

**ADVERTIMENT.** La consulta d'aquesta tesi queda condicionada a l'acceptació de les següents condicions d'ús: La difusió d'aquesta tesi per mitjà del servei TDX ([www.tesisenxarxa.net](http://www.tesisenxarxa.net)) ha estat autoritzada pels titulars dels drets de propietat intel·lectual únicament per a usos privats emmarcats en activitats d'investigació i docència. No s'autoritza la seva reproducció amb finalitats de lucre ni la seva difusió i posada a disposició des d'un lloc aliè al servei TDX. No s'autoritza la presentació del seu contingut en una finestra o marc aliè a TDX (framing). Aquesta reserva de drets afecta tant al resum de presentació de la tesi com als seus continguts. En la utilització o cita de parts de la tesi és obligat indicar el nom de la persona autora.

**ADVERTENCIA.** La consulta de esta tesis queda condicionada a la aceptación de las siguientes condiciones de uso: La difusión de esta tesis por medio del servicio TDR ([www.tesisenred.net](http://www.tesisenred.net)) ha sido autorizada por los titulares de los derechos de propiedad intelectual únicamente para usos privados enmarcados en actividades de investigación y docencia. No se autoriza su reproducción con finalidades de lucro ni su difusión y puesta a disposición desde un sitio ajeno al servicio TDR. No se autoriza la presentación de su contenido en una ventana o marco ajeno a TDR (framing). Esta reserva de derechos afecta tanto al resumen de presentación de la tesis como a sus contenidos. En la utilización o cita de partes de la tesis es obligado indicar el nombre de la persona autora.

**WARNING.** On having consulted this thesis you're accepting the following use conditions: Spreading this thesis by the TDX ([www.tesisenxarxa.net](http://www.tesisenxarxa.net)) service has been authorized by the titular of the intellectual property rights only for private uses placed in investigation and teaching activities. Reproduction with lucrative aims is not authorized neither its spreading and availability from a site foreign to the TDX service. Introducing its content in a window or frame foreign to the TDX service is not authorized (framing). This rights affect to the presentation summary of the thesis as well as to its contents. In the using or citation of parts of the thesis it's obliged to indicate the name of the author

Estudio del efecto de la naturaleza del árido reciclado en la  
microestructura y propiedades de la zona de transición árido-pasta de  
cemento.

Por

Anna Sidorova

Presentado en cumplimiento de los requerimientos para optar al grado de Doctora en la Ingeniería de la  
Construcción por la Universidad Politécnica de Catalunya

Barcelona, Junio 2013



## AGRADECIMIENTOS

Ante todo quisiera agradecer a mis tutores, el Doctor Enric Vázquez y la Doctora Marilda Barra, por su orientación, el apoyo, ayuda y principalmente confianza, para poder llevar a cabo este trabajo de investigación.

A los investigadores Dr. Diego Fernando Aponte y Dr. Joan José Roa, de la Universidad Politécnica de Cataluña, por toda la ayuda, colaboración, apoyo, amistad sin los cuales no alcanzaría concluir este trabajo.

A todas las personas del departamento de Ingeniería de la Construcción y del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica que me han apoyado durante toda mi campaña experimental. Agradezco en especial a Eufronio Beyret, Patricia, Francisco Heredero, Dr. Emilio Jiménez.

A mi familia, por compartir y perseguir junto a mí mis sueños personales y profesionales, sobre todo a mis padres, cuyo apoyo y ánimo fueron fundamentales para la realización de este trabajo.

A todos mis compañeros de doctorado por su apoyo y amistad durante todos estos años. Muchas gracias por haberme enseñado, compartido, apoyado o simplemente por haber estado a mi lado.

Gracias a todos los amigos realizados en la universidad, en particular a Carolina, Matías; Catalina; Bruno y Astrid por los gratos momentos vividos y la compañía del día a día, por compartir espacios, tiempos y risas.

Finalmente, quisiera agradecer a todos aquellos no han sido citados, pero que han contribuido de alguna manera para el éxito de este trabajo.



## RESUMEN

Hoy día está ampliamente reconocido que la estructura de la matriz de cemento en las proximidades de los áridos, es distinta a la del resto de la pasta, aunque dicha microestructura de la zona interfacial es variable en función de la naturaleza del cemento, del tipo de áridos, de las condiciones de curado, etc.

Los estudios de diferentes investigaciones muestran que la formación de la ITZ depende no solo de las propiedades de la pasta sino también de la naturaleza, propiedades físicas y químicas de los áridos empleados.

El uso de los áridos reciclados y los estudios de las propiedades de hormigones con áridos reciclados tienen alto interés en todo el mundo y es el tema de muchas investigaciones de los últimos años. Las características y propiedades de la zona de transición tienen gran influencia en una parte de las propiedades del hormigón, especialmente la resistencia, la rigidez y la durabilidad.

Explicando los conocimientos existentes sobre la microestructura de hormigón, sobre sus fases, tales como la matriz de pasta de cemento, los áridos y la ITZ, aplicando diferentes métodos de ensayos, como microdureza Vickers, SEM, nanoindentación, se plantea esta tesis con el objetivo principal de proporcionar nuevos conocimientos de la microestructura formada y en particular de la ITZ de los hormigones de áridos reciclados, para comprender mejor el comportamiento de este material.

Se han realizado una amplia campaña experimental donde se ha estudiado las propiedades de pastas de cemento y morteros con y sin aditivos (superplastificante e inclusor de aire); se ha estudiado y ha comparado la ITZ formada en las pastas de cemento con áridos reciclados de hormigón y reciclados de cerámica y también, la influencia de la humedad del árido reciclado de hormigón. Como referencia se ha estudiado la pasta de cemento con inclusión de árido natural calizo.

Finalmente, se ha realizado el análisis y comparación de los resultados obtenidos de los diferentes ensayos realizados durante el estudio.

Palabras claves: áridos reciclados, zona interfacial de transición, matriz de la pasta, microestructura, microdureza Vickers, SEM, nanoindentación.



## **ABSTRACT**

Today it is highly recognized that the structure of the matrix of the cement paste near of the aggregates is different from the rest of the cement paste, although this microstructure of the interfacial zone (ITZ) is variable according to the nature of the cement, of the type of aggregate, of the conditions of curing, etc.

The studies of different investigations show that the formation of the ITZ depends not only on the properties of the cement bulk but also of the nature, physical and chemical properties of the aggregates.

The use of the recycled aggregates and the studies of the properties of the recycled concretes have high interest in the whole world and it is the subject of many investigations of last years. The characteristics and properties of the interfacial transition zone have big influence in a part of the properties of the concrete, especially the resistance, the stiffness and the durability.

Explaining the existing knowledge on the microstructure of concrete, on its phases, such as matrix of cement paste, the aggregates and the ITZ, applying differences experiments, like micro hardness Vickers, SEM, nanoindentation, this thesis have the main objective to provide new knowledge of the formation of microstructure and in particular of the ITZ en concretes with recycled aggregate, to better understanding of the behavior of this material.

During the experimental program were studied the properties of cement paste and mortars with and without additives (superplasticizer and air-entrainment); were compared the formed ITZ in the cement paste with recycled aggregate of concrete and recycled aggregates of ceramics and also was studied the influence of the humidity of the recycled aggregate of concrete. The cement bulk with inclusion of natural lime aggregate was produced, as reference.

Finally, have been realized the analysis and comparison of the obtained results of the different experiments realized during the study.

Key words: recycled aggregates, interfacial transition zone, cement paste, microstructure, micro hardness Vickers, SEM, nanoindentation.





# ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS.....	i
RESUMEN.....	iii
ABSTRACT.....	v
ÍNDICE.....	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE IMÁGENES.....	xiv
ÍNDICE DE TABLAS.....	xvii
ABREVIATURAS.....	xviii
1 INTRODUCCIÓN.....	1
2 OBJETIVOS.....	3
2.1 Estructura de la tesis.....	3
3 ESTADO DEL CONOCIMIENTO.....	5
3.1 Microestructura de hormigón.....	5
3.1.1 Matriz de cemento hidratado.....	6
3.1.2 Áridos.....	10
3.1.2.1 Los áridos reciclados procedentes de RCD.....	11
3.1.3 Zona interfacial de transición.....	14
3.2 Estudio de la microestructura y la ITZ con el ensayo de microdureza Vickers.....	17
3.3 Estudio de la microestructura y la ITZ por nanoindentación.....	20
4 MATERIALES.....	27
4.1 Caracterización de cemento.....	27
4.2 Caracterización de áridos.....	28
4.3 Caracterización de aditivos.....	31
5 METODOLOGÍA.....	33
5.1 Proceso de preparación de las probetas.....	35
5.1.1 Preparación de muestras de pastas y morteros para la determinación del contenido de aire ocluido.....	35
5.1.2 Preparación de muestras de pastas y morteros para los ensayos físicos y mecánicos.....	35
5.1.3 Preparación de muestras de pastas, morteros y pastas con inclusión de árido grueso para el ensayo de microdureza Vickers.....	35
5.1.4 Preparación de muestras de pastas con inclusión de árido grueso para el ensayo de nanoindentación.....	40
5.1.5 Preparación de muestras de pastas y pastas con inclusión de árido grueso para el estudio de microscopía electrónica.....	41
5.2 Procesos de ensayo.....	42
5.2.1 Determinación del contenido de aire ocluido en muestras de pastas y morteros.....	42
5.2.2 Densidad porosidad y absorción de muestras de pastas y morteros.....	42
5.2.3 Resistencia a compresión de los morteros.....	43
5.3 Proceso de ensayo de microdureza Vickers.....	43
5.4 Proceso de ensayo de nanoindentación.....	45
5.5 Estudio de microestructura.....	50
6 PROPIEDADES FÍSICAS Y MECÁNICAS DE PASTAS Y MORTEROS: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	53

6.1	Estudio de propiedades de pastas de cemento con y sin aditivos.....	53
6.1.1	Contenido de aire en las pastas de cemento con y sin aditivo incluso de aire antes de endurecer.....	53
6.1.2	Densidad, porosidad y absorción de pastas de cemento con y sin aditivo incluso de aire	54
6.1.3	Densidad, porosidad y absorción de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante.....	55
6.2	Estudio de propiedades de morteros con y sin aditivos.....	57
6.2.1	Contenido de aire en los morteros con y sin aditivo incluso de aire antes de endurecer ..	57
6.2.2	Densidad, porosidad y absorción de morteros con y sin aditivo incluso de aire.....	57
6.2.3	Densidad, porosidad y absorción de morteros con y sin aditivo superplastificante .....	59
6.2.4	Resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo.....	60
6.3	Conclusiones particulares.....	61
7	<b>MICRODUREZA VICKERS: RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....</b>	<b>63</b>
7.1	Microdureza Vickers de pastas de cemento .....	63
7.1.1	Microdureza Vickers de pastas de cemento sin aditivo.....	63
7.1.2	Microdureza Vickers de pastas de cemento con aditivo incluso de aire .....	64
7.1.3	Microdureza Vickers de pastas de cemento con aditivo superplastificante.....	64
7.2	Microdureza Vickers de la matriz de cemento en morteros.....	65
7.2.1	Microdureza Vickers de la matriz de cemento en morteros sin aditivo.....	65
7.2.2	Microdureza Vickers de morteros con aditivo incluso de aire.....	66
7.2.3	Microdureza Vickers de morteros con aditivo superplastificante .....	67
7.3	Estudio de la microestructura de pastas de cemento con inclusión de áridos aplicando el ensayo de microdureza Vickers.....	67
7.3.1	Estudio de la microestructura de pastas de cemento con inclusión de áridos de diferentes naturalezas.....	68
7.3.2	Estudio de la microestructura de pastas de cemento con inclusión de áridos de hormigón reciclado con diferentes condiciones de humedad .....	76
7.4	Conclusiones particulares.....	81
8	<b>NANOINDENTACIÓN: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>85</b>
8.1	Nanoindentación.....	85
8.1.1	Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido natural (muestras AN).....	86
8.1.2	Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido cerámico (muestras AC) ...	90
8.1.3	Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido reciclado de hormigón (AH) .....	93
8.1.4	Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido reciclado de hormigón en la condición saturado superficie seca (AHsat) .....	97
8.1.5	Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido reciclado de hormigón en la condición saturado con exceso de agua (AHea).....	100
8.2	Discusión del efecto de las condiciones de humedad del árido reciclado de hormigón sobre características de la ITZ y la pasta .....	104
8.3	Discusión del efecto de la naturaleza del árido sobre características de la ITZ y la pasta .....	107
9	<b>ESTUDIO DE LA MICROESTRUCTURA: RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....</b>	<b>111</b>
9.1	Estudio de microestructura de pastas de cemento .....	111
9.1.1	Estudio de la microestructura de pasta de cemento con relación a/c=0.4 .....	111
9.1.2	Estudio de la microestructura de pasta de cemento con relación a/c=0.3 .....	113
9.2	Estudio de microestructura de la interfase árido-pasta mediante el SEM .....	114
9.2.1	Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación .....	115
9.2.1.1	Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación a/c=0.4 .....	116

9.2.1.2	Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.5$	123
9.2.1.3	Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.6$	129
9.2.2	Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.3$ y $0.7\% m_c$ del aditivo superplastificante.....	133
9.2.3	Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.4$ y $0.15\% m_c$ del aditivo inclusor de aire .....	140
9.2.4	Estudio de la interfase de las muestras de 28 días de hidratación .....	144
9.2.4.1	Estudio de la interfase de las muestras de 28 días de hidratación con relación $a/c=0.4$ .....	144
9.2.4.2	Estudio de la interfase de las muestras de 28 días de hidratación con relación $a/c=0.6$ .....	148
10	CONCLUSIONES.....	155
10.1	Conclusiones Particulares.....	155
10.2	Conclusiones Generales .....	162
11	FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN .....	165
	REFERENCIAS .....	167

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1: Esquema de fases de microestructura de hormigón .....	6
Figura 3.2: Productos externos e internos de un grano de cemento, (Scrivener,1988) .....	9
Figura 3.3: Evolución de la cantidad de los productos resultantes de la hidratación y de la porosidad en función del tiempo, (Odler, 1998) .....	10
Figura 3.4: Esquema del árido reciclado incorporado en un hormigón.....	12
Figura 3.5: Diagrama de la zona de transición y de matriz de pasta de cemento en un hormigón, (Mehta & Monteiro, 2006).....	14
Figura 3.6: Definición de la microdureza Vickers, (Otsuki, 2003).....	18
Figura 3.7: a) Microdureza Vickers en la ITZ en sistema con árido reciclado de hormigón (B2); b) Microdureza Vickers en la ITZ en un sistema con árido natural (VC), (Otsuki, 2003) .....	19
Figura 3.8: a) Microdureza Vickers en sistema con AR; b) Microdureza Vickers en la ITZ en sistema con árido natural, (Lee & Choi, 2013) .....	20
Figura 3.9: Diagrama de carga –desplazamiento, (Li & Xiao, 2012) .....	21
Figura 3.10: Las marcas de nanoindentador en diferentes componentes de pasta de cemento, (Hughes & Trtik, 2004).....	23
Figura 3.11: Mapas de distribución de valores de módulo de elasticidad: a) Pasta de cemento; b) Cuarzita, (Zhu, et al., 2007) .....	24
Figura 3.12: a) Distribución de módulos de elasticidad; b) Probabilidad de módulos de elasticidad, (Li & Xiao, 2012).....	24
Figura 3.13: Distribución de módulos de elasticidad en muestras de 7 días de hidratación, (Xiao, et al., 2013).....	25
Figura 3.14: Distribución de módulos de elasticidad en muestras de 28 días de hidratación, (Xiao, et al., 2013).....	25
Figura 4.1: Granulometría del cemento.....	28
Figura 4.2: a) Árido natural calizo, b) Árido reciclado de hormigón, c) Árido reciclado de cerámica.....	29
Figura 5.1: Esquema general de preparación de probetas de pasta para el ensayo de microdureza Vickers .....	36
Figura 5.2: Preparación de las muestras; a) Vista general de las probetas de 2,5x2,5x30cm b) Corte de muestras; c) Muestras en isopropanol .....	37
Figura 5.3: Preparación de las muestras: a) Probetas de 4x4x16cm en el molde; b) Curado de las probetas en cámara húmeda; c) Corte y pulido; d) Probeta de mortero para el ensayo Vickers .....	38
Figura 5.4: a) Inclusión de árido grueso en la pasta fresca; b) Probeta de pasta con árido incluido para ensayo Vickers .....	39
Figura 5.5: Vista general de las muestras para nanoindentación con inclusion de árido grueso calizo y de hormigón respectivamente .....	40
Figura 5.6: La superficie final de las muestras para el ensayo de nanoindentación de un árido calizo (AN) y uno de hormigón reciclado (AH).....	41
Figura 5.7: Muestra de mortero y aparato medidor de aire ocluido .....	42
Figura 5.8: Vista general del proceso de saturación de las muestras en vacío y aspecto de las muestras de pasta y mortero secas.....	43
Figura 5.9: Microdurómetro Vickers.....	43

Figura 5.10: Indentador de Vickers, (Igarashi, et al., 1996).....	44
Figura 5.11: a) Medición de diagonal de marca; b) Longitud “cero”, la posición de líneas correcta; c) Longitud “cero”, la posición de líneas incorrecta .....	44
Figura 5.12: a) Marca típica de microdureza Vickers b) Esquema del ensayo .....	45
Figura 5.13: a) Equipo de nanoindentación; b) Esquema de indentador Berkovich (Bhushan & Li, 2003) .....	46
Figura 5.14: Esquema del equipo de nanoindentación y medición de profundidad de marca (Ulm, 2007).....	46
Figura 5.15: Diagrama de aplicación de la carga (Oliver & Pharr, 1992).....	47
Figura 5.16: Representación esquemática de una sección marcada por indentador (Oliver, 1992).....	47
Figura 5.17: Diagrama esquemático del área de aplicación del ensayo .....	49
Figura 5.18: Vista general del equipo.....	50
Figura 5.19: Vista general de las muestras.....	50
Figura 6.1: Contenido de aire en las pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire antes de endurecer .....	54
Figura 6.2: Densidad aparente de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) relación a/c=0.4; b) relación a/c=0.5.....	54
Figura 6.3: Absorción de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5.....	55
Figura 6.4: Contenido de poros permeables de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) relación a/c=0.4; b) relación a/c=0.5 .....	55
Figura 6.5: Densidad aparente de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación a/c=0.3; b) Relación a/c=0.4 .....	56
Figura 6.6: Absorción de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación a/c=0.3; b) Relación a/c=0.4.....	56
Figura 6.7: Contenido de poros permeables de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación a/c=0.3; b) Relación a/c=0.4 .....	56
Figura 6.8: Contenido de aire en los morteros con y sin aditivo inclusor de aire antes de endurecer.....	57
Figura 6.9: Densidad aparente de morteros con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5.....	58
Figura 6.10: Absorción de morteros con y sin aditivo inclusor de air: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5.....	58
Figura 6.11: Porcentaje de poros permeables de morteros con aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5 .....	58
Figura 6.12: Densidad aparente de morteros con superplastificante: a) relación a/c=0.3; b) relación a/c=0.4.....	59
Figura 6.13: Absorción de morteros con superplastificante: a) relación a/c=0.3; b) relación a/c=0.4.....	59
Figura 6.14: Porcentaje de poros permeables de morteros con superplastificante: a) relación a/c=0.3; b) relación a/c=0.4 .....	60
Figura 6.15: Resultados del ensayo de compresión de muestras de pastas de cemento con aditivo inclusor de aire: a) relación a/c=0.4; b) relación a/c=0.5 .....	60
Figura 6.16: Resultados del ensayo de compresión de muestras de pastas de cemento con aditivo superplastificante: a) relación a/c=0.3; b) relación a/c=0.4.....	61
Figura 6.17: Correlación entre el contenido de aire ocluido en la pasta y el mortero.....	61
Figura 6.18: Correlación entre la resistencia a compresión a 28 días y porcentaje de aire ocluido .....	62
Figura 7.1: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de pasta de cemento.....	63
Figura 7.2: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5 .....	64
Figura 7.3: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación a/c=0.3; b) Relación a/c=0.4.....	65

Figura 7.4: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de mortero.....	65
Figura 7.5: Correlación entre la microdureza Vickers de pasta de cemento y la de mortero.....	66
Figura 7.6: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de mortero cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5 .....	66
Figura 7.7: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de mortero cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación a/c=0.3; b) Relación a/c=0.4.....	67
Figura 7.8: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC y AH con relación a/c=0.3.....	69
Figura 7.9: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC, AH con relación a/c=0.4.....	70
Figura 7.10: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC, AH con relación a/c=0.5.....	71
Figura 7.11: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC, AH con relación a/c=0.6.....	72
Figura 7.12: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido dependiendo de la relación a/c en las muestras con inclusión de árido natural (AN).....	74
Figura 7.13: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido dependiendo de la relación a/c en las muestras con inclusión de árido reciclado de hormigón seco (AH).....	75
Figura 7.14: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido dependiendo de la relación a/c en las muestras con inclusión de árido cerámico (AC).....	76
Figura 7.15: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHea con relación a/c=0.3.....	77
Figura 7.16: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHea con relación a/c=0.4.....	78
Figura 7.17: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHea con relación a/c=0.5.....	79
Figura 7.18: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHea con relación a/c=0.6.....	80
Figura 7.19: Correlación entre la microdureza de las pastas con y sin superplastificante y la resistencia a compresión de los morteros con y sin superplastificante.....	81
Figura 7.20: Correlación entre microdureza Vickers y resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo superplastificante.....	82
Figura 7.21: Correlación entre microdureza Vickers y resistencia a compresión de morteros con aditivo inclusor de aire.....	82
Figura 7.22: Correlación entre microdureza Vickers y resistencia a compresión de morteros con y sin aditivos. 42 resultados. (4% de inclusor de aire y 3% de superplastificante), 3 relaciones a/c (0,3 – 0,4 – 0,5) y 3 edades.....	83
Figura 8.1: Diagrama carga-deslizamiento.....	85
Figura 8.2: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AN 0.3 .	86
Figura 8.3: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AN0.387	
Figura 8.4: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AN0.4 ..	88
Figura 8.5: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AN0.4 .....	88
Figura 8.6 : Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AN0.5 .	89
Figura 8.7: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AN0.5 .....	89
Figura 8.8: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AC0.3...	90
Figura 8.9: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AC0.3 .....	91

Figura 8.10: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AC0.4	91
Figura 8.11: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AC0.4	92
Figura 8.12: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AC0.5	92
Figura 8.13: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AC0.5	93
Figura 8.14: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH0.3	94
Figura 8.15: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AH0.3	94
Figura 8.16: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH0.4	95
Figura 8.17: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AH0.4	95
Figura 8.18: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH0.5	96
Figura 8.19: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AH0.5	96
Figura 8.20: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHsat0.3	97
Figura 8.21: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHsat0.3	98
Figura 8.22: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH sat0.4	98
Figura 8.23: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHsat0.4	99
Figura 8.24: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHsat0.5	99
Figura 8.25: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHsat0.5	100
Figura 8.26: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHea0.3	101
Figura 8.27: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHea0.3	101
Figura 8.28: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHea0.4	102
Figura 8.29: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHea0.4	102
Figura 8.30: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHea0.5	103
Figura 8.31: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHea0.5	103
Figura 10.1: Ilustración explicativa del mecanismo de movimiento de agua de la pasta hacia el árido que provoca el desplazamiento del aire contenido en los poros del árido hacia la pasta.	160
Figura 10.2: Esquema de la microestructura en las interfases.	161



## ÍNDICE DE IMÁGENES

Imagen 3.1: Cristal de CH.....	7
Imagen 3.2: Cristal de CH y CSH.....	8
Imagen 3.3: Cristales de etringita y monosulfato.....	8
Imagen 9.1: Vista general superficie de la muestra de la pasta de cemento con relación $a/c=0.4$ .....	111
Imagen 9.2: a) Superficie de la muestra b) Desarrollo de CSH alrededor de grano de cemento no hidratado.....	112
Imagen 9.3: Microestructura formada: a) Cristales de portlandita (A); sulfoaluminatos (B) y CSH (C); b) Cristales de sulfoaluminatos (A) y CSH (B).....	112
Imagen 9.4: Vista general superficie de muestra de pasta de cemento con relación $a/c=0.3$ .....	113
Imagen 9.5: Microestructura formada: grano de cemento no hidratado(A) y gel de CSH (B).....	113
Imagen 9.6: Microestructura formada: cristal de portlandita mal formada (A), gel de CSH (B).....	114
Imagen 9.7: a) Vista general de superficie de la interfase AN-pasta de cemento $a/c=0.4$ ; b) Microestructura del árido calizo.....	116
Imagen 9.8: Vista general de microestructura formada en la interfase AN-pasta de cemento $a/c=0.4$	116
Imagen 9.9: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento $a/c=0.4$ ; cristales de CH (A).....	117
Imagen 9.10: a) Vista general de superficie de la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ ; b) Detalle de los poros formados.....	117
Imagen 9.11: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ : cristal de CH....	118
Imagen 9.12: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ CSH.....	118
Imagen 9.13: Cristales de sulfoaluminatos aciculares.....	118
Imagen 9.14: Microestructura formada dentro de un poro en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ : cristales de sulfoaluminatos (A) y CSH (B).....	119
Imagen 9.15: Vista general de superficie de la interfase AHsat - pasta de cemento $a/c=0.4$ .....	119
Imagen 9.16: Microestructura formada en la interfase AHsat - pasta de cemento $a/c=0.4$ ; cristal de CH	120
Imagen 9.17: Microestructura formada dentro de un poro: CSH (A) y sulfoaluminatos (B).....	120
Imagen 9.18: Vista general de superficie de la interfase AHea - pasta de cemento $a/c=0.4$ .....	121
Imagen 9.19: Microestructura formada en la interfase AHea - pasta de cemento $a/c=0.4$ al lado de un poro.....	121
Imagen 9.20: Microestructura formada en la interfase AHea - pasta de cemento $a/c=0.4$ dentro de un poro.....	122
Imagen 9.21: a) Vista general de la interfase AC - pasta de cemento $a/c=0.4$ ; b) Microestructura formada.....	122
Imagen 9.22: a) Vista general de la interfase árido AN- pasta de cemento $a/c=0.5$ b) Microestructura formada.....	123
Imagen 9.23: Cristales de CH.....	123
Imagen 9.24: a) Vista general de la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.5$ ; b) Microestructura formada.....	124
Imagen 9.25: Cristales de sulfoaluminatos.....	124
Imagen 9.26: Cristal de CH (A).....	125
Imagen 9.27: a) Vista general de la interfase AHsat - pasta de cemento $a/c=0.5$ ; b) Microestructura formada.....	125

Imagen 9.28: Cristales de sulfoaluminatos.....	126
Imagen 9.29: Cristales de CH (A).....	126
Imagen 9.30: a) Vista general superficie de la interfase AHea-pasta de cemento a/c=0.5; b) Microestructura formada.....	127
Imagen 9.31: Cristales de sulfoaluminatos.....	127
Imagen 9.32: Cristal de CH (A).....	127
Imagen 9.33:a) Vista general de la interfase AC - pasta de cemento a/c=0.5 b) Microestructura formada.....	128
Imagen 9.34: Microestructura formada en la interfase AC - pasta de cemento a/c=0.5: cristal de CH (A); CSH (B), cristales de sulfoaluminatos (C).....	128
Imagen 9.35: a) Vista general de la superficie de la interfase AN- pasta de cemento a/c=0.6; b) Microestructura formada: CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C).....	129
Imagen 9.36: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento a/c=0.6: CSH (B); cristales de sulfoaluminatos.....	129
Imagen 9.37: a) Vista general superficie de la interfase AH-pasta de cemento a/c=0.6; b) Microestructura formada: CSH; sulfoaluminatos; CH (A).....	130
Imagen 9.38: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento a/c=0.6: CH (A); cristales de sulfoaluminatos (B).....	130
Imagen 9.39: a) Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento a/c=0.6; b) Microestructura formada.....	131
Imagen 9.40: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento a/c=0.6: CH (A); CSH (B); cristales aciculares de sulfoaluminatos (C).....	131
Imagen 9.41: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento a/c=0.6.....	132
Imagen 9.42: a) Vista general la superficie de la interfase AC- pasta de cemento a/c=0.6; b) Microestructura formada: CSH (B); cristales aciculares de sulfoaluminatos (C).....	132
Imagen 9.43: Microestructura formada en la interfase AC- pasta de cemento a/c=0.6: CH (A); CSH (B).....	133
Imagen 9.44:a) Vista general dela superficie de la interfase AN- pasta de cemento a/c=0.3; b) Vista general de la microestructura formada.....	134
Imagen 9.45: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento a/c=0.3: cristal de CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C).....	134
Imagen 9.46:a) Vista general de la superficie de la interfase AH- pasta de cemento a/c=0.3; b) Fisura de retracción.....	135
Imagen 9.47: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento a/c=0.3 al lado de un poro: CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C).....	135
Imagen 9.48: Microestructura formada: CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos.....	136
Imagen 9.49: a) Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento a/c=0.3; b) fisura de retracción.....	136
Imagen 9.50: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento a/c=0.3: CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C).....	137
Imagen 9.51: Cristales de CH (A).....	137
Imagen 9.52: a) Vista general de la superficie de la interfase AHea- pasta de cemento a/c=0.3; b) Fisura de retracción.....	138
Imagen 9.53: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento a/c=0.3: CH (A); CSH; cristales de sulfoaluminatos (C).....	138
Imagen 9.54: a) Vista general de la superficie de la interfase AC- pasta de cemento a/c=0.3; b) Fisura de retracción.....	139
Imagen 9.55: Microestructura formada en la interfase AC- pasta de cemento a/c=0.3: CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C).....	139

Imagen 9.56: Vista general del superficie de la interfase árido AN- pasta de cemento $a/c=0.4$ con aditivo inclusor de aire .....	140
Imagen 9.57: Vista general de la microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento $a/c=0.4$ con aditivo inclusor de aire .....	140
Imagen 9.58: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento $a/c=0.4$ con aditivo inclusor de aire; cristales de CH (A); CSH (B); sulfoaluminatos (C) .....	141
Imagen 9.59: Vista general de la superficie de interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ con aditivo inclusor de aire .....	141
Imagen 9.60: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ con aditivo inclusor de aire; cristales de CH (A); CSH (B).....	142
Imagen 9.61: CSH y cristales de sulfoaluminatos.....	142
Imagen 9.62: Cristales de sulfoaluminatos.....	143
Imagen 9.63: a) Vista general de la interfase AC - pasta de cemento $a/c=0.4$ con aditivo inclusor de aire; b) Microestructura formada.....	143
Imagen 9.64: Cristales de CH (A); CSH (B); sulfoaluminatos (C).....	144
Imagen 9.65: La vista general de la superficie de la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ .....	145
Imagen 9.66:a) Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ .....	145
Imagen 9.67: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.4$ : CH (A); CSH (B), cristales aciculares de sulfoaluminatos (C) .....	146
Imagen 9.68: Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento $a/c=0.4$ .....	146
Imagen 9.69: a) Microestructura formada al lado de un poro; b) Microestructura formada dentro de un poro.....	147
Imagen 9.70: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento $a/c=0.4$ : cristal de CH (A); cristales de sulfoaluminatos (C).....	147
Imagen 9.71: Vista general de la superficie dela interfase AHea- pasta de cemento $a/c=0.4$ .....	148
Imagen 9.72: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento $a/c=0.4$ a) cristales de CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C) .....	148
Imagen 9.73: Vista general de la superficie de la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.6$ .....	149
Imagen 9.74: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.6$ : CH (A); cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas (C); cristales de sulfoaluminatos en forma de placas (D).....	149
Imagen 9.75: Cristales de sulfoaluminatos.....	150
Imagen 9.76: Cristales de CH.....	150
Imagen 9.77: Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento $a/c=0.6$ .....	151
Imagen 9.78: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento $a/c=0.6$ : CH (A); CSH (B); cristales aciculares de sulfoaluminatos (C); cristales de sulfoaluminatos en forma de placas (D)..	151
Imagen 9.79: Cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas .....	152
Imagen 9.80: Vista general de la superficie de la interfase AHea- pasta de cemento $a/c=0.6$ .....	152
Imagen 9.81: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento $a/c=0.6$ : CH (A); cristales de sulfoaluminatos aciculares (C); en forma de placas (D) .....	153
Imagen 9.82: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento $a/c=0.6$ : CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C).....	153

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1: Composición de pasta de cemento endurecida ( $a/c=0.5$ ) .....	7
Tabla 3.2: Características de los productos de hidratación .....	7
Tabla 3.3: Resumen de trabajos de aplicación de nanoindentación para estudios de materiales base-cemento. ....	21
Tabla 4.1: Materiales utilizados .....	27
Tabla 4.2: Composición química y composición mineralógica del cemento .....	28
Tabla 4.3: Propiedades físicas de los áridos reciclados, procedentes de hormigón .....	30
Tabla 4.4: Azufre total, sulfatos solubles en ácidos y cloruros .....	30
Tabla 4.5: Composición química de los áridos reciclados, procedentes de hormigón (en %). La pérdida por calcinación es de 42,8% .....	30
Tabla 4.6: Propiedades físicas de los áridos reciclados, procedentes de cerámica.....	30
Tabla 4.7: Azufre total, sulfatos solubles en ácidos y cloruros .....	30
Tabla 4.8: Composición química de los áridos reciclados de cerámica (en %) .....	30
Tabla 4.9: Propiedades físicas de áridos naturales .....	30
Tabla 4.10: Determinación de azufre total, sulfatos solubles en ácidos y cloruros.....	31
Tabla 4.11: Composición química de los áridos naturales (en %). La pérdida por calcinación es de 44,4% .....	31
Tabla 4.12: Propiedades de aditivos.....	31
Tabla 5.1: Variables .....	33
Tabla 5.2: Nomenclatura de las muestras de pastas de cemento con inclusión de árido grueso.....	39
Tabla 5.3: Pulido de muestras .....	40
Tabla 8.1: Nomenclatura de muestras analizadas.....	85
Tabla 8.2: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.3; AHsat0.3; AHea0.3 .....	105
Tabla 8.3: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.4; AHsat0.4; AHea0.4 .....	106
Tabla 8.4: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.5; AHsat0.5; AHea0.5 .....	107
Tabla 8.5: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.3; AH0.3; AC0.3 .....	108
Tabla 8.6: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.4; AH0.4; AC0.4 .....	109
Tabla 8.7: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.5; AH0.5; AC0.5 .....	110
Tabla 9.1: Muestras interfase árido-pasta.....	114
Tabla 9.2: Muestras interfase árido-pasta con aditivo inclusor de aire .....	115
Tabla 9.3: Muestras interfase árido-pasta con aditivo superplastificante.....	115

## ABREVIATURAS

a/c- Relación agua/cemento

AC- Muestra con inclusión de árido reciclado de cerámica

AF<sub>m</sub>, AF<sub>t</sub>- Sulfoaluminatos cálcicos

AH –Muestra con inclusión de árido reciclado de hormigón, con humedad natural

AHea - Muestra con inclusión de árido reciclado de hormigón saturado con superficie seca

AHsat -Muestra con inclusión de árido reciclado de hormigón saturado con exceso de agua en superficie

AN -Muestra con inclusión de árido natural calizo

AR –Árido reciclado

C<sub>3</sub>A-Aluminato tricálcico  $3CaOAl_2O_3$

C<sub>3</sub>S-Silicato tricálcico  $3CaSiO_2$

CSH - Silicato cálcico hidratado

CH- Hidróxido cálcico, portlandita

E-módulo de elasticidad

HCP-Pasta de cemento hidratado

HV –Microdureza Vickers

ITZ- Zona interfacial de transición

OM- Microscopia óptica

RCD-Residuos de construcción y demolición

SEM-Microscopía electrónica de barrido

TEM- Microscopia electrónica de transmisión





## Capítulo 1

# INTRODUCCIÓN

Durante siglos la industria de la construcción ha sido una gran consumidora de materias primas y es responsable de la generación de gran cantidad de residuos. Según Eurostan, el 48% de los residuos procede de la construcción y demolición; siendo el hormigón con escombros de albañilería y los áridos son los componentes principales de este tipo de residuo, que ocupa grandes espacios en los vertederos. Dependiendo del país de la UE, se recicla entre 10-90% de los residuos generados. La Directiva del Uso de Residuo de la UE, que entró en vigor en 2010, pone como objetivo una cuota media de reciclaje del 70% para residuos de construcción y demolición (RCD) hasta 2020. En los Países Bajos, Bélgica, Suiza y Austria esta cifra ya se ha alcanzado. Durante los últimos años las investigaciones realizadas muestran que los RCD tienen un gran potencial para su reutilización en el mismo sector de la construcción. Los RCD, convenientemente tratados en una instalación de reciclaje, se convierten en áridos reciclados que pueden utilizarse en hormigón.

El estudio de la microestructura de los hormigones con áridos reciclados tiene una elevada importancia para el control de las propiedades específicas de este material y también para la evolución de las propiedades durante la vida útil del dicho material.

Para entender y controlar las propiedades del hormigón hay que profundizar en el estudio de su estructura, estando esta constituida por el tipo, cantidad, tamaño, forma y distribución de sus componentes. En relación a éstas variables, consideramos que la estructura de cualquier hormigón está integrada por tres componentes: los áridos, la zona de transición (ITZ) y la pasta de cemento endurecida (Mehta & Monteiro, 2006).

La microestructura del cemento evoluciona con el tiempo durante la etapa de solidificación, debido a las reacciones de hidratación que ocurren entre el agua y el cemento, en la que influyen muchas variables, como la temperatura, la humedad relativa, etc. A partir de la caracterización del desarrollo de la microestructura se pretende conocer las propiedades de la mezcla, relacionando la microestructura con la macroestructura, para así poder predecir el comportamiento de la misma (Puertas Maroto, 1989); (Elsharief, et al., 2003); (Scrivener, 2004); (Diamond, 2004).

Las investigaciones de los últimos años muestran que la estructura de pasta en el hormigón no es idéntica a la estructura de la pasta de cemento. Esto es debido a la formación de la zona de transición interfacial alrededor de inclusiones en la pasta de cemento, por ejemplo, áridos, fibras, etc. (Tasong, et al., 1998); (Scrivener, 2004); (Diamond, 2004). La estructura de ITZ depende de muchos parámetros, entre otros, de la composición de la pasta. La microestructura de la pasta varía con la distancia de las inclusiones. Diferentes métodos han sido desarrollados para el estudio de la composición y la estructura del ITZ y su cambio en función de la distancia (Elsharief, et al., 2003).



Diversas investigaciones han demostrado que existen diferencias en los compuestos de hidratación del cemento formados en la ITZ. Así se ha visto la influencia de la naturaleza y propiedades de los áridos naturales y también del estado de la superficie en el caso de los áridos ligeros. También hay trabajos que señalan la existencia de reacciones químicas entre pasta y árido que afectan a la ITZ (Monteiro, 1985); (Zang & Gjorv, 1990); (Zhang & Chen, 1998); (Tasong, et al., 1998); (Tasong, et al., 1999); (Ke & Ortola, 2010).

El análisis microestructural puede realizarse mediante métodos indirectos (difracción de rayos X, análisis térmico, ensayos de la porosidad y de técnicas de espectroscopia), y métodos directos (diferentes tipos de microscopia), que permiten la descripción completa y cualitativa de la microestructura. La microscopia electrónica permite la descripción completa y cualitativa de la microestructura de diferentes fases en materiales de base cemento.

El ensayo de microdureza Vickers, que fue desarrollado para metales, ahora se usa cada vez más para la investigación en diversos materiales, como pastas de cemento y cerámica. Las pruebas de microdureza de esta clase pueden ser usadas para evaluar las propiedades del material, así como para determinar la respuesta mecánica que es más sensible a características microestructurales.

En los últimos años, para el estudio de la ITZ, se aplica cada vez más el método de la nanoindentación, en el que se usa el indentador de Berkovich, que da una posibilidad de discernir mejor la zona de transición y permite la caracterización de las propiedades mecánicas, como el módulo de la elasticidad y la aparición de fisuras.

El presente trabajo se plantea como un estudio de las diferencias en la formación de la ITZ cuando se usan áridos reciclados de diferentes naturalezas, aplicando varios tipos de ensayos para su caracterización.

## Capítulo 2

### OBJETIVOS

Este trabajo tiene como objetivo proporcionar nuevos conocimientos de la microestructura y en particular de la zona de transición de los hormigones de áridos reciclados, para comprender mejor el comportamiento de este material. Estos conocimientos son necesarios para obtener hormigones reciclados más durables, más resistentes, más eficientes económicamente y con menor impacto ambiental.

Para lograr este objetivo ha sido necesario marcarse otros objetivos más específicos:

- Aplicar el ensayo de microdureza Vickers para el estudio de las propiedades mecánicas de pasta de cemento. Aplicar el ensayo de nanoindentación para determinar las propiedades mecánicas de la zona de transición.
- Estudiar la influencia de los aditivos (súperfluidificante e inductor de aire) en las propiedades mecánicas y micro mecánicas de la pasta de cemento y de morteros.
- Determinar la zona de transición en la pasta con diferentes tipos de áridos reciclados, aplicando diferentes tipos de ensayos.
- Estudiar la influencia del tipo de árido en la formación de la zona de transición en las pastas de cemento con árido natural calizo y con áridos reciclados procedentes de hormigón y cerámico.
- Estudiar la influencia de las diferentes condiciones de humedad de superficie de los áridos reciclados en la formación de la ITZ en las pastas de cemento.
- Comparar los productos de hidratación que se forman en la zona de transición en las pastas con diferentes tipos de áridos, aplicando el SEM.

#### 2.1 Estructura de la tesis

El presente documento está dividido en 8 capítulos, conforme indicado a seguir:

En el **capítulo 1** se presenta la justificación de la realización de la investigación.

En el **capítulo 2** se presenta la descripción de los objetivos generales y específicos y la estructura de la tesis.

En el **capítulo 3**, se presenta el estado del conocimiento acerca la microestructura de hormigón: matriz de cemento hidratado; áridos convencionales y reciclados; ITZ. También se presenta el conocimiento existente acerca el ensayo de microdureza Vickers y el ensayo de nanoindentación y sus aplicaciones para el estudio de las propiedades microestructurales de hormigones convencionales y reciclados.

En el **capítulo 4**, se presenta los materiales utilizados en el presente trabajo y su caracterización. Mientras que en el **capítulo 5**, se explican los ensayos y procedimientos realizados durante la campaña experimental.

En los **capítulos 6-9** se exponen y analizan los resultados obtenidos en la etapa experimental de este trabajo; se presentan los resultados del estudio de las propiedades de pastas de cemento y morteros con y sin aditivos. Se presenta los resultados del estudio de la interfase y pasta de cemento aplicando la microdureza Vickers, SEM, y el ensayo de nanoindentación.

En el **capítulo 10**, se presentan las conclusiones finales de la investigación, presentando recomendaciones sobre los procedimientos realizados, mientras que en el **capítulo 11** algunas direcciones interesantes hacia trabajos futuros de investigación relacionados con la presente tesis doctoral.

Por fin, se anotan las **referencias bibliográficas** de apoyo para el desarrollo de esta tesis doctoral.

## Capítulo 3

### ESTADO DEL CONOCIMIENTO

Este capítulo recoge el estado del conocimiento de los temas principales de estudio de esta tesis. Por un lado se recoge la información sobre la microestructura de hormigón y sus fases principales, como áridos, matriz de cemento hidratado y la zona interfacial de transición, tanto en un hormigón convencional, como en un hormigón reciclado. También se explica la influencia de naturaleza y propiedades físicas y químicas de diferentes tipos de áridos en la formación de la zona interfacial.

El otro tema que recoge es la información disponible en la literatura técnica sobre la aplicación del método de microdureza Vickers y método de nanoindentación para el estudio de propiedades de pastas de cemento y zona interfacial en los hormigones.

#### 3.1 Microestructura de hormigón

El hormigón es el material más ampliamente utilizado en la construcción. Tiene una estructura heterogénea y compleja.

Para entender y controlar las propiedades del hormigón se debe profundizar en el estudio de su estructura, estando esta constituida por el tipo, cantidad, tamaño, forma y distribución de sus componentes. En relación a éstas, se considera que la estructura del hormigón está integrada por tres fases (Mehta & Monteiro, 2006), Figura 3.1:

- *Matriz de cemento hidratado*: Compuesta por una fase sólida, poros y/o fisuras y agua. La fase sólida contiene de modo general silicato cálcico hidratado, portlandita, sulfoaluminatos cálcicos, y granos de cemento sin hidratar.
- *Áridos*: Componente más homogéneo, excepto si es árido reciclado de los materiales base cemento. Ocupan la mayor parte del volumen de estos materiales (entre el 60% y el 80%).
- *Zona Transición Interfacial*: Matriz de cemento hidratada que se halla en las zonas superficiales de los áridos. Abarca entre 50 y 100  $\mu\text{m}$  desde la superficie del árido (para un sistema con árido natural). Es una fase que condiciona un alto número de propiedades de estos materiales (durabilidad, resistencia).

