

# Carbonatación de morteros de cemento aluminoso en diversas condiciones de alcalinidad

## *Carbonation of mortars of aluminous cement under various alkaline conditions*

ANDRÉS YAGÜE VIAÑA  
Prof. Tit. de la Secc. de Mat; Dpt. Ing. de la Const. UPC.  
ENRIC VÁZQUEZ RAMONICH  
Catedrático de Mat. de Const; Dpt. Ing. de la Const. UPC

Fecha de recepción: 24-IV-95

ESPAÑA

### RESUMEN

Se ha intentado reproducir, de forma acelerada en el laboratorio, las transformaciones de la llamada hidrólisis alcalina. Para ello se han fabricado morteros de cemento aluminoso, una parte de los cuales se ha sometido a tratamiento térmico. Posteriormente se han carbonatado en diversas condiciones de alcalinidad. Las diferentes condiciones de carbonatación producen especies cristalinas diferentes y además se detectan importantes pérdidas de resistencia y aumentos de porosidad que son muy elevados en los morteros que tienen tratamiento térmico y contacto con un medio fuertemente alcalino.

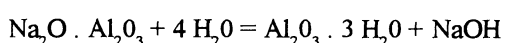
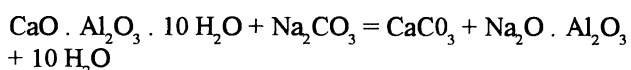
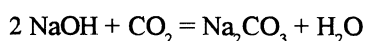
### SUMMARY

The aim was to reproduce, in an accelerated way in the laboratory, the transformations of what is known as alkaline hydrolysis and observe the results on the properties of the system. To do this, mortars of aluminous cement were made up, a part of which underwent thermic treatment. They were then carbonated under various alkaline conditions. The different carbonation conditions produce different crystalline forms. Significant losses in resistance are also detected as well as increases in porosity, especially high in the mortars which undergo thermic treatment and are in contact with a strong alkaline medium.

### 1.- OBJETIVOS DE LA INVESTIGACIÓN

Se llama hidrólisis alcalina a las transformaciones que se producen en el cemento aluminoso hidratado cuando se carbonata en presencia de álcalis.

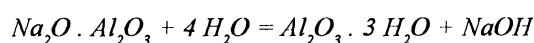
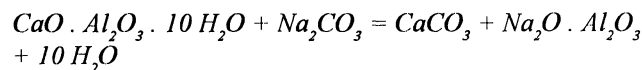
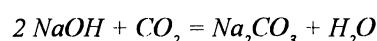
Varizat (1), en ensayos de Lafarge Coppée, propone describir las reacciones químicas que se producen como:



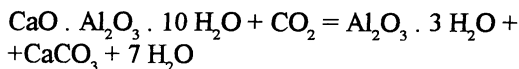
### 1.- AIMS OF THE RESEARCH

Alkaline hydrolysis is the name given to the transformations which are produced in hydrated aluminous cement when it is carbonated in the presence of alkalis.

Varizat (1), in some tests by Lafarge Coppée, proposed the following description of the chemical reactions produced:



Sintetizando podríamos escribir:



El  $\text{CaCO}_3$  formado se puede presentar en diferentes estructuras cristalográficas: calcita, vaterita y aragonito.

El  $\text{Al}(\text{OH})_3$  también se puede presentar como: gibbsita, bayerita y nordstrandita.

Rengade (2) afirma que las condiciones ideales para la reacción son: un hormigón poroso, en contacto con álcalis y humedades elevadas.

Otro aspecto importante puede ser el grado de conversión de los aluminatos hexagonales en cúbicos. Montgomery (3) afirma que después de 5 días a 38 °C esta transformación es total.

Trabajando con estas premisas hemos sometido a diversas series de probetas de mortero de cemento aluminoso a tratamiento térmico y a diferentes condiciones de carbonatación.

