

## Efecto de la fisuración a edades tempranas en la durabilidad de hormigones autocompactantes

G. Barluenga <sup>(1)</sup>, J. Puentes <sup>(2)</sup>, C. Guardia <sup>(1)</sup> y N. Flores <sup>(3)</sup>

<sup>(1)</sup> Departamento de Arquitectura, Universidad de Alcalá, España.

<sup>(2)</sup> Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, CSIC, España.

<sup>(3)</sup> E.T.S. Arquitectura, Universidad Europea de Canarias, España.

DOI: <http://dx.doi.org/10.4995/HAC2018.2018.5615>

### RESUMEN

Para evaluar la mejora producida por diferentes adiciones, tales como filler calizo, microsilice, nanosilice y metacaolín, en la durabilidad química de HAC, se ha llevado a cabo un estudio experimental con dos objetivos. Primero, se evaluó la permeabilidad al aire y al agua en muestras de HAC no fisuradas de 5 años de edad y se constató que los valores de la permeabilidad al aire fueron similares en los HAC con y sin adiciones minerales. Posteriormente, se evaluó la resistencia de HAC frente a ambientes agresivos, relacionando la permeabilidad del material con ensayos comportamiento del material en entornos ácidos, como son el ácido acético y el ácido sulfúrico. Se observó que la resistencia química frente a ambientes ácidos depende no sólo de la permeabilidad del material, sino que también depende del tipo de ácido empleado y de la adición mineral.

**PALABRAS CLAVE:** Hormigones autocompactantes, adiciones minerales, permeabilidad, ataque ácidos, durabilidad.

### 1.- INTRODUCCIÓN

Los Hormigones autocompactantes (HAC) de resistencias moderadas suelen incorporar adiciones minerales de tipo filler para incrementar el volumen de pasta. Estos hormigones tienen las mismas características en estado endurecido que los hormigones convencionales. La combinación de adiciones minerales puede mejorar las prestaciones en las propiedades a edades tempranas y en estado endurecido de HAC como se ha descrito en investigaciones previas [1, 2, 3, 4].

Las adiciones modifican la microestructura el HAC endurecido ya que el pequeño tamaño de las partículas actúan como puntos de nucleación para los productos hidratados, así como por la actividad puzolánica en el caso de las adiciones reactivas [1, 5]. Asimismo, la red de poros se modifica, dando lugar a diferencias en la porosidad total y diámetro medio de poro del material y por lo tanto cambiando también la permeabilidad intrínseca del HAC [1].

En general, se considera que este aporte de partículas finas a la mezcla mejora la durabilidad del hormigón al incrementar la compacidad. Sin embargo, las adiciones

minerales también afectan al proceso de hidratación y la formación de la microestructura, lo que condiciona la resistencia química del material. En consecuencia, el comportamiento a largo plazo condiciona la durabilidad y la ésta está relacionada con la permeabilidad y la resistencia química del material, que depende de la composición de la fase pasta. Además, los ataques químicos modifican la estructura del material y su permeabilidad, lo que condiciona la durabilidad del material frente a este tipo de ataques [6].

El objetivo de la presente investigación es la evaluación de la influencia de adiciones de distinto tipo y con diferente tamaño de partícula en la durabilidad de los HAC. Se ha realizado un programa experimental para analizar la permeabilidad al aire y al agua, así como el efecto de ataques de ácidos acético y sulfúrico, en muestras almacenadas en el laboratorio durante 5 años.

## 2.- PROGRAMA EXPERIMENTAL

### 2.1.- Materiales

La Tabla 1 recoge las diferentes composiciones de la serie básica de HAC usadas en el estudio y su fluidez en estado fresco y describe las modificaciones de la serie básica incluidas en el estudio.

