

IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO PARA DETERMINAR LA CONTRACCIÓN AUTÓGENA DE PASTAS DE CEMENTO A PARTIR DE LA RETRACCIÓN LINEAL EN TUBOS SELLADOS

Benítez, Graciela Alejandra^{*1}; Graneros, Gustavo^{*2}; Soto, Santiago^{*2};
Polzinetti, Matías^{**3}; Curria, María^{**4}

* Unidad Técnica Tecnología del Hormigón, Centro de Construcciones, Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI), Av. General Paz 5445, Buenos Aires, Argentina.

** División Tecnología del Hormigón, Departamento Técnico, Instituto del Cemento Portland Argentino (ICPA), San Martín 1137, Ciudad Autónoma de Buenos Aires, Argentina.

Palabras clave: contracción autógena, cemento, método de ensayo, retracción lineal.

RESUMEN

A edades tempranas, las mezclas cementíceas desarrollan un fenómeno denominado contracción autógena, por el cual experimentan una reducción relativa de su volumen por el desarrollo de las reacciones de hidratación y autodesecación. La restricción a estos cambios volumétricos induce la aparición de tensiones internas que pueden devenir en fisuración del material si su resistencia a la tracción es superada. Por tal motivo, sería de gran utilidad contar con un método de ensayo preciso, repetible y de adecuada reproducibilidad que permita profundizar el estudio de este fenómeno en forma cuantitativa. El presente trabajo describe la adaptación a nivel local del método de ensayo de la norma estadounidense ASTM C1698-09 (1), para la medición en laboratorio de la contracción autógena de pastas de cemento. Se describe la implementación de este procedimiento, con un conjunto de sugerencias y comentarios que podrían ser de utilidad para el desarrollo exitoso del ensayo por parte de otros laboratorios.

INTRODUCCIÓN

La contracción autógena se define como la reducción volumétrica aparente externa que experimenta un sistema cementíceo, como consecuencia de la combinación de dos fenómenos, a saber: la contracción química de la pasta y los fenómenos de autodesecación (2).

La primera corresponde a la reducción interna de volumen absoluto de sólidos y líquidos (2) que se origina debido a que los compuestos hidratados (gel) de la pasta ocupan un volumen menor que sus precursores (agua y cemento anhidro). Su magnitud es incremental en el tiempo, y es función del grado de hidratación logrado, entre otros

¹ Coordinadora Unidad Técnica Tecnología del Hormigón, INTI Construcciones.

² Técnicos laboratoristas Unidad Técnica Tecnología del Hormigón, INTI Construcciones

³ Coordinador División Tecnología del Hormigón, Departamento Técnico, Instituto del Cemento Portland Argentino

⁴ Asistente técnica en la División Tecnología del Hormigón, Departamento Técnico, Instituto del Cemento Portland Argentino

factores. Cuando la pasta alcanza su fraguado, el sistema se rigidiza, de manera que la mayor parte de la contracción remanente en el sistema es química, mientras que la deformación externa (contracción autógena) es mínima y menor que la citada contracción química en curso. Luego del fragüe, esta última continúa en evolución, compensándose externamente la reducción interna de volumen con la formación de poros dentro del sistema (2).

La autodesecación de la pasta cementícea ocurre con posterioridad a su fraguado, y proviene del consumo de agua interna para la continuidad de las reacciones de hidratación del cemento. Este fenómeno es de mayor magnitud cuando la relación agua/cemento es menor, y es particularmente destacable cuando es inferior a 0,40. Asimismo, también lo es con materiales cementíceos de mayor finura, o bien con contenidos de las fases aluminato en el clinker mayores, y con temperaturas de exposición más elevadas (2).

En la actualidad, se dispone de distintas alternativas para determinar la contracción autógena en pastas de cemento, las que suelen agruparse en los métodos de la membrana (3), y los de medición de la contracción lineal de probetas esbeltas. En ambos casos, el material se aísla del medio externo a fin de evitar la transferencia de materia, particularmente humedad, y con ello de otras fuentes de reducción de volumen que puede experimentar la pasta cementícea.

La principal técnica empleada para la medición de cambio de volumen es la denominada “de la membrana” o “de flotación” (3). A pesar que resulta de sencilla implementación, presenta como desventaja que el proceso de ósmosis que ocurre a través de la membrana puede afectar los resultados de ensayo, en función al tipo de membrana que se utilice, el líquido de flotación y la temperatura de ensayo (4).

