

NUEVAS APLICACIONES DE TÉCNICAS INSTRUMENTALES EN LA VALORACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE LOS MATERIALES PUZOLÁNICOS Y SU REACTIVIDAD

(NEW APPLICATIONS OF INSTRUMENTAL TECHNIQUES FOR THE EVALUATION OF THE CHARACTERISTICS OF THE POZZOLANIC MATERIALS AND THEIR REACTIVITY)

Moisés Frías Rojas, Dr. en Ciencias Químicas
ICCET/CSIC. Madrid • ESPAÑA

Directora de Tesis:

M.^a PILAR DE LUXÁN, Dra. en Ciencias Químicas
ICCET/CSIC.

Fecha de recepción: 12-IX-90
654-1

RESUMEN

La investigación desarrollada en el trabajo Doctoral gira en torno al conocimiento de la propia técnica de difracción por rayos laser para el estudio granulométrico de los tamaños de partícula de una muestra; así como sus múltiples posibilidades y aplicaciones.

Los resultados granulométricos obtenidos reflejan la posibilidad de utilizar la granulometría laser en nuevas líneas de investigación, las cuales repercutirán en años venideros.

SUMMARY

The developed research for Ph. Dr. is concerning to the knowledge of the difraction technique by laser beams for the granulometric study of the particle sizes in a sample and its several possibilities and applications.

The obtained granulometric results show the possibility for using the laser granulometry on new research ways, wich have influence in the future.

INTRODUCCIÓN

El avance tecnológico de los últimos años en el sector de la construcción ha requerido un gran desarrollo, en especial en el campo de los materiales, con objeto de poder encontrar en ellos las prestaciones necesarias para nuevas estructuras y aplicaciones.

Dos factores importantes han colaborado en la mejoría y evolución de este desarrollo tecnológico:

A) La incorporación de materiales con capacidad puzolánica a la fabricación de cementos y hormigones, como se pone de manifiesto en los numerosos trabajos de investigación realizados al respecto. Éstos reflejan que dichas adiciones activas influyen positivamente, en general, sobre las propiedades de los morteros

y hormigones fabricados con ellos, tanto en su estado fresco como endurecido.

B) La nuevas técnicas instrumentales desarrolladas para el proceso de medidas y control juegan un papel decisivo, principalmente las técnicas relacionadas con el conocimiento de la finura de los materiales empleados en la fabricación, por su contribución en las propiedades físicas.

INVESTIGACIÓN

El tema base de la investigación llevada a cabo se centra en las posibilidades de la **técnica de difracción por rayos laser** para el **análisis granulométrico**, cuya novedad constituye por sí misma una aportación y que, con el apoyo de las conclusiones expuestas en este trabajo, podría dirigirse a cualquier ámbito de investigación.