**Tabla 1.** Composición de los HAC de la serie básica.

	HRefg	HCA	HCAm	HCA <sub>n</sub>	HCA <sub>m</sub> k
Cement I 42,5 R	700	350	350	350	350
Limestone Filler	-	350	315	332	332
Water (*)	198.75	204	204	142	204
HRWRA.	10.50	5.25	5.25	5.25	-
Micro-Silica	-	-	35	-	-
Nano-Silica	-	-	-	79.5	-
Metakaolin	-	-	-	-	17.50
Gravel (4-20[mm])	790	790	790	790	790
Sand (0-4 [mm])	691	691	691	691	691
w/c (**)	0.36	0.71	0.71	0.71	0.71
w/fines (cem. + add.) (**)	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36
dj <sub>f</sub> (***) [ mm]	875	815	750	795	865
CbE(***) %	37%	29%	36%	79%	43%

(\*) Liquid water added.

(\*\*) The amount of water included in the components (sand humidity 6.25%, HRWRA and nanosilica) was also considered.

(\*\*\*)UNE 83362 :2007- Self-compacting concrete. Characterization of the flowability through rebars. Slump-flow test with J-ring (dj<sub>f</sub>: slup flow diameter, CbE: blocking coefficient).

HCA50 contiene 50% de filler calizo respecto a HCA y HCA75 un 75%.

Las dosificaciones de HCA-f tienen la misma composición que HCA, cambiando la cantidad de fluidificante.

HCAMS50 y HCAMS25 contienen 5% y de microsílíce respectivamente.

HCANS25 contiene el 2,5 % de nanosílíce. HCAMC25 contiene el 2,5 % de metacaolín

Inicialmente se diseñó una mezcla de referencia sólo con cemento (HRefg). A esta mezcla se le sustituyó el 50% del cemento por filler calizo (Tipo P1-Betocarb, suministrado por Omya Clariana S.L.), HCA. A esta dosificación se le sustituyó parcialmente el filler calizo por 3 tipos diferentes de adiciones minerales:

- Microsilice (m) Meyco MS610, suministrado por BASF, con una densidad de 2.3g/cm<sup>3</sup> y una densidad aparente de 0.23g/cm<sup>3</sup> con un contenido de SiO<sub>2</sub> mayor al 90%.
- Suspensión acuosa de nanosilice (n) Meyco 685 MS suministrado por BASF, con una densidad de 1.134+0.003 g/cm<sup>3</sup> a 20°C. El contenido sólido de la suspensión (100°C) es del 22±1.5%.
- Metacaolin (mk), Optipozz<sup>TM</sup>, fabricado por Burgess Pigment Company y suministrado por Omya Clariana S.L.

La relación agua/finos se mantuvo constante en 0.36 para todas las dosificaciones y la cantidad de aditivo superplastificante fue de 1.5% respecto al peso del cemento en todos los casos menos en HCA-f en la que se utilizaron 0,5, 1 % y 1,5% junto con un 1,6 % de un agente modulador de la viscosidad Rheomatrix 175 suministrado por BASF.

Las diferentes dosificaciones se utilizaron para la fabricación de muestras que se usaron para la caracterización física y mecánica a 28 días. Algunas de estas muestras se mantuvieron en unas condiciones ambientales constantes en el laboratorio (22±2°C y 60±10 HR) hasta su ensayo a los 5 años de edad.

## 2.2.- Métodos experimentales

Las muestras se caracterizaron a 28 días y a 5 años de edad. Los procedimientos de ensayo de caracterización a 28 días ha sido previamente publicados [1]. En este apartado se describen los procedimientos de ensayo utilizados para la medida de la permeabilidad y el ensayo de resistencia frente al ataque de ácidos sobre muestras de 5 años de edad.