## 2.- PROCEDIMIENTO

Fabricamos unos morteros estándar con arena silicica en los que la relación a/c era de 0,8, en vez de la habitual 0,5. Con ello conseguimos morteros con una porosidad superior al 20%. El cemento aluminoso es el producido normalmente en España.

Fabricamos series de tres morteros de estas características, curados una semana en la cámara húmeda.

De estos morteros, una parte se calentaron durante una semana a 40 °C, para conseguir la transformación de los hidratos hexagonales en cúbicos, mientras que el resto continuaron el curado en la cámara.

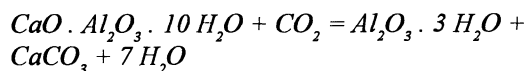
A partir de esta segunda semana empezamos las carbonataciones que se realizaron en cinco condiciones diferentes:

A) Series de referencia sin tratamiento térmico, carbonatación atmosférica.

B) Series sin tratamiento térmico, carbonatación atmosférica, en contacto con agua de la red.

C) Series sin tratamiento térmico, carbonatación atmosférica, en contacto con una disolución 0,5 M de

*Summing up we could write:*



*CaCO<sub>3</sub> formed may be present in different crystallographic structures: calcite, vaterite and aragonite.*

*Al(OH)<sub>3</sub> may also be present as gibbsite, bayerite and nordstrandite.*

*Rengade (2) affirms that the ideal conditions for the reaction are: a porous concrete in contact with alkalis and high levels of dampness.*

*Another important aspect could be the level of aluminate conversion from hexagonal to cubic forms. Montgomery (3) affirms that after 5 days at 38 °C this transformation is complete.*

*Working with these premises we submitted a series of specimen mortars of aluminous cement to thermic treatment and different carbonation conditions.*

## 2.- PROCEDURE

*We made up some standard mortars with silica sand in which the relation a/c was 0,8 instead of the usual 0,5. In this way we obtained mortars with a porosity of over 20%. The cement was the normal aluminous cement produced in Spain.*

*We made up series of three mortars with these characteristics, cured for a week in a damp chamber.*

*Of these mortars, one part was heated for a week at 40 °C in order to transform the hexagonal hydrates into cubic forms, while the rest continued to be cured in the chamber.*

*After this second week we began carbonation, which we carried out under five different conditions:*

*A) Reference series without thermic treatment, atmospheric carbonation.*

*B) Series without thermic treatment, atmospheric carbonation, in contact with water.*

*C) Series without thermic treatment, atmospheric carbonation, in contact with a solution of 0,5 M of*

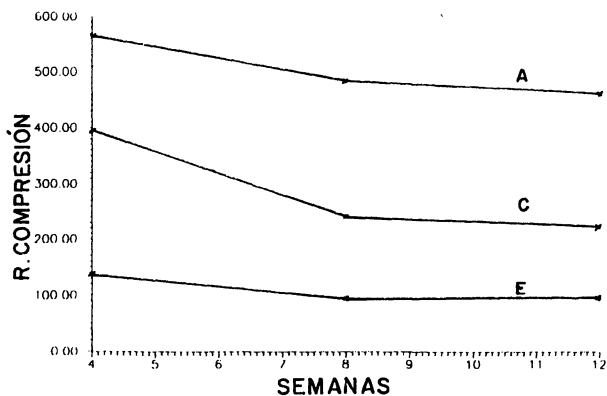
hidróxido de sodio (20 g de NaOH /litro de agua de la red).

D) Series con tratamiento térmico, carbonatación atmosférica, en contacto con agua de la red.

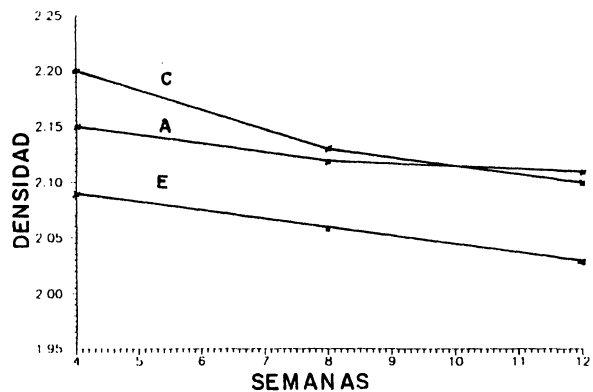
E) Series con tratamiento térmico, carbonatación atmosférica, en contacto con una disolución 0,5 M de hidróxido de sodio.