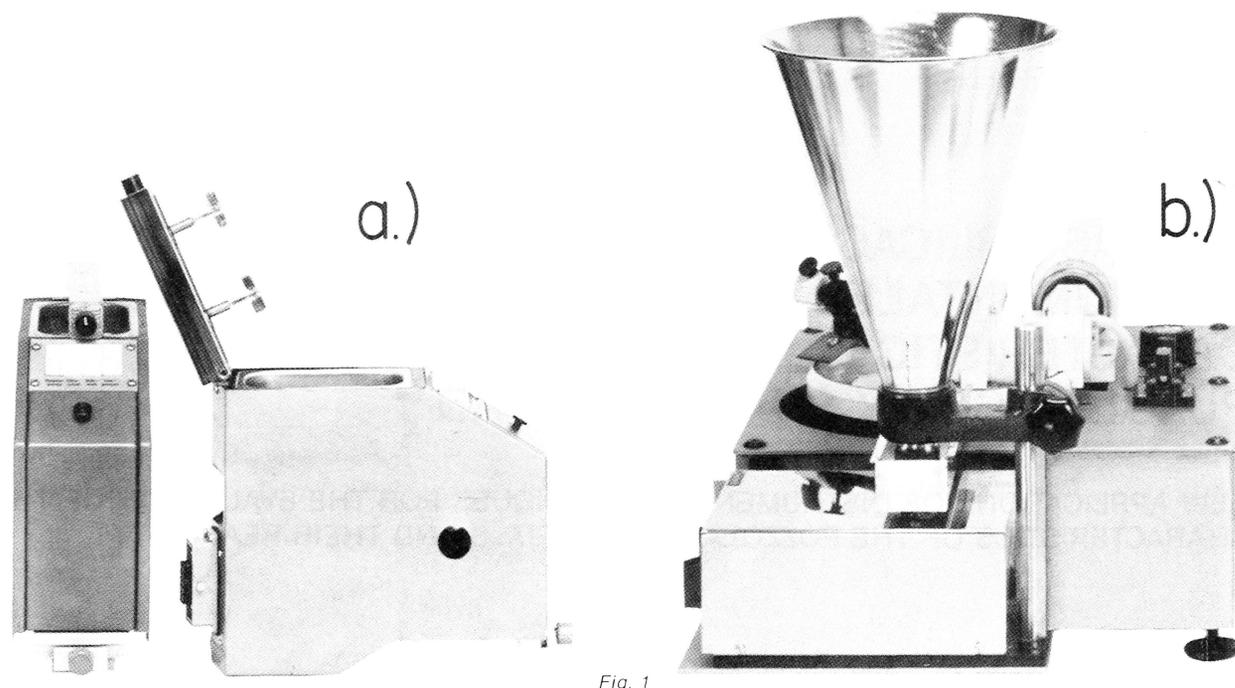


Fig. 1

La investigación realizada se sintetiza en dos objetivos principales:

- I. Estudios sobre la técnica de difracción por rayos laser.
- II. Aplicación de la técnica laser al estudio de los materiales y, en concreto, a la investigación acerca de la actividad de los materiales puzolánicos.

I) En relación al *primer objetivo* se parte del estudio previo de la propia técnica, por ser de muy reciente aparición, analizando su **fundamento** y las ventajas que proporciona.

Las primeras publicaciones que aparecieron sobre la técnica laser aplicada a la obtención de valores granulométricos en muestras de cemento datan tan sólo de hace dos décadas, en torno a los años 70 (1). No obstante, su fundamento se basa en las teorías de Fraunhofer y de Airy del siglo pasado.

— Posteriormente se profundiza en el conocimiento de las **posibilidades específicas** que permite el equipo utilizado, tales como:

- Sistemas de alimentación (Fig. 1). Una de las ventajas que posee es no sólo de alimentación por vía húmeda (a), sino también por vía seca (b) (2).

© Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)

— Variación de las diferentes condiciones de ensayo.

— Influencia del tiempo de aplicación de ultrasonidos.

— Desarrollo del software de que dispone, para el posterior estudio y tratamiento de los resultados granulométricos obtenidos. En este punto cabe resaltar la disponibilidad de diversos modos de expresión de los resultados, bien en forma de listados, bien en forma de gráfica (curvas de distribución de los tamaños de partícula, curvas de densidad de distribución granulométrica,...).

De este modo se proporcionan nuevas líneas de investigación, parte de las cuales se utilizan en el desarrollo de los objetivos siguientes, y el resto quedan abiertas para estudios futuros.

— El paso siguiente, una vez presentada la técnica laser, ha sido realizar **estudios comparativos** con otras técnicas y métodos granulométricos, cuyos resultados inciden directamente en las consideraciones sobre las determinaciones granulométricas obtenidas por técnicas ya tradicionales y de uso habitual, empleando para ello gran diversidad de materiales, que difieren principalmente en su origen y naturaleza.