La permeabilidad al aire y al agua se midió en muestras de HAC almacenadas durante 5 años en condiciones de laboratorio. Para ello se utilizó un equipo (Porosiscop<sup>TM</sup>) cuyo funcionamiento está basado en el método de Figg [7]. Se ensayó sobre muestras cilíndricas de 150x300mm (no fisuradas) con una cámara de presión. La permeabilidad al aire se ha determinado con el tiempo que requiere la presión negativa dentro de la cámara para pasar de -55 a -50 kPa. Por otro lado, la permeabilidad al agua se ha determinado con el tiempo que requiere 0.01ml en salir de la cámara de presión a través de la muestra de HAC [8]. La resistencia frente al ataque de ácidos acético y sulfúrico se realizaron en muestras (no fisuradas) de 100mm x 50mm x 30mm, de las mismas dosificaciones de HAC incluyendo también dosificaciones con cambio de porcentaje de fluidificante. Estas se introdujeron en una disolución de ácido acético al 5% g/g en masa con un pH inicial de 7 y en una disolución de ácido sulfúrico al 5.21% g/g en masa con un pH inicial de 2. El peso, evolución del pH, densidad, porosidad abierta y UPV se midieron a los 1, 3, 7, 28, 56, 90 y 180 días [9]. Las disoluciones de ambos ácidos se renovaron a los 28, 56 y 90 días respectivamente.

### 3.- RESULTADOS Y ANÁLISIS

Se presentan a continuación los resultados experimentales del estudio. En un primer apartado se resumen los resultados de caracterización física y mecánica de muestras a 28 días, que se han publicado en mayor extensión en un artículo previo [1]. Posteriormente se presentan los resultados de muestras conservadas en condiciones de laboratorio durante 5 años de permeabilidad y de resistencia frente al ataque de ácidos acético y sulfúrico.

#### 3.1.- Caracterización física y mecánica del material en estado endurecido (28 días)

La Tabla 2 recoge los resultados obtenidos en el ensayo de porosimetría de mercurio en pastas. Se observa cómo la sustitución del 50% de cemento por filler calizo incrementa la porosidad total de la pasta así como el diámetro promedio de los poros. Por otro lado, el uso de microsílíce no modifica estos valores mientras que el uso de nanosílíce y metacaolín hace que los valores sean muy similares a los resultados obtenidos en el HAC sólo con cemento (HRef). Este efecto es debido a la reactividad de las adiciones, a su capacidad para rellenar los poros entre el cemento y a actuar como puntos de nucleación de los productos de hidratación del cemento [1]. La densidad aparente, porosidad abierta, resistencia a compresión y los ultrasonidos (UPV) ensayados en las diferentes dosificaciones de HAC se resumen en la Tabla 3.

**Tabla 2.** Porosimetría de Mercurio en pastas [1].

Composición de la pasta	Porosidad [%]	Diámetro medio de poros 4V/A [ $\mu\text{m}$ ]
pHRefg	7.60	0.3635
pHCA	8.92	0.5839
pHCAm	8.83	0.5894
pHCAn	5.02	0.4166
pHCAmk	6.48	0.3677

**Tabla 3.** Propiedades físicas, Resistencia a compresión, ultrasonidos (UPV) y módulo de Young de las muestras de HAC.

Composicion	HRefg	HCA	HCAm	HCAn	HCAmk
Densidad aparente [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	2.38	2.31	2.33	2.31	2.25
Porosidad abierta [%]	0.53	2.35	2.15	2.44	1.57
Resist. Compresión [MPa] 7d	47.10	25.50	31.15	25.50	30.50
UPV [m/s]	4701.50	4660.70	4757.50	4369.00	4566.00
$E_s$ [GPa] 7d	48.72	44.57	52.33	44.44	43.28

El filler calizo y las adiciones minerales redujeron la densidad aparente y la porosidad accesible al agua. La sustitución del 50% del cemento por filler calizo redujo la resistencia a compresión a la mitad, mientras que la incorporación de adiciones minerales mitigó esta reducción. El módulo de Young se mantuvo entre 45 y 50 GPa, lo que implica que la rigidez del HAC endurecido no se ve afectada por el uso de adiciones minerales.

### 3.2.- Permeabilidad al aire y al agua (muestras de 5 años de edad).

La Tabla 4 presenta los tiempos obtenidos en los ensayos de permeabilidad al aire y al agua, donde cuanto mayor es el tiempo, menor es la permeabilidad. La mezcla HRefg es la que presenta los mejores resultados tanto en permeabilidad al aire como al agua. Por otro lado, las dosificaciones con filler calizo y adiciones minerales (HCAns y HCAmk), muestran mejor permeabilidad al aire en comparación con HCA y HCAMS. Sin embargo, en términos de permeabilidad al agua no existe apenas diferencia entre éstas. En un trabajo previo se observó que estas diferencias de permeabilidad asociadas a los cambios en la composición del HAC se anulan en el caso de que el elemento de hormigón haya sufrido fisuración en las edades tempranas debido a retracción por secado [10].

