



Características petrográficas de pastas de cemento y mezclas de mortero y su relación con los diferentes tipos de curado.

Leslie Nicole Hernández Romero

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Ciencias, Departamento de Geociencias
Bogotá, Colombia
2017

Características petrográficas de pastas de cemento y mezclas de mortero y su relación con los diferentes tipos de curados.

Leslie Nicole Hernández Romero

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:

Magister en Ciencias – Geología

Directora:

Ph.D. Ana Elena Concha Perdomo

Codirector:

MSc. Jimmy Fernández Lamus

Línea de Investigación:

Petrografía de materiales de construcción.

Grupo de Investigación:

Grupo de investigación de análisis, diseño y materiales (GIES).

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ciencias. Departamento de Geociencias

Bogotá, Colombia

2017

Agradecimientos

A la universidad Nacional de Colombia, mi querida alma mater.

A los profesores Ana Elena Concha Perdomo y Jimmy Fernández Lamus, del departamento de Geociencias, Facultad de Ciencias, por su amistad, ayuda, colaboración y buena disposición durante todo el proceso de investigación.

Al profesor Juan Manuel Lizarazo Marriaga, del departamento de Ingeniería civil y agrícola, Facultad de Ingeniería, por compartir su conocimiento, su tiempo y guiarme en el camino de cemento que empecé a recorrer bajo su tutoría.

A Colciencias, por el apoyo a este proyecto de investigación mediante la convocatoria 706 de 2015 de Jóvenes investigadores e innovadores.

A la empresa Geología y Geotecnia S.A.S, por su patrocinio económico para la elaboración de secciones delgadas requeridas para el desarrollo del proyecto.

A la empresa Minerlab Ltda., especialmente a Andrés Rodríguez, quien siempre tuvo una mano amiga para ayudarme con la preparación de materiales para los análisis microscópicos y químicos.

Al laboratorio de materiales del departamento de Ingeniería Civil y Agrícola, especialmente a Jorge Olarte y a Dario Moreno, por toda la colaboración y tiempo invertido en el desarrollo de los ensayos de caracterización física y mecánica del cemento.

Al grupo de análisis, diseño y materiales (GIES), del departamento de Ingeniería civil y agrícola, Facultad de Ingeniería, por apoyarme y recibirme como joven investigadora.

Finalmente, a mi familia: Papá sin tí esto no sería posible; Hermanita, eres, has sido, y con suerte, seguirás siendo el arte detrás de la ciencia; Miguel Ángel, no hay palabras.

Tuve la fortuna de tener gran respaldo en el desarrollo de esta tesis, por eso a todos los mencionados, a mis amigos y a todas las demás personas que de una u otra manera me han apoyado y han colaborado para que esto sea posible: Gracias para siempre.

Resumen

Se analizaron las propiedades mecánicas de 18 cubos de pastas de cemento Portland y 18 cubos de mortero con arena de Ottawa; confirmando experimentalmente que la resistencia a la compresión es mayor bajo curado húmedo que bajo curado ambiente.

Desde el punto de vista petrográfico, se analizaron 24 secciones delgadas de pastas de cemento y 24 secciones delgadas de morteros, de muestras curadas por inmersión y al aire durante 7 y 28 días, en una cámara de curado.

Las características petrográficas de los minerales de cemento y productos de hidratación estudiados, permitieron determinar que bajo curado húmedo se forma más gel C-S-H y cristales de portlandita más gruesos que bajo curado ambiente, es decir, hay mayor grado de hidratación en las muestras, esto coincide con los resultados obtenidos en los ensayos de resistencia a la compresión.

Se determinó que los valores de relación A/C utilizados, no son relevantes para la variación del contenido y del tamaño de las fases minerales.

Palabras clave: Petrografía de cemento, curado, pastas de cemento, mortero, portlandita.

Abstract

The mechanical properties of 18 cubes of Portland cement pastes and 18 mortar cubes with Ottawa's sand were analyzed; the compressive strength of specimens cured by water was higher than that of specimens cured by air, this was experimentally confirmed. From a petrographic point of view, 24 cement pastes thin sections and 24 mortars thin sections of samples cured during 7 and 28 days, by immersion and air, in a curing chamber, were analyzed

The petrographic characteristics of cement minerals and hydration products showed that specimens cured by water, have higher contents of C-S-H gel and thicker portlandite crystals, as a consequence of a higher degree of hydration. This can be correlated with the mechanical results.

It was determined that the variation of W / C ratios was not relevant for the content and size of the mineral phases.

Keywords: Cement petrography, curing, cement paste, mortar, portlandite.

Contenido

	Pág.
Resumen	IX
Lista de figuras	XIII
Lista de tablas.....	XVIII
Introducción.....	1
1. Objetivos	3
1.1 Objetivo general	3
1.2 Objetivos específicos.....	3
2. Marco teórico	4
2.1 Conceptos básicos	4
2.2 Antecedentes históricos.....	7
2.3 Hidratación del cemento	10
2.4 Estudios sobre la influencia del curado en el concreto.....	11
3. Metodología	17
4. Caracterización física de los materiales.	23
4.1 Polvo de cemento.....	23
4.2 Arena de Ottawa.....	26
4.3 Pasta de cemento.....	31
4.4 Mortero.....	36
4.5 Elaboración de probetas, cubos y secciones delgadas.....	41
5. Caracterización microscópica de pastas y morteros.....	46
5.1 Descripción microscópica de minerales.....	47
5.2 Caracterización petrográfica.....	47
5.3 Conteo petrográfico	50
5.4 Cátodoluminiscencia (CL).....	53
5.5 Microscopia electrónica de barrido (SEM)	55
5.5.1 Secciones delgadas.....	55
5.5.2 Fragmentos de muestras.....	57
6. Análisis de resultados.....	61
6.1 Pastas de cemento.....	61
6.1.1 Análisis composicional	62
6.1.2 Análisis por tamaños de cristales.....	70

6.2	Morteros.....	83
6.2.1	Análisis composicional.....	84
6.2.2	Análisis tamaño de minerales.	93
7.	Conclusiones.....	107
8.	Recomendaciones.....	110
A.	Anexo: Resumen de las características microscópicas de los minerales del cemento y productos de hidratación.	117
B.	Anexo: Conteos petrográficos	124
C.	Anexo: Análisis estadístico del tamaño de los minerales de pastas de cemento.	135
D.	Anexo: Análisis estadístico del tamaño de los minerales de morteros.....	139
	Bibliografía.....	142

Lista de figuras

Figura 2-1 Representación esquemática de la formación e hidratación del cemento Portland. Modificado de (Neville, Properties of Concrete. 5th Edition, 2011)	11
Figura 4-1 Ensayo de densidad. Se observa el frasco de Le Chatelier con kerosene y la manera en que se introduce el cemento.....	24
Figura 4-2 Aparato de Blaine	25
Figura 4-3 Tamizadora y tamices empleados para realizar la granulometría del agregado fino.	27
Figura 4-4 Curva granulométrica de la arena de Ottawa.	28
Figura 4-5 a) Cono de absorción de arenas con pisón. b) Cono lleno con arena saturada.	29
Figura 4-6 Curva de tiempos de fraguado.	32
Figura 4-7 Curva delta de temperatura vs tiempo.	34
Figura 4-8 Calor específico acumulado	35
Figura 4-9 Ensayo de fluidez.	36
Figura 4-10 Comparación de los resultados de resistencia a la compresión promedio en pastas de cemento con curado ambiente y curado húmedo. Las barras representan los valores máximos y mínimos de cada ensayo.	38
Figura 4-11 Cubos de pastas de cemento fallados en forma de reloj de arena. Arriba: curado húmedo. Abajo: curado ambiente. Las líneas rojas resaltan las superficies de fractura. La parte superior de los cubos en el curado húmedo se disgregó con la mano para observar con claridad el cono remanente, en el curado ambiente se mantuvo la identidad del remanente del cubo tras el ensayo.	39
Figura 4-12 Comparación resultados de resistencia a la compresión promedio en mortero bajo curado ambiente y curado húmedo. Las barras indican los valores máximos y mínimos de cada ensayo.	40
Figura 4-13 Cubos de mortero tras el ensayo de resistencia a la compresión. . Las líneas rojas resaltan las superficies de fractura	41
Figura 4-14 Probetas de pasta de cemento. a) Molde parcialmente lleno con cemento. b) Probetas y cubos de cemento en curado por inmersión. c) Probetas y cubos de cemento en curado a condiciones ambiente.	42
Figura 4-15 A la izquierda cemento Portland. A la derecha arena de Ottawa. Cantidades necesarias para la mezcla.	43
Figura 4-16 Máquina de corte. Tomada de Concrete Petrography (Alan B. Poole, 2016) ...	44
Figura 4-17 Máquina desbastadora. Tomada de Concrete Petrography (Alan B. Poole, 2016).....	45
Figura 4-18 Pulido manual sobre un vidrio. Tomado de Concrete Petrography (Alan B. Poole, 2016).....	45

Figura 5-1 Microfotografía en PPL - XPL. Aumento: 100X. Muestra de pasta de cemento.	47
Figura 5-2 Microfotografía en PPL - XPL. Aumento: 100X. Muestra de pasta de cemento.	48
Figura 5-3 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 20X. Muestra de pasta de cemento.....	48
Figura 5-4 Microfotografía en PPL – XPL. Aumento: 10X. Muestra de mortero.....	49
Figura 5-5 Microfotografía en PPL – XPL. Aumento: 50X. Muestra de mortero.....	49
Figura 5-6 a) Sección delgada de pasta de cemento. b) Sección delgada de mortero.	50
Figura 5-7 Formato de conteo de puntos para cementos y morteros.....	51
Figura 5-8 Diagrama para la estimación del error en conteos puntuales. El número total n de puntos contados en una muestra se presenta en el eje y , el porcentaje de un componente P en el eje x . En el punto de intersección de n y P , el error relativo se lee en las líneas puntuadas y la desviación estándar con 95% de probabilidad en las líneas sólidas. El punto rojo representa los datos del ejemplo. Tomado de Concrete Petrography. (Alan B. Poole, 2016).....	53
Figura 5-9 Microfotografía PPL-CL. Muestra 0,26 CA 7d. Pasta de Cemento. La respuesta lumínica en CL (derecha) es muy baja, el punto brillante corresponde a un poro capilar. ...	54
Figura 5-10 Microfotografía PPL-CL. Muestra 0,55 CH 7d. Mortero. Con CL (derecha), se identifican dos tonalidades en los cuarzos (arena de Ottawa). El punto brillante corresponde a un poro.....	54
Figura 5-11 Microfotografía SEM-BSE con análisis composicional EDX de un cristal de alita (Al), señalado en rosado. Muestra de mortero 0,485 CA 7d.....	56
Figura 5-12 Microfotografía SEM-BSE con análisis composicional EDX de un cristal de belita (Be), señalado en rosado. Muestra de cemento 0,26 CA 7d.....	56
Figura 5-13 Microfotografía SEM –BSE con análisis composicional EDX de un cristal de ferrita en un grano de clinker, la ferrita (Fe) está delimitada en rosado. Muestra de cemento 0,26 CA 7d.....	57
Figura 5-14 Microfotografía SEM –BSE con análisis composicional EDX de un cristal de portlandita Muestra de cemento 0,27 CH 28d.	58
Figura 5-15 Microfotografía SEM - SE. Láminas de gel C-S-H. Muestra de cemento 0,29 CA a 28 días	58
Figura 5-16 Microfotografía SEM - SE. Cristales de Etringita en un poro. Muestra de cemento 0,26 CH a 28 días.....	58
Figura 5-17 Microfotografía SEM - BSE. Cristal de portlandita junto a gel C-S-H en formación. Muestra de cemento 0,27 CH a 28 días	59
Figura 5-18 Microfotografía SEM BSE. Microfisuramiento en mortero. Muestra de mortero 0,51 CA a 28 días.	59
Figura 6-1 Porcentaje de alita en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	63
Figura 6-2 Porcentaje de belita en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos. Las barras representan el rango de los datos.	63
Figura 6-3 Porcentaje de ferrita en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos. Las barras representan el rango de los datos.	64

Figura 6-4 Porcentaje de clinker en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	65
Figura 6-5 Porcentaje de remanentes anhidros totales en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.....	66
Figura 6-6 Distribución de la forma de presentación de la portlandita según el tiempo y tipo de curado, en pastas de cemento, con diferentes relaciones A/C.	67
Figura 6-7 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,29 CH 7d.	68
Figura 6-8 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,27 CA 7d.....	68
Figura 6-9 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,29 CA 28d.....	68
Figura 6-10 Porcentaje de portlandita total en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	69
Figura 6-11 Porcentaje de gel C-S-H en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	70
Figura 6-12 Gráfica de cajas de tamaños (μm) de cada mineral en pastas de cemento, a diferentes tiempos y bajo distintos tipos de curado.....	72
Figura 6-13 Densidad de probabilidad de los tamaños de alita en pastas de cemento. Las curvas representan la función de densidad ajustada al logaritmo natural de los datos.	74
Figura 6-14 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de alita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	75
Figura 6-15 Probabilidad acumulada para los tamaños de alita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).....	75
Figura 6-16 Densidad de probabilidad de los tamaños de belita en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	76
Figura 6-17 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de belita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	77
Figura 6-18 Probabilidad acumulada para los tamaños de belita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).....	77
Figura 6-19 Densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	78
Figura 6-20 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	79
Figura 6-21 Probabilidad acumulada para los tamaños de ferrita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).....	79
Figura 6-22 Densidad de probabilidad de los tamaños de clinker residual en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.....	80
Figura 6-23 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de clinker en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.....	81

Figura 6-24 Probabilidad acumulada para los tamaños de clinker en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)	81
Figura 6-25 Densidad de probabilidad de los tamaños de portlandita en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	82
Figura 6-26 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de portlandita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. ...	83
Figura 6-27 Probabilidad acumulada para los tamaños de portlandita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)	83
Figura 6-28 Porcentaje de alita en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	84
Figura 6-29 Porcentaje de belita en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	85
Figura 6-30 Porcentaje de ferrita en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	86
Figura 6-31 Porcentaje de clinker en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	87
Figura 6-32 Porcentaje de remanente anhidro total en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	88
Figura 6-33 Microfotografía en PPL – XPL. Objetivo 10X. a) : Sección delgada de mortero curado durante 7 días, bajo curado ambiente (0,55 CA 7d). b) : Sección delgada de mortero curado durante 7 días, bajo curado húmedo (0,55 CH 7d).	89
Figura 6-34 Distribución de la forma de presentación de la portlandita en morteros según el tiempo y tipo de curado y con diferentes relaciones A/C. En la parte superior : muestras curadas durante 7 días. En la parte inferior : muestras curadas durante 28 días.	90
Figura 6-35 Micrografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,55 CH 7d. Se observa un cristal fino de portlandita cristalina (señalado con una flecha roja), rodeado por portlandita microcristalina (señalada con flechas amarillas). Relieve moderado y tonos de interferencia de cuarto orden. En azul se observa la porosidad. Tamaño aproximado de portlandita cristalina: 20μ.	91
Figura 6-36 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,51 CA 7d. Entre dos agregados se observa una matriz gris y perlada compuesta por gel C-S-H (señalado con una flecha verde) y microcristales de portlandita con tonos de interferencia de cuarto orden (señaladas con flechas rojas). En azul se observa la porosidad.	91
Figura 6-37 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,29 CA 28d. Rodeando un agregado se observa un mineral amorfo blanco brillante, éste corresponde a portlandita masiva, señalada con flechas naranjas.	91
Figura 6-38 Porcentaje de portlandita total en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.	92
Figura 6-39 Relación A/C vs gel C-S-H, a diferentes tiempos y bajos distintos tipos de curado. Las barras representan el rango de los datos.	93

Figura 6-40 Gráfica de cajas de tamaños (μm) de cada mineral en morteros, a diferentes tiempos y bajo distintos tipos de curado.	94
Figura 6-41 Densidad de probabilidad de los tamaños de alita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	96
Figura 6-42 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de alita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	97
Figura 6-43 Probabilidad acumulada para los tamaños de alita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).	97
Figura 6-44 Densidad de probabilidad de los tamaños de belita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	99
Figura 6-45 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de belita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	99
Figura 6-46 Probabilidad acumulada para los tamaños de belita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).	99
Figura 6-47 Densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	101
Figura 6-48 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	101
Figura 6-49 Probabilidad acumulada para los tamaños de ferrita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).	101
Figura 6-50 Densidad de probabilidad de los tamaños de Clinker residual en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	103
Figura 6-51 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de clinker en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	103
Figura 6-52 Probabilidad acumulada para los tamaños de clinker en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).	103
Figura 6-53 Densidad de probabilidad de los tamaños de portlandita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.	104
Figura 6-54 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de clinker en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.	105
Figura 6-55 Probabilidad acumulada para los tamaños de portlandita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).	105

Lista de tablas

Tabla 2-1 Constituyentes mayoritarios del cemento Portland. Adaptada de (Gómez, 1994) y (Popovics, 1992).	5
Tabla 2-2 Constituyentes minoritarios del cemento Portland. Adaptada de (Gómez, 1994) y (Popovics, 1992).	6
Tabla 3-1 Composición química Cemento Portland	19
Tabla 3-2 Cantidad de secciones delgadas por muestras para petrografía de pastas de cemento.	21
Tabla 3-3 Cantidad de secciones delgadas por muestras para petrografía de morteros.	21
Tabla 4-1 Granulometría de la arena de Ottawa.	28
Tabla 4-2 Densidad aparente $D_s(sss)$ de la arena de Ottawa.	30
Tabla 4-3 Absorción de la arena de Ottawa.	31
Tabla 4-4 Datos de penetración de la aguja de Vicat en función del tiempo.	32
Tabla 4-5 Resumen de áreas bajo la curva y deltas de temperatura (ΔT), por muestra.	34
Tabla 4-6 Resumen calor teórico, por muestra	35
Tabla 4-7 Calor específico (c) promedio, por muestra.	35
Tabla 4-8 Resumen resistencias a la compresión de pastas de cemento a 28 días en curado ambiente.	37
Tabla 4-9 Resumen resistencias a la compresión de pastas de cemento a 28 días en curado de inmersión.	37
Tabla 4-10 Resumen resistencias a la compresión de morteros a 28 días en curado ambiente.	40
Tabla 4-11 Resumen resistencias a la compresión de morteros a 28 días en curado en inmersión.	40
Tabla 4-12 Cronograma elaboración secciones delgadas.	43
Tabla 5-1 Tabla resumen conteo de secciones delgadas. CA: Curado ambiente, 0,26: relación A/C, 7d: tiempo de curado (7 días)	51
Tabla 8-1 Técnicas de tinción para Cemento Portland, adaptada de Ingham 2013.	114

Introducción

La petrografía de materiales de construcción es una aplicación de la geología en ingeniería, trascendental en cuanto a los aportes preventivos y correctivos que ofrece en torno a la caracterización de materias primas para cementos y agregados. Asimismo, se destaca en el estudio de patologías de concreto, siendo uno de los métodos que más información aporta a un costo relativamente bajo.

En el sector de la construcción civil, mantener altos estándares de control de calidad, contribuye a la durabilidad de las obras, reduciendo riesgos y costos al prevenir el deterioro prematuro de éstas. El curado, uno de los procedimientos que pueden incrementar la calidad de las obras, es definido por el American Concrete Institute (ACI) como *el proceso de mantener un contenido de humedad satisfactorio y una temperatura favorable en el concreto durante la hidratación de los minerales cementantes, de manera que se desarrollen en el concreto las propiedades deseadas*, es decir, un buen curado favorece la durabilidad de los concretos, ya que permite un mayor grado de hidratación del material, al reducir la tasa de evaporación del agua, el contenido de partículas anhidras y la porosidad capilar. Los métodos y procedimientos para el curado son diversos, pero en cualquier caso, el principio es exactamente el mismo: garantizar que el contenido de humedad persista para que las propiedades se desarrollen eficientemente (Alfonso Montejo, 2013).

El efecto de los diferentes tipos de curado en concretos ha sido estudiado física y mecánicamente; sin embargo, la influencia del curado en cuanto a la mineralogía del cemento hidratado no ha sido objeto frecuente de estudio. El presente proyecto espera obtener información sobre las características petrográficas particulares de cada tipo de curado mediante el desarrollo de un programa experimental de caracterización física y mecánica de: polvo de cemento, arena de Ottawa, pastas de cemento y morteros; seguido por un estudio petrográfico de pastas de cemento y morteros, con diferentes relaciones agua/cemento y tipos de curado.

El proyecto de investigación se desarrolló dentro del marco de la convocatoria de Jóvenes Investigadores e Innovadores de 2015 de Colciencias, código 30435, con el apoyo de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá y del Grupo de Investigación de análisis, diseño y materiales (GIES).

1. Objetivos

1.1 Objetivo general

Establecer las características petrográficas de pastas de cemento y mezclas de mortero bajo curado húmedo y al ambiente.

1.2 Objetivos específicos

- Caracterizar petrográficamente pastas de cemento y mezclas de mortero con diferentes relaciones de agua/cemento, tiempos y tipos de curado.
- Identificar características petrográficas particulares de cada tipo de curado.

2. Marco teórico

En este capítulo se definen algunos conceptos básicos de los materiales de construcción y de la tecnología del concreto. Estos son frecuentemente utilizados en este documento, debido a su relevancia para el desarrollo del mismo.

Se presenta una breve reseña histórica del cemento y de las etapas de su proceso de hidratación.

Finalmente se hace un recuento bibliográfico de los últimos 10 años de investigaciones desarrolladas en torno al tema de la importancia del curado.

2.1 Conceptos básicos

- Clinker: La norma técnica colombiana NTC-31 (ICONTEC Internacional, 1982) lo define así: *“componente del cemento en forma granulada, constituido principalmente por silicatos, aluminatos y ferroaluminatos de calcio. Se obtiene por la cocción hasta fusión parcial (clinkerización), de una mezcla convenientemente proporcionada y homogenizada de materiales debidamente seleccionados”*. Es producto de la sinterización de caliza y una roca aluminosilicatada, a temperaturas mayores a 1500°C. (Alan B. Poole, 2016).
- Cemento: De manera general, Neville (2011), lo define como un material con propiedades adhesivas y cohesivas que es capaz de unir fragmentos minerales.
- Cemento Portland: Resulta de la trituración del clinker más 5% de yeso, mineral que cumple la función de agente retardante del fraguado. Es hidráulico gracias a una reacción química que le confiere la propiedad de endurecerse bajo el agua.

La proporción de los diferentes constituyentes químicos del cemento Portland depende de la composición y proporción de las materias primas utilizadas en su

elaboración, además de los procesos de manufacturación, tipo de horno, temperatura de calcinación, tasa de enfriamiento, etc. (Popovics, 1992).

Los constituyentes mayores, también conocidos como minerales del cemento, se encuentran resumidos en la **Tabla 2-1**.

Tabla 2-1 Constituyentes mayoritarios del cemento Portland. Adaptada de (Gómez, 1994) y (Popovics, 1992).

Nombre	Composición	Símbolo	Característica
Silicato tricálcico Alita	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C_3S	Responsable de las resistencias iniciales Alto calor de hidratación.
Silicato dicálcico Belita	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C_2S	Responsable de las resistencias a largo plazo. Bajo calor de hidratación.
Aluminato tricálcico Celita	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	C_3A	Responsable de las resistencias a corto plazo. Alto velocidad de fraguado y calor de hidratación.
Ferroaluminato tetracálcico Ferrita	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	C_4AF	Su presencia se debe a la utilización de fundentes en la producción de clinker. No aporta a las resistencias mecánicas. Alto calor de hidratación y velocidad de fraguado.

Los constituyentes minoritarios del cemento son compuestos que por recomendación técnica deben mantenerse en bajos porcentajes para evitar patologías en el concreto. Ver **Tabla 2-2**.

Tabla 2-2 Constituyentes minoritarios del cemento Portland. Adaptada de (Gómez, 1994) y (Popovics, 1992).

Constituyente	Efecto en la calidad del concreto
Óxido de Magnesio MgO	El enfriamiento del clinker debe ser rápido para que el magnesio presente quede en estado vítreo. Si se presenta en forma cristalina (periclasa) mayor al 5%, durante el proceso de hidratación tiene comportamiento expansivo.
Óxido de Azufre SO₃	Se debe a la adición del yeso durante el proceso de fabricación del cemento. En contenidos elevados puede producir falso fraguado (apariencia superficial de que el concreto está endurecido).
Álcalis (Na₂O+K₂O)	Normalmente están combinados con los constituyentes mayores, sin embargo pueden reaccionar con la sílice activa de cierto tipo de agregados generando fenómenos de expansión. Los álcalis también pueden aumentar la resistencia a la compresión durante los primeros 7 días pero tienden a disminuirla con el paso del tiempo. Un aumento en el contenido de álcalis puede derivar en el incremento de la retracción por secado (fisuramiento).
Cal libre CaO	Si es mayor al 2% en edades tardías puede generar fenómenos expansivos por hidratación secundaria.
Pérdida al fuego Pf	Representa el porcentaje de peso perdido en una muestra de cemento tras ser quemada a 1000°C. Pérdidas al fuego mayores del 5% indican problemas de calidad y bajas resistencias a la compresión en edades tempranas.
Residuo insoluble RI	Su porcentaje se determina mediante pruebas químicas, al disolver una muestra de cemento en ácido clorhídrico concentrado. Los remanentes de este ensayo son inertes y su presencia está limitada por las normas técnicas.

- Agregados: Materiales pétreos de origen natural (rocas) principalmente, considerados inertes (no reaccionan con los demás componentes del concreto), unidos por medio de la pasta de cemento, (Matallana, 2006).
- Mortero: Mezcla de agua, cemento y agregados finos, tamaño arena.
- Concreto: Mezcla de agua, cemento, agregado fino (arena), agregado grueso (grava), aditivos y adiciones según el diseño de mezcla. Este material en estado fresco es trabajable (se puede moldear), y en estado endurecido puede soportar grandes resistencias y durar en el tiempo.
- Relación agua/cemento (A/C): Se refiere a la cantidad de agua requerida para reaccionar (hidratar) con determinado peso de cemento. Está directamente relacionada con la resistencia del concreto, a mayores relaciones agua/cemento se obtienen menores resistencias a la compresión.
- Curado: Ha sido definido por el American Concrete Institute (ACI) como *“el proceso de mantener un contenido de humedad satisfactorio y una temperatura favorable en el concreto durante la hidratación de los minerales cementantes, de manera que se desarrollen en el concreto las propiedades deseadas”* (ACI, 2016).

2.2 Antecedentes históricos

Desde hace miles de años han sido utilizados los materiales cementantes para la construcción. La evidencia más antigua data de 5600 A.C, en Lepenski Vir, ribera del Danubio (antes Yugoslavia, hoy Serbia), donde se encuentran pisos de chozas en un pueblo de la Edad de Piedra. En Egipto, en 2690 A.C, durante la construcción de las pirámides de Giza se utilizó un mortero hecho de yeso calcinado impuro y arena para unir los bloques (Alfonso Montejó, 2013). Allí también se encuentra la referencia gráfica más antigua, en un mural en Tebas (Egipto) que data del 1950 A.C, donde se muestran varias etapas de la manufacturación de morteros (Gómez, 1994).

Los romanos elaboraron el primer concreto de la historia, utilizando caliza calcinada, cal, agua, arena y roca triturada ó ladrillos rotos. Para la construcción bajo el agua, unieron

cal y ceniza volcánica. La sílice activa y la alúmina en la ceniza combinada con la cal, produjo lo que se conoce como cemento puzolánico, nombrado así por el pueblo Pozzuoli, cerca al Vesubio, donde se encontró la ceniza volcánica. (Neville, Properties of Concrete. 5th Edition, 2011).

En 1756, John Smeaton, descubrió que el mejor mortero se conseguía cuando se mezclaba puzolana con un porcentaje considerable de material arcilloso. Smeaton fue el primero en entender las propiedades químicas de la cal hidráulica (material obtenido al hacer una mezcla de cal y arcilla y posteriormente calcinarla).

James Parker, en 1796, obtuvo una patente para un cemento hidráulico natural, llamado “Cemento Parker”, muy semejante al “cemento romano”, lo logró al calcinar nódulos de caliza arcillosa en un horno hasta que el CO_2 se liberara. La temperatura utilizada era mucho menor que la necesaria para la clinkerización (Neville, Properties of Concrete. 5th Edition, 2011), este material es el antecesor del “cemento Portland”, término que fue acuñado y patentado en 1824 por Joseph Aspdin, un albañil de Leeds, Inglaterra (Popovics, 1992).

En 1845, Isaac Johnson perfeccionó la elaboración del cemento, al quemar caliza y arcilla a elevadas temperaturas hasta formar *clinker*, material que posteriormente es pulverizado y adicionado con yeso, y que al mezclarse con agua genera un compuesto fuertemente cementante. A partir de estos experimentos, se inició a pequeña escala, la producción de cemento Portland en Europa. Fue hasta 1900, con la invención de horno rotatorio, el molino tubular y la influencia de M. Michaelis, que se logró obtener una fórmula para la producción uniforme de cemento de manera que este pudiese ser usado en la industria de la construcción (Popovics, 1992).

A lo largo de la historia, la cantidad y calidad de cemento producido ha aumentado y mejorado considerablemente, gracias a la *tecnología del concreto*, disciplina que se ocupa del estudio de las materias primas, del desarrollo de mejoras al proceso de producción, del entendimiento del comportamiento del material tanto mecánica como químicamente, entre otros. Todo esto articulado con la implementación de distintas herramientas de análisis y con el desarrollo de diferentes ensayos de caracterización.

En la historia de la tecnología del concreto, la petrografía ha sido una herramienta trascendental, especialmente en cuanto al estudio de la mineralogía y microestructura del material. Los aportes de esta técnica se remontan a hace aproximadamente 145 años, cuando LeChatelier utilizó por primera vez el microscopio de luz polarizada para analizar clinker de cemento Portland. Luego, en 1887, Törnebohm usó la microscopía en el clinker para determinar las fases minerales: alita, belita, celita y felita junto con una fase vítrea intersticial. En 1915, Johnson realizó el primer estudio sobre secciones pulidas con luz reflejada. En 1954 se publicó la norma ASTM C295 referente a la petrografía de agregados, seguida en 1960 por la ASTM C457, norma para la determinación microscópica de vacíos en concreto endurecido mediante el método de conteo de puntos. En 1967, Gunner Idorns demostró la importancia del análisis de secciones delgadas en el estudio de las patologías del concreto. En 1972 fue introducida la microscopía de fluorescencia por Romer y Dubrolubov. En 1977 se publicó la norma ASTM C856 (petrografía de concreto), y en 2002 la ASTM C1324 para petrografía de morteros (Jana, Concrete Petrography - Past, present and future., 2005).

La petrografía del concreto hace referencia a la evaluación y descripción del concreto endurecido utilizando las técnicas de la petrografía convencional (French, 1991). Los desarrollos tecnológicos contemporáneos han ampliado la variedad y los tipos de cemento y concreto disponibles para la construcción, mientras que el uso de aditivos y adiciones para cemento ha aumentado el rango de aplicaciones del concreto en la ingeniería civil. La investigación de la mineralogía y las propiedades de todos estos materiales son objeto de estudio de esta rama de investigación (Alan B. Poole, 2016).

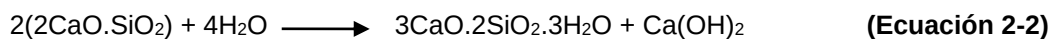
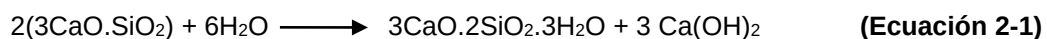
Actualmente, sus aplicaciones en la industria de la construcción son múltiples y giran en torno a la caracterización, evaluación, control de calidad y patología de los materiales (Jana, 2005).

2.3 Hidratación del cemento

“La hidratación se entiende como la reacción entre un compuesto anhidro y agua, generando un nuevo compuesto: un hidrato. En la química del cemento se refiere a la reacción de un cemento no hidratado o uno de sus constituyentes con agua, con sus correspondientes cambios químicos y físicomecánicos, en particular el fraguado y endurecimiento” (Hewlett, 2004).

El cemento inicia su hidratación al contacto con la humedad del ambiente, generando una capa de hidratos alrededor de sus partículas, no obstante, para una hidratación completa es necesario calcular el volumen del agua de hidratación a partir del peso del cemento a hidratar, este cociente se conoce como la relación agua/cemento. Esta relación afecta la reología de la mezcla, el proceso de hidratación y las propiedades del producto hidratado, cuando el cemento es maleable exhibe una consistencia de pasta y se denomina “estado fresco” (Hewlett, 2004). Durante las primeras horas de hidratación se desencadenan distintas fases y estadios de hidratación, para una revisión detallada de estas etapas se recomienda consultar el artículo de Karen Scrivener (2015): *Advances in understanding the hydration of Portland Cement*.

Explicado de manera general, el proceso de hidratación ocurre cuando las moléculas de agua (H_2O) reaccionan con las moléculas de alita ($3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$) y belita ($2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$) presentes en el cemento. Allí, dos moléculas de alita reaccionan con seis de agua formando tres de gel C-S-H ($\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) y tres de portlandita ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) (Ver Ecuación 2-1); y dos moléculas de belita reaccionan con cuatro de agua formando tres de gel C-S-H y una de portlandita (Ver Ecuación 2-2).

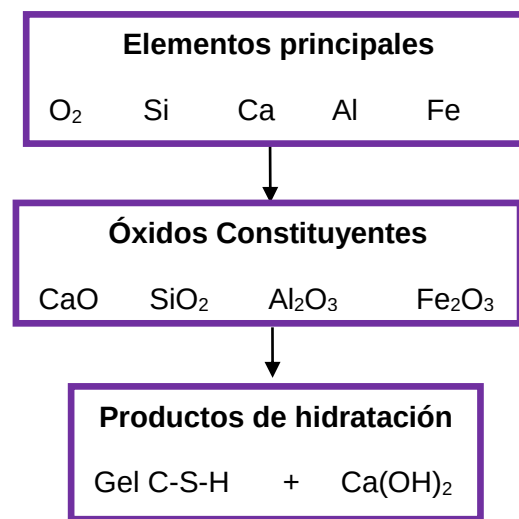


Este conjunto de reacciones explica porque el principal producto de hidratación es el gel C-S-H y en segundo lugar la portlandita. En términos estequiométricos la relación molar entre el CaO/SiO_2 en el gel C-S-H siempre es menor que en el silicato tricálcico (alita) (Hewlett, 2004).

La mayoría de cementos contienen entre 50% y 80% de C_3S (alita) por lo cual la mayoría de estudios se concentran en las reacciones de esta fase. La reacción del C_2S (belita) sólo es significativa después de 10 días o más (Karen Scrivener, 2015).

A medida que la hidratación progresa, tras 8 horas -aproximadamente-, la pasta en estado fresco empieza a fraguar (pierde progresivamente su plasticidad a medida que avanza a un estado sólido) hasta que finalmente se endurece y se convierte en “pasta de cemento endurecida”; en este estado, si aún hay agua y espacio disponible para los productos hidratados, la hidratación puede continuar hasta los 28 días. La **Figura 2-1** corresponde a un esquema que ejemplifica el proceso de formación e hidratación del cemento.

Figura 2-1 Representación esquemática de la formación e hidratación del cemento Portland. Modificado de (Neville, Properties of Concrete. 5th Edition, 2011)



2.4 Estudios sobre la influencia del curado en el concreto.

El objetivo del curado es mantener el concreto saturado en agua, específicamente en los poros capilares, ya que es en esos espacios donde el proceso de hidratación puede continuar una vez el concreto ha empezado a endurecerse.

La hidratación sólo ocurre en condiciones de saturación ó cuando la humedad relativa es mayor al 80%, por ello es fundamental evitar la pérdida de agua por exudación o por

evaporación durante el proceso (Neville, Properties of Concrete. 5th Edition, 2011). El porcentaje de agua en el concreto es muy sensible a cambios ambientales, por ejemplo, es posible perder agua por evaporación cuando la temperatura del concreto es distinta a la del aire, ó cuando hay corrientes continuas de viento chocando contra las estructuras. La influencia del curado se ve reflejada principalmente en las propiedades exteriores de un elemento de concreto. En 1988, Parrot reportó que el espesor afectado puede variar entre 7mm hasta 33mm en concretos con relación agua/cemento (A/C) de 0,59 a 20°C. Por otro lado, también han sido referenciadas variaciones en la resistencia a la compresión y tensión de elementos pequeños de concreto (Neville, Properties of Concrete. 5th Edition, 2011).

Existen dos tipos de curado: el externo y el interno. El primero se refiere a las condiciones de humedad externas a la muestra y el segundo a la posibilidad de introducir agua en el concreto, por ejemplo mediante agregados ligeros húmedos. Teniendo en cuenta que el objeto principal de esta investigación es la identificación de características petrográficas asociadas al curado externo, la discusión se realizará sobre él.

Hay dos formas de realizar el curado externo: Una, mediante curado húmedo; sumergiendo completamente el elemento en agua o recubriéndolo con materiales húmedos, asegurando de esta manera que la superficie se encuentre en contacto permanente con el agua. Otra, por medio de membranas, lo que equivale a un método barrera que no permite la pérdida ó el ingreso de agua en el sistema, dentro de esta categoría se encuentran los compuestos curadores (Konstantin Kovler, 2005).