<http://informesdelaconstruccion.revistas.csic.es>

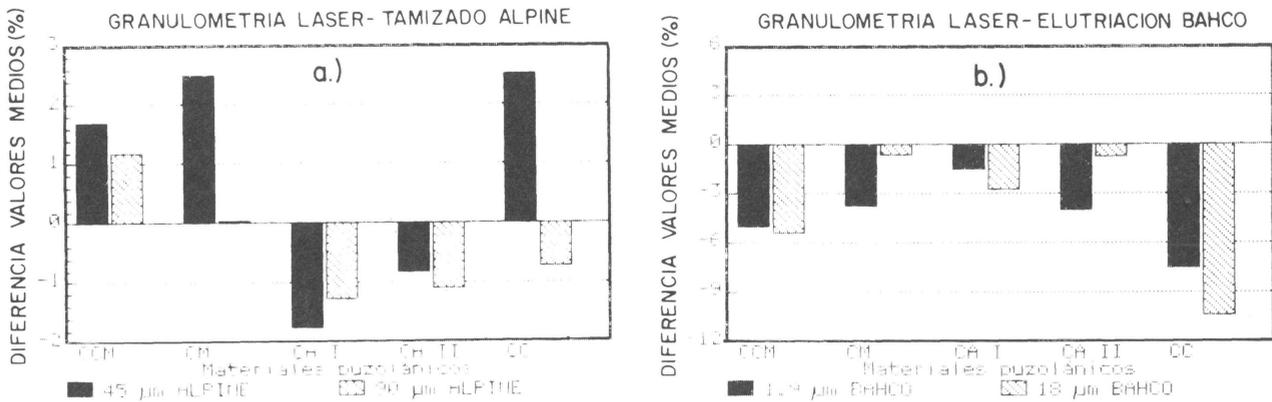


Fig. 2

Del estudio realizado sobre materiales naturales españoles se recoge, en la figura 2a, la comparación entre los resultados granulométricos obtenidos por la técnica laser frente al *tamizado*, seleccionando los tamices de 45 y 90 μm de luz de malla y en la figura 2b la comparación laser *elutriación* para los tamaños de partícula correspondientes a 1,9 μm y 18 μm (3).

En relación a los métodos por *sedimentación* se encuentran en la bibliografía conclusiones discrepantes; así se exponen por una parte las dificultades de obtener resultados concordantes frente a la técnica laser (4), mientras que otros autores mencionan una posible correlación (5). Las experiencias realizadas en este trabajo reflejan que la diferencia entre ambas técnicas es menor, a medida que el tamaño de partícula disminuye; en la figura 3 se exponen las curvas granulométricas, tanto de distribución como de densidad, halladas

por la técnica laser en la fracción inferior a 5 μm obtenida por sedimentación de una roca molida.

De los resultados de este estudio comparativo se desprende la posibilidad de aplicar la técnica laser en el análisis granulométrico en sustitución de otras técnicas tradicionales.

— Otro de los puntos sobre los que había de recaer la investigación era la *comparación* de los resultados granulométricos obtenidos con la aplicación de cada uno de los sistemas de alimentación posibles, **seco** y **húmedo**. Para cotejar los datos se tomaron como referencia los valores obtenidos por tamizado.

De los análisis efectuados con este fin, se hizo especial hincapié en la granulometría de las **cenizas volantes**, por tratarse de materiales que presentan, a su vez, dificultades específicas debido a la naturaleza y morfología de sus partículas (forma esférica, algunas huecas que albergan en su interior otras esferas,...).

En el sistema de alimentación en húmedo se observó asimismo la influencia de la aplicación de ultrasonidos, variando las condiciones de ensayo.

De todo este estudio realizado se desprendió que, en el sistema de alimentación en seco, la variación en las condiciones de ensayo influye menos en los resultados granulométricos obtenidos, mientras que en el sistema en húmedo la influencia es mayor, y tanto más cuanto más gruesa sea la ceniza volante estudiada (6).