Después de 4, 8 y 12 semanas de carbonatación, ensayamos a flexotracción las tres probetas de cada serie. de las seis mitades, cinco se ensayaron a compresión y de la sexta mitad se determinó su densidad y porosidad (el valor no tendrá una gran fiabilidad estadística, pero era interesante disponer de él para relacionarlo con la resistencia a compresión).

Uno de los fragmentos del ensayo de compresión se utilizó con el fin de extraer muestra para su estudio por DRX. De este fragmento, con un percutor extrajimos muestra de la cara superficial de la probeta, la cual había estado siempre en contacto con el aire, que identificaremos con la letra S (superficie), y otra del centro de la probeta, que identificaremos con la letra I (interior), realizando su estudio por DRX.



Gráfica 1.- Resistencia a la compresión respecto al número de semanas de carbonatación.



Gráfica 3.- Densidad respecto al número de semanas de carbonatación.

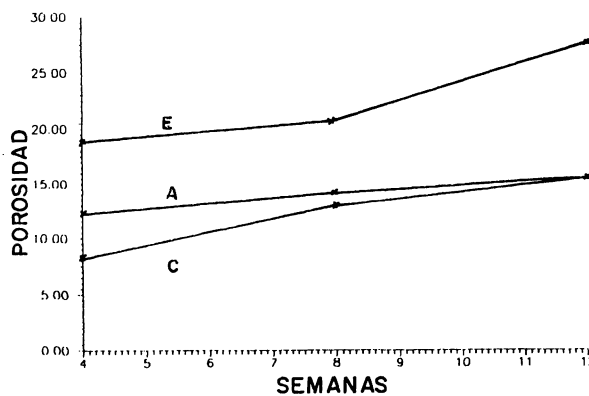
sodium hydroxide (20 g of NaOH/litre of water).

D) Series with thermic treatment, atmospheric carbonation, in contact with water.

E) Series with thermic treatment, atmospheric carbonation, in contact with a solution of 0,5 M of sodium hydroxide.

After 4, 8 and 12 weeks of carbonation we tested the three specimens from each series for flexural strength. Of the six halves, five were tested under compression and the density and porosity of the sixth was determined (this value will not be statistically reliable, but of interest when related to resistance under compression).

Samples to be studied by DRX were extracted from one of the fragments of the compression test. Using an extractor we removed one sample from the surface, which had been in continuous contact with the air, and another from the centre of the specimen fragment. The former we identified with the letter S (Surface) and the letter I (Interior). We then studied them by DRX.



Gráfica 2.- Porosidad respecto al número de semanas de carbonatación.

A: Probetas de referencia. Sin tratamiento térmico. Carbonatación atmosférica.

C: Probetas sin tratamiento térmico. Carbonatación atmosférica en contacto con disolución de hidróxido de sodio.

E: Probetas con tratamiento térmico. Carbonatación atmosférica en contacto con disolución de hidróxido de sodio.

### 3.- RESULTADOS

#### 3.1.- Especies presentes

##### 3.1.1.- Carbonatos

Se forma una gran cantidad de carbonato de calcio, que sólo puede proceder de la reacción, ya que hemos utilizado únicamente arena silíceas. Este carbonato de calcio se encuentra, sobre todo, en forma de calcita. Es especialmente abundante en las muestras que han tenido tratamiento térmico, carbonatación en contacto con álcalis y que correspondían a la zona superficial de la probeta.

La presencia de calcita es mínima en las probetas sin tratamiento térmico, carbonatación a la atmósfera y muestra tomada de la zona interior de la probeta.

