

Jornadas SAM/CONAMET 2005 – MEMAT 2005, Mar del Plata, Octubre de 2005

000-000

MICROSCOPIA OPTICA Y ELECTRÓNICA APLICADA AL ESTUDIO DE HORMIGON ENDURECIDO

P. J. Maiza^a, S. A. Marfil^b

(a) Prof. Titular Dpto. de Geología – UNS. Inv. Principal CONICET

(b) Prof. Adjunto Dpto. de Geología – UNS. Inv. Independiente CIC.

Universidad Nacional del Sur. San Juan 670. 8000 Bahía Blanca, Argentina

smarfil@uns.edu.ar

RESUMEN

Se utiliza microscopía óptica y electrónica en el estudio del hormigón endurecido. El uso de secciones delgadas permite determinar el estado de conservación del hormigón, la interfase agregado – mortero, la presencia de microfisuras y el desarrollo de productos de neoformación, fenómenos que pueden provocar reacciones deletéreas.

Las microfisuras, si son finas y se presentan dispersas en la pasta sin continuidad, se deben a fenómenos de contracción por secado. En cambio si son anchas con amplio desarrollo en el mortero, que pueden afectar también a los clastos y con material en el interior, se deben a reacciones deletéreas que producen la degradación del hormigón. En estos casos es frecuente el desarrollo de estos productos además en el interior de cavidades de aire accidental y en los bordes de los agregados.

Microscopía óptica es un método rápido que permite diagnosticar patologías tales como reacción álcali-sílice, álcali-carbonato, ataque por sulfatos, carbonatación, entre otros.

El microscopio calcográfico permite determinar la porosidad del hormigón. Utilizado con programas específicos se puede cuantificar tamaño de poro.

Con microscopía electrónica de barrido es posible observar la morfología de los productos de neoformación y analizar su composición química con EDAX.

Estos estudios deben hacerse sobre la base de un cuidadoso examen preliminar macroscópico y con estereomicroscopio.

Palabras clave: Hormigón, Petrografía, Microscopía electrónica.

INTRODUCCIÓN

La petrografía del hormigón endurecido es una herramienta importante para evaluar el estado de conservación, desarrollo de microfisuramiento, diagnosticar patologías y en función de los resultados, sugerir trabajos de remediación o reemplazo.

El microscopio petrográfico ha sido usado por muchos años por geólogos para el estudio de minerales y rocas, sin embargo su aplicación al estudio de hormigones y materiales relacionados tiene una muy corta historia, y fue en los últimos años cuando tomó valor como método en el estudio de materiales cementicios endurecidos [1].

El primer paso para la evaluación del hormigón es el muestreo y análisis de la obra. Las muestras deben ser representativas del material que se quiere analizar. Se debe realizar una inspección visual, determinando el estado general del hormigón, grado de deterioro, características de la fisuración, presencia de exudados, cambios de volumen, estrangulamiento de las juntas, desprendimientos de determinados sectores y la relación con su emplazamiento.

En el laboratorio se determinan las características del mortero, de la interfase pasta – agregado, estado de conservación, se observa si hay fisuras, manchas y/o exudados, precipitación de sales, desarrollo de productos de neoformación (carbonato de calcio, portlandita, ettringita, yeso, ceolitas, etc.) y su extracción basándose en el tipo cristalino de cada especie apoyándose con estereomicroscopio para la observación de los detalles.

Algunos de estos materiales son fácilmente identificables al microscopio por su desarrollo cristalino, tal es el caso de la ettringita ($\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26\text{H}_2\text{O}$). Forman cristales blandos, muy finos, aciculares, los que a veces crecen como prismas cortos. Se desarrollan principalmente en el interior de cavidades formadas por aire accidental.

Otros productos de neoformación, como por ejemplo los desarrollados como consecuencia de la reacción álcali - sílice (ceolitas) no son identificables con este método ya que constituyen materiales masivos sin desarrollo de cristales visibles con estereomicroscopio, debido a su pequeño tamaño. Sin embargo esta metodología es de gran ayuda para separar el material para su posterior análisis por otras técnicas tales como difracción de rayos X y SEM-EDAX.

El carbonato de calcio puede presentarse tanto en forma masiva como en cristales característicos de calcita. En algunos casos dependiendo del medio (pH, presencia de cationes libres), también pueden cristalizar otros carbonatos.

Seleccionadas las zonas de interés, se confeccionan las secciones delgadas necesarias para su estudio con microscopio de polarización. Las determinaciones se realizan en base a las propiedades ópticas de los componentes.