Como ejemplo, se han seleccionado una ceniza volante gruesa y otra fina (con respecto a la norma española UNE 83 415), cuyos resultados se muestran en la figura 4. Si la ceniza volante es gruesa, las diferencias en el análisis granulométrico por ambos sistemas de

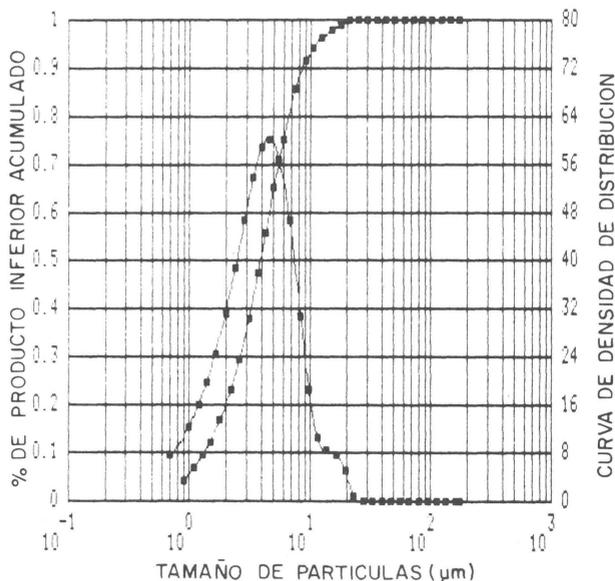


Fig. 3

ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE CENIZAS VOLANTES

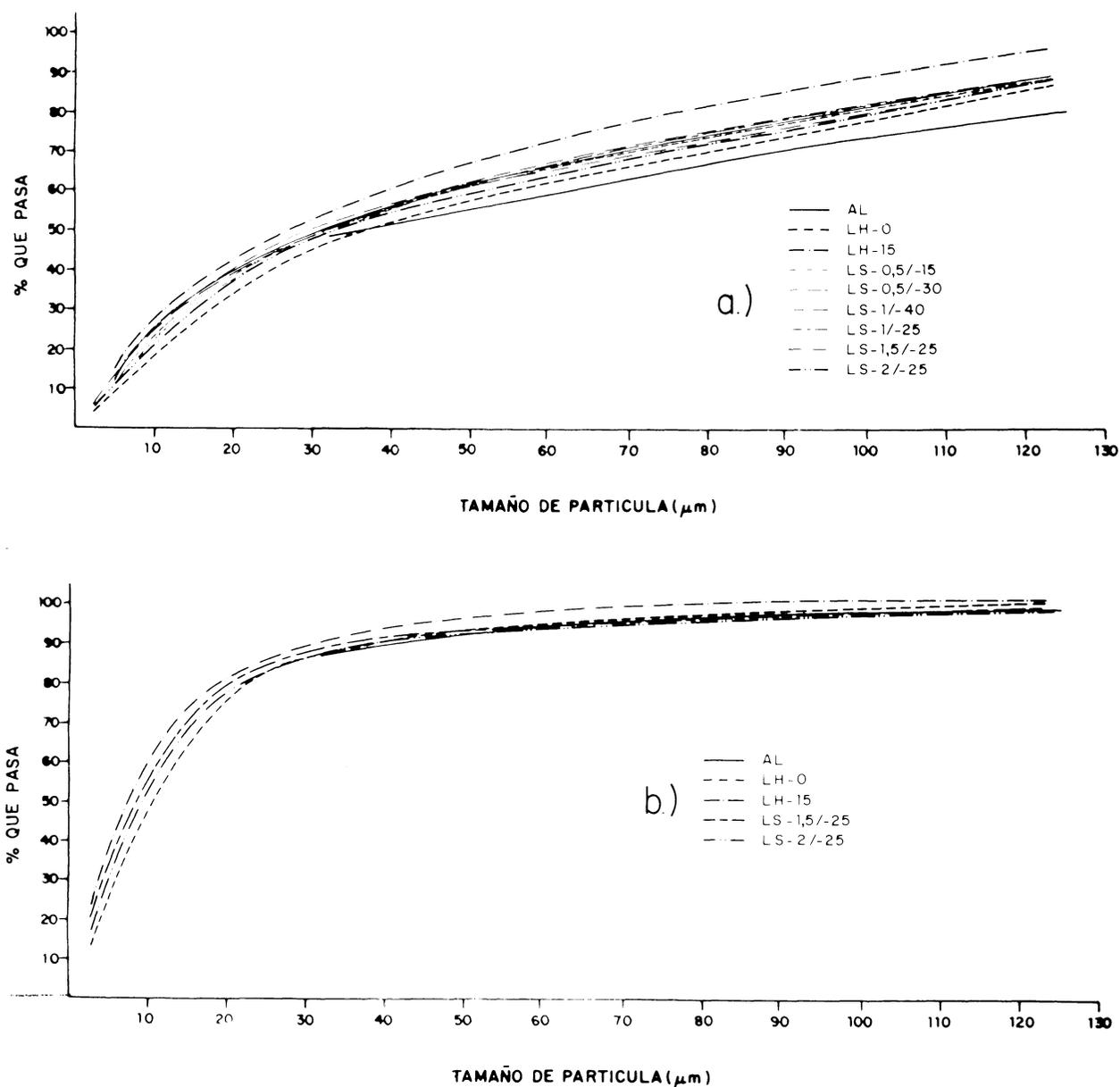


Fig. 4

alimentación (LH, LS) y, al mismo tiempo, con respecto a la curva granulométrica obtenida por tamizado (AL), son notorias sobre todo cuando la muestra se somete a la acción de ultrasonidos (Fig. 4a); mientras que si la ceniza volante es fina, no ocurre lo mismo (Fig. 4b), ya que las curvas granulométricas prácticamente se superponen, independientemente tanto de la técnica empleada como de las condiciones de ensayo, salvo para el caso de aplicación de ultrasonidos donde se detectan ligeras variaciones.

Con objeto de explicar la causa de esta dispersión
 © Consejo Superior de Investigaciones Científicas
 Licencia Creative Commons 3.0 España (by-nc)

en los valores granulométricos y poder llegar a justificar el aumento de finos provocado por la utilización de ultrasonidos, se llevó a cabo un estudio mediante microscopía electrónica de barrido sobre cada uno de los residuos correspondientes a cada uno de los análisis granulométricos. Se comprobó que el efecto de la aplicación de ultrasonidos produce una desagregación de las partículas e incluso puede llegar a romper algunas de las partículas huecas esféricas, de tal forma que las esferas de menor tamaño que se encontraban en su interior son liberadas, parcial o totalmente (Fig. 5) (6).