El mismo tipo de presencia tenemos para la vaterita, con la diferencia que las cantidades de vaterita son mucho menores que las de calcita.

No se aprecia presencia significativa de aragonito.

### 3.- RESULTS

#### 3.1.- Forms Present

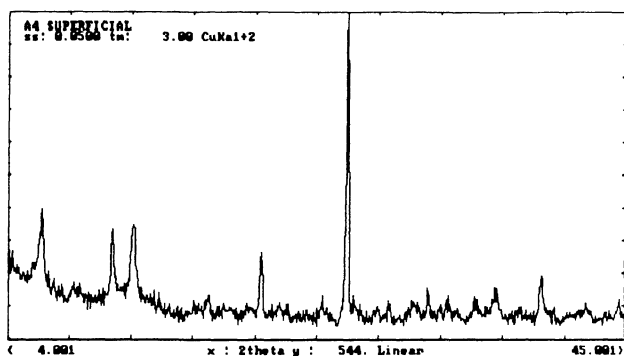
##### 3.1.1.- Carbonates

A large quantity of calcium carbonate was formed which could only come from the reaction, since we used siliceous sand. This calcium carbonate is to be found above all in the form of calcite. It is especially abundant in the samples that underwent thermic treatment, carbonation in contact with alkalis and those which corresponded to the surface zone of the specimen.

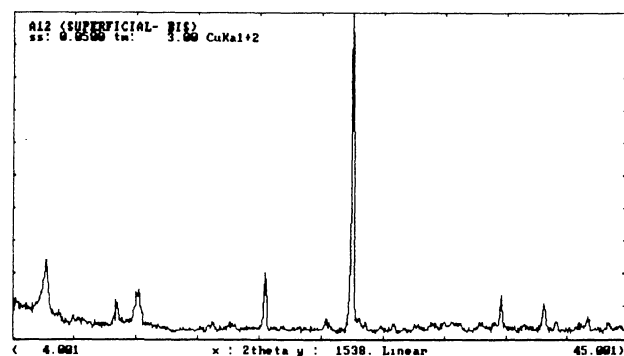
The presence of calcite is minimal in specimens without thermic treatment, atmospheric carbonation and samples from the interior zone of the specimen.

We have the same kind of presence for vaterite with the difference that the quantities of vaterite are much less than those of calcite.

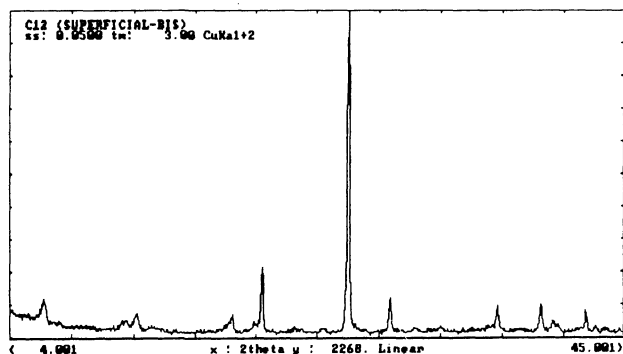
No significant presence of aragonite was detected.



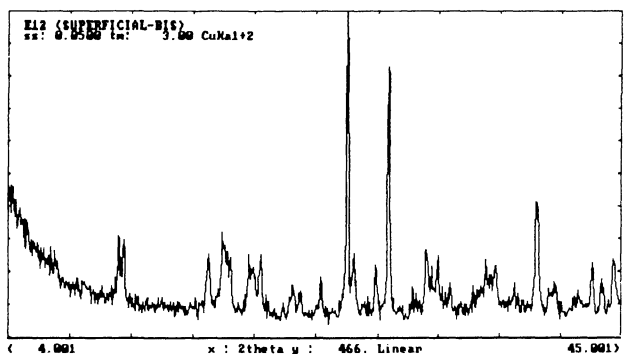
Difractograma 1.- A: Probetas de referencia. Sin tratamiento térmico. 4 semanas de carbonatación atmosférica. Zona superficial.