**Tabla 4.** Air and Water Permeability

Composition	Control sample (un-cracked)	
	Air perm. (s)	Water perm. (s)
HRefg	293	193
HCA	90	46
HCAm	75	41
HCAn	106	24
HCAmk	210	36

### 3.3.- Resistencia a ataques ácidos (muestras de 5 años de edad).

Se estudió el comportamiento de muestras no fisuradas de las diferentes composiciones de HAC frente al ataque de un ácido débil (ácido acético) y de un ácido fuerte (ácido sulfúrico). En este artículo se han seleccionado tres parámetros para identificar el efecto de la composición en la resistencia frente a ácidos durante el tiempo de ensayo: la pérdida de peso en porcentaje de la muestra, la porosidad accesible al agua y el módulo de compresibilidad (K) medido mediante la propagación de ondas ultrasónicas de compresión (p) y cortante (s).

#### 3.3.1.- Ácido acético

##### *Pérdida de peso.*

La Figura 2 muestra la evolución de la pérdida de peso en las diferentes dosificaciones a lo largo del ensayo. Se puede observar un comportamiento parecido de todas las dosificaciones. Existe una primera fase de pérdida de peso progresiva a una velocidad lenta, incluso en algún caso como es en HCA tiene una ligera ganancia de peso. En una segunda etapa y a partir del día 28 (excepto en la dosificación con metacaolín que ocurre a los 56 días) la pérdida de peso se acelera, lo que significa que el nivel de daño es más importante. La dosificación de referencia (HRef, dosificación sólo con cemento y sin adiciones) es la mezcla que sufre menos pérdida de peso la mitad que en el caso de los HAC con adiciones. Se aprecia como las dosificaciones que más peso pierden son las que llevan adiciones minerales activas (HCAMS, HCANS y HCANS). El porcentaje máximo de pérdida de peso es del 16%, no pasando en el caso del HREFG del 8%.

Por otra parte, la cantidad de adición activa no parece influir de manera importante en este parámetro. Por lo tanto se puede decir que el uso de adiciones minerales afecta a la resistencia frente al ataque de un ácido débil como el ácido acético en la pérdida de peso de

la muestra. La modificación de la cantidad de fluidificante también influye, haciendo que la pérdida de peso sea mayor en los HAC con un menor contenido de aditivo o en el caso en que se combinaron un aditivo fluidificante con un modulador de la viscosidad.

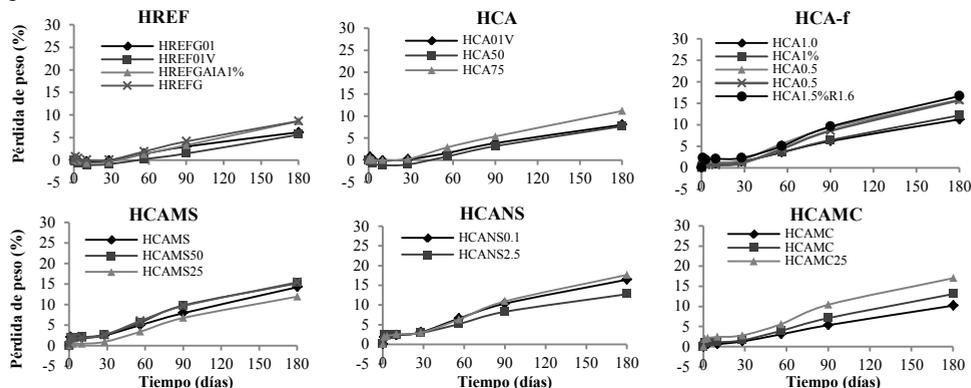


Figura 2. Pérdida de peso (%) por el ataque de ácido acético durante 180 días.