Alternativamente, el cambio de longitud puede medirse utilizando el método modificado de la norma ASTM C157 (5), a través del empleo de probetas esbeltas completamente selladas. Por sus características, este método tiene una aplicación acotada, dado que no permite establecer medidas a edades anteriores a las 24 h de edad. Otros métodos disponibles son el uso de un marco de deformación libre, el aparato de Schleibinger, el método del molde cilíndrico no corrugado y el método de la cuerda vibrante (4).

La norma ASTM C1698(1) presenta otra forma medir la contracción autógena en morteros y pastas de cemento. A tal efecto, se conforman probetas esbeltas con pastas de cemento en tubos plásticos corrugados y flexibles, herméticamente sellados, que se colocan en forma horizontal en un banco de medición (dilatómetro) provisto de un extensómetro. Este método resuelve, en gran medida, los inconvenientes mencionados para otros métodos de ensayo.

En Argentina aún no se cuenta con un método de ensayo normalizado para la medición de la contracción autógena, y ha sido uno de los objetivos de este proyecto implementar localmente su realización, a los fines de estudiar sus ventajas, particularidades, y eventuales mejoras en su aplicación.

METODOLOGÍA

Características del método de referencia de ASTM C1698 (1)

De acuerdo con la norma ASTM C1698 (1), los moldes a emplear en este ensayo consisten en tubos flexibles de polietileno de baja densidad, traslúcidos, de (420 ± 5) mm

de longitud y superficie corrugada de forma “triangular”, con corrugaciones cada $(5,8 \pm 2)$ mm. Ambos extremos de cada probeta son sellados con tapones de plásticos rígidos, ajustados a presión en sus extremos: uno colocado antes del llenado, y el otro una vez finalizado.

Para su moldeo, cada probeta se coloca dentro de un soporte constituido por un tubo cilíndrico y una base de apoyo, que permite controlar el correcto llenado sin oquedades, y mantiene a la probeta en posición vertical y sin deformarse. La compactación de la pasta puede realizarse en una única etapa, con vibración continua en el caso de pastas de alta fluidez, mientras que para las pastas de consistencia plástica, el material se vierte en 4 capas de igual espesor, las que se compactan mediante varillado. En cambio, para pastas secas, la norma indica que se deben moldear manualmente porciones cilíndricas de pasta, para luego dejarse caer dentro del tubo flexible y ser consolidadas con la varilla de compactación. Una vez lleno el molde, se coloca el segundo tapón plástico, asegurando minimizar la cantidad de aire retenido.

También se indica que, para evitar la influencia de las variaciones de temperatura, tanto el dilatómetro como las probetas deben ser mantenidos a temperatura constante, con una tolerancia de ± 1 °C durante todo el ensayo. Las probetas deben ser almacenadas sobre una superficie lisa, de características tales que permita mantener su desarrollo rectilíneo, y que asegure una separación entre ellas de, al menos, 30 mm. Para asegurar la repetibilidad de las lecturas, la barra de referencia a utilizar para las lecturas en el dilatómetro debe ser construida en aleación de bajo coeficiente de dilatación térmica (INVAR) de hierro y níquel.

La primera lectura del largo debe realizarse una vez alcanzado el fin de fragüe de cada pasta y, luego a las edades posteriores de 1, 3, 7, 14 y 28 días. La contracción autógena (ϵ) se calcula de acuerdo con las ecuaciones (1) y (2).

$$\epsilon = \frac{R(t) - R(t_{ff})}{L(t_{ff})} \cdot 10^6 \mu\text{m/m} \quad (1)$$

$$L(t_{ff}) = R(t_{ff}) + L_{ref} - L_{tapón1} - L_{tapón2} \quad (2)$$

Donde: $R(t)$: lectura del reloj comparador en el instante “t”
 $R(t_{ff})$: lectura del reloj comparador al instante del fin de fragüe
 $L(t_{ff})$: largo total de la probeta al instante del tiempo de fin de fragüe
 L_{ref} : largo de la barra de referencia, en mm
 $L_{tapón1,2}$: largo de cada tapón, en mm

Implementación del método y propuestas de mejora

Las modificaciones propuestas sobre este método de ensayo surgieron de la necesidad de adaptarlo a los materiales de moldeo disponibles localmente, así como también a los hallazgos de su implementación, que permitieron optimizar su precisión y repetibilidad.