Difractograma 2.- A: Probetas de referencia. Sin tratamiento térmico. 12 semanas de carbonatación atmosférica. Zona superficial.



Difractograma 3.- C: Probetas sin tratamiento térmico. 12 semanas de carbonatación atmosférica en contacto con disolución de hidróxido de sodio. Zona superficial.

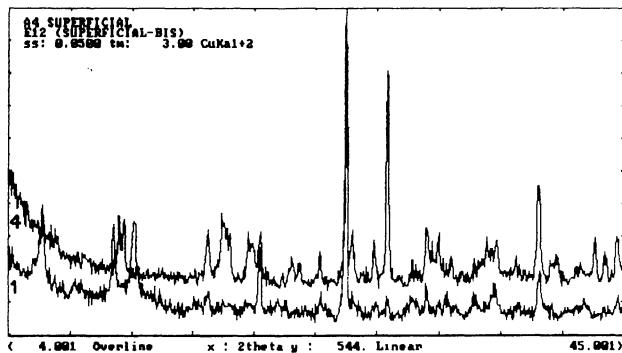


Difractograma 4.- E: Probetas con tratamiento térmico. 12 semanas de carbonatación atmosférica en contacto con disolución de hidróxido de sodio. Zona superficial.

En algunas muestras hay carboaluminatos de fórmula  $3 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaCO}_3 \cdot 11 \text{H}_2\text{O}$  y aparece un pico no identificado que tiene un espaciado cercano a éste, que creemos corresponde a otro carboaluminato.

### 3.1.2.- Hidróxido de aluminio

Los espaciados de las tres formas cristalinas habituales del hidróxido de aluminio son muy cercanos y en muchas de las muestras, más que individualizar los picos observamos una meseta. En las muestras carbonatadas 4 semanas, la presencia de formas cristalinas es muy pequeña o nula. En las muestras carbonatadas a 8 y 12 semanas, se observa una importante presencia de hidróxido de aluminio en sus tres formas y parece que en los casos en que no hay tratamiento térmico de la muestra, la forma mayoritaria es la bayerita, mientras que cuando hay tratamiento térmico parece que predomina la gibbsita.

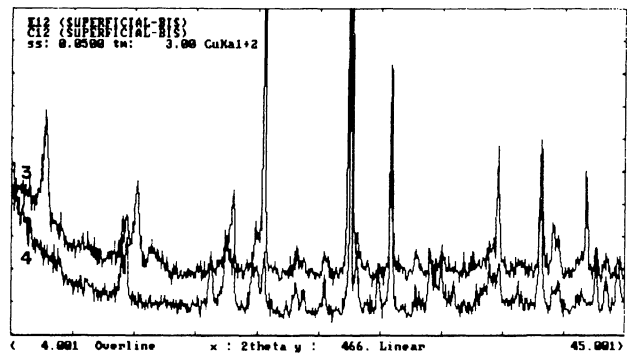


Diffractograma 5.- Superposición de los difractogramas anteriores, números 1 y 4

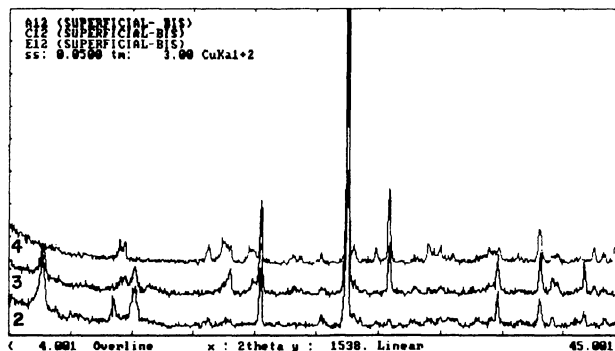
In some samples there are carbo-aluminates of the formula  $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaCO}_3 \cdot 11 \text{H}_2\text{O}$  and an unidentified peak appears which has a similar structure to this, which we believe corresponds to another carbo-aluminate.