El efecto del curado ha sido objeto principal de múltiples investigaciones en todo el mundo, con diferentes aproximaciones; Hover en 2011, hizo una revisión sobre la influencia del agua en el desempeño del concreto, allí incluyó factores como hidratación, porosidad, permeabilidad, resistencia y curado. El curado es esencial para el óptimo desarrollo de la hidratación, debido a que: disminuye la porosidad, aumenta la permeabilidad y por tanto, mejora las resistencias mecánicas del material. El autor resalta que el curado es especialmente importante para mezclas de alta resistencia con bajas relaciones agua/cemento.

Raheem, en 2013, estudió la influencia del curado sobre la densidad y resistencia a la compresión del concreto, para ello realizaron mezclas de concreto con relación agua/cemento de 0,65 y emplearon seis tipos distintos de curado: aire, inmersión, pulverización, polietileno, arena humedecida y sacos de yute húmedos. La investigación concluyó que el concreto curado con arena húmeda presentó las mayores resistencias en contraste con el concreto curado al aire que obtuvo las peores (pérdidas del 15% en resistencia).

López en 2014, evaluó la resistencia a la compresión de mezclas de concreto con distintos porcentajes de reemplazamiento de agregado reciclado, sometidas a dos *tipos de curado*: ambiente y en condiciones estándar (20°C y 95% de humedad relativa), los resultados obtenidos demostraron que las muestras curadas al aire perdieron hasta el 20% de su resistencia al compararlas con las muestras bajo curado estándar.

En 2013, Chen, analizó mediante porosimetría por inyección de mercurio, la influencia del *tiempo* de curado y de la relación agua/cemento sobre los modelos de distribución de tamaños de poros de morteros. Las muestras fueron curadas por inmersión a 20°C y 60% de humedad relativa. Los autores encontraron que a mayor tiempo de curado, mayor grado de hidratación. En 2017, Da, investigó las propiedades mecánicas del concreto mediante ensayos de compresión triaxial, evaluando la misma variable (*tiempo* de curado) pero en muestras curadas en agua saturada con cal a 20°C. Reportaron que la resistencia a la compresión no sólo depende del tiempo de curado sino también de la presión de confinamiento del ensayo triaxial.

La importancia de un buen curado también se ha identificado microestructuralmente. Por ejemplo; Zhang et al, 2005, determinaron la calidad de concreto curado en climas tropicales a través de la evaluación petrográfica de diferentes parámetros. Utilizaron secciones delgadas de mezclas de concreto con diferentes tiempos y tipos de curado (20°C y 30°C, curadas por 7 días en inmersión y luego al aire ó curadas durante 28 días en inmersión) realizaron conteos puntuales de clinker anhidro, enfocados a la estimación de la relación agua/cemento y al contenido de cemento. Allí, como conclusiones adjuntas al objetivo de la investigación, se obtuvo que el contenido de clinker anhidro de muestras curadas durante 3 a 7 días a 20°C, puede correlacionarse con la relación agua/cemento inicial de la mezcla, sin embargo, esta semejanza se pierde en muestras curadas por

más de 7 días. También reportaron que al utilizar la microscopía de fluorescencia para el estudio de la porosidad capilar, no se evidenciaron diferencias significativas en los tipos de curados utilizados.

Elkhadiri y su equipo en 2009, investigaron el efecto de la *temperatura* del curado en la hidratación de cemento. Este estudio empleó; difracción de rayos X (DRX), espectroscopia Infrarroja transformadas de Fourier (FTIR), microscopia electrónica de barrido mediante electrones retrodispersados (BSE-SEM) con análisis de energía dispersada de rayos X (EDEX) y resonancia magnética nuclear (MAS NMR), para caracterizar a temperaturas desde 4°C hasta 85°C, el proceso de hidratación y sus implicaciones en la microestructura; concluyeron que la temperatura de curado acelera la hidratación temprana, alcanzando altas resistencias a edades tempranas, sin embargo, a edades tardías, las temperaturas elevadas (85°C) generan disminuciones en la resistencia. Microestructuralmente, la temperatura de curado influye en la longitud de las cadenas de gel C-S-H formadas, siendo más extensas a mayor temperatura, estos resultados fueron obtenidos por MAS NMR.

Finalmente, Xue et al, en 2015, compararon el efecto del curado en agua, aire y de cuatro compuestos curadores en las propiedades mecánicas y microestructurales de muestras de concreto. Las propiedades mecánicas medidas fueron compresión, flexión, retracción al secado, impermeabilidad y resistencia al fisuramiento, por medio de ensayos físicos. La microestructura se analizó con DRX y SEM. Entre las conclusiones se destaca que: 1) mecánicamente, el curado que mejor comportamiento presentó fue húmedo por inmersión y el peor fue el curado al aire; 2) mediante DRX se determinó que los compuestos curadores promueven la hidratación del cemento, originando una microestructura compacta de productos de hidratación; 3) las imágenes SEM permitieron observar que las muestras curadas al aire presentan mayor porosidad, mientras que las de los compuestos curadores ó agua tienen una estructura más densa con pocos microporos.

Esencialmente, la investigación del curado se ha concentrado en la caracterización de las propiedades mecánicas y químicas de los concretos, con algunos acercamientos a la evaluación de la influencia de este sobre la microestructura. No obstante, estos estudios han utilizado técnicas electrónicas y moleculares principalmente, las cuales proveen

mucha información pero al ser tan detalladas limitan considerablemente la posibilidad de hacer caracterizaciones ópticas cuantitativas, porque por ejemplo, realizar un conteo en malla en SEM requiere tiempo, reactivos químicos, además de múltiples calibraciones del equipo.

La petrografía no ha sido una herramienta recurrente en la evaluación de la influencia del curado en concreto, a pesar de ser una técnica relativamente económica, de fácil uso y accesibilidad, que además brinda la posibilidad de observar en un contexto microscópico amplio, la relación composicional y textural entre los distintos componentes de la pasta de cemento y del concreto. Asimismo, es un punto intermedio recomendable entre los ensayos físicos y los electrónicos y moleculares, al ofrecer un panorama general de las distintas reacciones que ocurren en el material, antes de analizarlas en detalle; es decir, entender primero los rasgos micro antes de sumergirse en lo nano.

Este proyecto pretende disminuir esa brecha en el conocimiento, a través de la identificación de las características petrográficas más representativas del curado por inmersión y del curado al aire, los cuales han sido descritos en investigaciones anteriores como el mejor y el peor tipo de curado, respectivamente

3. Metodología

Se desarrolló un programa experimental de caracterización dividido en dos etapas complementarias:

- Evaluación de propiedades físicas y mecánicas en el Laboratorio de Materiales de Ingeniería de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá.
- Caracterización petrográfica utilizando microscopía óptica.

Las características microscópicas están íntimamente ligadas con las propiedades mecánicas que presentan los materiales, pues éstas dependen de su microestructura. Por ello es fundamental caracterizar tanto física y mecánicamente como petrográficamente los materiales para alcanzar un conocimiento más amplio de ellos y poder determinar la influencia que tiene la variación del tipo de curado sobre estos.

Cemento Portland puro (sin adiciones ni aditivos) fue utilizado para la elaboración tanto de pastas como de morteros, y como agregado fino se usó arena de Ottawa (estandarizada internacionalmente según la norma ASTM 778 (ASTM International, 2000)).

Se realizaron ensayos de caracterización física y mecánica para el polvo de cemento, la arena de Ottawa, las pastas de cemento y morteros.

Tras fundir las mezclas con distintas relaciones agua/cemento y ser curadas en inmersión y a condición ambiente durante 7 y 28 días, se elaboraron 48 secciones delgadas.

Por medio de la caracterización petrográfica se identificaron microscópicamente los componentes de las pastas y morteros gracias a sus propiedades ópticas.

Los parámetros petrográficos utilizados para la caracterización de los materiales e identificación de la influencia del curado fueron: conteo puntual de minerales de cemento, granos de clinker residual, gel C-S-H, portlandita y poros, en conjunto con la variación del tamaño de dichos componentes (cambios texturales), parámetros identificados y empleados en investigaciones realizadas en Europa para la estimación de la relación agua/cemento (Neville, Concrete. Neville's Insights and Issues, 2006).

Finalmente, con ayuda de distintos análisis estadísticos se evaluaron los resultados y se obtuvieron los valores porcentuales composicionales, la dispersión y función de distribución estadística de los tamaños de los distintos constituyentes, para cada material estudiado.

La secuencia de las actividades se explica con mayor detalle a continuación:

Recopilación y análisis de referencias bibliográficas.

Durante todo el desarrollo del proyecto se realizó continuamente, una revisión bibliográfica detallada de la mayor cantidad de artículos y libros pertinentes, profundizando de esta manera en los conocimientos necesarios para la evaluación de parámetros petrográficos y de la microestructura de los cementos y morteros estudiados.

Selección de materias primas para análisis.

Para la selección del cemento se contactaron distintas empresas cementeras. Se obtuvo respuesta positiva de una, la cual prefiere no ser identificada, y con este cemento Portland sin adiciones ni aditivos, compuesto esencialmente por caliza y yeso, se procedió a trabajar. La composición química se presenta en la **Tabla 3-1**

Se utilizó como agregado fino un bulto de 50Lb de arena de Ottawa, estandarizada de acuerdo a la ASTM-778.

Como agua de mezcla y curado se utilizó el agua de la Universidad Nacional

Tabla 3-1 Composición química Cemento Portland

Constituyentes	Cemento Portland (%)
SiO ₂	20,47
Al ₂ O ₃	5,09
Fe ₂ O ₃	4,24
CaO	64,73
MgO	1,74
Na ₂ O	0,21
K ₂ O	0,22
SO ₃	2,22
P.I	0,77
Cal libre	0,97

Evaluación de propiedades físicas y mecánicas.

Esta etapa se realizó en el laboratorio de materiales del departamento de Ingeniería Civil y Agrícola, de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, siguiendo las normas ASTM vigentes para cada ensayo.

Al polvo de cemento se le realizaron ensayos de determinación de densidad (norma ASTM-C188) y de finura por medio del aparato de Blaine (norma ASTM-C204).

A la arena de Ottawa se le realizaron los siguientes análisis; determinación de la granulometría (norma ASTM-C778), de contenido de impurezas orgánicas (norma ASTM C-40) y de densidad y absorción (norma ASTM-C128).

A la pasta de cemento se le determinó inicialmente la consistencia normal según la norma ASTM C-187, cuyo valor representa la cantidad de agua necesaria para una consistencia óptima de la mezcla. También se midió el calor de hidratación (ASTM-C186), tiempo de fraguado (ASTM-C191) y resistencia a la compresión (ASTM C-109).

A los morteros se les midió la fluidez (ASTM C-230) y la resistencia a la compresión (ASTM C-109).

Diseño de mezclas.

Con el resultado de la consistencia normal en pastas y el de fluidez en morteros, se variaron las relaciones agua/cemento (A/C), asegurando tanto la trabajabilidad del material como la representatividad de la mezcla.

Elaboración de cubos y probetas.

Una vez definidas las mezclas, se fundieron probetas y cubos de pastas y morteros. Se manejaron dos tipos de curado y tres relaciones agua/cemento (A/C) en cada material. Los curados seleccionados fueron a condición ambiente del laboratorio y húmedo en inmersión, de acuerdo con los resultados reportados por (Bin Xue, 2015); estos tipos de curado corresponden al peor y al mejor, respectivamente, según las resistencias mecánicas obtenidas.

Las muestras fueron fundidas en moldes de hierro, de acuerdo a la norma ASTM C109 y se mantuvieron en un lugar aireado, cubiertas con vinipel durante 24 ± 1 horas, después fueron retiradas de los moldes y trasladadas a una habitación de curado estándar a $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$ con una humedad relativa (HR) de 65%, allí la mitad de las muestras se mantuvieron sumergidas en una piscina y la otra mitad al aire.

Las relaciones A/C utilizadas fueron 0,26, 0,27 y 0,29 para pastas y 0,485, 0,51 y 0,55 para morteros.

Elaboración de secciones delgadas.

Se seleccionaron las muestras de acuerdo con los tiempos de curado. Tanto para pastas como para morteros se hicieron a los 7 y 28 días después de haberlas fundido. Se escogieron estos tiempos porque estos materiales empiezan a reflejar sus propiedades físicas y mecánicas a los 7 días, mientras que a los 28 ya las han desarrollado casi en su totalidad.

De cada material (pastas de cemento y morteros) se hicieron 24 secciones delgadas, como se muestra en las **Tablas 3-2 y 3-3**.

A los 28 días se elaboraron más secciones delgadas (3 por muestra) con el objetivo de tener más representatividad sobre los resultados e identificar diferencias entre la hidratación del cemento en los distintos tiempos y tipos de curado.

Tabla 3-2 Cantidad de secciones delgadas por muestras para petrografía de pastas de cemento.

Tiempo de curado	Tipo de curado	Relación A/C		
		0,26	0,27	0,29
7 días	Ambiente	1	1	1
28 días		3	3	3
7 días	Inmersión	1	1	1
28 días		3	3	3

Tabla 3-3 Cantidad de secciones delgadas por muestras para petrografía de morteros.

Tiempo de curado	Tipo de curado	Relación A/C		
		0,485	0,51	0,55
7 días	Ambiente	1	1	1
28 días		3	3	3
7 días	Inmersión	1	1	1
28 días		3	3	3

Análisis microscópico de las muestras.

Se realizó la caracterización petrográfica de las 48 secciones elaboradas. La evaluación de los distintos parámetros petrográficos se ejecutó en esta etapa (identificación de las características petrográficas particulares de cada tipo de curado).

También se analizaron algunas secciones delgadas con Catodoluminiscencia, aunque la técnica no resultó ser conveniente para este estudio.

Se utilizó microscopía electrónica de barrido (SEM) para evaluar algunas secciones delgadas y fragmentos de pastas y morteros tras ser fallados a compresión a 28 días. Todas las muestras tuvieron recubrimiento de oro-paladio.

Evaluación de resultados.

Con los software R y Matlab, se analizaron estadísticamente los resultados obtenidos en la investigación. Se calcularon las variaciones composicionales porcentuales en cada mezcla, a diferente tiempo y tipo de curado, además de la dispersión y funciones de distribución para los tamaños de los diferentes minerales medidos.

Además se identificaron las incertidumbres presentes, la aplicabilidad de la técnica y las perspectivas para investigaciones futuras.

Reuniones con el director.

En el desarrollo del presente trabajo de investigación se realizaron reuniones cada dos semanas, de dos horas de duración, para la evaluación y seguimiento de las diferentes actividades propuestas en el transcurso de la investigación.

4. Caracterización física de los materiales.

En el laboratorio de materiales del departamento de Ingeniería Civil y Agrícola se realizaron los ensayos de caracterización al polvo de cemento, a la arena de Ottawa, a la pasta de cemento y a los morteros de acuerdo con las últimas versiones de las normas ASTM correspondientes.

4.1 Polvo de cemento

Se hicieron los ensayos de densidad (ASTM-C188) (ASTM International, 2015) y finura por medio del aparato de Blaine (ASTM-C204) (ASTM International, 2016), de la siguiente manera:

Densidad (ASTM International, 2015). En este ensayo, se introducen 64g de cemento en un frasco de Le Chatelier con un volumen inicial fijo de kerosene, como se muestra en la **Figura 4-1**.

Para calcular la densidad se mide el volumen final del líquido y se utiliza la Ecuación 4-1:

$$\rho = \frac{\text{Masa del cemento (g)}}{\text{Volumen desplazado (ml)}} \quad (\text{Ecuación 4-1})$$

Los resultados obtenidos para dos repeticiones fueron: 3,208 g/ml y 3,200 g/ml, valores que indican que es un cemento sin adiciones.



Figura 4-1 Ensayo de densidad. Se observa el frasco de Le Chatelier con kerosene y la manera en que se introduce el cemento.

Finura (ASTM International, 2016), este ensayo se realizó con el aparato de Blaine (**Figura 4-2**), el cual está provisto de una pera que bombea aire hacia una columna de aceite mineral que a su vez desplaza una columna de aire, la cual pasa a través de una capa de cemento con porosidad definida, donde la cantidad y tamaño de los poros controlan la velocidad del flujo de aire (ASTM International, 2016). Se toma el tiempo que tarda dicho líquido en pasar del segundo al tercer menisco del aparato.



Figura 4-2 Aparato de Blaine

La norma ASTM C204 establece que para el cálculo de finura debe utilizarse la Ecuación 4-2

$$S = \frac{S_s \rho_s (b_s - \varepsilon_s) \sqrt{\eta_s} \sqrt{\varepsilon_s^3} \sqrt{T}}{\rho (b - \varepsilon) \sqrt{\varepsilon_s^3} \sqrt{T_s} \sqrt{\eta}} \quad \text{(Ecuación 4-2)}$$

Donde

S = Superficie específica de la muestra en $\frac{m^2}{kg}$

S_s = Superficie específica de una muestra patrón utilizada en la calibración del equipo en $\frac{m^2}{kg}$

T = Intervalo de tiempo para la muestra del ensayo medido en segundos (s).

T_s = Intervalo de tiempo para la muestra patrón usada en la calibración del equipo medido en segundos (s).

η = Viscosidad del aire en segundos de micro pascuales $\mu Pa.s$ a la temperatura del ensayo de la muestra.

η_s = Viscosidad del aire en segundos de micro pascuales $\mu Pa.s$ a la temperatura del ensayo, de la muestra patrón.

ε = Porosidad del lecho para la muestra de ensayo.

ε_s = Porosidad del lecho para la muestra patrón.

ρ = Densidad de la muestra del ensayo.

ρ_s = Densidad de la muestra patrón usada en la calibración del aparato.

b = constante específicamente apropiada para la muestra a ensayar, para cemento hidráulico usualmente es 0,9.

$b_s = 0,9$, constante apropiada para la muestra estándar.

Dado que la porosidad del lecho de la muestra patrón es la misma usada para la muestra del ensayo, la ecuación puede simplificarse (Ecuación 4-3).

$$S = \frac{S_s \rho_s \sqrt{\eta_s} \sqrt{T}}{\rho \sqrt{T_s} \sqrt{\eta}} \quad \text{(Ecuación 4-3)}$$

Finalmente, $\frac{S_s \rho_s \sqrt{\eta_s}}{\sqrt{T_s}}$ son variables de calibración de la muestra patrón (k), las cuales, para el aparato de Blaine del Laboratorio de Estructuras son iguales a 17,2.

Por lo tanto, la finura puede calcularse mediante la Ecuación 4-4

$$S = \frac{k \sqrt{T}}{\rho \sqrt{\eta}} \quad \text{(Ecuación 4-4)}$$

Donde

S = Superficie específica de la muestra en $\frac{m^2}{kg}$

$k = 17,2$. Constante de calibración del equipo

T = Intervalo de tiempo para la muestra del ensayo medido en segundos (s).

ρ = Densidad del cemento

η = Viscosidad del aire a 20°C

Se hicieron cuatro mediciones de la superficie específica cuyos resultados fueron: 3796,273 cm²/g, 3682,136 cm²/g, 3680 cm²/g y 3708,5 cm²/g. En promedio, la superficie específica del cemento es: 3716,727 cm²/g.

4.2 Arena de Ottawa

Se realizaron ensayos de: granulometría (ASTM-C778) (ASTM International, 2000), impurezas por materia orgánica (ASTM-C40) (ASTM International, 2011) y densidad y absorción (ASTM-C128) (ASTM International, 2015).

Granulometría (ASTM International, 2000), el objetivo es determinar la distribución de los tamaños de las partículas de los agregados finos y gruesos por medio de tamices con diferentes mallas, los cuales contribuyen a la separación de éstas. En este caso, por ser

únicamente agregado fino, se utilizaron los tamices # 4, 16, 30, 50, 100 y fondo, organizados en ese orden, siendo el #4, el tamiz superior por ser la malla de mayor abertura, es decir el agregado más grueso.

La muestra de arena (1000g) se colocó en la parte superior y se sometió a vibración para realizar el tamizaje (**Figura 4-3**). Una vez terminada esta fase, se pesó individualmente la cantidad de arena retenida en cada tamiz. Cada peso retenido y acumulado se expresa en términos de porcentaje, para hallar la curva granulométrica de la muestra (**Figura 4-4**).



Figura 4-3 Tamizadora y tamices empleados para realizar la granulometría del agregado fino.

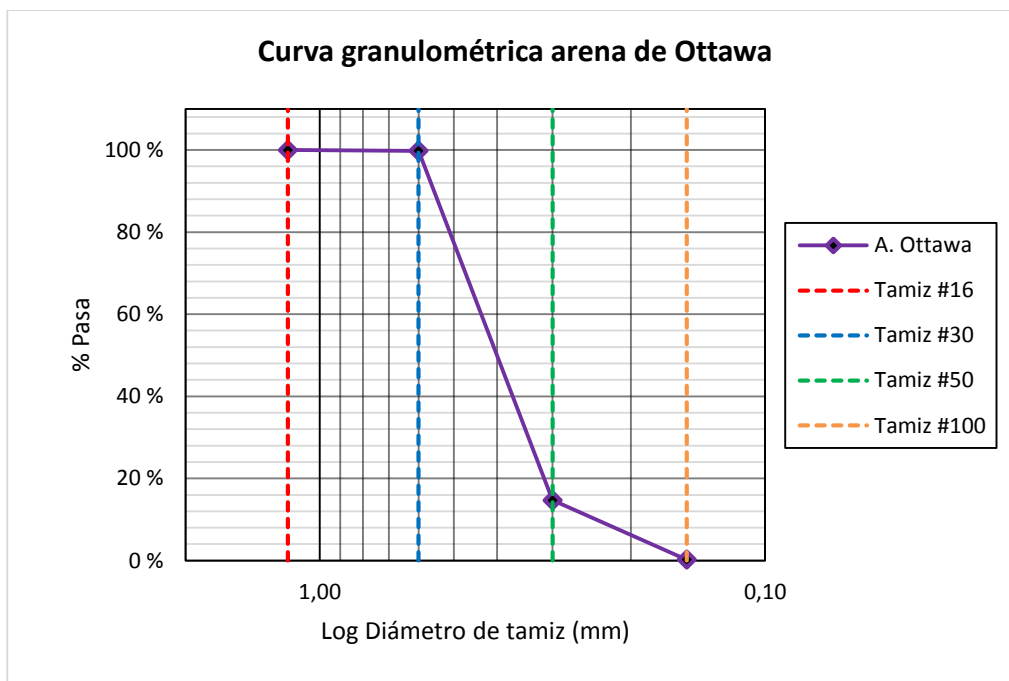
En la **Tabla 4-1** se presentan los resultados de la determinación granulométrica para la muestra de agregado fino, la columna que se grafica es la correspondiente al porcentaje de agregado que pasa de un tamiz a otro.

Tabla 4-1 Granulometría de la arena de Ottawa.

GRANULOMETRÍA					
# Tamiz	Abertura (mm)	Peso Retenido (g)	% Retenido	% Retenido Acumulado	% Pasa
4	4,75	0	0	0	100
16	1,18	0	0	0	100
30	0,60	2,10	0,21	0,21	99,79
50	0,30	850,80	85,10	85,31	14,69
100	0,15	144,50	14,45	99,76	0,24
Fondo	0,00	2,40	0,24	100,00	0,00

Al comparar los resultados obtenidos con los de la norma (ASTM International, 2014), la única diferencia en cuanto a la gradación estándar de la arena está en el tamiz 50, donde debería pasar entre el 16% y 30% y aquí pasa aproximadamente el 15%, este 1% corresponde al error del ensayo que es de $\pm 2\%$.

Se concluye que se trata de un agregado de grano fino intermedio y cumple con la gradación exigida por la norma.

**Figura 4-4** Curva granulométrica de la arena de Ottawa.

Contenido de materia orgánica (ASTM International, 2011), este ensayo tiene por objeto detectar la presencia de materia orgánica en agregados finos, la cual es perjudicial.

En un recipiente de vidrio se colocaron 450g de arena de Ottawa, mezclados con hidróxido de sodio al 3%, hasta llegar a un nivel máximo de 200ml, se dejó reposar durante 24 horas. Luego, se comparó el color del líquido con una paleta de vidrio de distintos colores, que corresponden a distintos porcentajes de materia orgánica. Finalmente, se registró el color más parecido al del líquido sobrenadante del recipiente.

Para la muestra analizada el contenido de materia orgánica determinada fue nulo. No hubo cambio en la coloración del hidróxido, de acuerdo con la norma se reporta como similar al color No1.

Densidad y absorción (ASTM International, 2015), por medio de este ensayo se obtiene la densidad y absorción de una muestra de arena saturada y superficialmente seca (estado sss).

Lo primero que se obtiene es el punto sss (triple s), para esto se saturó la arena durante 24 horas en agua y posteriormente se colocó en un horno a temperatura constante (25°C) para secarla lentamente, durante dos días. Cada día se revisó el estado de humedad con el cono de absorción (**Figura 4-5**).

Para verificar si la arena está en el punto triple s debe llenarse el cono con ella y comprimirla con 25 golpes leves del pisón; si cuando se retira el cono la arena mantiene la forma del cono, quiere decir que aún conserva humedad superficial, mientras que, si al retirar el cono, la arena lentamente se disgrega, es porque se encuentra saturada y superficialmente seca (punto sss).



Figura 4-5 a) Cono de absorción de arenas con pisón. **b)** Cono lleno con arena saturada.

Una vez se alcanzó el estado sss, con él se calculó la densidad aparente ($D_s(sss)$) así:

Se pesó una alícuota inicial (W_i) de arena saturada y superficialmente seca.

Se llenó parcialmente una probeta, estableciendo su volumen inicial (V_i), a este volumen de agua se le agregó la muestra de agregado fino, se agitó para cubrir todos los vacíos y se midió el volumen final (V_f) en la probeta.

Finalmente, se calculó la densidad aparente en estado sss, con la Ecuación 4-5:

$$D_s(sss) = \frac{W_i}{V_f - V_i} \quad \text{(Ecuación 4-5)}$$

Para la absorción, se tomó una muestra inicial, en estado sss (W_i) y se colocó en un horno (25°C) hasta alcanzar un estado seco (W_f). La absorción se calculó de acuerdo con la Ecuación 4-6, descrita en la norma ASTM-C128:

$$\text{Absorción \%} = \frac{W_i - W_f}{W_f} * 100 \quad \text{(Ecuación 4-6)}$$

En la **Tabla 4-2** se presenta el valor de la densidad ($D_{s(sss)}$), calculado con la Ecuación 4-5

Tabla 4-2 Densidad aparente $D_s(sss)$ de la arena de Ottawa.

DENSIDAD (sss)	
W_i (g)	300
V_i (cm ³)	90
V_f (cm ³)	204
$D_{s(sss)}$ (g/cm ³)	2,63

El valor de densidad hallado corresponde con el esperado para la arena de Ottawa, cuyos valores comunes están entre 2,6 y 2,7 (g/cm³).

La absorción de la arena de Ottawa obtenida utilizando la ecuación 4-6, es de 0,1% (ver **Tabla 4-3**). De hecho, al ser una arena estandarizada es posible que la absorción sea 0, y el 0,1% obtenido corresponda al margen de error del ensayo.

Tabla 4-3 Absorción de la arena de Ottawa.

ESTADO SSS	
Masa Inicial (g)	300
Masa Final (g)	299,7
Absorción (%)	0,1

4.3 Pasta de cemento

Se realizaron los ensayos de: consistencia normal según la norma ASTM C-187, (ASTM International, 2011) y tiempo de fraguado (norma ASTM-C191) (ASTM International, 2013).

La **consistencia normal** (ASTM International, 2011) se refiere a la cantidad de agua necesaria para que la pasta de cemento alcance una fluidez y plasticidad óptima, se realizan varias mezclas de cemento en distintos moldes, utilizando para cada mezcla 500g de cemento y variando la cantidad de agua, hasta encontrar la mezcla en la cual el émbolo del aparato de Vicat penetre 10mm tras 30s de haber terminado la fundición del molde.

Para el cemento utilizado, la consistencia normal se obtuvo al mezclar 135g de agua con 500g de cemento, es decir: $135\text{g}/500\text{g} = 0,27$.

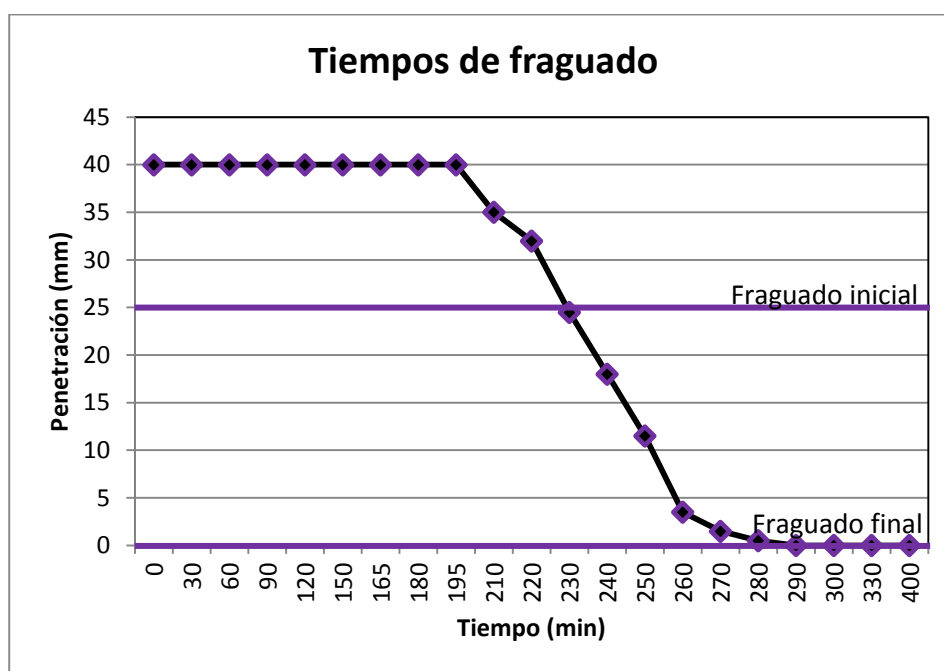
Tiempos de fraguado (ASTM International, 2013), para este ensayo se tomó el resultado obtenido en la consistencia normal y se preparó una mezcla con 650g de cemento, se colocó en un molde y se midió, cada 30min, la penetración de la aguja del aparato de Vicat en la mezcla. El tiempo de fraguado inicial se toma cuando la aguja penetra 25mm y el tiempo final cuando ya no deja marca sobre la superficie de la pasta de cemento (Ver **Tabla 4-4** y **Figura 4-6**).

Tabla 4-4 Datos de penetración de la aguja de Vicat en función del tiempo.

Tiempo (min)	0	30	60	120	150	165	180	195	210	220	230	240	250	260
Penetración (mm)	40	40	40	40	40	40	40	40	35	32	24,5	18	11,5	3,5

Tiempo (min)	270	280	290	300	330	400
Penetración (mm)	1,5	0,5	0	0	0	0

Hay que tener en cuenta que a pesar de que a los 290 minutos la aguja dejó de penetrar en la mezcla, aún dejaba marca sobre la superficie, sólo hasta los 400 minutos la superficie quedó ilesa y por ello ese es el tiempo de fraguado final.

**Figura 4-6** Curva de tiempos de fraguado.

Los tiempos de fraguados obtenidos fueron:

Tiempo de Vicat inicial: 229 min.

Tiempo de Vicat final: 400 min.

Calor de hidratación, este ensayo se realizó en una cámara semi adiabática elaborada en el Departamento de Ingeniería Civil y Agrícola de la Universidad Nacional de Colombia; adaptada y calibrada de acuerdo a la norma británica BSEG-196-9, capaz de registrar automáticamente la temperatura durante el proceso de endurecimiento de la pasta de cemento (Leal, 2011).

Para ello se mezclaron 500g de cemento con relación A/C de 0,27, y se repartieron en 3 vasos de icopor, marcados y pesados (M1, M2, M3). Cada vaso fue colocado en una celda con termocupla durante 24h. Las termocuplas están conectadas a un datalogger y son las encargadas de registrar el voltaje cada 5 minutos a medida que el cemento se hidrata.

El reporte de estos valores se obtiene en dos columnas de datos para cada celda: una con el tiempo transcurrido y otra con el voltaje.

Mediante la ecuación 4-7 se obtiene el valor de la temperatura en grados centígrados a partir del voltaje medido.

$$T (^{\circ}C) = (C1 \times 55,56) + 255,37 - 273,15 \quad \text{(Ecuación 4-7)}$$

Donde

C1 = Voltaje registrado por cada termocupla (V)

55,56 = Constante de conversión del datalogger (K/eV)

+255,37 = Temperatura interna del sensor (K)

-273,15 = Conversión de grados Kelvin a grados centígrados.

Una vez establecida la variación de la temperatura (ΔT) con relación al tiempo, se graficó esta relación y se calculó el área bajo la curva (Ver **Figura 4-7** y **Tabla 4-5**). Dicha área representa la energía térmica del sistema.

El delta de temperatura en todas las muestras es similar y las curvas tienen un comportamiento uniforme. Tanto en M2 como en M3 el cambio máximo de temperatura fue de 14°C –aproximadamente- (Ver **Tabla 4-5**), mientras que en M1 fue de 15°C, las diferencias en los valores pico se observan en la **Figura 4-7** y corresponden a decimales de grados.

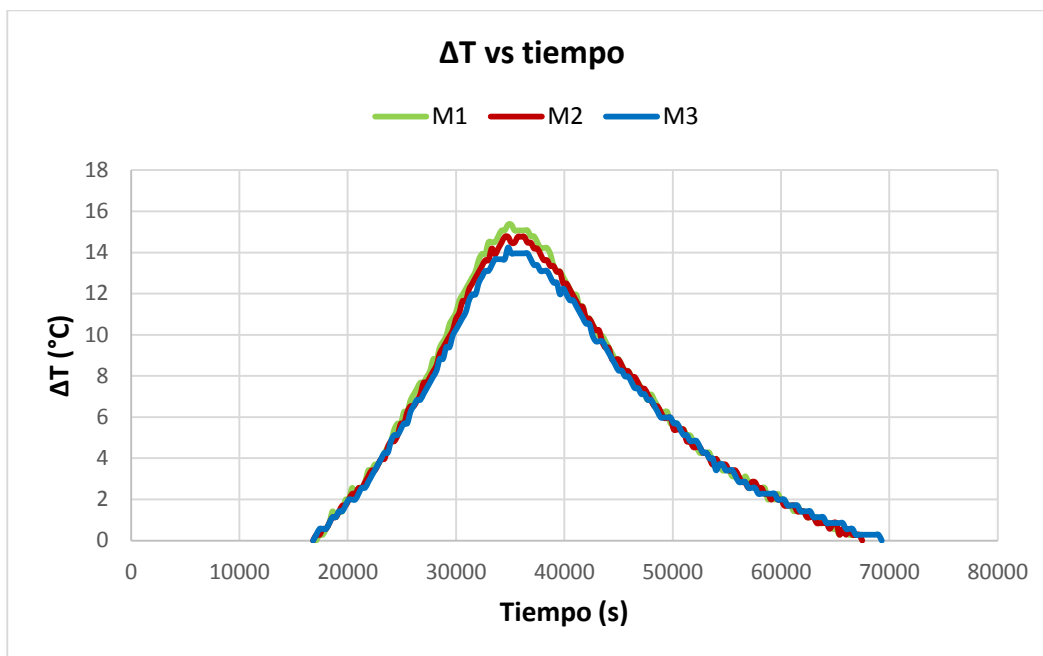


Figura 4-7 Curva delta de temperatura vs tiempo.

Tabla 4-5 Resumen de áreas bajo la curva y deltas de temperatura (ΔT), por muestra.

Muestra	Área bajo la curva ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}$)	ΔT ($^{\circ}\text{C}$)
M1	$3,3599 \times 10^5$	15,36
M2	$3,2824 \times 10^5$	14,76
M3	$3,1891 \times 10^5$	14,24

En seguida, se multiplicaron las constantes K de cada celda (expresadas en función de ΔT , ver Ecuaciones 4-8, 4-9, 4-10) por el área bajo la curva, determinando así el calor teórico (Ver **Tabla 4-6**).

$$K_1 = 0,0114 * \ln \Delta T + 0,0563 \quad (\text{Ecuación 4-8})$$

$$K_2 = 0,0531 * e^{0,024\Delta T} \quad (\text{Ecuación 4-9})$$

$$K_3 = 0,0013 * \Delta T + 0,0679 \quad (\text{Ecuación 4-10})$$

Tabla 4-6 Resumen calor teórico, por muestra

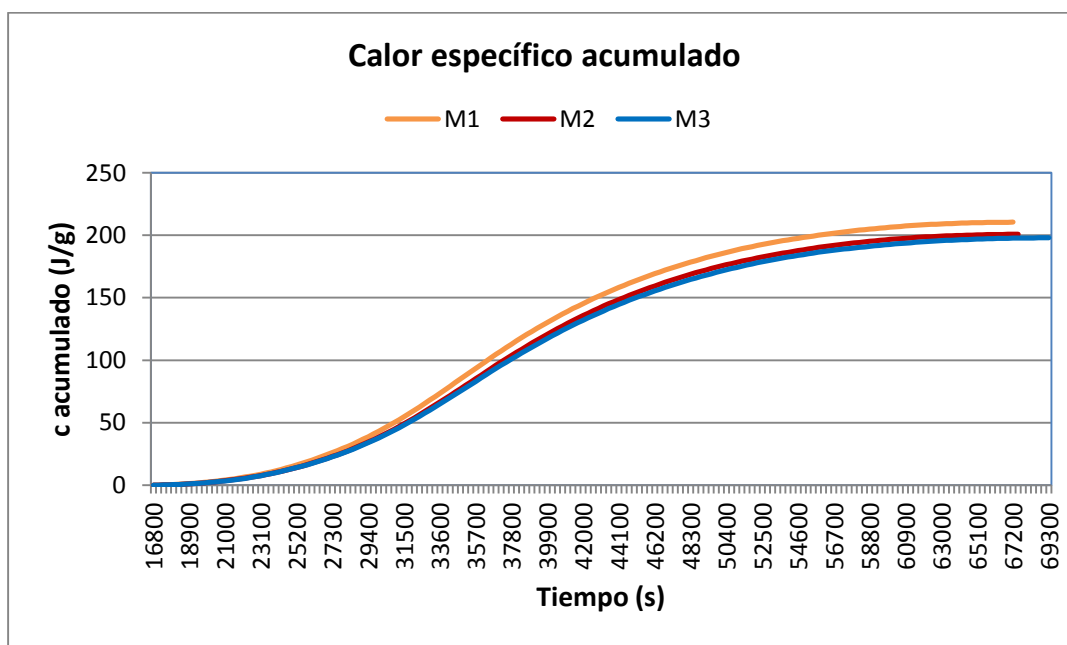
Muestra	Calor teórico (Q)
M1	$2,94 \times 10^4$
M2	$2,48 \times 10^4$
M3	$2,76 \times 10^4$

Por último, el calor específico (J/g) se obtuvo al dividir el calor teórico por la masa de cada muestra (ver **Tabla 4-7**). Y con esta información se generó la gráfica de calor específico acumulado vs tiempo (**Figura 4-8**).