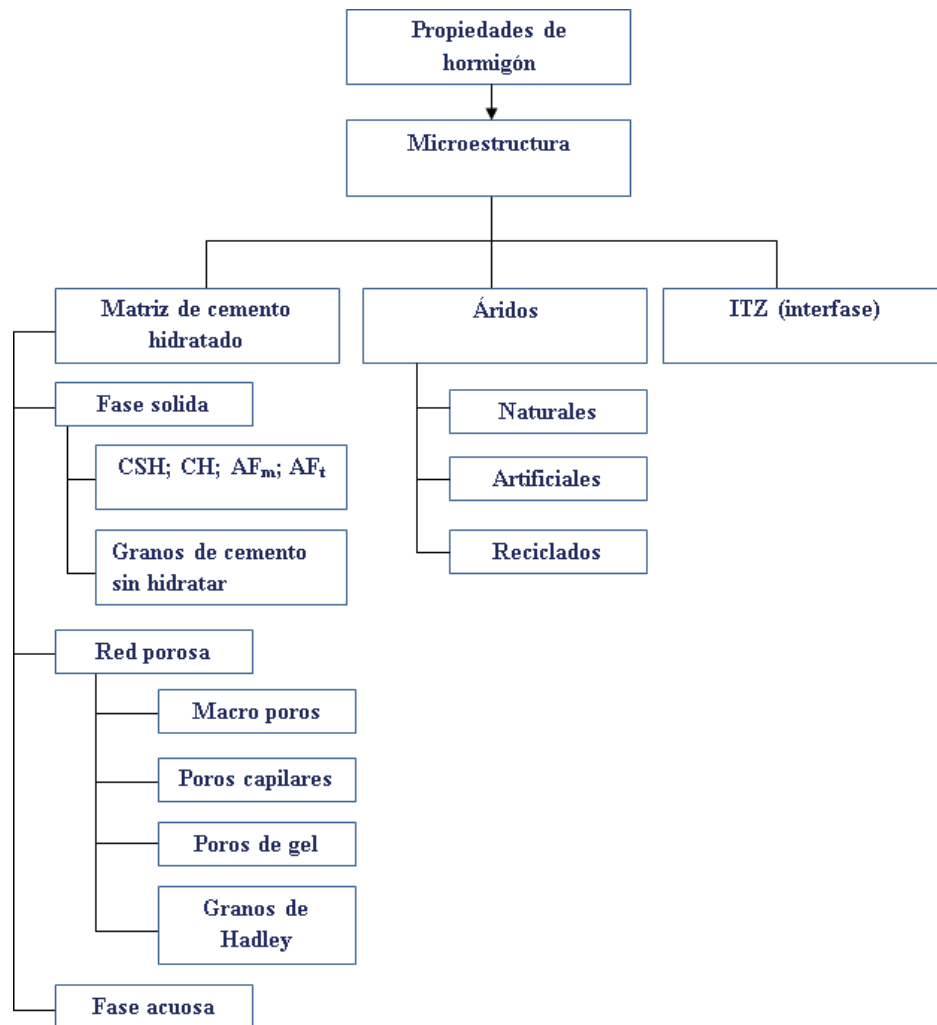


Figura 3.1: Esquema de fases de microestructura de hormigón

### 3.1.1 Matriz de cemento hidratado

Las propiedades del hormigón en muchos casos dependen de las propiedades de la pasta de cemento. El conocimiento de la composición de la pasta endurecida es importante para establecer la relación propiedad - estructura.

El cemento reacciona con el agua formando una masa sólida por un proceso de disolución-precipitación que depende de la termodinámica y de las características del material. Inicialmente ocurre la disolución de las fases anhidras, que precipitan después de la hidratación debido a que los productos de hidratación tienen una solubilidad menor que las fases anhidras. Teniendo en cuenta que el cemento Portland es un sistema multifase, algunos elementos son más solubles que otros y por esta razón se disuelven preferentemente, cambiando la cinética del sistema (Scrivener & Nonat, 2011) y diferenciándose de la cinética identificada en la hidratación de las fases del Clinker por separado.

La cinética de hidratación depende de muchos factores, tales como la disolución y las tasas de disolución y precipitación, el área de la interfase sólido/solución, la temperatura y concentraciones (Odler, 1998); (Juilland, et al., 2010).

En la hidratación del cemento se generan complejas reacciones que conducen a la formación de una microestructura resistente con el tiempo. La complejidad de estas reacciones viene dada por la génesis de la partícula de cemento no hidratada, y sigue siendo en la actualidad objeto de muchos estudios y tesis. La composición de la pasta de cemento hidratada típica se presenta en la Tabla 3.1. Las características de los productos de hidratación se presentan en la Tabla 3.2. (Bensted & Barnes, 2002).

Tabla 3.1: Composición de pasta de cemento endurecida ( $a/c=0.5$ )

Componente	Volumen %	Comentario
CSH (Silicato cálcico hidratado)	50	Amorfo, incluye micro porosidad
CH (Hidróxido cálcico, portlandita)	12	Cristalino
AFm y AFt (Sulfoaluminatos cálcicos)	13	Cristalino
Granos no hidratados	5	
Poros capilares	20	

Tabla 3.2: Características de los productos de hidratación

Composición	Morfología típica	Dimensiones típicas	Resuelto por
CSH	Variable	0,1 $\mu\text{m}$	SEM, TEM
CH	Prismas, laminas delgadas	0,01-0,1 mm	OM, SEM
AFt	Agujas prismáticas	10 $\mu\text{m}$	SEM, OM
AFm	Laminas delgadas hexagonales, rosetas irregulares	0,1 $\mu\text{m}$	SEM

\*SEM – microscopía electrónica de barrido; TEM - microscopia electrónica de transmisión, OM - microscopia óptica.

En las imágenes Imagen 3.1, Imagen 3.2, Imagen 3.3 se presentan los productos de hidratación que se forman en una pasta de cemento.

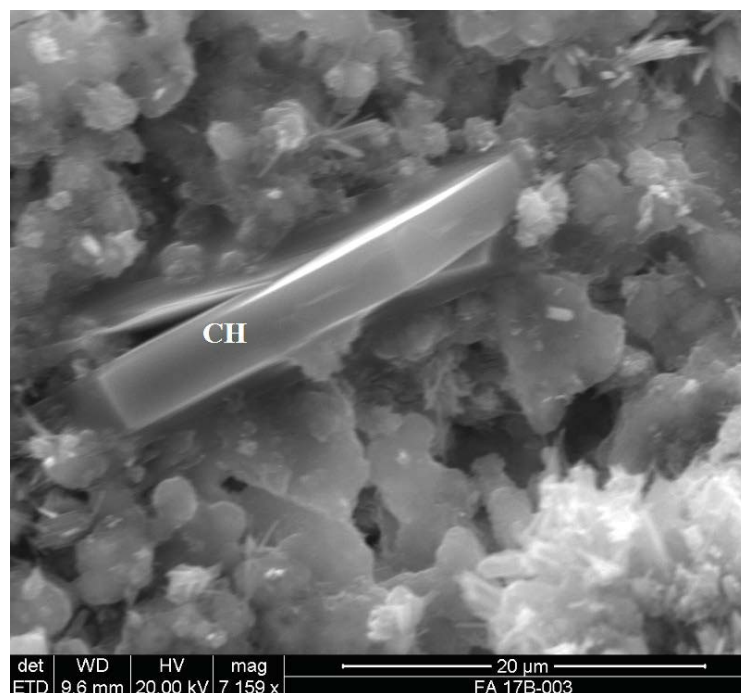


Imagen 3.1: Cristal de CH

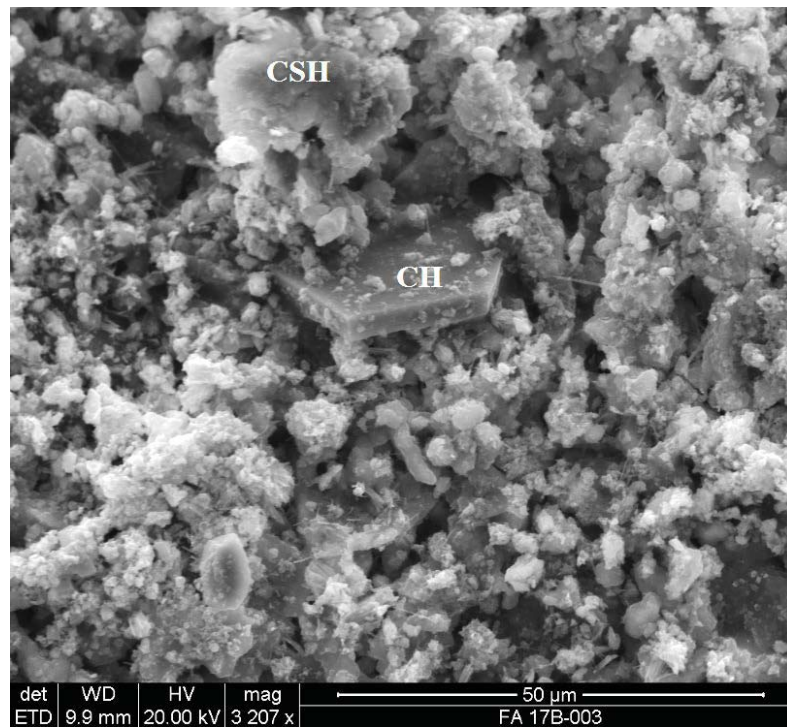


Imagen 3.2: Cristal de CH y CSH

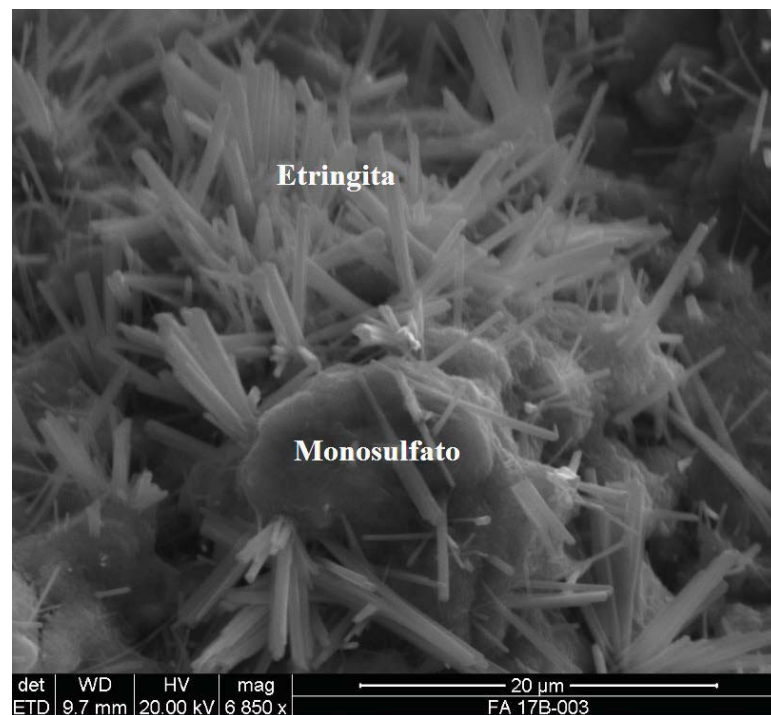


Imagen 3.3: Cristales de etringita y monosulfato

Un escenario del desarrollo de la capa CSH alrededor de granos de cemento, fue investigado por Scrivener, se muestra esquemáticamente en la Figura 3.2.

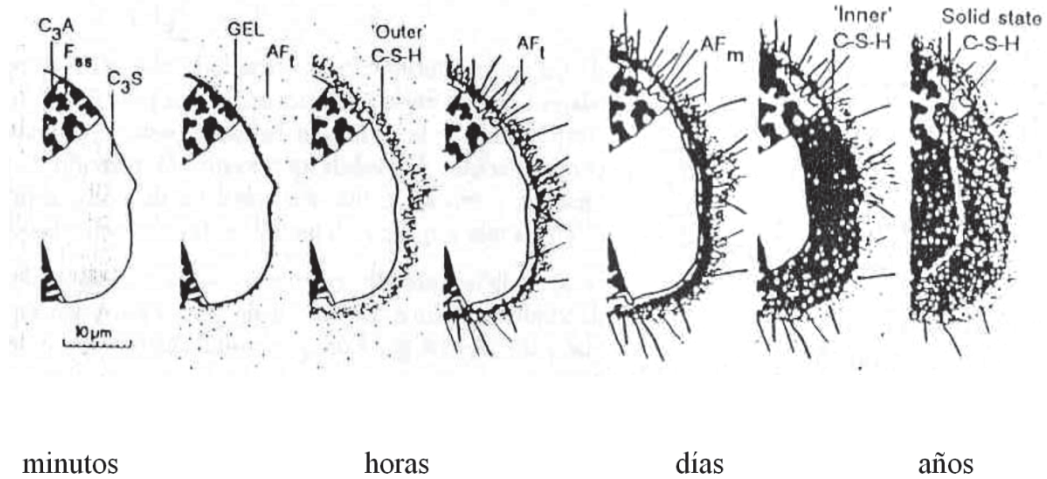


Figura 3.2: Productos externos e internos de un grano de cemento, (Scrivener,1988)

-*Etapa inicial:* La mayor parte del grano de cemento es multimineral. Las reacciones tempranas son dominadas por  $C_3A$  y  $C_3S$ . Con la ayuda de un microscopio electrónico a los 10 minutos de mezclado, ya puede observarse en el cemento con el agua, la aparición de geles alrededor de los granos de cemento no hidratado, junto con pequeñas láminas delgadas de CSH. Aproximadamente una hora después, el gel adquiere un espesor de 1mm. El  $C_3A$  y el yeso se disuelven en agua rápidamente y se forma una solución sobresaturada. Los iones formados se combinan instantáneamente para formar cristales de etringita (agujas cortas de  $AF_t$ ). Durante esta etapa, se forma una capa de etringita que cubre y protege la superficie de las partículas de  $C_3A$ , impidiendo la difusión de los iones de  $SO_4^{2-}$ ,  $(OH)^-$ ,  $Ca^{2+}$ .

-*Etapa intermedia:* Esta fase se caracteriza por la hidratación del 30-40% del  $C_3S$  y por el comienzo de la fase de endurecimiento de la pasta. Entre 3-5horas después- se puede verificar la aparición de una cierta cohesión en la pasta. Los productos que se forman fuera de la frontera original del grano se denominan productos externos, mientras que los que se forman dentro de la misma son los denominados productos internos. Durante las 5h-10 h iniciales, la reacción del  $C_3S$  genera productos externos de CSH que forman una cubierta sobre la red de agujas de  $AF_t$  generada anteriormente.

- *Etapa final:* A las 24h posteriores al comienzo de la reacción, el  $C_3S$  sigue reaccionando y generando productos internos. A medida que los granos completamente hidratados se van superponiendo entre sí, la resistencia y el módulo de elasticidad de la pasta aumentan. En esta fase, la mayoría de granos pequeños del cemento ya han hidratado completamente.

Al cabo de 10 - 24 horas, es decir, después de fraguado del cemento, el yeso se ha consumido totalmente. Esto hace decrecer la concentración de iones sulfato y calcio y la solución se vuelve subsaturada con respecto a la etringita, y esta va entonces a disolverse, creando una nueva fuente de iones sulfato, que con el aluminato que aún queda forman un nuevo compuesto, el monosulfoaluminato de calcio hidratado.

La etringita es un producto de hidratación estable, pero sólo cuando hay suficiente cantidad de sulfato disponible. Si la concentración de  $SO_4^{2-}$  en solución disminuye, la etringita se hace inestable y se convierte a monosulfato, (aparece cristalizado en forma de láminas hexagonales de pequeño espesor), aunque queda siempre algo de etringita.

Después de 2 días, el espacio ocupado originalmente por el agua lo ocupan los productos de la hidratación. Los productos externos se vuelven fibrosos y más densos. En esta etapa se encuentran fibras de CSH de 1mm



de longitud y diámetro de 0.01mm. También se encuentran partículas de CSH en forma de láminas, con tamaños del mismo orden de magnitud. El esqueleto básico se forma entre los 7 y los 28 días. En la figura 3.3 se representan los diagramas de formación de productos de hidratación en función del tiempo.

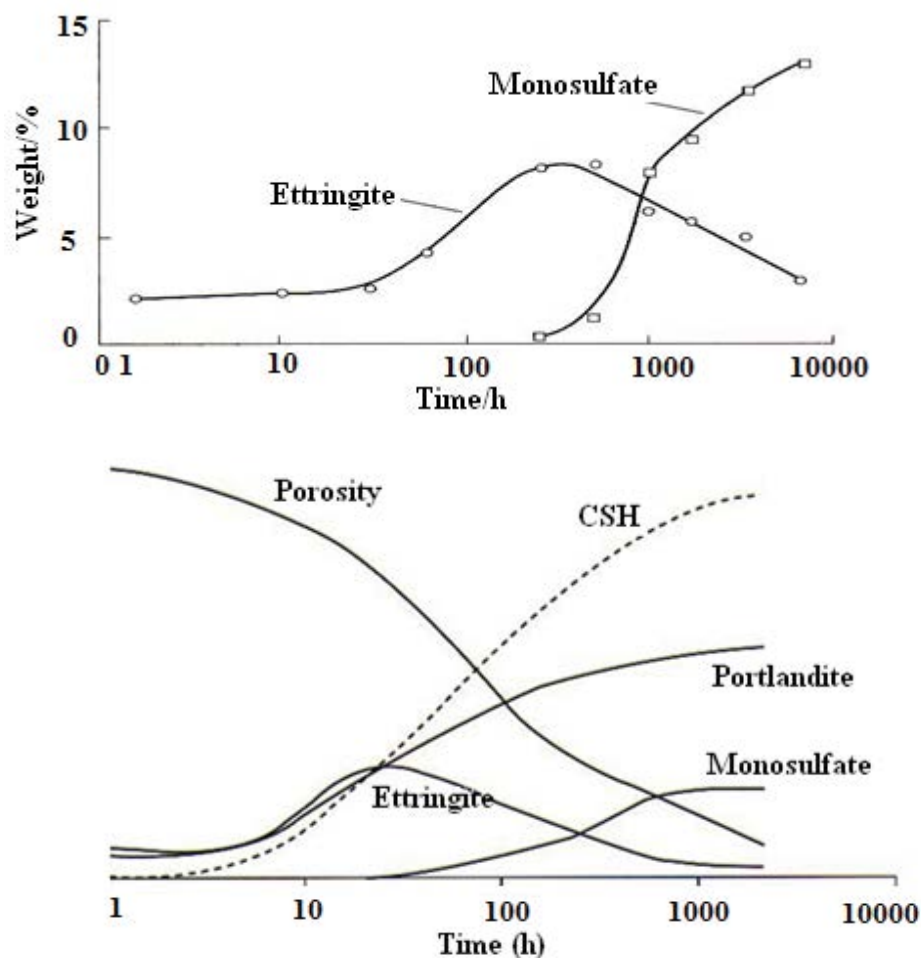


Figura 3.3: Evolución de la cantidad de los productos resultantes de la hidratación y de la porosidad en función del tiempo, (Odler, 1998)

### 3.1.2 Áridos

Según la instrucción EHE-08, pueden emplearse como áridos para la fabricación de hormigones áridos gruesos (gravas) y áridos finos (arenas), según UNE-EN 1262, rodados o procedentes de rocas machacadas, así como escorias siderúrgicas enfriadas por aire según UNE-EN 12620 y, en general, cualquier otro tipo de árido cuya evidencia de buen comportamiento haya sido sancionado por la práctica y se justifique debidamente. Las características de los áridos deberán permitir alcanzar la adecuada resistencia y durabilidad del hormigón que con ellos se fabrica, así como cualquier otra exigencia que se le requiera a éste en el Pliego de Prescripciones Técnicas Particulares del proyecto.

Como áridos para la fabricación de hormigones pueden emplearse:

- Áridos naturales: son los procedentes de yacimientos minerales obtenidos sólo por procedimientos mecánicos, y al mismo tiempo son los más utilizados para la producción de un hormigón de cemento Portland. Están constituidos por dos grandes grupos:

1. Áridos granulares: se obtienen básicamente de graveras que explotan depósitos granulares. Estos áridos se usan después de haber sufrido un lavado y clasificación. Tienen forma redondeada, con superficies lisas y sin aristas, y se les denomina áridos rodados. Son principalmente áridos de naturaleza silícea.

2. Áridos de machaqueo. Se producen en canteras tras arrancar los materiales de los macizos rocosos y someterlos posteriormente a trituración, molienda y clasificación. Presentan superficies rugosas y aristas vivas. Son principalmente áridos de naturaleza caliza, aunque también pueden ser de naturaleza silícea.

- Áridos artificiales: están constituidos por subproductos o residuos de procesos industriales, resultantes de un proceso que comprende una modificación térmica u otras. Son las escorias siderúrgicas, cenizas volantes, etc.
- Áridos reciclados: resultan de un tratamiento del material inorgánico que se ha utilizado previamente en la construcción.

Las características de los áridos tales como la porosidad, la granulometría, absorción, forma y textura superficial, dureza, módulo elástico y composición mineralógica juegan un papel importante para las propiedades tanto de un hormigón fresco como de un hormigón endurecido, (Mehta & Monteiro, 2006).

### **3.1.2.1 Los áridos reciclados procedentes de RCD**

El uso de los áridos reciclados tiene alto interés en todo el mundo y es el tema de muchas investigaciones de los últimos años.

Los áridos reciclados (AR) procedentes de residuos de construcción y demolición (RCD) se definen como “el árido resultante del tratamiento de material inorgánico previamente utilizado en la construcción” (art. 3.4 UNE- EN 13242: noviembre 2003). Proceden de las actividades de construcción, reforma, mantenimiento y/o demolición de obras de urbanización, infraestructuras y edificación.

La EHE-08, que entró en vigor en diciembre de 2008, contiene el Anejo 15, que recoge las recomendaciones específicas sobre la utilización del árido reciclado procedente de hormigón en hormigón estructural. Como en la mayoría de las normas europeas, en dicho anejo, se limita el empleo de áridos reciclados en el hormigón estructural hasta un porcentaje máximo del 20% de sustitución. Para el hormigón de uso no estructural la EHE-08 determina en su Anejo 18, que el árido reciclado podrá substituir hasta el 100% del árido grueso. En ningún caso la EHE-08 contempla la posibilidad de utilizar áridos reciclados mixtos en ninguno de los usos.

Por otro lado, no existe ninguna referencia a la utilización de áridos reciclados en la normativa específica de prefabricados, que se desarrolla por tipo de pieza, y se refiere con carácter general a lo que establezca la normativa técnica de áridos y hormigones. De este modo, no existe ningún impedimento legal que pueda representar una barrera a la hora de utilizar áridos reciclados en los prefabricados. Los fabricantes de prefabricados de hormigón pueden utilizar los áridos reciclados siempre que les llegue como materia prima lista para ser incorporada en el proceso y hayan sido fabricados por un gestor autorizado, tal como establece el Decreto 93/1999 modificado por el Decreto 219/2001.

Los materiales o fracciones que componen el AR, se pueden agrupar en cinco grupos, con comportamientos y características similares o análogas:

- Hormigón y mortero: propiedades similares a las del hormigón natural, aunque su densidad es menor y su absorción mayor. El mortero adherido penaliza los resultados del ensayo de Los Ángeles, a la vez que el cemento libre contenido incrementa las propiedades auto fraguantes.
- Piedra natural: propiedades en función de su clase, en general aporta mayor densidad y resistencia y menor absorción que el resto de materiales de los áridos reciclados.
- Material cerámico, albañilería y obra de fábrica: aporta menor densidad y mayor absorción a la mezcla, y reduce la resistencia en usos ligados.
- Asfalto y mezclas bituminosas: reduce la resistencia en los hormigones.
- Impropios: otros materiales que pueden aparecer como elementos que “ensucian” el producto (plásticos, madera, papel, textil, metales, vidrio, etc.), por insuficiencia de los sistemas de limpieza y separación. Sus efectos sobre el comportamiento del material varían en cada caso, pero puede influir sobre la durabilidad y la resistencia.

La composición del árido reciclado se presenta inicialmente como el punto clave para determinar sus características y propiedades, así como su comportamiento o su respuesta al esfuerzo.

La principal diferencia entre los áridos reciclados de hormigón y los áridos naturales se refiere a la capa adherida de mortero que los primeros suelen presentar. Estas diferencias pueden implicar menor densidad, mayor absorción y mayor coeficiente de Los Ángeles, entre otros, (Sánchez de Juan & Alaejos Gutiérrez, 2009), (González Fonteboa, et al., 2011).

En la Figura 3.4 se presenta un esquema del árido reciclado incorporado en un hormigón, donde podemos observar la presencia de diferentes zonas interfaciales. En la Figura 3.4a la ITZ antigua, que está en el AR entre árido y mortero adherido y la nueva ITZ que se formó entre AR y nueva matriz de pasta de cemento; en la Figura 3.4b la ITZ nueva entre AR (mortero antiguo) y la matriz de pasta nueva y en la Figura 3.4c la ITZ que se forma entre el AR de cerámica y de matriz de pasta de cemento.

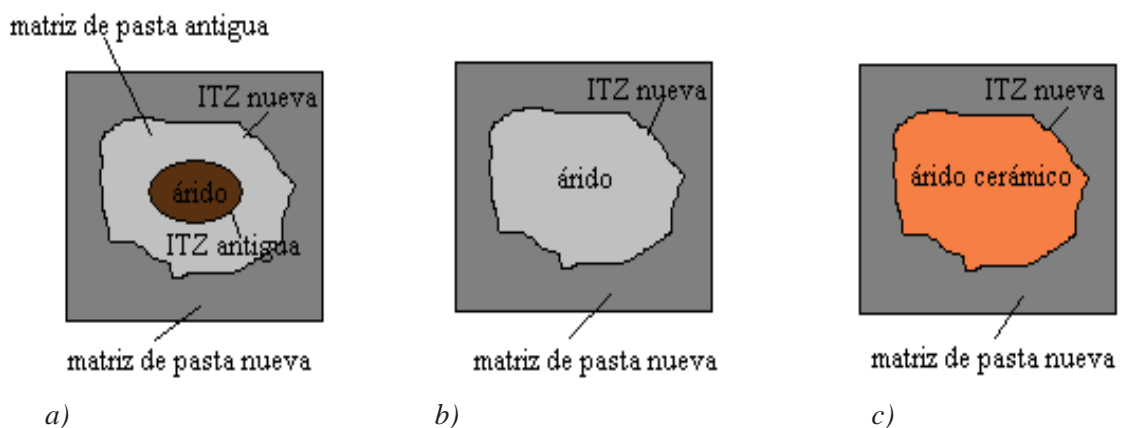


Figura 3.4: Esquema del árido reciclado incorporado en un hormigón

---

**- Propiedades físicas**

El análisis de los requisitos físicos de los áridos reciclados producidos en comparación con los valores que piden las normativas técnicas para su utilización en obras públicas, permite llegar a las siguientes conclusiones:

- Granulometría: El uso granulométrico en los áridos reciclados no presenta ninguna dificultad inherente puesto que se considera resultado directo del proceso productivo (sistema de trituración y luz de las cribas finales del proceso).
- Índice de lajas: Este parámetro de forma no presenta ninguna dificultad para los áridos reciclados. Se ha comprobado una cierta correlación directa entre el porcentaje de material cerámico del árido y el índice de lajas.
- Absorción: De forma característica, los áridos reciclados de RCD presentan una absorción superior a los áridos naturales y artificiales, debido al contenido de material cerámico y también al mortero y cemento adherido que contienen.
- Densidad: Los áridos reciclados tienden a presentar densidades medias menores a los otros tipos de áridos, y este parámetro tiende a disminuir al aumentar el contenido de material de albañilería.
- Resistencia a la fragmentación: El mortero adherido penaliza el ensayo del desgaste Los Ángeles para los áridos reciclado, (GARD, 2012).

**- Propiedades químicas**

Las propiedades químicas de los áridos reciclados vienen dadas por el origen del material de demolición y/o construcción del que proceden y por el proceso de reciclaje. El análisis de los requisitos químicos de los áridos reciclados producidos en España, en relación con los valores que piden las normativas técnicas para la utilización de áridos en obras públicas, permite llegar a la conclusión de que en el contenido de sales solubles y de yeso se encuentran los aspectos críticos de la calidad de los áridos reciclados.

Los áridos reciclados de hormigón pueden contener los componentes que hayan causado una patología en el hormigón original. Así, deben vigilarse los áridos susceptibles de dar la reacción álcali-sílice, o el mortero adherido que ya la haya experimentado, los sulfatos libres o en forma de etringita y yeso. En el caso de apuntar hacia la aplicación en hormigón armado será muy importante controlar la presencia de cloruros.

En particular, los áridos reciclados con predominio cerámico suelen presentar valores en la composición química peores, debiéndose a la contaminación por sales solubles, azufre y yeso.

La utilización de AR en los hormigones puede implicar una relación agua/cemento (a/c) mayor y un aumento de la porosidad. La densidad de hormigones reciclados hechos con árido reciclado de hormigón suele ser menor que la de hormigones convencionales. En consecuencia, tanto la absorción como la porosidad de un hormigón reciclado suelen aumentar. Los valores de resistencia a compresión y de módulo de elasticidad de hormigones reciclados, en general, son inferiores a los presentados por hormigones convencionales, con igual relación agua/cemento, (Gonzales Fonteboa & Martínez Abella, 2005), (Alaejos Gutiérrez & Sánchez de Juan, 2006).

### 3.1.3 Zona interfacial de transición

Hoy día está ampliamente reconocido que la estructura de la matriz de cemento en las proximidades de los áridos, o en su caso de las fibras o de las armaduras, es muy distinta a la del resto de la pasta, aunque dicha microestructura de la zona interfacial es variable en función de la naturaleza del cemento, del tipo de áridos, de las condiciones de curado, etc.

Generalmente, el hormigón es un sistema de dos fases: la matriz y los áridos. La composición y la microestructura de la matriz varían entre la superficie del árido y la pasta de cemento. La heterogeneidad es mayor alrededor de los áridos y disminuye con la distancia. Esta fase se conoce como la zona de transición y es la tercera fase, que existe en hormigón. Esquemáticamente se presenta en la Figura 3.5:

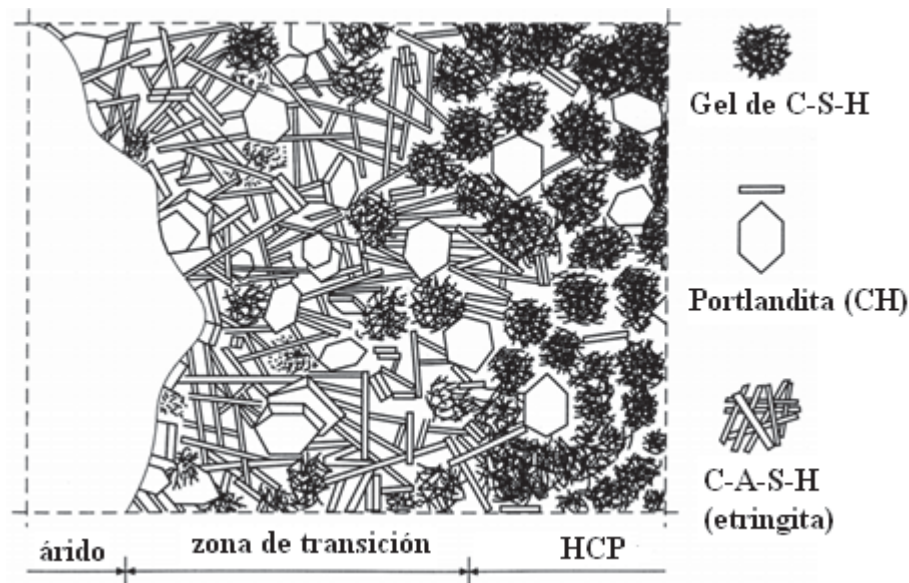


Figura 3.5: Diagrama de la zona de transición y de matriz de pasta de cemento en un hormigón, (Mehta & Monteiro, 2006)

Farran en 1956 fue el primero en detectar la diferencia en la composición mineralógica de la ITZ con la matriz de pasta de cemento. Cuando el agua se mezcla con cemento y áridos, se forma una lámina delgada directamente en la superficie de los áridos. Esta lamina se caracteriza por una “película doble” (Barnes, 1978), consistente en el hidróxido de calcio CH, y en una capa delgada de fibras cortas del gel de C-S-H en una serie paralela abierta en su superficie que está enfrente de la pasta. Al lado de la película doble existe una capa de contacto principalmente de cristales CH, con sus cristales hexagonales perpendiculares a la superficie de áridos (Strubble, 1980; Zibelmanelman, 1985). Esta capa de contacto es una capa intermedia entre la película doble y la pasta de cemento (Diamond, 1987). Esta capa de contacto se desarrolla en un día o dos después de la mezcla. Al lado de la capa de contacto enfrente del árido, existe un espacio donde los productos de hidratación se desarrollan. A menudo se encuentra cristales CH relativamente grandes, hexagonales, o etringita (Scrivener y Pratt, 1986).

Las características y propiedades de la zona de transición tienen gran influencia en una parte de las propiedades del hormigón, especialmente la resistencia, la rigidez y la durabilidad.

Básicamente, existen dos causas, que explican la génesis de la ITZ:

1. *Efecto pared de los áridos*, que provoca que la organización de las partículas del cemento sea menos densa cerca de los áridos. Cuando cualquier tipo de partículas sólidas se compacta, su compacidad es

menor cerca de las paredes del mismo, es decir, hay una zona paralela a las paredes de mayor porosidad, cuyo espesor depende del tamaño de las partículas vertidas. Algo parecido ocurre en la ITZ, ya que el tamaño medio de las partículas de árido es mayor que el de las partículas de cemento.

2. *El desarrollo asimétrico de la hidratación*, que sólo se produce desde las partículas de cemento y no desde la superficie de los áridos.

La ITZ es una zona de transición no radicalmente diferente al resto de la pasta de cemento y su ancho depende de las características microestructurales y del grado de reacción. La caracterización cuantitativa de la ITZ entre árido y pasta de cemento en el hormigón, confirma que la aparición de esta zona ocurre debido a la agrupación de granos de cemento junto con las partículas de áridos más grandes. Esta agrupación inicial lleva a una zona más porosa de aproximadamente 15 a 20  $\mu\text{m}$  de ancho. A causa del efecto de agrupación de partículas, el agua suplementaria se incorpora en el ITZ y relación a/c al lado de ITZ se reduce aproximadamente a 0.05 (Scrivner, 2004).

En función de las características propias de los áridos, de la relación árido/c y a/c, de las condiciones de amasado y compactación y de la edad del material, nos encontraremos con unas características diferentes en la ITZ. Las características microestructurales de la ITZ varían gradualmente con la distancia desde la superficie del árido. (Ollivier, et al., 1995).

La ITZ se considera diferente de la pasta de cemento en el mismo hormigón y se caracteriza por:

- Mayor contenido de poros capilares, la mayor parte interconectados, que le confieren permeabilidad más alta;
- Contenido reducido de granos de cemento no hidratados;
- Contenido mayor de hidróxido de calcio;
- Un contenido mayor de etringita;
- Resistencia y rigidez inferior del resto de la pasta;
- Porosidad considerablemente más alta del resto de la matriz de la pasta.

En sus trabajos Scrivner y Gartner, Bentur y Pratt (1988) hicieron varios estudios sobre la porosidad que se forma en la ITZ (cantidad de poros vs distancia de árido en la ITZ), que muestran que la cantidad de poros en la pasta de cemento fuera de ITZ está entre 5-10%, y se aumenta progresivamente en la ITZ hasta 30%, y que mayoría de los poros en la ITZ se forman a la distancia de 0- 5  $\mu\text{m}$  del árido.

Scrivner (1996) en su trabajo concluye que la pasta de cemento en la ITZ al lado de árido tiene una porosidad significativamente más alta que en la pasta de cemento fuera de esta zona.

Ollivier (1995) señala que la porosidad en la ITZ permanece alta en todas las edades de hidratación.

Diamond (2001) señala que la cantidad de poros en la pasta de cemento fuera de ITZ está entre 6-9 %, y no se aumenta progresivamente en la ITZ; la cantidad de poros en la ITZ es del 13% (para muestras de 3 días

de hidratación) y 10% (para muestras de 100 días de hidratación) y que la mayoría de los poros en la ITZ se forman a la distancia de 0-10  $\mu\text{m}$  del árido.

Liao (2004) estudió la formación de ITZ en un hormigón de alta prestación curado en agua de cal saturada. Observó que los poros se concentraban en una distancia de 0-15 $\mu\text{m}$  desde la superficie del árido, e iba disminuyendo desde los 15 $\mu\text{m}$  hasta los 100 $\mu\text{m}$ . También encontró que los productos de hidratación aumentan su densidad a medida que aumenta su distancia desde la superficie del árido, y que la porosidad dentro de una distancia de 0-100  $\mu\text{m}$ , cambia con la edad de hidratación.

Leemann (2006) en su trabajo muestra que el modo de compactación del hormigón convencional influye en la porosidad y el ancho de la ITZ.

Los estudios de diferentes investigaciones muestran que la formación de la ITZ depende no solo de las propiedades de la pasta sino también de la naturaleza y propiedades físicas y químicas de los áridos empleados.

Monteiro (1985) realizó el estudio de la formación de la ITZ al lado de diferentes tipos de áridos de rocas naturales, como: cuarzo, mármol, caliza. En el caso del cuarzo se observó que se forman cristales de CH con la c- eje orientada en dirección normal a la cara de árido. Además se forma una película de gel de CSH, también cristales de etringita y una importante cantidad de “granos de Hadley”. En el caso de áridos de mármol y caliza (son áridos inertes) existe una reacción química entre árido y componentes de pasta de cemento, pudiendo producir dos tipos de reacción: reacción alcalina y reacción entre aluminatos y carbonato. La ITZ formada presenta los cristales de CH con orientación preferencial.

Tasong (1998, 1999) en sus trabajos estudia la influencia de las propiedades físicas y geoquímicas de los áridos naturales (árido de basalto, cuarcita, calizo) en la formación de la ITZ. Se concluye que existen diferencias mineralógicas y microestructurales en la ITZ formada al lado de diferentes tipos de áridos. Existe un considerable efecto de las propiedades químicas y de mineralogía del propio árido en la formación de microestructura de la ITZ y de la resistencia del material. En el caso del árido calizo se forma una zona más porosa con la orientación de los cristales de CH c-eje perpendicular a la superficie de árido. En el caso de árido de basalto y cuarcita se forma una zona menos porosa con una orientación de los cristales de CH casual.

Diamond (2001) estudio la formación de la ITZ en los hormigones con áridos de dolomita. En su trabajo se concluye que la superficie del árido está cubierta por depósitos de cristales de CH debido al efecto de nucleación heterogéneo. Los contenidos casi idénticos de CSH se encuentran en todas las fases del hormigón, tanto dentro de la ITZ como en la matriz de cemento. El contenido de poros en la ITZ no se atribuye al efecto pared sino a los depósitos de CH y CSH que se forman durante los proceso de solución y se forma una cantidad de poros media.

Poon (2004) mostró que en el caso de un árido de granito se forma una zona interfacial con gran cantidad de poros en una distancia de 10-20  $\mu\text{m}$  de superficie del árido, se forma gran cantidad de cristales bien formados de CH y una cantidad de etringita moderada y poco gel de CSH. En comparación de áridos reciclados de hormigón con los áridos naturales se forma una zona diferente y tiene una cristalización distinta, debido a que el propio árido reciclado es muy poroso y a veces está carbonatado. La ITZ que se forma al lado del árido reciclado es más densa y presenta una gran cantidad de cristales de gel de CSH.

Ke (2010) mostró que en el caso de áridos ligeros se forma una zona interfacial menos porosa que en el caso del árido natural. Dependiendo del tipo de árido ligero; su textura y absorción se forma la zona interfacial distinta.

Los diversos estudios (Scrivener, 2004); (Vivekanandam & Patnaikuni, 1997) muestran que existe una influencia de las adiciones y aditivos en la formación de ITZ, formándose una zona menos porosa, más densa.

### **3.2 Estudio de la microestructura y la ITZ con el ensayo de microdureza Vickers**

Durante mucho tiempo se ha usado la dureza para caracterizar las propiedades mecánicas de los materiales y se han desarrollado varios métodos para su medición. Dependiendo de los métodos de medición, la dureza puede tener significados, escalas, y unidades diferentes. La dureza varía con el tamaño de la indentación, este fenómeno es conocido como efecto de tamaño de indentación que a menudo es causado por la variación del comportamiento de deformación, por la condición de la superficie, y por la microestructura de los materiales. En general, la dureza puede definirse como una medida de la resistencia de los materiales a la deformación permanente o daño.

Los ensayos de dureza, en general, se clasifican en tres categorías principales: indentación estática, rayado, y rebote o ensayo de dureza. Entre estos tres, el ensayo de indentación estática es el método más usado y mejor establecido. La indentación estática normalmente se realiza forzando un indentador con cierta geometría en una superficie bien pulida de los materiales. La geometría del indentador puede ser esférica (Brinell), cónica (Ludwik), piramidal (Vickers, Knoop, Berkovich), y cúbica. La dureza de indentación de materiales se calcula dividiendo la carga de indentación entre el área de la superficie real o la proyección del área de contacto de la impresión. Convencionalmente el área de contacto es medida a partir de las huellas residuales usando un microscopio óptico, cuya medida es del orden de la micra. Sin embargo, para indentaciones realizadas en régimen sub-micro o nano es difícil de determinar el área de contacto por el método convencional debido al límite de la resolución del microscopio óptico.

El ensayo de microdureza Vickers, que fue desarrollado para metales, se utiliza cada vez más para la investigación de varios materiales, como pastas de cemento y cerámica. Las pruebas de dureza de esta clase pueden ser usadas para evaluar las propiedades del material, así como para determinar la respuesta mecánica que es más sensible a características microestructurales.

Se han realizado varios estudios de pruebas de microdureza para la evaluación de las propiedades de materiales con base de cemento. Estos se dividen en dos categorías:

1. Uso de microdureza como prueba no destructiva para determinar las propiedades de la pasta de cemento y correlacionar los valores de microdureza con resistencia. La razón de usar el ensayo de microdureza en estos estudios consistía en el uso de muestras delgadas y pequeñas, que no podrían ser ensayados con otros métodos.
2. Uso de microdureza como un medio para caracterizar los propiedades microestructurales en unos materiales con base de cemento, en particular en la ITZ alrededor de inclusiones, como áridos y fibras. Los ensayos de microdureza han sido realizados por varios investigadores como un medio de caracterización de las propiedades de esta zona con relación a la pasta y como un medio de estimar su ancho.



El uso de este método para la caracterización de microestructura de zonas como ITZ, requiere una preparación adecuada de la superficie y una elección del valor de carga correcta. Para resolver y medir con exactitud las diagonales de la marca, se requiere una superficie plana. La preparación de la superficie (el corte, pulido) es un punto crítico de este ensayo (Igarashi, et al., 1996).

En los últimos años se realizaron varias investigaciones para caracterización de ITZ mediante aplicación de microdureza Vickers.

Otsuki (2003) utilizó la prueba de microdureza Vickers para caracterización de la ITZ en los hormigones convencionales y hormigones reciclados con diferentes relaciones a/c. Concluye que la microdureza Vickers tiene valores diferentes en la ITZ y en la matriz de pasta y el valor de microdureza aumenta desde la superficie del árido, Figura 3.6. El valor de microdureza Vickers en la ITZ y en matriz de pasta tanto en un hormigón reciclado, como en un hormigón convencional disminuye cuando la relación a/c crece, Figura 3.7.

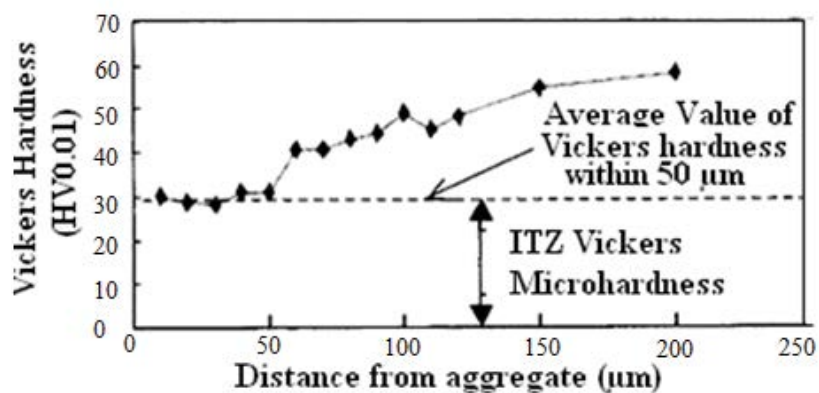
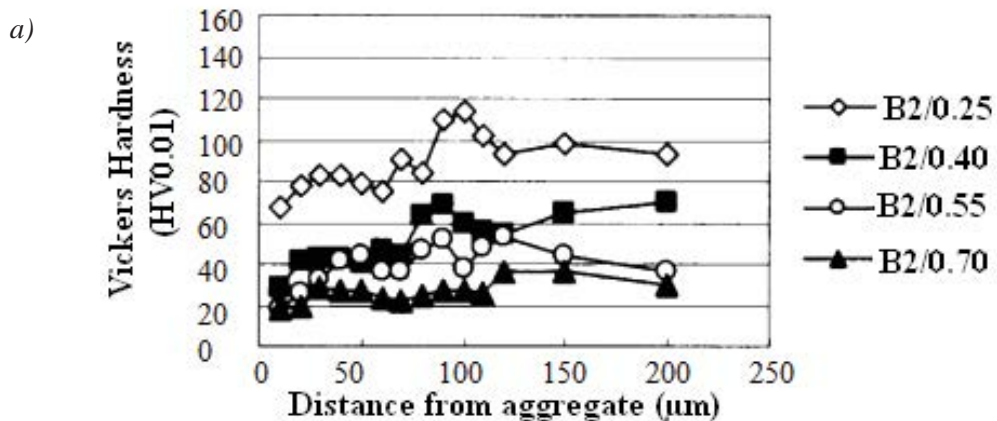


Figura 3.6: Definición de la microdureza Vickers, (Otsuki, 2003)



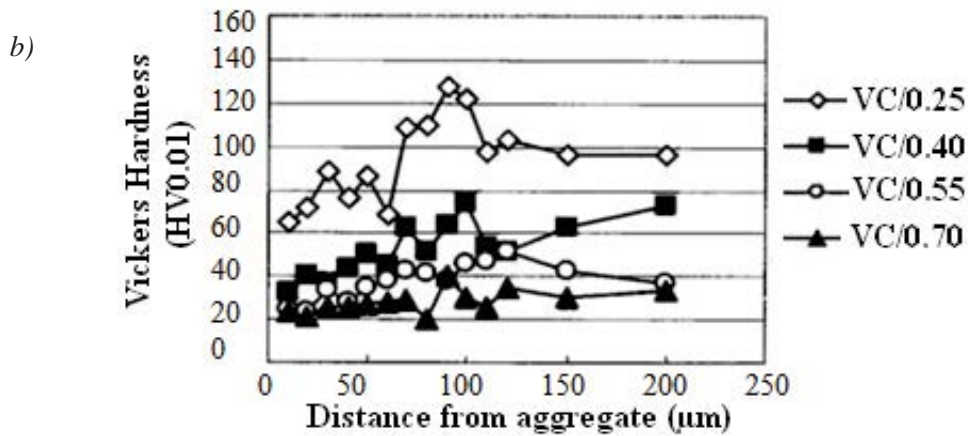
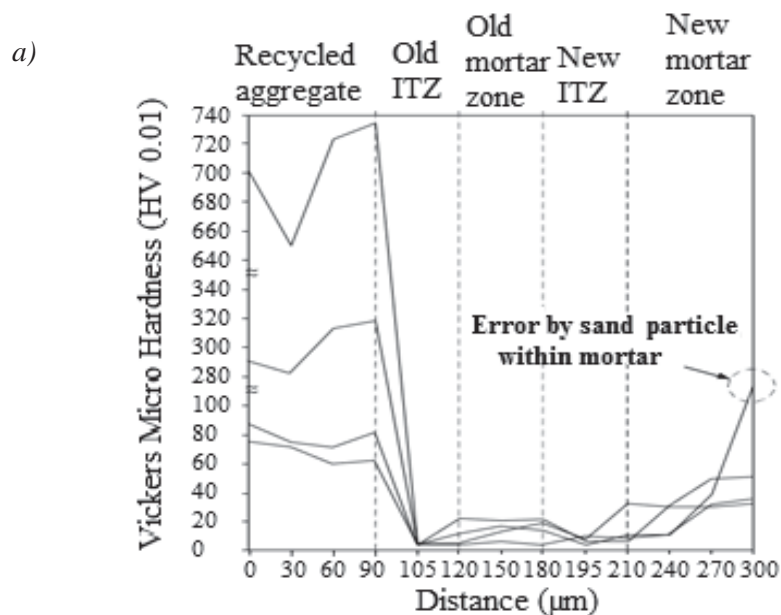


Figura 3.7: a) Microdureza Vickers en la ITZ en sistema con árido reciclado de hormigón (B2); b) Microdureza Vickers en la ITZ en un sistema con árido natural (VC), (Otsuki, 2003)

Erdem (2012) aplicó la microdureza Vickers para la caracterización y comparación de la ITZ que se forma en un hormigón convencional y en un hormigón con escoria de cobre. Se concluyó que existe una gran diferencia en valores de microdureza Vickers. Que la ITZ en el caso del hormigón con escoria es más densa y mejor cristalizada, por eso la microdureza es mayor, Gao (2005) aplicó el ensayo de microdureza Vickers para caracterización de la ITZ en las pastas de cemento con escorias de alto horno con diferente porcentaje de escoria y con diferentes valores de superficie específica, se forma mejor zona de transición cuando la superficie específica es menor y la cantidad de escoria es de 40%.