La microscopía electrónica de barrido (SEM) permite estudiar en detalle los productos de reacción, basándose en las morfologías de las especies cristalinas desarrolladas como consecuencia de la reacción álcali-sílice, analizar las superficies de las especies deletéreas y las relaciones interfase pasta - agregado. Con EDAX se determinan los componentes químicos de los productos observados en el SEM y se puede calcular su composición con la ayuda de técnicas complementarias como difracción de rayos X.

Los procesos y productos de alteración más frecuentes que afectan en diferente grado a la durabilidad del hormigón son: carbonatación, ataque por sulfatos, presencia de hidróxido de calcio, ettringita, reacción álcali - sílice y reacción álcali - carbonato [2].

En el presente trabajo se utilizan técnicas de microscopía óptica y electrónica para evaluar el estado de conservación del hormigón. En casos de hormigones deteriorados, se determina la patología que presentan, se evalúan las causas de su desarrollo y se identifican los productos de neoformación.

METODOLOGÍA

Se utilizó un sistema microscópico Olympus, con procesador de imágenes integrado con un estereomicroscopio Olympus trinocular SZ-PT; microscopio petrográfico Olympus trinocular B2-UMA, con una cámara de video Sony 151 A incorporada, monitor de alta resolución y procesador de imágenes Image Pro Plus versión 3.1. Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 35 CP equipado con una sonda EDAX, DX 4, de ventana ultradelgada, con un rango de análisis elemental desde Z = 5 (B) hasta Z = 92 (U).

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la preparación de la sección delgada, la muestra debe pulirse, hasta lograr una superficie espejada. Luego se pega sobre un portaobjeto con resina en caliente y se pule con un abrasivo (carborundum de diferentes mallas) hasta lograr el espesor de 20 micrones. Por último se cubre con bálsamo de Canadá de índice de refracción conocido ($n = 1.537$). [3, 4].

El microscopio de polarización se utiliza para determinar la mineralogía a través de las propiedades ópticas de los cristales individuales y/o de agregados y rocas, en la interpretación de texturas y en la determinación del grado y tipo de alteración [5, 6]. Con luz transmitida se examinan los minerales transparentes, texturas, microfisuramiento, compacidad y porosidad del hormigón y con luz reflejada para identificar los minerales opacos y determinar las características morfológicas de las superficies preparadas para tal fin.

Las características distintivas que presentan los microscopios petro-calcográficos son el polarizador y el analizador, situados respectivamente debajo y encima de la platina. También es característica la platina rotativa y varios accesorios como la lámina de yeso, lámina de mica y el condensador. Los oculares pueden ser micrométricos permitiendo medir las dimensiones de los objetos en el campo visual, el aumento en general es x8; x10 y x15. Los objetivos más comunes son x5, x10, x20 y x50.

Los minerales pueden examinarse con luz polarizada simple o con nicoles cruzados.

Sin analizador se puede determinar propiedades como el color, clivaje, índice de refracción relativo y pleocroísmo. Con nicol analizador las principales propiedades ópticas son: el color de interferencia, ángulo de extinción y elongación [7].

RESULTADOS

ESTUDIOS CON ESTEREOMICROSCOPIO

Se determina el estado de conservación del hormigón, se observa la presencia de microfisuras, manchas y/o exudados, precipitación de sales, tanto en la superficie como en el interior y se realiza su extracción para su posterior identificación por difracción de rayos X [8] y/o microscopía electrónica de barrido-EDAX. En la figura 1a se muestra un trozo de hormigón afectado por la reacción álcali sílice donde es posible observar el desarrollo de fisuras en 3 direcciones a 120°, característica de este tipo de patología. La figura 1b corresponde a clastos de agregado grueso con procesos de reacción que afectan a la pasta, la que presenta carbonatación y desarrollo de “geles” silico-alcalinos (ceolitas).