Tabla 4-7 Calor específico (c) promedio, por muestra.

Muestra	Masa (g)	c (J/g)
M1	139,6	$2,10\text{E}+02$
M2	123,7	$2,01\text{E}+02$
M3	139,2	$1,98\text{E}+02$

La cercanía entre las curvas de las tres muestras (ver **Figura 4-8**) refleja el comportamiento térmico homogéneo del material.

**Figura 4-8** Calor específico acumulado

4.4 Mortero

A los morteros se les midió la fluidez (ASTM C-230) (International, 2014) y la resistencia a la compresión (ASTM C-109) (ASTM International, 2016).

Para determinar la **Fluidez** (ASTM International, 2014) se realizaron 3 ensayos, uno por cada mezcla de mortero con diferente relación agua/cemento. Para todas las mezclas la relación agua/arena fue de 1:2,75, las relaciones A/C utilizadas fueron: 0,485, 0,51, y 0,55.

Se utilizó una mesa de flujo como la que se muestra en la **Figura 4-9**, sobre ella se colocó el mortero, se retiró el molde, y se activó la mesa, la cual golpeó la mezcla durante 25s, desde una altura de 13mm. Al finalizar se realizaron 3 mediciones del diámetro resultante y se promediaron.



Figura 4-9 Ensayo de fluidez.

La fluidez del mortero con relación A/C de 0,485 fue de 79,5 cm, para la relación A/C de 0,51: 108 cm, y para la relación A/C de 0,55: 130 cm. La única mezcla que cumplió la norma ASTM C-230 fue la relación A/C de 0,51.

Resistencia a la compresión (ASTM International, 2016), después de haber curado los cubos de cemento y de mortero durante 28 días, fueron sometidos a compresión a una

velocidad de 3mm por minuto, utilizando la máquina de ensayos universal marca Shimadzu. El objetivo de este ensayo es tener un control sobre los valores de resistencia con respecto a la variación de la relación A/C y al tipo de curado.

En las **Tablas 4-8 y 4-9** se presentan los valores de resistencia obtenidos para cada muestra y en la **Figura 4-10** se comparan los promedios de estos resultados, según el tipo de curado. Las unidades del esfuerzo se reportan en Megapascals (MPa)

Al analizar la **Figura 4-10**, se hace evidente el aumento en la resistencia de las pastas que fueron curadas en inmersión, siendo todas superiores a las equivalentes en curado ambiente. La mayor resistencia reportada en curado ambiente fue de 87,82 Mpa en una muestra con relación A/C de 0,27, mientras que en curado húmedo, la mayor resistencia fue de 117,83 Mpa, reportados en muestras con relación A/C de 0,26 y 0,27, es decir se encontró una diferencia de 30 Mpa entre los máximos de un curado y otro.

Asimismo se presentó una disminución en la resistencia a medida que aumenta la relación agua/cemento, especialmente en el curado húmedo; la relación A/C de 0,26 obtuvo una resistencia a la compresión promedio de 114,26 MPa mientras que la relación A/C 0,29, en el mismo curado, resistió hasta 91,90 MPa, es decir 22,36 MPa de diferencia.

Tabla 4-8 Resumen resistencias a la compresión de pastas de cemento a 28 días en curado ambiente.

Curado ambiente	
Relación A/C	MPa
0,26	77,93
0,26	74,17
0,26	82,61
0,27	79,68
0,27	87,82
0,27	82,56
0,29	78,81
0,29	78,91
0,29	77,81

Tabla 4-9 Resumen resistencias a la compresión de pastas de cemento a 28 días en curado de inmersión.

Curado inmersión	
Relación A/C	MPa
0,26	106,89
0,26	117,93
0,26	117,95
0,27	55,6
0,27	117,93
0,27	97,28
0,29	94,84
0,29	84,19
0,29	96,68

En la **Tabla 4-9**, se observa que el resultado para la primera muestra de pasta de cemento con relación A/C de 0,27 fue de 55,6 MPa, este valor fue descartado por estar por fuera del intervalo de confianza de los datos.

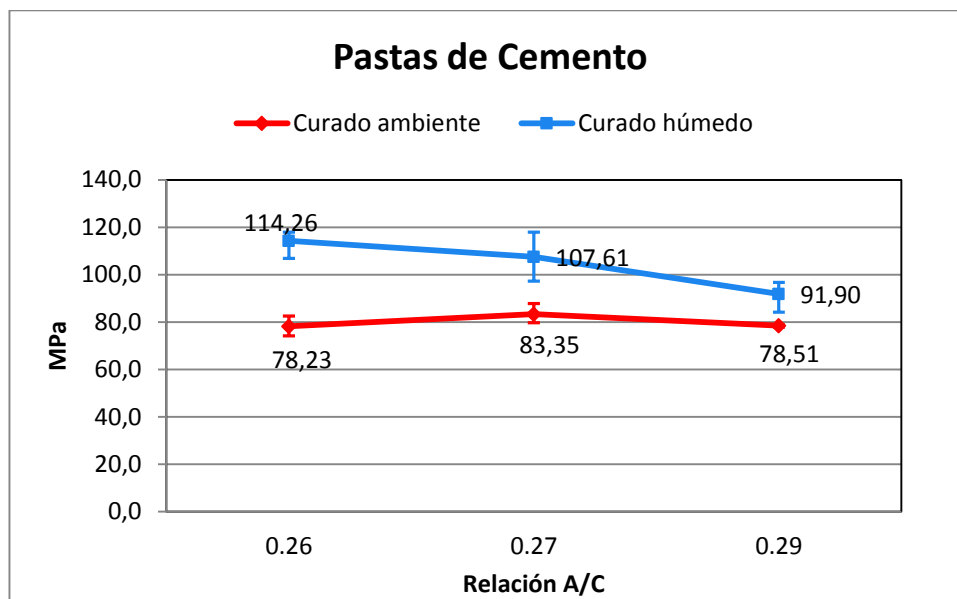


Figura 4-10 Comparación de los resultados de resistencia a la compresión promedio en pastas de cemento con curado ambiente y curado húmedo. Las barras representan los valores máximos y mínimos de cada ensayo.

La mayoría de cubos fallaron en forma cónica, esto demuestra que las dimensiones de las muestras eran correctas y las condiciones del ensayo adecuadas, lo cual indica que se aplicó la carga de manera acertada. Este resultado se obtuvo tanto en curado húmedo como en curado ambiente.

En la **Figura 4-11** se presentan: en la parte superior, los cubos de pastas de cemento con curado húmedo y en la inferior, los cubos con curado ambiente, tras ser fallados.



Figura 4-11 Cubos de pastas de cemento fallados en forma de reloj de arena. **Arriba:** curado húmedo. **Abajo:** curado ambiente. Las líneas rojas resaltan las superficies de fractura. La parte superior de los cubos en el curado húmedo se disgregó con la mano para observar con claridad el cono remanente, en el curado ambiente se mantuvo la identidad del remanente del cubo tras el ensayo.

Los morteros presentan resistencias menores en comparación con las pastas de cemento, pero mantienen el mismo comportamiento, siendo los más resistentes los que fueron curados por inmersión y de relación A/C menor. En la **Tabla 4-10** y en la **Tabla 4-11** se presentan los resultados para cada muestra. En la **Figura 4-12** se comparan los promedios obtenidos para cada relación, tanto en curado húmedo como en curado ambiente.

En la **Figura 4-13** se presentan los cubos de mortero, tras el ensayo. Algunos presentan la falla cónica mencionada anteriormente.

La mayor resistencia obtenida en curado ambiente fue de 24,27 MPa en una muestra con relación A/C de 0,51, mientras que en curado húmedo, la mayor resistencia fue de 31,94 MPa, reportados en una muestra con relación A/C de 0,485, es decir se encontró una diferencia de 7,67 MPa entre los máximos de un curado y otro.

También se observa una disminución en la resistencia a medida que aumenta la relación agua/cemento, especialmente en el curado húmedo, donde para la relación A/C de 0,485

se obtuvo un promedio de 28,77 Mpa mientras que para la relación A/C de 0,55 se obtuvo 23,30 Mpa, es decir 5,47 Mpa de diferencia. Comparativamente con las pastas de cemento la diferencia en morteros no es tan amplia, más sin embargo es significativa.

Tabla 4-10 Resumen resistencias a la compresión de morteros a 28 días en curado ambiente.

Curado ambiente	
Relación A/C	MPa
0,485	23.04
0,485	21.52
0,485	21.40
0,51	23.64
0,51	24.27
0,51	21.68
0,55	16.68
0,55	19.31
0,55	17.09

Tabla 4-11 Resumen resistencias a la compresión de morteros a 28 días en curado en inmersión.

Curado inmersión	
Relación A/C	MPa
0,485	23.67
0,485	30.70
0,485	31.94
0,51	28.12
0,51	26.94
0,51	29.18
0,55	23.01
0,55	24.90
0,55	22.00

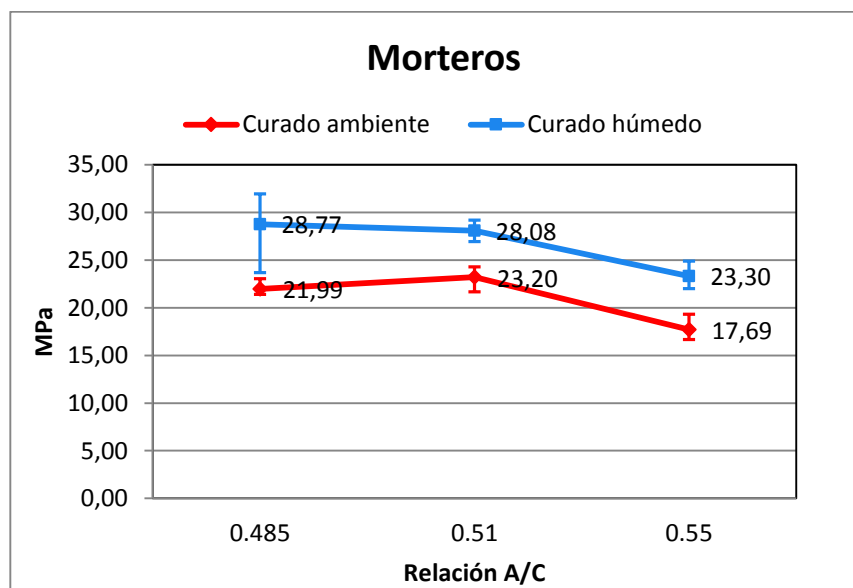


Figura 4-12 Comparación resultados de resistencia a la compresión promedio en mortero bajo curado ambiente y curado húmedo. Las barras indican los valores máximos y mínimos de cada ensayo.



Figura 4-13 Cubos de mortero tras el ensayo de resistencia a la compresión. . Las líneas rojas resaltan las superficies de fractura

4.5 Elaboración de probetas, cubos y secciones delgadas.

Elaboración de probetas y cubos de cemento:

Se utilizaron tres relaciones agua/cemento (A/C), seleccionadas a partir de los resultados obtenidos con el ensayo de consistencia normal (0,27), este valor se tomó como referencia y se realizaron mezclas con una relación menor, pero no demasiado, para que la mezcla no quedara seca (0,26) y una mayor (0,29) de manera que el cemento fuera un poco más fluido, pero sin perder consistencia.

De cada relación se fundieron 4 probetas para secciones delgadas y 6 cubos para los ensayos de resistencia a la compresión. Dos probetas se curaron a condición ambiente del laboratorio (20°C, 65% HR), y las otras 2 en curado por inmersión. Las mismas condiciones fueron aplicadas a los cubos. En total se fundieron 12 probetas y 18 cubos.

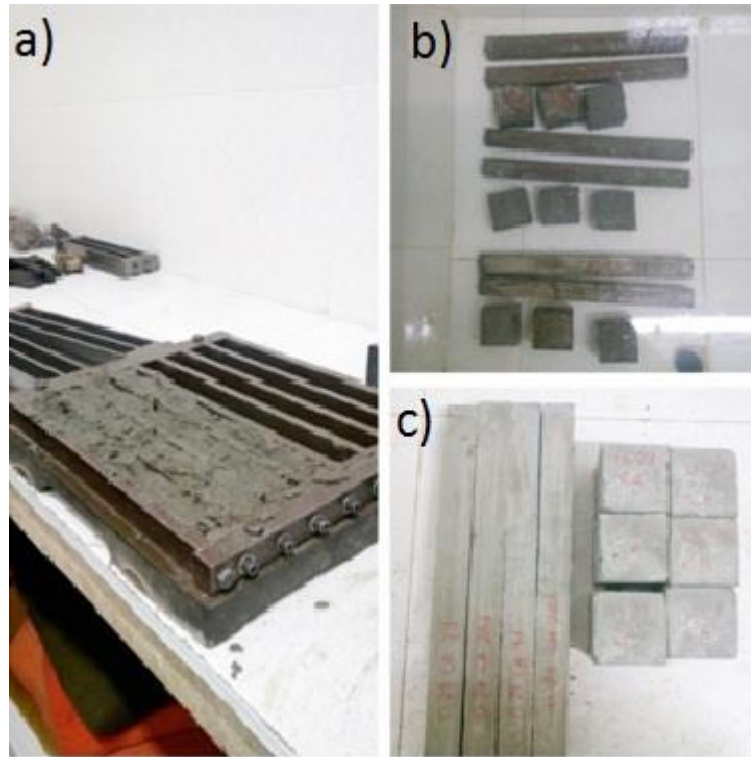


Figura 4-14 Probetas de pasta de cemento. **a)** Molde parcialmente lleno con cemento. **b)** Probetas y cubos de cemento en curado por inmersión. **c)** Probetas y cubos de cemento en curado a condiciones ambiente.

Elaboración de probetas y cubos de mortero.

Con base en los resultados del ensayo de fluidez se tomaron 3 relaciones A/C, una que cumpliera con este parámetro: la relación A/C de 0,51. Una inferior ($A/C = 0,485$) y otra mayor ($A/C=0,55$). La relación de arena de Ottawa para todos fue 1:2,75. En la **Figura 4-15** se observa esta proporción entre el cemento y la arena.



Figura 4-15 A la izquierda cemento Portland. A la derecha arena de Ottawa. Cantidades necesarias para la mezcla.

Se fundió la misma cantidad de probetas y cubos que para las pastas de cemento. La mitad se curaron en inmersión y la otra mitad a condición ambiente del laboratorio, es decir 12 probetas para secciones delgadas y 18 cubos para el ensayo de resistencia a la compresión.

Elaboración de secciones delgadas.

La cantidad de días transcurridos después de la elaboración de las probetas es fundamental para la evaluación de propiedades físicas, mecánicas y petrográficas del material, por ello una vez las probetas cumplieron los tiempos estimados de curado, de acuerdo con el cronograma (**Tabla 4-12**), fueron remitidas al laboratorio especializado en elaboración de secciones delgadas MINERLAB LTDA.

Tabla 4-12 Cronograma elaboración secciones delgadas.

Fecha	#Secciones	Material
03-08-16	-	Elaboración muestras pastas de cemento.
10-08-16	6	Secciones delgadas de cemento a 7 días.
10-08-16	-	Elaboración muestras de mortero.
17-08-16	6	Secciones delgadas de mortero a 7 días
31-08-16	18	Secciones delgadas de cemento a 28 días.
07-09-16	18	Secciones delgadas de mortero a 28 días.

El procedimiento de elaboración de secciones delgadas de pastas de cemento y morteros se describe brevemente a continuación ya que presenta ligeras variaciones con respecto al de las secciones de roca.

Además, en el Capítulo 8, se presentan unas recomendaciones para la elaboración de secciones delgadas a partir de las lecciones aprendidas durante la ejecución de la investigación.

1. Corte: El primer paso es reducir el tamaño de la muestra al del portaobjetos convencional (2.5cm x 4.5cm), para esto se utiliza una máquina de corte como la que se observa en la **Figura 4-16**. El corte se realiza con un disco adiamantado en presencia de agua.



Figura 4-16 Máquina de corte. Tomada de Concrete Petrography (Alan B. Poole, 2016)

2. Impregnación: La fracción de la muestra con el tamaño deseado se pega a un portaobjetos provisional y se impregna, en una bomba de vacío, con resina y epóxido azul para la tinción de la porosidad, luego se coloca en un horno para secar la muestra y asegurar la correcta absorción de la resina y el epóxido.
3. Desbaste y pulido: Una vez la sección está seca, se retira el portaobjetos provisional y se coloca el final, posteriormente se utiliza la máquina de desbaste (**Figura 4-17**) y se pule hasta que se obtiene un espesor entre 20 μ y 30 μ , para estas secciones se utilizó aceite en lugar agua durante el proceso de desbaste para evitar la rehidratación del material.



Figura 4-17 Máquina desbastadora. Tomada de Concrete Petrography (Alan B. Poole, 2016)

Una vez alcanzadas las 30μ de espesor, se inicia un pulido manual utilizando abrasivos (polvo de diamante) hasta obtener 20μ ; este espesor es el recomendado para observar los minerales del cemento. Ver **Figura 4-18**.



Figura 4-18 Pulido manual sobre un vidrio. Tomado de Concrete Petrography (Alan B. Poole, 2016)

5. Caracterización microscópica de pastas y morteros.

La petrografía del concreto hace referencia a la evaluación y descripción del concreto endurecido utilizando las técnicas de la petrografía convencional. (French, 1991). Específicamente, la petrografía de pastas de cemento y morteros tiene muchas aplicaciones, como por ejemplo la descripción de los agregados utilizados en la mezcla (litología, tamaño, forma, gradación, distribución, potencial de reactividad, entre otros), la descripción de las propiedades físicas de la pasta (color, densidad, porosidad, absorción), las propiedades texturales, los arreglos cristalinos de los productos de hidratación y anhidros remanentes, la composición mineralógica de la pasta, el contenido de aire y distribución de poros; proporciones volumétricas entre el agregado, los poros y el cemento; identificación de patrones de agrietamiento y de patologías como carbonatación, reactividad álcali-sílice, corrosión, sulfatación, entre otros (Jana, Concrete Petrography - Past, present and future., 2005)

Sin embargo, la aplicación más relevante para este proyecto de investigación es la posibilidad de determinar la influencia del tipo de curado sobre la microestructura del concreto, lo cual, en conjunto con las demás aplicaciones mencionadas, incrementa el valor de la petrografía como herramienta de control de calidad y de diagnóstico de causas y factores que generan un detrimento en la durabilidad del concreto.

5.1 Descripción microscópica de minerales.

Para realizar una correcta identificación de los componentes de la pasta de cemento, fue necesario hacer una compilación bibliográfica de sus características ópticas. El **Anexo A** es el resultado de este ejercicio y ha sido pensado como un pequeño atlas mineralógico. Contiene fotografías obtenidas en esta investigación y resume las principales características ópticas de los minerales industriales formadores de clinker, silicatos hidratados de calcio, y otros hidratos. Su principal objetivo es proporcionar una herramienta de consulta que facilite la identificación de los minerales del cemento mediante microscopía óptica a las personas interesadas en este tema.

Esta información fue recopilada de las descripciones realizadas por Alan Poole e Ian Sims (Alan B. Poole, 2016) y Donald Campbell (Campbell, 1999) en sus respectivos libros y por W.J French en su artículo sobre petrografía del concreto (French, 1991).

5.2 Caracterización petrográfica.

En la fase inicial de petrografía se realizó un reconocimiento básico de los diferentes componentes de las pastas de cemento y los morteros, para identificar su mineralogía y de esta manera iniciar los conteos respectivos para identificar la influencia del curado sobre estos.

Si bien en un campo visual es posible identificar muchos de los minerales, en las siguientes microfotografías se destacan algunos en particular.

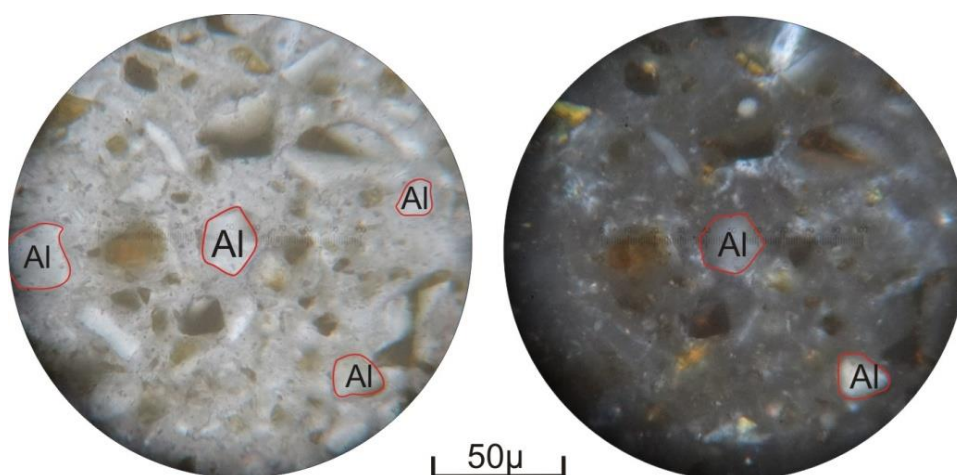


Figura 5-1 Microfotografía en PPL - XPL. Aumento: 100X. Muestra de pasta de cemento.

Cristales de alita rodeados por gel C-S-H (se asemeja a un matriz y presenta tonos de interferencia grises) y algunos granos de clinker residual. Al: Alita.

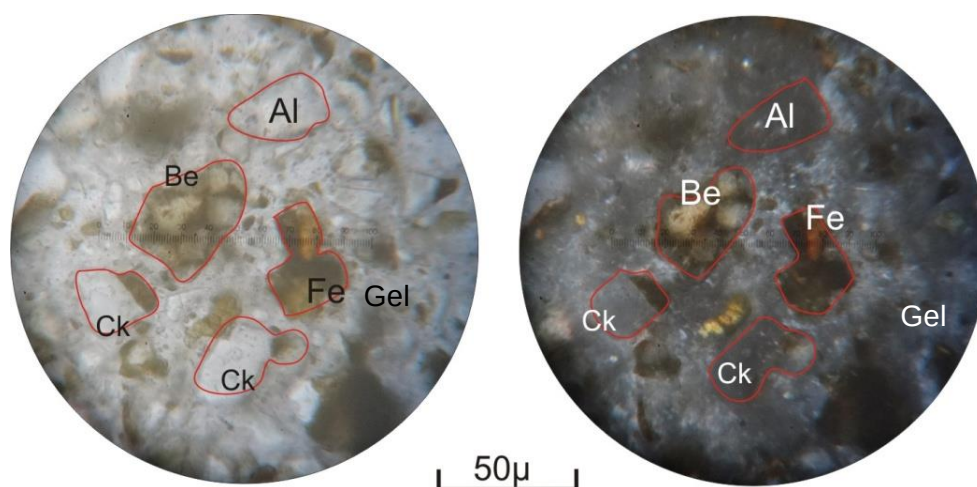


Figura 5-2 Microfotografía en PPL - XPL. Aumento: 100X. Muestra de pasta de cemento.

En el centro se destaca un cúmulo de belita (belite nest), con su morfología típica en forma de racimo y un cristal de ferrita asociado con aluminatos (tonos café oscuro, naranja y negro). En la parte superior se señala alita semihidratada (presenta bordes redondeados y de hidratación). En la parte inferior se encuentran dos granos de clinker residual formados por alita y ferrita. La matriz gris que se observa corresponde al gel C-S-H principal producto del proceso de hidratación de los minerales del cemento.

Al: Alita. Be: Belita. Fe: Ferrita+Aluminatos. Ck: Granos de Clinker residual.

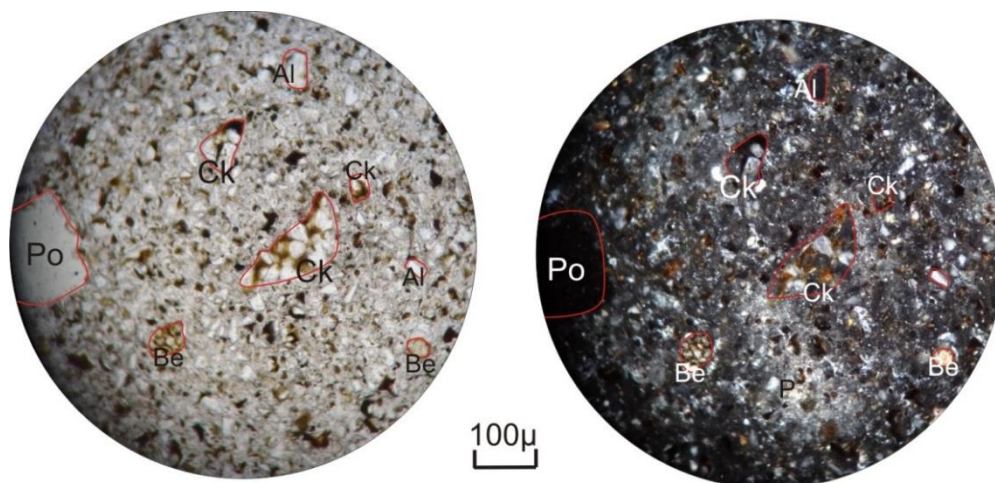


Figura 5-3 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 20X. Muestra de pasta de cemento.

Se identifican varios granos de clinker residual en todo el campo visual, se señalan tres hacia el centro. En la parte inferior derecha se observa un cristal individual redondeado de belita y hacia la parte inferior izquierda se observa un cúmulo de belita. A la izquierda se encuentra un poro de fabricación. En la parte superior se observa un cristal de alita, extinto en XPL. Bajo el grano más grueso de clinker, en XPL, se presenta un sector más blanquecino brillante en la matriz, esto corresponde a portlandita microcristalina.

Al: Alita. Be: Belita. Ck: Clinker residual. P: Portlandita. Po: Poros

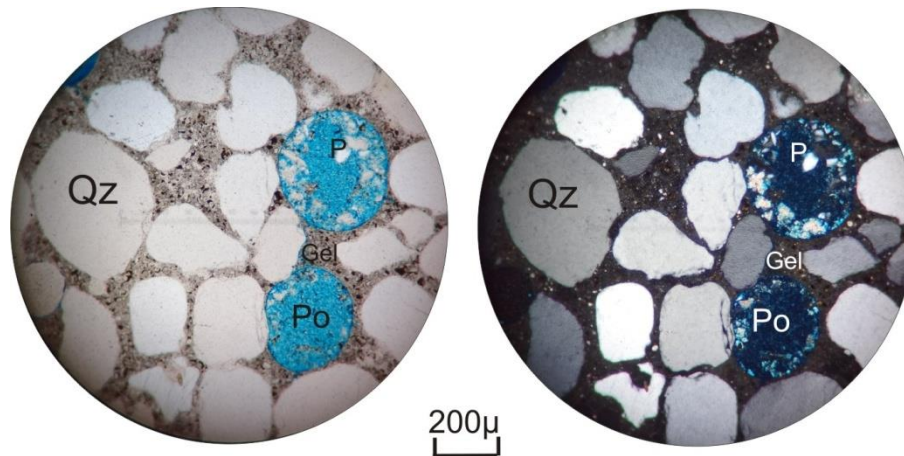


Figura 5-4 Microfotografía en PPL – XPL. Aumento: 10X. Muestra de mortero.

Granos de cuarzo rodeados por una matriz gris oscura en XPL (gel C-S-H). Los poros presentan tinción azul, en su interior se formaron cristales y microcristales de portlandita.

Gel: Gel C-S-H. P: Portlandita. Po: Poro. Qz: Cuarzo.

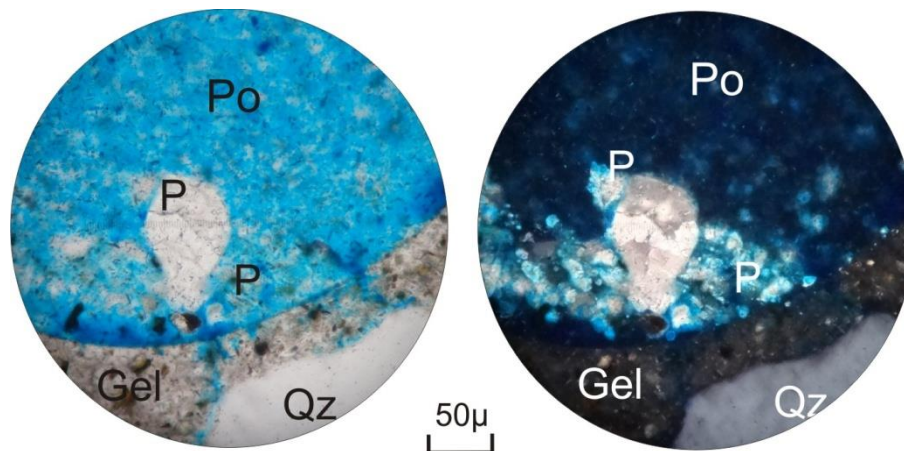


Figura 5-5 Microfotografía en PPL – XPL. Aumento: 50X. Muestra de mortero.

En un poro se observa un cristal bien desarrollado de portlandita, el cual, a su vez, se encuentra rodeado por microcristales de la misma composición. En el borde inferior se ve parcialmente el agregado (cuarzo). Gel: Gel C-S-H. P: Portlandita. Po: Poros. Qz: Cuarzo.

5.3 Conteo petrográfico

Se aplicó un método de conteo de puntos en las 48 secciones delgadas (**Figura 5-6**), recorriendo las placas en cuadrículas de 2mm horizontales por 1,5mm vertical; obteniendo entre 500 y 600 puntos en total por sección. Los objetivos utilizados fueron de 100X y 50X preferencialmente.

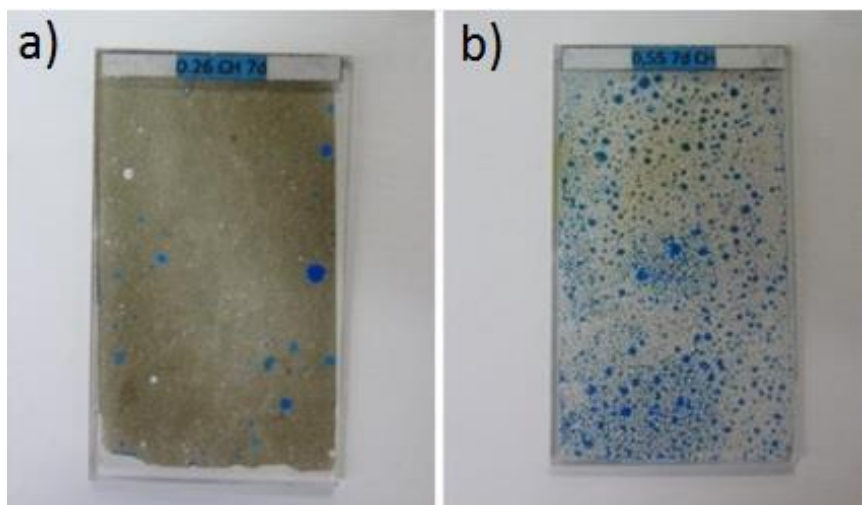


Figura 5-6 a) Sección delgada de pasta de cemento. **b)** Sección delgada de mortero.

Se diseñó un formato de conteo (**Figura 5-7**) con base en los resultados obtenidos durante la petrografía preliminar (identificación de componentes), en él se registraron los tamaños de los minerales industriales del cemento (alita, belita, ferrita), del clinker residual y de la portlandita cristalina. Para el gel C-S-H, poros, portlandita microcristalina y masiva y agregados sólo se tuvo en cuenta su ocurrencia sin medir su tamaño.

Fecha		Formato Conteo Puntos		
Sección		Mortero.		
Material				
PASTA DE CEMENTO				
GEL C-S-H		Poros:		
ALITA				
BELITA				
FERRITA				
CLINKER RESIDUAL				
PORTLANDITA				
Masiva	Microcristalina	Cristalina		
AGREGADOS				
Fino: Cuarzo				
Observaciones				

Figura 5-7 Formato de conteo de puntos para cementos y morteros.

Una vez finalizado el conteo, se digitalizó la información para hacer el tratamiento estadístico respectivo. Para cada sección se generó una tabla resumen así:

Tabla 5-1 Tabla resumen conteo de secciones delgadas. **CA:** Curado ambiente, **0,26:** relación A/C, **7d:** tiempo de curado (7 días)

Sección 0.26 CA 7d			%
Alita		110	14,6
Belita		47	6,2
Ferrita		67	8,9
Clinker residual		104	13,8
Portlandita	Cristalina	13	1,7
	Microcristal	80	10,6
	Masiva	161	21,4
Gel C-S-H		144	19,1
Poros		27	3,6
Total Puntos:		753	100,0

En cuanto a la exactitud del método es necesario tener en cuenta que hay distintas fuentes de error inherentes al sistema de conteo, como por ejemplo la experiencia del petrógrafo, la malla de conteo que se haya seleccionado, el tamaño y orientación de la muestra, la posible segregación de agregados y el área total de muestreo, entre otros.

En este caso particular, se trabajaron dos materiales: uno homogéneo (pastas de cemento) y otro heterogéneo (morteros) con variables controladas (sólo un tamaño de agregado fino no reactivo, no adiciones ni aditivos). Para ambos materiales en las secciones de 28 días se ha analizado el área total de las probetas, por lo que los resultados son representativos.

Por otro lado, el error también está vinculado a la cantidad de puntos, el tamaño de grano o tamaño de las partículas constituyentes. Van der Plas y Tobi (1965) desarrollaron un diagrama para estimar el error esperado en el porcentaje de volumen de un componente particular dado el número total de puntos contados (Alan B. Poole, 2016), en el eje $y(n)$ se representa la cantidad de puntos contados y en el eje $x(P)$ el porcentaje en volumen que un constituyente de interés representa.

Tomando como ejemplo los resultados presentados en la

Tabla 5-1, para 753 puntos contados (n), el gel C-S-H representa el 19.1% del volumen (P), en el punto de intersección se lee la desviación estándar para el 95% de probabilidad (líneas sólidas), que en este caso sería $\pm 3\%$, es decir el porcentaje del gel sería 19,1% $\pm 3\%$. Las líneas punteadas expresan el error relativo como una fracción de P , el cual sería para el gel C-S-H de 12%, el punto rojo sobre la **Figura 5-8** representa donde estarían ubicados estos resultados sobre el diagrama.

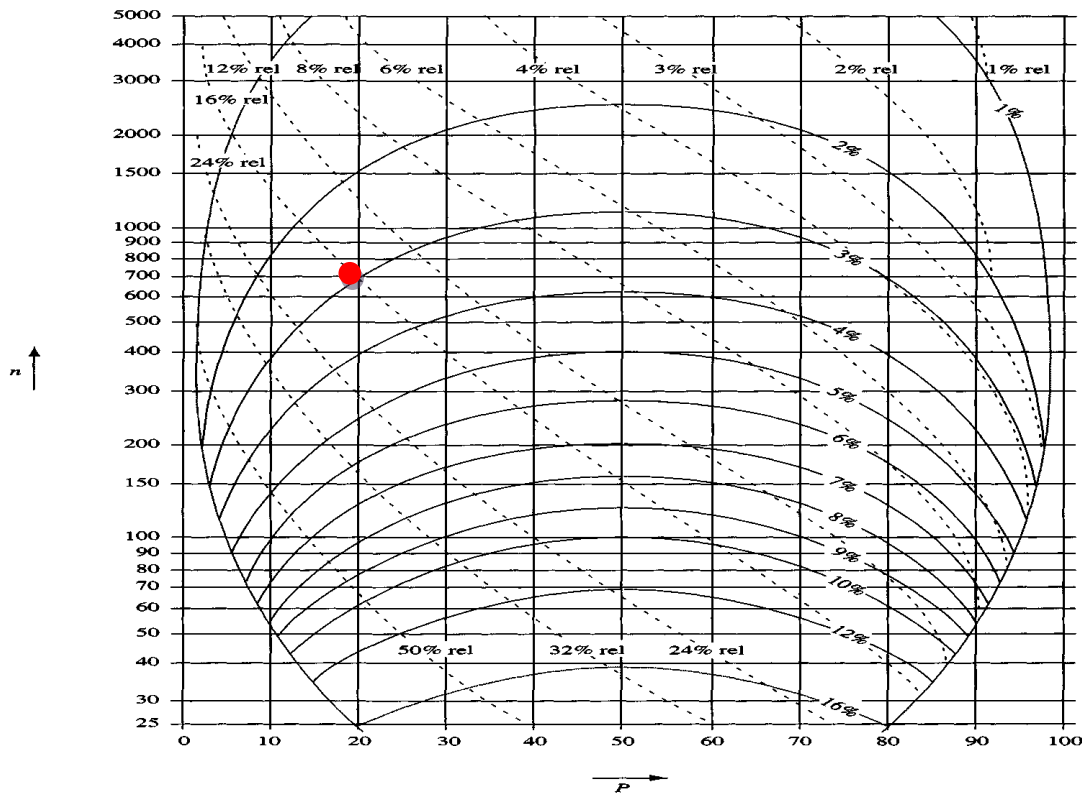


Figura 5-8 Diagrama para la estimación del error en conteos puntuales. El número total n de puntos contados en una muestra se presenta en el eje y , el porcentaje de un componente P en el eje x . En el punto de intersección de n y P , el error relativo se lee en las líneas punteadas y la desviación estándar con 95% de probabilidad en las líneas sólidas. El punto rojo representa los datos del ejemplo. Tomado de Concrete Petrography. (Alan B. Poole, 2016)

5.4 Cátodoluminiscencia (CL)

Este método consiste en impactar una muestra con un haz de electrones obteniendo de esta manera una respuesta lumínica que normalmente corresponde a defectos en la estructura sólida del material. En la literatura se han encontrado algunos artículos que emplean esta técnica para caracterizar materiales de construcción (Götze, 2009), por lo cual se realizó el ejercicio sobre las pastas y los morteros.