Lee (2013) aplicó el ensayo de microdureza Vickers para la caracterización de las ITZ de un hormigón reciclado. Estudió la ITZ antigua del árido reciclado, y la nueva formada entre éste y el mortero. También para la caracterización de ITZ en un hormigón convencional. Concluyó que el valor de microdureza Vickers aumenta con el aumento de la distancia desde la superficie del árido natural, Figura 3.8b. En el caso de árido reciclado, en la antigua zona de transición (120-180µm) la microdureza crece, luego en nueva ITZ (180-210µm) la microdureza baja y el valor de microdureza empieza crecer de nuevo partir de distancia de 210µm, Figura 3.8a.



b)

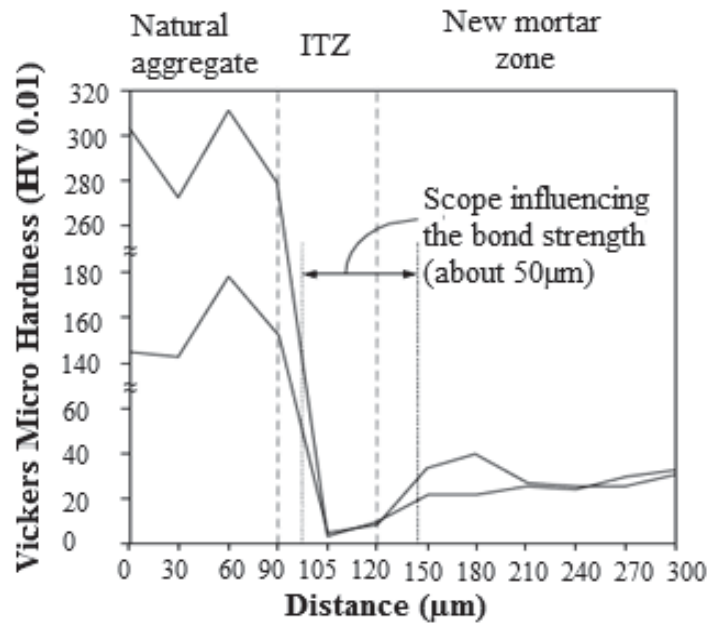


Figura 3.8: a) Microdureza Vickers en sistema con AR; b) Microdureza Vickers en la ITZ en sistema con árido natural, (Lee & Choi, 2013)

### 3.3 Estudio de la microestructura y la ITZ por nanoindentación

La indentación “depth-sensing” es una técnica desarrollada en las últimas años para medir las propiedades mecánicas de los materiales en escalas sub-micro o nano, también llamada ensayo de nanoindentación.

Esta técnica está basada en instrumentos de alta-resolución que continuamente registran las cargas y desplazamientos del indentador, obteniéndose una curva de carga-profundidad de desplazamiento. Esta curva puede contener información sobre la deformación elástica, la deformación plástica, la fractura y la fisuración, o fluencia del material y puede usarse para derivar varias propiedades mecánicas de materiales, como la dureza y el módulo elástico. Una ventaja importante de este método es que los datos de carga-desplazamiento pueden ser utilizados para determinar las propiedades mecánicas sin tener la imagen de la marca de indentación. Esto facilita la medida de las propiedades mecánicas a escalas muy pequeñas, sin necesidad de recurrir a equipos sofisticados de captura de imagen. Un ensayo de indentación instrumentada da lugar a lo que se denominan curvas características de carga frente a desplazamiento, P-h. En matriz de pasta de cemento cada componente tiene las propiedades mecánicas diferentes por eso cada componente tiene su diagrama de carga-desplazamiento, Figura 3.9.

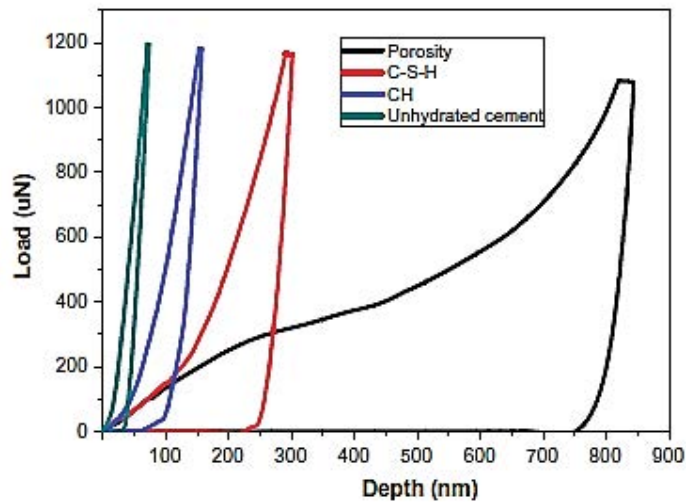


Figura 3.9: Diagrama de carga –desplazamiento, (Li & Xiao, 2012)

Para el análisis de datos obtenidos se aplica generalmente, el método analítico que propusieron en 1992 Oliver y Pharr, que está basado en la determinación de área de contacto mediante los datos de profundidad de marca de indentador y la forma propia del indentador.

En los últimos años los investigadores aplican cada vez más la nanoindentación para la caracterización microestructural de los diferentes materiales con base de cemento. Se aplica para la caracterización de productos de hidratación en pastas de cemento, diferentes tipos de hormigones e incluso para la caracterización de la ITZ. En la Tabla 3.3 se presentan los diferentes estudios realizados de diferentes autores en los últimos años aplicando el método de nanoindentación.

Tabla 3.3: Resumen de trabajos de aplicación de nanoindentación para estudios de materiales base-cemento.

Referencia	Materiales	Aplicación	Módulo de elasticidad (GPa)	Dureza (GPa)	Profundidad de medición (nm)
Ramesh y otr.(1996)		Modelo analítico	Mortero: 19.2 ITZ: 9.59 Acero: 206 Caliza: 30.7 Grava: 59.6		
Zhu y Bartos (1997)	Pastas de cemento con fibras de vidrio	Caracterización de propiedades mecánicas de la ITZ			
Harutyunyan y otr.(2000)	Pastas de cemento con áridos de granito	Modelo analítico			
Zhu y Bartos (2000)	Hormigón armado	Estudio de módulos de elasticidad y dureza de la ITZ	Debajo de barra de acero:9.8-17.6 Encima de barra de acero:17.6-21.5		
Acker y otr. (2001, 2004)	Hormigón de alta resistencia	Caracterización de productos de hidratación	CSH <sub>LD</sub> : 20 CSH <sub>HD</sub> : 31.6 CH: 36	CSH <sub>LD</sub> : 0.8 CSH <sub>HD</sub> : 0.9 CH: 1.35	
Velez y otr. (2001)	Minerales de Clinker sintéticas	Estudio de minerales principales de cemento Portland	CS <sub>3</sub> =135 CS <sub>2</sub> =130 C <sub>3</sub> A=145 C <sub>4</sub> AF=125	CS <sub>3</sub> =8.7 CS <sub>2</sub> =8 C <sub>3</sub> A=10.8 C <sub>4</sub> AF=9.5	300-500
Constantinides y Ulm (2003)	Pastas de cemento	Caracterización de CSH, modelo analítico	CSH <sub>LD</sub> : 21.7 CSH <sub>HD</sub> : 29.4	CSH <sub>LD</sub> : 0.8 CSH <sub>HD</sub> : 0.9	300-500

Hughes y otr. (2004)	Pastas de cemento, curados en agua	Caracterización de productos de hidratación	CSH <sub>LD</sub> : 22.97 CSH <sub>HD</sub> : 25.74 CH: 29.05		1500
Sonebi (2006)	Hormigón bajo agua	Caracterización de ITZ	Debajo de barra de acero:10 Encima de barra de acero 17.4		0-500
Jennings y otr. (2007)	Pastas de cemento blanco, curadas a diferentes temperaturas	Estudio de porosidad y CSH de alta y baja densidad	CSH <sub>LD</sub> : 18.1 CSH <sub>HD</sub> : 31		
Zhu y otr. (2007)	Pastas de cemento, rocas de cuarcita y granodiorita	Mapas de distribución de módulos de elasticidad de cristales	CSH <sub>LD</sub> : 23.4 CSH <sub>HD</sub> : 31.4	CSH <sub>LD</sub> : 0.73 CSH <sub>HD</sub> : 1.27	300-400 1000-1500
Mondal y otr. (2007, 2008)			CSH <sub>LS</sub> : 22.89 CSH <sub>MS</sub> : 31.16 CSH <sub>HS</sub> : 41.45	CSH <sub>LS</sub> : 0.93 CSH <sub>MS</sub> : 1.22 CSH <sub>HS</sub> : 1.75	
Constantinides y Ulm (2007)	Pastas de cemento blanco, curados en agua con cal	Caracterización de productos de hidratación	CSH <sub>LD</sub> : 13-26 CSH <sub>HD</sub> : 26-39 CH $\geq$ 39 Porosidad: 0-13	CSH <sub>LD</sub> : 0.45 CSH <sub>HD</sub> : 0.83	
Sorelli y otr. (2008)	Hormigón de alta resistencia con fibras de acero	Caracterización de productos de hidratación	CSH <sub>LD</sub> : 19.7 $\pm$ 2.5 CSH <sub>HD</sub> : 34.2 $\pm$ 5 Porosidad: 7 $\pm$ 4 Fibras:201.9 $\pm$ 20.3 Arena:76.3 $\pm$ 15.1	CSH <sub>LD</sub> : 0.55 CSH <sub>HD</sub> : 1.36 Porosidad: 0.19 Fibras:11.99 Arena:5.14	
Zhang y otr. (2009)		Evolución experimental de modulo elástico de cristales de etringita	Etringita :10.64 (modulo estático) Etringita :24.61 (modulo dinámico)		
Wang y otr. (2009)	Morteros con fibras de acero	Caracterización de la ITZ			100-3000
Pelisser y otr. (2009)	Minerales sintéticas	Caracterización de CSH	CSH : 19.3-26.6		200nm
Shah y otr. (2009)	Pastas de cemento con adición de dispersión de nanotubos de carbón	Caracterización de productos de hidratación	CSH <sub>LD</sub> : 10-20 CSH <sub>HD</sub> : 20-30 CH:30-40 Porosidad: 0-10		
Fonceca (2011) y otr.	Pasta de cemento	Modelo numérico de CSH de alta y baja densidad	CSH <sub>HD</sub> : 25.6- 30.8 CSH <sub>LD</sub> : 10.7-16.4	CSH <sub>HD</sub> : 0.79-0.83 CSH <sub>LD</sub> : 0.29-0.36	
Yang y otr. (2011)		Caracterización de etringita	Etringita :20.07		
Li y otr. (2012)	Hormigón reciclado	Estudio de la antigua y nueva ITZ , matriz de cemento	CSH: 7-35 CH: 35-50 Porosidad: 0-7 Cemento no hidratado: $\geq$ 50		
Xiao y otr. (2013)	Hormigón reciclado	Estudio de la antigua y nueva ITZ, matriz de cemento	CSH: 7-35 CH: 35-50 Porosidad: 0-7 Cemento no hidratado: $\geq$ 50		350

Constantinides y Ulm (2003, 2004) aplicaron la nanoindentación para el estudio de CSH en pastas de cemento con relación  $a/c=0.5$  no degradadas y degradadas. Para las pasta de cemento no degradadas el módulo de elasticidad de CSH de alta densidad es 29.4GPa y de baja densidad de 21.7GPa.

Hughes (2004) aplicó la nanoindentación para el estudio de diferentes componentes que se forman en las pastas de cemento de relación  $a/c=0.45$  y 1 mes de hidratación, curados en agua. Para el análisis de datos obtenidos se aplicaron diferentes tipos de microscopia, Figura 3.10 y análisis de rayos X. Concluye que, es posible distinguir los diferentes componentes de matriz de pasta de cemento donde estaba aplicado el indentador. Los granos de cemento no hidratados tienen un valor de módulo de elasticidad y de dureza más alto que otros componentes.

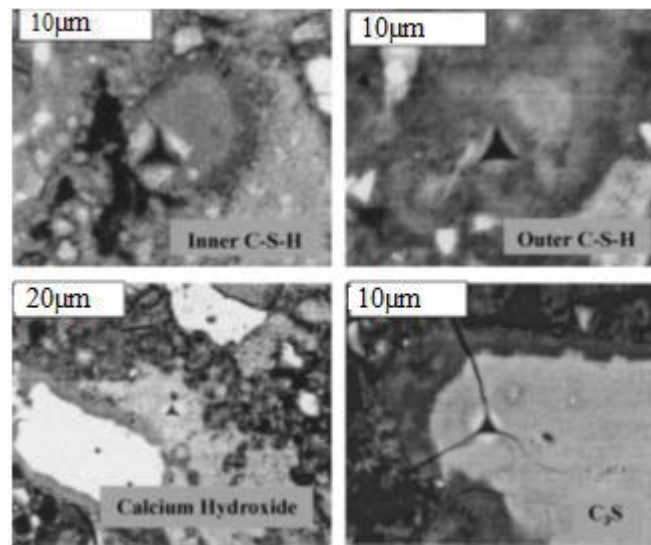
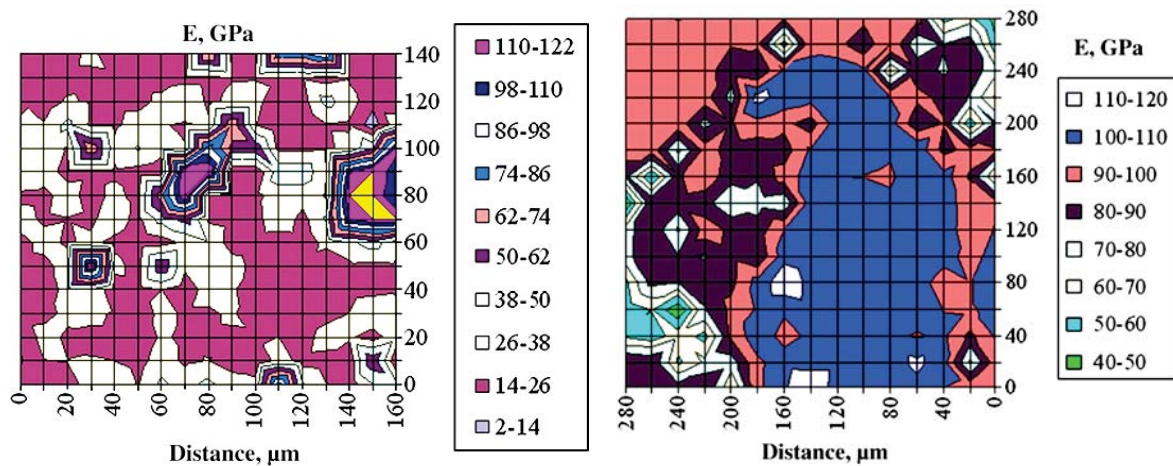


Figura 3.10: Las marcas de nanoindentador en diferentes componentes de pasta de cemento, (Hughes & Trtik, 2004)

Zhu (2007) aplicó la nanoindentación para el estudio de las propiedades mecánicas de pastas de cemento con relación  $a/c= 0.35$  y 28 días de hidratación y también para estudio de rocas naturales, como cuarcita y granodiarita. Para análisis de resultados utilizó los mapas de valores de módulo de elasticidad, Figura 3.11 y dureza, que pueden ser aplicados para la evolución de propiedades y caracterización de diferentes componentes en un material. En la pasta de cemento los valores altos de módulo de elasticidad / dureza corresponden a las partículas de cemento sin hidratar, los valores de módulo de elasticidad entre 20-40 GPa corresponden a diferentes componentes de matriz de pasta hidratada, y los valores de módulo de elasticidad menores de 20GPa corresponden a porosidad o a los defectos de superficie. Para el cuarzo los valores de módulo de elasticidad están entre 100-110GPa y de ortoclasa entre 80-90 GPa.

Constantinides y Ulm (2007) aplicaron la nanoindentación para el estudio de CSH en pastas de cemento blanco con relación de  $a/c=0.5$  y de 5 meses de edad de hidratación, curado en agua con cal. También realizaron un modelo teórico de distribución de propiedades mecánicas.

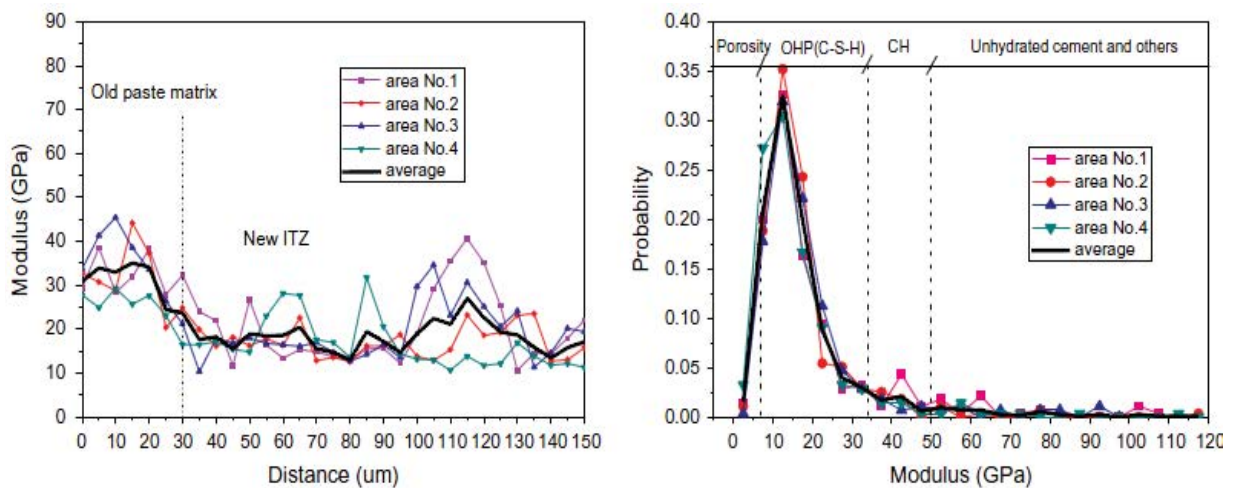


a)

b)

Figura 3.11: Mapas de distribución de valores de módulo de elasticidad: a) Pasta de cemento; b) Cuarcita, (Zhu, et al., 2007)

Li (2012) aplicó la nanoindentación para el estudio de las propiedades mecánicas de la antigua y nueva ITZ y la matriz de pasta en los hormigones reciclados, con dos tipos de mezclado de 90 días de hidratación. Los resultados obtenidos indican que existe una diferencia en distribución de módulos de elasticidad en ITZ dependiendo del tipo de mezclado. En la Figura 3.12 muestra que los valores de módulos de elasticidad en la antigua ITZ son más altos que en la ITZ nueva. Los módulos de elasticidad en la nueva ITZ tienen una gran variedad de valores, que atribuye a una porosidad grande y a heterogeneidad en esta zona. Del análisis estadístico obtiene que la mayoría de cristales formados en la ITZ son de gel de CSH; la matriz de pasta de cemento contiene porosidad, cristales de CH, gel de CSH y granos de cemento no hidratado y la matriz de pasta de cemento antigua consiste en gel de CSH y unos pocos granos de cemento sin hidratar.



a)

b)

Figura 3.12: a) Distribución de módulos de elasticidad; b) Probabilidad de módulos de elasticidad, (Li & Xiao, 2012)

Xiao (2013) aplicó la nanoindentación para el estudio de las propiedades mecánicas de la ITZ antigua y nueva y la matriz de pasta en los hormigones reciclados de 7, 28 y 90 días de hidratación. Para 7 días de hidratación los valores de módulo de elasticidad son bajos tanto en la nueva ITZ como en la matriz de pasta de cemento, Figura 3.13. Con el aumento de la edad de hidratación, los valores del módulo de elasticidad en la nueva ITZ y en la matriz de pasta aumentan, Figura 3.14. La edad de hidratación tiene una gran influencia en las propiedades de la nueva ITZ. En todas las edades de hidratación obtiene los valores del módulo de

elasticidad en la antigua ITZ parecidos, así que la edad de hidratación no tiene los efectos obvios a la antigua ITZ.

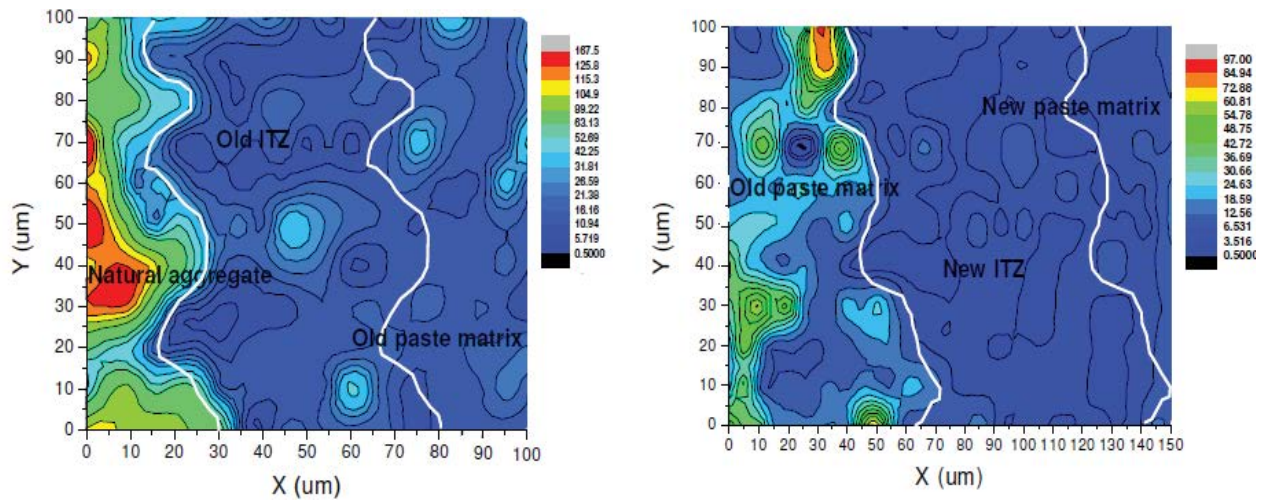


Figura 3.13: Distribución de módulos de elasticidad en muestras de 7 días de hidratación, (Xiao, et al., 2013)

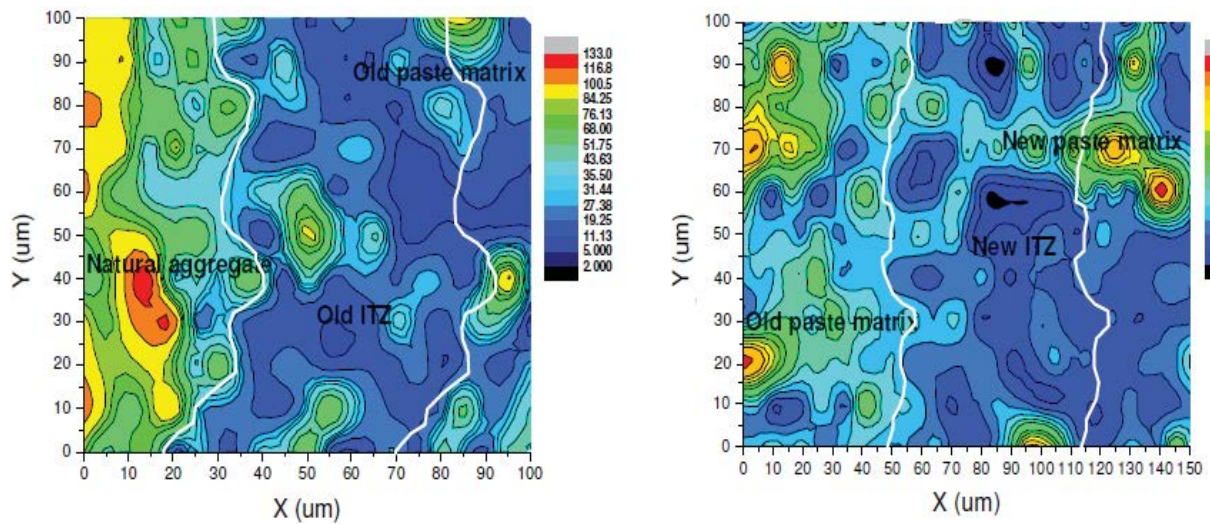


Figura 3.14: Distribución de módulos de elasticidad en muestras de 28 días de hidratación, (Xiao, et al., 2013)





## Capítulo 4

### MATERIALES

En este capítulo se explica la selección y caracterización de los materiales usados para la realización del presente trabajo.

Tras la selección se efectúan los ensayos conducentes a:

- Caracterización del cemento CEM I 52.5R
- Caracterización de los áridos
- Caracterización de los aditivos

Los materiales utilizados en este trabajo se presentan en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1: Materiales utilizados

ITEM	Variables
Cemento	CEM I 52.5R
Árido	Arena normalizada (estudio de morteros) Natural calizo Reciclado de hormigón Reciclado de cerámica
Aditivo	Inclisor de aire Superplastificante

#### 4.1 Caracterización de cemento

Para el estudio, se utilizó cemento CEM I 52.5R, comercializado en España. El peso específico y la finura son  $3100 \text{ kg/m}^3$  y  $3900 \text{ cm}^2/\text{g}$  respectivamente. El tiempo de inicio de fraguado es 2h 16min; el tiempo final de fraguado es 2h 51min. La pérdida por calcinación es de 1.83%. La composición química y mineralógica se presenta en la Tabla 4.2. La granulometría del cemento se presenta en la Figura 4.1.

Tabla 4.2: Composición química y composición mineralógica del cemento

CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	Otros
61.21	19.33	5.07	2.21	1.86	3.36	6.96

C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
55.48	13.56	9.7	6.73

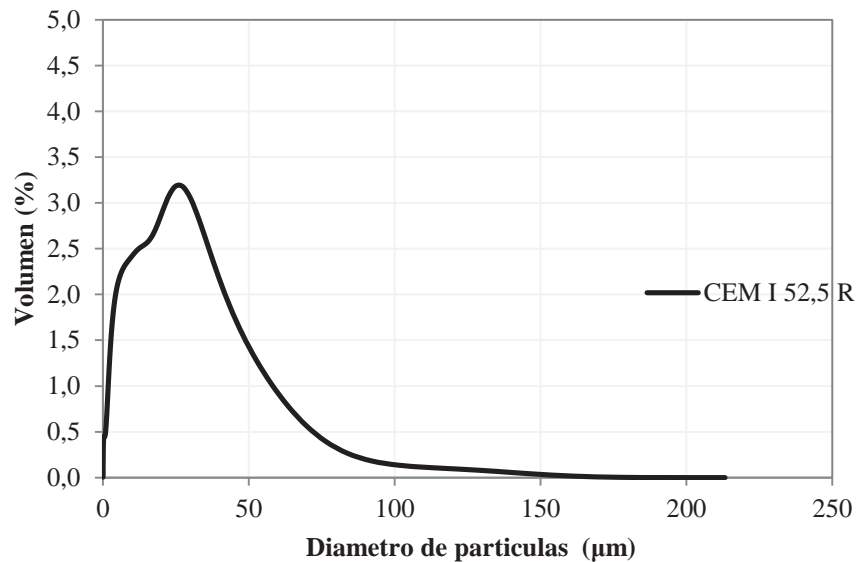
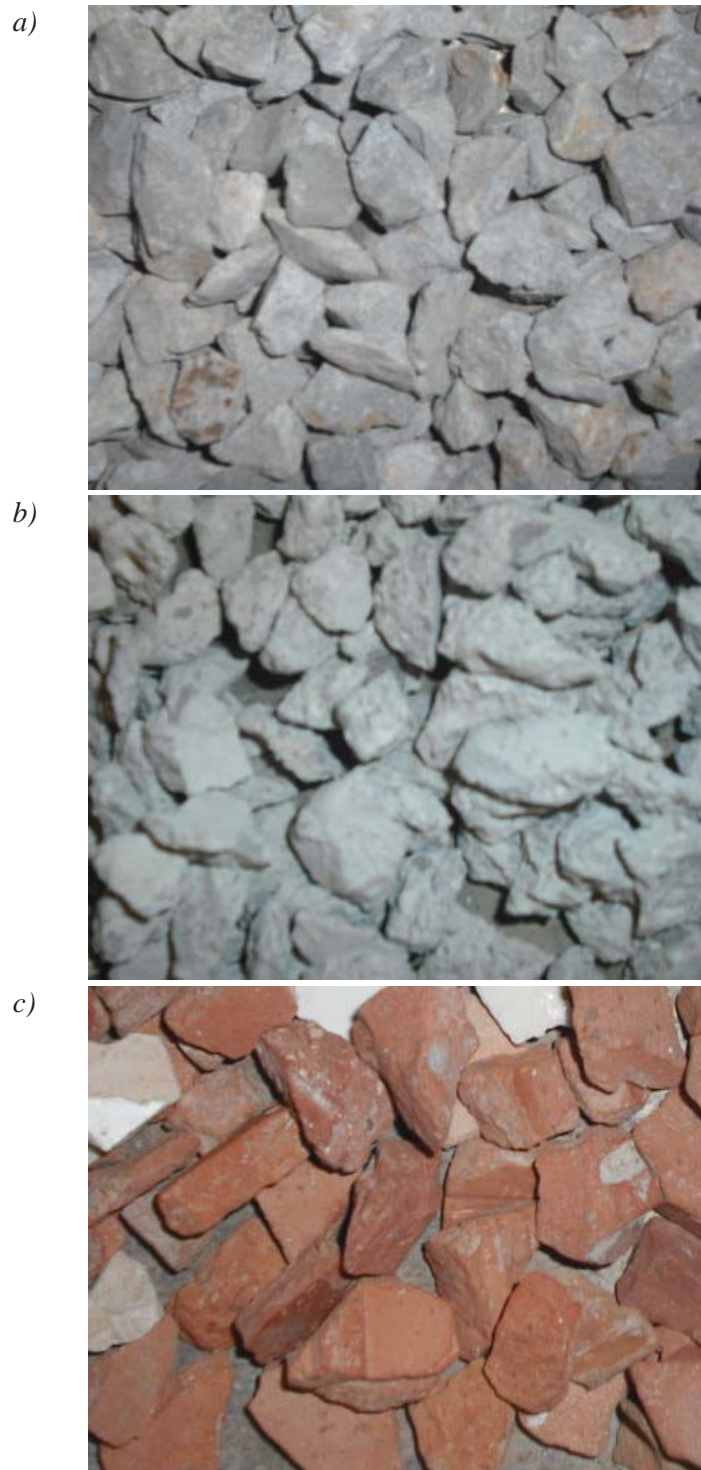


Figura 4.1: Granulometría del cemento

## 4.2 Caracterización de áridos

Para el estudio se usaron los áridos naturales calizos, áridos reciclados de hormigón y de cerámica, Figura 4.2. Los ensayos para caracterización de áridos se realizaron según la normas: Ensayos para determinar las propiedades mecánicas y físicas de los áridos. Parte 6: Determinación de la densidad de partículas y la absorción de agua (UNE-EN 1097-6) y Ensayos para determinar las propiedades químicas de los áridos. Parte 1: Análisis químico (UNE –EN 1744-1).



*Figura 4.2: a) Árido natural calizo, b) Árido reciclado de hormigón, c) Árido reciclado de cerámica.*

Para la elaboración y selección del árido reciclado de hormigón se partió de probetas de 15x30cm de un mismo hormigón de un año edad. Se trituraron usando un molino de mandíbulas. Con una sola pasada por la trituradora se obtuvieron unos áridos con un gran porcentaje de lascas, razón por la cual se decidió realizar una segunda pasada por la trituradora, en la que se obtuvieron la forma y la granulometría deseadas. Del árido obtenido se seleccionaron piezas de la fracción 10-12,5mm con predominio de mortero adherido.

Las propiedades de los áridos reciclados se presentan de las Tabla 4.3 a Tabla 4.5.

Tabla 4.3: Propiedades físicas de los áridos reciclados, procedentes de hormigón

Absorción %	Porosidad %	Densidad seca (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad SSS (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )	Contenido mortero (%)
6	9.6	2307	2446	2678	39

Tabla 4.4: Azufre total, sulfatos solubles en ácidos y cloruros

%Cl <sup>-</sup>	%SO <sub>3</sub>	%S
0.025	0.03	0.0225

Tabla 4.5: Composición química de los áridos reciclados, procedentes de hormigón (en %). La pérdida por calcinación es de 42,8%

MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZnO	SrO	BaO
0,70	0,95	2.59	0,4	51.04	1.25	0.025	0.035	0,20

El árido reciclado de cerámica se separó manualmente de un árido reciclado mixto comercial de la fracción 10-12,5mm. Las propiedades están mostradas en las Tablas 4.6 a 4.8.

Tabla 4.6: Propiedades físicas de los áridos reciclados, procedentes de cerámica

Absorción %	Porosidad %	Densidad seca (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad SSS (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )
13.3	18.2	1890	2140	2530

Tabla 4.7: Azufre total, sulfatos solubles en ácidos y cloruros

%Cl <sup>-</sup>	%SO <sub>3</sub>	%S
≤0.01	0.4966	0.1986

Tabla 4.8: Composición química de los áridos reciclados de cerámica (en %)

MgO	Na <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO	PtO <sub>2</sub>
2.8	4.38	16.7	50.7	0.19	3.25	3.1	8.24	0,22	0.12	6.13	0.36	0.102

Los áridos naturales calizos usados para el estudio proceden de cantera FOJ, cercana a la ciudad de Barcelona. Sus propiedades están representadas de la Tabla 4.9 a 4.11.

Tabla 4.9: Propiedades físicas de áridos naturales

Absorción %	Porosidad %	Densidad seca (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad SSS (kg/m <sup>3</sup> )	Densidad aparente (kg/m <sup>3</sup> )
0.6	0.93	2671	2686	2713

Tabla 4.10: Determinación de azufre total, sulfatos solubles en ácidos y cloruros

%Cl <sup>-</sup>	%SO <sub>3</sub>	%S
<0,01	0.0325	0.1375

Tabla 4.11: Composición química de los áridos naturales (en %). La pérdida por calcinación es de 44,4%

MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SrO	BaO
0,61	0,26	0,79	0,13	53,3	0,21	0,03	0,22

### 4.3 Caracterización de aditivos

Para la fabricación de las pastas de cemento se usó agua destilada, y aditivos: superplastificante BASF GleniumSKY549 e inductor de aire BASF Air-micro 100. Las propiedades de los aditivos se presentan en la Tabla 4.12.

Los aditivos inductores de aire, definidos en la norma UNE EN 934-2, son productos orgánicos que permiten incorporar una cantidad de aire determinada dispersada dentro de la pasta del hormigón en forma de micro burbujas no interconectadas.

Los aditivos plastificantes y superplastificantes están contemplados en la norma UNE- EN 934-2 y se denominan formalmente reductores de agua/plastificantes y reductores de agua de alta actividad/superplastificantes, respectivamente, aunque también se les conoce como fluidificantes y superfluidificantes (ACHE, 2010).

Tabla 4.12: Propiedades de aditivos

Tipo de aditivo	Composición química	Dosificación	Densidad aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Contenido de cloruros	PH
Air –micro 100	Solución cáustica (ácido graso; polietilenglicol)	0.01-0.3% m <sub>c</sub>	1.01	<0,1%	10.5-12.5
Glenium SKY549	Polímeros de policarboxilatos (PCE)	0.6-1.2% m <sub>c</sub>	1.056	<0,1%	6



## Capítulo 5

## METODOLOGÍA

En el presente capítulo se explica la metodología seguida para la realización del presente trabajo.

La campaña experimental realizada en este trabajo consiste en:

- Estudio de las propiedades físicas y mecánicas de pastas de cemento y morteros con y sin aditivos.
- Estudio de la microdureza Vickers de pastas, morteros e interfases árido-pasta.
- Estudio de nanoindentación de sistemas árido-pasta.
- Estudio de los compuestos de hidratación que se forman en la ITZ y en la pasta de cemento mediante microscopía electrónica de barrido.

Las variables contempladas en cada estudio se exponen en la tabla 5.1.

Tabla 5.1: Variables

ESTUDIO	ÍTEM	VARIABLES
Propiedades físicas y mecánicas de pastas de cemento con y sin aditivos.	a/c	0.3 - 0.4 - 0.5 - 0.6
	% aditivo inclusor de aire (a/c=0,4 y a/c=0,5)	0% - 0.002% - 0.015% - 0.03%
	% aditivo superplastificante (a/c=0,3 y a/c=0,4)	0% - 0.7% - 1%
	Edad de hidratación	3d - 7d - 28d
Propiedades físicas y mecánicas de morteros con y sin aditivos.	a/c	0.3 - 0.4 - 0.5
	% aditivo inclusor de aire (a/c=0,4 y a/c=0,5)	0% - 0.002% - 0.015% - 0.03%
	% aditivo superplastificante (a/c=0,3 y a/c=0,4)	0% - 0.7% - 1%
	Edad de hidratación	3d - 7d - 28d
Microdureza Vickers de pastas	a/c	0.3 - 0.4 - 0.5 - 0.6
	% aditivo inclusor de aire (a/c=0,4 y a/c=0,5)	0% - 0.002% - 0.015% - 0.03%
	% aditivo superplastificante (a/c=0,3 y a/c=0,4)	0% - 0.7% - 1%



			Edad de hidratación	3d – 7d – 28d
Microdureza morteros	Vickers	de	a/c	0.3 - 0.4 - 0.5
			% aditivo inclusor de aire (a/c=0,4 y a/c=0,5)	0% – 0.002% – 0.015% – 0.03%
			% aditivo superplastificante (a/c=0,3 y a/c=0,4)	0% – 0.7% – 1%
			Edad de hidratación	3d – 7d – 28d
Microdureza interfases árido-pasta	Vickers	de	Naturaleza del árido	Caliza – Hormigón – Cerámico
			a/c	0.3 - 0.4 - 0.5 - 0.6
			Edad de hidratación	3d – 7d – 28d
			Condición de humedad del árido reciclado de hormigón	Seco al aire – Saturado* – Saturado con exceso de agua en la superficie.
Nanoindentación Edad hidratación = 7días			Naturaleza del árido	Caliza – Hormigón – Cerámico
			a/c	0.3 - 0.4 - 0.5
Microestructura de pastas aplicando SEM. 7días hidratación			Condición de humedad del árido reciclado de hormigón	Seco al aire – Saturado* – Saturado con exceso de agua en la superficie.
			a/c	0.3 - 0.4
Microestructura de interfases aplicando SEM.			a/c	0.3 – 0.4 – 0.5 – 0.6
			Naturaleza del árido	Caliza – Hormigón – Cerámico
			Condición de humedad del árido reciclado de hormigón	Seco al aire – Saturado* – Saturado con exceso de agua en la superficie.
			Edad de hidratación	7d – 28d

\*Saturación parcial que alcanza el árido tras 10 minutos de inmersión.

En la campaña experimental se realizan los siguientes ensayos y procedimientos:

- Ensayo del contenido de aire de pastas de cemento y morteros frescos con y sin aditivos.
- Ensayo de densidad, porosidad y absorción de pastas de cemento y morteros endurecidos con y sin aditivos.
- Ensayo de resistencia a compresión de los morteros con y sin aditivos.
- Microdureza Vickers en pastas, morteros e interfases árido-pasta.
- Nanoindentación de interfases árido-pasta.
- Estudio con microscopio electrónico (SEM) de pastas e interfases.

## **5.1 Proceso de preparación de las probetas**

A continuación se explica el proceso de preparación de muestras de pastas de cemento, mortero y pasta con inclusión de árido grueso para diferentes tipos de ensayos realizados en esta campaña experimental.

### **5.1.1 Preparación de muestras de pastas y morteros para la determinación del contenido de aire ocluido**

Para la fabricación de las pastas se usó el cemento CEM I 52.5R y agua destilada. El aditivo elegido para el estudio es un aditivo inclusor del aire (BASF air-micro 100). Las dosificaciones estudiadas contemplan dos relaciones agua cemento (0.4 y 0.5) y cuatro porcentajes de aditivo inclusor de aire (0%, 0.02%, 0.15% y 0.3%). Se prepararon las pastas de cemento con y sin aditivos de acuerdo con la norma UNE EN 196-3.

En la confección de los morteros se usó el cemento CEM I 52.5R, arena normalizada (CEN), y agua destilada. Los morteros se fabricaron según la norma EN 196-1. Se prepararon dos tipos de morteros con relación cemento: arena: agua de 1: 3: 0.5 y de 1: 2.2: 0.4. El aditivo elegido y los porcentajes utilizados son los mismos utilizados en el estudio de las pastas.

### **5.1.2 Preparación de muestras de pastas y morteros para los ensayos físicos y mecánicos**

#### ***-Probetas de pastas***

Se prepararon pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire con las mismas dosificaciones y procedimientos expuestos en 5.1.1 Así mismo se prepararon pastas de cemento con aditivo superplastificante con dos relaciones agua/cemento (0.3 y 0.4) y tres porcentajes de aditivo (0%, 0.7% y 1%). El aditivo elegido para el estudio es un aditivo superplastificante (GleniumSKY549) y el procedimiento de mezclado es el especificado en la norma EN 196-1.

Las probetas de pastas se fabricaron en moldes de 2.5x2.5x30cm, compactadas manualmente y fueron acondicionadas en cámara húmeda hasta la edad de ensayo.

A las diferentes edades de hidratación (3, 7 y 28 días), se cortaron las muestras con un disco de corte para obtener probetas de ensayo de 2.5x2.5 x1.5 cm.

### **5.1.3 Preparación de muestras de pastas, morteros y pastas con inclusión de árido grueso para el ensayo de microdureza Vickers**

#### ***-Probetas de pastas***

Para la fabricación de las pastas se usó el cemento CEM I 52.5R y agua destilada. Se estudian cuatro relaciones agua/cemento (0,3 – 0,4 – 0,5 – 0,6) de pastas sin aditivos.

Para estudiar el efecto de la presencia de aditivos, se ha elegido un aditivo inclusor del aire (BASF air-micro 100) y un aditivo superplastificante (GleniumSKY549).

Las dosificaciones estudiadas con el aditivo inclusor de aire contemplan dos relaciones agua cemento (0.4 y 0.5) y cuatro porcentajes de aditivo inclusor de aire (0%, 0.02%, 0.15% y 0.3%). Con el aditivo superplastificante se estudian dos relaciones agua/cemento (0.3 y 0.4) y tres porcentajes de aditivo (0%, 0.7% y 1%).

Se prepararon las pastas de cemento con y sin aditivos de acuerdo con la norma UNE EN 196-3. Las probetas de pastas se fabricaron en moldes de 2,5x2,5x30 cm, fueron compactadas manualmente, desmoldeadas a la edad de 1 día y fueron acondicionadas en cámara húmeda hasta la edad de ensayo.

A las diferentes edades de hidratación (3, 7 y 28 días), se cortaron las muestras con un disco de corte, y con un sistema de vacío para obtener unas muestras de 2,5cm x 2,5cm x (de 1 a 1,5) cm con dos caras paralelas y planas. Se realizó el pulido de la superficie utilizando como material abrasivo el corindón de 30  $\mu\text{m}$ , Figura 5.1.

Para detener la hidratación y mantener las muestras en su edad de hidratación, después de ser cordadas y pulidas se sumergieron en isopropanol durante 30 minutos y colocadas en estufa a 40°C durante 24 horas. Posteriormente se guardaron en un desecador para evitar la carbonatación hasta el momento del ensayo, Figura 5.2.