En primer lugar, se decidió incrementar la longitud de las probetas a moldear, a los fines de aumentar la sensibilidad en cada lectura y reducir el error relativo de cada medición. Se eligió utilizar tubos flexibles de (790 ± 10) mm de longitud, por ser esta medida la nominal comercial para tubos de igual diámetro que los requeridos, siendo superior a los 420 mm requeridos por la norma de referencia, a la vez que resulta ser aceptable para permitir la manipulación de las probetas. Por ser tubos de mayor esbeltez y con corrugaciones de tipo “cuadradas”, se observó cierta dificultad para asegurar la

ausencia de oquedades en la pasta moldeada. A consecuencia, se optó por realizarlo en capas secuenciales, con vibración continua sobre una mesa vibratoria de laboratorio (3600 rpm) y empleando una manga plástica para facilitar la introducción de la pasta en cada tubo.

Se observó que la alternativa de compactación manual por varillado, presentada por la norma de referencia (1), no resulta ser una alternativa viable, por cuanto en el caso de las pastas de consistencia seca, el material se adhiere a la varilla de compactación y no permite su asiento dentro del tubo. Asimismo, ocasiona que la colocación del tapón de cierre del tubo en su extremo superior resulte afectado por la presencia de restos de pasta cementícea sobre la pared interior del tubo.

Con respecto a la manipulación de las probetas, la norma de referencia (1) establece que los tubos deben mantenerse almacenados en posición horizontal rectilínea, ubicándose en cada instante de medición sobre el dispositivo dilatómetro, para ser removido y mantenido sobre la superficie original, fuera del dispositivo, hasta alcanzarse la edad de la siguiente lectura. Este movimiento de las probetas ocasiona grandes variaciones sobre las lecturas de ensayo, en particular a edades tempranas y antes del fin de fragüe, conduciendo a desviaciones estándar sobre las medidas, para un mismo operador del orden de 700 $\mu\text{m}/\text{m}$. Para mitigar esta fuente de dispersión en los resultados, las probetas se mantuvieron en posición estacionaria sobre el dilatómetro durante, al menos, las primeras 44 horas. Para posibilitar las lecturas a edades posteriores, se colocó una marca con una fibra de tinta indeleble sobre los extremos de cada probeta, indicando la posición original de lectura sobre el dilatómetro. Ello posibilita acotar la desviación estándar de lecturas por operador a 20 $\mu\text{m}/\text{m}$ para las mediciones posteriores a las primeras 44 h de edad.

Debido a la contracción volumétrica que experimentan las probetas a lo largo del ensayo, se requirió complementar el dispositivo dilatómetro original propuesto por la norma ASTM (1), con el fin de asegurar un contacto firme y fijo sobre el punto de referencia del extremo de la probeta, en el sitio opuesto al del reloj comparador. Para ello, se emplearon bandas elásticas, que permiten mantener dicho contacto a uno de los extremos de la probeta, y permitir que el cambio de largo en la probeta se muestre íntegramente como desplazamiento en la carrera del vástago del reloj comparador.

Con respecto al uso de tapones preformados, se observó que éstos pueden no conservar su posición si se los ajusta por simple acoplamiento a presión, no asegurando un sellado hermético de las probetas. Para su resolución se adhirió el primer tapón del tubo (el colocado cuando aún el tubo está vacío, sin pasta en su interior) con un pegamento universal a base de cianoacrilatos. En tanto, para la ejecución del tapón de cierre de tubo, una vez lleno con pasta, se decidió emplear una masilla bicomponente de fragüe rápido en medio húmedo, moldeable manualmente. El uso de un tapón de mayor largo y peso posibilita asegurar un íntimo contacto entre la pasta cementícea y dicho tapón, además de permitir compensar ligeras curvaturas que los tubos pueden presentar por su conformado original.