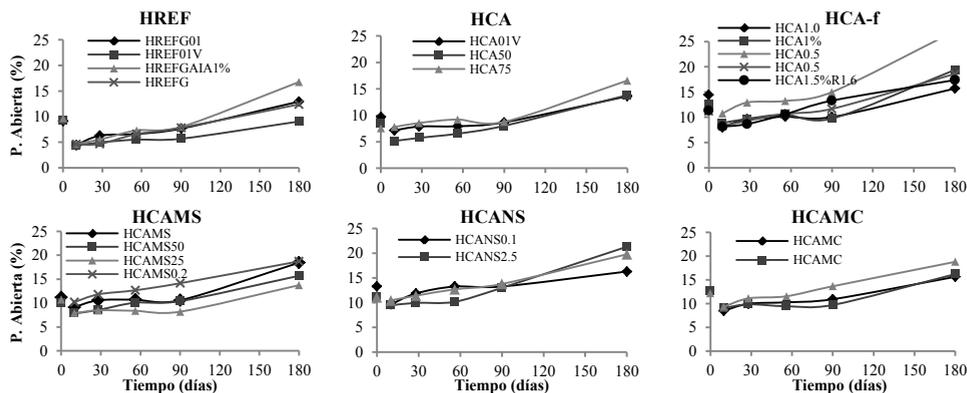


Figura 3. Porosidad abierta (%) por el ataque de ácido acético durante 180 días.

### Porosidad abierta (accesible al agua).

La Figura 3 presenta la evolución de la porosidad abierta accesible al agua de las diferentes dosificaciones de HAC durante el tiempo que duró el ensayo de ataque en ácido acético. Al igual que ocurre con la pérdida de peso, los resultados de porosidad abierta muestran dos etapas diferentes en el comportamiento en el tiempo para todas las dosificaciones estudiadas. Se observa una primera etapa en la que el aumento de la porosidad abierta es moderado e irregular, y una segunda etapa en la que el aumento es más rápido y con un crecimiento lineal. La primera fase está comprendida entre el inicio del ensayo y los 90 días y la segunda entre los 90 y los 180 días. No hubo diferencias significativas en la evolución de la porosidad abierta, aunque las dosificaciones con adiciones activas sufrieron un mayor aumento, llegando al 19-21%.

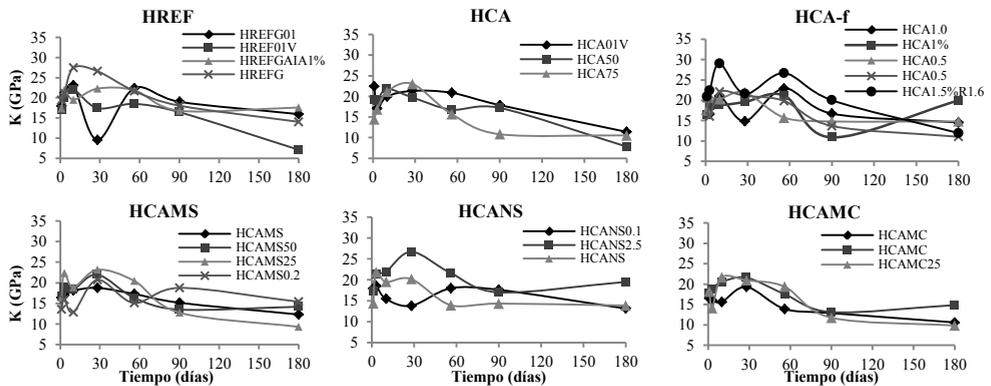


Figura 4. Módulo K (GPa) por el ataque de ácido acético durante 180 días.