En el laboratorio de caracterización litológica del Departamento de Geociencias se revisaron dos secciones de cemento y una de mortero. En todos los casos la respuesta lumínica de los minerales fue muy débil, siendo los poros los únicos en emitir tonalidades fuertes (Ver **Figura 5-9**).

En los morteros se notaron cambios de tonalidad entre rojo y morado en los cuarzos, esto puede corresponder a la génesis de las rocas de las cuales provienen (ígneas o metamórficas). Ver **Figura 5-10**.

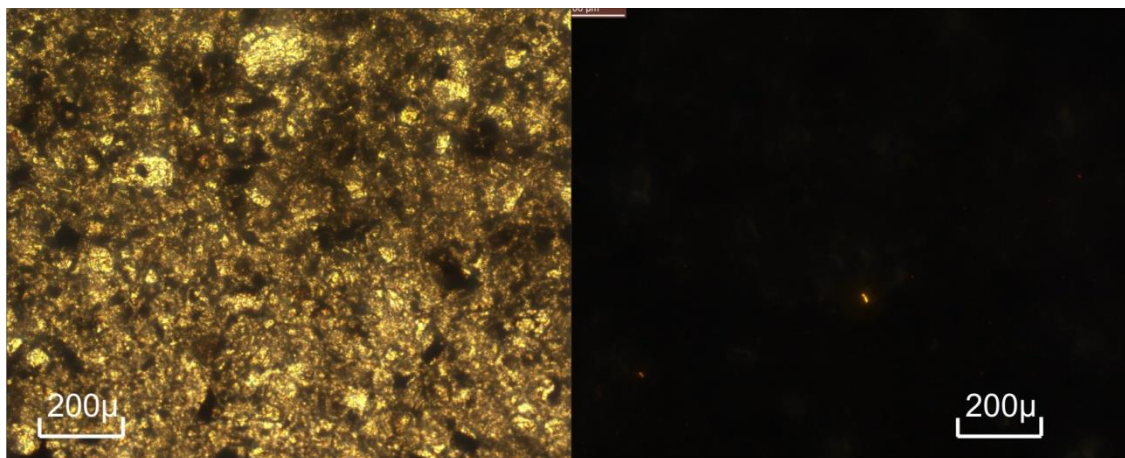


Figura 5-9 Microfotografía PPL-CL. Muestra 0,26 CA 7d. Pasta de Cemento. La respuesta lumínica en CL (derecha) es muy baja, el punto brillante corresponde a un poro capilar.

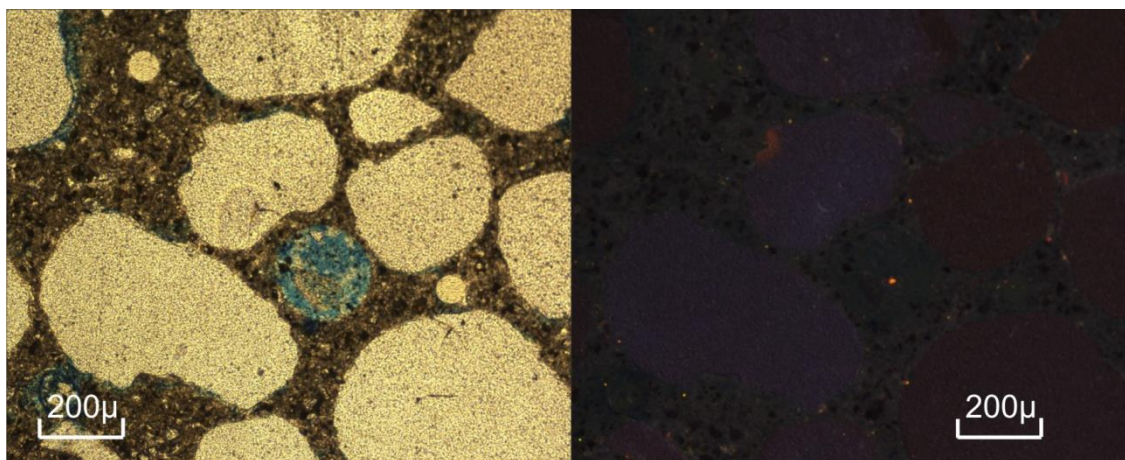


Figura 5-10 Microfotografía PPL-CL. Muestra 0,55 CH 7d. Mortero. Con CL (derecha), se identifican dos tonalidades en los cuarzos (arena de Ottawa). El punto brillante corresponde a un poro.

Dentro de las dificultades identificadas para la aplicación de esta técnica se encuentra el hecho de no poder trabajar en el microscopio adaptado para la CL con un objetivo mayor a 20X, ya que en la mayoría de reportes de microscopía de concreto se trabaja con objetivos de 100X o incluso mayores. El hecho de tener una composición química homogénea (silicatos hidratados de calcio) limita los defectos estructurales.

Se descarta, entonces, el uso de CL para la caracterización de la influencia del tipo de curado, en este estudio en particular.

5.5 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido es una herramienta poderosa para la caracterización de cementos y morteros, en tanto que permite identificar los componentes de dichos materiales con mayor resolución que los métodos ópticos. Es posible extraer información cuantitativa de las fases del cemento y su distribución, mediante el procesamiento y análisis de imágenes con buen contraste en escala de grises, especialmente en el modo de electrones retrodispersados (BSE) (Stutzman, 2001).

Este método ha sido utilizado en otros estudios para determinar la relación A/C y cuantificar el material anhidro remanente tras la hidratación del concreto mediante barridos en malla predeterminados y un software de análisis de imágenes (S.Sahu, 2004). Cuando se utiliza SEM en combinación con la espectroscopia de dispersión de energía de rayos X (EDX), es útil para caracterizar composicionalmente la hidratación del cemento y los productos hidratados, especialmente la portlandita (Tomas Slamecka, 2002).

Dados los alcances de este estudio, se ha utilizado SEM (Modelo FEI Quanta 200-r), en su modalidad de electrones retrodispersados (BSE) con voltaje de aceleración de 30,0keV, principalmente para revisar la morfología de los minerales hidratados, de las fases remanentes de clinker y realizar análisis composicionales de los mismos, se analizaron secciones delgadas y fragmentos de cada material con recubrimiento de oro-paladio (Au/Pd). A continuación se presentan e interpretan las imágenes obtenidas.

5.5.1 Secciones delgadas.

Sobre las secciones delgadas de pastas y morteros se utilizó SEM y EDX para confirmar la correcta identificación de los minerales del cemento: alita, belita y ferrita. En las **Figuras 5-11 a 5-13**, se presentan los espectros obtenidos por EDX de cada cristal analizado.

Tanto la alita como la belita son silicatos de calcio y la diferencia entre ellos radica en la relación óxido de calcio vs óxido de sílice, la cual es 3 a 1 en la alita y 2 a 1 en la belita (Ver **Anexo A-** composición química). Esta diferencia se identificó en los cristales

analizados; en la **Figura 5-11** se observa que la alita presenta un contenido de 57 wt% de calcio, mientras que en la belita es de 45,39 wt% (Ver **Figura 5-12**).

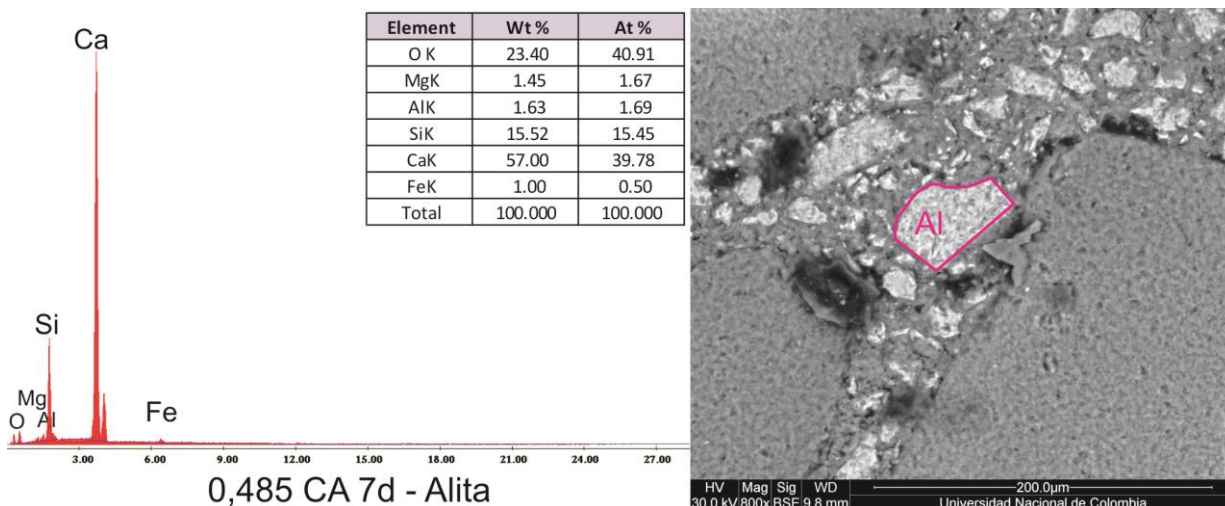


Figura 5-11 Microfotografía SEM-BSE con análisis composicional EDX de un cristal de alita (Al), señalado en rosado. Muestra de mortero 0,485 CA 7d

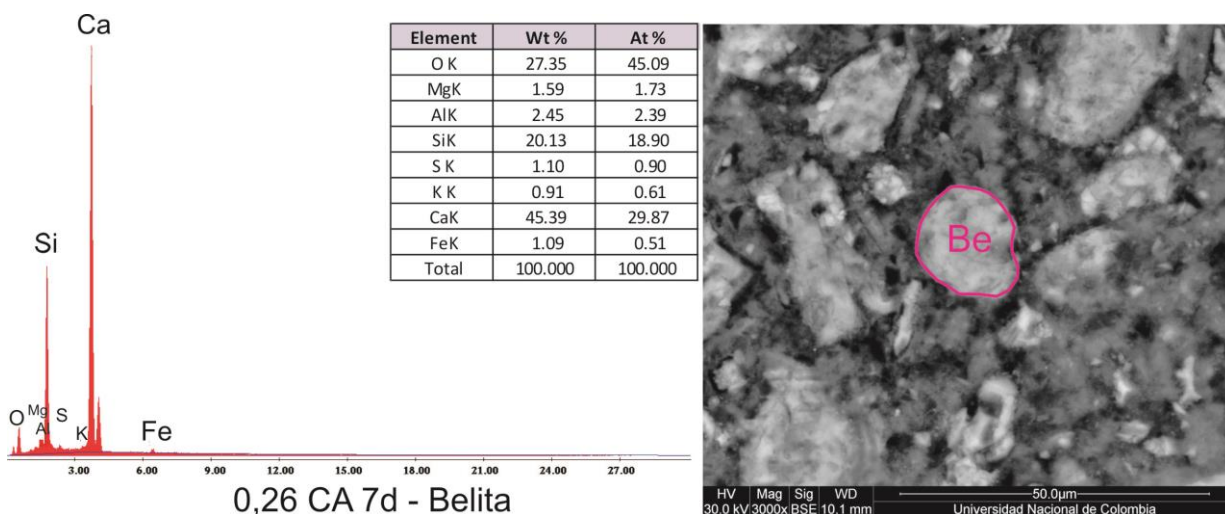


Figura 5-12 Microfotografía SEM-BSE con análisis composicional EDX de un cristal de belita (Be), señalado en rosado. Muestra de cemento 0,26 CA 7d.

El contenido de hierro es la característica composicional que permite identificar con facilidad a la ferrita, ya que este es el único mineral que presenta un contenido importante de este elemento químico. Esto es consecuencia de la adición de fundentes al horno durante la producción del clinker de cemento.

En la **Figura 5-13**, se observa que para el cristal señalado, el porcentaje de hierro es de 17,72 wt%, y al comparar con los resultados de alita y belita, se destaca que el porcentaje de este elemento en ellos es del 1%.

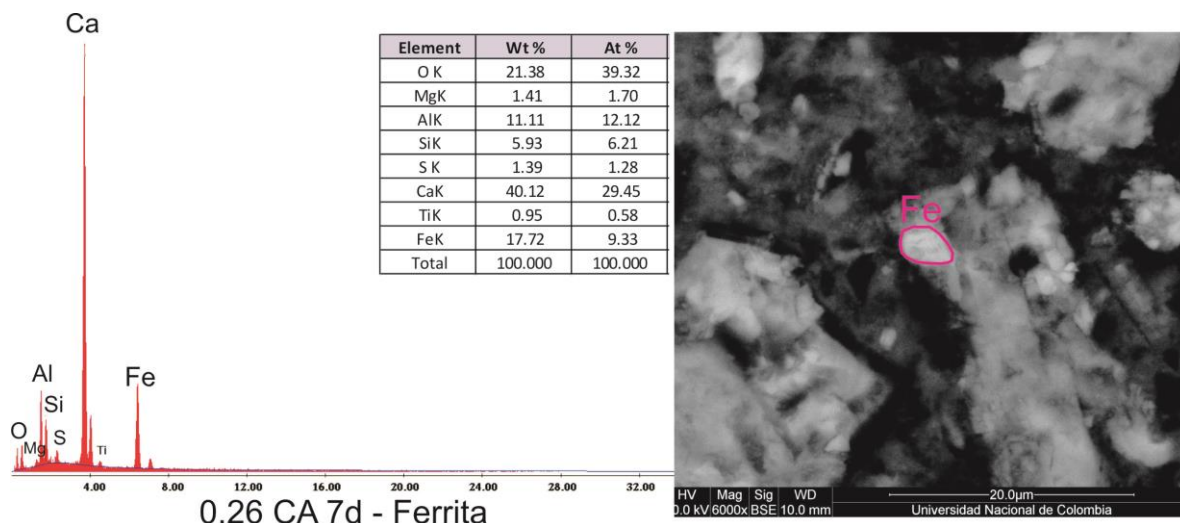


Figura 5-13 Microfotografía SEM –BSE con análisis composicional EDX de un cristal de ferrita en un grano de clinker, la ferrita (Fe) está delimitada en rosado. Muestra de cemento 0,26 CA 7d.

Estos resultados sirven para confirmar la correcta identificación de los minerales alita, belita y ferrita mediante petrografía.

5.5.2 Fragmentos de muestras.

Se analizaron fragmentos de los cubos tras ser fallados a compresión a 28 días. En estos análisis el principal interés era identificar el gel C-S-H y los cristales de portlandita. Adicionalmente se observaron microfisuramientos en las muestras de morteros, como resultado del ensayo mecánico al que fueron sometidos los cubos.

En la **Figura 5-14**, se presentan los resultados químicos obtenidos de uno de los cristales de portlandita presentes en el cúmulo de la microfotografía. Se obtuvieron porcentajes elevados de oxígeno y de calcio, lo cual es concordante con la composición química de este mineral: $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

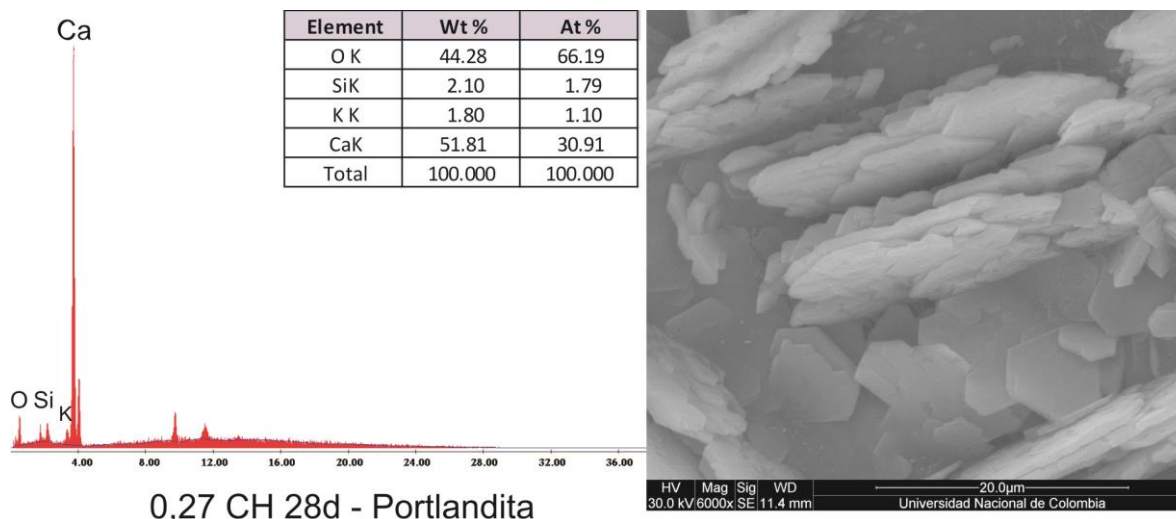


Figura 5-14 Microfotografía SEM –BSE con análisis composicional EDX de un cristal de portlandita Muestra de cemento 0,27 CH 28d.

Las siguientes imágenes corresponden a las observaciones de control mediante electrones secundarios (SE) y retro dispersados (BSE), de los distintos minerales y productos de hidratación del cemento.



Figura 5-15 Microfotografía SEM - SE. Láminas de gel C-S-H. Muestra de cemento 0,29 CA a 28 días

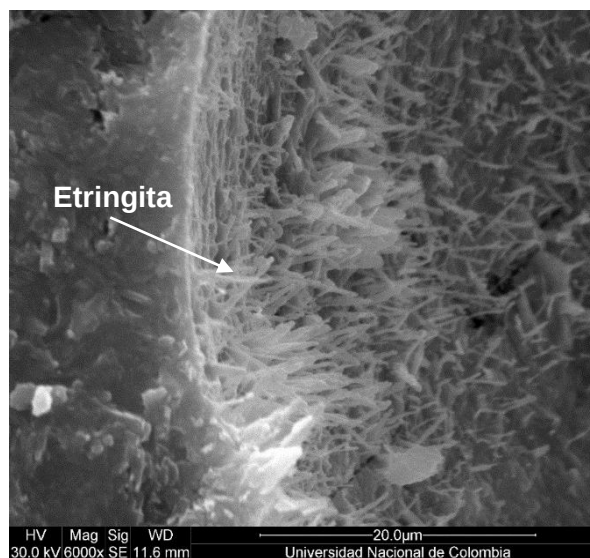


Figura 5-16 Microfotografía SEM - SE. Cristales de Etringita en un poro. Muestra de cemento 0,26 CH a 28 días

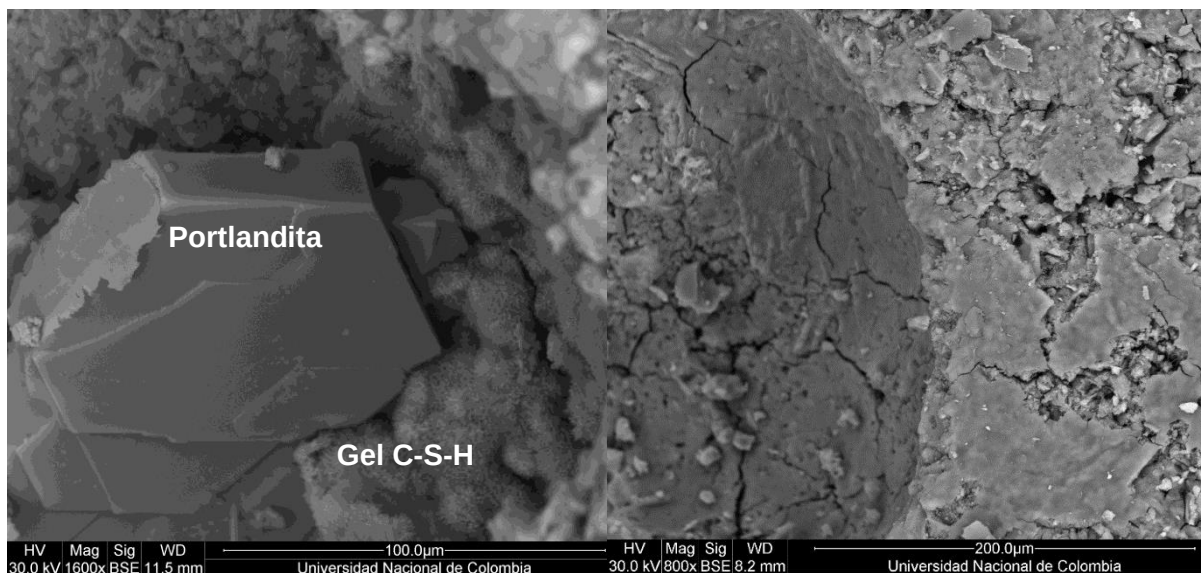


Figura 5-17 Microfotografía SEM - BSE. Cristal de portlandita junto a gel C-S-H en formación. Muestra de cemento 0,27 CH a 28 días

Figura 5-18 Microfotografía SEM BSE. Microfisuramiento en mortero. Muestra de mortero 0,51 CA a 28 días.

6. Análisis de resultados.

6.1 Pastas de cemento.

Se analizaron 24 secciones delgadas divididas así:

- 6 secciones para muestras con tiempo de curado de 7 días (ambiente y húmedo), relaciones A/C de 0,26, 0,27 y 0,29. Una sección por cada mezcla y tipo de curado.
- 18 secciones para muestras con tiempo de curado de 28 días (ambiente y húmedo), relaciones A/C de 0,26, 0,27 y 0,29. Tres secciones por cada mezcla y tipo de curado.

En cada sección se contaron 500 puntos, como mínimo, utilizando un microscopio Olympus CX-31P con el objetivo de 100X y aceite de inmersión. En el **Anexo B** se encuentran los resultados de cada conteo por sección.

Los componentes cuantificados fueron: minerales anhidros de cemento (**alita**, **belita**, **ferrita**), **clinker residual** (se refiere a los remanentes sin hidratar de clinker: partículas compuestas por alita, belita, ferrita, y aluminatos en las cuales se encuentran 2 o más de estos minerales), **portlandita** (se han identificado 3 hábitos: cristalino, microcristalino y masivo, cada uno fue contado individualmente), **gel C-S-H** y **poros** (referido a los poros que se han generado durante la elaboración de las probetas, más no a la porosidad capilar). Se midió el tamaño de los minerales del cemento, de los granos de clinker residual y de los cristales de portlandita.

A partir de los resultados de composición y tamaño se realizaron análisis estadísticos de distribución, mediante los cuales se determinó la aplicabilidad de la petrografía para la identificación de la influencia del curado en la mineralogía de los materiales.

6.1.1 Análisis composicional

A partir de los conteos puntuales de cada sección delgada, se calculó el porcentaje de cada componente. Mediante estos porcentajes se puede caracterizar la hidratación del cemento en función del tiempo y tipo de curado, al comparar los resultados cuantitativos de los remanentes anhidros y los productos de hidratación, evaluando, de esta forma, la influencia de la relación agua/cemento y del tipo de curado sobre este proceso.

1. Se determinaron los cristales individuales de alita, belita y ferrita y los granos de clinker. Aunque todos estos minerales, en principio, son formadores de clinker, encontrar cristales individuales de ellos hace evidente una diferenciación en la hidratación del cemento. Los granos de clinker que en principio fueron conformados por estos cristales, tuvieron un mayor grado de hidratación dando lugar a gel C-S-H, portlandita, etringita o algún otro producto de hidratación, mientras que en los granos de clinker residual que aún se encuentran unidos dos o más de estos minerales, indican un grado de hidratación menor.
2. En cuanto a los **remanentes anhidros** mencionados en el punto anterior, se encuentra que: la alita, a los 7 días, se presenta en mayor proporción en el curado ambiente que en el curado húmedo. Su porcentaje para el curado húmedo varía entre 7.1% y 11.9%, mientras que en curado ambiente oscila entre 13.4% y 14.6% (**Figura 6-1**).

A los 28 días se observa un comportamiento homogéneo con valores porcentuales cercanos en ambos tipos de curado, pero menores a los obtenidos a los 7 días, esto indica dos cosas: por un lado que la influencia del tipo de curado sobre la proporción de alita es mayor durante los primeros 7 días y por otro, se confirma la continuidad en la hidratación de las muestras, presentando disminuciones en la cantidad de alita, especialmente en la mezcla con relación A/C de 0,26, tanto en curado ambiente como en curado húmedo (En curado húmedo bajó de 10,6% a 7 días, a 7,2% a 28 días. En curado ambiente disminuyó de 14,4% a 7 días a 8,5% a 28 días) (Ver **Figura 6-1**).

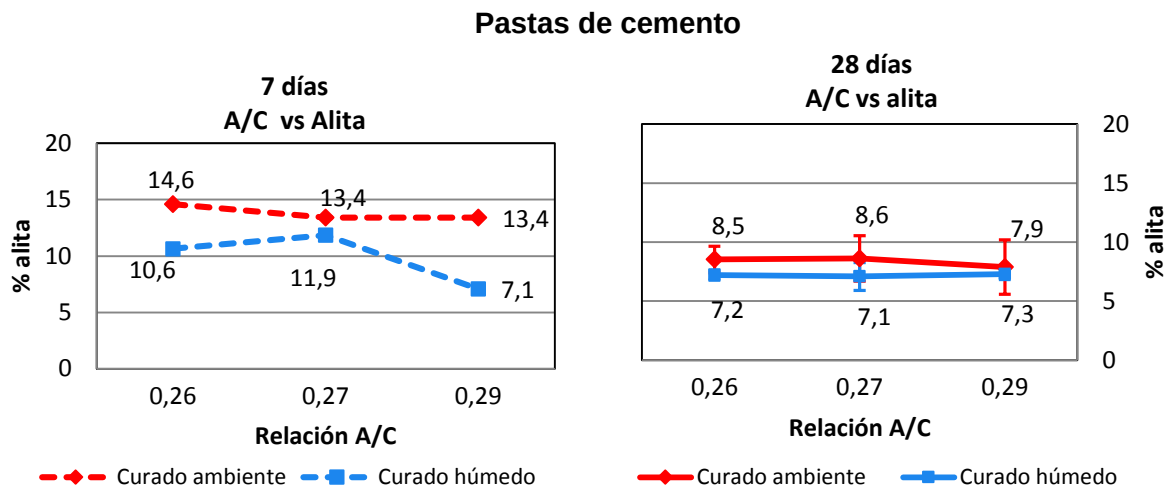


Figura 6-1 Porcentaje de alita en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

La belita, a los 7 días, presenta en el curado húmedo, variaciones entre 4,4% (relación A/C de 0,26) y 7,8% (relación A/C de 0,29), mientras que en el curado ambiente se encuentra entre el 6,2% (con relación A/C de 0,26) y 8,8% (relación A/C de 0,27), en este último tipo de curado los porcentajes son cercanos entre las tres mezclas.

A los 28 días, el contenido porcentual de belita se encuentra por debajo del 5% para ambos tipos de curados, más no presenta diferencias significativas para las diferentes relaciones A/C ni entre los dos tipos de curado. (Ver **Figura 6-2**).

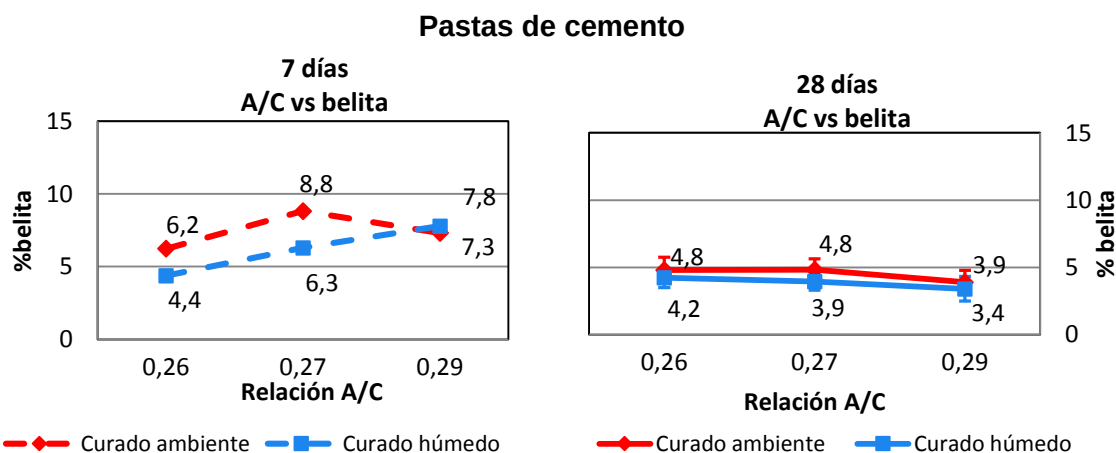


Figura 6-2 Porcentaje de belita en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

En la ferrita se obtuvieron porcentajes muy similares en los distintos escenarios, entre 8% y 11,1%, a 7 días y entre 8,6% y 10,3%, a 28 días. La variación porcentual de este mineral es mínima, tanto temporalmente como entre las tres relaciones agua/cemento y los tipos de curado. Esto se observa con claridad en la **Figura 6-3**.

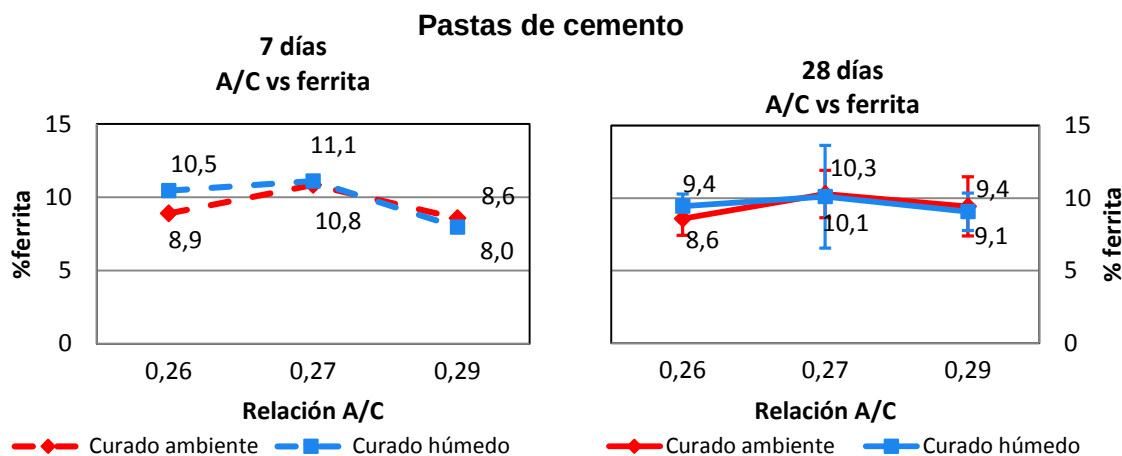


Figura 6-3 Porcentaje de ferrita en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos. Las barras representan el rango de los datos.

A los 7 días, los granos de clinker residual (granos compuestos por dos o más minerales de cemento) presentan, en el curado húmedo, variaciones entre 22,8% (relación A/C de 0,26) y 15,4% (relación A/C de 0,29). Una disminución marcada de este constituyente entre las relaciones A/C de 0,26 a 0,27. En el curado ambiente, el clinker residual varía entre 13,8% (relación A/C de 0,26) y 20,2% (relación A/C de 0,27).

A los 28 días, el porcentaje de clinker residual varía entre 17,9% y 20,9% para muestras con curado húmedo y entre 19,5% y 21,2% para curado ambiente. Si bien los valores del curado húmedo son ligeramente menores, las barras de los rangos indican que los mínimos y los máximos entre las distintas condiciones son similares, por ello no se evidencian cambios entre los distintos tipos de curado. (Ver **Figura 6-4**).

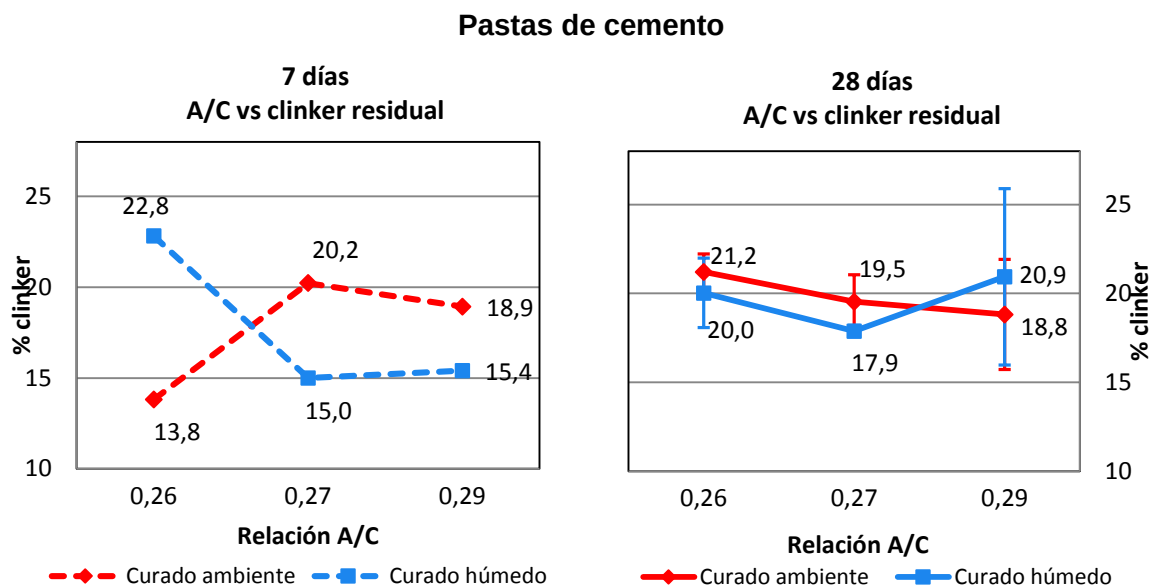


Figura 6-4 Porcentaje de clinker en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos. Las barras representan el rango de los datos.

Para visualizar el comportamiento general de los productos anhidros de la pasta de cemento endurecida, se tomó la sumatoria de los resultados de estos componentes para cada tiempo y tipo de curado, (ver **Figura 6-5**).

A los 7 días, para curado ambiente, se obtuvieron porcentajes que varían entre 43,6% a 53,3% y bajo curado húmedo entre 38,1% y 48,3%. Esto indicaría que la hidratación del cemento es muy baja, consecuencia de las bajas relaciones agua/cemento estudiadas (French, 1991). Se evidencia una mayor hidratación cuando las muestras son curadas en inmersión, representada por la disminución en los porcentajes de productos anhidros a medida que aumenta la relación A/C.

A los 28 días, tanto para las muestras bajo curado húmedo como ambiente, los porcentajes de los productos anhidros no presentan variaciones significativas y las barras de rangos se traslapan, indicando que la dispersión de los datos bajo las dos condiciones es análoga y por tanto los promedios tienden a ser muy cercanos. Tampoco se evidencian grandes cambios en los porcentajes de remanentes anhidros entre una relación A/C y otra.

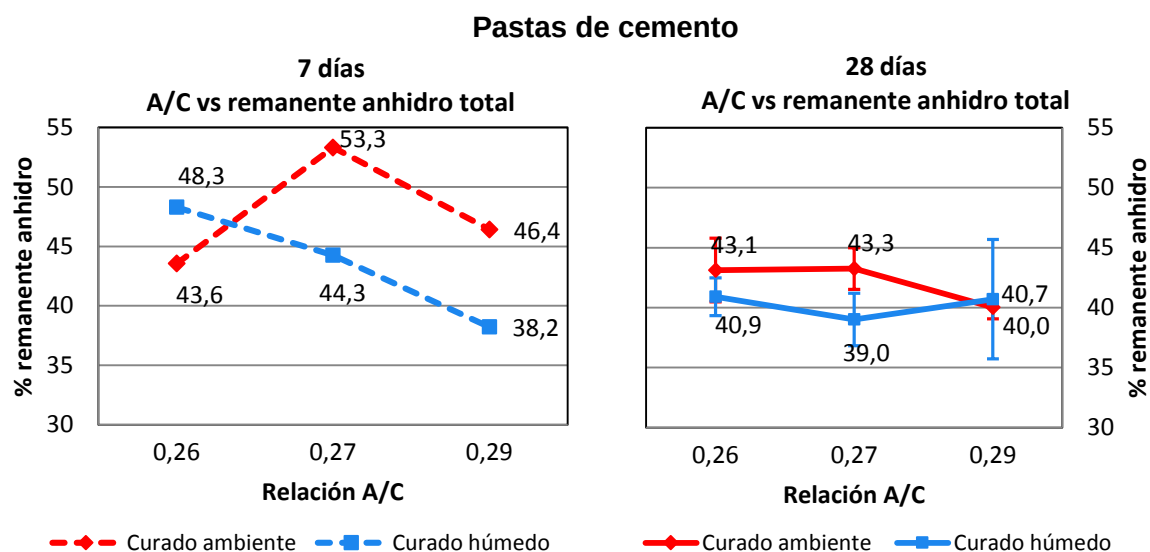


Figura 6-5 Porcentaje de remanentes anhidros totales en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

- Los **productos de hidratación** identificados mediante microscopía óptica fueron la portlandita y el gel C-S-H. En la proporción de ambos componentes se evidencia una fuerte influencia del tipo de curado con el tiempo, independientemente de la relación agua/cemento.