<http://informesdelaconstruccion.revistas.csic.es>

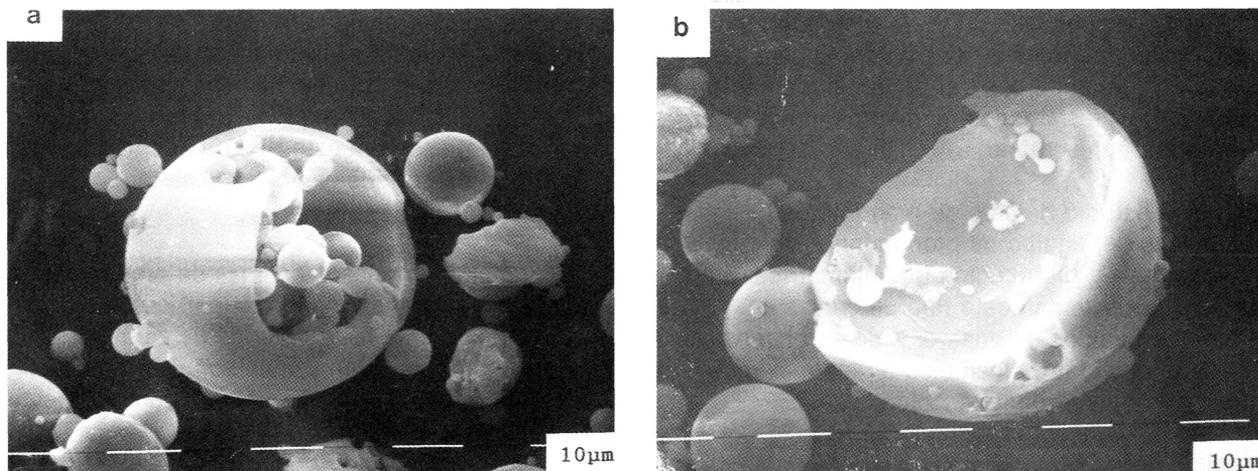


Fig. 5

II) Con la experiencia adquirida en el desarrollo del primer objetivo, se ha abordado el *segundo objetivo* mencionado sobre la capacidad reactiva de los materiales puzolánicos.

En general, se puede afirmar que mediante la granulometría laser se puede analizar cualquier tipo de material, siempre que los tamaños de partículas se encuentren por debajo de $1.750 \mu\text{m}$.

Dadas las características del equipo empleado y la rapidez en realizar los análisis, se planteó la posibilidad de realizar el **seguimiento granulométrico de una reacción**.

En principio, se aplicó al estudio de la reacción puzolánica, mediante la determinación de las

variaciones granulométricas con el tiempo de una solución saturada de hidróxido cálcico a la que se incorporaban muestras correspondientes a materiales puzolánicos de origen, composición y características distintas, así como con un grado de puzolanidad muy diverso.

Para ello, como referencia y puesta a punto del método a proponer, se realizaron estudios sobre mezclas de material puzolánico - agua destilada.

El número de materiales ensayados y, por tanto, de resultados granulométricos obtenidos es muy amplio y, como ejemplo, se exponen los resultados en el análisis de un material sedimentario de origen mixto incorporado a la solución saturada de hidróxido cálcico (Figs. 6 y 7).