#### **Módulo K (Módulo de compresibilidad).**

En la Figura 4 se puede observar la evolución del módulo de compresibilidad K medido mediante ondas de ultrasonidos p y s durante los 180 días de ataque de ácido acético en las diferentes dosificaciones de HAC. De nuevo se observan dos etapas en el proceso. En la primera, el módulo K muestra un comportamiento irregular, aumentando en los primeros días para después disminuir y posteriormente volver a aumentar. En la segunda etapa, el módulo sufre una caída pronunciada hasta los 180 días. El momento del cambio entre una fase y otra se produce aproximadamente en a los 56 días de ensayo. La dosificación con menor módulo de K al final del ensayo es HCA (7GPa) y la que tiene mayor módulo es HCAns (19,50 GPa). HCA-f, que corresponde con las dosificaciones que incorporan diferentes cantidades de fluidificante, se comporta de forma diferente en comparación con HCA (1,5% de fluidificante), sufriendo variaciones mucho más pronunciadas en la primera etapa del ensayo y llegando a un valor de K más alto al final del ensayo (12-19GPa).

#### **3.3.2.- Ácido Sulfúrico**

##### **Pérdida de peso.**

La Figura 5 muestra la evolución de la pérdida de peso en las diferentes dosificaciones a lo largo del ensayo. La evolución de la pérdida de peso presenta de nuevo dos etapas de comportamiento. La primera, en la que la pérdida es menos pronunciada que la segunda, está comprendida entre el inicio del ensayo y los 28 días en todas las dosificaciones menos en HCAns y HCAMc, donde esta etapa alcanza los 56 días. En la segunda etapa, el aumento es más pronunciado y se ajusta a un crecimiento lineal. Al contrario de lo que ocurre con el ácido acético, las dosificaciones sólo con cemento son las más afectadas en términos de pérdida de peso, siendo muy superior en todo el ensayo y llegando a al 55%, mientras que el resto de dosificaciones no superan el 20%. En HCA-f no se ven cambios significativos respecto a HCA. Igualmente se puede observar cómo en HCANS y en HCAMC, la cantidad de adición mineral activa que se añade también influye en el comportamiento final.

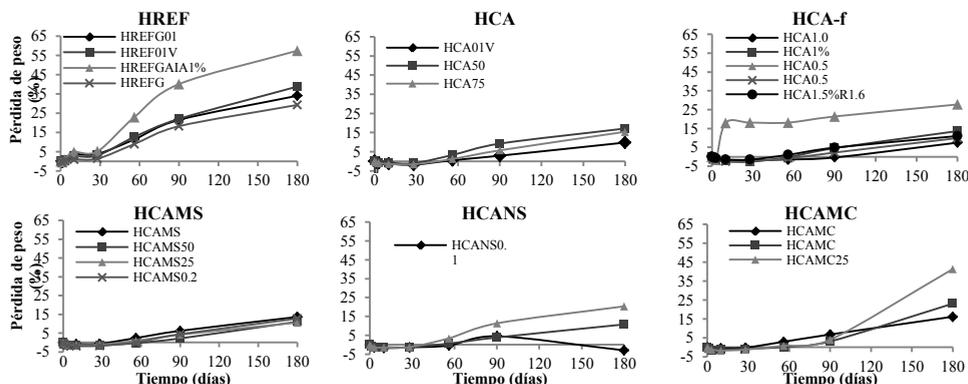


Figura 5. Pérdida de peso (%) por el ataque de ácido sulfúrico durante 180 días.

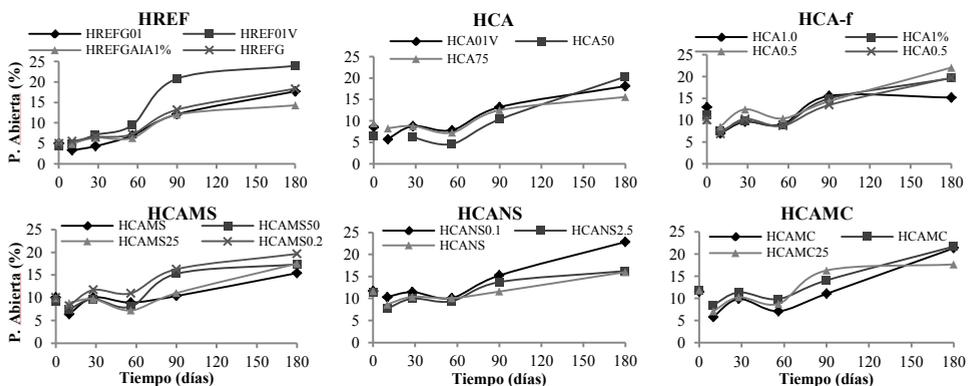


Figura 6. Porosidad abierta (%) por el ataque de ácido sulfúrico durante 180 días.