La portlandita presenta tres hábitos: masivo, microcristalino y cristalino (ver **Figura 6-7** a **Figura 6-9**). La portlandita masiva es la primera en formarse ya que es la que menos agua y tiempo requiere, mientras que la cristalina al tener mayor tamaño y mejor forma, es indicadora de un mayor grado de hidratación de la mezcla.

En la **Figura 6-6** se presentan los hábitos de la portlandita a diferentes tiempos y bajo distintos tipos de curados. Se destaca que a los 7 días, en el curado ambiente, predomina la portlandita masiva seguida por la microcristalina, y se presenta una baja proporción de portlandita cristalina, mientras que para el curado húmedo, la portlandita se presenta en su mayoría en el hábito masivo.

A los 28 días, para ambos tipos de curados y diferentes relaciones A/C, el hábito masivo es el principal, siendo levemente mayor bajo curado ambiente con porcentajes entre 21,7% (relación A/C de 0,27) y 26,1% (relación A/C de 0,29).

Pastas de cemento

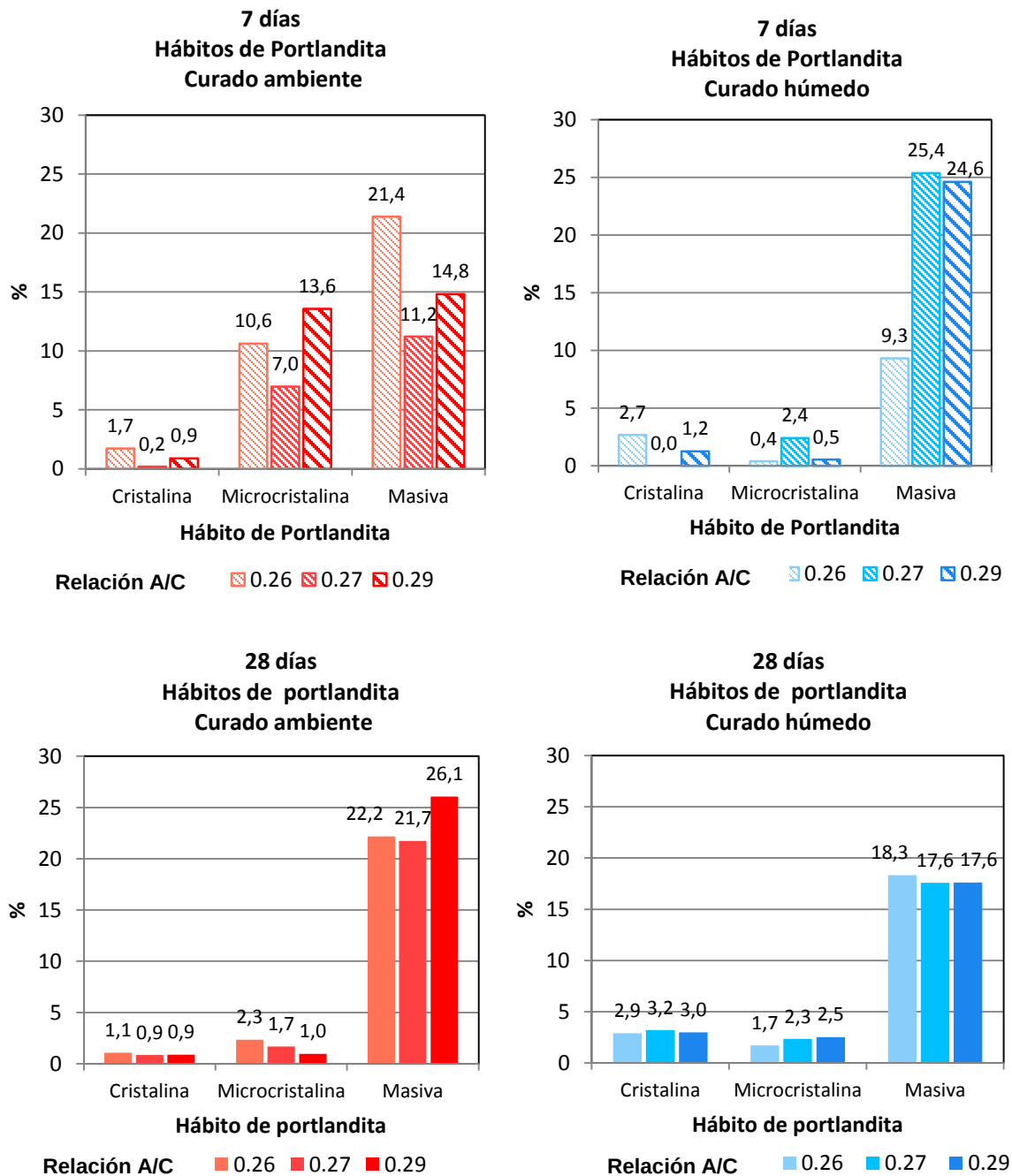


Figura 6-6 Distribución de la forma de presentación de la portlandita según el tiempo y tipo de curado, en pastas de cemento, con diferentes relaciones A/C.

Parte superior: muestras curadas durante 7 días. **Parte inferior:** muestras curadas durante 28 días.

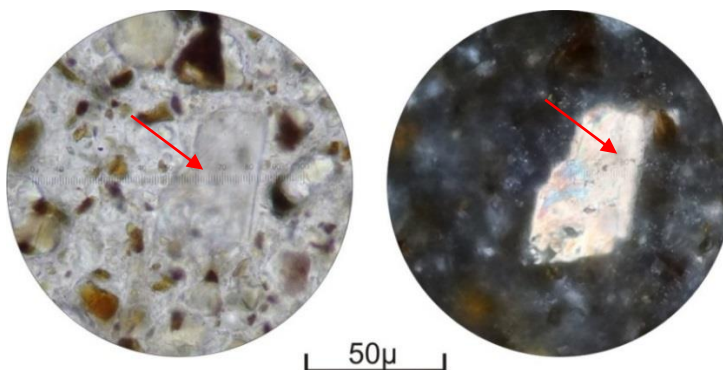


Figura 6-7 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,29 CH 7d.

Hábito cristalino: se observa un cristal bien formado de portlandita (señalado con la flecha roja), con relieve moderado y tonos de interferencia de cuarto orden. Tamaño aproximado: 40μ.

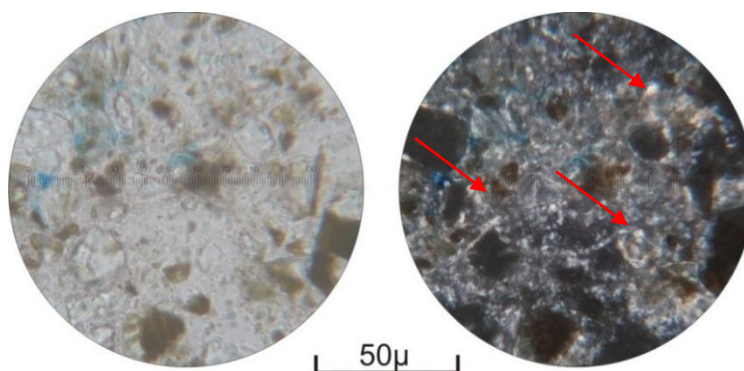


Figura 6-8 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,27 CA 7d.

Hábito microcristalino: rodeando a los cristales de remanentes anhidros se observa una matriz perlada compuesta por microcristales de portlandita con tonos de interferencia de cuarto orden (señalados con flechas rojas).

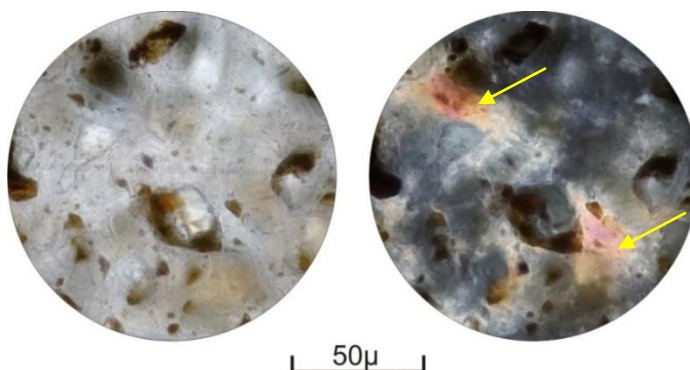


Figura 6-9 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,29 CA 28d.

Hábito masivo: alrededor de los remanentes anhidros se puede ver una matriz gris con minerales amorfos de color naranja y rosado, estos corresponden a la portlandita masiva, señalada con flechas amarillas.

Para evaluar la variación porcentual de portlandita bajo las distintas relaciones A/C y tipos de curado, se totalizaron los porcentajes obtenidos para los tres hábitos en cada mezcla, teniendo en cuenta que la composición química es la misma para todos los casos. En la **Figura 6-10** se observa que a los 7 días, bajo curado húmedo, el porcentaje de portlandita total aumenta con el incremento de agua en la mezcla, pero bajo curado ambiente disminuye y vuelve a aumentar. Las variaciones en el primer curado oscilan entre 12,4% y 27,8%, mientras que bajo curado ambiente, éstas varían entre 18,4% y 33,7%.

A los 28 días, el contenido de portlandita disminuyó bajo ambos tipos de curados (curado húmedo alrededor de 23% y ambiente entre 25,6% y 27,9%). Mostrando un comportamiento más homogéneo para todas las relaciones A/C, registrando una mayor concentración bajo curado ambiente, resultado inverso al obtenido a los 7 días, pero nuevamente los rangos se traslapan, por lo tanto esta tendencia no es determinante.

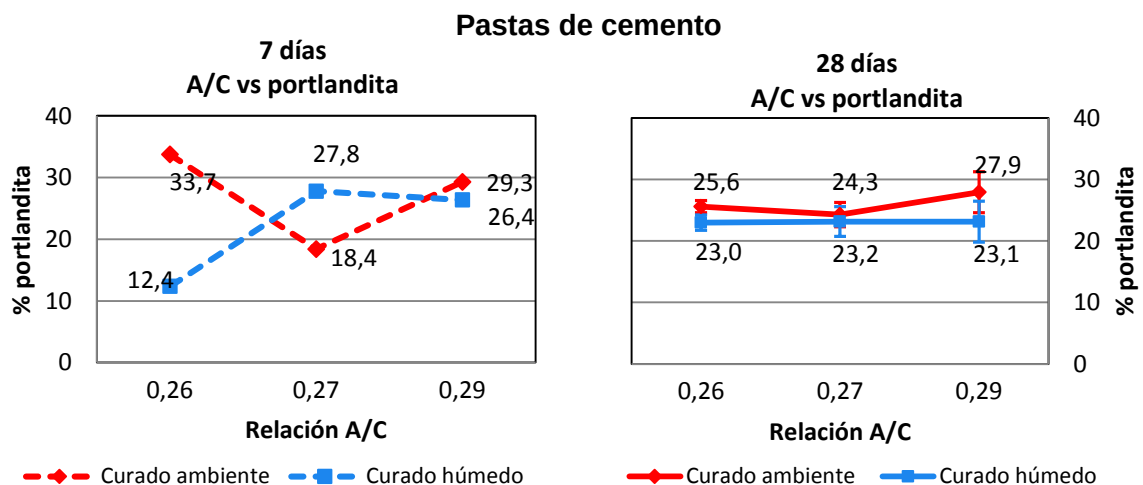


Figura 6-10 Porcentaje de portlandita total en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

El gel C-S-H es quizás el producto de hidratación más importante, pues entre más gel se forme, mayor resistencia a la compresión y mejores respuestas mecánicas tiene el material.

En la **Figura 6-11** se observa que, a los 7 días, hay un porcentaje mayor de gel C-S-H bajo curado húmedo que bajo curado ambiente, siendo mayores las diferencias en la relación A/C de 0,26, donde bajo curado húmedo está presente en un 35,7% mientras

que bajo curado ambiente su concentración es de 19,1% (una diferencia de 16,6%). Esto quiere decir que se puede identificar claramente la influencia del tipo de curado en la producción de gel C-S-H a edades tempranas.

A los 28 días, se observó un incremento generalizado del contenido de gel C-S-H. En las distintas relaciones A/C, para cada tipo de curado, se presentan porcentajes de gel C-S-H similares. La diferencia del contenido de gel entre un curado y otro oscila entre 5,4% y 3,1%. Los rangos no se traslapan, por lo cual el promedio es relevante y el resultado permite concluir que la formación de gel C-S-H siempre es mayor bajo curado húmedo.

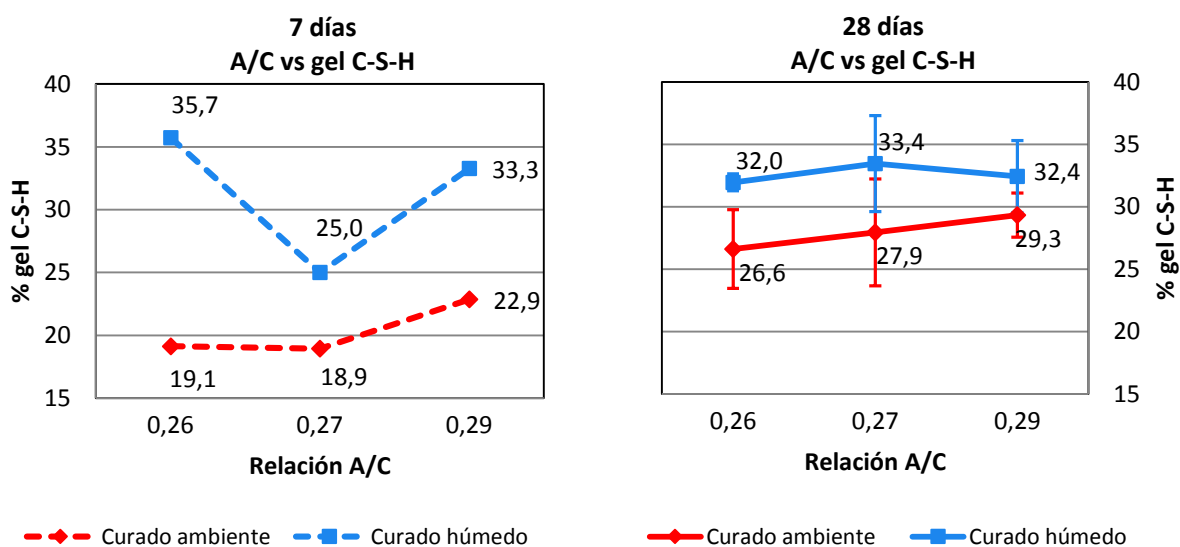


Figura 6-11 Porcentaje de gel C-S-H en pastas de cemento con relación A/C 0,26 - 0,29 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

6.1.2 Análisis por tamaños de cristales.

En los conteos puntuales, se midió el diámetro mayor de los componentes con formas definidas: alita, belita, ferrita, clinker residual y portlandita cristalina. El objetivo de esta medición era evaluar si mediante los tamaños de los minerales es posible caracterizar el grado de hidratación del cemento, basándose en el principio de que a mayor grado de hidratación, menor es el tamaño de los minerales de cemento y mayor el tamaño de la portlandita.

La variación del tamaño de los minerales entre las diferentes relaciones agua/cemento no resultó significativa, pero la variación del curado si lo fue.

Con los resultados de los conteos, se obtuvo una base de 6103 datos, con la cual se realizaron diferentes análisis estadísticos, utilizando los software R (versión 3.4.1) y MatLab.

Con R, se evaluó la dispersión de los datos y se identificó la función de distribución a la cual corresponde cada uno de los tamaños de los minerales según las condiciones y tiempo de curado. Para ello, se ejecutó una prueba de bondad de ajuste para distribuciones, considerando las principales: Weibull, Exponencial, Normal, Logística, Log Normal y Log – logística. Para seleccionar la distribución se utilizó el criterio de información de Akaike (AIC), el cual es una medida de calidad relativa de un modelo estadístico para un conjunto dado de datos; el modelo con mejor ajuste es el que tiene el valor mínimo de AIC (Ver **Anexo C**), coincidiendo para la mayoría de los tamaños de los minerales, en las diferentes condiciones, con la distribución **Log Normal**.

Con MatLab, una vez identificada la función de distribución, se aplicó el logaritmo natural a los datos y se generaron las gráficas de densidad de probabilidad y de probabilidad acumulada.

Dispersión y distribución de tamaños de los diferentes minerales de las pastas de cemento.

La dispersión de los datos se presenta en la gráfica de cajas (**Figura 6-12**). En ella, la línea negra intermedia de cada caja corresponde a la mediana y las líneas verticales en la parte superior e inferior representan los valores de tamaños estadísticamente aceptables de los datos reportados, la altura de la caja depende de la dispersión de los tamaños: a mayor dispersión, mayor altura.

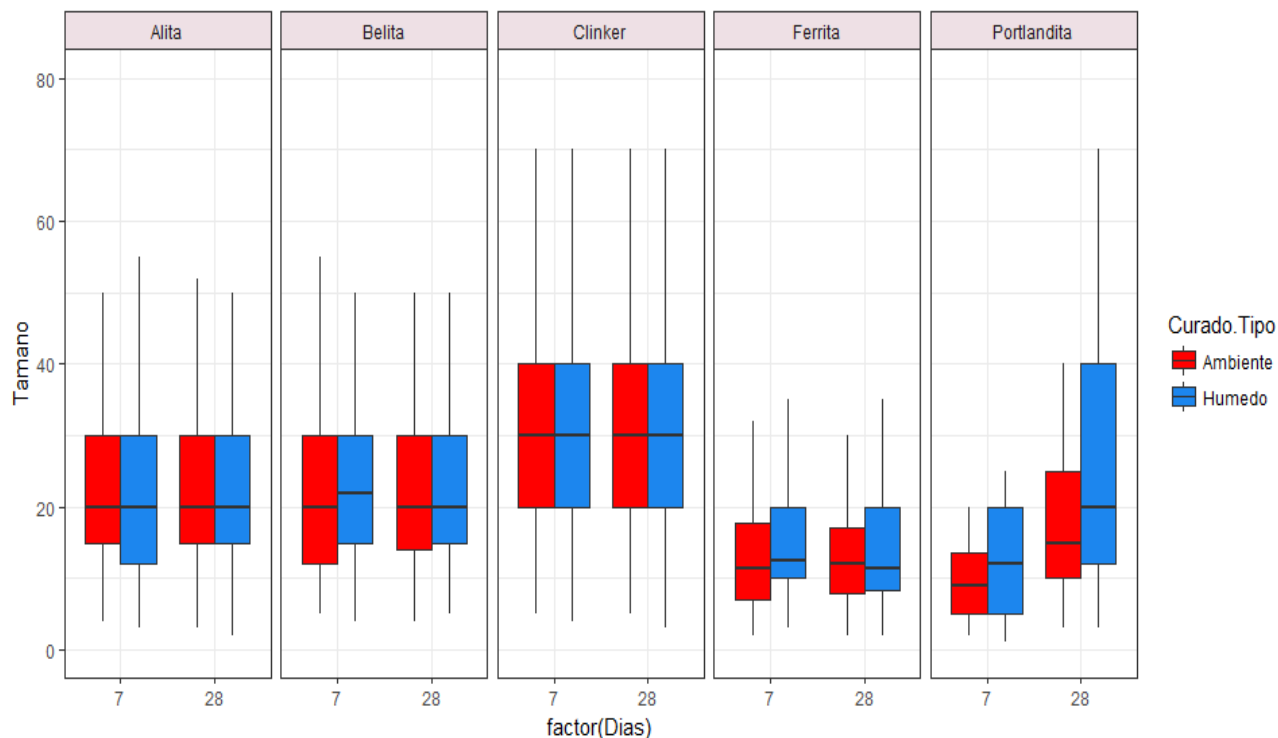


Figura 6-12 Gráfica de cajas de tamaños (μm) de cada mineral en pastas de cemento, a diferentes tiempos y bajo distintos tipos de curado.

En cuanto a los tamaños se observa que:

- La alita presenta a 7 y 28 días, tamaños entre 15μ y 30μ , tanto para curado húmedo como para curado ambiente. No hay una variación representativa en el tamaño de este mineral.
- La belita presenta un comportamiento similar, con tamaños entre 12μ y 30μ a 7 días y entre 14μ y 30μ a 28 días, sin grandes variaciones entre los dos tipos de curado.
- En el clinker residual, los tamaños se concentran en todas las condiciones entre 20μ y 40μ .
- La ferrita presenta tamaños entre 7μ y 20μ - aproximadamente-, para ambos tiempos y tipos de curado.

De estos minerales ninguno presenta un cambio significativo de tamaño bajo los diferentes tiempos y tipos de curado.

- La portlandita cristalina, el único producto de hidratación al cual fue posible medirle el tamaño mediante petrografía, presenta cambios significativos tanto a distintos tiempos como bajo diferentes tipos de curado:

A los 7 días bajo curado ambiente, los tamaños se concentran entre 5μ y $14,2\mu$, mientras que bajo curado húmedo varían entre de $4,5\mu$ y 20μ .

A los 28 días, los cristales son más gruesos que a los 7 días, bajo los dos tipos curado, siendo mayores en curado húmedo; así: bajo curado ambiente se concentran entre 10μ y 25μ , en tanto que bajo curado húmedo están entre $14,2\mu$ y 40μ .

El incremento en el tamaño de los cristales de portlandita en muestras curadas por inmersión en comparación con las muestras bajo curado ambiente, tanto a 7 como a 28 días, indica que efectivamente el curado pesa en el proceso de hidratación.

En el **Anexo C** se encuentra el resumen de los datos atípicos de los tamaños de minerales de pastas de cemento, es decir, los valores que están por encima o por debajo de los tamaños estadísticamente aceptables, allí se observa que el porcentaje de datos atípicos en la mayoría de minerales están por debajo del 5%, a excepción de la portlandita a 7 días donde el curado ambiente presenta 7,41% y en curado húmedo 9,52%.

Densidades de probabilidad y probabilidad acumulada de los tamaños de los diferentes minerales de las pastas de cemento.

En la **Figura 6-13** se presentan las densidades de probabilidad para la alita, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. La altura de las barras de los histogramas de densidad representa la probabilidad de que se presente determinado tamaño en cada condición, por ejemplo: en la alita a 7 días en curado ambiente, la probabilidad de que se presenten tamaños entre 15μ y 20μ es de 0,36. De esta manera se identifica fácilmente cuáles son los tamaños más frecuentes.

La función de densidad ajustada al logaritmo natural de los datos, está representada en las curvas de cada gráfica. El punto más alto de cada una de ellas equivale al tamaño que mayor probabilidad tiene de presentarse, por ejemplo: en la alita bajo curado húmedo a 7 días, 14μ es el diámetro medio de cristal que mayor probabilidad tiene de encontrarse.

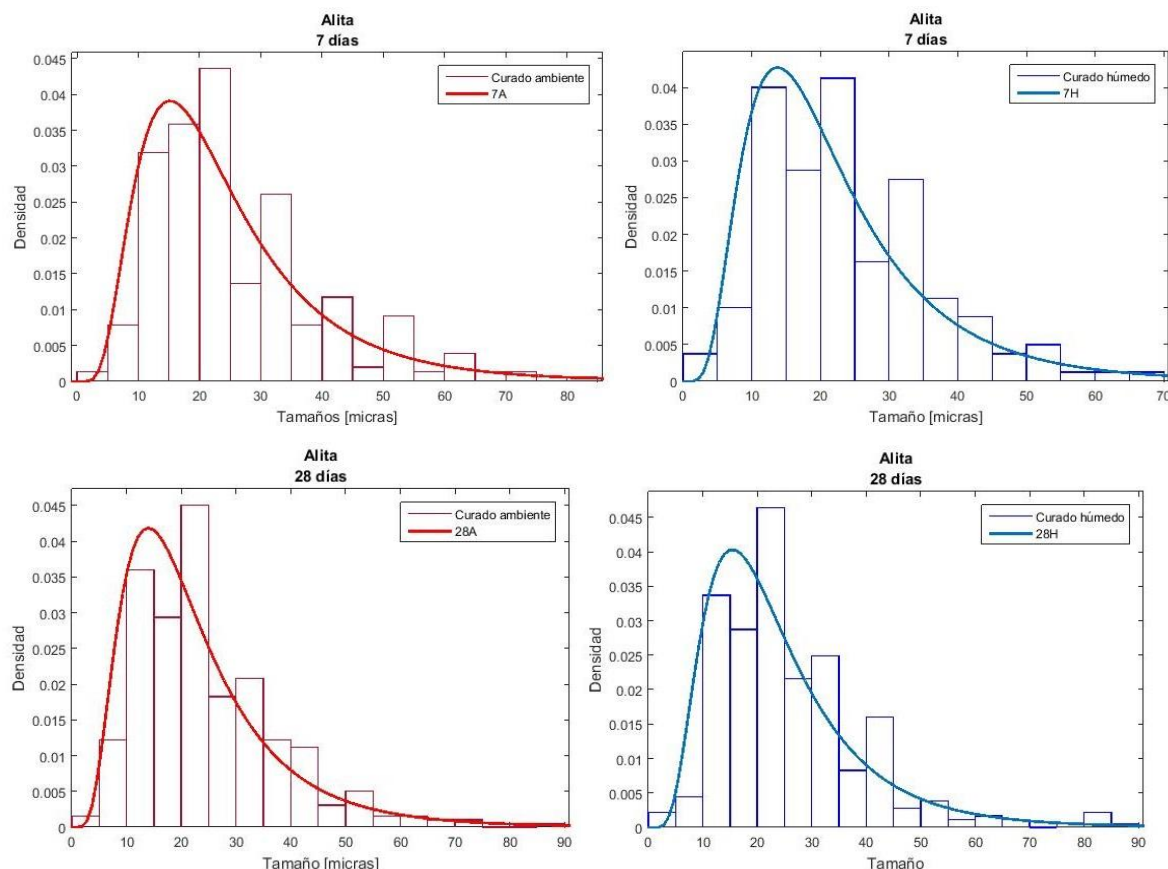


Figura 6-13 Densidad de probabilidad de los tamaños de alita en pastas de cemento. Las curvas representan la función de densidad ajustada al logaritmo natural de los datos.

En la **Figura 6-14** se comparan las curvas de densidad de tamaños de la alita en todos los escenarios. Aunque todas las curvas son muy cercanas entre sí, se observan ligeros cambios en las alturas de los picos máximos. Coinciden en $13,8\mu$ los picos de las curvas de 7 días bajo curado húmedo y 28 días bajo curado ambiente con una densidad de probabilidad de 0,043; de igual manera, coinciden en 15μ los máximos de las curvas de 7 días bajo curado ambiente y 28 días bajo curado húmedo.

En La **Figura 6-15** se presentan los resultados de probabilidad acumulada vs tamaño de partícula, con intervalos de confianza (IC) de 95% para cada escenario. El intervalo de confianza “describe la variabilidad entre la medida obtenida en un estudio y la medida real de la población (el valor real), que sea del 95% indica que dentro del rango dado se encuentra el valor real con un 95% de certeza” (Roberto Candia, 2005).

Se observa que: por un lado, las curvas cuyos picos coincidían en la gráfica de densidad de probabilidad, se encuentran dentro de mismo intervalo de confianza, es decir que estadísticamente los valores son muy similares; este comportamiento se presenta entre las curvas de 7 días - curado húmedo y 28 días - curado ambiente y entre las curvas de 7 días curado - ambiente y 28 días - curado húmedo.

Lo anterior indica que la variación del tamaño de la alita no se correlaciona directamente con el tiempo ó tipo de curado.

Por ejemplo, los cristales más gruesos se presentaron bajo curado ambiente a 7 días. En esta condición existe una probabilidad del 90% de que los cristales de alita sean menores a 43,7 μ . Este resultado sugiere que las muestras que fueron curadas al aire durante 7 días presentan un grado de hidratación ligeramente menor que las muestras que fueron curadas en las otras condiciones.

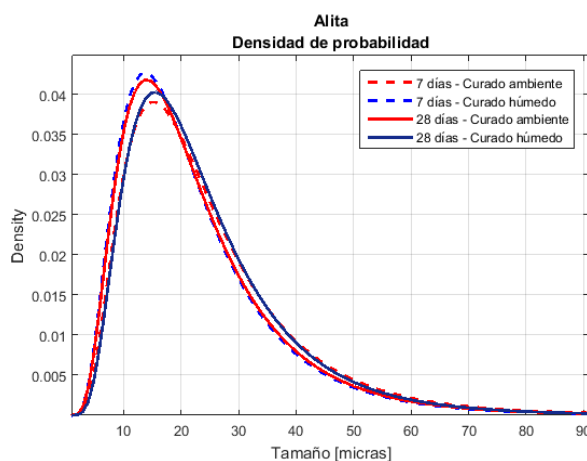


Figura 6-14 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de alita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

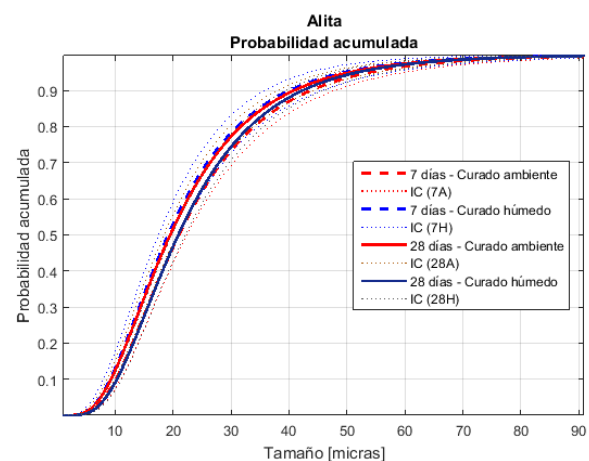


Figura 6-15 Probabilidad acumulada para los tamaños de alita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)

En la **Figura 6-16** se presentan los histogramas de densidad de probabilidad de los tamaños de belita, con sus respectivas curvas de función de distribución.

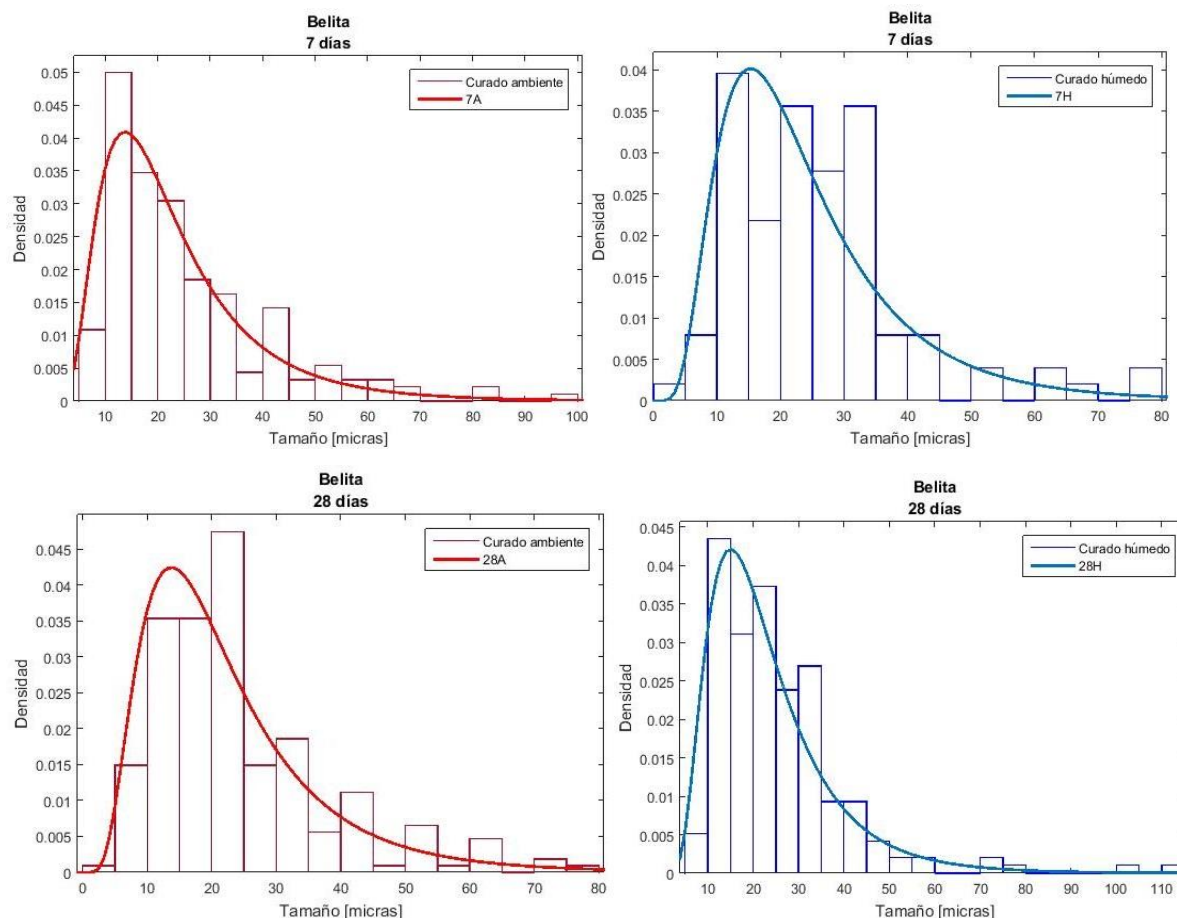


Figura 6-16 Densidad de probabilidad de los tamaños de belita en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

En la **Figura 6-17**, se comparan las curvas de distribución de densidad de los tamaños de belita en todas las condiciones. En las curvas correspondientes a curado ambiente, los valores de los puntos máximos coinciden, para 7 y 28 días, en 14μ , lo mismo ocurre en las curvas del curado húmedo, cuyos picos coinciden, en ambos tiempos de curado, en 15μ . Adicionalmente, se observa que las curvas correspondientes a 28 días de curado presentan alturas ligeramente mayores que las curvas de 7 días. Es decir, la probabilidad de que se presenten tamaños de 14μ y 15μ en sus respectivos tipos de curado, es mayor a 28 días.

En la **Figura 6-18** (probabilidad acumulada de tamaños de belita), se observa que todas las curvas están contenidas dentro de los mismos intervalos de confianza, esto implica que la variación en el tamaño de belita es mínima, tanto a 7 días como a 28 días, bajo los dos tipos de curado.

Según lo anterior, existe un 90% de probabilidad de que los tamaños de los cristales de este mineral, en todas las condiciones, se encuentren por debajo de 42μ .

Estos resultados indican que los diferentes tipos y tiempos de curado no afectan directamente el tamaño de los cristales de belita y que además, este mineral no presenta variaciones texturales correlacionables con el grado de hidratación.

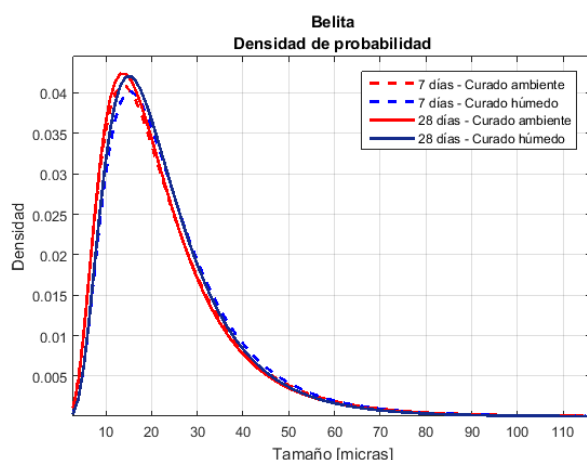


Figura 6-17 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de belita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

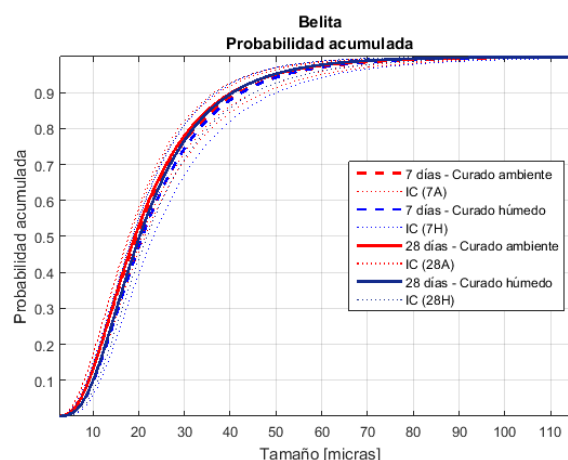


Figura 6-18 Probabilidad acumulada para los tamaños de belita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)

En la **Figura 6-19** se presentan los histogramas de densidad de tamaños de partículas para la ferrita con sus respectivas funciones de distribución.