Para el moldeo del segundo tapón, se evaluaron masillas comerciales de venta libre en el mercado, de distintos tipos, a saber: plásticas adhesivas de base yeso, de base resina, resinas compuestas con iniciadores químicos y masillas epoxis de diferentes tiempos de fraguado. Entre estas opciones, se eligió una masilla epoxi bicomponente de rápido fragüe (10 min) como la alternativa más adecuada para el fin requerido, por exhibir gran estabilidad volumétrica, rápido crecimiento de resistencia y dureza a corta edad ($\text{HSD}_{10 \text{ min}} \geq 10$; $\text{HSD}_{60 \text{ min}} \geq 88$) (6)

MATERIALES Y DISPOSITIVOS

Para el desarrollo y puesta en práctica del método de ensayo, se prepararon 34 pastas cementíceas de distinta dosificación, empleando diferentes cementos y adiciones minerales, relaciones agua/cemento, y aditivos químicos reductores de agua. Todas las pastas fueron caracterizadas mediante la determinación de su extendido (IRAM 1570 (7)), el tiempo de inicio y fin de fragüe (IRAM 1619 (8)) y resistencia mecánica a distintas edades (lineamientos de la norma IRAM 1622(9)). Por cada pasta preparada, se moldearon, al menos, 2 probetas en idénticas condiciones.

En la **Figura 1** se presenta el dilatómetro empleado, desarrollado en base a la especificación de la norma ASTM C1698 (1), aunque con un espacio libre regulable de entre 790,0 y 810,0 mm. Se utilizó un reloj comparador digital de 12,7 mm de recorrido y 0,001 mm de resolución, con una incertidumbre de medida de $\pm 0,0008$ mm. La preparación de las pastas fue realizada de acuerdo con el procedimiento indicado en la norma IRAM 1612 (10) utilizándose un equipo mezclador de laboratorio, de tipo planetario, según IRAM 1622 (9).



Figura 1: Dilatómetros

Para el moldeo de cada probeta y compactación de la pasta, se empleó un soporte del tipo que se propone en la norma de referencia, compuesto por un tubo cilíndrico de acrílico transparente de 32 mm de diámetro interno, 800 mm de altura, 3 mm de espesor de pared, provisto de una base prismática del mismo material, de 90 x 90 x 50 mm.

PROCEDIMIENTO

El llenado de las probetas se realizó ubicando cada probeta en el interior del soporte cilíndrico, colocando la pasta en 4 capas de aproximadamente igual espesor, y manteniendo la probeta en posición vertical, con vibración constante sobre una mesa vibratoria, complementada con golpes ligeros de mano en la pared lateral para lograr eliminar las burbujas retenidas en las secciones corrugadas. Al concluir el llenado de cada capa se procedió a vibrar la probeta en dirección inclinada, realizando movimientos circulares para favorecer la eliminación de macroporos de aire. Para facilitar su manipulación en estado fresco, las probetas fueron colocadas sobre un perfil metálico de sección transversal angular L, sujetándolas firmemente con cinta adhesiva de papel cada, aproximadamente, 10 cm. Para introducir la pasta en cada probeta se empleó una manga plástica provista de un pico y una extensión con un conducto flexible y pared lisa, prescindiendo del uso del embudo propuesto en la norma ASTM C1698 (1), pues ello permite introducir la mezcla con mayor presión, reducir la formación de burbujas y evitar obturaciones.

El tiempo de vibrado fue variable de acuerdo con la consistencia y viscosidad de cada pasta. Se observó que aquéllas que presentan un extendido (7) inferior a 20 cm no pueden ser moldeadas con esta modalidad, por lo que se requerirían procedimientos alternativos.

El tapón de masilla epoxi bicomponente se colocó una vez alcanzado un nivel de pasta en las probetas distante del borde extremo superior no más de $(4,0 \pm 1,0)$ cm. Su colocación consistió en aplicaciones parciales sucesivas, comenzando con aplicación a presión manual con una varilla de la masilla sobre la pared interior, para luego cubrir el espacio remanente y enrasar la superficie libre del extremo del tubo mediante una espátula. Una vez ejecutado el tapón, se registró su largo para calcular el largo efectivo de cada probeta. Cabe destacar que el tapón inferior también podría haberse ejecutado con el mismo tipo de masilla, aunque su resolución con una tapa rígida acoplada mediante adhesivo resultaba ser de mayor practicidad.



Figuras 2, 3, 4: Moldeo de probetas

Medición y cálculo

La primera lectura del largo de cada probeta se hizo dentro de los (45 ± 15) min desde el momento de contacto entre el material cementíceo y el agua. Posteriormente, se realizaron lecturas cada 30 min hasta luego del tiempo de fin de fragüe. Luego se continuaron a 1, 2, 7, 14, 28 días. Se mantienen lubricados ambas columnas longitudinales del dispositivo dilatómetro con una delgada capa de vaselina sólida. El “error de cero” del reloj comparador, determinado experimentalmente mediante medición de la barra de referencia, resultó ser menor a $20 \mu\text{m}$.