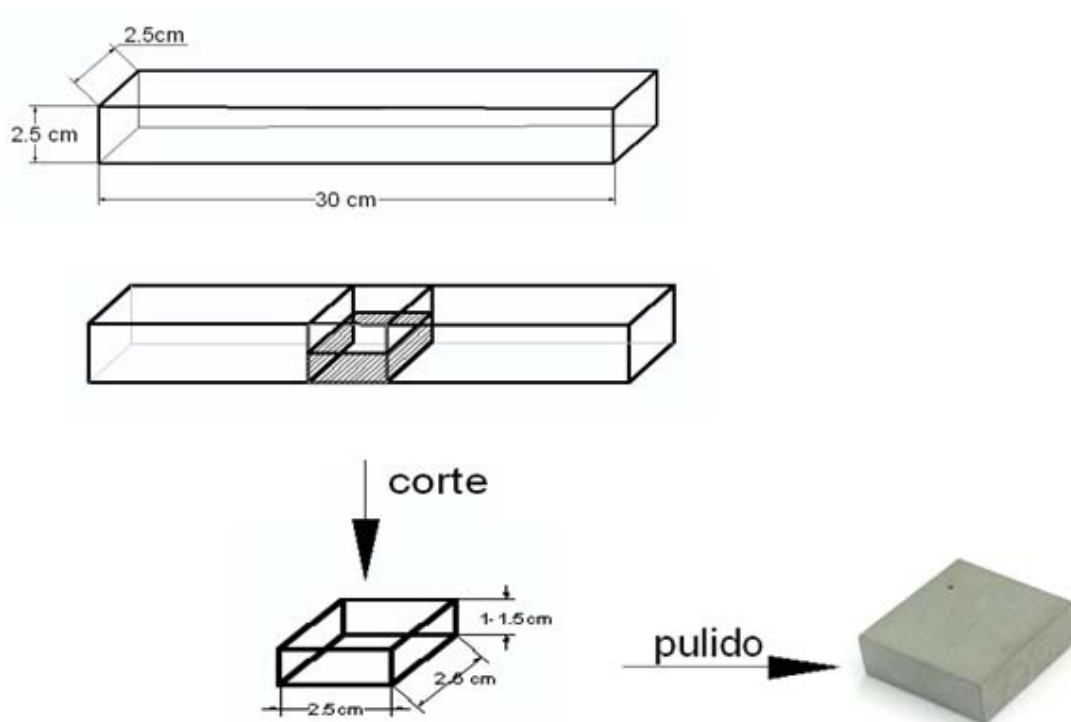


Figura 5.1: Esquema general de preparación de probetas de pasta para el ensayo de microdureza Vickers

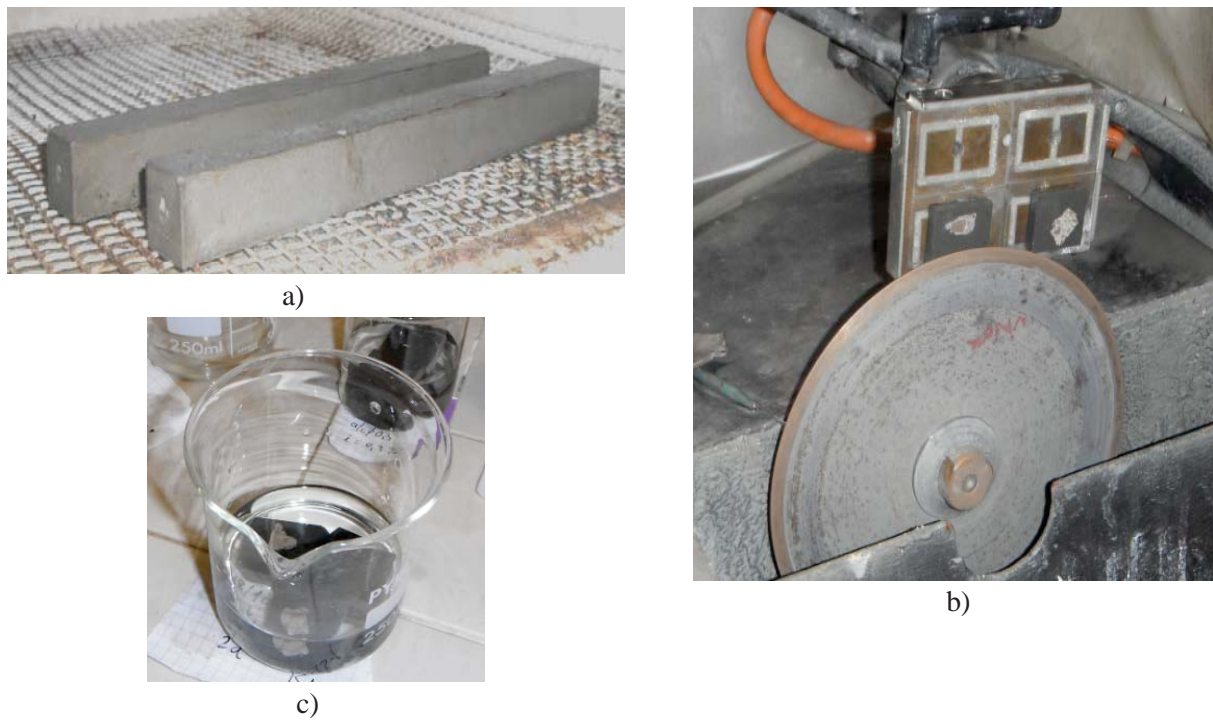


Figura 5.2: Preparación de las muestras; a) Vista general de las probetas de 2,5x2,5x30cm b) Corte de muestras; c) Muestras en isopropanol

#### **-Probetas de morteros**

Para la fabricación de los morteros se usó el cemento CEM I 52.5R, arena normalizada y agua destilada. Se estudian tres relaciones agua/cemento (0,3 – 0,4 – 0,5) de morteros sin aditivos. Se prepararon tres dosificaciones con el objetivo de obtener una fluidez aproximadamente igual en todos los morteros que permitiera compactarlos en la compactadora normalizada. Las dosificaciones con relación cemento: arena: agua son: 1: 3: 0,5 – 1: 2,2: 0,4 – 1: 1,4: 0,3

Para estudiar el efecto de la presencia de aditivos, se utilizan los mismos empleados en el estudio de pastas; incluso del aire BASF air-micro 100 y el superplastificante GleniumSKY549.

Las dosificaciones estudiadas con el aditivo inclusor de aire son las mismas del estudio de pastas, es decir, dos relaciones agua cemento (0,4 y 0,5) y cuatro porcentajes de aditivo inclusor de aire (0%, 0,02%, 0,15% y 0,3%).

Las dosificaciones con el aditivo superplastificante también son iguales a las del estudio de pastas, con dos relaciones agua/cemento (0,3 y 0,4) y tres porcentajes de aditivo (0%, 0,7% y 1%).

El mezclado, compactación y curado de las probetas se realizó siguiendo los procedimientos especificados en la norma UNE EN 196-1.

A las diferentes edades de hidratación (3, 7 y 28 días), se cortaron las muestras con un disco de corte, y con un sistema de vacío para obtener unas muestras de 4x2x1,5cm con dos caras paralelas y planas. Se realizó el pulido de la superficie utilizando como material abrasivo el corindón de 30  $\mu\text{m}$ .

Para detener la hidratación y mantener las muestras en su edad de hidratación, después de ser cordadas y pulidas se sumergieron en isopropanol durante 30 minutos y colocadas en estufa a 40°C durante 24 horas. Posteriormente se guardaron en un desecador para evitar la carbonatación hasta el momento del ensayo, Figura 5.3.

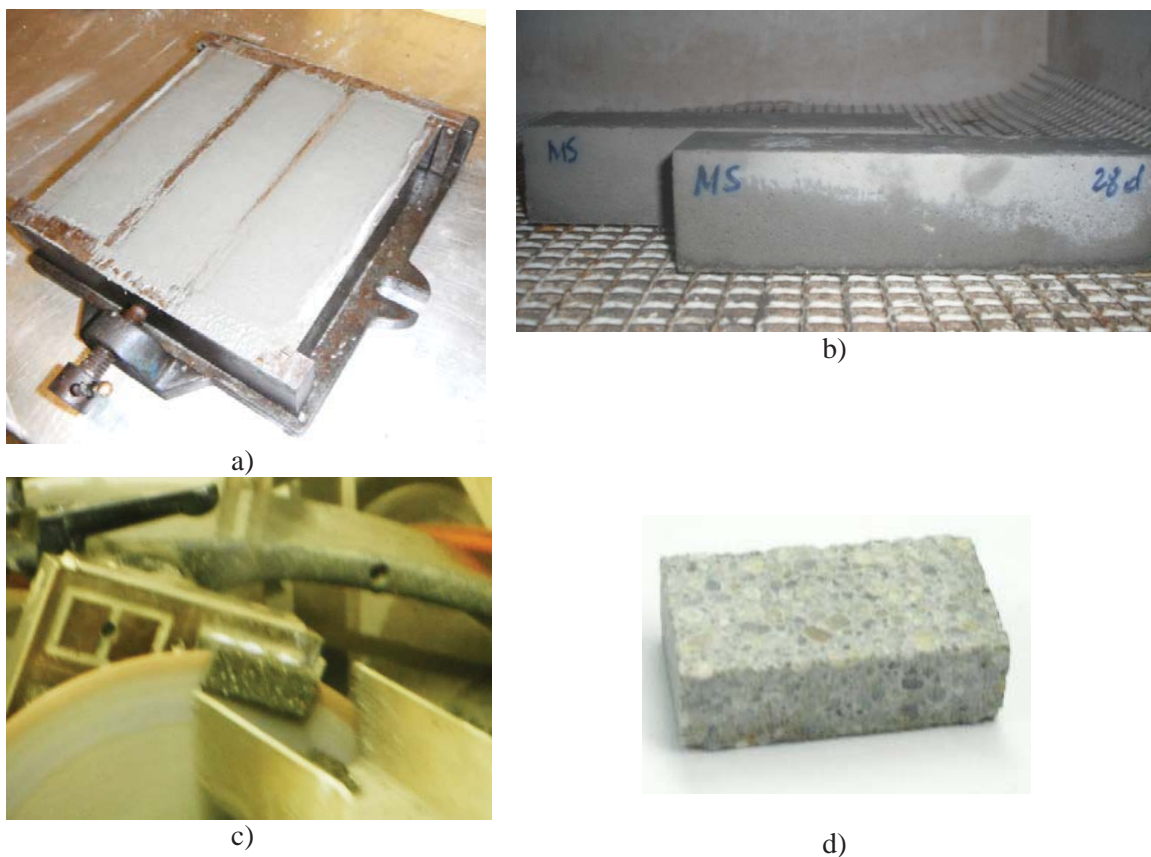


Figura 5.3: Preparación de las muestras: a) Probetas de 4x4x16cm en el molde; b) Curado de las probetas en cámara húmeda; c) Corte y pulido; d) Probeta de mortero para el ensayo Vickers

#### **-Probetas de pastas con inclusión de árido grueso**

Para la fabricación de las pastas se usó el cemento CEM I 52.5R y agua destilada. Se estudian cuatro relaciones agua/cemento (0.3 – 0.4 – 0.5 – 0.6). Para preparar la pasta con  $a/c=0.3$  se utilizó el aditivo superplastificante GleniumSKY549 (0.7% del peso de cemento).

Se prepararon las pastas de cemento de acuerdo con la norma UNE EN 196-3. Las probetas de pastas se fabricaron en moldes de 2,5x2,5x30 cm, fueron compactadas manualmente y a continuación, en la pasta en fresco se incluyeron una series de 8 a 10 áridos gruesos por probeta.

A las diferentes edades de hidratación (3, 7 y 28 días), se cortaron las muestras con un disco de corte, y con un sistema de vacío para obtener unas muestras de 2,5cm x 2.5cm x (de 1 a 1,5) cm con dos caras paralelas y planas. Se realizó el pulido de la superficie utilizando como material abrasivo el corindón de 30  $\mu\text{m}$ .

Para detener la hidratación y mantener las muestras en su edad de hidratación, después de ser cordadas y pulidas se sumergieron en isopropanol durante 30 minutos y colocadas en estufa a 40°C durante 24horas.

Posteriormente se guardaron en un desecador para evitar la carbonatación hasta el momento del ensayo, Figura 5.4.



a)



b)

Figura 5.4: a) Inclusión de árido grueso en la pasta fresca; b) Probeta de pasta con árido incluido para ensayo Vickers

La nomenclatura de las muestras de pasta de cemento con inclusión de árido grueso se presenta en la Tabla 5.2.

Tabla 5.2: Nomenclatura de las muestras de pastas de cemento con inclusión de árido grueso.

Relación agua/cemento	Tipo de árido	Nombre de la muestra
a/c=0.3*	Árido reciclado de hormigón, seco al aire	AH 0.3
	Árido reciclado de hormigón saturado con superficie seca	AHsat 0.3
	Árido reciclado de hormigón saturado con exceso de agua en superficie	AHea 0.3
	Árido reciclado de cerámica, seco al aire	AC 0.3
	Árido natural calizo, seco al aire	AN 0.3
a/c=0.4	Árido reciclado de hormigón, seco al aire	AH 0.4
	Árido reciclado de hormigón saturado con superficie seca	AHsat 0.4
	Árido reciclado de hormigón saturado con exceso de agua en superficie	AHea 0.4
	Árido reciclado de cerámica, seco al aire	AC 0.4
	Árido natural calizo, seco al aire	AN 0.4
a/c=0.5	Árido reciclado de hormigón, seco al aire	AH 0.5
	Árido reciclado de hormigón saturado con superficie seca	AHsat 0.5
	Árido reciclado de hormigón saturado con exceso de agua en superficie	AHea 0.5
	Árido reciclado de cerámica, seco al aire	AC 0.5
	Árido natural calizo, seco al aire	AN 0.5

a/c=0.6	Árido reciclado de hormigón, seco al aire	AH 0.6
	Árido reciclado de hormigón saturado con superficie seca	AHsat 0.6
	Árido reciclado de hormigón saturado con exceso de agua en superficie	AHea 0.6
	Árido reciclado de cerámica, seco al aire	AC 0.6
	Árido natural calizo, seco al aire	AN 0.6

0.3\*: pasta a/c=0,3 con 0,7% de aditivo superplastificante.

### 5.1.4 Preparación de muestras de pastas con inclusión de árido grueso para el ensayo de nanoindentación

Las muestras usadas fueron las mismas que para el ensayo de microdureza, seleccionando para el ensayo únicamente las de 7 días de edad. La preparación de superficie se efectuó mediante pulido de diferentes tipos de paños, para al final obtener las muestras con una rugosidad de superficie aceptable para este tipo de equipo.

Debido a las diferencias de propiedades mecánicas entre árido y pasta de cemento el pulido aplicado fue elegido experimentalmente. Se aplicó el siguiente proceso: las muestras fueron embutidas en resina epoxi y luego se aplicó el pulido grueso y pulido fino, Figura 5.5.

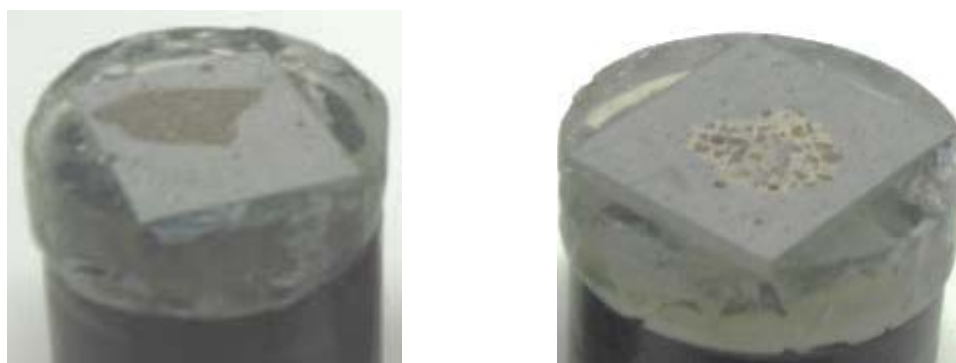


Figura 5.5: Vista general de las muestras para nanoindentación con inclusión de árido grueso calizo y de hormigón respectivamente

Se aplicó el pulido necesario para las muestras con diferente relación a/c, que está presentado en la Tabla 5.3. Después de cada etapa del pulido, se realizó el estudio del microscopio óptico para el análisis de estado de superficie. El estado final de superficie se muestra en la Figura 5.6.

Tabla 5.3: Pulido de muestras

Etapa	Nombre del paño	Lubricante	Tiempo, min	Fuerza (N)	Velocidad de rotación
1	MDNAP (P120-P1200)	Agua	15	10	150
2	MEDAC 30	Suspensión policristalina	5	10	150
3	MDNAP	Suspensión policristalina de diamante 15µm	5	10	150

4	MDNAP	Suspensión policristalina de diamante 6 $\mu$ m	10	10	150
5	MDNAP	Suspensión policristalina de diamante 1 $\mu$ m	10	10	150
6	MDNAP	Alúmina	2	10	50

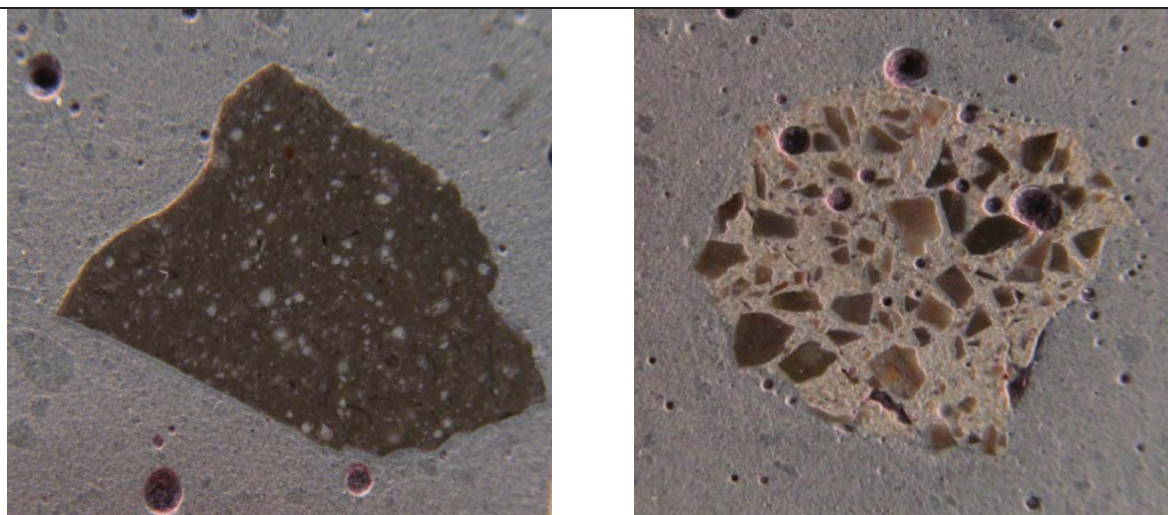


Figura 5.6: La superficie final de las muestras para el ensayo de nanoindentación de un árido calizo (AN) y uno de hormigón reciclado (AH).

### 5.1.5 Preparación de muestras de pastas y pastas con inclusión de árido grueso para el estudio de microscopía electrónica

Para el estudio de pastas con SEM se utilizaron las muestras preparadas tal como se describe en 5.1.3. La superficie de fractura de las pastas fueron cubiertas con grafito para permitir realizar el análisis químico de elementos principales de los cristales formados e identificar correctamente el azufre, hacer el análisis cualitativo de microestructura y hacer las fotos topográficas de alta calidad de la microestructura.

En el estudio de las interfaces con SEM, se utilizaron las muestras preparadas tal como se describe en 5.1.3 de las muestras de pasta con inclusión de árido grueso. Se cortaron con disco lonchas de aproximadamente 5mm perpendicularmente a la longitud de la barra. A continuación se rompían manualmente, buscando separar el árido de la pasta en la ITZ. El proceso fue laborioso ya que al romperlas varias de ella, la fractura no coincidía con la ITZ. Las muestras secas se recubrieron como se ha dicho anteriormente.



## 5.2 Procesos de ensayo

### 5.2.1 Determinación del contenido de aire ocluido en muestras de pastas y morteros

Se realizó el ensayo de contenido de aire incorporado de pasta y mortero frescos usando el medidor de aire ocluido según la norma UNE –EN 12350-7. El equipo utilizado puede verse en la Figura 5.7.



Figura 5.7: Muestra de mortero y aparato medidor de aire ocluido

### 5.2.2 Densidad porosidad y absorción de muestras de pastas y morteros

Se realizó el ensayo de densidad, absorción y porosidad de muestras endurecidas de cemento y de mortero para tres edades de hidratación según el siguiente procedimiento basado en la norma C 642-97.

Las probetas de 4x4x5.3 fueron obtenidas de las probetas de 4x4x16 mediante corte con disco. A los 3, 7 y 28 días de edad de hidratación se ponen las muestras en un desecador haciendo el vacío por 4 horas y luego se introduce una solución de cal en agua destilada (solución sobresaturada) durante 1.5 h, para la realización de la saturación capilar, y luego se dejan las muestras en desecador haciendo el vacío hasta completar 24h para sacar todas las burbujas de aire de las muestras. Las muestras se pesan sumergidas y se obtiene el peso hidrostático sumergido, a continuación se secan superficialmente y se obtiene el peso saturado con superficie seca. Después se ponen las muestras en la estufa a 105 °C durante 24h y se obtiene el peso seco de las muestras. Con los datos obtenidos se calculan la densidad, absorción y porosidad de muestras, Figura 5.8.



Figura 5.8: Vista general del proceso de saturación de las muestras en vacío y aspecto de las muestras de pasta y mortero secas.

### 5.2.3 Resistencia a compresión de los morteros.

Para el ensayo de compresión se prepararon los morteros en los moldes de 4x4x16. El ensayo se realizó para 3 edades de hidratación (3, 7, 28 días de edad de hidratación), según la norma UNE 196-1.

### 5.3 Proceso de ensayo de microdureza Vickers.

En el ensayo de microdureza Vickers se analizaron las muestras a tres edades de hidratación: 3, 7 y 28 días. El ensayo se realizó mediante un microdurómetro Vickers (IdentaMet 110 Series, MicroIndentation Hardness testers), Figura 5.9, aplicando una carga de 50 g durante 10s. Los valores de microdureza Vickers (HV) obtenidos son la media de 9 determinaciones.



Figura 5.9: Microdurómetro Vickers

El indentador de Vickers - es un indentador de cuatro lados. La profundidad de la marca es sobre 1/7 de la longitud diagonal, Figura 5.10.

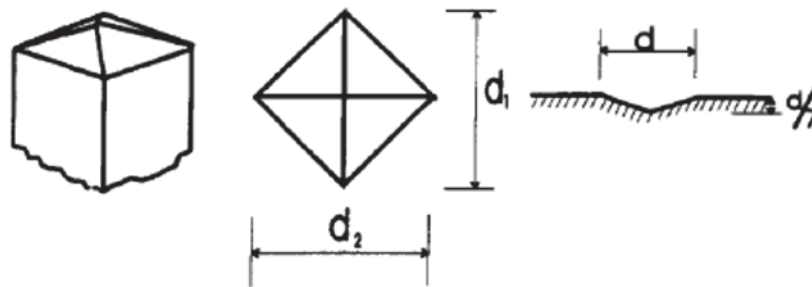


Figura 5.10: Indentador de Vickers, (Igarashi, et al., 1996)

El equipo debe estar en una superficie nivelada sin inclinaciones ni vibraciones para obtener medidas correctas. La medición de diagonales se realiza ajustando las líneas. La longitud de una diagonal de marca de indentador igual a cero corresponde a una situación cuando las líneas de ajuste están tocando una a otra (en ningún caso pueden estar una encima de otra), Figura 5.11.

La distancia entre dos marcas debe ser como mínimo la longitud de la diagonal de marca anterior.

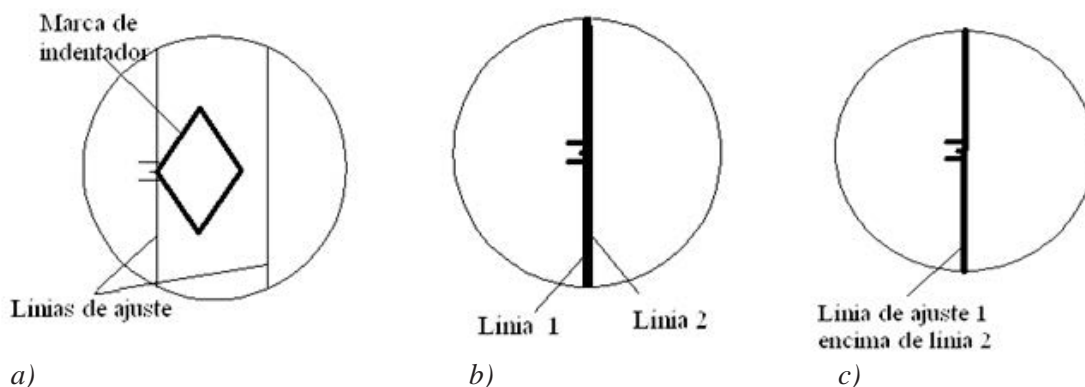


Figura 5.11: a) Medición de diagonal de marca; b) Longitud "cero", la posición de líneas correcta; c) Longitud "cero", la posición de líneas incorrecta

Se miden las diagonales, Figura 5.12, y se calcula la microdureza Vickers, según la siguiente expresión (5.1):

$$HV = 1.854 \cdot \frac{F}{d_1 \cdot d_2} \quad (5.1)$$

Donde: P-carga (Kg);  
d – diagonal de marca (mm);  
HV – microdureza Vickers.

Para las muestras con áridos, se realizó un estudio de cambio de valor de microdureza Vickers a partir del superficie del árido, Figura 5.12b, aplicando una carga de 50g cada 100 μm, hasta considerar un valor de la microdureza Vickers constante. Los valores medios de HV son la media de nueve indentaciones.

El inconveniente del método consiste en la preparación de muestras de tamaño pequeño y de preparación de la superficie adecuada para la realización de medidas. En el caso de la aplicación de cargas pequeñas ( $\leq 50\text{g}$ ) esta complicada la medición visual de marca y se requiere el uso de programas de análisis de imagen.

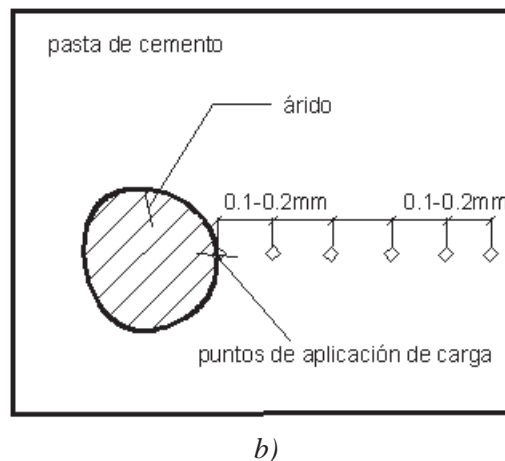
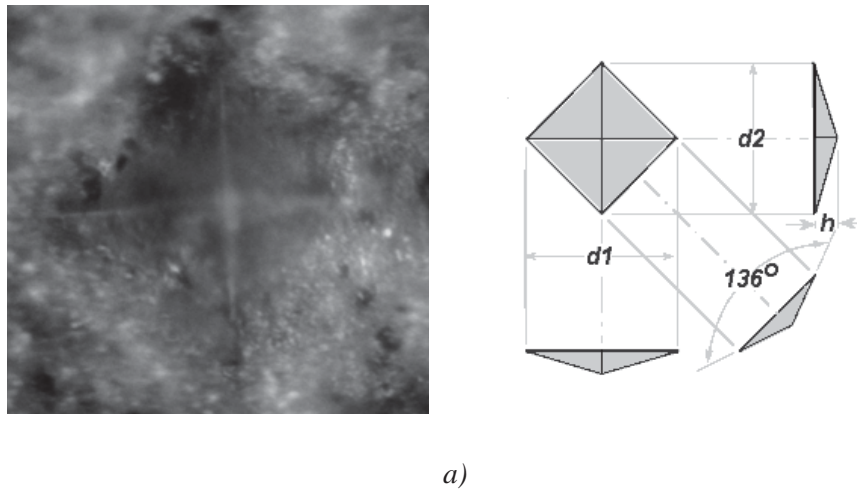


Figura 5.12: a) Marca típica de microdureza Vickers b) Esquema del ensayo

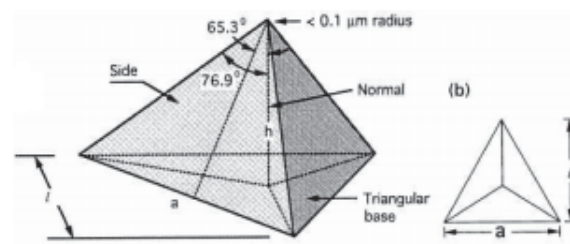
#### 5.4 Proceso de ensayo de nanoindentación

Los ensayos experimentales se han realizado mediante un equipo de nanoindentación Nanoindenter XP, Figura 5.13a).

El indentador de Berkovich que se aplica para realización del ensayo, es un indentador piramidal, con la base triangular, Figura 5.13b.



a)



b)

Figura 5.13: a) Equipo de nanoindentación; b) Esquema de indentador Berkovich (Bhushan & Li, 2003)

El método está basado en la detección de la profundidad de aplicación del indentador mediante el equipo que supervisa continuamente la carga y el desplazamiento (o profundidad) durante el ensayo. Esto permite determinar las propiedades mecánicas tales como el módulo elástico y dureza, Figura 5.14.

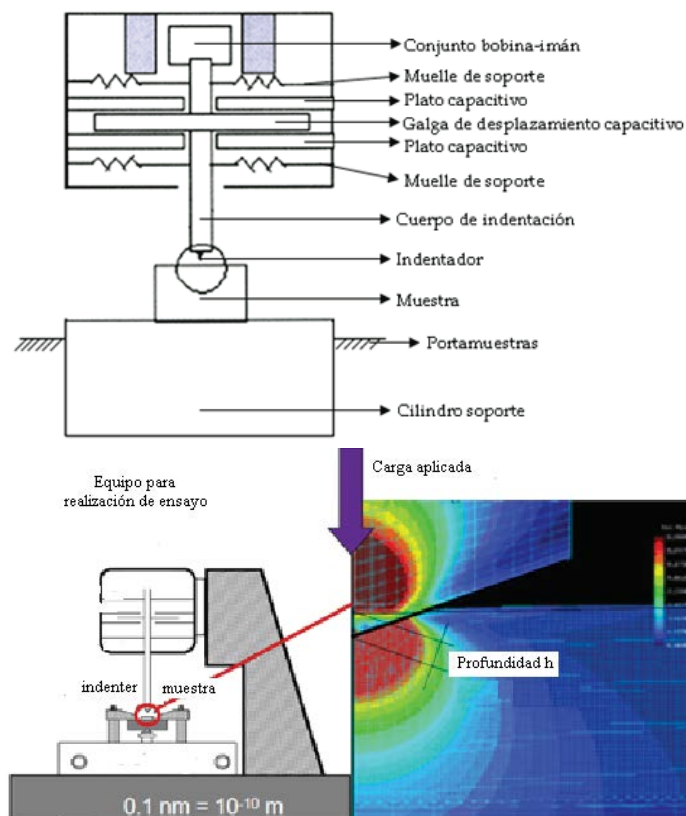


Figura 5.14: Esquema del equipo de nanoindentación y medición de profundidad de marca (Ulm, 2007)

La prueba consiste en tres etapas (Figura 5.15): (i) carga - se aplica el indentador a la superficie mediante una carga constante; (ii) la carga se sostiene durante un tiempo dado, con el valor máximo de la carga alcanzada; (iii) descarga.

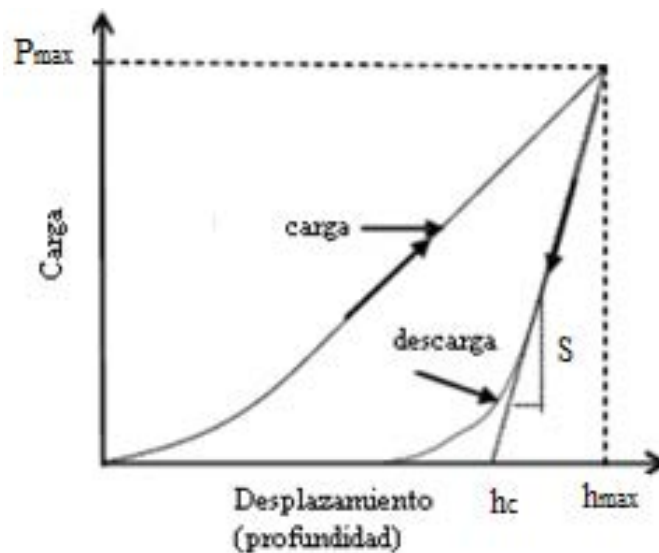


Figura 5.15: Diagrama de aplicación de la carga (Oliver & Pharr, 1992)

La Figura 5.17 representa los efectos que tienen lugar en la superficie de la muestra al interactuar con la punta de un indentador (en un proceso de indentación con un indentador axisimétrico de un perfil arbitrario).

Al aplicar el indentador en la superficie del material, ocurren procesos de deformación elástica y plástica, produciendo una huella conforme a la forma del indentador a una profundidad de penetración  $h$ . Esta profundidad  $h$  es el resultado de la suma de la profundidad de contacto  $h_c$ , y del desplazamiento de la superficie a lo largo del perímetro de contacto,  $h_s$ . Al separar el indentador del material, solo se recupera la parte elástica del desplazamiento, quedando una profundidad final residual,  $h_f$ . El valor de esta  $h_f$  depende de la naturaleza del material.

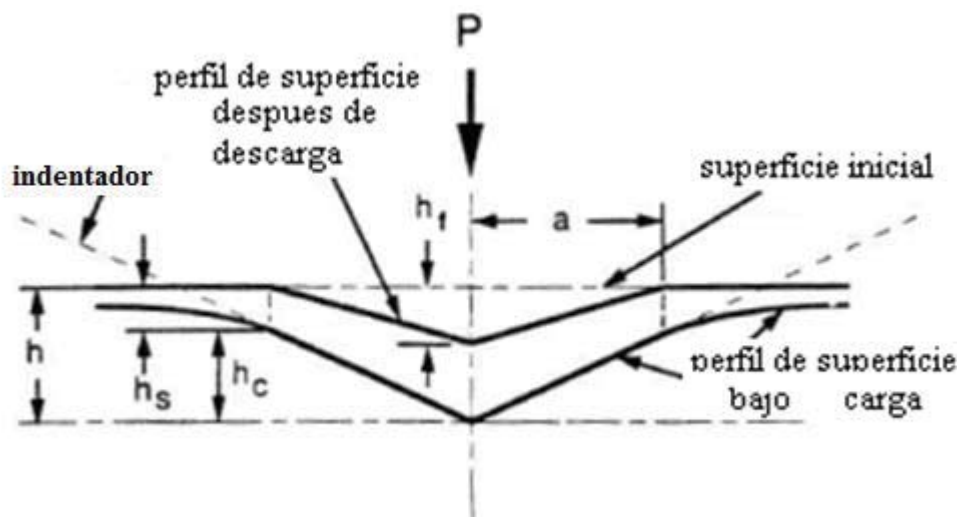


Figura 5.16: Representación esquemática de una sección marcada por indentador (Oliver, 1992)

En cualquier momento durante la aplicación de carga, el desplazamiento total  $h$  es:

$$h = h_c + h_s \quad (5.2)$$

Donde:  $h_c$  - distancia vertical a lo largo de la cual se hace el contacto, llamada profundidad de contacto;  
 $h_s$  - deflexión de la superficie por el perímetro de contacto.

Cuando se alcanza el valor de la carga máxima,  $P_{max}$ , el desplazamiento es  $h_{max}$  y el radio del círculo de contacto es  $a$ . Durante la descarga, el desplazamiento elástico se recupera y una vez se retira totalmente el indentador la profundidad final de la marca de la dureza residual- es  $h_f$ . El área de contacto proyectada de indentación bajo la profundidad de carga máxima se determina directamente analizando la curva de carga-deslizamiento, y con la geometría conocida del indentador. El área de contacto proyectada,  $A$  se determina como una función:

$$A = F(h_c) \quad (5.3)$$

Donde:  $F$ - función que se establece antes del análisis de datos.

De la Figura 5.16 se obtiene:

$$h_c = h_{max} - h_s \quad (5.4)$$

Para un indentador que tiene una forma cónica:

$$h_s = \frac{(\pi-2)}{\pi}(h - h_f) \quad (5.5)$$

$$(h - h_f) = 2 \frac{P}{S} \quad (5.6)$$

Combinando estas dos ecuaciones (5.5 y 5.6), en el momento de aplicación de carga, se obtiene:

$$h_s = \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (5.7)$$

$$\epsilon = \frac{2}{\pi}(\pi - 2) = 0.72 \quad (5.8)$$

Donde:  $\epsilon$ - constante geométrica;  
 $P$ - carga aplicada;  
 $S$  –rigidez de contacto que puede obtenerse directamente del ajuste de la parte lineal de la curva de descarga, Figura 5.15.

El valor de la constante geométrica, para un punzón plano es  $\epsilon = 1$ , y para un paraboloides de revolución e indentador de Berkovich es  $\epsilon = 0.75$ .

Varias calibraciones adicionales deben ser ejecutadas antes de la realización de la prueba. Éstas son profundidad, carga y calibraciones de pantalla de microscopio, (Mondal, 2008).

La dureza  $H$ , y el módulo elástico  $E$ , son las propiedades mecánicas que generalmente se miden aplicando el ensayo de nanoindentación. Durante la etapa de descarga, ocurre la recuperación elástica del material. El módulo elástico se obtiene mediante las siguientes ecuaciones (5.9, 5.10):

$$S = \frac{dp}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (5.9)$$

Donde:  $E_r$ - módulo elástico reducido;  
 $A$ - área proyectada de contacto elástico;  
 $P$ - carga;  
 $h$ - desplazamiento;  
 $S$ - rigidez del contacto elástico.

Así que el indentador no es completamente rígido, se utiliza el módulo reducido  $E_r$  para tener en cuenta la deformación, tanto del indentador como de la muestra. El módulo elástico del material ensayado  $E$ , se calcula a partir de  $E_r$ :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (5.10)$$

Donde:  $E$ - módulo elástico de muestra;  
 $E_i$ - módulo elástico de indentador;  
 $\nu$ - módulo de Poisson de muestra;  
 $\nu_i$ - módulo de Poisson de indentador.

Mientras la ecuación (5.9) tiene su fondo en la teoría de contacto elástica, la ecuación (5.10) expresa la influencia de la no - rigidez del indentador en su comportamiento carga - desplazamiento (Trtik & Bartos, 1999).

El ensayo de nanoindentación fue aplicado para las muestras de 7 días de hidratación, con aplicación del indentador de Berkovich (radio de 0.6  $\mu\text{m}$ , ángulo de 142.3°). La carga fue aplicada hasta una profundidad máxima de 500 nm y el módulo de Poisson aplicado para el cálculo es 0.25.

Para el análisis estadístico el mapa de 40 x 5 o de 40x4 indentaciones (6  $\mu\text{m}$  en dirección X y 10  $\mu\text{m}$  en dirección Y) fue aplicado en la zona analizada, Figura 5.17.

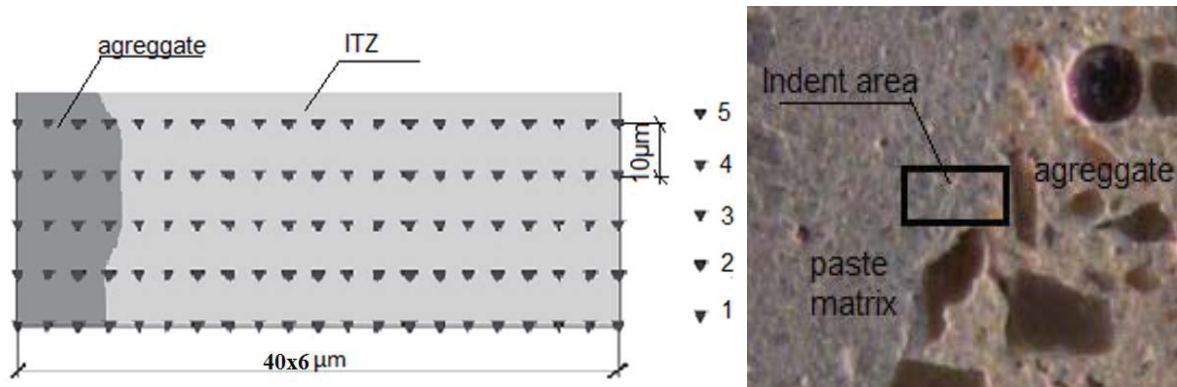


Figura 5.17: Diagrama esquemático del área de aplicación del ensayo

El ensayo de nanoindentación permite realizar el análisis cuantitativo y cualitativo de la microestructura formada tanto en la matriz de pasta de cemento, como en la interfase. La curva de carga-profundidad de penetración del ensayo proporciona abundante información relacionada con el comportamiento de deformación de los materiales y también puede usarse para analizar otras propiedades mecánicas de materiales.

Sin embargo el caso de la aplicación del ensayo para las muestras de pasta de cemento tiene unos inconvenientes tales como la laboriosa preparación de superficie, que en cada caso particular se obtiene experimentalmente. Es decir no existe un procedimiento común para preparación de cualquier tipo de



muestras. Por otro lado las pastas de cemento, los morteros y el hormigón son unos materiales porosos, con un diámetro de poros de hasta 1 mm, que afecta mucho a la realización de medidas y requiere una elección correcta de la profundidad máxima de aplicación del indentador.

## 5.5 Estudio de microestructura

Los estudios de microestructura de la interfase y de la pasta de cemento se realizaron para las muestras de diferentes edades de hidratación con diferente relación a/c, mediante el microscopio electrónico de barrido (ESEM Quanta 200 FEI), Figura 5.18.

La superficie analizada fue de fractura de muestras de pastas de cemento y fractura de superficie de contacto de pasta de cemento con árido (por parte de pasta de cemento), Figura 5.19.



Figura 5.18: Vista general del equipo

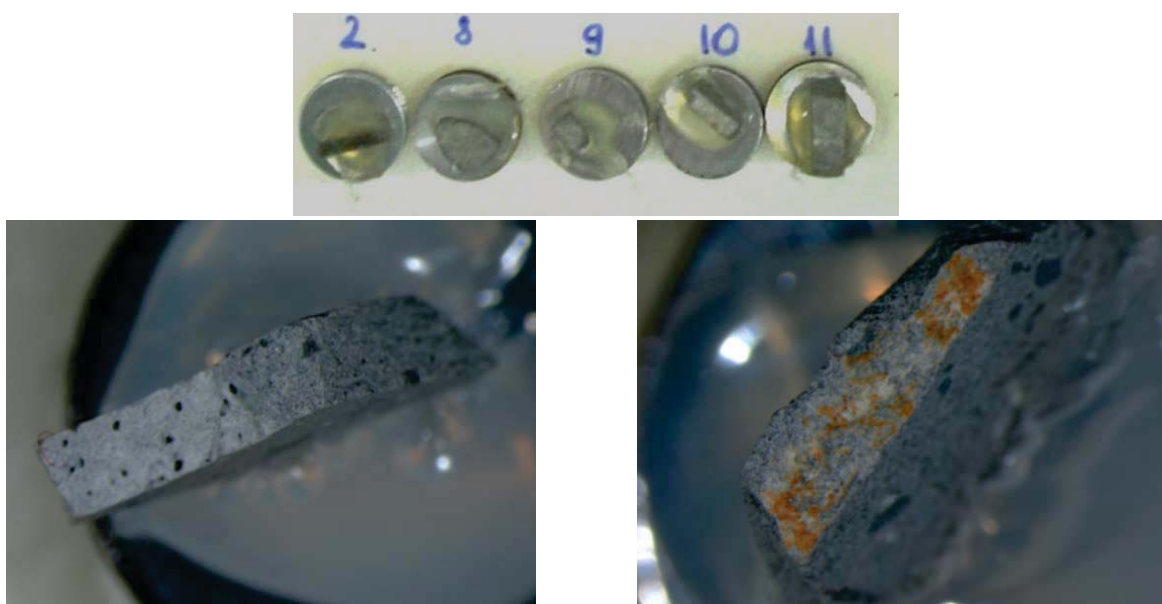


Figura 5.19: Vista general de las muestras





## Capítulo 6

# PROPIEDADES FÍSICAS Y MECÁNICAS DE PASTAS Y MORTEROS: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo, se presentan y se analizan todos los resultados obtenidos en el estudio de las propiedades en el estado fresco y endurecido de pastas y morteros, con y sin aditivos durante la campaña experimental.

### 6.1 Estudio de propiedades de pastas de cemento con y sin aditivos

En la presente parte se muestran y explican los resultados obtenidos del estudio de pastas de cemento y pastas de cemento con aditivo (inclusor de aire y superplastificante). Para determinar el efecto de los aditivos inclusor de aire y superplastificante en las propiedades físicas de pastas de cemento se estudia dos relaciones  $a/c$  para cada aditivo dentro del rango que son habitualmente utilizados en hormigón. La fluidez de las pastas producidas es, obviamente, muy superior a la de los hormigones correspondientes, por lo tanto el rango de estudio se limita a  $a/c=0.4$  y  $a/c=0.5$ . En el caso del aditivo superplastificante, no fue posible estudiar la relación  $a/c=0.5$  debido a la excesiva fluidificación de las pastas y visible segregación y por lo tanto se decidió estudiar las pastas con  $a/c=0.3$  y  $0.4$ .

#### 6.1.1 Contenido de aire en las pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire antes de endurecer

Se determinó el contenido de aire en las pastas de cemento frescas con los diferentes porcentajes de inclusor de aire. Como podemos ver en la Figura 6.1, el porcentaje de aire aumenta con el aumento de la relación  $a/c$  y con el aumento del contenido de aditivo.