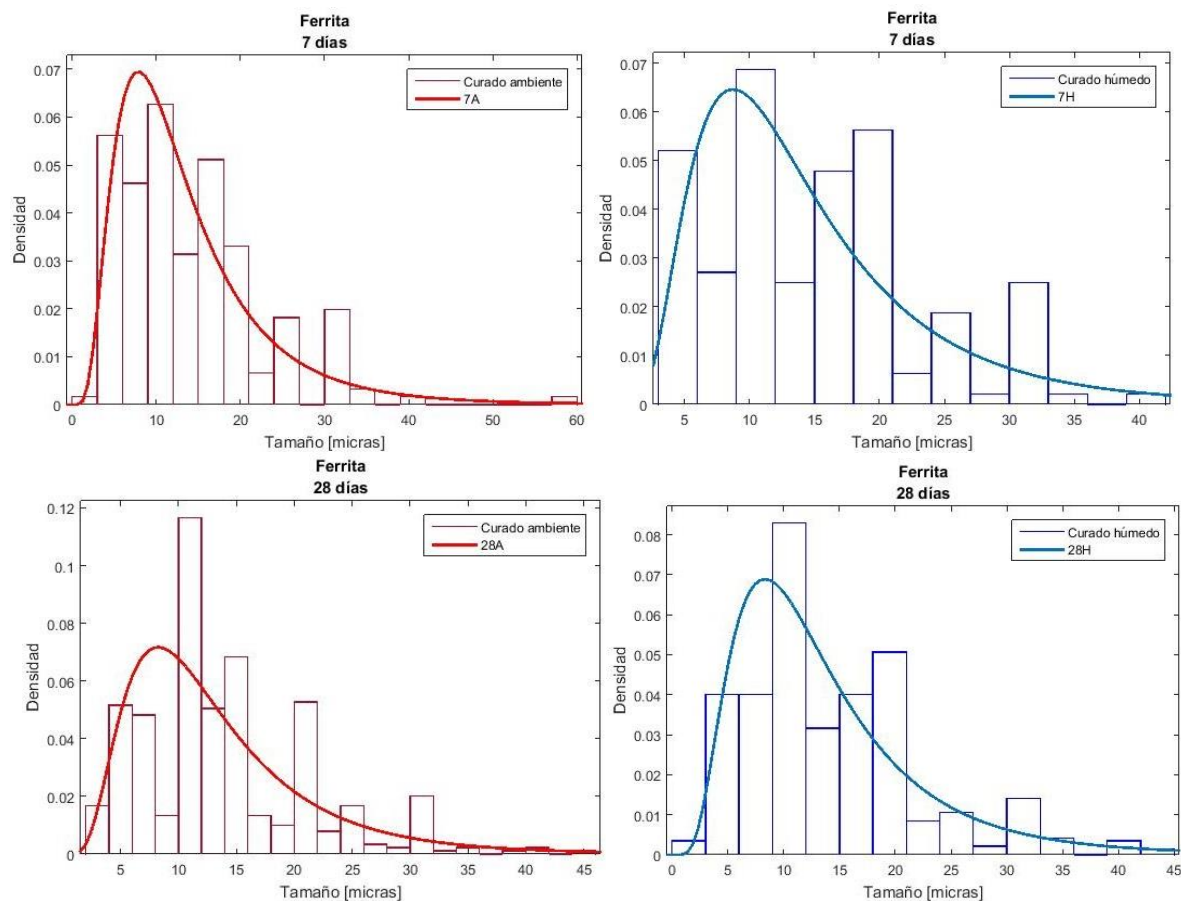


Figura 6-19 Densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

En la **Figura 6-20** se comparan los resultados de las curvas de densidad de tamaños de ferrita bajo distintos escenarios. Se observa que los picos de todas las funciones coinciden en 8μ , pero varía la probabilidad de que este tamaño se presente (altura de las curvas). La curva correspondiente al curado ambiente a 28 días, es la que mayor altura tiene, en contraste con la curva de 7 días -curado húmedo, esto significa que es mayor la probabilidad de encontrar cristales de ferrita de 8μ de diámetro en muestras curadas al aire durante 28 días que en muestras curadas por inmersión a 7 días.

La probabilidad acumulada se presenta en la **Figura 6-21**, allí se observa que las curvas de 7 días –curado ambiente, y 28 días bajo ambos tipos de curado, están contenidas dentro de los mismos intervalos de confianza, es decir, los tamaños de ferrita son muy similares en estas tres condiciones. Mientras que, la curva de 7 días – curado húmedo, presenta sutiles variaciones en el tamaño de este mineral y por eso tiene un intervalo de

confianza diferente. Esto quiere decir, en términos probabilísticos, que el 90% de los cristales de ferrita pueden ser menores a $24,6\mu$, en muestras curadas al aire durante 7 días ó 28 días, ó curadas por inmersión durante 28 días, pero en muestras bajo curado húmedo durante 7 días, los cristales de ferrita probablemente tendrán tamaños ligeramente mayores (26μ).

Estos resultados sugieren que: 1) El tipo y tiempo de curado no ejercen ninguna influencia sobre el tamaño de la ferrita; 2) Este mineral no presenta variaciones texturales significativas que permitan valorar el grado de hidratación de la pasta de cemento.

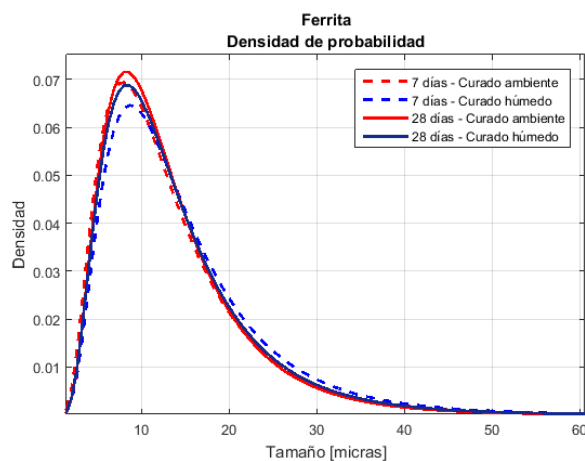


Figura 6-20 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

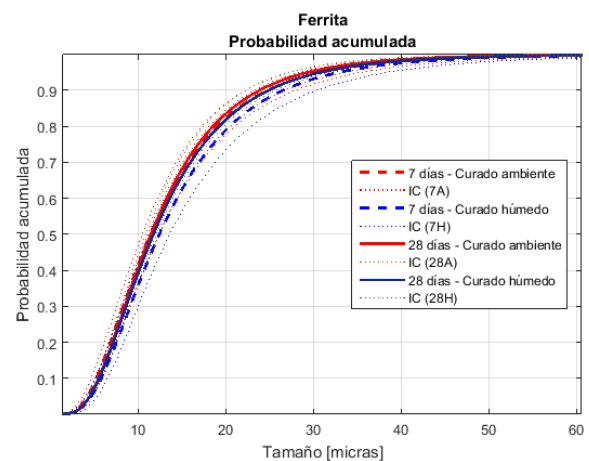


Figura 6-21 Probabilidad acumulada para los tamaños de ferrita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)

En **Figura 6-22** se presentan los resultados individuales de los histogramas de densidad de tamaño de partículas para clinker residual con sus respectivas funciones de distribución y en la **Figura 6-23** se comparan las curvas de densidad de sus tamaños en todos los escenarios.

Las curvas de densidad de probabilidad de tamaños de clinker, a 7 días bajo los dos tipos de curado, coinciden en 23μ , al igual que las curvas de 28 días coinciden en 22μ , pero en todos los casos se presentan diferencias sutiles en las alturas. Es decir, a 7 días

la probabilidad de que se presenten tamaños de 23μ es mayor en curado húmedo que en curado ambiente, contrario a lo que ocurre a los 28 días, donde las probabilidades más altas de que se presenten granos de clinker de 22μ recaen en el curado ambiente.

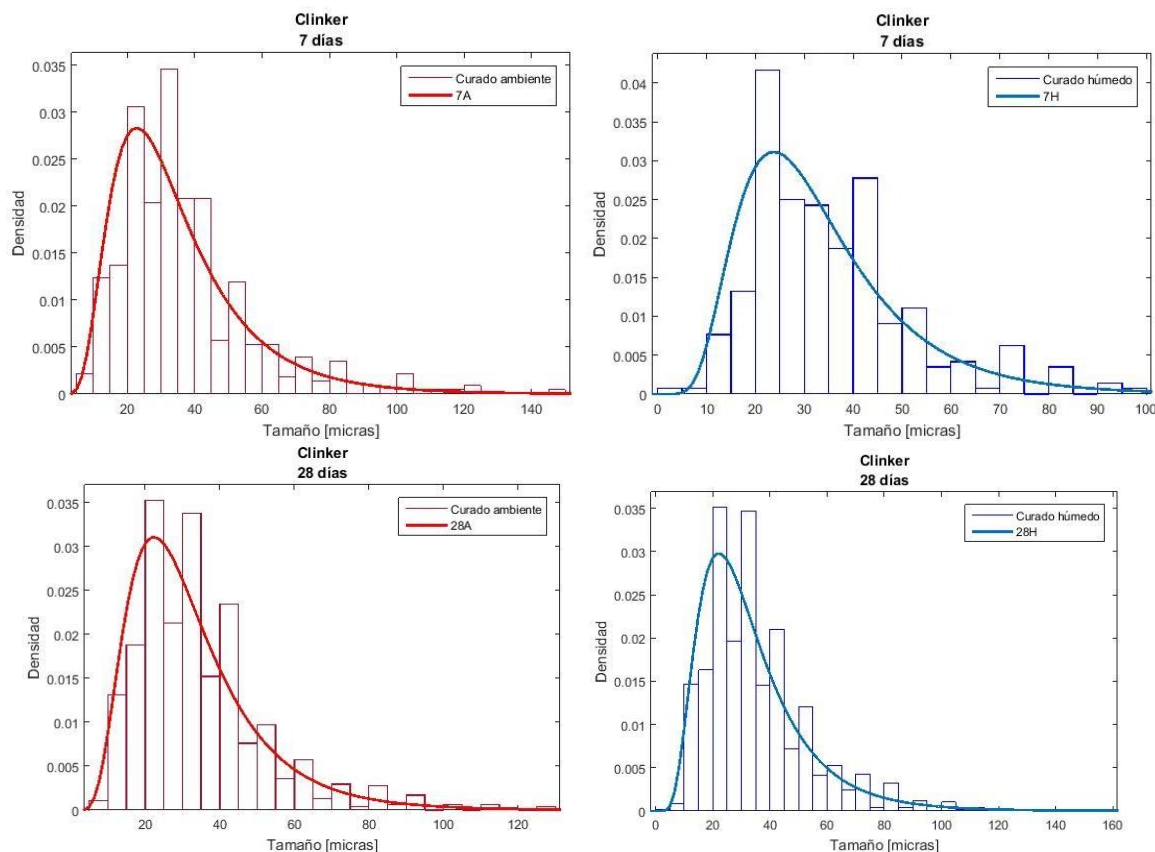


Figura 6-22 Densidad de probabilidad de los tamaños de clinker residual en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

En la **Figura 6-24** se observa que las curvas cuyos picos coincidían en la gráfica de densidad de probabilidad, se encuentran dentro del mismo intervalo de confianza, es decir, que estadísticamente los valores son muy similares; este comportamiento se presenta entre las curvas de 7 días bajo curado húmedo y ambiente; y de 28 días bajo los dos tipos de curados.

La influencia del tipo de curado, en un mismo tiempo, se puede deducir de las diferencias en las densidades de probabilidad para la ocurrencia de un determinado tamaño de partícula de clinker. Adicionalmente, los cristales más gruesos se presentaron bajo curado ambiente a 7 días; donde existe una probabilidad del 90% de que los granos de clinker sean menores a 60μ . Este resultado sugiere que las muestras que fueron curadas

durante 7 días al aire presentan un grado de hidratación ligeramente menor que las muestras que fueron curadas en las otras condiciones.

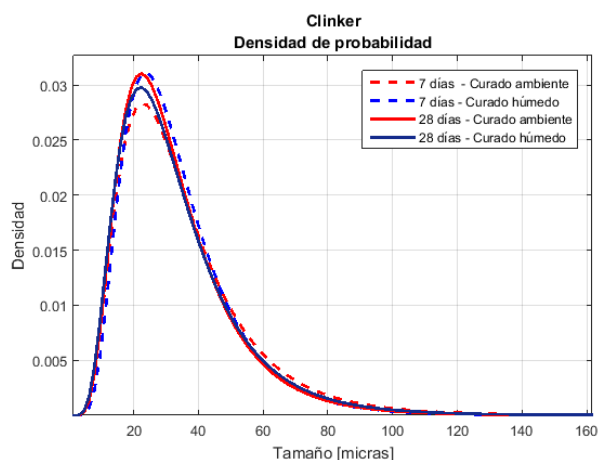


Figura 6-23 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de clinker en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

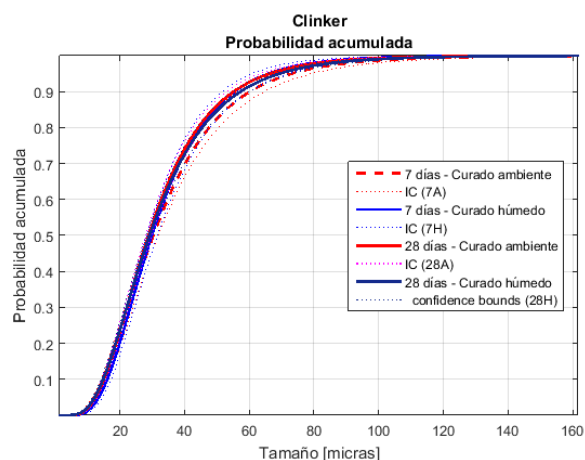


Figura 6-24 Probabilidad acumulada para los tamaños de clinker en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)

En la **Figura 6-25** se presentan los histogramas de densidad de tamaños de cristales para la portlandita con sus respectivas funciones de distribución. Estas gráficas permiten entrever que el tipo de curado influye sobre el tamaño de los cristales, ya que cada curva muestra un comportamiento único.

Al comparar todas las curvas en la **Figura 6-26**, se hacen más evidentes los cambios texturales de los cristales de portlandita bajo los distintos tiempos y tipos de curado.

Se observa que a los 7 días, las curvas son fuertemente asimétricas y tienen alturas considerablemente mayores que las curvas de los 28 días.

También se evidencia que, en ese tiempo de curado (7 días), el tamaño con mayor densidad de probabilidad de presentarse bajo curado ambiente, es de 5μ , y bajo curado húmedo es de 3μ . A los 28 días, bajo curado ambiente, el tamaño con mayor probabilidad de ocurrir es de 7μ , y bajo curado húmedo es de 13μ . Esto quiere decir que, a 28 días, los tamaños más gruesos de portlandita se pueden encontrar en muestras curadas por inmersión.

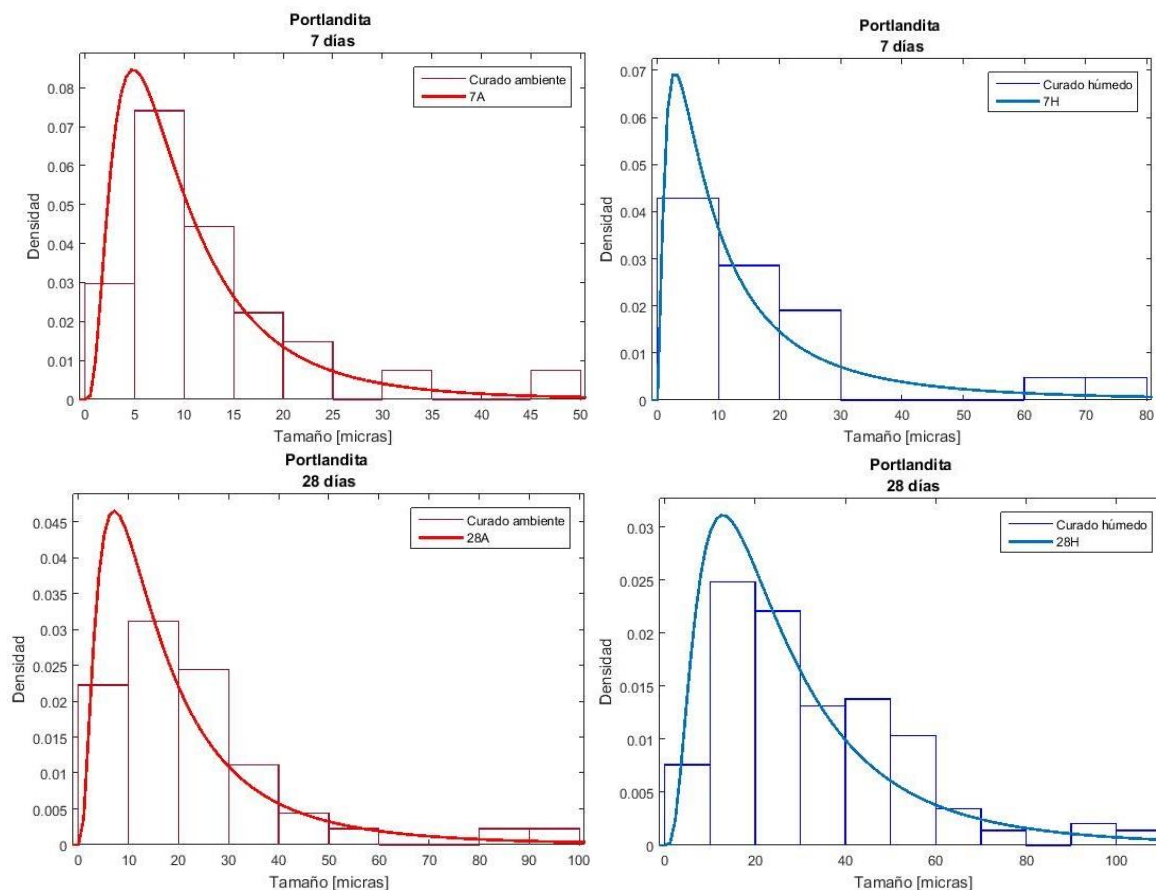


Figura 6-25 Densidad de probabilidad de los tamaños de portlandita en pastas de cemento. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

En la **Figura 6-27**, (probabilidad acumulada de tamaños de portlandita), se observa que los intervalos de confianza para las distintas condiciones son muy diferentes y por lo tanto, estadísticamente, la variación en el tamaño de la portlandita es significativa.

A los 7 días, bajo curado ambiente, existe una probabilidad del 80% que los tamaños sean menores a $15,4\mu$, mientras que bajo curado húmedo probablemente sean menores a 24μ . Asimismo, a los 28 días bajo curado ambiente, para la misma probabilidad, los tamaños podrían ser menores a 30μ y bajo curado húmedo, menores a 44μ .

Este resultado demuestra que el tiempo y tipo de curado si influye sobre el tamaño de la portlandita y que esos cambios texturales se pueden correlacionar con el grado de hidratación de la pasta de cemento. Por lo cual, los cristales más finos (menores a $15,4\mu$) se presentan en las muestras curadas durante 7 días al aire (menor grado de

hidratación) y los más gruesos (menores a 44μ), en las muestras curadas durante 28 días por inmersión (mayor grado de hidratación).

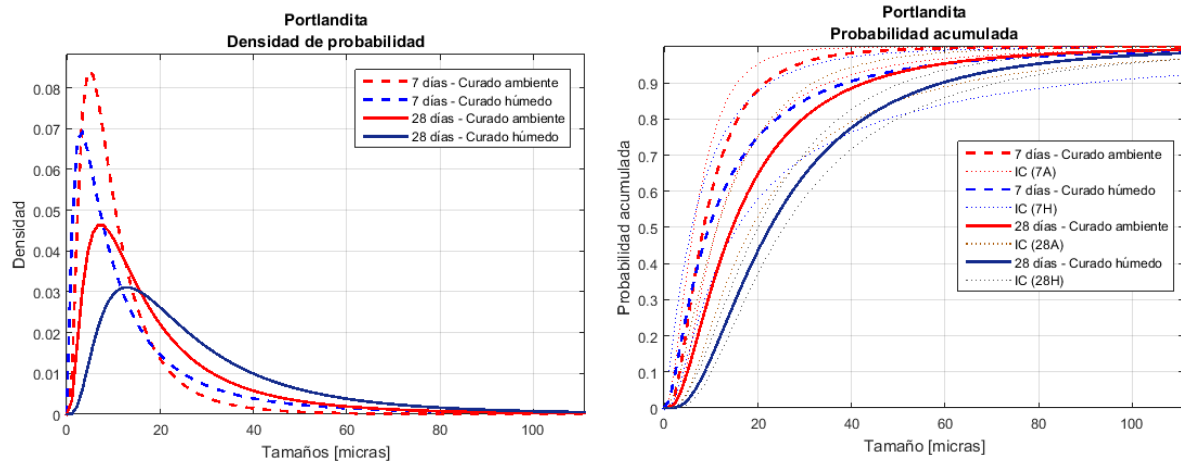


Figura 6-26 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de portlandita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

Figura 6-27 Probabilidad acumulada para los tamaños de portlandita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)

Nota: En el **Anexo C** se encuentra el resumen de los parámetros de la función de distribución lognormal de cada uno de los componentes analizados en este capítulo.

6.2 Morteros

Se analizaron 24 secciones delgadas de morteros, distribuidas de la siguiente manera:

- 6 secciones con tiempo de curado de 7 días (ambiente y húmedo), con relaciones A/C de 0,485, 0,51 y 0,55. Una sección por cada mezcla y tipo de curado.
- 18 secciones con tiempo de curado de 28 días (ambiente y húmedo), con relaciones A/C de 0,485, 0,51 y 0,55. Tres secciones por cada mezcla y tipo de curado.

El procedimiento de conteo de puntos fue el mismo que para las pastas de cemento. Se mantuvo un conteo mínimo de 500 puntos por sección, no obstante, en estos conteos se tuvo en cuenta el agregado (arena de Ottawa), el cual influye en la hidratación del cemento, pero como su porcentaje no es relevante para los análisis fue sustraído del cálculo porcentual total.

Los demás porcentajes fueron normalizados, es decir, se toma el total de puntos de alita, belita, ferrita, clinker residual, gel, portlandita y poros como el 100% y a partir de allí se calculan los porcentajes correspondientes a cada constituyente.

El porcentaje total y normalizado de cada componente se presenta en el **Anexo B**.

6.2.1 Análisis composicional

1. En cuanto a los remanentes anhidros, se encontró que la concentración de la alita, a los 7 días, bajo curado húmedo, oscila entre 9,6% y 8,4%, sin importar la relación A/C, mientras que bajo curado ambiente, los porcentajes varían entre 6,8% y 10,5% (relaciones A/C de 0,55 y 0,51, respectivamente). Tanto en curado húmedo como ambiente, el menor contenido de alita se presentó en la mezcla con mayor relación A/C: 0,55.

A los 28 días, no hay variaciones porcentuales relevantes bajo ambos tipos de curado, pero se presentan menores porcentajes que los obtenidos a los 7 días, (Ver **Figura 6-28**).

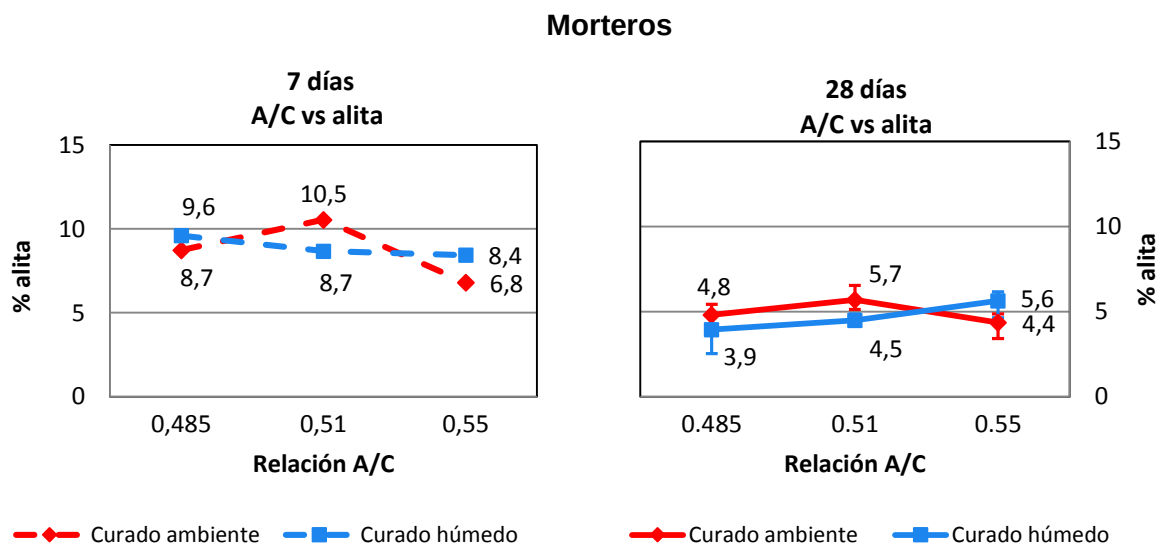


Figura 6-28 Porcentaje de alita en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

El contenido de belita, a los 7 días, bajo curado húmedo varía entre 6,8% (relación A/C de 0,51) y 5,6% (relación A/C de 0,55), mientras que bajo curado ambiente se encuentra en proporciones entre el 8,0% (relación A/C de 0,485) y 3,6% (relación A/C de 0,55), disminuyendo notoriamente a medida que aumenta la relación A/C.

A los 28 días, el contenido de belita se encuentra por debajo de 4% en ambos tipos de curados, evidenciando una reducción importante con respecto a los porcentajes obtenidos los 7 días, más no se presentan diferencias significativas en cuanto a la concentración de belita entre las diferentes relaciones A/C ni bajo los distintos tipos de curado. (Ver **Figura 6-29**).

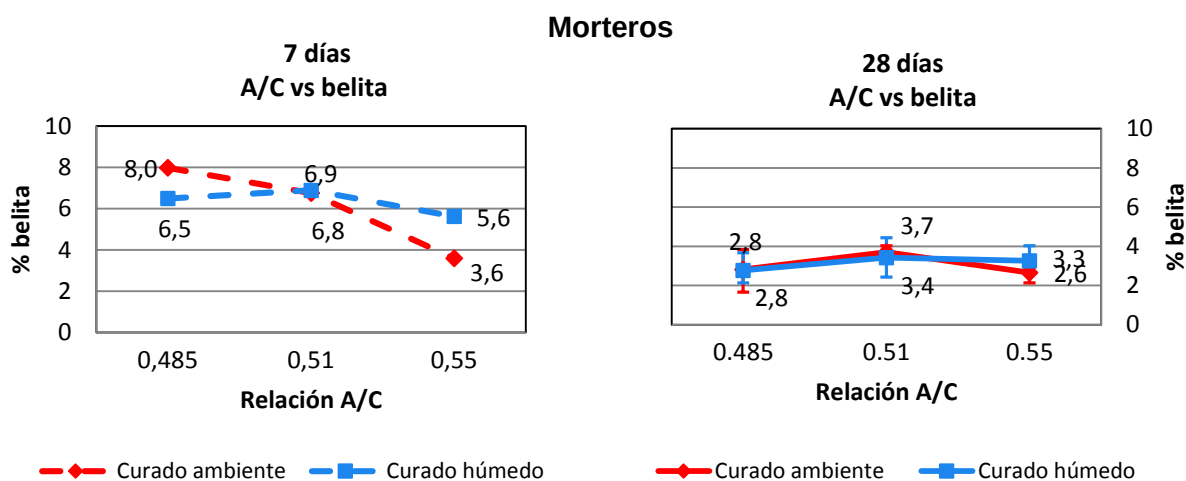


Figura 6-29 Porcentaje de belita en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

La ferrita, a los 7 días, bajo curado húmedo presenta porcentajes desde 9,0% (A/C: 0,485) hasta 7,7% (A/C: 0,55), mientras que bajo curado ambiente se presenta en concentraciones entre 13,2% (A/C: 0,51) y 5,2% (A/C: 0,55). A los 28 días, para los distintos escenarios las variaciones son pequeñas y las barras de error muestran que los porcentajes para ambos tipos de curado se superponen en los mismos rangos, por lo cual no hay diferencias significativas para las diferentes condiciones. (Ver **Figura 6-30**).

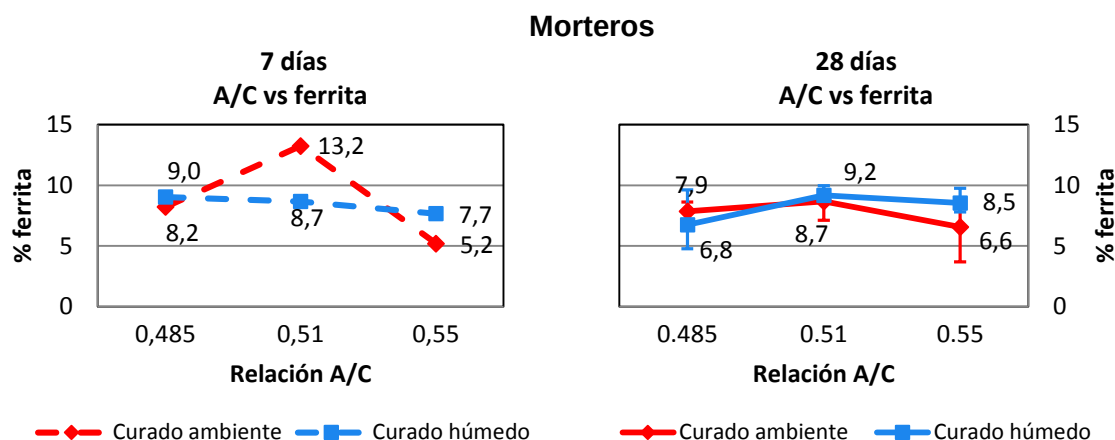


Figura 6-30 Porcentaje de ferrita en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

La concentración de los granos de clinker residual (granos compuestos por dos o más minerales de cemento), a los 7 días, bajo los distintos tipos de curado disminuye a medida que aumenta la relación A/C, bajo curado húmedo varía entre 20,9% y 12,5%, teniendo el menor porcentaje en la relación A/C de 0,51. Bajo curado ambiente dicha concentración varía entre 20,7% y 10,8%, siendo el menor porcentaje el de la relación A/C de 0,55.

A los 28 días, el clinker presenta un comportamiento inverso, aumentando levemente bajo los dos tipos de curado con respecto a la relación A/C, sin embargo, en todos los casos el porcentaje es menor que el correspondiente a 7 días. Los porcentajes bajo curado húmedo son menores y se encuentran entre 10% (A/C: 0,485) y 13,5% (A/C: 0,55), mientras que bajo curado ambiente van de 11,8% (A/C 0,485) a 14,7% (A/C 0,51). (Ver **Figura 6-31**).

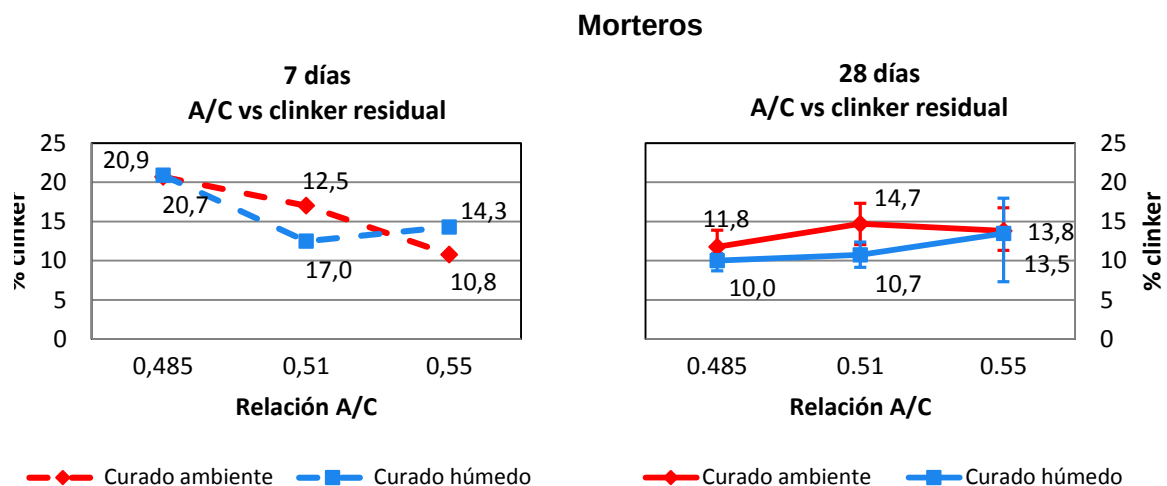


Figura 6-31 Porcentaje de clinker en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

Para visualizar el comportamiento general de los productos anhidros en la pasta de cemento endurecida de los morteros, se tomó la sumatoria los componentes anteriormente expuestos para cada tiempo y bajos los diferentes tipos de curado, (ver **Figura 6-32**).

A los 7 días, se observa una reducción del contenido de los productos anhidros bajo curado húmedo, siendo el mayor porcentaje el correspondiente a la muestra con relación A/C de 0,485 (46%) y el menor, a la que tiene relación A/C de 0,55 (36,1%).

Los resultados bajo curado ambiente, no presentan un patrón de comportamiento definido, registrándose el mayor porcentaje en la muestra con relación A/C de 0,51 (47,6%) mientras que en la de A/C de 0,485 y 0,55 se obtuvieron 24,9% y 26,4%, respectivamente, es decir más de 20% de diferencia con respecto a la mezcla de 0,51.

A los 28 días, la concentración de los productos anhidros es muy similar para los dos tipos de curados, mostrando un ligero aumento bajo curado ambiente con respecto al curado húmedo, pero las barras de rangos se traslapan, indicando que la dispersión en los datos de ambas condiciones son muy similares y por tanto los

promedios tienden a ser muy cercanos. Tampoco se evidencian grandes cambios en el contenido total de los productos anhidros con diferentes relaciones A/C.

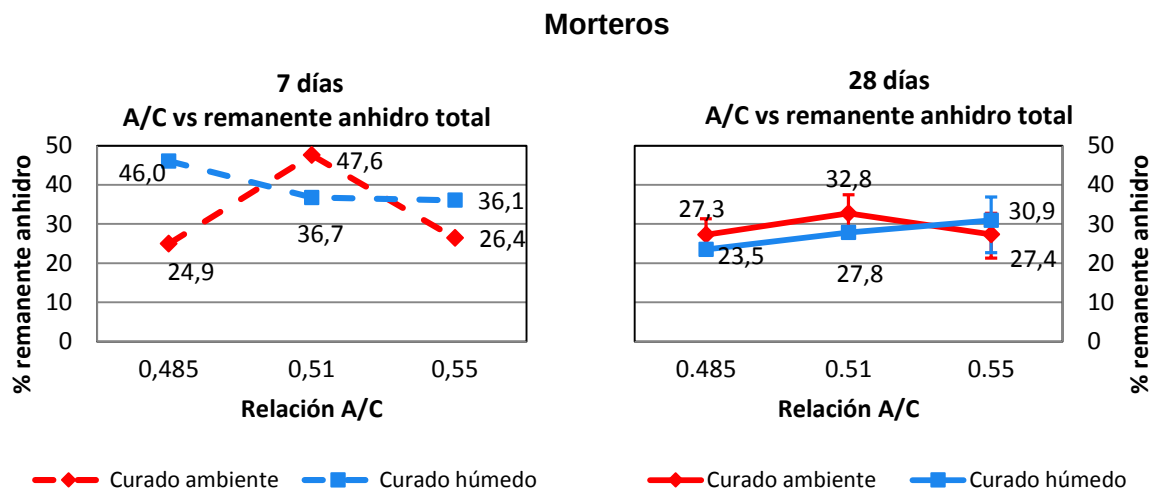


Figura 6-32 Porcentaje de remanente anhidro total en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

2. *Productos de hidratación.* En la **Figura 6-33** se observan las diferencias petrográficas evidentes entre los productos de hidratación en una muestra con relación A/C de 0,55 a 7 días. La sección de la muestra curada al aire (**Figura 6-33a**) presenta una matriz formada principalmente por portlandita microcristalina (con tonos de interferencias perlados de cuarto orden), mientras que, en la sección de la muestra curada por inmersión (**Figura 6-33 b**), la misma matriz corresponde a gel C-S-H, el cual es pseudoisotrópico y con tonos de interferencia grises. Este resultado es una de las evidencias petrográficas más fuertes que reflejan la influencia del curado en la proporción de productos de hidratación.

A los 7 días hay un dominio contundente en las muestras bajo curado ambiente de portlandita microcristalina, cuyos porcentajes alcanzan hasta el 38%, mientras que bajo curado húmedo se encuentra en menor proporción, siendo sólo destacable en la mezcla con relación A/C de 0,51 con 26,8%. Los demás hábitos de este mineral para ambos tipos de curado y diferentes relaciones de A/C se encuentran en su mayoría por debajo del 2% ó no se presentan. (Ver **Figura 6-34**).