### 3.1.2.- Aluminium Hydroxide

The inter-atomic lengths of the three usual forms of crystalline hydroxide are very close and in many of the samples, rather than appear as individual peaks, form a flat lines. In the 4 week carbonate samples the presence of crystalline forms is very small or nonexistent. In the samples carbonated at 8 and 12 weeks, a significant presence of aluminium hydroxide is observed in its three forms. It appears that in the cases in which there is no thermic treatment of the sample, the most common form is bayerite, while when there is thermic treatment it seems the gibbsite predominates.



Diffractograma 6.- Superposición de los difractogramas anteriores, números 3 y 4.



Diffractograma 7.- Superposición de los difractogramas anteriores, números 2, 3 y 4.

### 3.2.- Resistencia mecánica a compresión, porosidad y densidad

Incluso las probetas que no tienen ningún tratamiento, disminuyen su resistencia con el tiempo.

### 3.2.- Mechanical Resistance to Compression, Porosity and Density

Even the specimens which do not have any treatment lose their resistance with time.

Las probetas con tratamiento térmico, tienen menores resistencias que sus homólogas sin tratamiento.

Las probetas que están en contacto con la disolución alcalina, tienen menores resistencias que sus homólogas que están en contacto con agua.

Los datos de porosidad y densidad confirman los resultados de los ensayos de compresión y en consecuencia: la porosidad es máxima para las probetas con tratamiento térmico y contacto con álcalis, siendo la densidad mínima en estos casos.

*The specimens with thermic treatment have less resistance than those without treatment.*

*The specimens which are in contact with alkaline solution have less resistance than those which are in contact with water.*

*The porosity and density data confirms the results of the compression tests and as a result: porosity is maximum for the specimens with thermic treatment in contact with alkalis, and the density is minimum in these cases.*

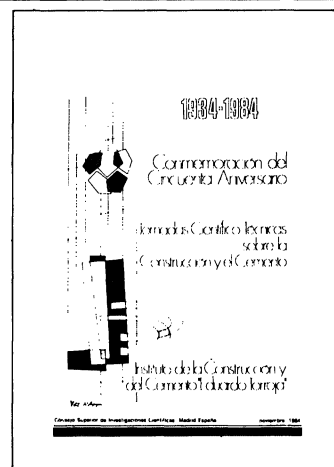
## BIBLIOGRAFÍA

-VARIZAT, A. *Essais d'hydrolyse alcalines sur mortier de ciment alumineux*. Document de Lafarge Coppée. 1978. Viviers (France).

-RENGADE, E. et al. *Recherches sur les causas de certains phénomènes d'altération des bétons de ciment alumineux*. Rev. de Mat. de Const. et T.P. 1936. París.

-MONTGOMERY, R. *Estimation of Water-Cement Ratio by Analysis*. Carta al Dr. C.M. George. 1975.

\* \* \*



**Jornadas Científico-Técnicas sobre la Construcción y el Cemento**

En un deseo de informar eficazmente sobre la situación actual en el campo de la Construcción y del Cemento, los investigadores y técnicos agruparon sus exposiciones en los siguientes tres grandes temas: Materiales de Construcción, Tecnología de la Construcción, y Normativa-Calidad-Cooperación. Se consiguió de esta manera presentar una panorámica real de la Investigación y Desarrollo en la materia.

Consideramos que el libro es de interés para cuantos siguen la evolución de la Construcción en general y que en muchos casos encontrarán estudios, en profundidad, de temas y problemas puntuales.

Esta obra se publicó con motivo de la celebración de las Bodas de Oro del Instituto Eduardo Torroja - Noviembre 1984 y en sus 283 páginas se recogen, de forma cronológica, las 35 intervenciones, conferencias y comunicaciones de los numerosos especialistas —nacionales y extranjeros— que tomaron parte.