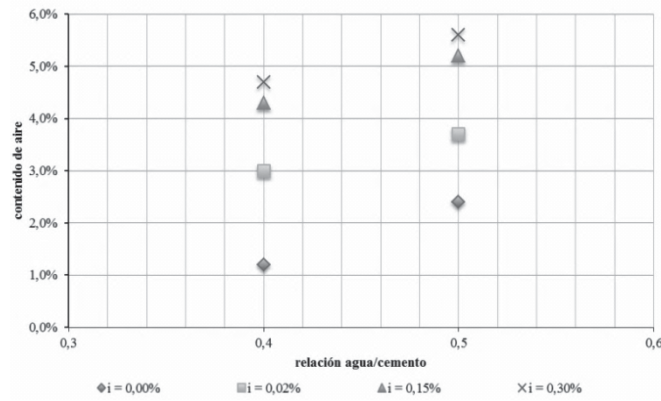


Figura 6.1: Contenido de aire en las pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire antes de endurecer

### 6.1.2 Densidad, porosidad y absorción de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire

Se analizó los resultados de los ensayos de las propiedades físicas, como absorción, densidad aparente y volumen de poros permeables de las pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire. Como podemos ver en la Figura 6.2, con el aumento del porcentaje de inclusor de aire la densidad aparente baja, debido de la formación de una microestructura menos densa y más porosa.

Como podemos ver en la Figura 6.3 y 6.4 la absorción y la porosidad disminuyen con la edad de hidratación, debido al aumento del grado de hidratación. Los valores de absorción de muestras con y sin aditivo alcanzan valores parecidos, debido a que el aditivo genera una porosidad cerrada.

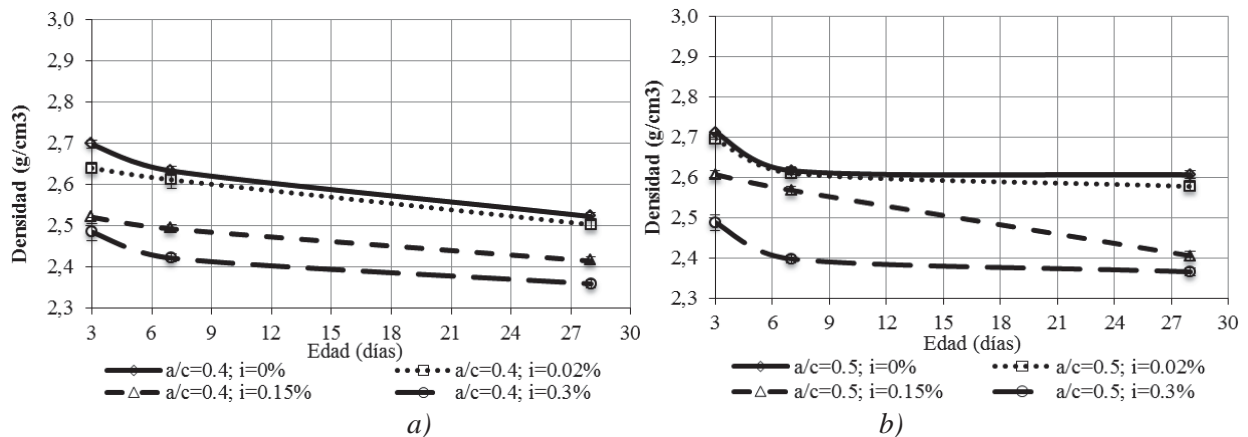


Figura 6.2: Densidad aparente de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) relación a/c=0.4; b) relación a/c=0.5

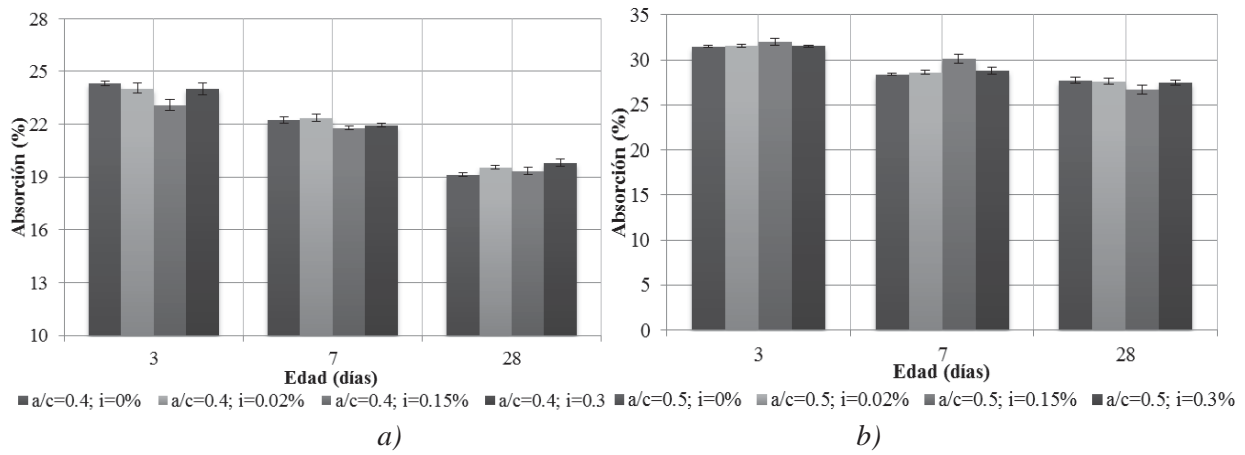


Figura 6.3: Absorción de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5

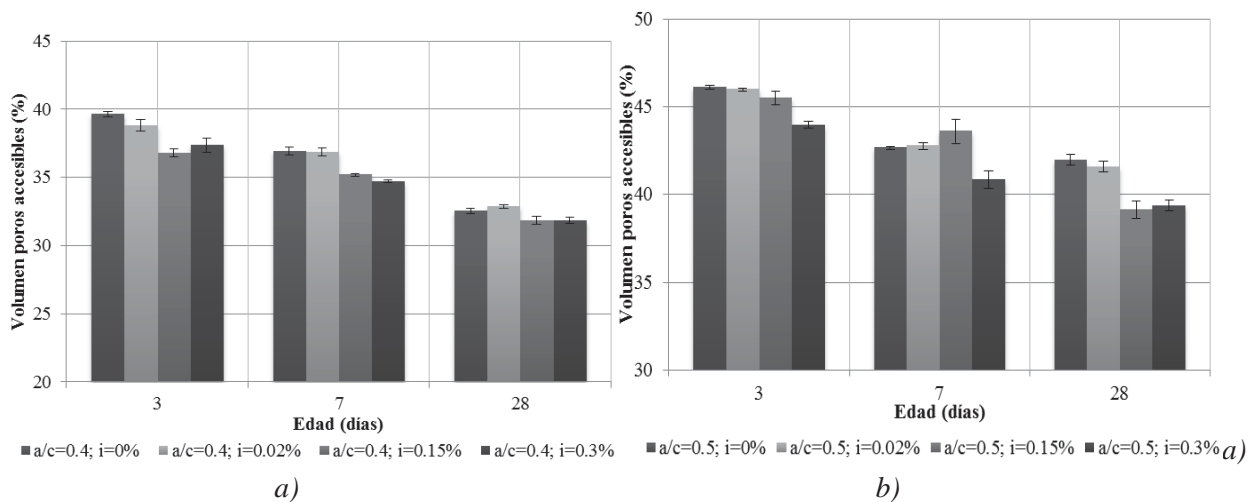


Figura 6.4: Contenido de poros permeables de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) relación a/c=0.4; b) relación a/c=0.5

### 6.1.3 Densidad, porosidad y absorción de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante

Se analizó los resultados de los ensayos de las propiedades físicas, como absorción, densidad aparente y volumen de poros permeables de las pastas de cemento con aditivo superplastificante.

Como podemos ver en la Figura 6.5, con el aumento del porcentaje de superplastificante la densidad aparente se mantiene prácticamente constante. Como podemos ver en la Figura 6.6 la absorción y en la Figura 6.7, la porosidad disminuyen con la edad de hidratación, debido al aumento del grado de hidratación; los valores de la absorción de muestras con y sin aditivo alcanzan valores parecidos, debido a que el aditivo no genera la porosidad.

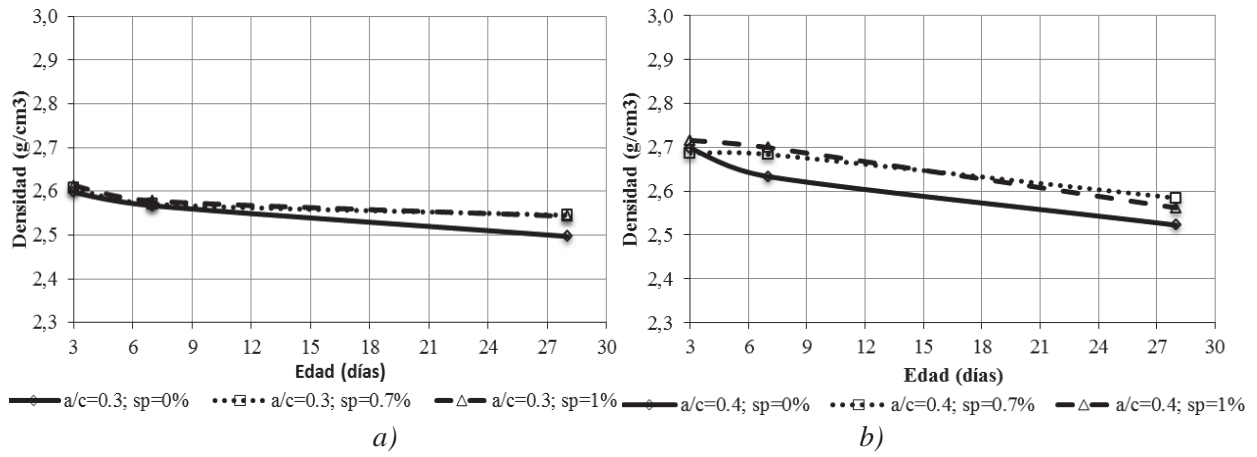


Figura 6.5: Densidad aparente de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación  $a/c=0.3$ ; b) Relación  $a/c=0.4$

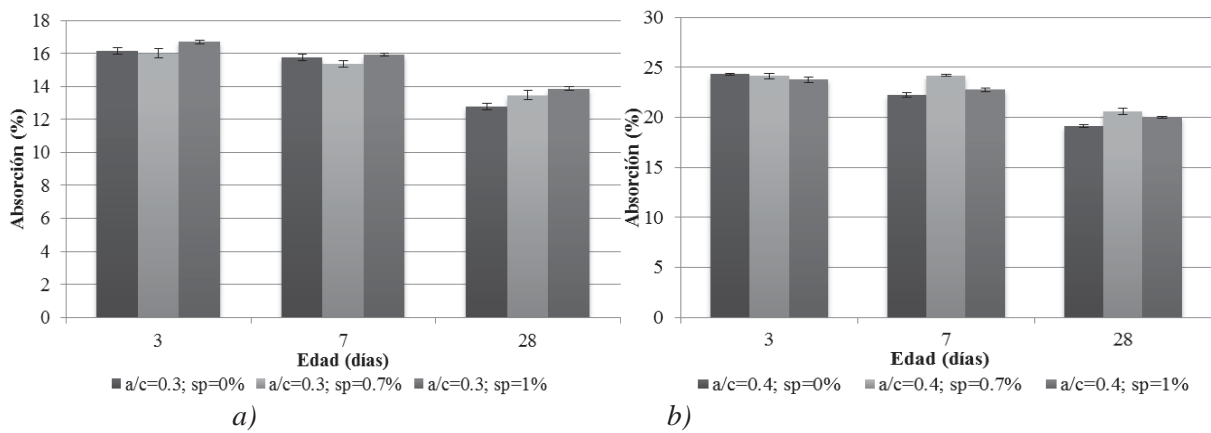


Figura 6.6: Absorción de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación  $a/c=0.3$ ; b) Relación  $a/c=0.4$

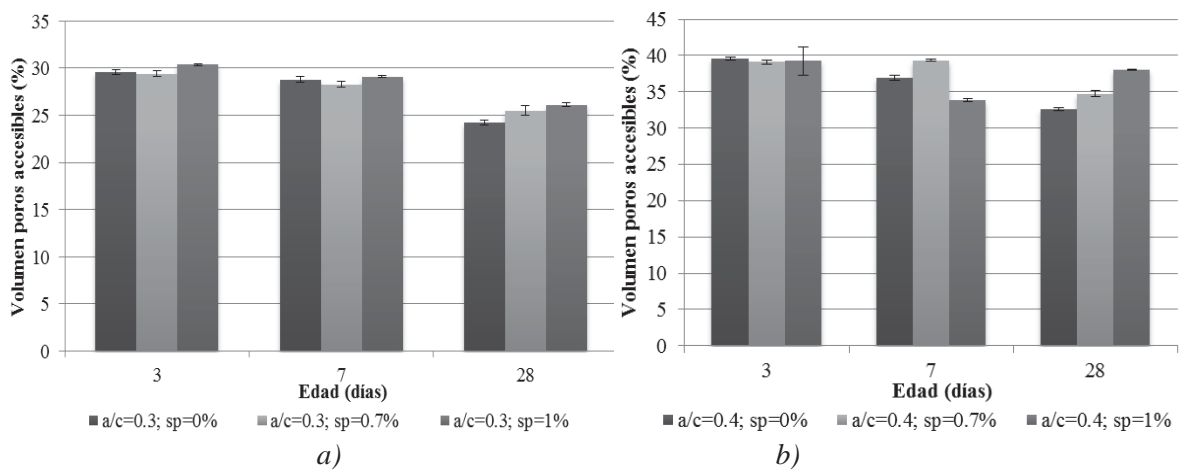


Figura 6.7: Contenido de poros permeables de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación  $a/c=0.3$ ; b) Relación  $a/c=0.4$

## 6.2 Estudio de propiedades de morteros con y sin aditivos

En la presente parte se muestran y explican los resultados obtenidos del estudio de morteros con y sin aditivos inductor de aire y superplastificante.

### 6.2.1 Contenido de aire en los morteros con y sin aditivo inductor de aire antes de endurecer

Se analizó el contenido de aire en morteros frescos con los diferentes porcentajes de inductor de aire. Como podemos ver en la Figura 6.8 el porcentaje de aire aumenta con el aumento de la relación a/c y con el aumento del contenido de aditivo.

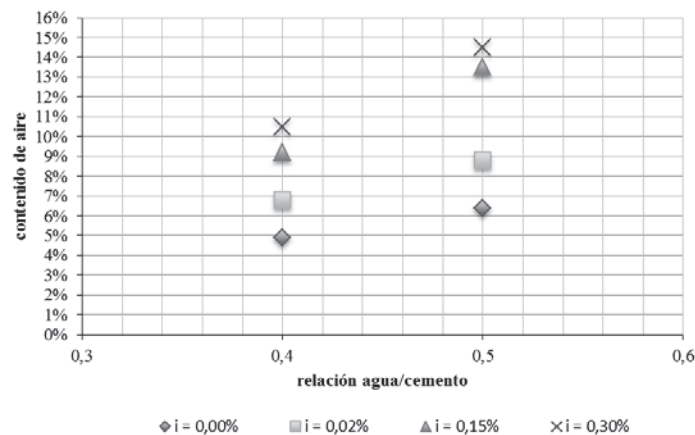


Figura 6.8: Contenido de aire en los morteros con y sin aditivo inductor de aire antes de endurecer

### 6.2.2 Densidad, porosidad y absorción de morteros con y sin aditivo inductor de aire

Se analizó los resultados de los ensayos de las propiedades físicas, como absorción, densidad aparente y volumen de poros permeables de morteros con aditivo inductor de aire.

Como podemos ver en la Figura 6.9 con el aumento del porcentaje de inductor de aire la densidad aparente del mortero baja, debido a la formación de una microestructura menos densa y más porosa.

En la Figura 6.10 podemos observar que la absorción y en la Figura 6.11 la porosidad disminuyen con la edad de hidratación, debido al aumento del grado de hidratación. Los valores de absorción de las muestras con y sin aditivo alcanzan valores parecidos, debido a que el aditivo inductor de aire genera una porosidad cerrada.



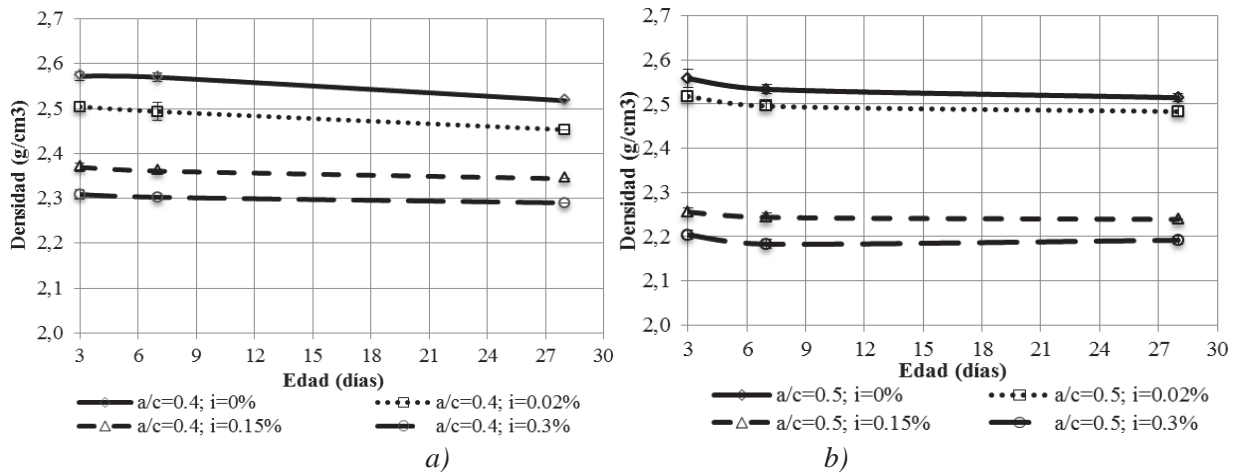


Figura 6.9: Densidad aparente de morteros con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5.

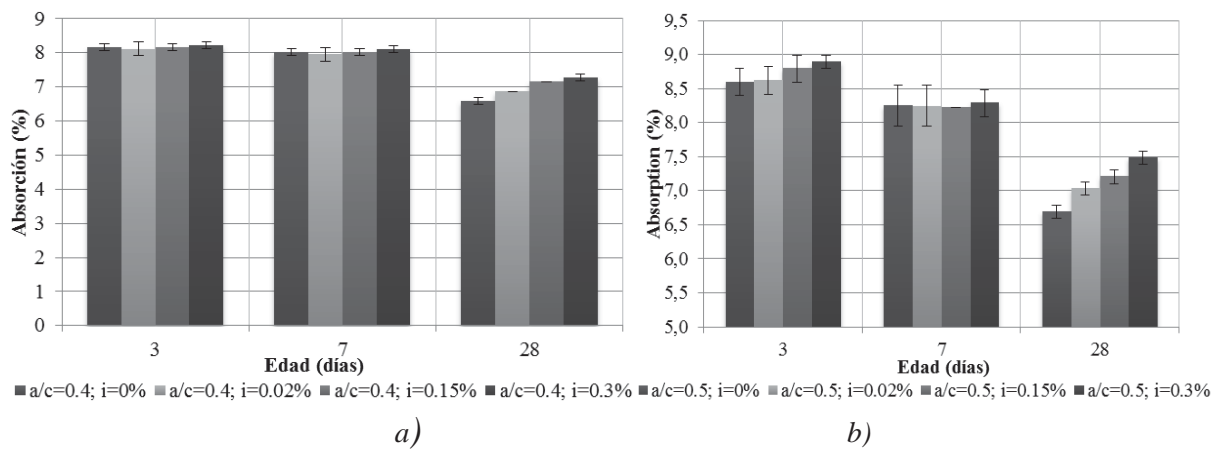


Figura 6.10: Absorción de morteros con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5

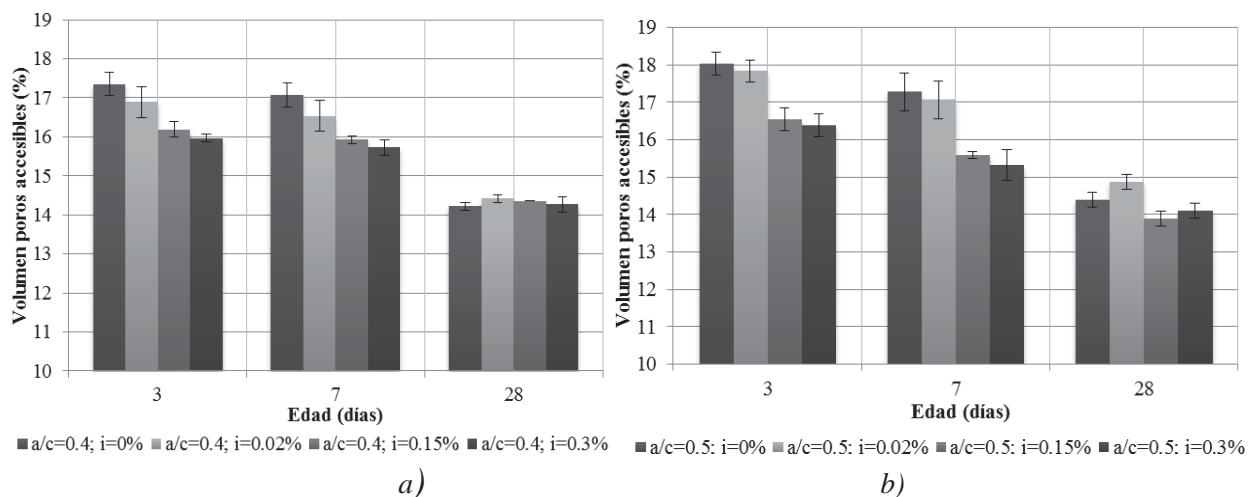


Figura 6.11: Porcentaje de poros permeables de morteros con aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5

### 6.2.3 Densidad, porosidad y absorción de morteros con y sin aditivo superplastificante

Se analizó los resultados de los ensayos de propiedades físicas, como absorción, densidad aparente y volumen de poros permeables de morteros con aditivo superplastificante.

Como podemos ver en la Figura 6.12, con el aumento del porcentaje de superplastificante la densidad aparente se mantiene prácticamente constante. Como podemos ver en la Figura 6.13 la absorción y en la Figura 6.14 la porosidad disminuyen con la edad de hidratación.

Los valores de absorción de las muestras con y sin aditivo alcanzan valores parecidos para la relación  $a/c=0.3$ .

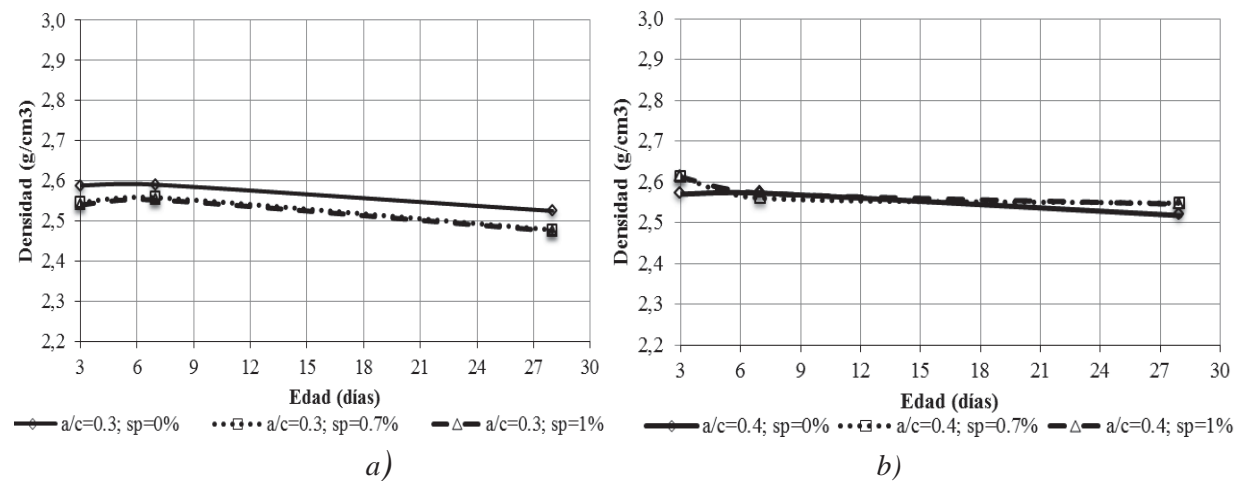


Figura 6.12: Densidad aparente de morteros con superplastificante: a) relación  $a/c=0.3$ ; b) relación  $a/c=0.4$ .

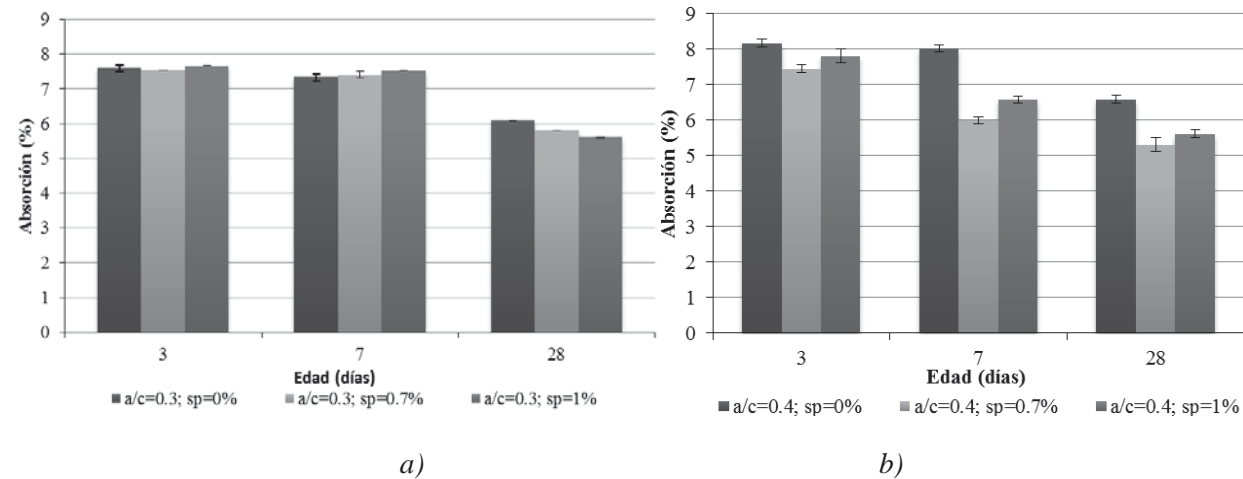


Figura 6.13: Absorción de morteros con superplastificante: a) relación  $a/c=0.3$ ; b) relación  $a/c=0.4$ .

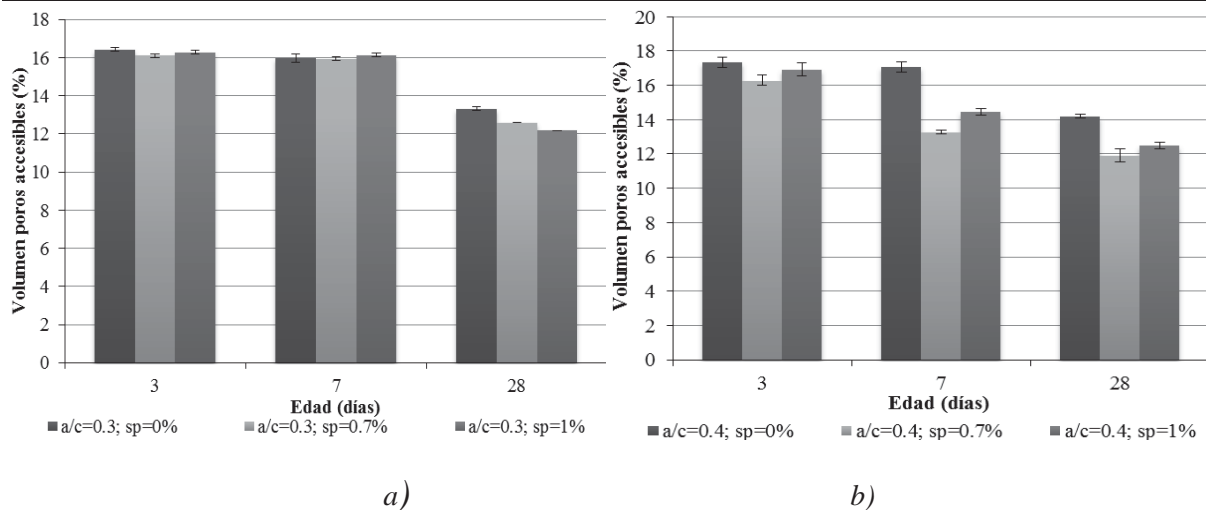


Figura 6.14: Porcentaje de poros permeables de morteros con superplastificante: a) relación  $a/c=0.3$ ; b) relación  $a/c=0.4$ .

### 6.2.4 Resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo.

#### -Resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo inclusor de aire

Se analizó los resultados de la resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo inclusor de aire. Se observó que con el aumento del porcentaje de inclusor de aire la resistencia disminuye. Se observa que ya con la pequeña presencia de inclusor (0.02%) la resistencia a las 28 días de hidratación disminuye el 15% (para relación  $a/c=0.5$ ) y al 6.5% (para relación  $a/c=0.4$ ), Figura 6.15.

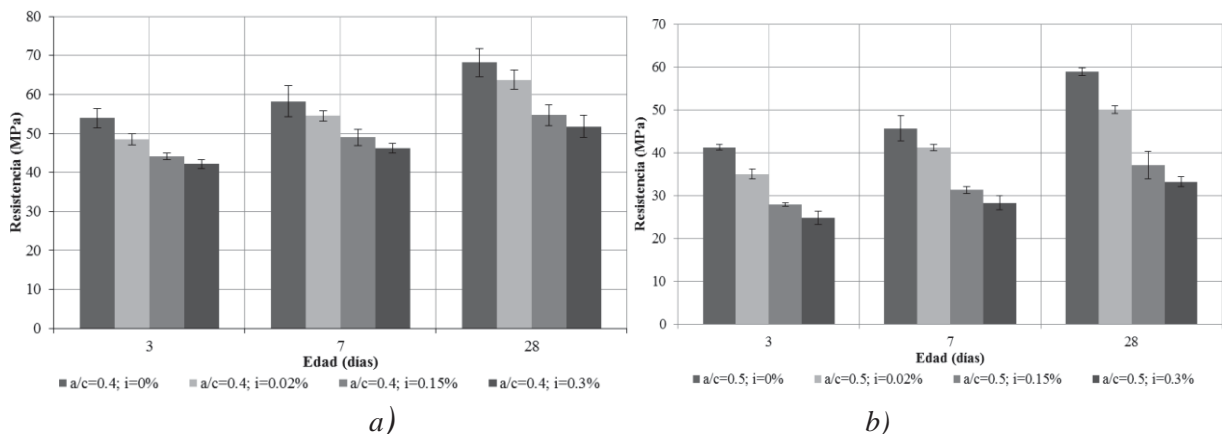


Figura 6.15: Resultados del ensayo de compresión de muestras de pastas de cemento con aditivo inclusor de aire: a) relación  $a/c=0.4$ ; b) relación  $a/c=0.5$

#### -Resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo superplastificante

Se analizó los resultados de la resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo superplastificante. Se observó que con el aumento del porcentaje de superplastificante tanto en muestras con relación  $a/c=0.3$

como en muestras de relación  $a/c=0.4$  la resistencia alcanza valores parecidas en todas las edades de la hidratación, Figura 6.16.

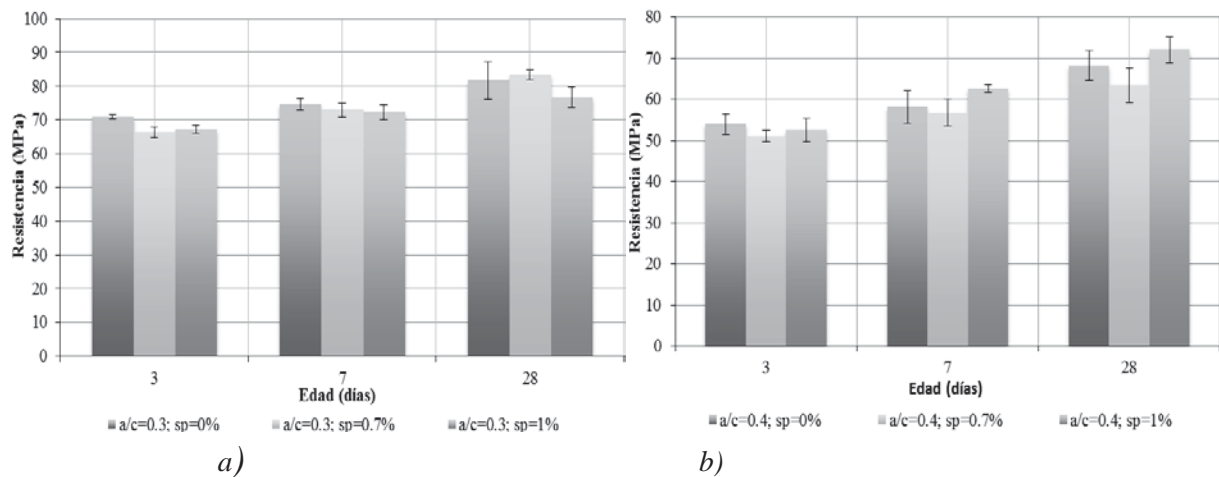


Figura 6.16: Resultados del ensayo de compresión de muestras de pastas de cemento con aditivo superplastificante: a) relación  $a/c=0.3$ ; b) relación  $a/c=0.4$

### 6.3 Conclusiones particulares

Con el aumento del porcentaje de inductor de aire, en las pastas de cemento y en los morteros analizados (relación  $a/c=0.4$  y  $a/c=0.5$ ) la densidad aparente disminuye, debido a la formación de una microestructura menos densa y más porosa. Los valores de absorción y porosidad abierta de muestras con y sin aditivo alcanzan valores parecidos, debido a que el aditivo genera porosidad cerrada. El porcentaje de aire aumenta con aumento de relación de  $a/c$ , y con el aumento del contenido de aditivo.

Para los parámetros estudiados, el contenido de aire ocluido en pastas y morteros varía con la relación agua/cemento y con el porcentaje de aditivo. Para mayor  $a/c$  y mayor porcentaje de aditivo aumenta el contenido de aire ocluido.

Existe una correlación polinomial de orden 2 entre el contenido de aire ocluido en la pasta y el mortero correspondiente (misma  $a/c$  y misma dosificación de aditivo).

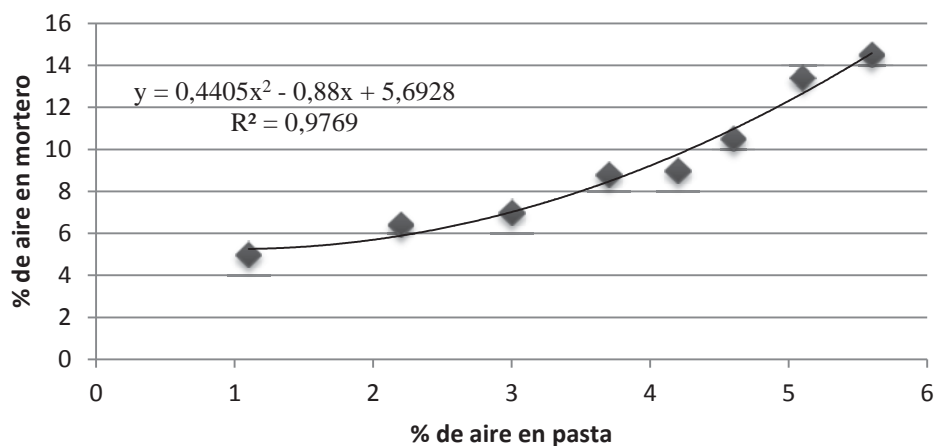


Figura 6.17: Correlación entre el contenido de aire ocluido en la pasta y el mortero

La resistencia a 28 días de los morteros con inclusor de aire es inversamente proporcional al porcentaje de aire ocluido.

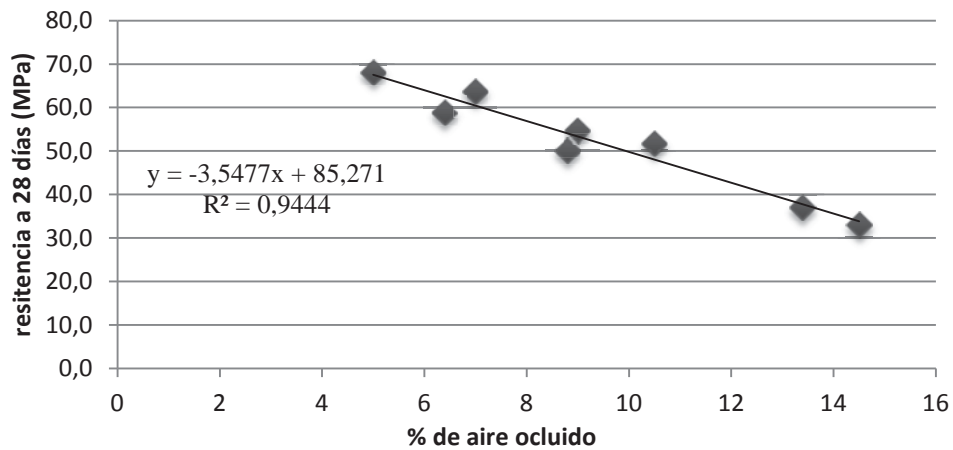


Figura 6.18: Correlación entre la resistencia a compresión a 28 días y porcentaje de aire ocluido

Con el aumento del porcentaje de superplastificante la densidad aparente, porosidad abierta, absorción se mantienen prácticamente constante, tanto en las muestras de pasta de cemento, como en las muestras de mortero.

La resistencia a compresión de los morteros con aditivo superplastificante depende solo de a/c y de la edad de hidratación. Para los parámetros estudiados la resistencia no depende del porcentaje de superplastificante.

## Capítulo 7

### MICRODUREZA VICKERS: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo, se presentan y se analizan todos los resultados de microdureza Vickers de pastas, morteros y pastas con inclusión de áridos gruesos obtenidos durante la campaña experimental.

#### 7.1 Microdureza Vickers de pastas de cemento

En la presente parte se muestran y explican los resultados obtenidos del ensayo de microdureza Vickers de pastas sin y con aditivo inclusor de aire y superplastificante.

##### 7.1.1 Microdureza Vickers de pastas de cemento sin aditivo

Se analizó la microdureza Vickers de pastas de cemento de las muestras con diferentes relaciones a/c y edades de hidratación. Los resultados se presentan en la Figura 7.1.

La microdureza de pastas de cemento varía con la relación a/c y con la edad de hidratación. La microdureza Vickers disminuye con el aumento de la relación a/c, debido a que la pasta es menos densa y más porosa.

La microdureza Vickers aumenta con la edad de hidratación, debido que el grado de hidratación aumenta y la densidad de la pasta, también aumenta.

Existe un cambio de la pendiente del gráfico para todas las edades de hidratación a partir de la relación a/c=0.5. Para este tipo de cemento (CEM I 52,5R) la relación de a/c=0.5 es un punto crítico a partir del cual la microdureza disminuye de forma brusca.

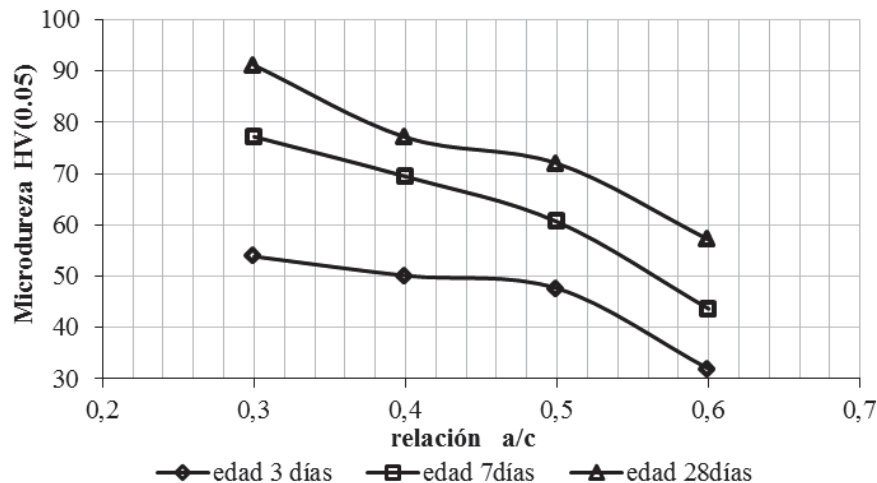


Figura 7.1: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de pasta de cemento

### 7.1.2 Microdureza Vickers de pastas de cemento con aditivo inclusor de aire

Se analizó la microdureza de las muestras de pasta de cemento con y sin aditivo inclusor de aire. Los resultados se representan en figura 7.2. Como podemos ver la microdureza aumenta con el aumento de la edad de hidratación.

Existe diferencia entre los valores de microdureza Vickers de las muestra con y sin aditivo. Los valores obtenidos para diferentes porcentajes de inclusor de aire son similares entre sí, pero existe una diferencia entre los valores de microdureza Vickers de las muestras con y sin aditivo. Se observó que con la inclusión de aire la microdureza de la pasta de cemento disminuye, probablemente debido a que los poros facilitan la deformación plástica provocada por el indentador.

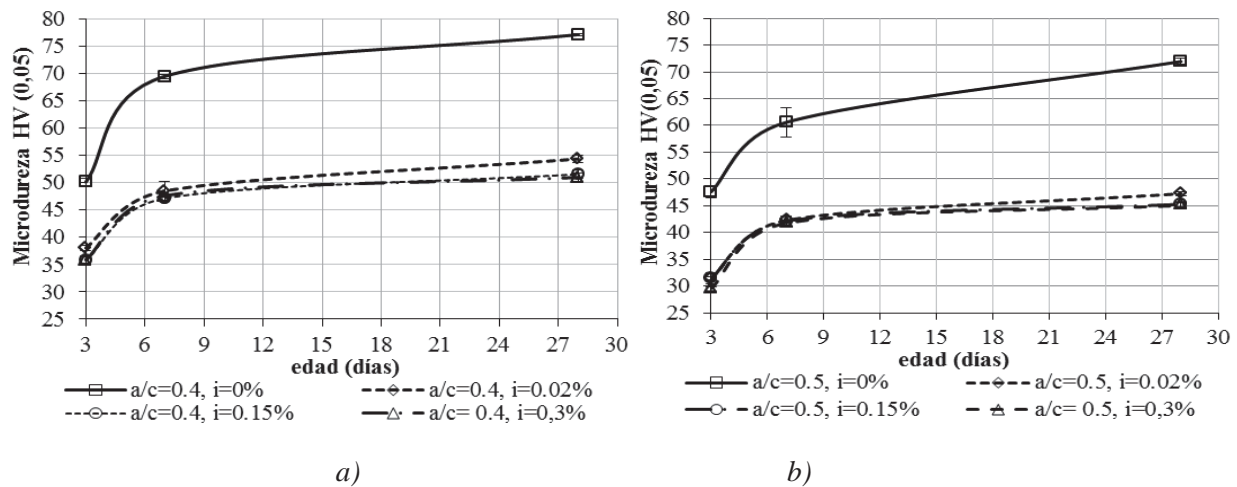


Figura 7.2: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de pastas de cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación  $a/c=0.4$ ; b) Relación  $a/c=0.5$

### 7.1.3 Microdureza Vickers de pastas de cemento con aditivo superplastificante

Se analizó la microdureza de las muestras de pasta de cemento con y sin aditivo superplastificante. Los resultados se presentan en la Figura 7.3. Como podemos ver la microdureza aumenta con el aumento de la edad de hidratación. Los valores de microdureza Vickers obtenidos para las muestras sin y con superplastificante son muy parecidos, la diferencia máxima entre los valores es 4.6%.

Con la técnica de microdureza Vickers no se detectan diferencias significativas provocadas por el aditivo superplastificante.

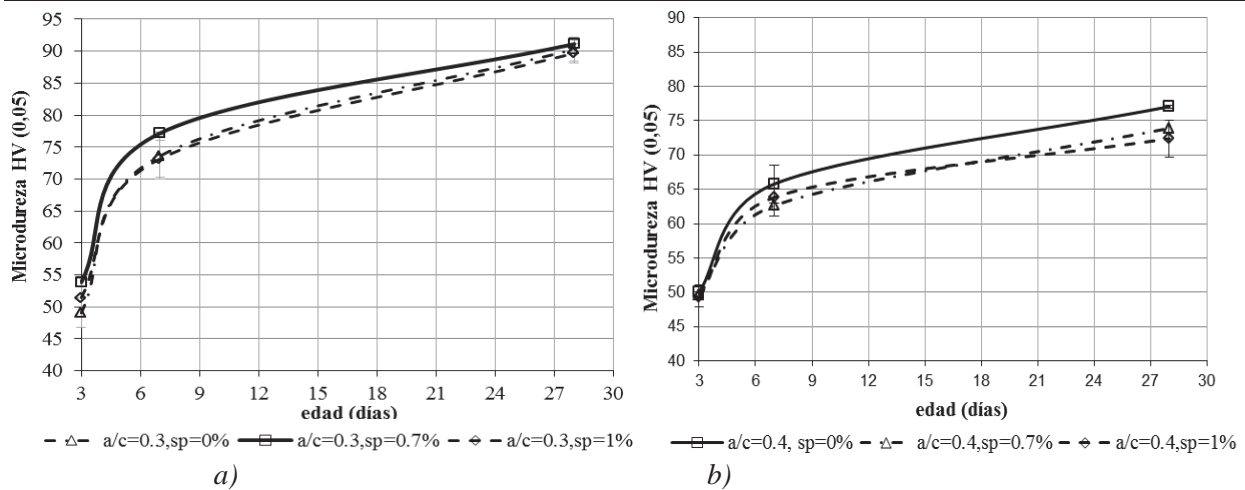


Figura 7.3: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de pastas de cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación  $a/c=0.3$ ; b) Relación  $a/c=0.4$

## 7.2 Microdureza Vickers de la matriz de cemento en morteros.

En la presente parte se muestran y explican los resultados obtenidos del ensayo de microdureza Vickers de morteros sin y con aditivo inductor de aire y superplastificante.