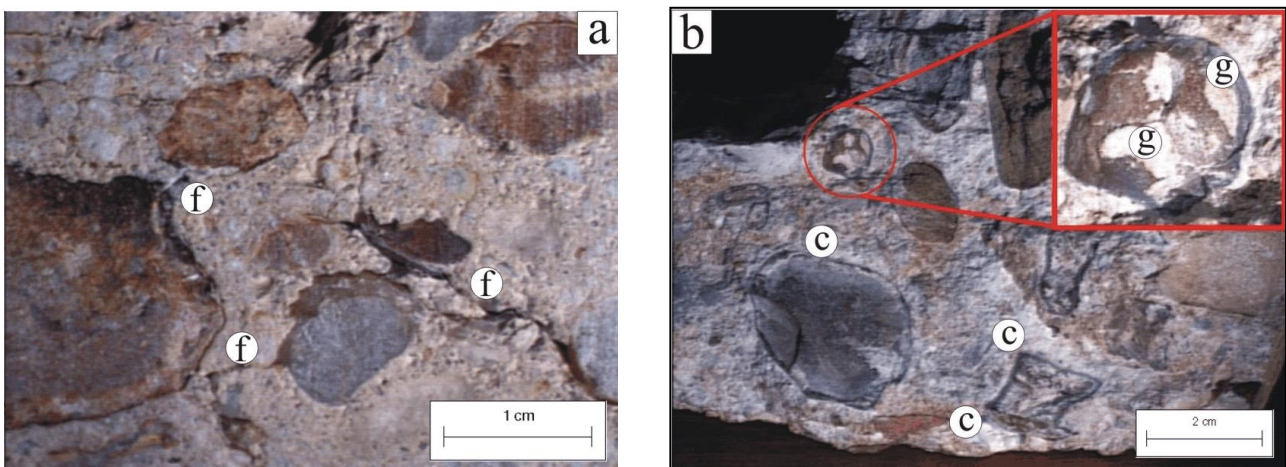


Figura 1. a: Microfisuras (f) en la pasta del hormigón. b. Desarrollo de geles (g) en clastos reactivos y carbonatación en la pasta (c).

ESTUDIOS CON MICROSCOPIO DE POLARIZACIÓN

A. Con luz transmitida (sobre secciones delgadas):

La incorporación de una cámara de video y un monitor al microscopio petrográfico y al estereomicroscopio permiten capturar y procesar las imágenes observadas en el microscopio, a través de una computadora. Existen programas específicos para la medición del tamaño de partículas, conteo y medición de poros tanto de aire accidental como incorporado. Esto permite cuantificar las especies presentes en los agregados, grado de deterioro del hormigón e interpretar el microfisuramiento, el estado de la pasta y las relaciones interfase pasta – agregado

Con este método se determina la composición petrográfico - mineralógica de los agregados gruesos y finos, homogeneidad del proceso cementicio, las alteraciones que presentan, las características de la pasta, porosidad, contenido de aire intencionalmente incorporado, presencia de fisuras y grado de deterioro.

Es importante la identificación de los minerales y rocas que constituyen los agregados, en especial determinar el grado de alteración y presencia de minerales que sean fácilmente lixiviables o metaestables en un medio fuertemente alcalino como es el que se desarrolla en el hormigón, en especial la presencia de variedades de sílice micro o criptocristalina tales como tridimita, cristobalita, calcedonia o cuarzo microcristalino y/o deformado.