### Porosidad abierta (accesible al agua).

En la Figura 6 se presentan los resultados de la evolución del porcentaje de porosidad abierta durante el ensayo de ataque de ácido sulfúrico en HAC. Nuevamente se observan dos etapas: La primera hasta el día 56 y la segunda de 56 a 180 días. Aquí se observa cómo hasta el día 28 el porcentaje de la porosidad abierta aumenta. Posteriormente sufre una caída hasta el día 56. En la segunda fase existe un crecimiento lineal y pronunciado, con valores de porosidad abierta entre el 15 y 20%. Las dosificaciones con adiciones minerales presentan una mayor porosidad abierta en comparación con los resultados obtenidos en las mezclas sólo con cemento o con cemento y filler calizo (HRef y HCA). La cantidad de fluidificante también produce un incremento de porosidad abierta, asemejándose a la observada en las dosificaciones con adiciones activas.

### Módulo de Compresibilidad (K).

La Figura 7 muestra la evolución del módulo K de las diferentes dosificaciones durante el ataque de ácido sulfúrico a lo largo de los 180 días que dura el ensayo. En este caso, la primera etapa está comprendida entre el inicio del ensayo y los 90 días. El comportamiento

en este intervalo es irregular, ya que en algunos casos se miden incrementos del módulo, muy posiblemente relacionados con la humedad de las muestras. HCA presentó el módulo K más elevado en la primera fase y el más elevado al final del ensayo lo presenta HCAMS. En esta última se puede ver como la cantidad de adición influye en el comportamiento final de la muestra estando los resultados entre 9 y 21 GPa. La dosificación con el resultado más bajo es HCAMC, alcanzando 6GPa.

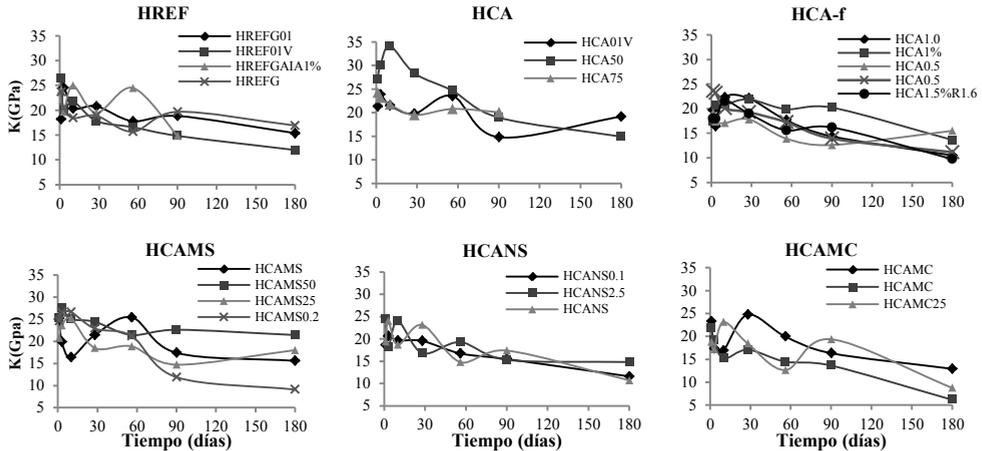


Figura 7. Módulo K (GPa) por el ataque de ácido sulfúrico durante 180 días.