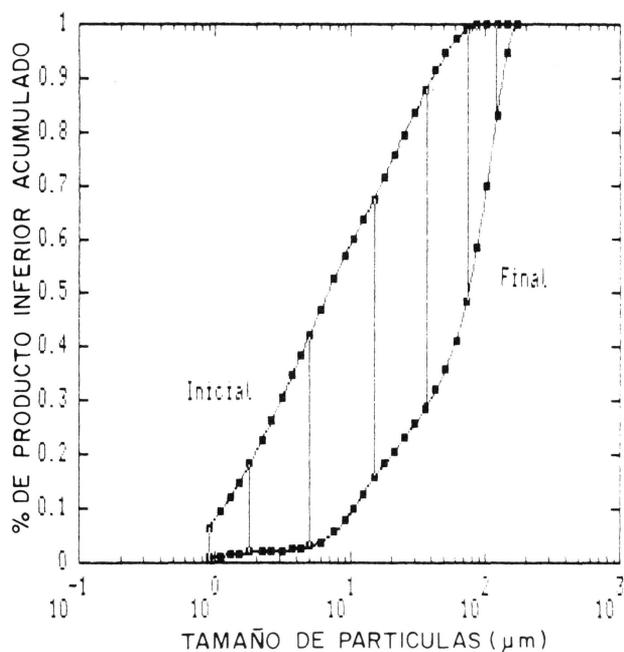


Fig. 6

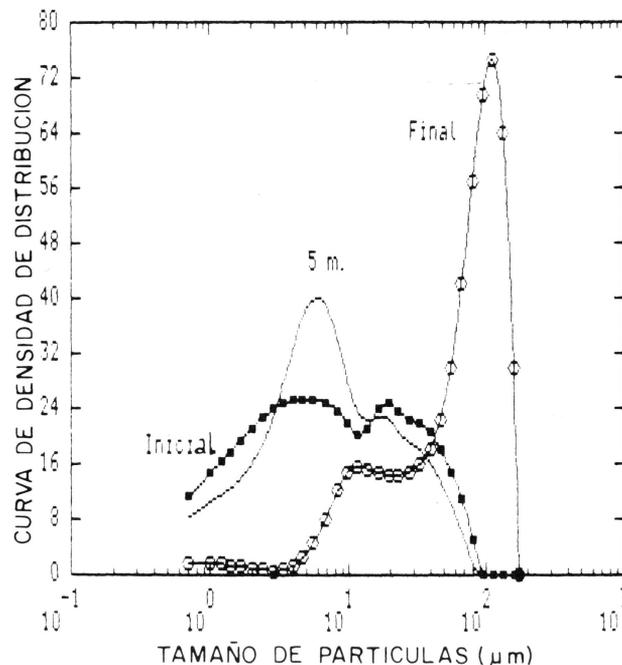


Fig. 7

La figura 6 recoge las curvas de distribución de los tamaños granulométricos obtenidas en dos momentos del ensayo, en el principio y en el final, quedando expresados los momentos intermedios por el uso representado.

Para este estudio ha sido de gran interés la posibilidad del equipo de proporcionar las curvas de densidad de distribución granulométrica. En la figura 7 se presentan este tipo de curvas en diferentes tiempos de ensayo, y, de su observación, se puede detectar los cambios en los máximos según el progreso de la reacción.

Al inicio del ensayo, la muestra silícea presenta dos máximos de igual intensidad y poco definidos, situándose cada uno entre 4-10 μm y 15-40 μm , respectivamente.

A los primeros 5 minutos se observa ya un cambio sustancial de los tamaños de partícula, detectándose preferentemente un máximo principal a 6-7 μm .

A medida que transcurre el tiempo los máximos siguen evolucionando, hasta que al final del experimento se pone de manifiesto que las partículas predominantes en el medio son las que presentan tamaños próximos a 100 μm .

CONCLUSIONES

1. Los análisis granulométricos realizados mediante la técnica de difracción por rayos laser, con distintos tipos de materiales, ponen de manifiesto la posibilidad de utilizar dicha técnica para su estudio como método preferente frente a otros alternativos, ya que ofrece sobre ellos una serie de ventajas.
2. La posibilidad de disponer de dos sistemas de alimentación ha constituido un gran avance en su aplicación a los procesos de fabricación, por la diversidad de materiales que se utilizan y a los trabajos de investigación.

3. Los estudios granulométricos de cenizas volantes, por difracción de rayos laser, se pueden realizar tanto en vía seca como en vía húmeda. Las condiciones de análisis son fundamentales para este tipo de subproductos industriales por sus características tan peculiares.
4. La granulometría laser, además de proporcionar distribuciones de tamaños de partícula de una muestra, permite la posibilidad de estudiar procesos de reacción y, más concretamente, el estudio de la reacción puzolánica con el tiempo.

A lo largo de esta breve exposición sintética se han destacado, de forma genérica, algunas de las **conclusiones** más importantes alcanzadas con la investigación llevada a cabo para la consecución de este trabajo de Tesis Doctoral que, en su conjunto, constituye una aportación original, cuyos resultados tienen una aplicación directa en el campo de los materiales de construcción y que, al mismo tiempo, sirve de apoyo para nuevos cauces de investigación futura.

BIBLIOGRAFÍA

1. M. R. PELTIER, *Ciments et Chaux*, 602, 27, (1971).
2. K. LECHÓNSKI, S. ROTHELE y U. MENZEL, Seminario sobre Espectrometría de difracción de rayos laser, IccET, Madrid 1987.
3. M. FRÍAS, M. I. SÁNCHEZ DE ROJAS, M. P. LUXÁN y N. GARCÍA, *Materiales de Construcción (IccTE)*, 40, n. 217, 39-52, (1990).
4. J. G. CABRERA and C. J. HOPKINS, in *Particle Size Analysis 1981*, edited by N. G. Stanley Wood and T. Allen (Wiley Heyden Ltd., London, 1982) pp 127-139.
5. S. DIAMOND, *Mat. Res. Symp.*, 113, 119-127, (1988).
6. M. FRÍAS, M. P. LUXÁN, M. I. SÁNCHEZ DE ROJAS y N. GARCÍA, *Advances in Cement Research*, (1990) (en prensa).