### 7.2.1 Microdureza Vickers de la matriz de cemento en morteros sin aditivo.

Se analizó la microdureza Vickers de la matriz de pasta de cemento de muestras de mortero con las diferentes relaciones  $a/c$  y edades de hidratación. Los resultados se presentan en la Figura 7.4.

Existe una diferencia entre los valores de la microdureza en muestras con diferentes relaciones  $a/c$  y edad de hidratación. La microdureza Vickers disminuye con el aumento de relación  $a/c$  y aumenta con la edad de hidratación.

Hay que comentar que existe una gran dificultad de medición de microdureza de morteros, ya que están formados por partículas de arena y de pasta de cemento. El espacio entre partículas está formado por zonas de interfase, poros y productos de hidratación.

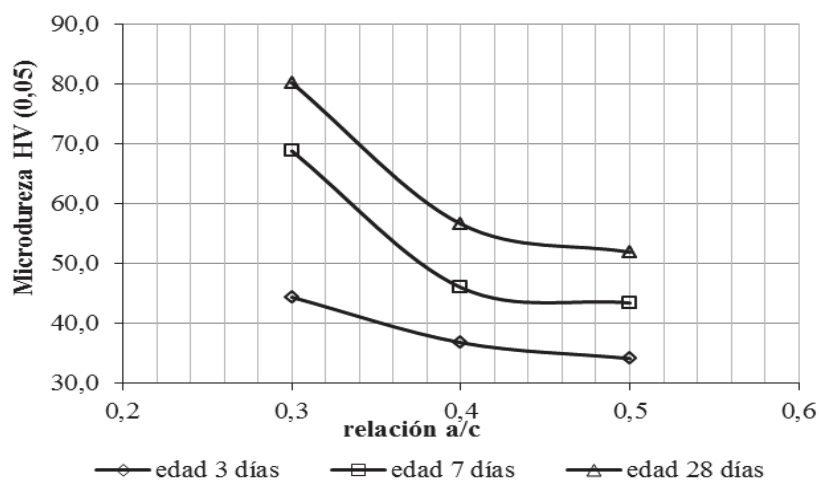


Figura 7.4: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de mortero



Comparando los valores de la microdureza Vickers de las pastas de cemento con las de mortero se obtiene la siguiente correlación de 2 orden, Figura 7.5.

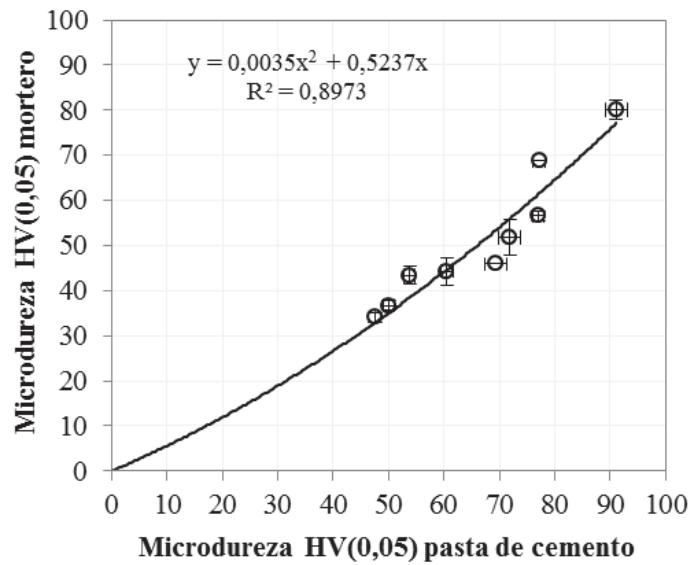


Figura 7.5: Correlación entre la microdureza Vickers de pasta de cemento y la de mortero

### 7.2.2 Microdureza Vickers de morteros con aditivo inclusor de aire

Se analizó la microdureza de las muestras de morteros con y sin aditivo de inclusor aire. Los resultados se presentan en la Figura 7.6. Como podemos ver la microdureza aumenta con el aumento de la edad de hidratación.

Existe una diferencia de la microdureza Vickers entre las muestras con y sin aditivo. Se observó que con el aumento del porcentaje de inclusor de aire la microdureza disminuye.

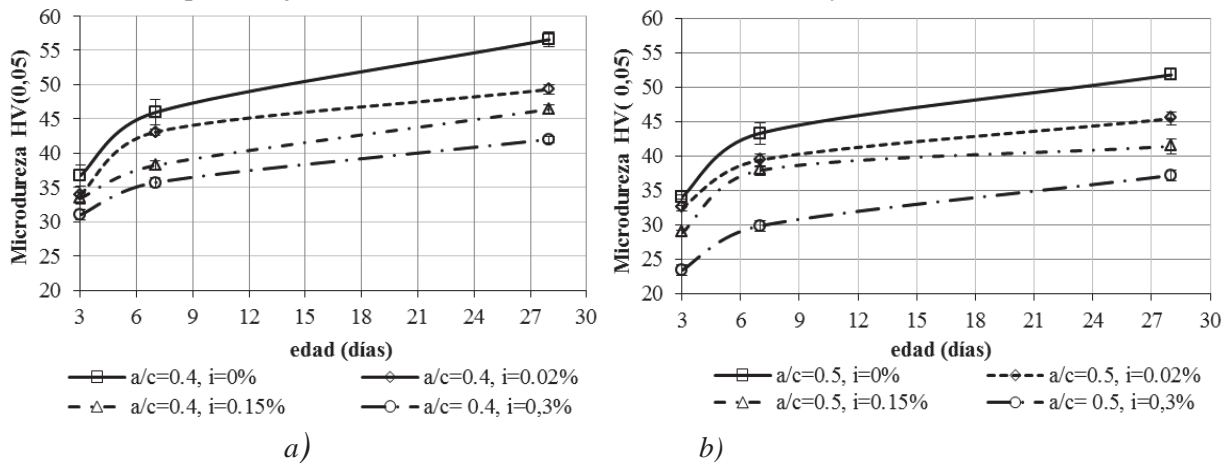


Figura 7.6: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de mortero cemento con y sin aditivo inclusor de aire: a) Relación a/c=0.4; b) Relación a/c=0.5

La microdureza de la pasta en el mortero es más baja que la determinada en la pasta pura probablemente porque hay la ITZ de los granos de arena que restan resistencia de la pasta.

En el caso de la pasta pura, para la realización del ensayo se busca indentar en una zona sin huecos, lo que proporciona un resultado prácticamente independiente del contenido total de aire ocluido en la muestra.

En el caso del mortero el volumen de pasta “disponible” alejada de árido es menor y probablemente conlleva a ejecutar el ensayo más próximo de los vacíos de aire ocluido y por lo tanto se percibe en los resultados de microdureza el efecto del mayor contenido de aditivo y consecuentemente la mayor porosidad de la pasta.

### 7.2.3 Microdureza Vickers de morteros con aditivo superplastificante

Se analizó la microdureza de las muestras de morteros con y sin aditivo superplastificante. Los resultados se presentan en la Figura 7.7.

Para la relación  $a/c=0.3$  entre las muestras con y sin aditivo, la diferencia de valor de microdureza Vickers es menos de 1%. Para relación  $a/c=0.4$  existe una diferencia entre muestra sin y con superplastificante inferior a 5%. Así que no se detecta, con la técnica de microdureza Vickers, diferencias significativas provocadas por el superplastificante.

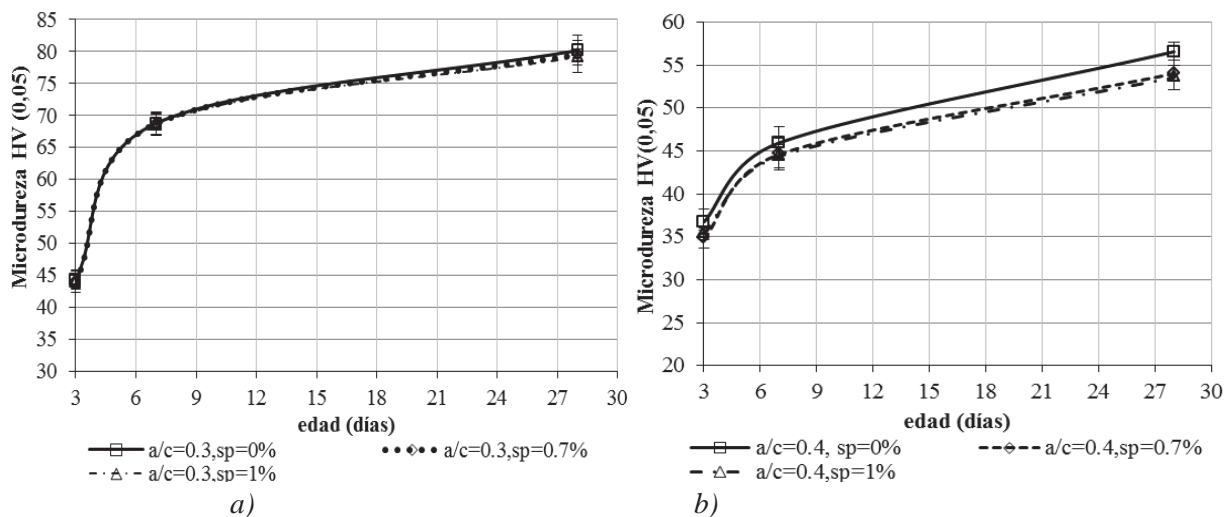


Figura 7.7: Resultados del ensayo de microdureza Vickers de muestras de mortero cemento con y sin aditivo superplastificante: a) Relación  $a/c=0.3$ ; b) Relación  $a/c=0.4$

### 7.3 Estudio de la microestructura de pastas de cemento con inclusión de áridos aplicando el ensayo de microdureza Vickers

Se determinó la microdureza Vickers de muestras de pastas de cemento con inclusión de áridos de diferentes naturalezas (AN, AC y AH) y también la microdureza Vickers de muestras de pastas de cemento con inclusión de árido reciclado de hormigón con las diferentes condiciones de humedad (AH, AHsat y AHea). En los gráficos presentados a continuación se muestran los valores de microdureza a partir de la superficie del árido.

### 7.3.1 Estudio de la microestructura de pastas de cemento con inclusión de áridos de diferentes naturalezas

En las figuras mostradas a continuación (de 7.8 a 7.11) se presentan los resultados de la variación de microdureza Vickers a partir de la superficie del árido de muestras con inclusión de diferentes tipos de áridos. El primer valor corresponde a la microdureza en la superficie del árido.

El valor más bajo de la microdureza se registra en la primera indentación fuera del árido y a una distancia de 100  $\mu\text{m}$ . Consideramos este valor como el de la ITZ con esta técnica. Aunque el valor no fuera exactamente el de la verdadera ITZ, por lo menos si es representativo de la zona más afectada por el árido.

A medida que nos alejamos de la superficie del árido tendemos a un mismo valor de microdureza que es el valor de la pasta y esta distancia está alrededor de 1mm.

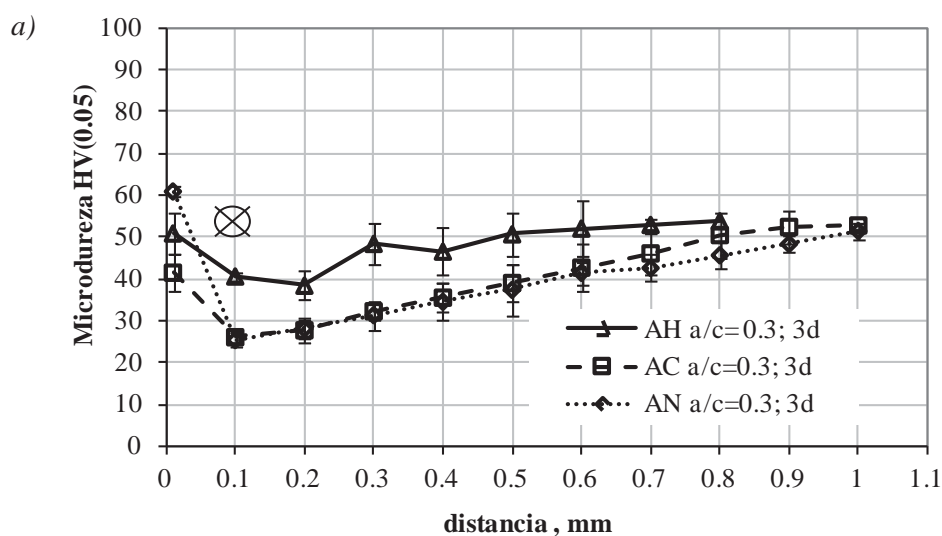
La pasta se ve afectada por el árido hasta aproximadamente 1mm probablemente porque al introducir el árido en un lecho de pasta no limitado, que es distinto a las condiciones normales de preparación de un hormigón, la transición entre la ITZ y la pasta normal es mucho más ancha.

En los gráficos, y para 0,1mm de distancia se ha colocado el valor de la microdureza de la pasta sin árido, extraído de la figura 6.1. Como puede verse, este punto marca la diferencia entre la microdureza de la ITZ y la de la pasta de cemento.

$-a/c=0,3$

Para la relación  $a/c=0.3$  las diferencias entre las muestras con árido natural y con árido cerámico (AN y AC) no son muy notables. En ningún caso el valor de la microdureza en la ITZ de la muestra con árido de hormigón reciclado (AH) es inferior al de la ITZ de las muestras con árido natural o con árido cerámico.

Se observa que la diferencia entre la microdureza de la pasta y la de la ITZ se hace más notable a medida que aumenta la edad de hidratación.



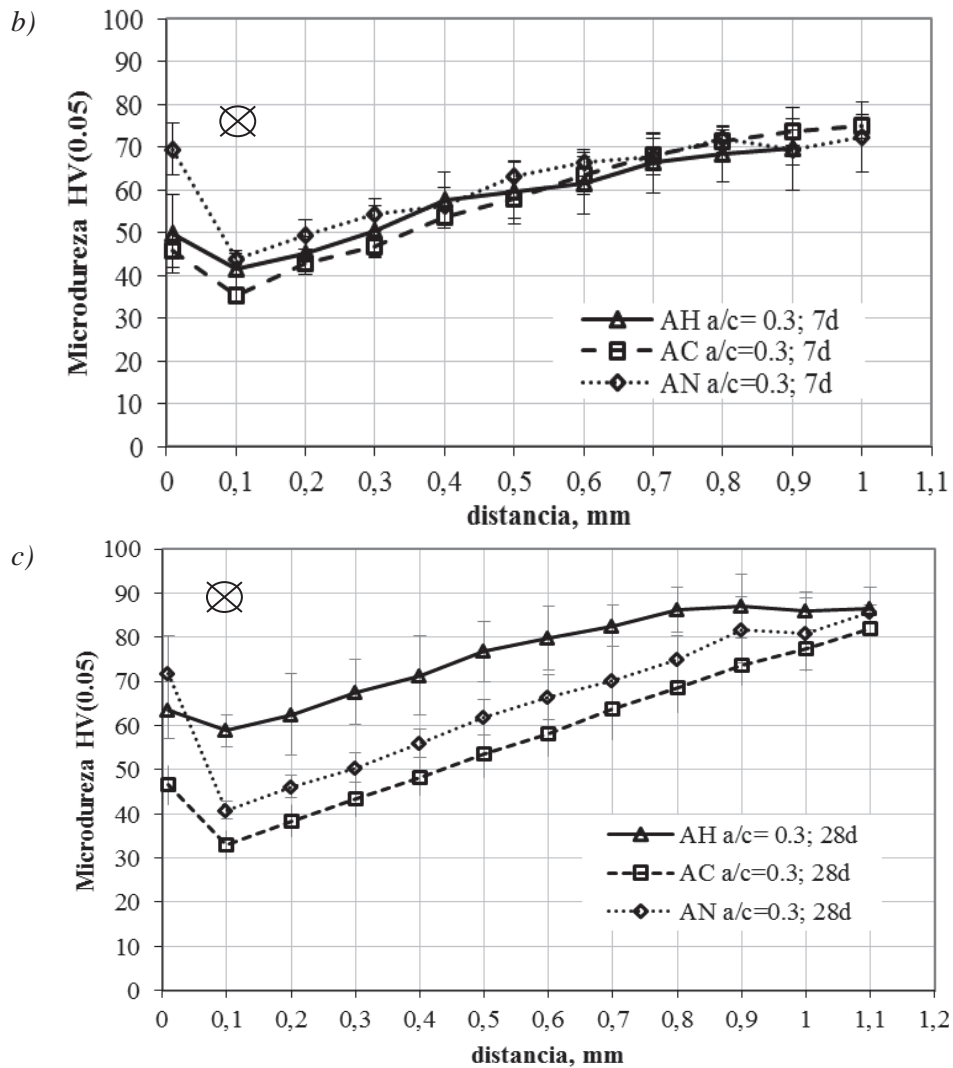


Figura 7.8: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC y AH con relación  $a/c=0.3$

#### $-a/c=0,4$

Para  $a/c=0.4$  la microdureza de la ITZ de las muestras con árido cerámico (AC) está del orden de un 20% por debajo de las muestras con árido natural (AN). La microdureza Vickers de la ITZ de las muestras con árido reciclado de hormigón (AH) es del mismo orden de la de las muestras con árido natural (AN).

En ningún caso el valor de la microdureza en la ITZ de las muestras AH es inferior a de la ITZ de las muestras AN o AC.

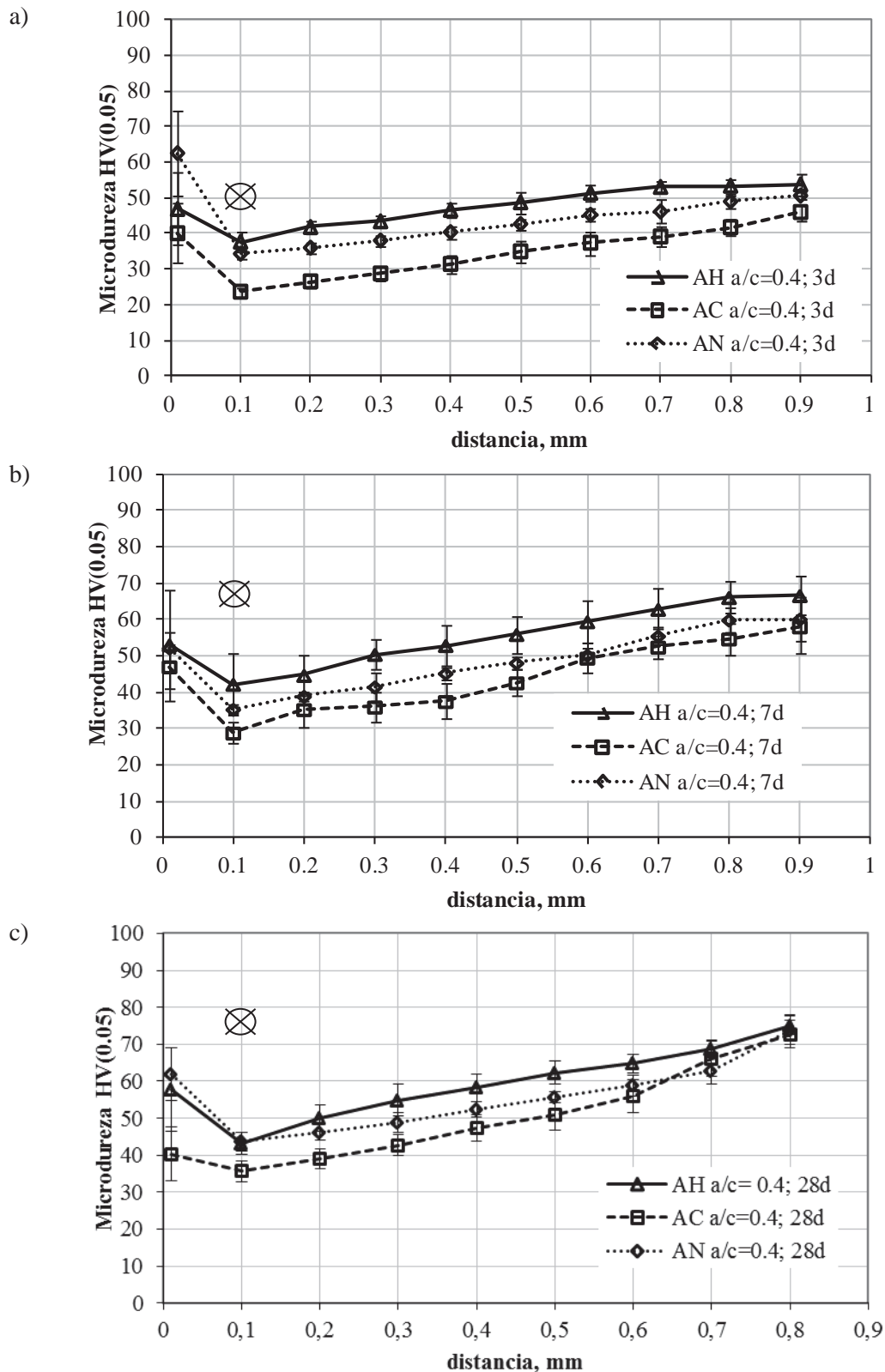


Figura 7.9: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC, AH con relación  $a/c=0.4$

$-a/c=0,5$

Igual que los casos anteriormente citados, podemos ver que la microdureza de la pasta y de la ITZ aumenta con el aumento de la edad de hidratación en todos los casos.

Para  $a/c=0.5$  apenas se nota diferencia entre los tipos de árido, aunque en los casos en que se observan diferencias se mantiene la tendencia descrita anteriormente, es decir la microdureza de la ITZ de las muestras  $AC \leq AN \leq AH$

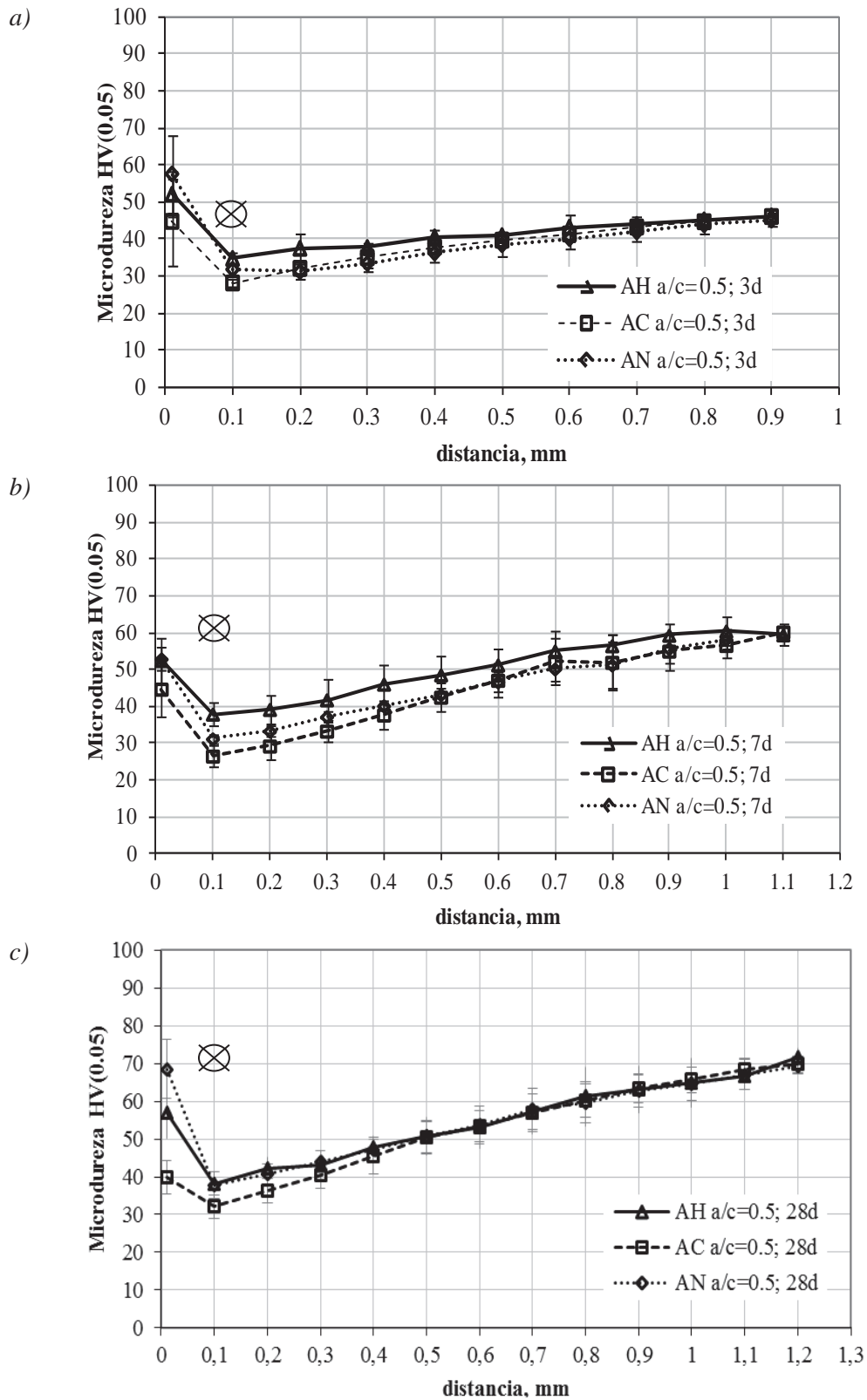


Figura 7.10: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC, AH con relación  $a/c=0.5$

$-a/c=0.6$

El comportamiento observado en las muestras preparadas con pasta de relación  $a/c=0.6$  es similar al identificado para  $a/c=0.5$ . Apenas se nota diferencia entre los tipos de árido, aunque en los casos en que se observan diferencias se mantiene la tendencia descrita anteriormente, es decir la microdureza de la ITZ de las muestras  $AC \leq AN \leq AH$

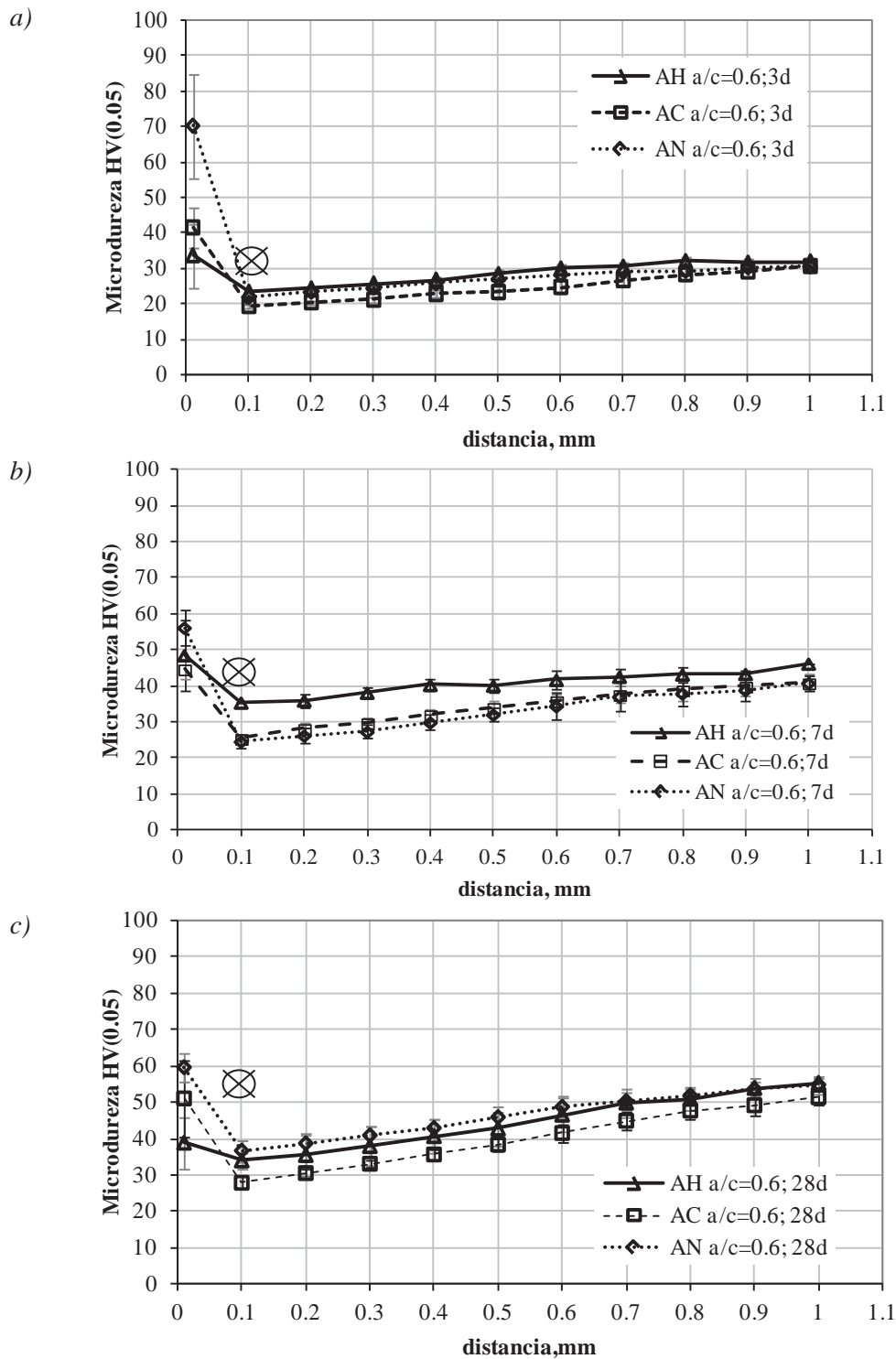
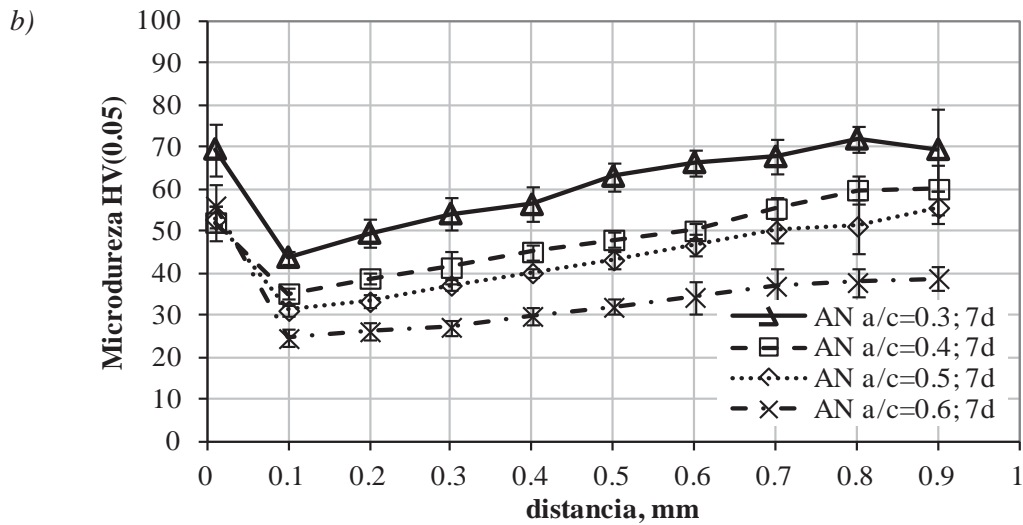
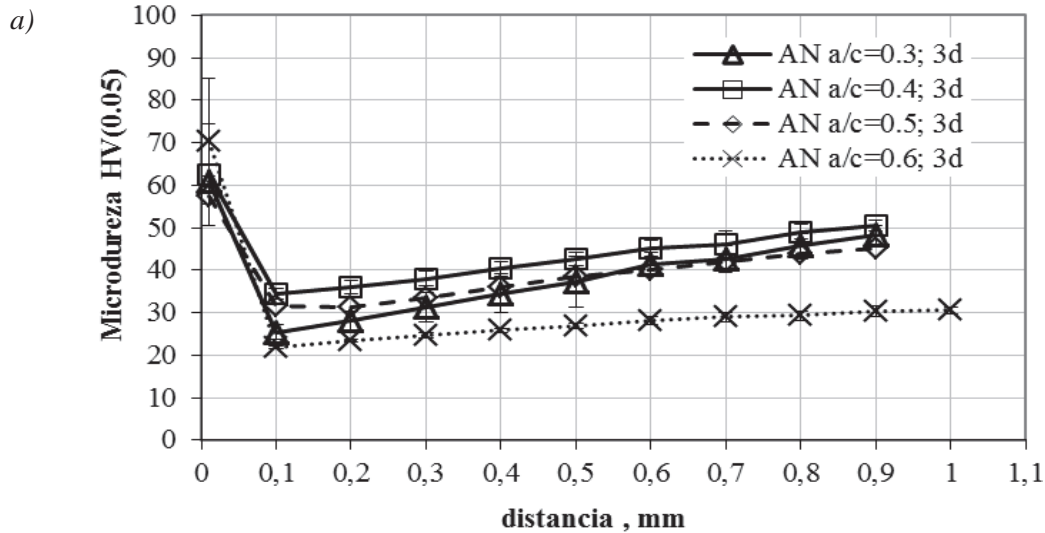


Figura 7.11: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AN, AC, AH con relación  $a/c=0.6$

Como podemos ver la microdureza aumenta con el aumento de la edad de hidratación en todos los casos. En todas las edades y para las pastas estudiadas la microdureza de la pasta cerca del árido cerámico es la menor y la microdureza cerca del árido reciclado de hormigón es mayor.

A continuación se presentan en los gráficos 7.12 a 7.14 los resultados de la variación de la microdureza Vickers dependiendo de la relación a/c para muestras con inclusión de los áridos natural (AN), cerámico (AC) y reciclado de hormigón (AH).

-AN





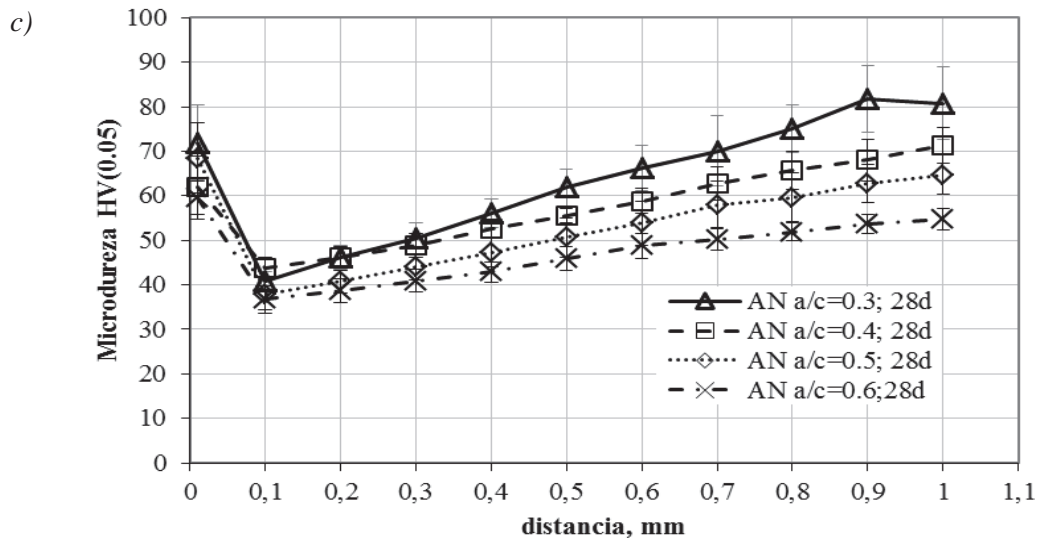
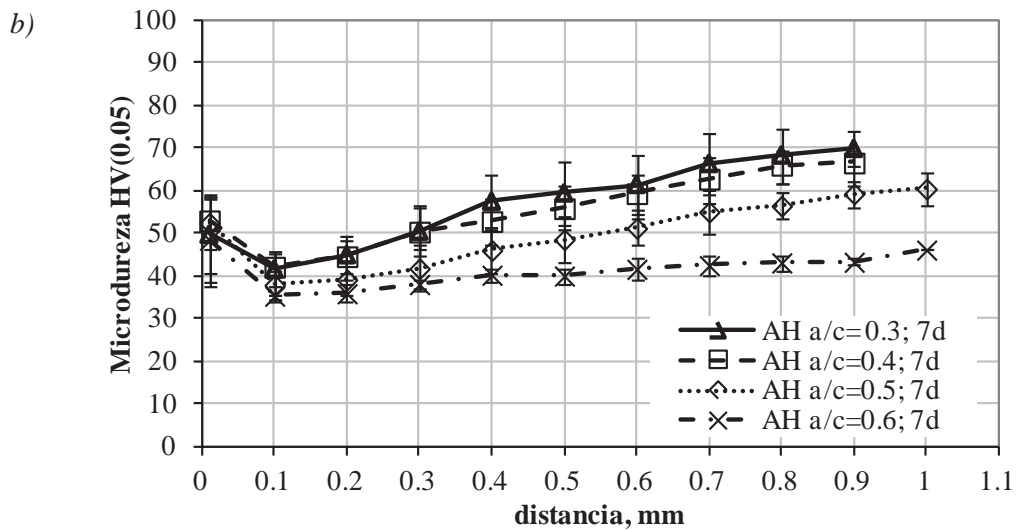
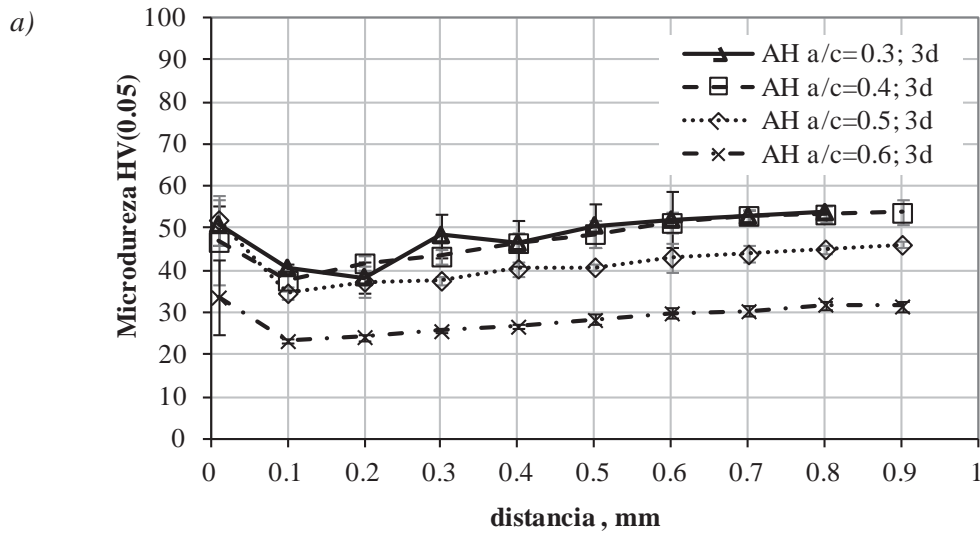


Figura 7.12: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido dependiendo de la relación  $a/c$  en las muestras con inclusión de árido natural (AN)

-AH



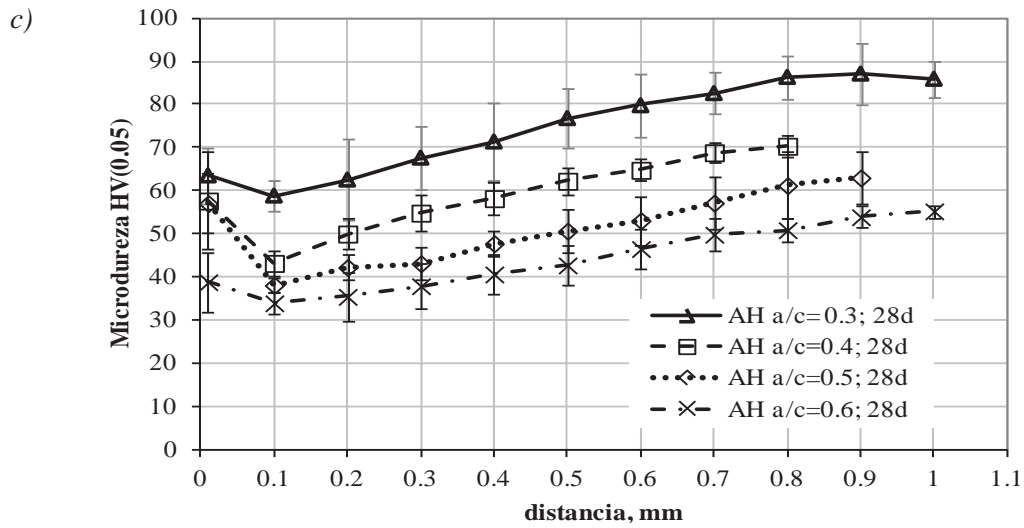
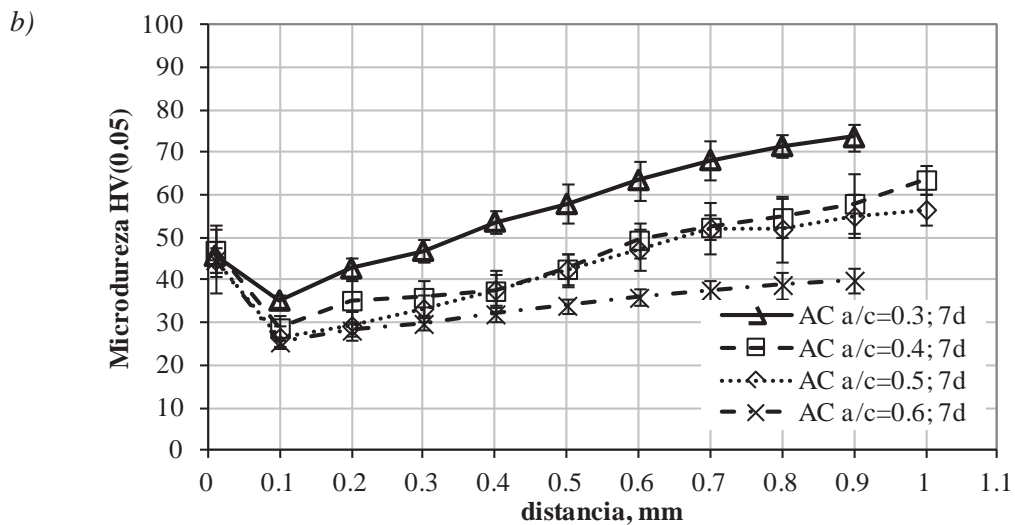
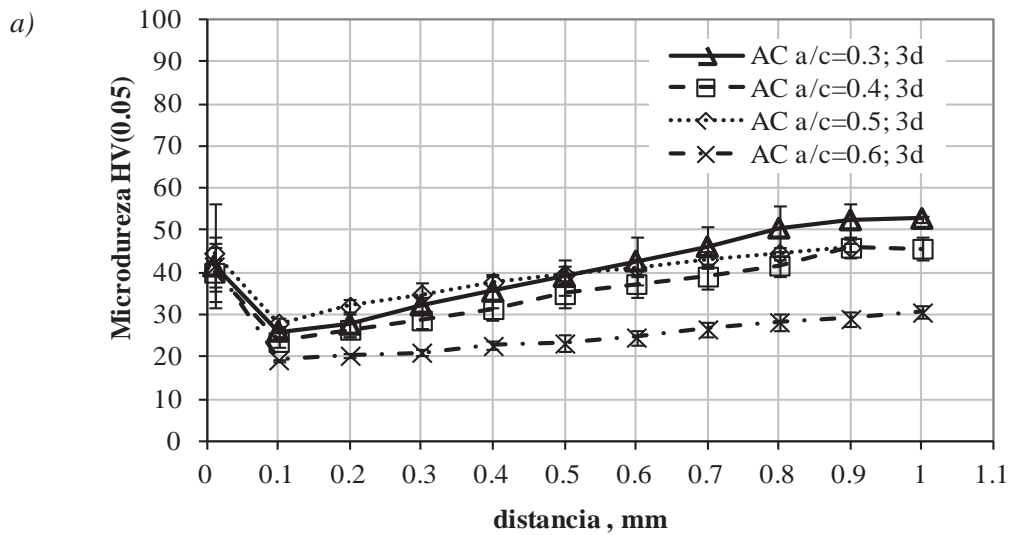


Figura 7.13: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido dependiendo de la relación a/c en las muestras con inclusión de árido reciclado de hormigón seco (AH).

