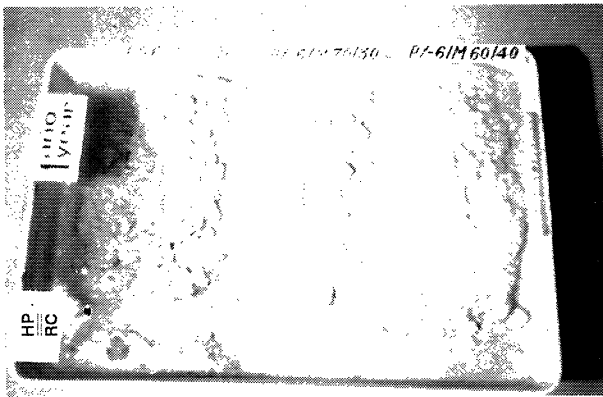


Foto 5.- Idem Foto 3, sólo que los malos efectos del ataque selenitoso, propiciado en esta ocasión, casi en exclusiva, por el metacaolín M, han llegado a su fin. Edad: 1 año.

Photo 5.- Same as Photo 3, but all damage due to gypsum attack which in this case was mainly originated by M metakaolin, have already taken place. Age: 1 year.

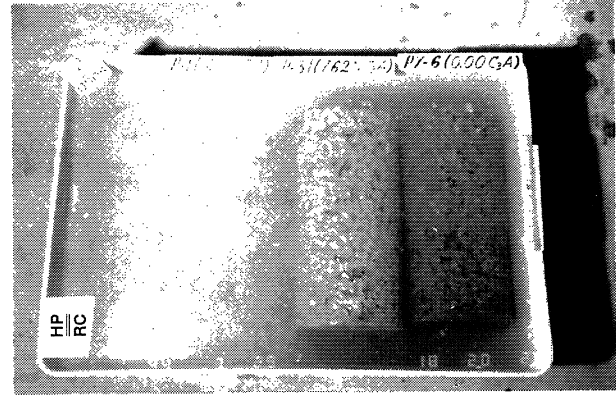


Foto 6.- Idem Foto 1, sólo que los malos efectos del ataque selenitoso, propiciado en esta ocasión, casi en exclusiva, por el cemento portland P-1 (14,11% C₃A), han llegado a su fin. Edad: 2 años.

Photo 6.- Same as Photo 1, but all damage due to gypsum attack which in this case was mainly originated by OPC P-1 (14.11% C₃A), have already taken place. Age: 2 years.

Por último y en base a que la consustancial expansividad de la ettringita, de cualquier origen y etiología, lleva aparejada además, paralelamente y, en cualquier caso, con su formación, un proceso colmatador de huecos, se ha de destacar el buen comportamiento mostrado por los hormigones preparados con los CT que contenían 7,0% SO₃, en el ensayo de EU. Ya que, y por tal motivo, deberían de haber dado por resultado en dicho ensayo de EU, semejante proporcionalidad a la mostrada por el parámetro ΔL con la adición de metacaolín, como así ha ocurrido en esta investigación.

Finally, on the basis that the inherent expansibility of ettringite -whatever its origin and etiology could be- bears in its formation a stuffing process of hollows, the attention must be drawn on the good behaviour shown by concretes prepared with TCs containing 7.0% SO₃ in UE test, since for that reason, they should have given as result, a similar proportionment to the one shown in parameter ΔL , with addition of metakaolin, as happened all through this investigation.

6. CONCLUSIONES

1ª. De acuerdo con los resultados experimentales obtenidos y la propuesta de R. Talero (1) (20), el metacaolín utilizado en este trabajo pudo ser calificado como puzolana "aluminica". Este tipo de puzolanas, ya fueren naturales o artificiales:

(a) Facilitan el ataque del yeso a los cementos portland con los que se mezclaren, acortando notablemente su durabilidad, aun cuando dichos cementos portland sean de elevada resistencia al citado medio agresivo y, sobre todo, si los mismos son utilizados y puestos en obra cual si de cementos portland puros se tratasen, y

(b) Dosificadas adecuadamente con yeso -mediante el método ASTM C 452-68, adaptado de acuerdo con la propuesta de R. Talero (1) (22) (determinación del "óptimo" de SO_3 de un CT semejante)-, aun sin dosificar, elevan las resistencias mecánicas a compresión, principalmente, de los cementos portland y, sobre todo, a edades iniciales, y más aún, si sus productos derivados, hormigones, morteros y pastas, se curan con agua el tiempo necesario y a ser posible, aun estando en su encofrado (1).

2ª. El 15,05% de yeso que se le añadió a cada cemento portland con metacaolín ensayado según el método ASTM C 452-68, no actuó como agresivo, sino como "regulador de fraguado" (esta cantidad de yeso puede que sea menor que la "óptima" para dicho fin, determinada mediante el citado método de ensayo ASTM C 452-68, adaptado por R. Talero (1) (22)).

- En cambio, cuando dicha cantidad de yeso se triplicó, entonces se comportó como agresivo.

- Por consiguiente, en el primer caso, la cantidad de yeso añadida (15,05%), se pudo definir como adecuada, (que no "óptima"(23)). En el segundo (45,16%), no.

3ª. Según la norma ASTM C 845-80, todos los CT ensayados en este trabajo podrían ser considerados, en principio, como cementos expansivos menos el P-1/M 70/30 y 60/40, puesto que sus valores de ΔL_{7d} (%) respectivos, fueron menores que 0,10%.