Las probetas fueron almacenadas durante todo el ensayo en una sala de curado acondicionada a $(22,0 \pm 1,0)$ °C de temperatura, manteniéndose apoyadas en forma completa sobre una de sus generatrices. La contracción autógena $\epsilon(t)$ y la desviación estándar de cada serie de ensayo $s(t)$ se calcularon con las ecuaciones (1)

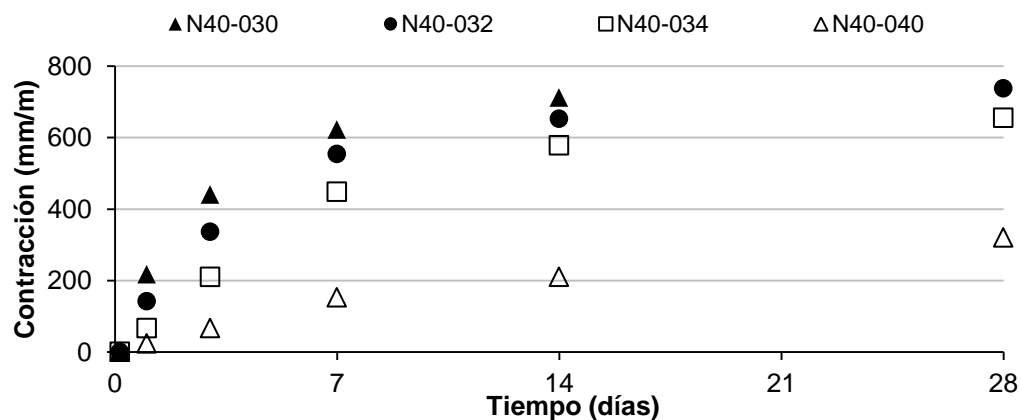
RESULTADOS

La **Tabla 1** presenta algunos de los resultados de contracción autógena para las edades de 24 h, 3 d, 7 d, 14 d y 28 d, para 4 pastas elaboradas con un Cemento Portland Normal (CPN), categoría 40 y relaciones agua/cemento 0,30; 0,32; 0,34 y 0,38. La **Figura 5** muestra esta información de manera gráfica.

Tabla 1: Resultados obtenidos para la pasta de CPN 40 distintas relaciones agua / cemento

	CPN 40 a/c = 0,38			CPN 40 a/c = 0,34			CPN 40 a/c = 0,32			CPN 40 a/c = 0,30		
Designación	N40-038			N40-034			N40-032			N40-030		
Edad	$\epsilon(t)$	$s(t)$	CV	$\epsilon(t)$	$s(t)$	CV	$\epsilon(t)$	$s(t)$	CV	$\epsilon(t)$	$s(t)$	CV
	[$\mu\text{m}/\text{m}$]	[$\mu\text{m}/\text{m}$]	[%]	[$\mu\text{m}/\text{m}$]	[$\mu\text{m}/\text{m}$]	[%]	[$\mu\text{m}/\text{m}$]	[%]	[%]	[$\mu\text{m}/\text{m}$]	[$\mu\text{m}/\text{m}$]	[%]
24 h	90	7	7,8	92	44	47,8	142	29	20,4	217	30	13,8
3 días	145	2	1,4	212	44	20,8	335	19	5,7	440	47	10,7
7 días	283	16	5,7	426	59	13,8	569	19	3,3	572	51	8,9
14 días	505	17	3,4	541	59	10,9	660	18	2,7	728	4	0,3
28 días	592	34	5,7	690	45	6,5	722	8	1,1	850	18	2,1

Nota: la designación consiste en la letra correspondiente al tipo de cemento, la categoría seguida de un guión y la relación agua/cemento, en %



Nota: los últimos dos números de la denominación indican la relación agua cemento, en %

Figura 5: Gráfico de resultados para las pastas de CPN 40.

De acuerdo con el método de la norma ASTM C1698 (1), la repetibilidad del ensayo con pastas con relación agua/cemento entre 0,35 y 0,37 exhibe una desviación estándar del orden de 110 $\mu\text{m}/\text{m}$. Con las modificaciones introducidas en este estudio, ha podido reducirse esta desviación estándar por operador a 20 $\mu\text{m}/\text{m}$. Con respecto a la reproducibilidad del método, se ensayaron 4 muestras de CPN 40 con relación agua/cemento 0,34, obteniéndose una desviación estándar de 70 $\mu\text{m}/\text{m}$. El coeficiente de variación (CV) obtenido para este caso (CPN 40 a/c = 0,34) ha sido mayor que los restantes casos, en virtud a la intervención de operadores distintos, en días de trabajo diferentes. Al mismo tiempo, la desviación estándar de las pastas ensayadas se mantuvo por debajo de los 100 $\mu\text{m}/\text{m}$ en el 90 % de los casos.