Maiza y Marfil

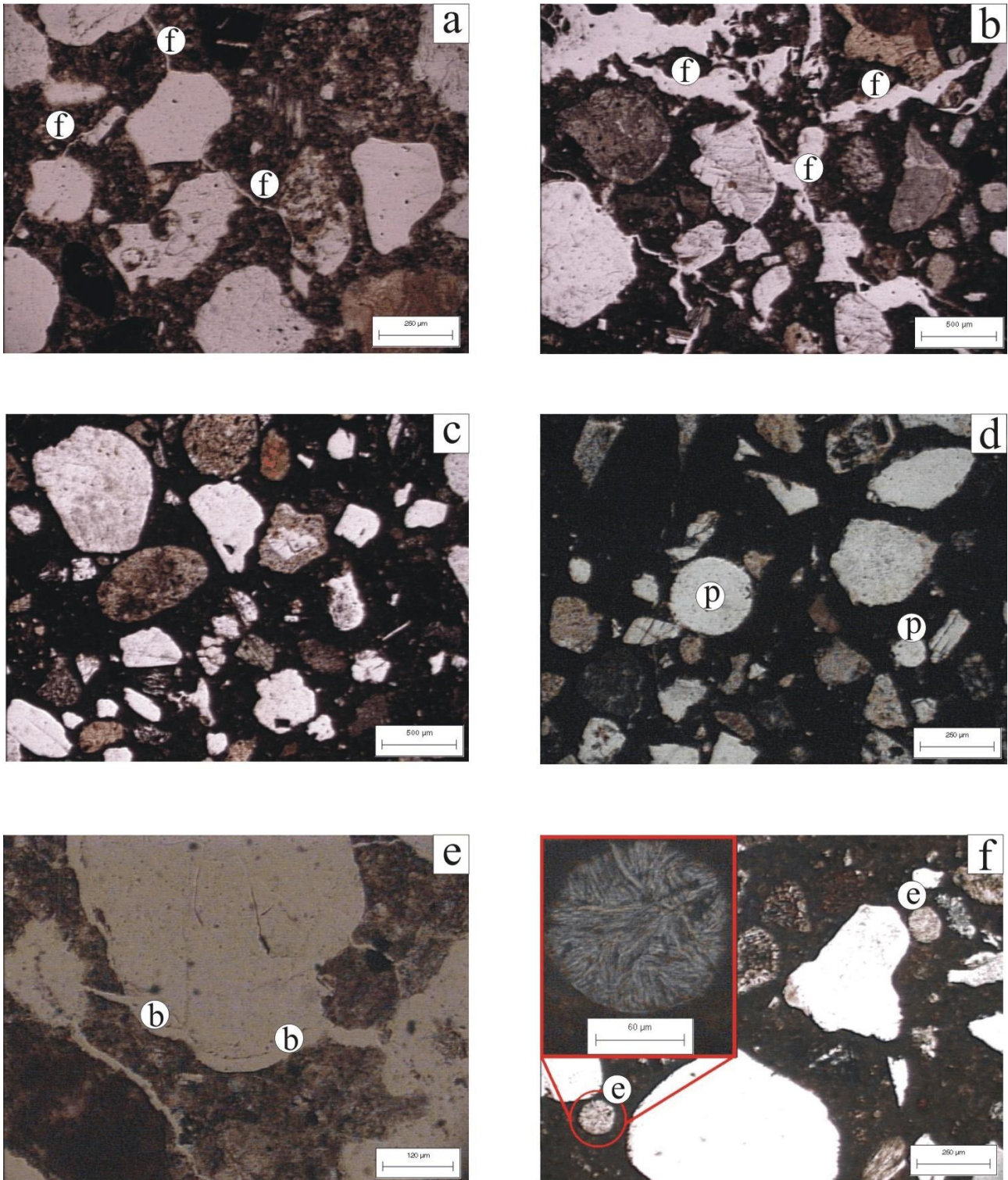


Figura 2. a. Fisuramiento (f) en la pasta debido a contracción por secado. b. Fisuras (f) provocadas por el desarrollo de la reacción álcali-silíce. c. Hormigón sano, el contacto agregado-mortero es neto. d. Cavidades formadas por aire accidental (p) vacías. e. Bordes de reacción en el contacto agregado-mortero (b). f. Cavidades de aire accidental rellenas con ettringita (e).

En la pasta debe evaluarse si existen microfisuras, si se encuentran dispersas o tienen continuidad y si afectan también a los clastos de los agregados. En el primer caso, en general, corresponden al fisuramiento por contracción por secado, son generalmente muy finas y se encuentran vacías (Figura 2a). En cambio si tienen continuidad, afectan a los clastos de los agregados, (Figura 2b) son en general más anchas que las anteriores y están rellenas por un material que puede ser isótropo y/o anisótropo cuando el hormigón

presenta signos de reacción. El producto desarrollado en el interior de las fracturas corresponde a ceolitas identificadas por sus propiedades ópticas, especialmente bajo color de interferencia, bajo índice de refracción, elongación positiva, entre otras.

En hormigones sanos el contacto agregado-pasta es neto, (Figura 2c), la pasta se presenta homogénea y las cavidades de aire accidental se encuentran vacías, (Figura 2d), mientras que si presenta signos de deterioro, se observan bordes de reacción (Figura 2e) contactos de carie, en algunos casos los clastos se presentan separados de la pasta y es frecuente observar productos de reacción desarrollados en los bordes de los clastos y/o en los poros. En la figura 2f se observan cavidades de aire accidental rellenas con ettringita.

Con la incorporación de una cámara de video y un monitor al microscopio petrográfico y al estereomicroscopio se pueden capturar y procesar las imágenes observadas en el microscopio, a través de una computadora. Existen programas específicos para la medición del tamaño de partículas, conteo y medición de poros tanto de aire accidental como incorporado. Esto permite cuantificar las especies presentes en los agregados, grado de deterioro del hormigón.

B. Con luz reflejada (sobre secciones pulidas)

Sobre una superficie pulida a espejo, es posible visualizar y diferenciar los poros ya sean accidentales o debido a la incorporación de aire. Además se obtiene importante información de la relación entre poros (distancias, distribución, tamaño, etc.) Estas observaciones pueden ser registradas, procesadas y relacionadas si se cuenta con equipamiento y procesadores adecuados.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO Y EDAX:

Los productos de neoformación desarrollados a partir de diferentes patologías son separados con estereomicroscopio y observados con microscopio electrónico de barrido. Con esta técnica es posible evaluar la morfología de los materiales y analizar su composición química con EDAX.