-AC



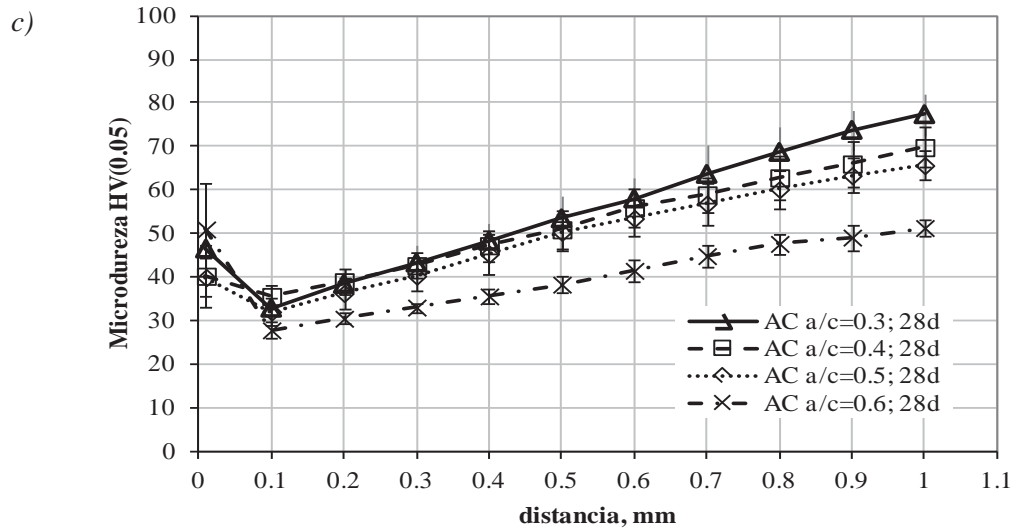


Figura 7.14: Variación de microdureza Vickers con la distancia del árido dependiendo de la relación  $a/c$  en las muestras con inclusión de árido cerámico (AC)

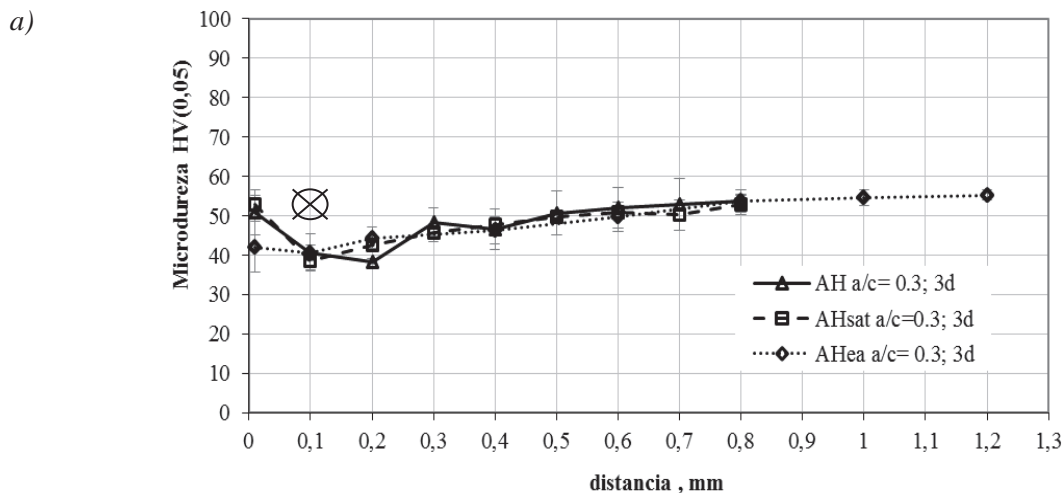
La microdureza de la ITZ y de la pasta varía dependiendo de la edad de hidratación y de la relación  $a/c$ . Con el aumento de  $a/c$  la microdureza disminuye tanto en la ITZ como en la matriz de la pasta de cemento en todos los casos estudiados.

La diferencia entre la microdureza de la ITZ y la de la pasta de cemento aumenta a medida que aumenta la edad de hidratación.

### 7.3.2 Estudio de la microestructura de pastas de cemento con inclusión de áridos de hormigón reciclado con diferentes condiciones de humedad

En las figuras mostradas a continuación, de 7.15 a 7.18, se presentan los resultados de la variación de microdureza Vickers a diferentes distancias del árido reciclado de hormigón para las muestras AH preparadas con áridos con diferentes condiciones de humedad: árido seco (AH), árido saturado superficie seca (AHsat) y árido saturado con exceso de agua (AHea)

$-a/c=0.3$ .



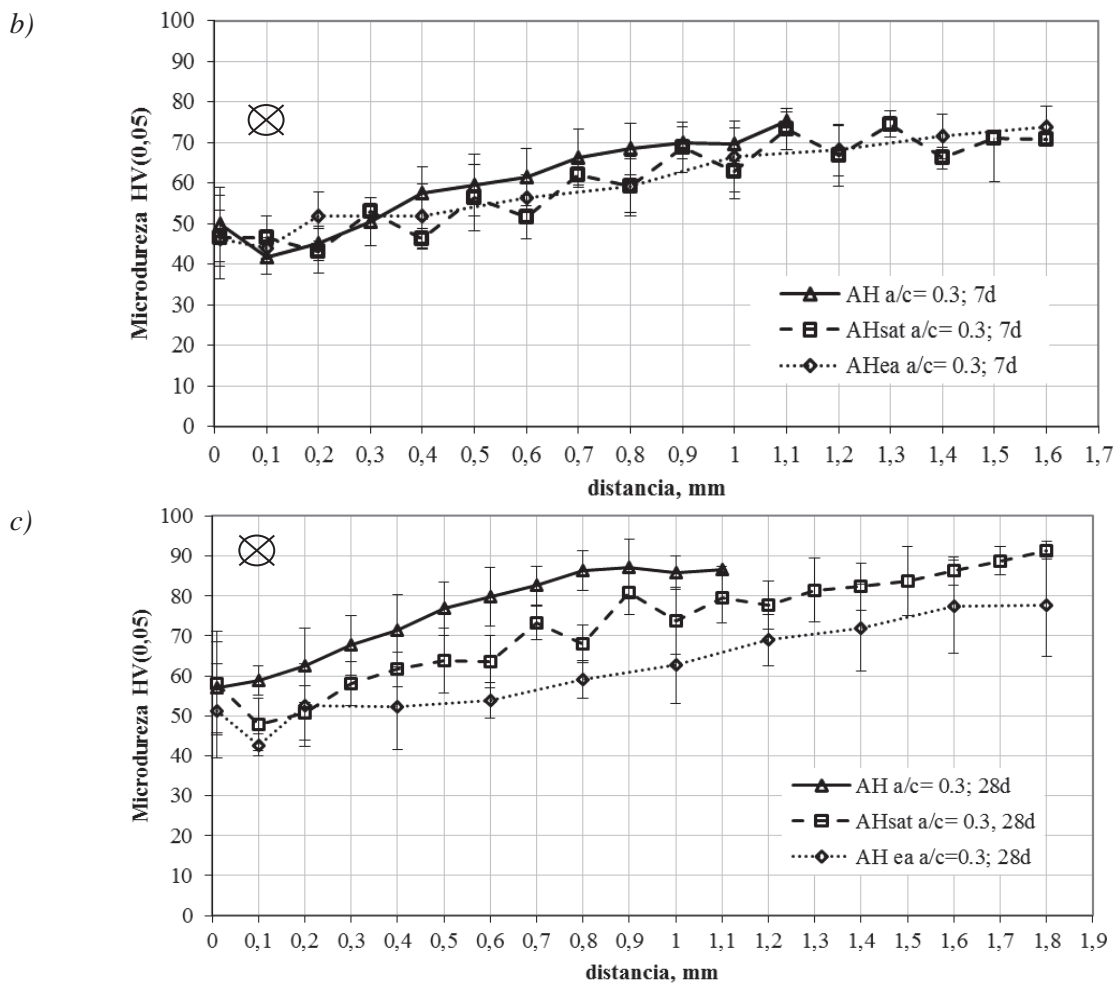


Figura 7.15: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHea con relación  $a/c=0.3$

A los 3 días de hidratación no se observa el efecto de la humedad del árido en la microdureza de la ITZ ni tampoco en la longitud de la zona afectada por el árido que es en las tres muestras igual a 0,8mm.

A los 7 días de hidratación tampoco se percibe diferencia en la microdureza de la ITZ de las tres muestras (AH, AHsat y AHea), pero se observa que la longitud de la zona afectada por el árido es algo superior en el caso de la muestra AHea.

En la edad de 28 días, se observan diferencias en la microdureza de la ITZ, y la del árido seco (AH) es superior a la de los otros dos. También se ve modificada la longitud de la zona afectada por el árido, especialmente la de la muestra AHea que es claramente mayor.

Se observa una tendencia del aumento de la microdureza a medida que se va alejando del árido.

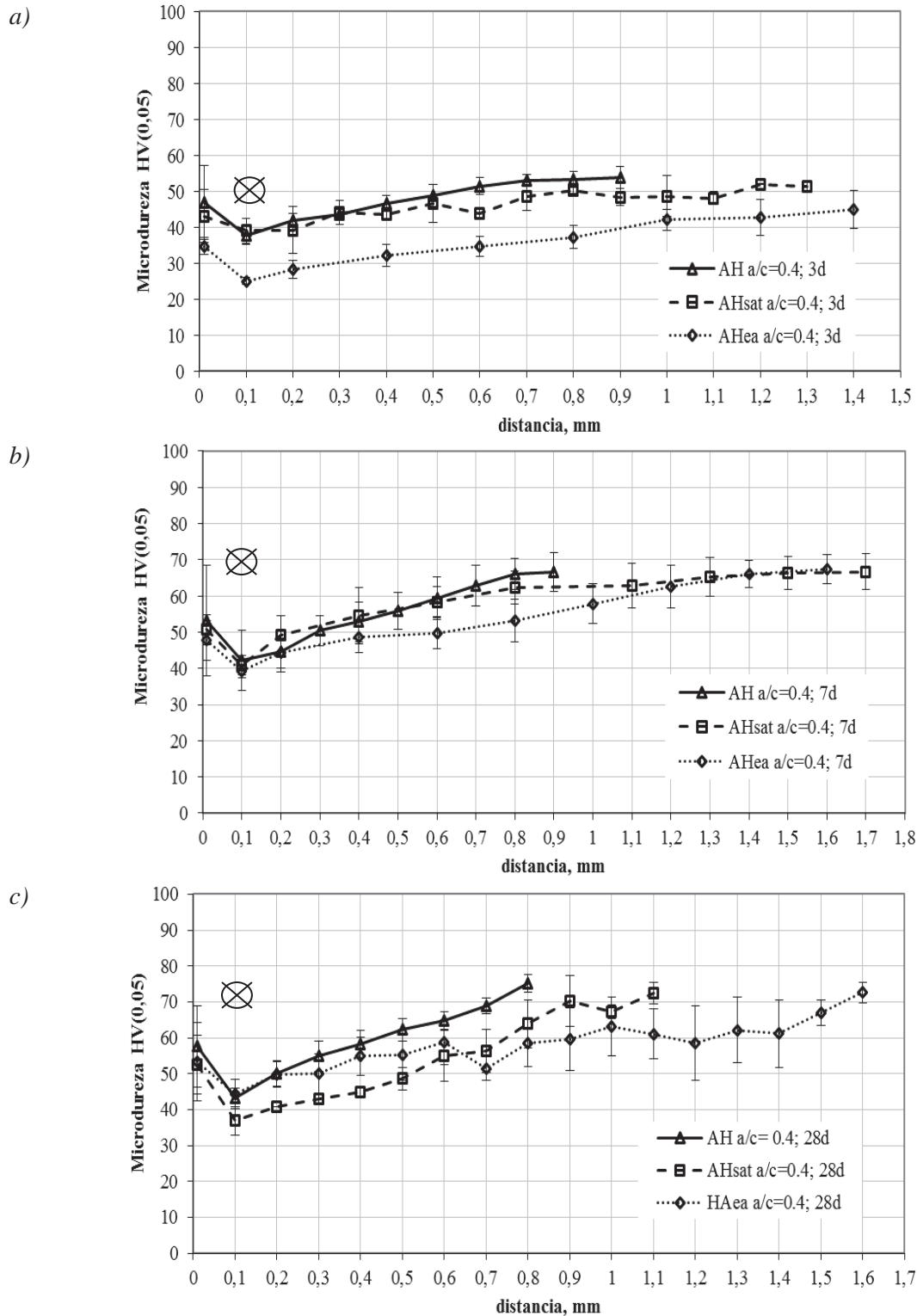
$-a/c=0.4$ 

Figura 7.16: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHea con relación  $a/c=0.4$

A la edad de 3 días en las pastas con  $a/c=0.4$  la microdureza de la pasta cercana al árido que presenta exceso de agua es ligeramente inferior.

Para todas las edades, la longitud de la zona afectada por el árido es mayor para la muestra AHea. El efecto del exceso de agua se mantiene hasta aproximadamente 1.6 mm de distancia del árido.

- $a/c=0.5$  y  $a/c=0,6$

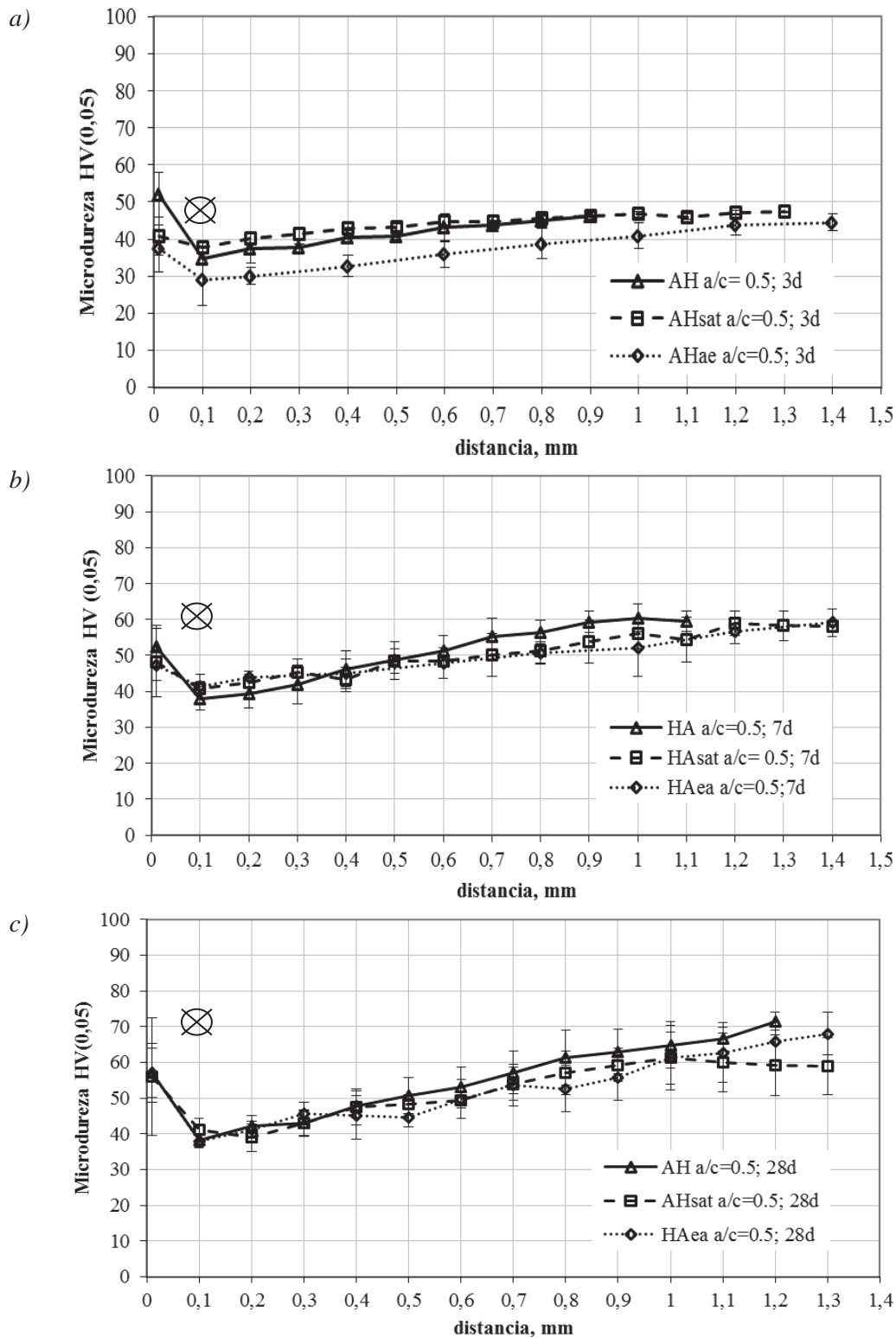


Figura 7.17: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHae con relación  $a/c=0.5$

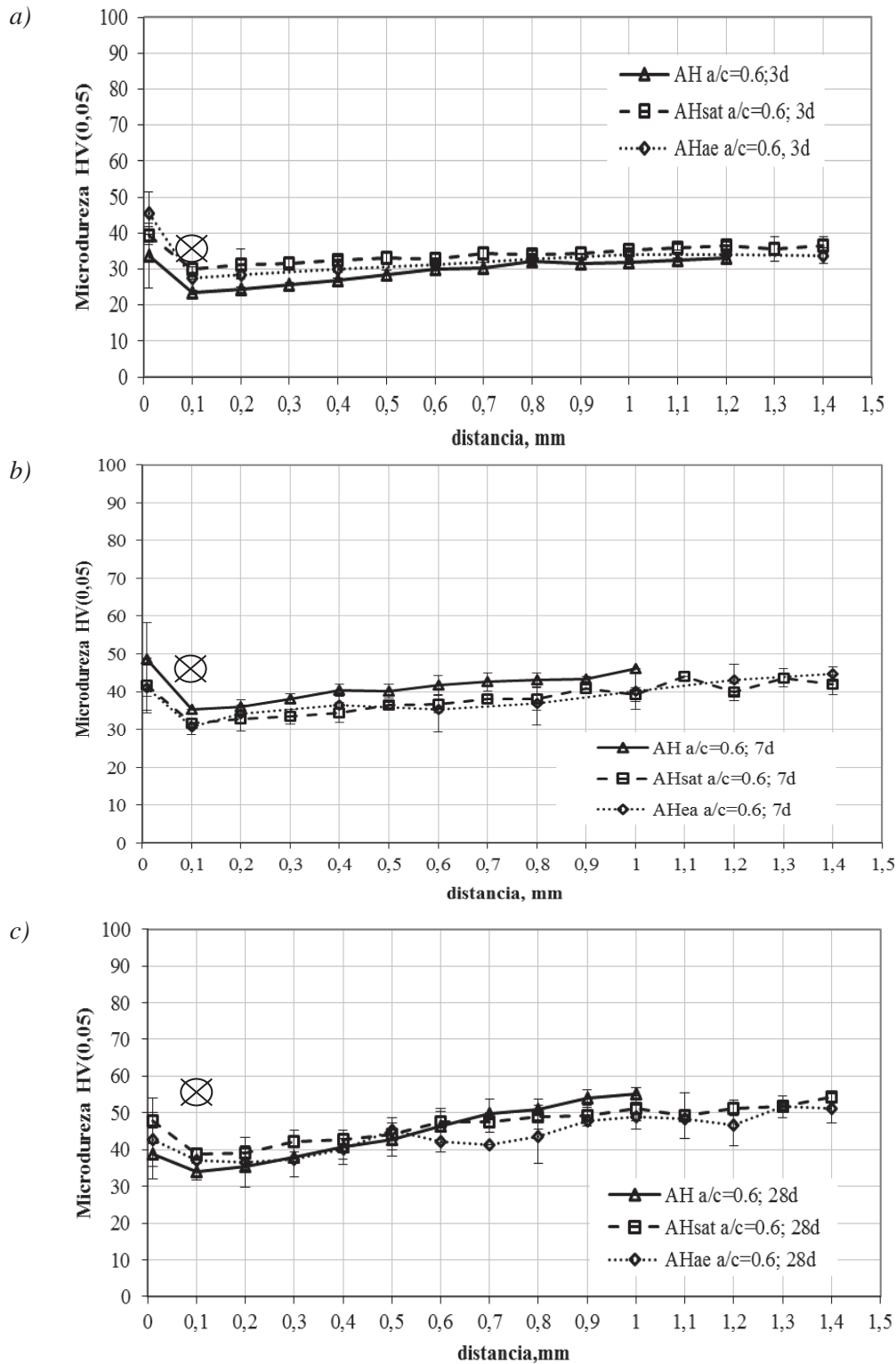


Figura 7.18: Valoración de microdureza Vickers con la distancia del árido: muestras AH, AHsat, AHae con relación  $a/c=0.6$

Como podemos ver en todas las edades la microdureza Vickers alcanza valores parecidos.

De los resultados obtenidos se confirma que la microdureza de la pasta aumenta con la edad de hidratación y que el punto de inflexión está a una distancia entre 0.1 y 0.2 mm del árido.

Para  $a/c=0.5$  y  $a/c=0.6$ , la microdureza varía dependiendo de la edad de hidratación y de la relación  $a/c$  pero no varía con las condiciones de humedad del árido AH.

#### 7.4 Conclusiones particulares

Existe una influencia del porcentaje del aditivo inclusor de aire añadido tanto a las propiedades físicas y mecánicas, como micro mecánicas de pastas de cemento y de mortero, debido a la microestructura que se forma.

La microdureza Vickers en las pastas de cemento y en los morteros disminuye con el aumento de relación  $a/c$ , debido a que con el aumento de la relación  $a/c$  la pasta es menos densa y más porosa, y aumenta con la edad de hidratación, debido a que el grado de hidratación aumenta y la densidad de pasta aumenta también.

Los valores de microdureza Vickers obtenidos para diferentes porcentajes de inclusor de aire en las muestras de pastas de cemento son parecidos entre sí, pero existe una diferencia entre valores de microdureza Vickers de muestras con y sin aditivo. Se observó que con el aumento del porcentaje de inclusor de aire la microdureza de la pasta de cemento disminuye, debido a la formación de una microestructura más porosa.

Con el aumento del porcentaje de inclusor de aire en los morteros la microdureza disminuye. La misma tendencia sigue la resistencia a compresión.

No existe correlación entre la microdureza Vickers de pasta con aditivo inclusor de aire y la resistencia mecánica de morteros con el mismo aditivo.

La correlación entre la microdureza de las pastas con aditivo superplastificante y la resistencia a compresión de los correspondientes morteros es poco significativa, Figura 7.19.

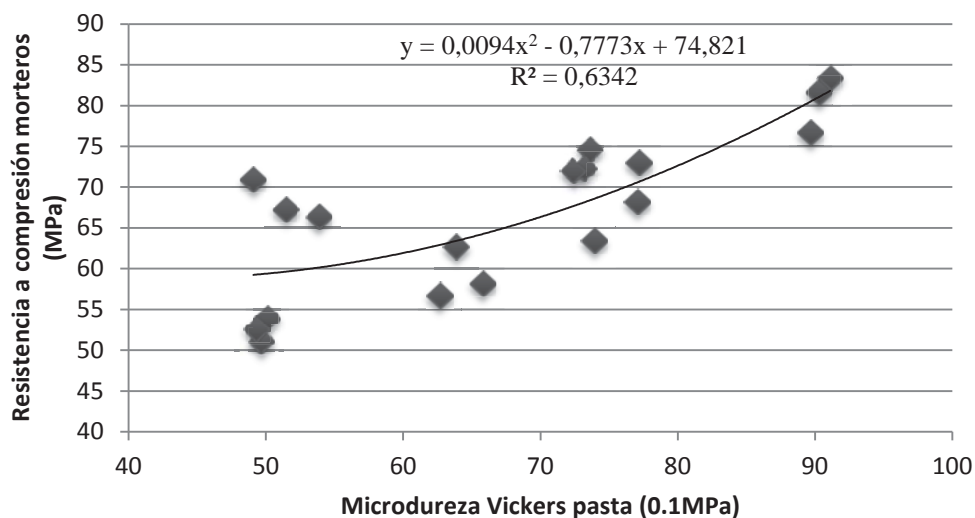


Figura 7.19: Correlación entre la microdureza de las pastas con y sin superplastificante y la resistencia a compresión de los morteros con y sin superplastificante



Para los parámetros estudiados existe una buena correlación entre la microdureza de los morteros con y sin aditivo superplastificante y la resistencia a compresión de los mismos, Figura 7.20.

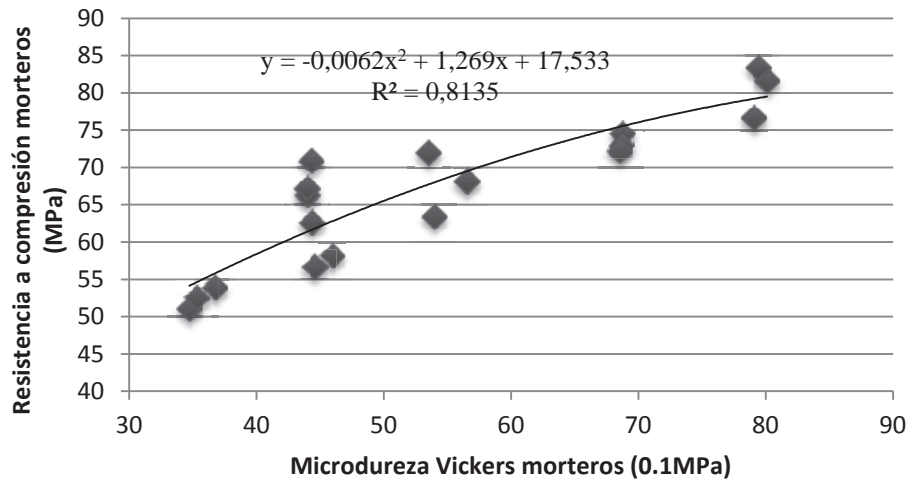


Figura 7.20: Correlación entre microdureza Vickers y resistencia a compresión de morteros con y sin aditivo superplastificante

Para los parámetros estudiados existe una buena correlación entre la microdureza de los morteros con y sin aditivo inductor de aire y la resistencia a compresión de los mismos, Figura 7.21.

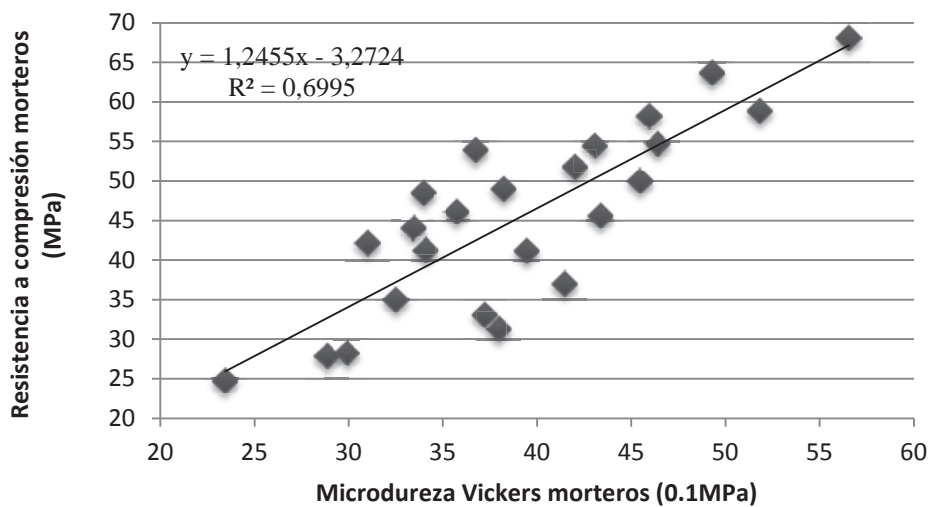


Figura 7.21: Correlación entre microdureza Vickers y resistencia a compresión de morteros con aditivo inductor de aire

Para los parámetros estudiados existe una buena correlación entre la microdureza de los morteros con aditivos y la resistencia a compresión de los mismos, Figura 7.22.

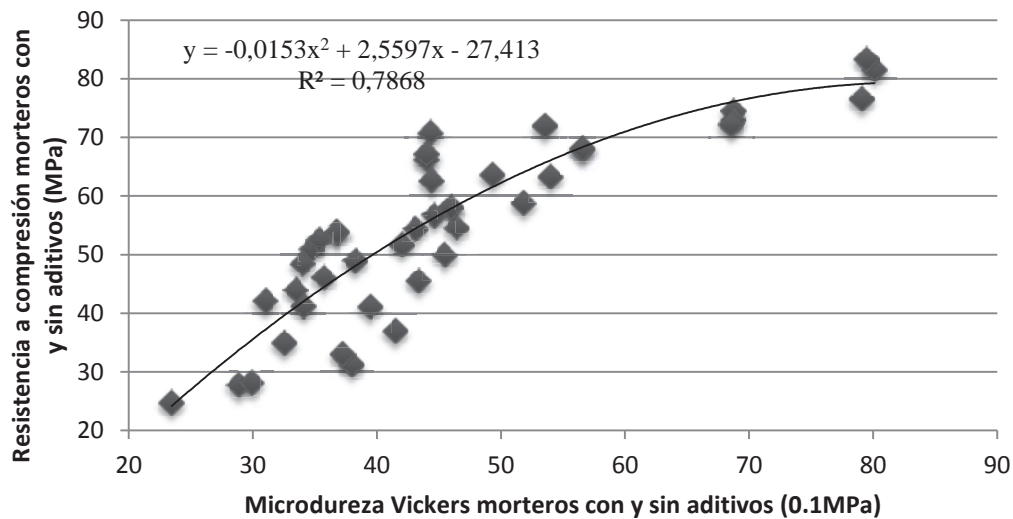


Figura 7.22: Correlación entre microdureza Vickers y resistencia a compresión de morteros con y sin aditivos. 42 resultados. (4% de inductor de aire y 3% de superplastificante), 3 relaciones a/c (0,3 – 0,4 – 0,5) y 3 edades.

La microdureza Vickers, tanto en la matriz de la pasta como en la ITZ, aumenta con la edad de hidratación y el punto de inflexión (la interfase) está a una distancia entre 0.1mm y 0.2 mm del árido.

El valor de la microdureza Vickers en la ITZ (0-200 $\mu$ m desde la superficie del árido) es menor que en el resto de la matriz de la pasta en las todas muestras analizadas.

La microdureza Vickers en las pastas de cemento con inclusión de áridos varía dependiendo de la edad de hidratación, de la relación a/c, de la naturaleza de los áridos y de las condiciones de humedad del mismo.

La diferencia entre la microdureza de la pasta y la de la ITZ se hace más notable a medida que aumenta la edad de hidratación.

La microdureza de la ITZ apenas difiere entre el árido natural y el cerámico para a/c=0.3. La microdureza de la ITZ del árido AH siempre es superior a las de los otros dos áridos.

Para a/c=0.4 es notable la diferencia de la microdureza entre diferentes muestras en las edades tempranas de hidratación (3 y 7 días). La microdureza Vickers de las muestras AC está por debajo de la microdureza de las muestras AN y la microdureza de las muestras AH es superior a la de las muestras AN. A los 28 días de hidratación la diferencia entre valores de microdureza se reduce significativamente.

Para a/c=0.5 y a/c=0.6 apenas se nota diferencia en la influencia que ejercen los distintos tipos de árido sobre la microdureza de la ITZ aunque en los casos en que se observan diferencias se mantiene la tendencia descrita anteriormente, es decir la microdureza de la ITZ de las muestras  $AC \leq AN \leq AH$

En todas las muestras estudiadas la microdureza Vickers sigue la tendencia  $AC \leq AN \leq AH$ . En ningún caso el valor de la microdureza en la ITZ del AH es inferior a de la ITZ del AN o AC.

En las pastas de cemento con  $a/c=0.3$  y edad de 3 días de hidratación no se observa el efecto de la humedad del árido reciclado de hormigón en la microdureza de la zona cercana al árido (de 0-1.8mm). A 28 días de hidratación en estas pastas se observa la reducción del valor de microdureza de la pasta cercana al árido, cuando el último presenta exceso de agua en la superficie.

En las pastas con  $a/c=0.4$ , la microdureza de la pasta cercana al árido reciclado de hormigón que presenta exceso de agua es inferior. El efecto del exceso de agua se mantiene hasta aproximadamente 1.6 mm de distancia del árido.

Con relación  $a/c=0.5$  y  $a/c=0.6$  se observa la misma tendencia que en las pastas con  $a/c=0.4$ . La microdureza de la pasta cercana al árido reciclado de hormigón que presenta exceso de agua es inferior. El efecto del exceso de agua se mantiene hasta aproximadamente 1.5 mm de distancia del árido.

## Capítulo 8

## NANOINDENTACIÓN: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 8.1 Nanoindentación

Se aplicó el ensayo de nanoindentación para el estudio de la interfase árido-pasta. Las muestras analizadas se presentan en la Tabla 8.1.

Tabla 8.1: Nomenclatura de muestras analizadas

Edad	Relación a/c	Muestras				
		AH	AHsat	AHea	AN	AC
7 días	0.3+0.7% $m_c$ superplastificante	AH 0,3	AHsat 0,3	AHea 0,3	AN 0,3	AC 0,3
7 días	0.4	AH 0,4	AHsat 0,4	AHea 0,4	AN 0,4	AC 0,4
7 días	0.5	AH 0,5	AHsat 0,5	AHea 0,5	AN 0,5	AC0,5

El procedimiento del ensayo se explica en el apartado 5.4. Para la realización del ensayo se adaptó la profundidad máxima igual a 500 nm y coeficiente de Poisson igual a 0.25 fueron aplicados. El típico diagrama carga-deslizamiento obtenido se presenta en la Figura 8.1, de donde se obtiene la carga máxima aplicada en el ensayo de 12 mN y las deformaciones en las etapas de carga y descarga.

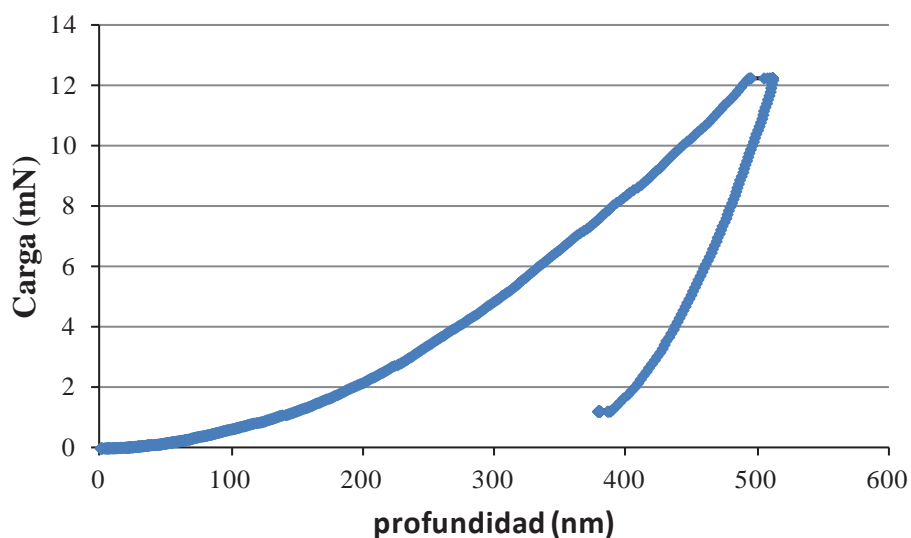


Figura 8.1: Diagrama carga-deslizamiento

Para realización del estudio de la microestructura formada se consideró los siguientes valores del módulo de elasticidad de las componentes de la pasta de cemento (ver la Tabla 3.3):

- Porosidad: 0-8 GPa
- CSH y cristales de etringita: 8-30 GPa
- Cristales de CH: 30-50 GPa
- Granos de cemento sin hidratar, árido natural:  $\geq 50$  GPa

### 8.1.1 Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido natural (muestras AN)

Para la interacción árido natural-pasta, de acuerdo con el concepto de Mehta y otros autores (Diamond, Scrivener) la zona de transición es una zona dentro de la pasta de cemento cercana al árido que será más débil que el resto de la pasta. Esta debilidad es debida a la mayor porosidad. También presenta mayor cantidad de CH y etringita. Las características de la ITZ varían con la relación agua cemento. Su resistencia disminuye con el aumento de la relación agua/cemento.

Se aplicó el ensayo de nanoindentación para el estudio de la microestructura de la ITZ y pasta de cemento en las muestras con inclusión de AN y diferentes relaciones a/c. A continuación se presenta los resultados de cada caso estudiado.

#### *-Muestra AN a/c=0.3 de 7 días de hidratación*

Se realizaron 200 mediciones del módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ . En la Figura 8.2 se presentan los valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.3 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

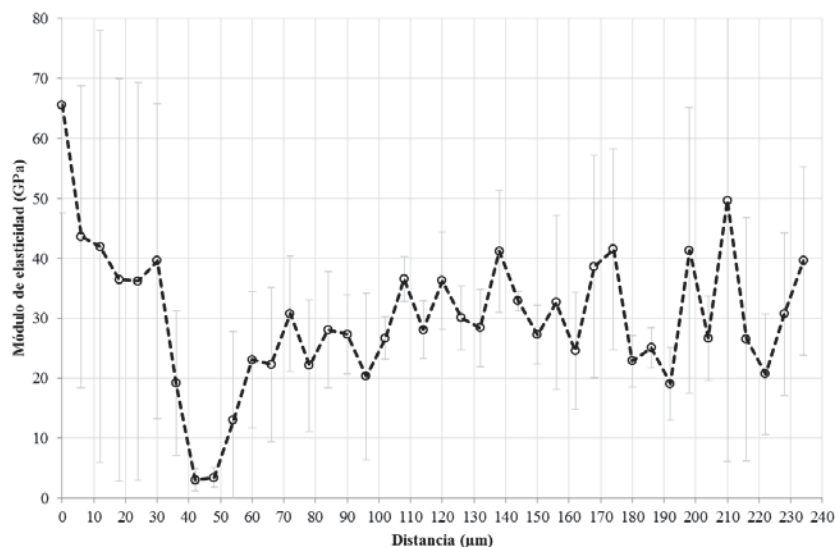


Figura 8.2: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AN 0.3

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir las tres fases de la microestructura: árido, ITZ y matriz de la pasta de cemento. Se observa que el árido natural tiene un módulo de elasticidad más alto que el de la pasta de cemento. La bajada brusca del valor medio del módulo de elasticidad se atribuye a un poro identificado visualmente justo en la superficie del árido. En la interfase, inmediatamente después de la superficie del árido se identifican los cristales de CH, CSH y/o etringita, puesto que por este método no se distingue el CSH de la etringita. También se percibe un bajo módulo de elasticidad (0-8Mpa) que corresponde a una elevada porosidad. El ancho medio de la ITZ de la zona estudiada es de 50  $\mu\text{m}$  (entre 25  $\mu\text{m}$  y 75  $\mu\text{m}$ ).

En la matriz de la pasta se identifican los cristales de CH, CSH y/o etringita y unos granos de cemento no hidratados. El módulo de elasticidad medio de la pasta es elevado lo que probablemente se explica por la formación de CSH de alta densidad ( $\text{CSH}_{\text{HD}}$ ).

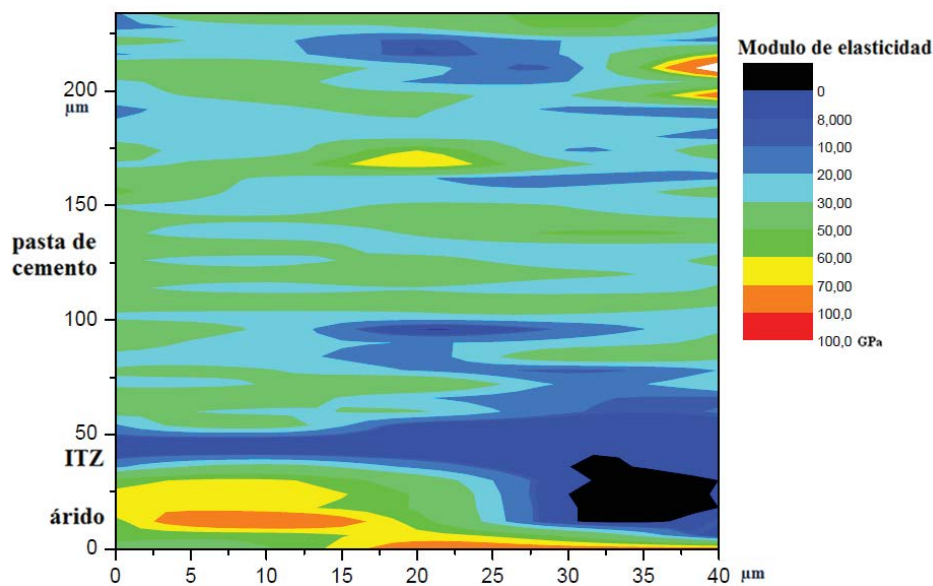


Figura 8.3: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AN0.3

#### **-Muestra AN a/c=0.4 de 7 días de hidratación**

Se realizó la medición de módulo de elasticidad en una zona de 40x234  $\mu\text{m}$ , obteniendo un total de 200 mediciones. En la Figura 8.4 se presentan valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.5 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

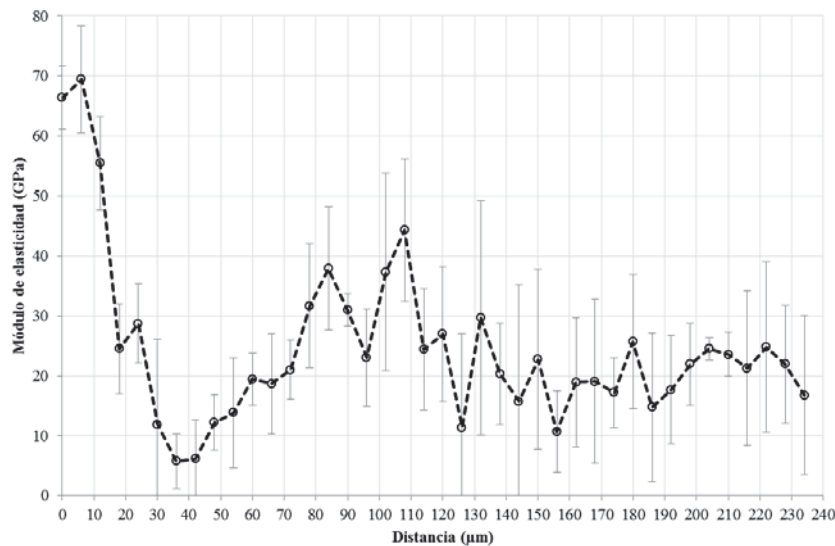


Figura 8.4: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AN0.4

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir las tres fases de la microestructura: árido, ITZ, y matriz de pasta de cemento. Se observa que el módulo de elasticidad del árido natural es más alto que el de la matriz de la pasta. Igual que en el caso anteriormente citado, en la interfase identificamos cristales de CH, CSH y/o etringita. Se identifica la presencia de poros tanto en la ITZ como en la pasta de cemento. A penas se nota diferencia entre el ancho medio de la ITZ para las relaciones agua/cemento 0,3 y 0,4.

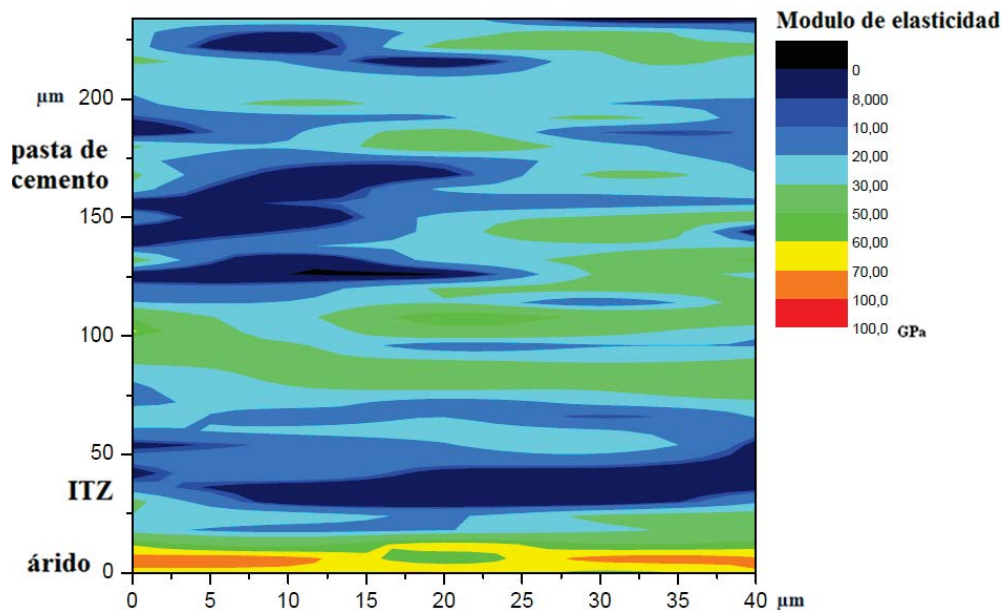


Figura 8.5: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AN0.4

#### -Muestra AN a/c=0.5 de 7 días de hidratación

En esta muestra se realizaron 200 mediciones del módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ . En la Figura 8.6 se presentan los valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.7 el mapa de distribución del módulo de elasticidad.

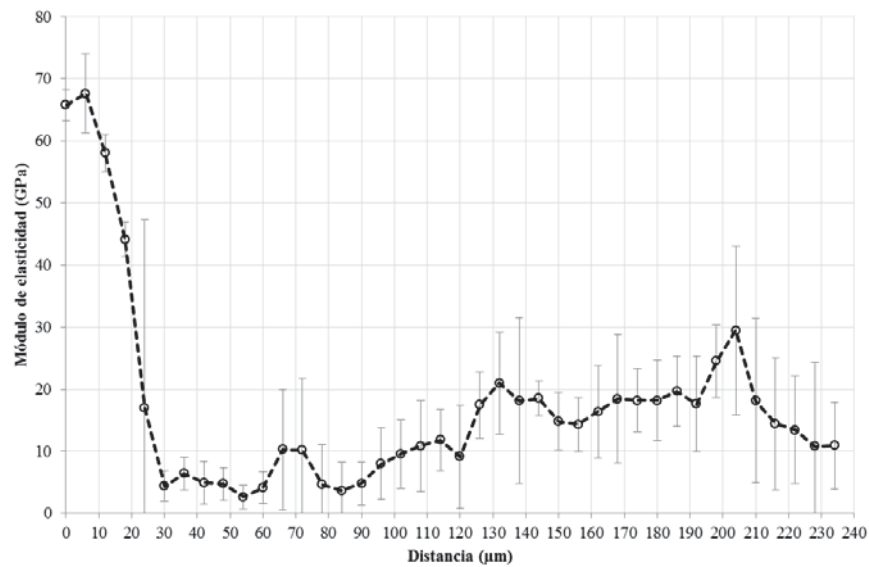


Figura 8.6 : Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AN0.5

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir las tres fases de la microestructura: árido, ITZ y matriz de la pasta. Se observa que el módulo de elasticidad del árido natural es más alto que el de la matriz de la pasta. En la interfase se identifican los cristales de CH, CSH y/o etringita y la porosidad es muy elevada (bajo módulo de elasticidad). El ancho medio de la ITZ es 100  $\mu\text{m}$ .