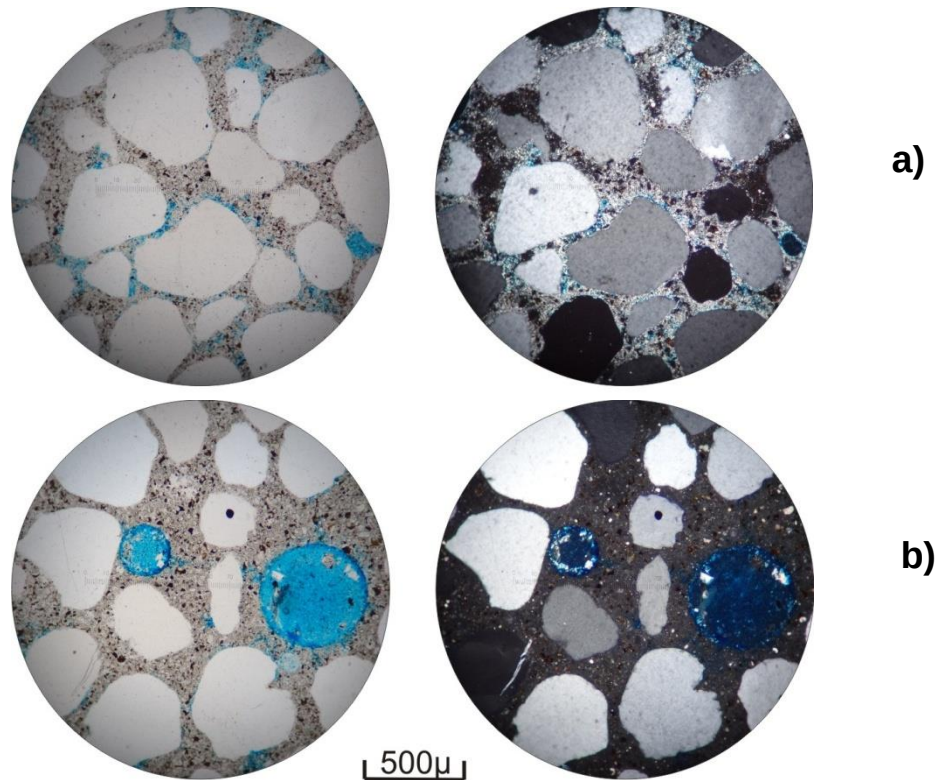


Figura 6-33 Microfotografía en PPL – XPL. Objetivo 10X. **a)**: Sección delgada de mortero curado durante 7 días, bajo curado ambiente (0,55 CA 7d). **b)**: Sección delgada de mortero curado durante 7 días, bajo curado húmedo (0,55 CH 7d).

A los 28 días, bajo curado ambiente, el porcentaje de portlandita microcristalina disminuye notoriamente, mientras que las otras formas de presentación de este mineral aumentan, especialmente en el caso de la portlandita masiva, la cual se concentra en los bordes de los agregados. Bajo curado húmedo, predomina la portlandita masiva y disminuye considerablemente la microcristalina. La portlandita cristalina sigue siendo la menos frecuente.

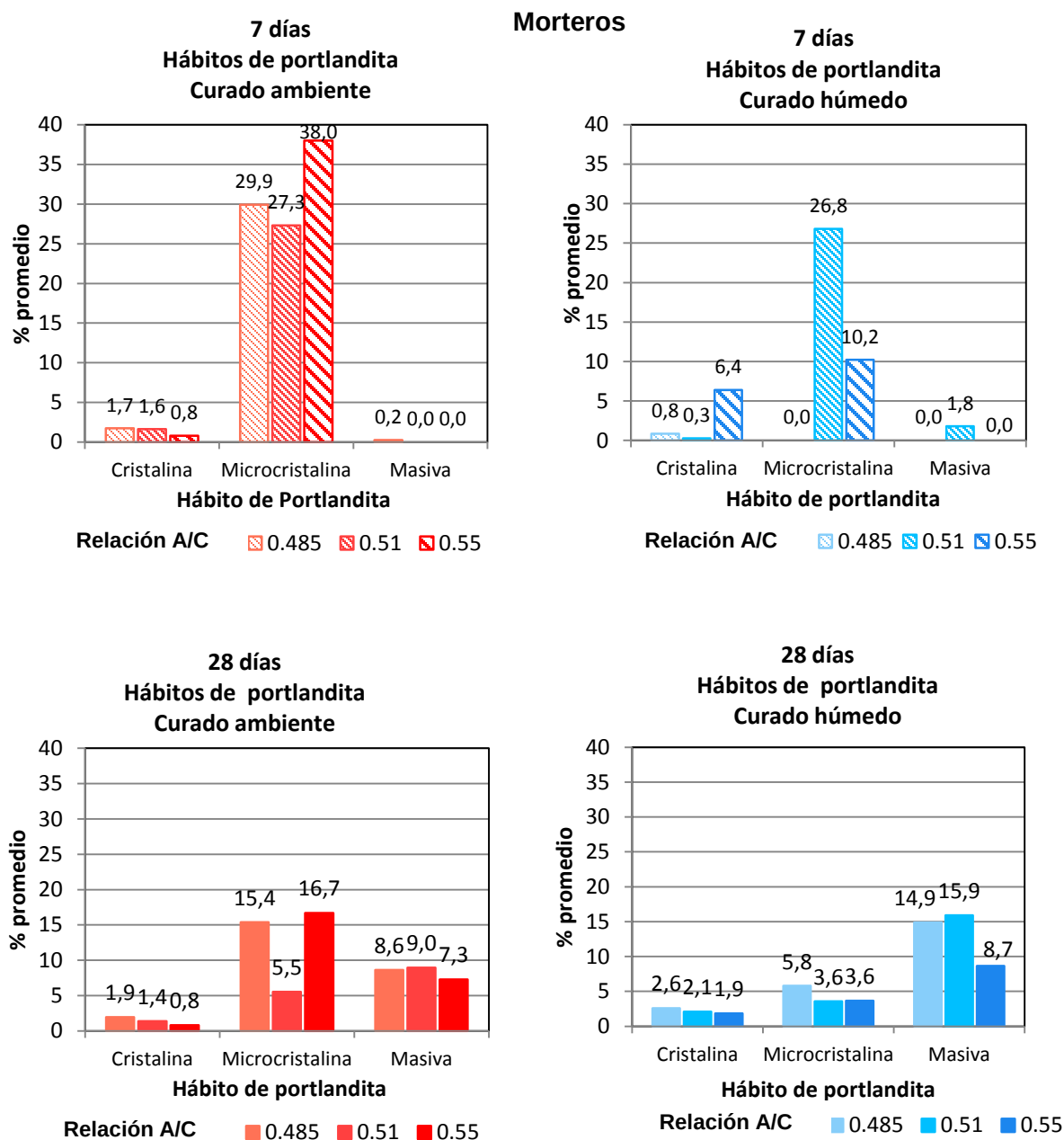


Figura 6-34 Distribución de la forma de presentación de la portlandita en morteros según el tiempo y tipo de curado y con diferentes relaciones A/C. En la **parte superior**: muestras curadas durante 7 días. En la **parte inferior**: muestras curadas durante 28 días.

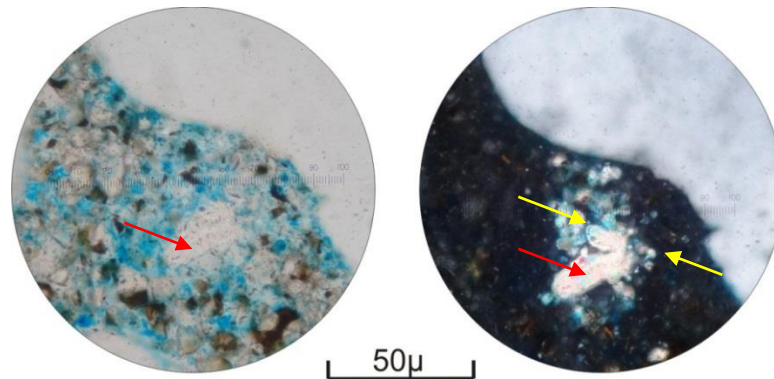


Figura 6-35 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,55 CH 7d. Se observa un cristal fino de portlandita cristalina (señalado con una flecha roja), rodeado por portlandita microcristalina (señalada con flechas amarillas). Relieve moderado y tonos de interferencia de cuarto orden. En azul se observa la porosidad. Tamaño aproximado de portlandita cristalina: 20µ.

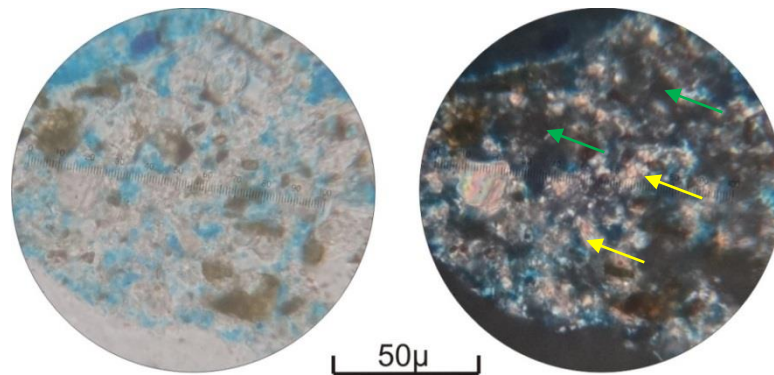


Figura 6-36 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,51 CA 7d. Entre dos agregados se observa una matriz gris y perlada compuesta por gel C-S-H (señalado con una flecha verde) y microcristales de portlandita con tonos de interferencia de cuarto orden (señaladas con flechas rojas). En azul se observa la porosidad.

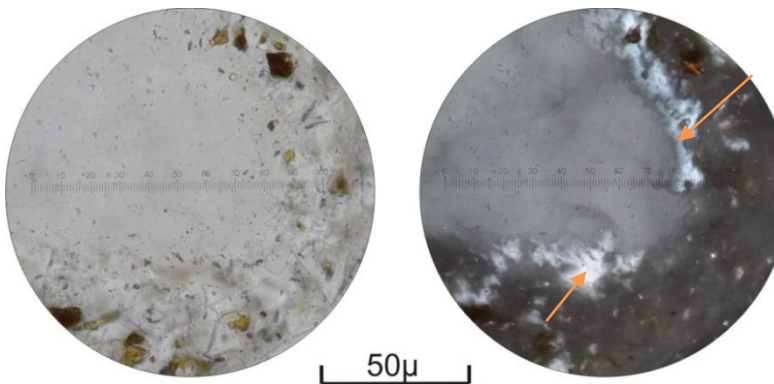


Figura 6-37 Microfotografía en PPL-XPL. Aumento 100X. Sección 0,29 CA 28d. Rodeando un agregado se observa un mineral amorfo blanco brillante, éste corresponde a portlandita masiva, señalada con flechas naranjas.

Para evaluar la variación composicional entre las distintas relaciones A/C y tipos de curado, se sumaron los porcentajes obtenidos por los tres hábitos de portlandita. En la **Figura 6-38** se observa que, a los 7 días, bajo curado ambiente se presentó más portlandita que bajo curado húmedo (entre 28,9% y 38,8%, al aire y 0,8% y 28,8% inmersión) siendo la mezcla con relación A/C de 0.485 la que mayores cambios presentó (diferencias hasta de 31%); mientras que a los 28 días, el contenido de portlandita para ambos tipos de curados se homogenizó, obteniendo promedios cercanos con rangos amplios para todas las condiciones. El promedio de la portlandita bajo curado ambiente varía entre 21,6% y 25,9% y bajo curado húmedo entre 14,2% y 23,2%. Hay un sutil aumento en los porcentajes de portlandita bajo curado ambiente, más el traslape en los rangos no permite una diferenciación precisa.

Se destaca que la variación de la relación agua/cemento no tiene mucho efecto sobre la concentración de portlandita mientras que la influencia del curado sí y es mayor a los 7 días que a los 28 días.

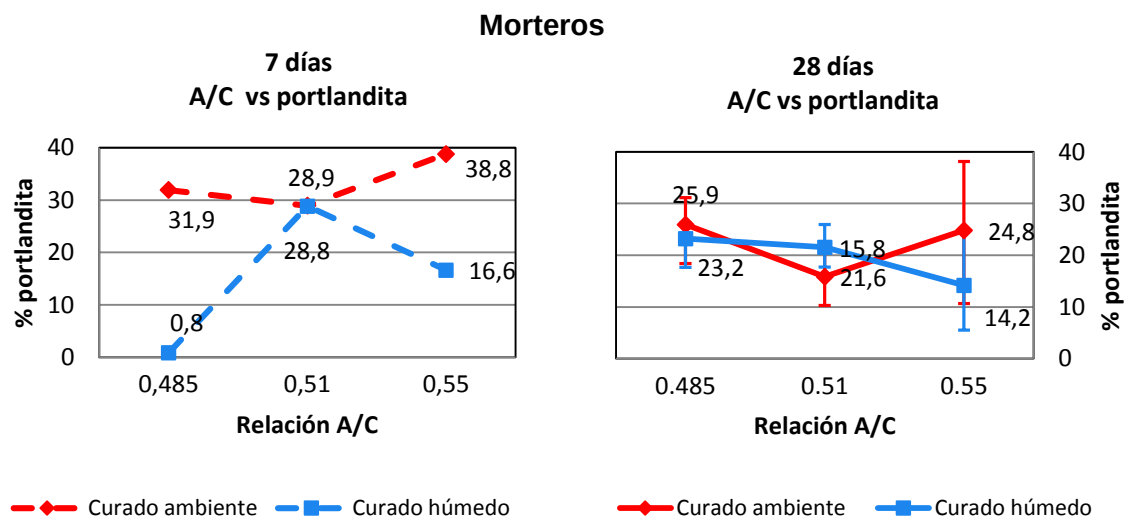


Figura 6-38 Porcentaje de portlandita total en morteros con relación A/C 0,485 - 0,55 bajo distintos tipos de curado, a 7 y 28 días. Las barras representan el rango de los datos.

En cuanto al gel C-S-H, en la **Figura 6-39** se puede observar que a los 7 días, el contenido de gel C-S-H es mayor bajo curado húmedo que bajo curado ambiente. A los 28 días, los porcentajes de gel C-S-H aumentan, presentándose en mayor proporción bajo curado húmedo que bajo curado ambiente, con valores entre 30,9% y

33,6% bajo curado húmedo y 22,7% y 29,9% bajo curado ambiente. La mayor diferencia (10,15) se encuentra en la mezcla con relación A/C de 0,485.

Los rangos de concentración del gel C-S-H se traslapan parcialmente, pero el contenido promedio de gel C-S-H siempre es mayor bajo curado húmedo. Este resultado permite asumir que a mayores porcentajes de gel C-S-H, mayor grado de hidratación.

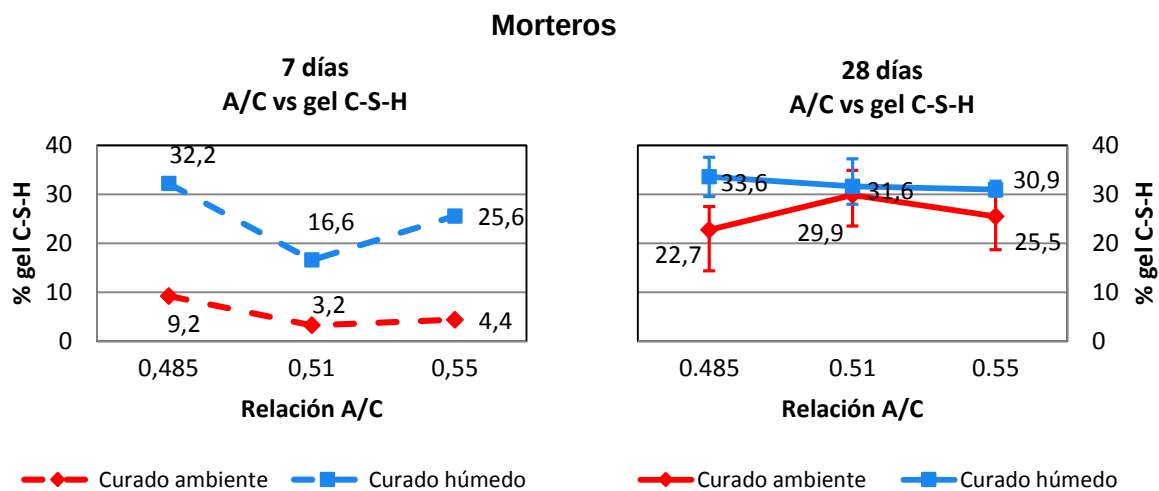


Figura 6-39 Relación A/C vs gel C-S-H, a diferentes tiempos y bajos distintos tipos de curado. Las barras representan el rango de los datos.

6.2.2 Análisis tamaño de minerales.

En los morteros, los tamaños de minerales de cemento (alita, belita, ferrita y clinker residual) y portlandita cristalina, fueron medidos de la misma forma que en las pastas. Utilizando el objetivo de 100X y la retícula de los oculares, se midió el diámetro mayor de cada componente.

Con los resultados de los conteos, se obtuvo una base de 3069 datos (sin los agregados), sobre la cual se realizaron los mismos análisis estadísticos que para las pastas, mediante los software R (versión 3.4.1) y MatLab.

La dispersión de los datos obtenida se presenta en un gráfico de cajas. Al igual que en las pastas de cemento, se realizó una prueba de ajuste de bondad para seleccionar la

distribución por medio del criterio de información de Akaike (AIC), obteniendo el mismo resultado: la distribución que mejor ajuste presentó en la mayoría de minerales fue **Log Normal**. Los resultados del ajuste de bondad pueden consultarse en el **Anexo D**.

Finalmente, mediante MatLab, se aplicó el logaritmo natural a los datos y se generaron las gráficas de densidad y de probabilidad acumulada para los tamaños de los minerales.

Dispersión y distribución de tamaños de los diferentes minerales de los morteros.

La dispersión de los datos de los tamaños de minerales medidos se presenta en la gráfica de cajas (**Figura 6-40**), en ella, la línea negra intermedia de cada caja corresponde a la mediana, y las líneas verticales en la parte superior e inferior representan los valores de tamaños estadísticamente aceptables de los datos reportados. La altura de la caja representa la dispersión de los tamaños: a mayor dispersión, mayor altura.

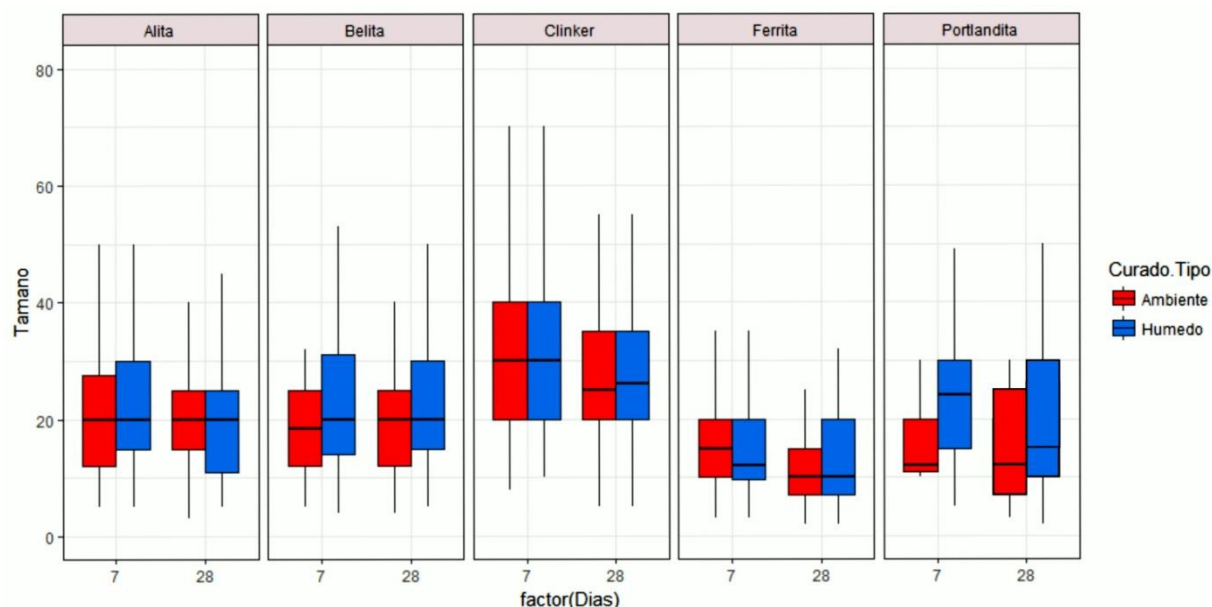


Figura 6-40 Gráfica de cajas de tamaños (μm) de cada mineral en morteros, a diferentes tiempos y bajo distintos tipos de curado.

En la **Figura 6-40** se puede observar que:

- Para la alita, a 7 días, en ambos tipos de curado, los tamaños se concentran entre 12μ y $28,7\mu$, siendo levemente menores bajo curado ambiente y alcanzando hasta 30μ bajo curado húmedo. A los 28 días, los tamaños de la alita bajo curado ambiente se concentran entre 15μ y 25μ con una dispersión baja, mientras que bajo curado húmedo presentan tamaños menores, desde 11μ hasta 25μ y una dispersión mayor.
- Los tamaños de los cristales de belita son similares tanto a 7 como a 28 días, con tamaños entre 12μ y 25μ bajo curado ambiente y entre 14μ y 32μ bajo curado húmedo. Se presentan variaciones en los tamaños de la belita relacionadas con el tipo de curado más no con el tiempo de este.
- El clinker residual posee mayores tamaños a 7 días que a 28 días, más no se observan grandes contrastes entre un tipo de curado y otro. A los 7 días se presentan granos entre 20μ y 40μ , mientras que a los 28 días, los tamaños se concentran entre 20μ y 35μ .
- Los tamaños de la ferrita, a los 7 días, se concentran entre 10μ y 20μ aproximadamente, en ambos tipos de curados. A los 28 días, en curado ambiente se presenta una disminución en el tamaño de las partículas y se concentran entre 7μ y 15μ , mientras que en curado húmedo muestran mayores tamaños (7μ y 20μ .)

En general, se puede afirmar que para los minerales descritos anteriormente se observa un aumento del tamaño de los cristales bajo condiciones de curado húmedo, independientemente del tiempo de curado.

- Los tamaños de portlandita cristalina, cambian significativamente con relación al tipo de curado, más no con el tiempo de este proceso. A los 7 días, bajo curado ambiente, los tamaños de este mineral se concentran entre $10,5\mu$ y 20μ , mientras que bajo curado húmedo van de 14μ hasta 30μ . A los 28 días, los cristales disminuyen ligeramente su tamaño, siendo mayores bajo curado húmedo nuevamente, así: bajo curado ambiente se concentran entre 7μ y 25μ , en tanto que bajo curado húmedo están entre 10μ y 30μ .

El incremento en el tamaño de la portlandita bajo curado húmedo con respecto al curado ambiente tanto a 7 como a 28 días, confirma la influencia del tipo de curado en la hidratación de la pasta de cemento de los morteros.

En el **Anexo D** se presenta el resumen de los datos atípicos de los tamaños de minerales en los morteros. El porcentaje de atípicos, en la mayoría de minerales, está por debajo del 7%, a excepción de la portlandita a 28 días bajo curado húmedo donde se obtuvo 7,5%.

Densidades de probabilidad y probabilidad acumulada de los tamaños de los diferentes minerales de las pastas de cemento de los morteros.

En la **Figura 6-41** se presentan los histogramas de frecuencia de densidad de probabilidad con sus respectivas funciones de distribución para los tamaños de alita, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curados.

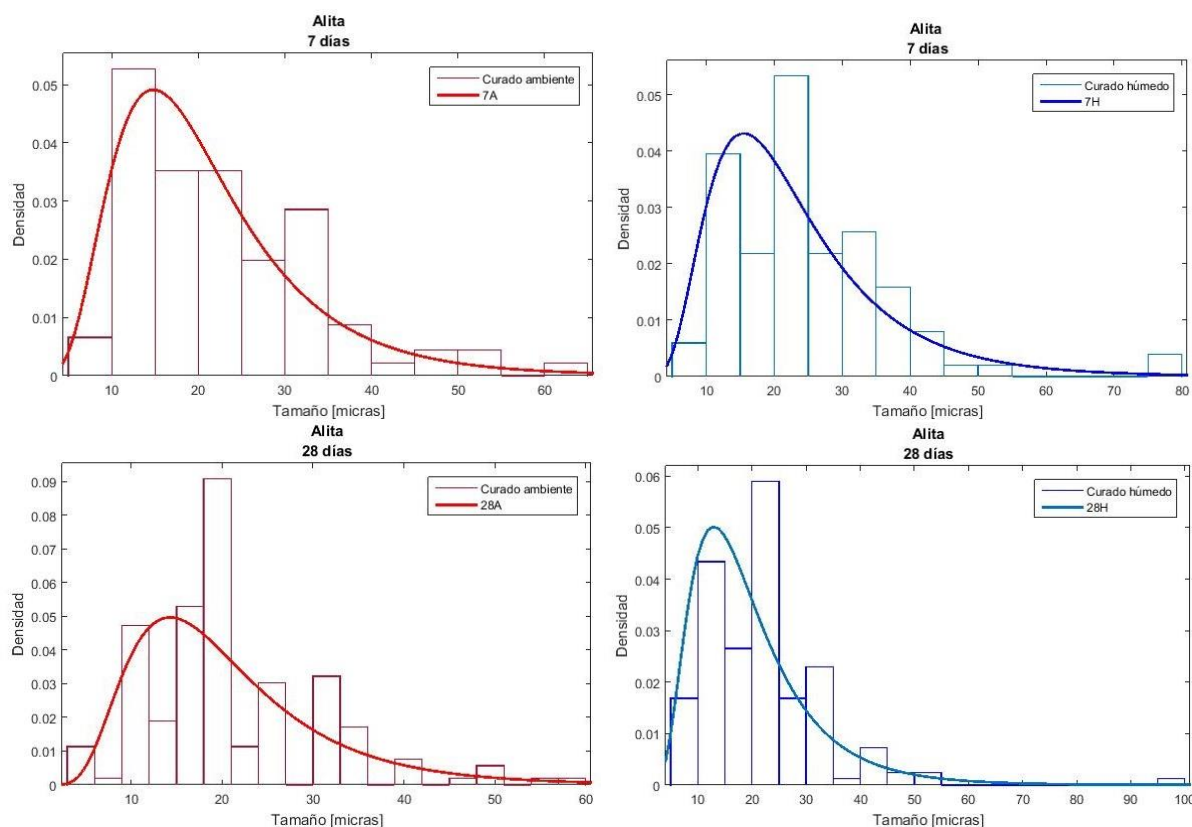


Figura 6-41 Densidad de probabilidad de los tamaños de alita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

En la **Figura 6-42** se comparan las curvas de distribución de densidad de los tamaños de la alita en todos los escenarios, las curvas correspondientes a los 7 días, bajo curado ambiente y a los 28 días están muy cercanas entre sí, lo que significa que no hay cambios significativos en el tamaño de este mineral bajo esas condiciones, no obstante, a 7 los días bajo curado húmedo, los tamaños de los cristales de alita aumentan y por esta razón la curva se ve ligeramente corrida a la derecha.

En la **Figura 6-43**, que corresponde a la probabilidad acumulada del tamaño de los cristales de alita, se observa que los intervalos de confianza se traslapan para las curvas de 7 días – curado ambiente, y 28 días bajo ambos tipos de curado, en cambio la curva de 7 días – curado húmedo, está corrida hacia la derecha y su intervalo de confianza es distinto. Esto indica que para la condición de curado ambiente a 7 y a 28 días bajo ambos tipos de curado, el 90% de los tamaños está por debajo de 35μ , mientras que, a 7 días, bajo curado húmedo, el 90% de las partículas posee diámetros medios menores a 40μ .

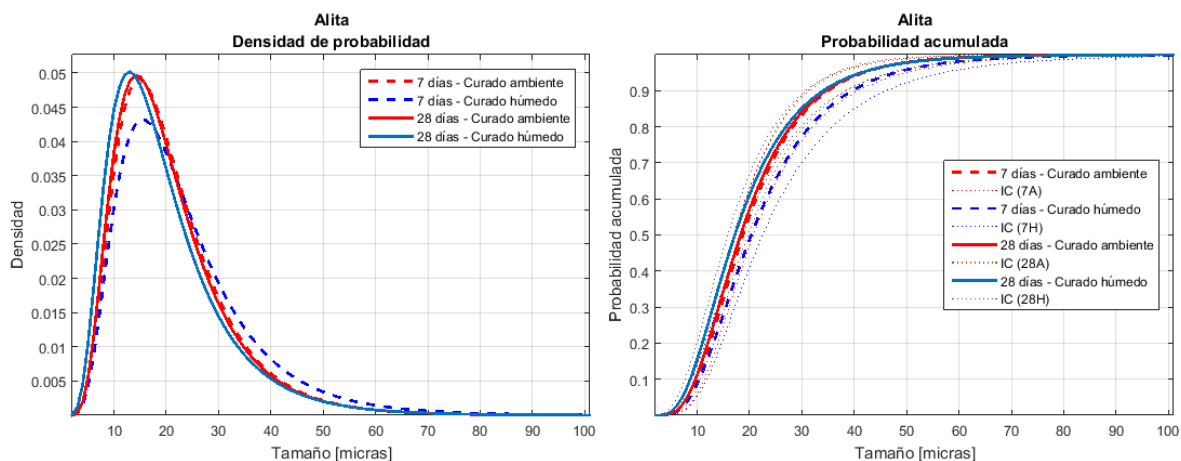


Figura 6-42 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de alita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

Figura 6-43 Probabilidad acumulada para los tamaños de alita en pastas de cemento, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)

En la **Figura 6-44** se presentan los histogramas de densidad de probabilidad de los tamaños de belita con sus respectivas funciones de distribución.

En la **Figura 6-45**, se comparan las curvas de distribución de densidad de los tamaños de belita, en todas las condiciones. Los tamaños de esta fase mineral presentan un pico entre 13μ y 15μ . Sin embargo, los puntos máximos de las curvas de curado ambiente a 7 días y de los dos tipos de curados a 28 días, coinciden en altura, lo que significa que la probabilidad de que se presenten estos tamaños es la misma para las tres condiciones. El curado a 7 días por inmersión, se diferencia por su menor altura y leve desfase hacia la derecha.

La probabilidad acumulada se presenta en la **Figura 6-46**, donde se observa que las curvas de 7 días –curado ambiente y 7 días –curado húmedo, tienen intervalos de confianza independientes, mientras que las curvas de los 28 días bajos ambos tipos de curado, están contenidas dentro de los mismos intervalos de confianza, es decir, los tamaños de belita son muy similares en estas condiciones.

Esto significa, en términos probabilísticos, que el 90% de los tamaños de los cristales de belita pueden ser, a 7 días, menores a 40μ (si las muestras son curadas al aire), ó menores que $47,7\mu$ (si las muestras son curadas por inmersión). A los 28 días, independiente del tipo de curado, existe la probabilidad del 90% que los tamaños de sean menores que 41μ .

Estos resultados sugieren que; 1) El tipo de curado puede influir sobre el tamaño de los cristales de belita a 7 días, más no a 28 días.; 2) Este mineral no presenta variaciones texturales significativas correlacionables con el grado de hidratación de los morteros.

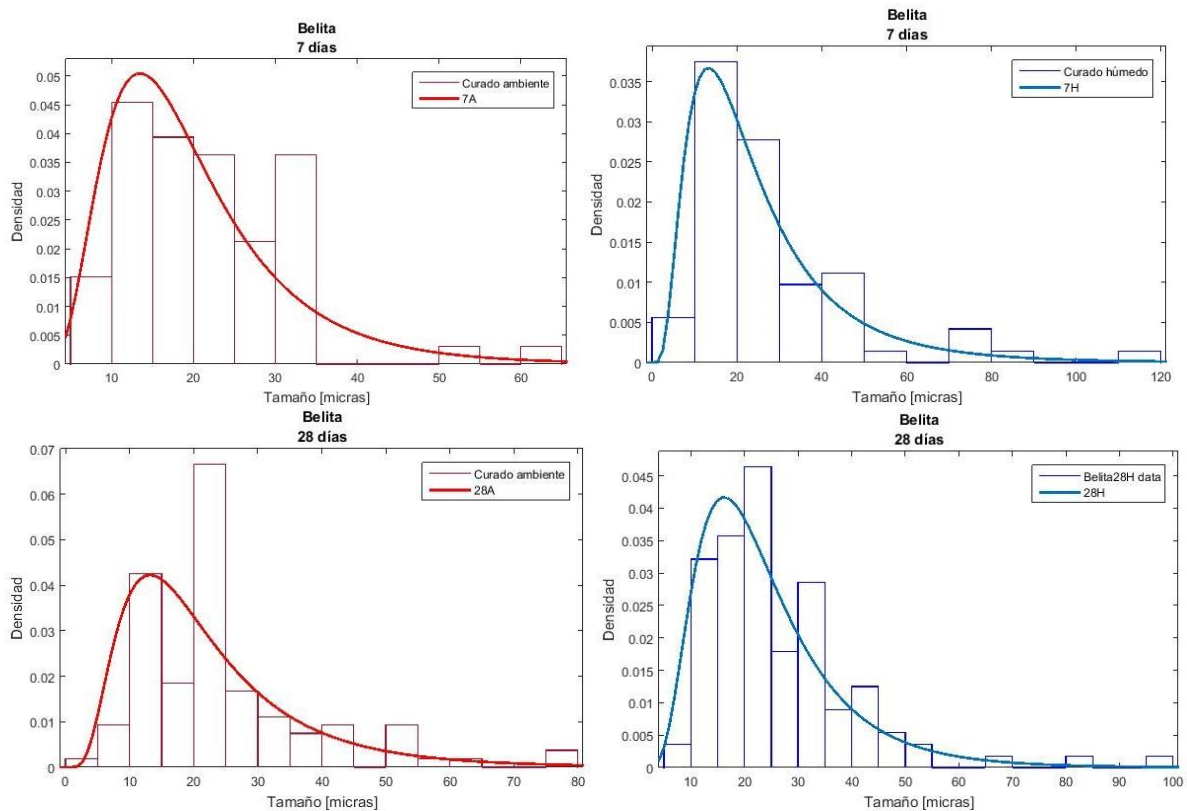


Figura 6-44 Densidad de probabilidad de los tamaños de belita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

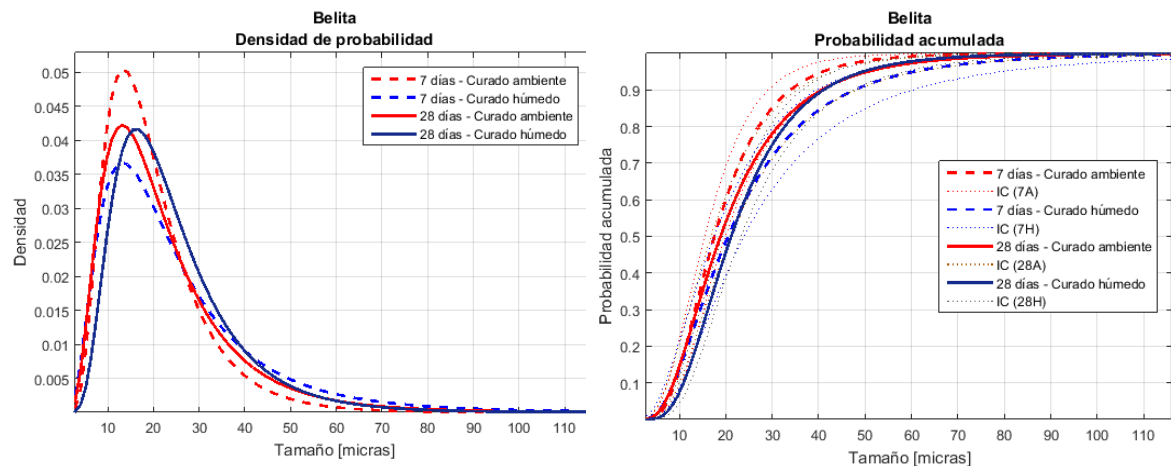


Figura 6-45 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de belita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

Figura 6-46 Probabilidad acumulada para los tamaños de belita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC)

En la **Figura 6-47** se presentan los histogramas de densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita con sus respectivas funciones de distribución.

En la **Figura 6-48**, se comparan las curvas de distribución de densidad de los tamaños de ferrita, en todas las condiciones. En las curvas correspondientes a 7 días de curado, tanto ambiente como húmedo, los valores de los puntos máximos son muy similares, tanto en altura como en tamaño y varían entre $8,5\mu$ y $9,6\mu$. Adicionalmente, se observa que las curvas correspondientes a 28 días, bajo ambos tipos de curado, coinciden en sus picos en $7,5\mu$ y presentan alturas mayores que las curvas de 7 días. Es decir, la probabilidad de tener tamaños de $7,5\mu$ después de 28 días de curado es mayor que la probabilidad de tener cristales de $8,4\mu$ ó $9,6\mu$ después de 7 días de curado, independientemente del tipo de curado utilizado.

La probabilidad acumulada se muestra en la **Figura 6-49**. Se observa que los intervalos de confianza de las curvas de 7 días son los mismos en ambos tipos de curado, este comportamiento también se presenta en las curvas de 28 días. Esto quiere decir, que la variación en los tamaños de ferrita no está vinculada al tipo de curado sino al tiempo de curado.