En la figura 3a se muestra ettringita con su hábito característico, formando cristales aciculares fibrosos, asociada frecuentemente a cristales hexagonales de portlandita ($\text{Ca}(\text{OH})_2$). El espectro de EDAX se muestra en la figura 3b donde es posible identificar S, O, Al y Ca.

Es necesario evaluar el tratamiento que se le realizará a las muestras, ya que por ejemplo si es necesario determinar azufre no deberían ser metalizadas con oro ya que sus reflexiones $\text{K}\alpha$ se superponen. Si metalizamos con carbono, no podremos analizar carbonatos.

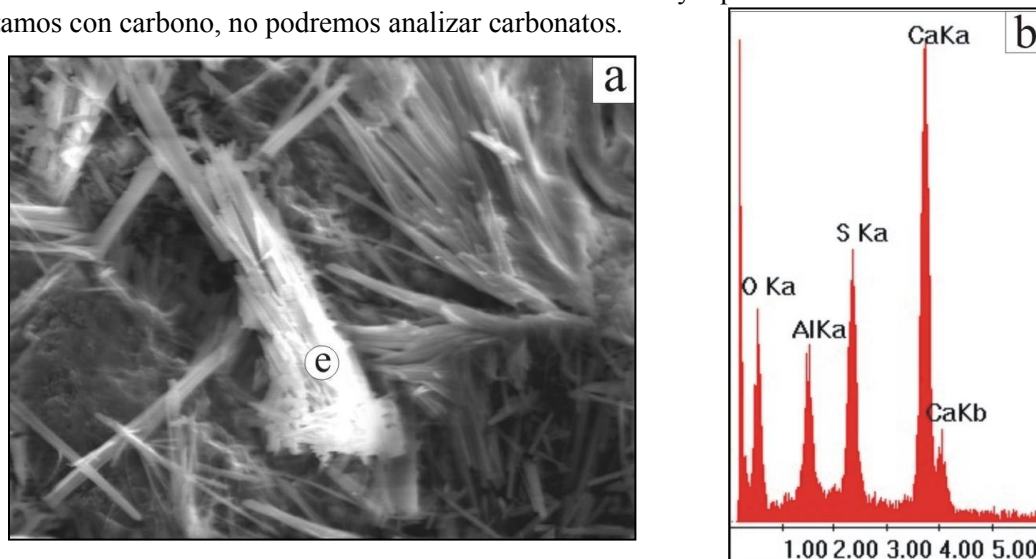


Figura 3. a. Cristales de ettringita (e) observados con SEM. b. Espectro EDAX correspondiente al material de la figura 3a.

CONCLUSIONES

1. La microscopía petrográfica constituye una herramienta fundamental en el estudio de hormigones endurecidos. Está sustentada por la utilización de las propiedades ópticas de cada especie cristalina.
2. Los factores que condicionan su aplicación son el grado de cristalinidad (las sustancias amorfas son todas semejantes) y el tamaño de los cristales involucrados.
3. La microscopía electrónica es un complemento importante ya que se puede trabajar sobre tamaños mucho menores, definir hábito cristalino y si se dispone de EDAX, precisar los elementos involucrados en la composición química.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la CIC de la Prov. de Bs. As. , a la UNS y al CONICET por el apoyo brindado. Al Sr. Rodolfo Salomón por su colaboración.

REFERENCIAS

1. D. A. St. John; A. W. John and I. Sims: Concrete Petrography; 1998, Arnold.
2. S. A. Marfil.; P. J. Maiza y R. C. Salomón: Petrografía del hormigón endurecido afectado por la reacción álcali-sílice; Geoacta, 2002, Vol. 27, pp 1-15.
3. W. Williams, W. Turner, F. J. y Gilbert: Petrografía; 1968, Continental. México.
4. A. N. Winchell: Elements of optical mineralogy. Part II. Descriptions of minerals; 1933. John Wiley and Sons. London.
5. C. Melgarejo: Atlas de las Asociaciones minerales en lámina delgadas; 1997, Coor. Joan Carls Melgarejo. Ed. Universitat de Barcelona.
6. A. J. B. Thompson and J. F. H. Thompson: Atlas of Alteration. A Field and petrographic guide to hydrothermal alteration minerals, 1996. Geological Association of Canada. Mineral Deposit Division.
7. P. F. Kerr: Optical mineralogy; 1977. New York, McGraw-Hill Books.
8. JCPDS, International Centre for Diffraction Data. Published annually; Power diffraction files. USA.