Como control de la pérdida de humedad, se determinó la variación de masa de las probetas entre su valor inicial antes de la primera lectura y los 2 días de edad. Estas diferencias de masa fueron inferiores a la incertidumbre de medida de la balanza en todos los casos, con un desvío de 0,12 g, lo que permite inferir la eficacia del sellado hermético aplicado.

CONCLUSIONES

Este trabajo propone un método confiable, repetible y de mejor reproducibilidad que el método de la norma ASTM C1698 (1) para la determinación de la contracción autógena

en pastas de cemento. El mismo puede ser implementado con uso de equipamiento habitual de los laboratorios de ensayo de cementos, con sólo algunos implementos particulares que no suponen erogaciones onerosas.

La manipulación de las probetas puede generar importantes variaciones en la lectura de su largo a cada instante, principalmente a edades tempranas. Por ello se requiere mantener las probetas en posición estacionaria, sin manipulación, durante la mayor cantidad de tiempo posible y, al menos, durante las primeras 24 h.

En lo que concierne a la temperatura del ensayo, se observó que alteraciones por fuera del intervalo de tolerancia conducen variaciones significativas en los resultados obtenidos, por lo que es de estricta necesidad mantener un control riguroso de este parámetro.

La efectividad del método de sellado seleccionado, con tapas rígidas adheridas y masilla epoxi bicomponente, se considera altamente satisfactoria de acuerdo con los resultados obtenidos en el control de masa de las probetas. El uso de tapas rígidas con acople sencillo a presión no garantiza la hermeticidad del sistema ni el mantenimiento de una conformación rectilínea. Los procedimientos de sellado empleados se destacan por su facilidad de implementación, practicidad y economía.

El grado de repetibilidad logrado con las modificaciones implementadas es sensiblemente mayor al informado por la norma de referencia (1).

En el futuro, se ha propuesto extender esta línea de investigación con un estudio comparado de este método de ensayo con otros también empleados para la determinación de la contracción autógena de pastas cementicias. A su vez, se propone continuar el estudio de la sensibilidad del método ante variaciones de temperatura y los procedimientos de moldeo y compactación.

REFERENCIAS

- (1) ASTM C1698 Standard Test Method for Autogenous Strain of Cement Paste and Mortar, American Society of Testing Materials (ASTM), 2009.
- (2) Clariá MA, Irassar E F, López R, Bonavetti V, "Ese material llamado hormigón", 1ra edición, AATH, 2012, ISBN 978-987-21660-5-2, Capítulo 2, 63-66.
- (3) Checmarew R.L., Mansilla G.P., Fernández Luco L., Benítez G.A., "Método INTI para medir cambios de volumen en pastas y morteros en estado fresco" Memorias Congreso: XII Reunión Técnica "Dra. Haydée V. Armándola", AATH, 253-261, 1995
- (4) Tengfei Fu, "Autogenous deformation and chemical shrinkage of high performance cementitious systems", Tesis de MSc, Oregon State University, EEUU, 2011.
- (5) ASTM C157 Standard Test Method for Length Change of Hardened Hydraulic-Cement Mortar and Concrete, American Society of TestingMaterials (ASTM), 2014.
- (6) Ficha técnica del producto proporcionada por el proveedor (Parsecs), disponible Online en: <http://www.adhesivosparsecs.com/index.php/es/masilla-epoxy-10-minutos> (acceso Julio 2016)
- (7) IRAM 1570, "Morteros para mampostería. Determinación de la consistencia. Método de escurrimiento", Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM), 1994.
- (8) IRAM 1619 Cemento pórtland. Método de determinación del tiempo de fraguado, Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM), 2006.
- (9) IRAM 1622 Cemento pórtland. Método de determinación de las resistencias a la compresión y a la flexión, Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM), 2006.
- (10) IRAM 1612 Cemento. Método de ensayo para la determinación de la consistencia normal, Instituto Argentino de Normalización y Certificación (IRAM), 2006.