#### 4.- CONCLUSIONES

Se ha estudiado el efecto de filler calizo, microsíllice, nanosíllice y metacaolín, en la durabilidad de Hormigones Autocompactantes (HAC), midiendo la permeabilidad al aire y al agua y la resistencia frente al ataque de ácidos acético y sulfúrico en muestras almacenadas durante 5 años en el laboratorio. Se comparó una dosificación de referencia sin adiciones (HRef) con otra en la que el 50% del cemento fue sustituido por filler calizo (HCA) y a su vez éste se sustituyó parcialmente por las adiciones minerales reactivas de diferente tamaño de partícula (HACMS, HCANS y HCAMC). Las conclusiones fueron:

- El HAC con filler calizo y microsíllice (HCAMS) incrementa la porosidad total y el diámetro medio de poro en comparación con la dosificación sólo con cemento (HRef).
- Las adiciones minerales con menor tamaño de partícula (nanosíllice y metacaolín) mejora las propiedades físicas y mecánicas del material y reduce la permeabilidad intrínseca del material al aire, con valores similares a un HAC sólo con cemento.
- Todos los HAC estudiados muestran dos fases en el proceso de daño ante el ataque de ácidos acético y sulfúrico. En la primera el daño aumenta lentamente en un periodo de de entre 30 y 60 días y en la segunda éste progresa rápidamente.
- La dosificación HRef sufre un nivel de daño menor ante los ataques de ácido acético que las dosificaciones con adiciones minerales porque es la dosificación más impermeable tanto al aire y al agua. Se demuestra que las propiedades de transporte del material condicionan la resistencia frente al ataque de este ácido débil.

- Por el contrario, HRef es la dosificación que sufre un mayor nivel de daño frente al ataque con ácido sulfúrico. Se observó que en el caso de este ácido fuerte la resistencia química es más importante que los parámetros físicos de transporte. Las fases propias de la hidratación del cemento son más susceptibles de ser atacadas por este ácido fuerte que las fases derivadas de la puzolanidad de las adiciones minerales.

## **AGRADECIMIENTOS**

Los autores agradecen a la Junta de Comunidades de Castilla La Mancha la financiación del proyecto PII-2014-022-P (cofinanciado por el Fondo Social Europeo) y al Ministerio Español de Economía y Competitividad por la financiación de los proyectos BIA2013-48480-C2-2-R y BIA2016-77911-R (cofinanciado por el Fondo Social Europeo).

## **REFERENCIAS**

- [1] G. Barluenga, I. Palomar, J. Puentes, Hardened properties and microstructure of SCC with mineral additions. *Construction and Building Materials*, 94 (2015) 728-736.
- [2] A.M. Poppe, G. De Schutter, Cement hydration in the presence of high filler contents, Elsevier Ltd, *Cement and Concrete Research*, 35(2005) 2290-2299.
- [3] R. Siddique, J. Klaus, Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review, *Applied Clay Science*, 43,3-4 (2009) 392-400.
- [4] G. Barluenga, I. Palomar, J. Puentes, Early age monitoring of self-compacting concrete with mineral additions., *Construction and Building Materials*, 77 (2015) 66-73.
- [5] K.L. Scrivener, J.R. Kirkpatrick, Innovation in use and research on cementitious material, *Cement and Concrete Research*, 2, 38, (2008)128-136.
- [6] Borosnyói, A., Long term durability performance and mechanical properties of high performance concretes with combined use of supplementary cementing materials. *Construction and Building Materials* 112 (2016) 307-324.
- [7] J. Figg, M. Leeming, Impact of Non-Destructive Testing. *Proceedings of the 28th Annual British Conference on Non-Destructive Testint.* [ed.] C. Brook y Hanstead P.D. Sheffield : Pergamon Press, (1989).
- [8] NDT James Instrument Inc. Non destructive testing Systems. Operating Instructions. P-6050 & P-6000 - Poroscope Plus. Chicago, U.E.A
- [9] F. Girardi, R. Di Maggio, Resistance of concrete mixtures to cyclic sulfuric acid exposure and mixed sulfates: Effect of the type of aggregate. *Cement & Concrete Composites* 33 (2011) 276–285.
- [10] Barluenga, G. Puentes, J. y Guardia, C. “Effect of curing conditions on sustainable SCC durability”. 14th DBMC 14th Int. Conf. on Durability of Buildings Materials and Components. RILEM Publications (2017) pages 163-164. ISBN: 978-2-351558-159-9.