4ª. Los cementos ternarios, CT, ensayados en este trabajo podrían ser también cementos sin retracción si su cantidad óptima de SO_3 hubiese sido $< 7,0\%$, pero determinada, en cualquier caso, para este otro fin, mediante el método ASTM C 452-68, adaptado por R. Talero (1) (22).

5ª. La energía de ultrasonido ha demostrado su utilidad para poder caracterizar este tipo de hormigones

6. CONCLUSIONS

1ª In accordance with experimental results and R. Talero's proposal (1) (20), the metakaolin used in this work could be classified as "aluminous" or "aluminic" pozzolan. This kind of pozzolans, either natural or artificial,

(a) Make easier the gypsum attack in any portland cement blended with it, decreasing their durability even in those with high sulfate resistant, and, mainly, if utilized and treated as if they were plain portland cements;

(b) With the proper gypsum dosage -by ASTM C 452-68 and adapted according to Talero's proposal (1) (22) (determination of the "optimum" SO_3 of a similar TC)-, and even without excess of gypsum, they mainly reinforce the CS of portland cements, specially at early ages; and still more, if derivative products -concretes, mortars and pastes- are cured for a long enough time, and if possible, still being inside the formwork (1).

2ª. The 15.05 % gypsum added to each portland cement with metakaolin, tested according to ASTM C 452-68 method, did not acted as aggressive but as "setting regulator" or "setting control" (this amount of gypsum could be considered scarcely lower than the "optimum" for such a goal), determined using the ASTM 452-68 method adapted by R. Talero (1) (22).

- However when this gypsum amount was tripled, it behaved as aggressive.

- Therefore, in the first case, the amount of gypsum added (15.05%) is considered adequate (not "optimum"(23)). In the second case with addition of 45.16%, it was not.

3ª. According to standard ASTM C 845-80, all TCs tested in this work could be considered expansive cements, unless P-1/M 70/30, and 60/40, since their respective ΔL_{7d} (%) was smaller than 0,10%.

4ª. In this work TCs tested could have also been cements without retraction if their optimum amount of SO_3 had been $< 7,0\%$, but determined in any case for this purpose, with method ASTM C 452-68 adapted by R. Talero (1) (22).

5ª. Ultrasound energy, UE, has revealed its usefulness in characterizing this kind of special

especiales y la puzolana artificial que los constituye:
metacaolín.

*concretes and its constituent: this artificial pozzolan
named metakaolin.*

BIBLIOGRAFÍA

- (1) R.TALERO: Doctorate Thesis, Complutense University of Madrid, Ftad.C. Químicas, 20 nov. 1986.
- (2) ASTM C 452-68 Standard.
- (3) W.EITEL: Journal:Am.Concr.Inst. 28 (7), 679-98 (1957).
- (4) N.FRATTINI: Ann.Chim.Applicata, 39, 616-20 (1949).
- (5) M.MATUSEK and Z.SAUMAN: Cem.Concr.Res., Vol.4, Nº.1 ,pp. 113-22, january.
- (6) A.ARAIBIA, M.CHABANET, J.L.BOSC et J.PERA: 2nd.CANMET/ACI International Conference on Durability of Concrete. Supplementary Papers, pp.385-406, Montreal, Canada, 1991.
- (7) M.MURAT: Cem.Concr.Res., Vol.4,Nº.4, pp.113 (1974).
- (8) M.MURAT and C.COMEL: Cem.Concr.Res., Vol.13, Nº.2, pp. 259- 66, march.1983.
- (9) M.MURAT: Cem.Concr.Res., Vol. 13, Nº.4, pp. 511-18, sept.1983.
- (10) P.K.MEHTA: Cem.Concr.Res., Vol.4, Nº.4, pp. 113 (1974).
- (11) P.K.MEHTA: Cem.Concr.Res., Vol.4, Nº.4, pp. 683-84 (1974).
- (12) S.CHATTERJI: Cem.Concr.Res., Vol.4, Nº.4. pp. 687-88 (1974).
- (13) M.MATOUSEK and Z.SAUMAN: Cem.Concr.Res., Vol.4, Nº.4, pp. 687-88 (1974).
- (14) Pliego de Recepción de Cementos RC-75(BOE núm. 206 de 28-08-75).
- (15) ASTM C 191-82 Standard.
- (16) EN 196-3 Standard = UNE 80-102-88 Standard: Time of Setting and Stability in Volume (Le Chatelier Neddles´s method).
- (17) ASTM C 845-80 Standard.
- (18) ASTM C 187-86 Standard.
- (19) ASTM C 563-84 Standard.
- (20) R.TALERO: Journal of Materials in Civil Engineering, Vol.2, Nº.2, may 1990.
- (21) R.TALERO: ACAA. 10th. Intern.Coal Ash Symposium, Orlando-Florida-USA, january 1993.
- (22) R.TALERO: Ciclo de Conferencias sobre "Las Puzolanas Naturales, Cenizas Volantes y Similares en la Construcción, Cemento y Hormigón". EOI de Madrid; 9-11 de febrero de 1988.
- (23) R.TALERO: Ciclo de Conferencias sobre "Las Puzolanas naturales, Cenizas Volantes y similares en la Construcción, cemento y hormigón". EOI de Madrid; 9-11 de febrero de 1988.
- (24) M-R.BOLLATI: 6th. Intern.Symp. on Concrete Roads, pp. 83-92, Madrid, 8-10 oct. 1990.
- (25) R.TALERO: C.C.R., Vol.26, Nº.8, pp.1277-1283, 1996.
- (26) J.SANZ, A.MADANI, J.M.SERRATOSA, J.S.MOYA y S.AZA: J.Am.Ceram.Soc. 71, [10], C-418-C-421 (1988).

* * *