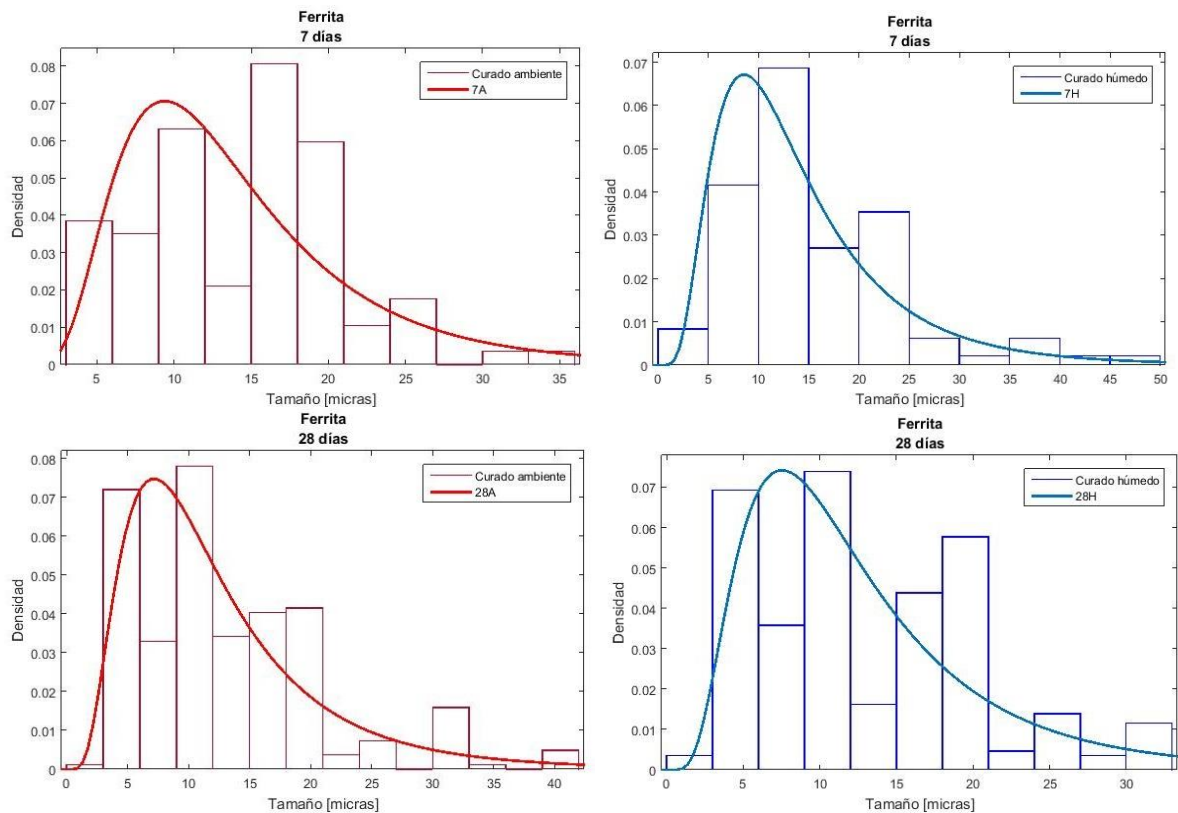


Figura 6-47 Densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

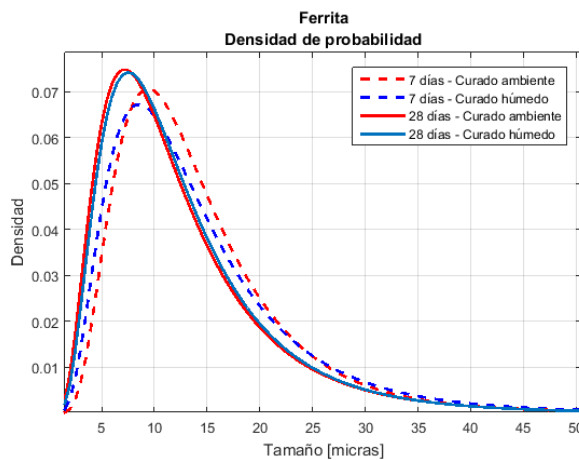


Figura 6-48 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de ferrita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

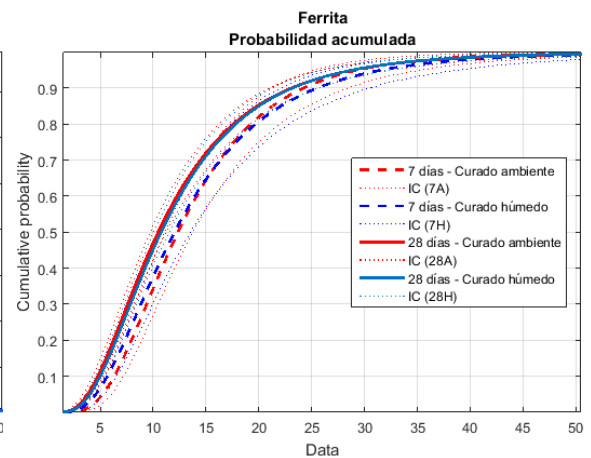


Figura 6-49 Probabilidad acumulada para los tamaños de ferrita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).

En la **Figura 6-50** se presentan los histogramas de densidad de probabilidad de los tamaños del clinker residual con sus respectivas funciones de distribución.

En la **Figura 6-51** se comparan las funciones de distribución para todas las condiciones. Aunque las curvas están muy cercanas entre sí, se observan diferencias en todas las alturas. Los picos máximos son similares y de cierta forma consecutivos; bajo curado ambiente a 28 días, el tamaño máximo es de 20μ , en el mismo tiempo de curado pero bajo curado húmedo, el máximo se encuentra en 21μ , lo sigue la curva de curado ambiente a 7 días, donde el pico corresponde a 22μ y finalmente, 23μ en curado húmedo a 7 días, en contraposición las probabilidades son inversas, entre mayor es el tamaño del pico, menor es la densidad de la probabilidad de que este tamaño se encuentre en los granos de clinker.

En la **Figura 6-52** (probabilidad acumulada de tamaños de clinker en diferentes condiciones), se evidencia que las sutiles variaciones identificadas en la gráfica anterior, estadísticamente no son representativas. Para las distintas curvas de probabilidad acumulada de los tamaños de clinker, los intervalos de confianza son muy similares, es decir, que no se presentan cambios estadísticamente significativos en los tamaños del clinker, en los distintos escenarios. Para todos los casos, existe la probabilidad del 90% de que los tamaños de los granos de clinker sean menores a 54μ .

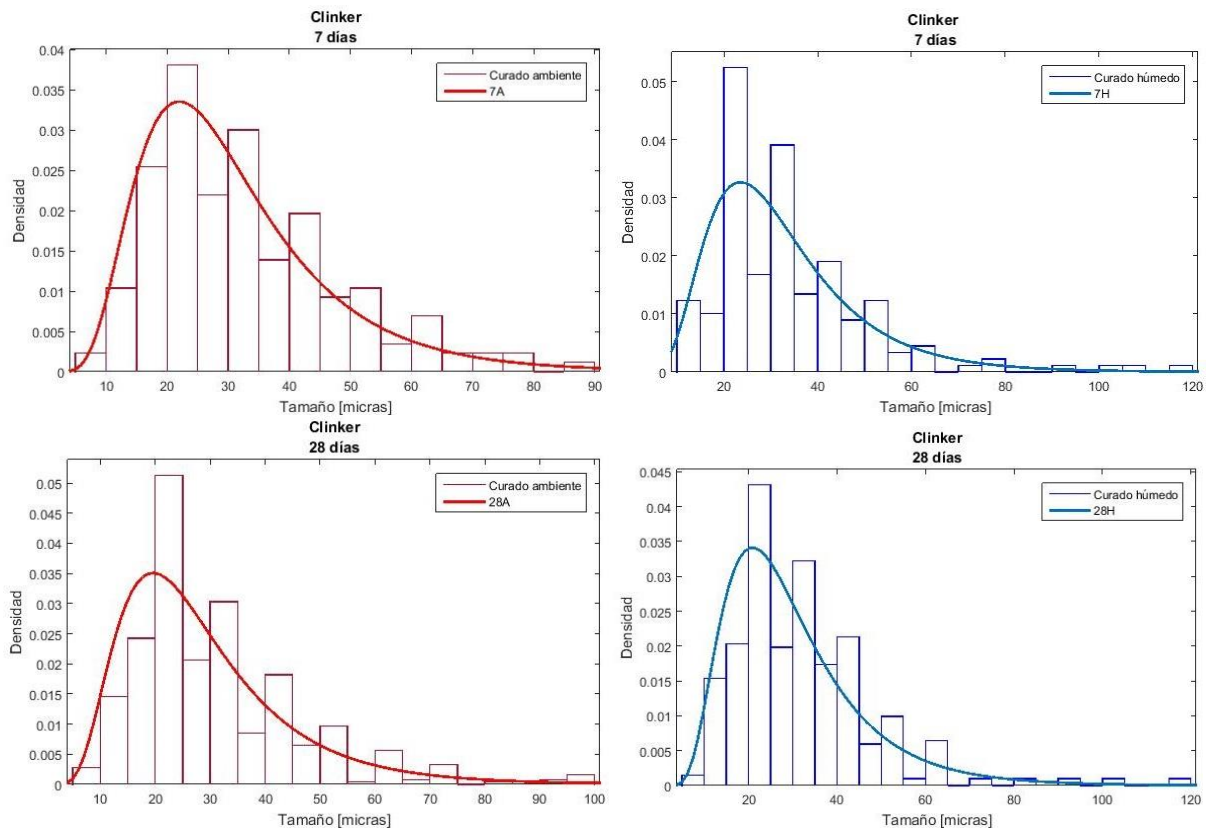


Figura 6-50 Densidad de probabilidad de los tamaños de Clinker residual en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos

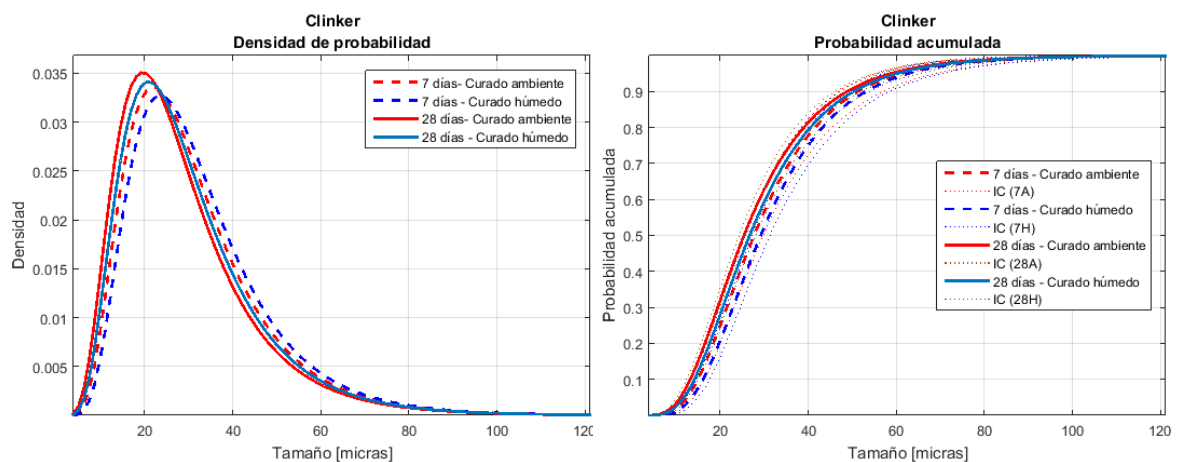


Figura 6-51 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de clinker en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

Figura 6-52 Probabilidad acumulada para los tamaños de clinker en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).

Si bien en los anteriores minerales los cambios eran sutiles, en el caso de la portlandita las diferencias son marcadas y ponen en manifiesto la clara influencia del tipo y tiempo de curado en el tamaño de los cristales de este mineral, ver **Figura 6-53**, correspondiente a los histogramas de densidad de probabilidad de los tamaños del portlandita con sus respectivas funciones de distribución.

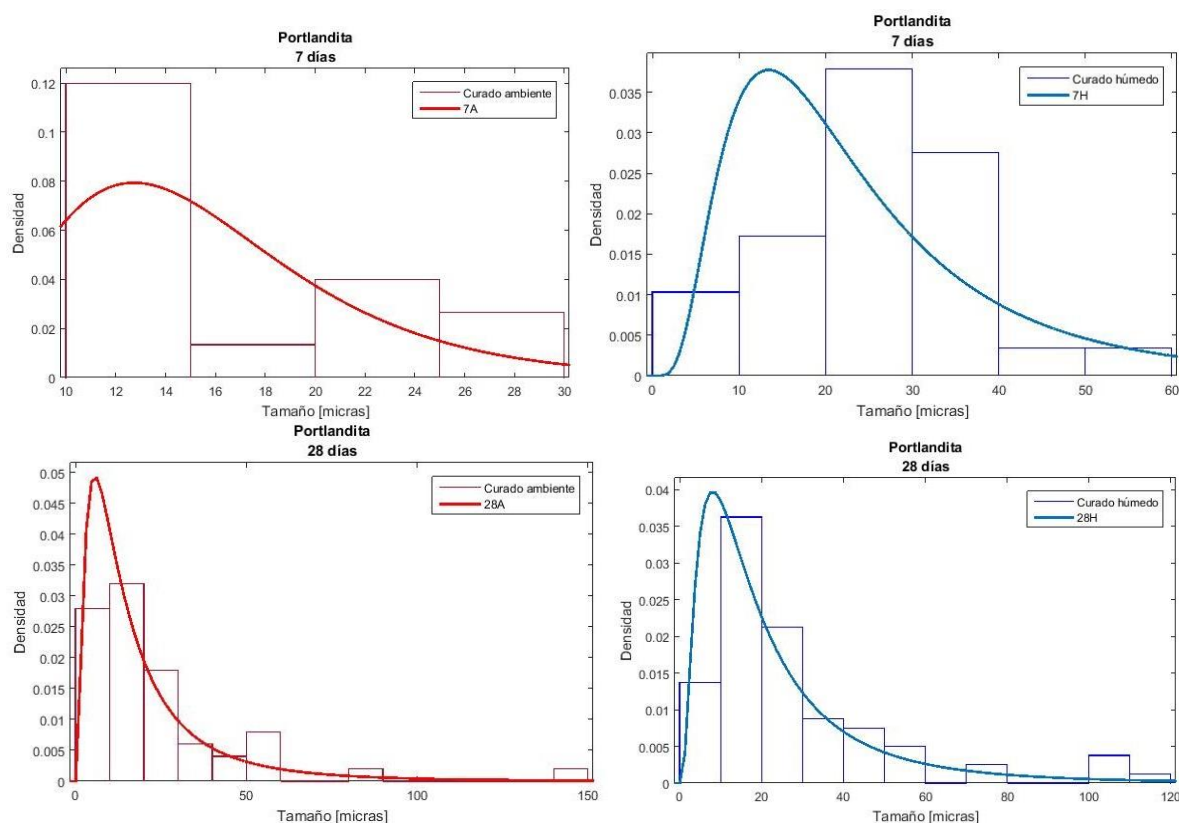


Figura 6-53 Densidad de probabilidad de los tamaños de portlandita en morteros. Las curvas representan la distribución de logaritmo natural de los datos.

En la **Figura 6-54**, se observa que en las curvas de los 7 días, el pico para ambos tipos de curado se encuentra en 13μ con diferencias marcadas en cuanto a la probabilidad de que este tamaño se presente, siendo mayor bajo curado ambiente que bajo curado húmedo.

A los 28 días el pico para ambos tipos de curado se encuentra entre 6μ y 7μ y la probabilidad de que este tamaño de cristal de portlandita se presente en un curado u otro es similar (0,05 en curado ambiente, y 0,04 en curado húmedo).

En la **Figura 6-55** correspondiente a la probabilidad acumulada de cristales de portlandita bajo distintos tiempos y tipos de curado, se observa que los cristales más finos se presentaron bajo curado ambiente a 7 días y existe una probabilidad del 90% que los cristales de portlandita sean menores a 24μ , y los más gruesos, ocurrieron bajo curado ambiente a 28 días, donde existe una probabilidad del 90% de que el diámetro medio de la portlandita cristalina sea menor a 51μ .

Este resultado indica que la variación del tamaño de portlandita está directamente relacionada con el tipo de curado. Además, las muestras que fueron curadas al aire durante 7 días presentan un grado de hidratación considerablemente menor que las muestras curadas por inmersión durante 28 días.

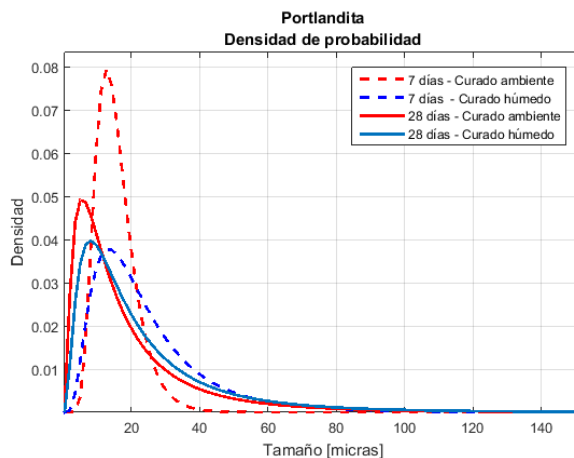


Figura 6-54 Comparación de la distribución de densidad de probabilidad de los tamaños de clinker en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado.

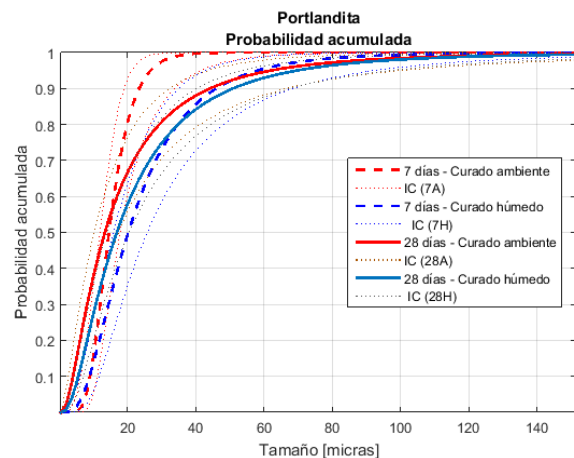


Figura 6-55 Probabilidad acumulada para los tamaños de portlandita en morteros, a distintos tiempos y bajo diferentes tipos de curado. Las líneas punteadas corresponden a los intervalos de confianza del 95% (IC).

7. Conclusiones

- Mediante el ensayo de resistencia a la compresión en pastas de cementos y morteros, se confirmó que el tipo de curado influye directamente sobre sus propiedades mecánicas. Los valores de resistencia más altos fueron obtenidos en las muestras curadas por inmersión, independientemente del tipo de material. Por otro lado, se verificó experimentalmente que el aumento gradual de la relación A/C disminuye la resistencia a la compresión de los materiales. Estos resultados son consistentes con lo reportado en la literatura.
- A partir de la caracterización petrográfica se puede afirmar que bajo el curado por inmersión, el grado de hidratación del cemento es mayor que bajo curado ambiente. En consecuencia, aumenta el contenido de gel C-S-H; producto de hidratación que está íntimamente relacionado con el desarrollo de resistencias mecánicas. El aumento del contenido de gel C-S-H, explicaría desde el punto de vista mineralógico el aumento registrado en los valores de resistencia a la compresión.
- A edades tempranas (7 días), el contenido, tanto de minerales del cemento (alita, belita, ferrita y clinker residual), como de los productos de hidratación (portlandita y gel C-S-H), muestra variaciones porcentuales significativas (hasta del 21%) cuando se comparan los dos tipos de curado estudiados. Por el contrario, a los 28 días, los contenidos porcentuales en ambos tipos de curado son muy similares. Lo anterior demuestra que el tipo de curado tiene mayor influencia sobre la proporción de minerales anhidros e hidratados del cemento a los 7 días y que el proceso de hidratación continúa aún a los 28 días.

- Al variar las relaciones A/C de las mezclas, los parámetros petrográficos analizados no evidenciaron ninguna tendencia en el contenido o los tamaños de los minerales del cemento. Esto puede deberse a que los valores de las relaciones A/C utilizadas (para pastas 0,26, 0,27 y 0,29 y para morteros 0,485, 0,51 y 0,55) tenían que ser relativamente cercanos entre sí, ya que no se quería utilizar adiciones ó aditivos, teniendo de esta forma mayor control sobre las diferentes variables involucradas en el proceso de curado.
- La petrografía es una herramienta útil para la caracterización de materiales de construcción a escala microscópica. Sin embargo, la información obtenida tiene asociado un error estadístico aceptable.

Los conteos en las secciones delgadas analizadas a 28 días (tiempo en el que las propiedades físicas y mecánicas de los materiales ya se han desarrollado casi en su totalidad), tanto de pastas como de morteros, varían entre 1500 y 1600 puntos por relación A/C. De acuerdo con el diagrama de Van der Plas, en pastas de cemento, los porcentajes del remanente anhidro total, portlandita y gel C-S-H, presentan un error relativo entre 6.2% y 10%, con una desviación estándar – con 95% de probabilidad- del 2% al 3%.

En morteros, los mismos componentes registran un error relativo entre el 7,8% y 12%, con una desviación estándar – con 95% de probabilidad- del 2% al 3%.

Al tener estos errores relativamente bajos, se ratifica que la petrografía es una técnica efectiva para la caracterización de pastas de cemento y morteros bajo diferentes tipos y tiempos de curado.

- Se determinó que la función de probabilidad **lognormal** es la que mejor se ajusta a la distribución de tamaños de los distintos minerales estudiados. Este resultado es una primera aproximación para estimar el tamaño de los cristales de portlandita de un cemento Portland puro en condiciones de curado controladas. Según esta función, existe una probabilidad del 80% que a los 7 días, los cristales de portlandita tengan un tamaño menor a 16μ bajo curado ambiente y menor a 24μ bajo curado húmedo. De la misma forma, los cristales bajo curado ambiente a 28 días son menores a 30μ y bajo curado húmedo son menores a 44μ .

Esto quiere decir que, los cristales más gruesos de portlandita, en los diferentes tiempos de curado, se presentan en las muestras bajo curado húmedo.

8. Recomendaciones

Propuesta metodológica para la elaboración y análisis de secciones delgadas de pastas de cemento y morteros, para muestras de laboratorio.

El objetivo de esta propuesta metodológica es generar una guía práctica tanto para petrógrafos como laboratoristas y para aquellas personas interesadas en la petrografía de concreto que no cuentan con mucha experiencia en ello, ya que la correcta elaboración de secciones delgadas es trascendental para la obtención de resultados representativos en las investigaciones. La inadecuada preparación de las muestras puede reducir, destruir elementos importantes para el análisis o proveer información errónea. (Jana, Sample preparation techniques in petrographic examinations of construction materials: A State-of-the-art Review, 2006)

Según la norma ASTM C856, el objetivo del análisis petrográfico de muestras elaboradas en el laboratorio es obtener ejemplos y evidencias visuales de los efectos de un determinado proceso sobre materiales con variables conocidas y controladas (ASTM International, 2017).

Por lo tanto, las recomendaciones de este procedimiento están enfocadas principalmente a la elaboración de **secciones delgadas** de muestras hechas en laboratorio para pastas de cemento y morteros.

Sin embargo, no se debe descartar su aplicación en estudios de núcleos de concreto extraídos de construcciones existentes, con las respectivas recomendaciones de la norma ASTM C856.

1. Elaboración de muestras en laboratorio.

Como moldes se pueden utilizar probetas rectangulares, cubos ó cilindros para núcleos de concreto. La selección depende del estudio específico que se quiere realizar.

Para examinar secciones que evidencien exudación, segregación, carbonatación, ataque por cloruros o sulfatos, o fenómenos que varíen hacia el interior de la muestra, se recomienda fundir núcleos.

Para analizar composición mineralógica de la pasta endurecida del cemento, influencia del curado y reacción álcali-agregado, las probetas rectangulares son suficientes y son útiles para someter las muestras a ensayos físicos como autoclave. No obstante, si se requiere realizar ensayos de la resistencia a la compresión y analizar fracturamiento, es necesario utilizar cubos.

El diseño de mezcla debe quedar registrado y referenciado con claridad, así como los ensayos y condiciones a las que fueron sometidas las muestras.

2. Orientación de las secciones a elaborar.

Un factor importante a tener en cuenta es la dirección en la cual se va a realizar la sección delgada, hay diferencia en hacerla paralela a la superficie ó perpendicular a esta, especialmente en cuanto al grado de hidratación, ya que por ejemplo, el agua de exudación puede incrementar la hidratación de los centímetros más superficiales de las muestras, presentando un grado de hidratación mayor hacia el interior. Por esto es importante tener su orientación clara antes de iniciar el proceso de corte de las probetas.

3. Elaboración de secciones delgadas, análisis macroscópico.

- a) Limpieza: Se debe remover la tierra, polvo o coberturas mediante un lavado con agua, para poder observar con claridad la superficie de la muestra, identificar los agregados y su distribución, variaciones en color, etc. Se debe hacer un registro fotográfico de los especímenes (Jana, Sample preparation techniques in petrographic examinations of construction materials: A State-of-the-art Review, 2006)
- b) Superficies fracturadas: Estas superficies brindan información sobre la condición interna o de las patologías de la muestra a través de grietas preexistentes, pero no representan la muestra en su totalidad sino sus zonas

débiles. Sobre ellas se realizan observaciones con lupa estereoscópica ó pueden recubrirse y analizarse en SEM (Rachel Detwiler, 2001).

Es importante almacenar las muestras correctamente para evitar que se continúen hidratando, esto puede mitigarse mediante la impregnación de la muestra con metanol ó con alcohol isopropílico, y empaquetamiento al vacío (Campbell, 1999).

- c) Corte: Se debe utilizar una sierra adiamantada para disminuir el tamaño de la muestra al formato deseado, es necesario revisar el estado de la muestra antes del corte para tomar decisiones con respecto a la velocidad de la sierra o del lubricante que debe utilizarse en el corte. Poole y Sims, recomiendan que para análisis de concreto se utilicen secciones de 75 mm x 50 mm. Para análisis específicos, por ejemplo del tipo de agregados, puede ser suficiente una sección tradicional de 25 mm x 30 mm. (Alan B. Poole, 2016)

Después del corte se debe generar una superficie plana, mediante pulido con abrasivos, sobre la cual se coloca un vidrio provisional para facilitar el proceso de impregnación.

- d) Impregnación al vacío: El fragmento de concreto que ha sido cortado, debe secarse en un horno máximo a 40°C (ya que algunos minerales y constituyentes pueden volverse inestables a temperaturas mayores), en morteros y concretos no se debe superar los 60°C. Una vez seca la muestra, se impregna al vacío con una resina (el vacío debe ser de 0,05 bar durante 10 a 20 minutos). Este proceso se realiza para proteger la integridad de la muestra y preservar su estructura original ó en caso que la muestra sea frágil o esté muy fracturada, rellenar estas fracturas y mantener su unidad. A esta resina es posible adicionarle tintes fluorescentes o colorantes para resaltar el fracturamiento o la porosidad. Aunque en esta investigación no se utilizaron tinciones, al final de este capítulo se presentan algunas recomendaciones en este sentido.
- e) Nivelación: La cara libre del fragmento se debe pulir para generar una superficie lisa y limpia sobre la cual se pueda colocar el vidrio petrográfico definitivo. Este pulido se realiza manualmente o con una máquina

desbastadora, con la ayuda de abrasivos, aceite ó agua, el espesor final de la sección debe ser de 20 μ . Los abrasivos ayudan a disminuir el espesor y a borrar las marcas dejadas por el disco de corte.

Con este procedimiento se finaliza la elaboración de la sección delgada.

Si se requiere hacer otro tipo de análisis sobre la sección se debe dejar sin cubre objeto, pero existe la posibilidad que la muestra se siga hidratando (lentamente), para mitigar este riesgo se puede colocar una gota de epóxido sin endurecedor sobre la superficie y colocar el cubre objetos, éste podrá ser retirado con facilidad posteriormente y la superficie se puede limpiar con un solvente. De no ser necesarios más análisis se recomienda colocar un cubreobjetos permanente (Campbell, 1999).

Aunque en este estudio no se realizaron tinciones sobre las secciones delgadas, se incluye este punto por considerarlo de utilidad para investigaciones posteriores.

4. Tinciones: El uso de tinciones es muy común en petrografía para la identificación de minerales, el mismo principio aplica para identificar minerales del cemento o patologías como carbonatación y reacción álcali-sílice.

Campbell, 1999; Jana, 2006 e Ingham, 2013, presentan tablas resúmenes completas de distintos tipos de tinciones para consulta.

Aquí se presenta una tabla para tinciones del cemento Portland adaptada a partir de Ingham, 2013 (Ingham, 2013).

Tabla 8-1 Técnicas de tinción para Cemento Portland, adaptada de Ingham 2013.

Constituyente	Método de tinción	Observación
Aluminatos	5% de hidróxido de Potasio en solución de alcohol etílico. Inmersión por 20 segundos. Lavar con 1:1 alcohol etílico y agua, luego rociar con alcohol isopropílico.	Aluminato tricálcico (C3A) se tiñe azul.
	Agua destilada a 40°C. Sumergir por 5 a 10 segundos.	- Aluminatos tiñen café. - Alita se torna naranja pálido. - Hidróxido de calcio es multicolor.
Silicatos	Ácido salicílico diluido. La solución contiene: 0.2g de ácido salicílico + 25 ml de alcohol isopropílico + 25 ml de agua. Inmersión por 20 a 30 segundos.	Alita y belita se vuelven azul verdoso. La alita se tiñe primero así que debe ser más fuerte el color.
	Ácido salicílico. La solución contiene: 0.5 g de ácido salicílico + 50 ml de alcohol metílico.	Alita y belita se graban. La belita muestra estructura lamelar.
	Nital. La solución contiene: 1.5 ml de ácido nítrico + 10 ml de alcohol isopropílico. Inmersión por 6 a 10 segundos.	- Alita tiñe azul a verde. - Belita tiñe café a azul.
Hidratos	Naftol verde B Sumergir la sección por 12 horas en una solución alcohólica del tinte con un porcentaje bajo de agua.	Hidróxido de Calcio se vuelve verde.

- Para analizar un mineral en específico mediante conteos, se recomienda hacer conteo por transversa en lugar de conteos puntuales en malla.
- Para estudiar la influencia de la variación de la relación A/C en la microestructura de las pastas de cemento y morteros, se recomienda diferenciar mínimo en un 0,1 entre una relación y otra, es decir hacer estudios con relaciones de 0,3, 0,4, 0,5, etc, aunque esto implicaría el uso de adiciones o aditivos para manejar relación A/C extremas.

D. Anexo: Análisis estadístico del tamaño de los minerales de morteros

Resultados prueba de bondad mediante criterio AIC.

Función de distribución de los tamaños de minerales según tiempo y tipo de curado.

Tiempo de curado	Mineral	Tipo de curado	Distribución	AIC
7	Alita	Ambiente	lognormal	663.961.164.972.441
		Húmedo	loglogistic	765.428.462.804.876
	Belita	Ambiente	lognormal	480.723.117.760.575
		Húmedo	lognormal	582.145.815.682.535
	Clinker	Ambiente	lognormal	139.051.934.440.019
		Húmedo	lognormal	14.450.995.362.062
	Ferrita	Ambiente	weibull	619.219.057.081.291
		Húmedo	lognormal	650.384.259.048.715
28	Portlandita	Ambiente	lognormal	960.007.025.973.696
		Húmedo	weibull	230.259.822.388.187
	Alita	Ambiente	loglogistic	127.545.787.457.771
		Húmedo	lognormal	120.955.814.786.599
	Belita	Ambiente	loglogistic	832.688.743.990.285
		Húmedo	lognormal	856.653.052.517.894
	Clinker	Ambiente	lognormal	394.362.571.118.586
		Húmedo	lognormal	322.710.137.585.757
	Ferrita	Ambiente	lognormal	179.475.505.263.751
		Húmedo	lognormal	189.887.849.396.673
	Portlandita	Ambiente	lognormal	397.209.426.642.742
		Húmedo	lognormal	658.339.274.449.046

Bibliografía

ACI. (mayo de 2016). ACI 308R-16. *Guide to external curing of concrete*. Farmington Hills, Michigan, USA: ACI.

Akeem Raheem, A. S. (2013). Effect of curing methods on density and compressive strength of Concrete. *International Journal of Applied Science and Technology*, 55-64.

Alan B. Poole, I. S. (2016). *Concrete Petrography. A handbook of Investigative Techniques*. Boca Ratón: CRC Press.

Alfonso Montejo, F. M. (2013). *Tecnología y patología del concreto armado*. Bogotá: Universidad Católica de Colombia.

ASTM International. (2000). ASTM-C778. *Standard Specification for Standard Sand*. Pennsylvania: ASTM International.

ASTM International. (2011). ASTM-C187. *Amount of Water required for Normal Consistency of Hydraulic Cement Paste*. Pennsylvania: ASTM International.

ASTM International. (2011). ASTM-C40. *Organic Impurities in Fine Aggregates for Concrete*. Pennsylvania: ASTM International.

ASTM International. (2012). ASTM-C295. *Standard guide for Petrographic examination of aggregates for Concrete*. Pennsylvania: ASTM International.

ASTM International. (2013). ASTM-C191. *Time of Setting of Hydraulic Cement by Vicat Needle*. Pennsylvania: ASTM International.

ASTM International. (2014). ASTM-C230. *Flow Table for Use in Tests of Hydraulic Cement*. Pennsylvania: ASTM International.

ASTM International. (2015). ASTM-C128. *Relative Density (Specific gravity) and Absorption Fine Aggregate*. Pennsylvania: ASTM International.

- ASTM International. (2015). ASTM-C188. *Density of Hydraulic Cement*. Pennsylvania: ASTM International.
- ASTM International. (2016). ASTM-C109. *Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in or 50mm Cube Specimens)*. Pennsylvania: ASTM International.
- ASTM International. (2016). ASTM-C204. *Fineness of hydraulic cement by Air-permeability Apparatus*. Pennsylvania: ASTM International.
- ASTM International. (2017). ASTM-C856. *Standard Practice for Petrographic Examination of Hardened Concrete*. Pennsylvania: ASTM International.
- Bin Xue, J. P. (2015). Effect of curing compounds on the properties and microstructure of cement concretes. *Construction and building materials*, 410-416.
- Campbell, D. H. (1999). *Microscopical Examination and Interpretation of Portland Cement and Clinker*. Skokie, IL: Portland Cement Association.
- Chen Da, Y. X.-t.-d. (2017). Investigation of the curing time on the mechanical behavior of normal concrete under triaxial compression. *Construction and building materials*, 488-496.
- Fernando López, C. L.-C. (2014). The effect of curing conditions on the compressive strength of recycled aggregate concrete. *Construction and building materials*, 260-266.
- French, W. (1991). Concrete Petrography: a review. *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 17-48.
- Gómez, J. G. (Marzo de 1994). *Materiales para Ingeniería Civil*. Bogotá, Colombia: Notas de clase.
- Götze, J. (2009). Application of Nomarski DIC and cathodoluminescence (CL) microscopy to building materials. *Materials characterization* (60), 594-602.
- Hewlett, P. (2004). *Lea's Chemistry of cement and Concrete*. Elsevier Science & Technology books.
- Hover, K. (2011). The influence of water on the performance of concrete. *Construction and building materials*, 3003-3013.
- ICONTEC Internacional. (05 de mayo de 1982). NTC-31. *Ingeniería civil y arquitectura. Cemento. Definiciones*. Bogotá, Colombia: ICONTEC Internacional.
- Imad Elkhadiri, M. P. (2009). Effect of curing temperature on cement hydration. *Ceramics - Silikáty*, 65-75.
- Ingham, J. (2013). *Geomaterial under the Microscope*. Manson Publishing.

- International, A. (2014). ASTM-C230. Flow Table for Use in Tests of Hydraulic Cement. Pennsylvania: ASTM International.
- Jana, D. (2005). Concrete Petrography - Past, present and future. *10th Euroseminar on Microscopy Applied to Building Materials*. Scotland.
- Jana, D. (2006). Sample preparation techniques in petrographic examinations of construction materials: A State-of-the-art Review. *Proceedings of the twenty-eighth Conference on Cement Microscopy*, (págs. 23-70). Denver, Colorado.
- Karen Scrivener, P. J. (2015). Advances in understanding hydration of Portland cement. *Cement and Concrete Research*, 38-56.
- Konstantin Kovler, O. J. (2005). Novel techniques for concrete curing . *Concrete International*, 39-42.
- Leal, L. N. (2011). *Trabajo de Grado. Desarrollo de un sistema semi-adiabático para medir calor de hidratación de pastas de cemento y mortero*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia.
- Matallana, R. (2006). *Fundamentos de concreto aplicados a la construcción*. Medellín: Instituto Colombiano de productores de cemento.
- Neville, A. (2006). *Concrete. Neville's Insights and Issues*. Londres: Thomas Telford Ltd.
- Neville, A. (2011). *Properties of Concrete. 5th Edition*. Harlow: Pearson.
- Parrot, L. J. (1988). Moisture profiles in drying concrete. *Advances in Cement Research*, 164-170.
- Popovics, S. (1992). *Concrete Materials*. New Jersey: Noyes Publications.
- Rachel Detwiler, L. P. (2001). Preparing specimens for Microscopy. *Concrete International*, 23(11), 50-58.
- Roberto Candia, G. C. (2005). Intervalos de confianza. *Revista médica de Chile*, 1111-1115.
- S.Sahu, S. B. (2004). Determination of water-cement ratio of hardened concrete by scanning electron microscopy. *Cement and Concrete Composites*, 26(8), 987-992.
- Shuqiang Zhang, M. Z. (2005). Application of petrography for determining the quality of concrete cured in tropical environment. *Cement and Concrete Research*, 1377-1384.
- Stutzman, P. (2001). Scanning Electron Microscopy in Concrete Petrography. *Materials Science of Concrete Special Volume*, 59-72.
- Tomas Slamecka, F. S. (2002). The effect of water ratio on microstructure and composition of the hydration products on Portland cement pastes. *Ceramics Silikaty*, 152-158.

Van der Plas, L. a. (1965). A chart for judging the reliability of point counting results. *American Journal of Science*, 236(1), 87-90.

Xudong Chen, S. W. (2013). Influence of water-to-cement ratio and curing perior on pore structure of cement mortar. *Construction and building materials*, 804-812.