El módulo de elasticidad medio de la pasta es inferior a los de las pastas con relación a/c 0,3 y 0,4.

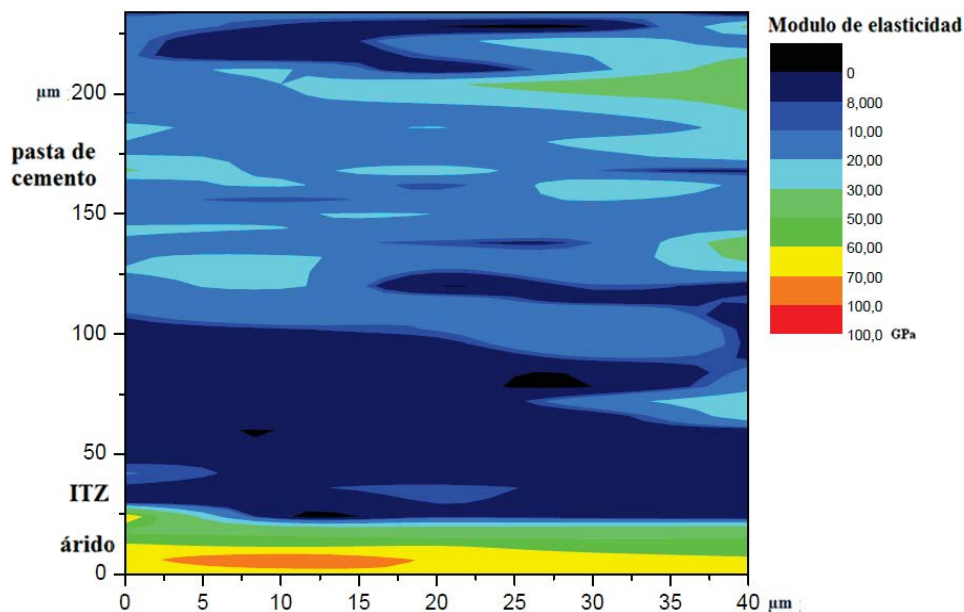


Figura 8.7: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AN0.5

Los resultados obtenidos en las muestras con árido natural y diferentes relaciones agua/cemento coinciden con la mayoría de los que figuran en la bibliografía expuesta en el apartado 3.1.3.

Comparando los resultados de la pasta de cemento alejada del árido se observa que el módulo de elasticidad disminuye con el aumento de a/c ( $E_{0,3} \geq E_{0,4} \geq E_{0,5}$ ). La misma tendencia se observa para la porosidad.



Este ensayo no permite medir con gran precisión el ancho de la ITZ. A pesar de ello, se registra un aumento del ancho de la ITZ a medida que aumenta la relación agua/cemento.

Considerando los mapas de distribución de E se aprecia que la ITZ en cuanto a su módulo de elasticidad va disminuyendo a medida que aumenta la relación a/c, fenómeno que se percibe claramente para muestra con a/c=0.5.

### 8.1.2 Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido cerámico (muestras AC)

Se estudió la microestructura de la ITZ y de la pasta de cemento de las muestras AC con diferentes relaciones a/c e inclusión de árido cerámico. A continuación se presentan los resultados de cada caso estudiado.

#### *-Muestra AC a/c=0.3 de 7 días de hidratación*

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.8 se presentan los valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.9 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

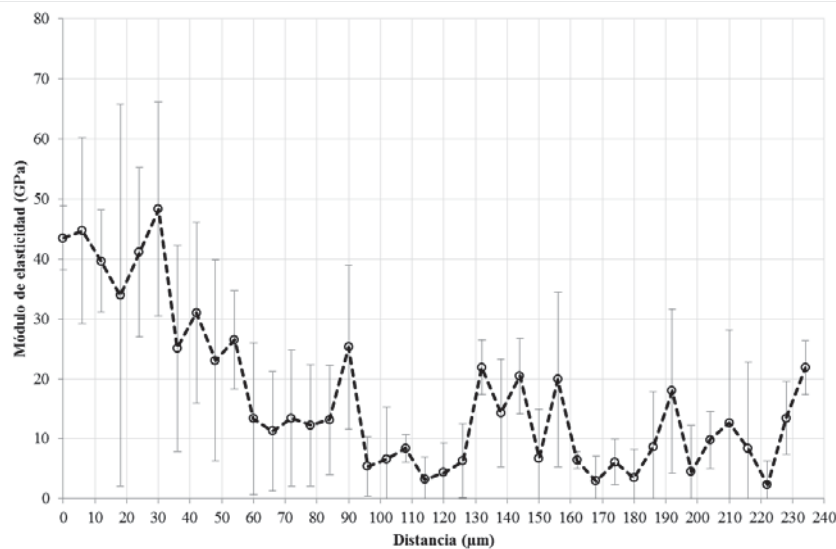


Figura 8.8: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AC0.3

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación no se pueden distinguir con la seguridad la ITZ. Se forma generalmente el CSH y/o etringita. Se identifica una gran presencia en toda ella y toda la zona es muy débil.

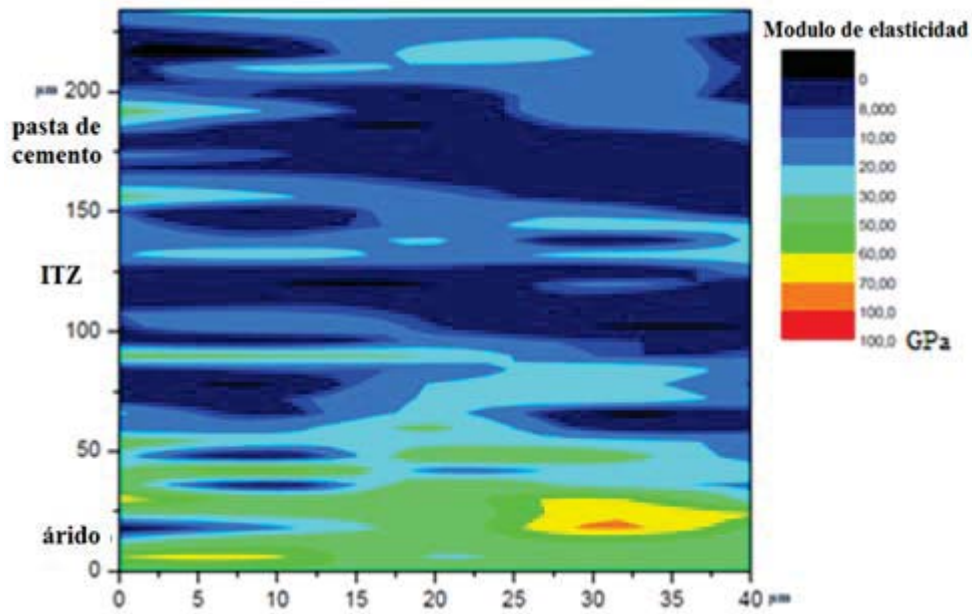


Figura 8.9: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AC0.3

#### -Muestra AC a/c=0.4 de 7 días de hidratación

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.10 se presentan los valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.11 el mapa de distribución de módulo de elasticidad.

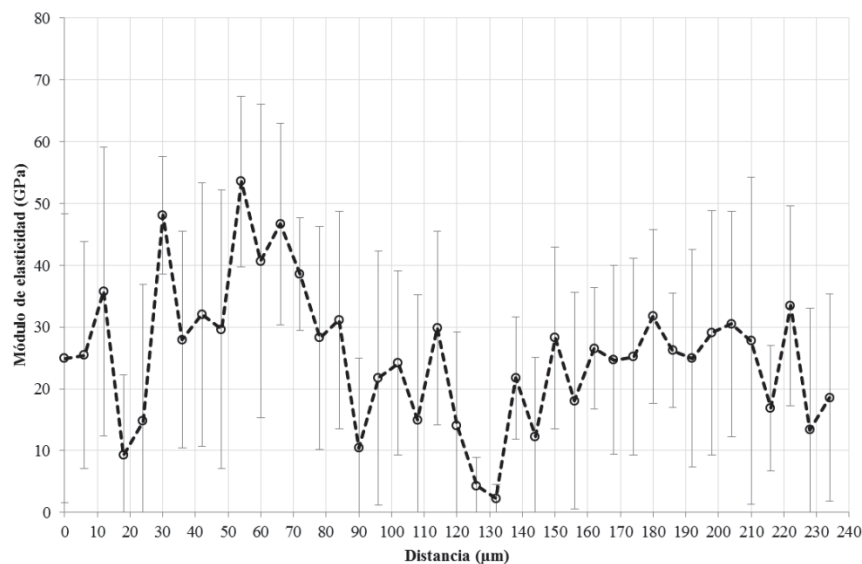


Figura 8.10: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AC0.4

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación es muy difícil distinguir las tres fases de la microestructura: árido, ITZ y matriz de la pasta. Hay una gran concentración de porosidad que comienza a  $120 \mu\text{m}$ , que es la contigua al árido.

Se observa que el árido cerámico es poroso y su módulo de elasticidad es parecido al de la matriz de pasta de cemento. En la pasta se identifica CSH y/o etringita y CH. Se observa la presencia de poros tanto en la pasta como en el árido.

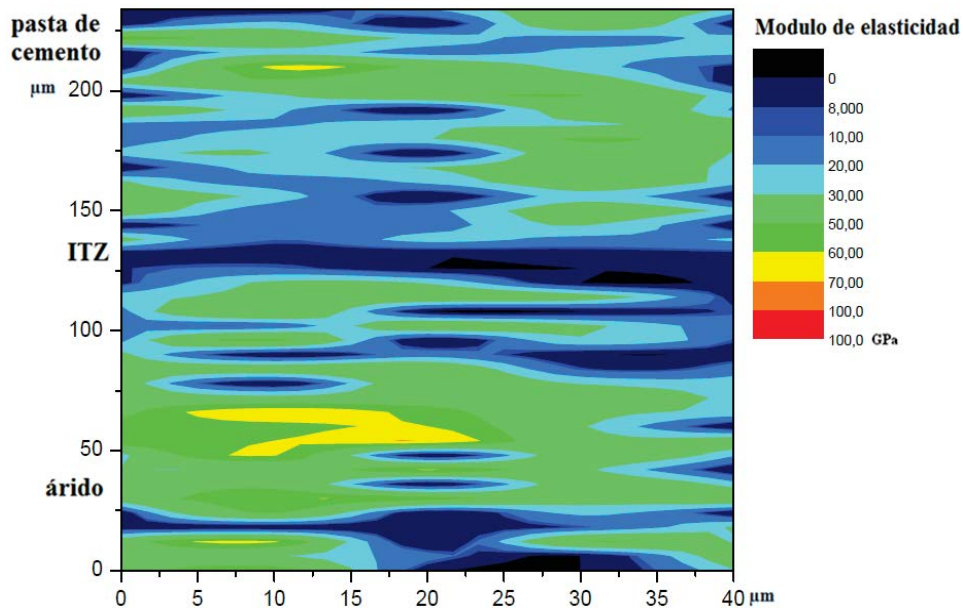


Figura 8.11: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AC0.4

#### -Muestra AC a/c=0.5 de 7 días de hidratación

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de 40x234  $\mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.12 se presentan valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.13 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

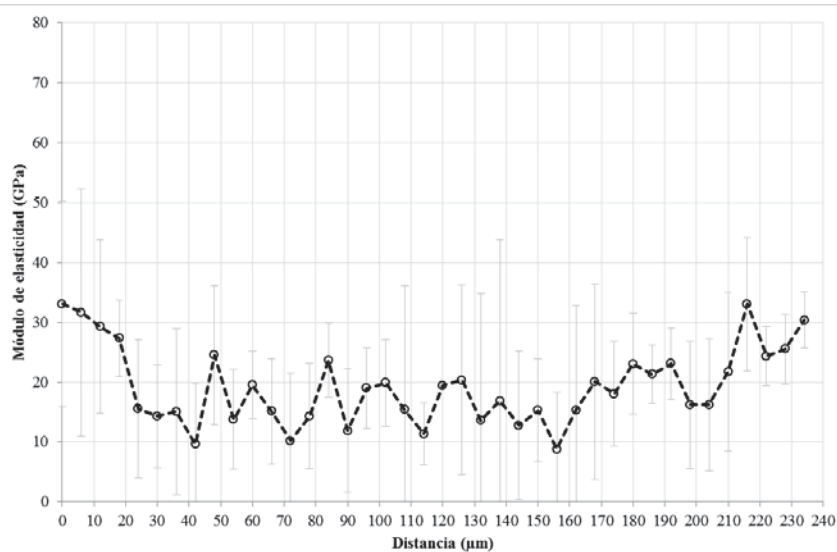


Figura 8.12: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AC0.5

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación no se puede distinguir con seguridad la ITZ de la matriz de la pasta. En la interfase se predomina el CSH. Se identifica la presencia de poros en la matriz de la pasta. A partir de 100  $\mu\text{m}$  se identifica la presencia de los cristales de CH. No se observa una diferencia significativa entre valores del módulo de elasticidad del AC y la propia pasta de cemento.

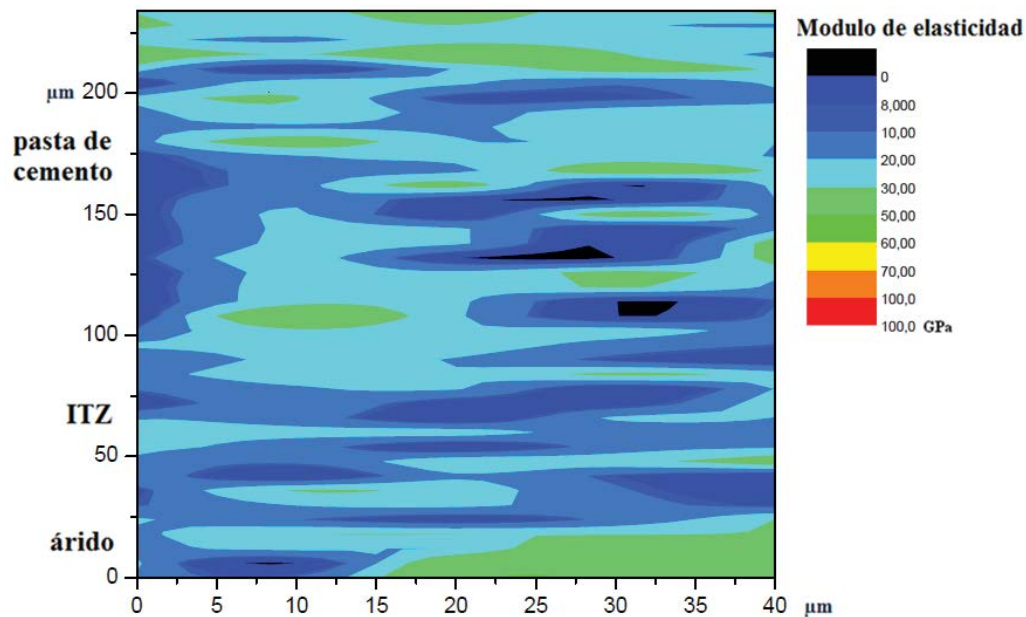


Figura 8.13: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AC0.5

En los casos analizados es difícil distinguir el árido de la pasta de cemento debido al bajo módulo de elasticidad del árido cerámico.

El módulo de elasticidad de la pasta con relación  $a/c=0.4$  es mayor que el de la pasta con  $a/c=0.5$ , siguiendo la tendencia observada en el estudio de pasta en contacto con árido natural.

La identificación de la ITZ en el caso de árido cerámico es más difícil que en el caso de árido natural.

En el caso de la muestra con relación  $a/c=0.3$  no es posible dar con seguridad un valor de longitud de la ITZ puesto que el módulo de la pasta es bajo y esta es muy porosa.

### 8.1.3 Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido reciclado de hormigón (AH)

Se aplicó el ensayo de nanoindentación para el estudio de la microestructura de la ITZ y pasta de cemento en las muestras con inclusión de árido reciclado de hormigón seco y pastas con diferentes relaciones  $a/c$ . A continuación se presenta los resultados de cada caso estudiado.

**-Muestra AH a/c=0.3 de 7 días de hidratación**

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.14 se presentan valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.15 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

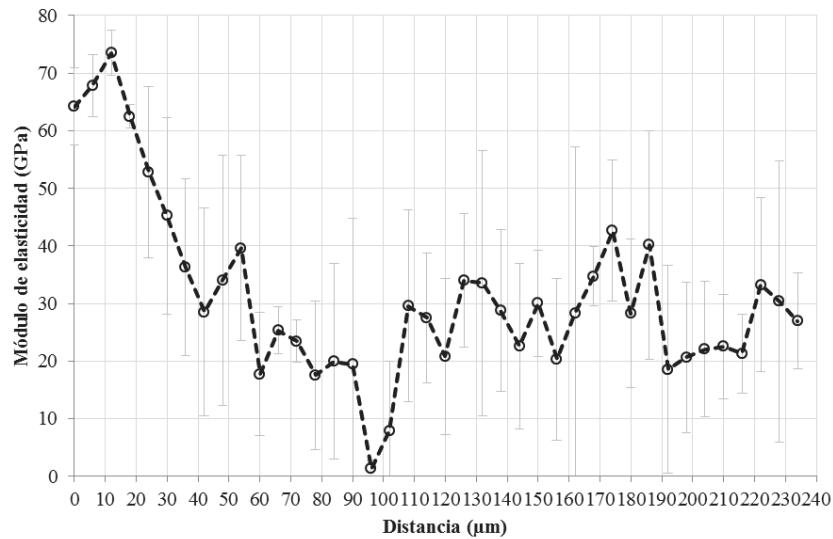


Figura 8.14: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH0.3

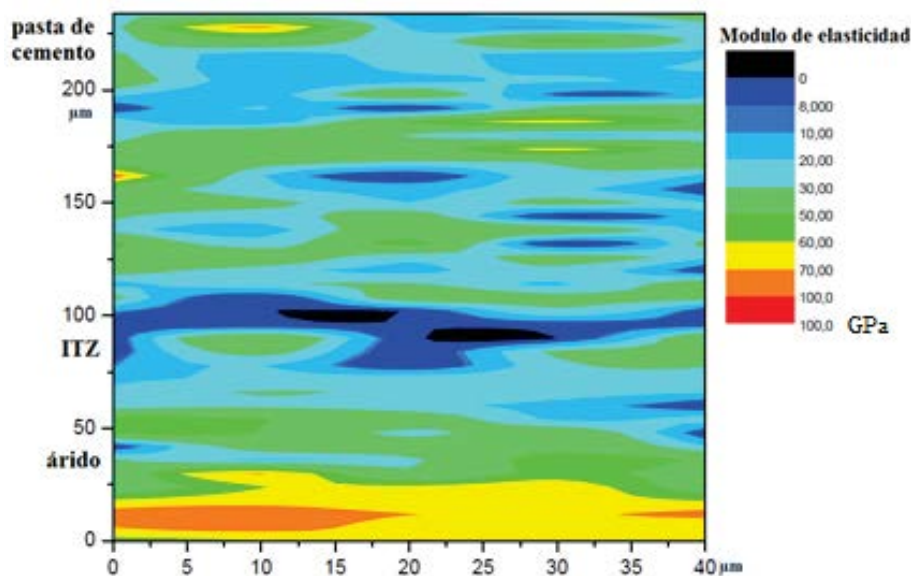


Figura 8.15: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AH0.3

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir las tres fases de la microestructura: árido, ITZ y matriz de la pasta. Se puede observar que el árido reciclado de hormigón está compuesto por árido natural y mortero antiguo. Se identifica la presencia de poros tanto en la ITZ como en la pasta de cemento. La anchura de la ITZ se puede considerar de  $25 \mu\text{m}$ . El módulo de elasticidad de la pasta es elevado. Se observa en la pasta la presencia de CH, CSH y/o etringita.

**-Muestra AH a/c=0.4 de 7 días de hidratación**

Se realizó la medición de módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.16 se presentan valores medios del módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.17 el mapa de distribución de módulo de elasticidad.

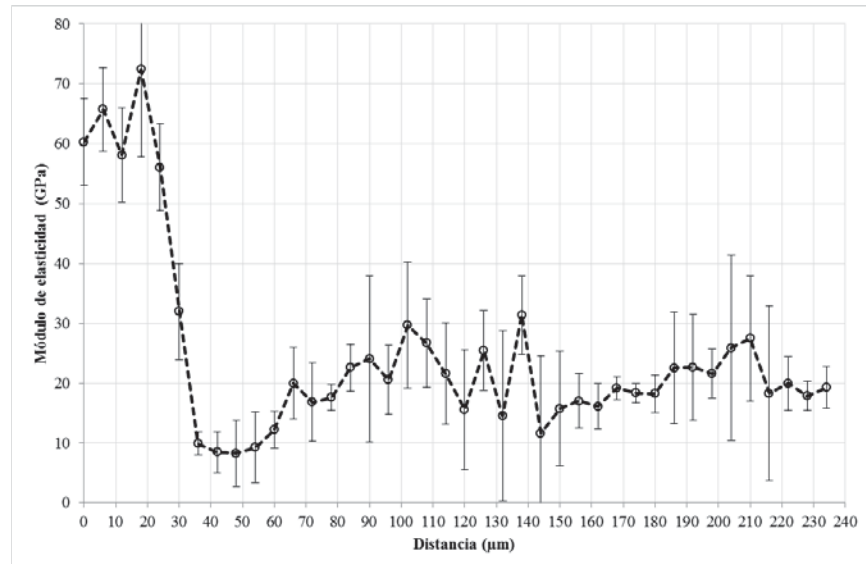


Figura 8.16: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH0.4

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir las tres fases de la microestructura: árido, ITZ y matriz de la pasta.

La anchura de la ITZ se estima entre  $30$  y  $50 \mu\text{m}$  y es una zona muy porosa. En la interfase se forma generalmente el CSH y en la zona de  $30$  hasta  $50 \mu\text{m}$  hay gran presencia de poros.

El módulo de elasticidad de la pasta se puede considerar medio y es inferior al de AH0.3. En la pasta se identifica cristales de CH, CSH y/o etringita y algunos poros.

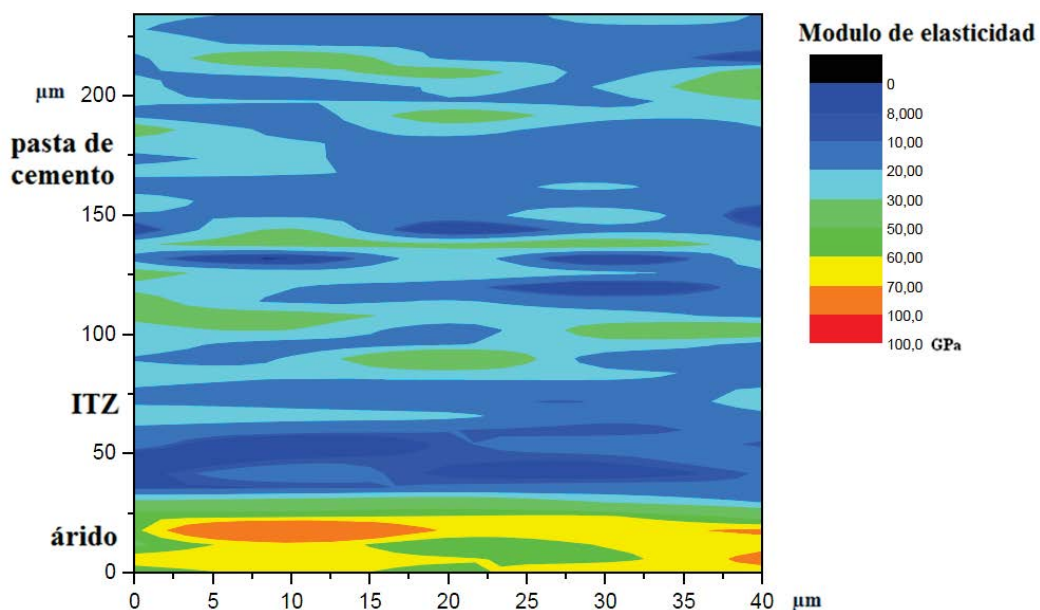


Figura 8.17: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AH0.4

**-Muestra AH a/c=0.5 de 7 días de hidratación**

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.18 se presentan los valores medios de módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.19 el mapa de distribución de módulo de elasticidad.

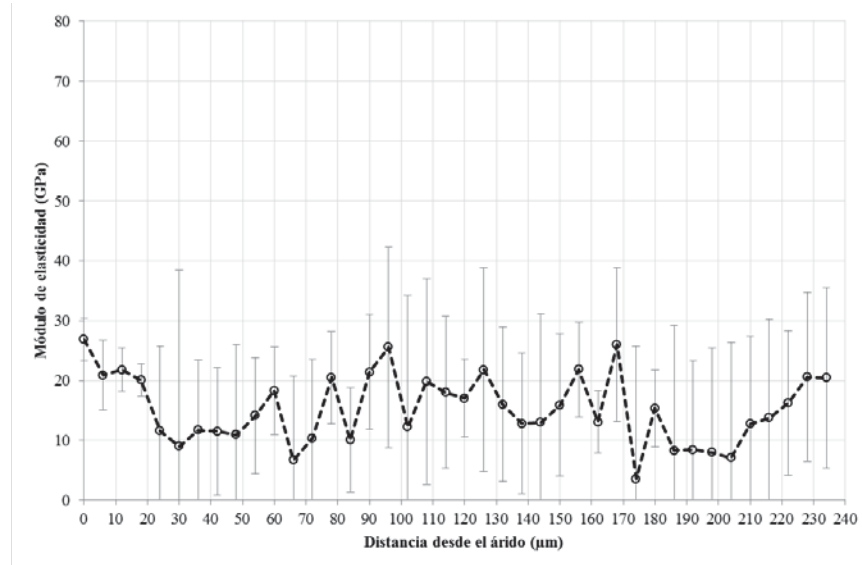


Figura 8.18: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH0.5

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación no se puede distinguir entre ITZ y la pasta. Se puede observar que el árido reciclado de hormigón contiene mortero antiguo, que tiene un módulo de elasticidad igual al de la pasta nueva. Hay abundante presencia de poros tanto en la pasta y esta tiene un módulo relativamente bajo.

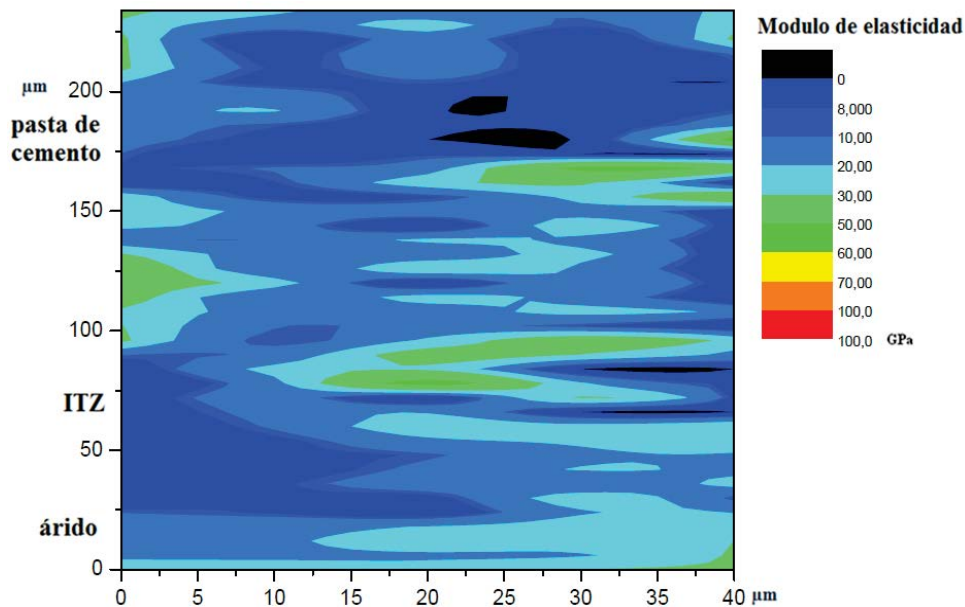


Figura 8.19: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AH0.5

En el caso de AH0.3 y AH0.4 las lecturas en el árido corresponden a partículas de árido convencional y mortero del mismo, mientras que las lecturas en el caso de AH0.5 corresponde a mortero antiguo que dificulta la diferenciación entre árido y pasta nueva.

El módulo de elasticidad de la pasta lejos del árido obedece la misma tendencia observa en el caso de AN, es decir  $E_{0.3} \geq E_{0.4} \geq E_{0.5}$ .

Para la muestra AH0.3 la ITZ se estima en 25  $\mu\text{m}$  y en la muestra AH0.4 entre 30 y 50  $\mu\text{m}$ , mientras que para AH0.5 no se distingue claramente una ITZ.

#### 8.1.4 Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido reciclado de hormigón en la condición saturado superficie seca (AHsat)

Se aplicó el ensayo de nanoindentación para el estudio de la microestructura de la ITZ y pasta de cemento en las muestras con inclusión de árido reciclado de hormigón en la condición saturado superficie seca (AHsat) y pastas con diferentes relaciones a/c. A continuación se presenta los resultados de cada caso estudiado.

##### -Muestra AHsat a/c=0.3 de 7 días de hidratación

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de 30x234  $\mu\text{m}$ , obteniendo en total 156 mediciones. En la Figura 8.20 se presentan los valores medios de módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.21 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

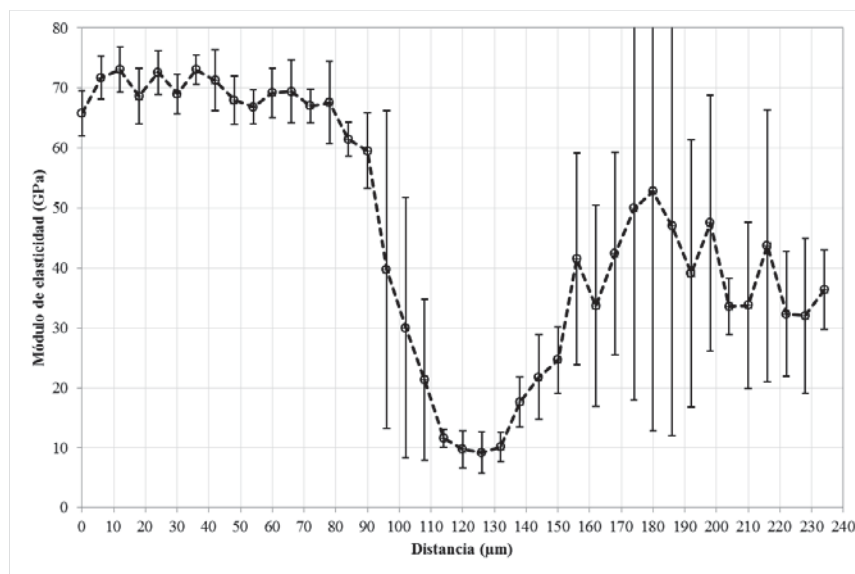


Figura 8.20 Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHsat0.3

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir las tres fases de la microestructura: árido, ITZ y matriz de la pasta.

Se puede observar que el árido reciclado de hormigón está compuesto por árido natural y mortero antiguo.



El ancho de la ITZ puede ser estimado entre 30 y 50  $\mu\text{m}$ . En la interfase predomina el CSH y/o etringita y poros.

El módulo de elasticidad de la pasta es elevado y se identifica la presencia de cristales de CH, CSH y/o etringita y cemento sin hidratar.

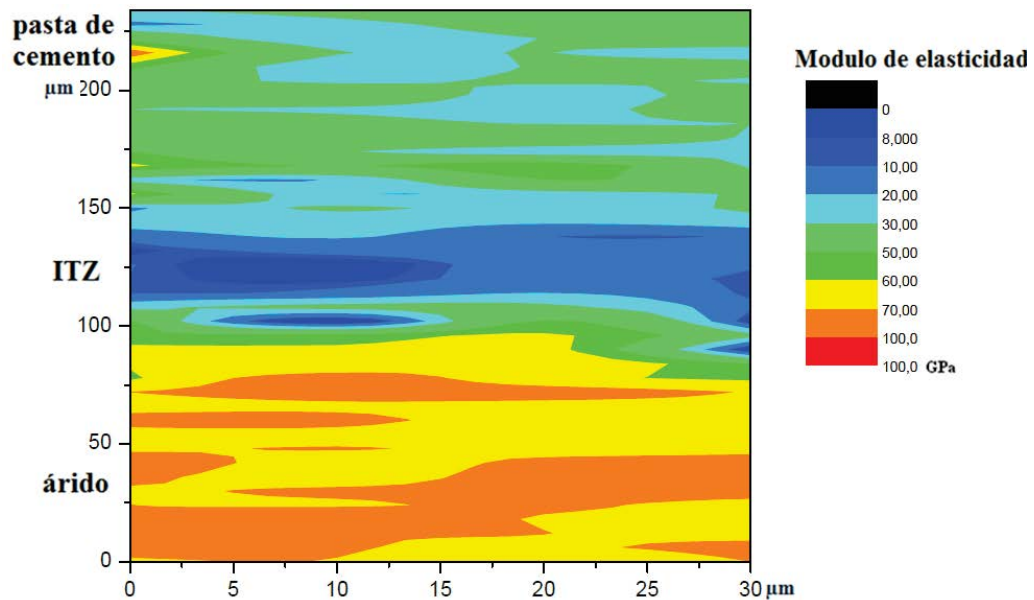


Figura 8.21: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHsat0.3

#### -Muestra AHsat a/c=0.4 de 7 días de hidratación

Se realizó la medición de módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.22 se presentan valores medios de módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.23 el mapa de distribución de módulo de elasticidad.

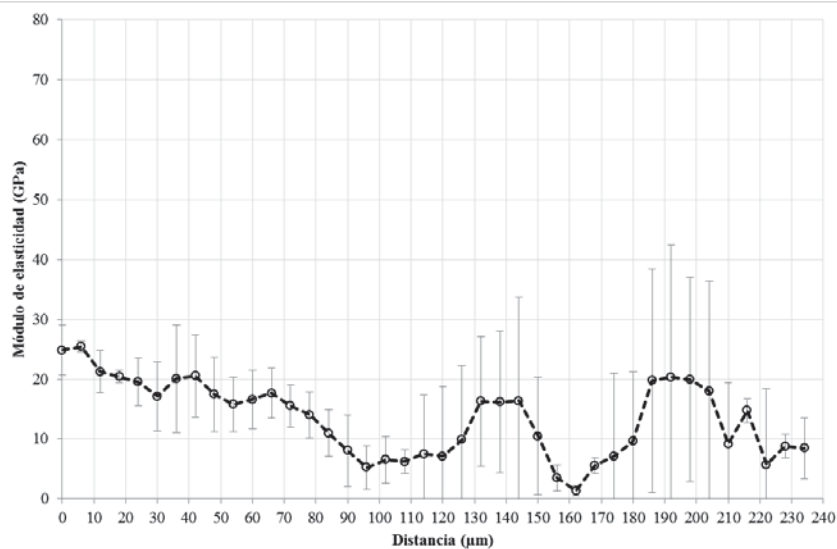


Figura 8.22: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AH sat0.4

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación no se distingue entre ITZ y pasta. El número elevado de lecturas realizadas en el árido limita el espacio disponible para las lecturas más alejadas que podrían ser verdaderamente de la pasta.

El módulo de elasticidad de la pasta es muy bajo y ligeramente inferior al del árido.

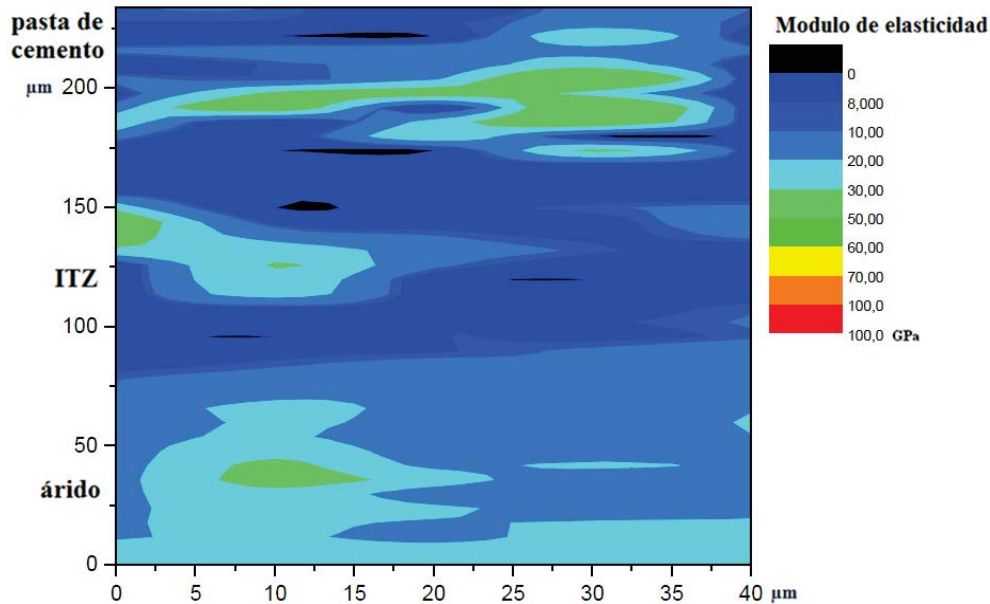


Figura 8.23: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHsat0.4

#### -Muestra AHsat $a/c=0.5$ de 7 días de hidratación

Se realizó la medición de módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.24 se presentan valores medios de módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.25 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

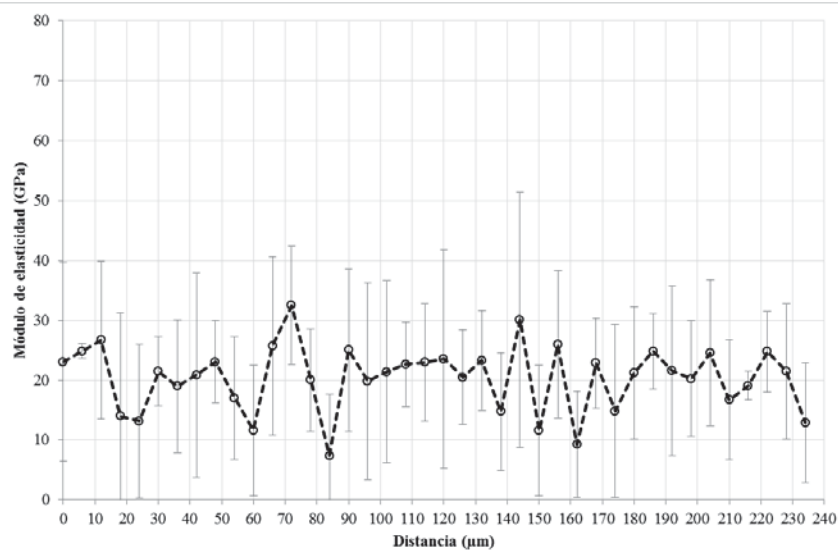


Figura 8.24: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHsat0.5

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación no se distingue entre la ITZ y la pasta.

Se identifica que el árido reciclado de hormigón contiene mortero antiguo.

En la pasta se identifica la presencia de cristales de CH, CSH y/o etringita y gran cantidad de poros. El módulo de la pasta nueva es del mismo orden que el mortero del árido.

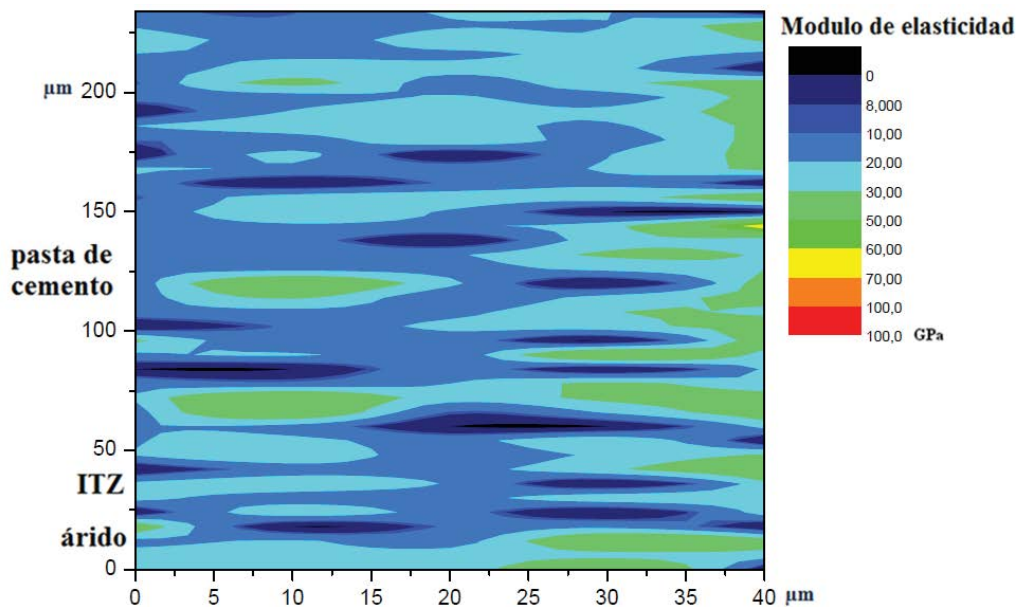


Figura 8.25: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHsat0.5

El módulo de elasticidad de la pasta de cemento sigue la misma tendencia observada para el árido natural y el árido reciclado de hormigón seco, es decir, disminuye a medida que aumenta la a/c.

### 8.1.5 Microestructura de pastas de cemento con inclusión de árido reciclado de hormigón en la condición saturado con exceso de agua (AHea).

Se aplicó el ensayo de nanoindentación para el estudio de la microestructura de la ITZ y pasta de cemento en las muestras con inclusión de árido reciclado de hormigón en la condición saturado con exceso de agua y pastas con diferentes relaciones a/c. A continuación se presentan los resultados de cada caso estudiado.

#### -Muestra AHea a/c=0.3 de 7 días de hidratación

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de 30x234  $\mu\text{m}$ , obteniendo en total 156 mediciones. En la Figura 8.26 se presentan valores medios de módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.27 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

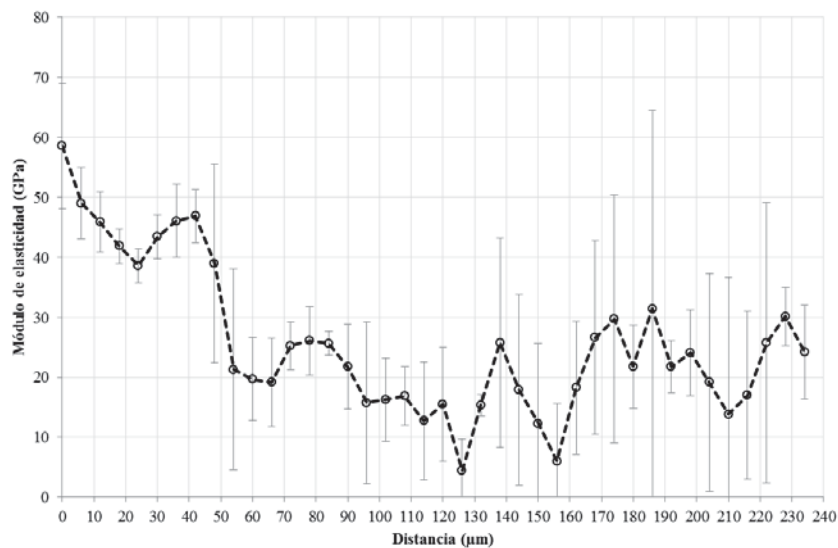


Figura 8.26: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHea0.3

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir las tres fases de la microestructura: el árido, ITZ y la pasta.

El ancho de la ITZ se estima entre 50 y 70  $\mu\text{m}$ . Se identificó que el árido reciclado contiene mortero antiguo.

Se identifica en la pasta la presencia de cristales de CH, CSH y/o etringita, un grano de cemento sin hidratar y poros. El módulo de elasticidad de la pasta es inferior al del mortero del árido.

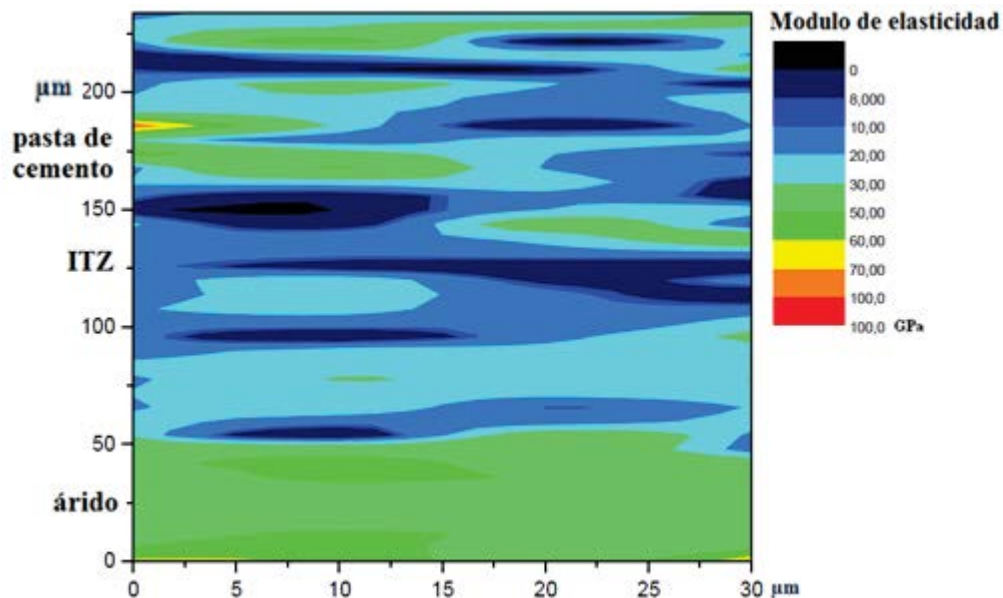


Figura 8.27: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHea0.3

**-Muestra AHea a/c=0,4 de 7 días de hidratación**

Se realizó la medición del módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.28 se presentan los valores medios de módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.29 el mapa de distribución de módulo de elasticidad.

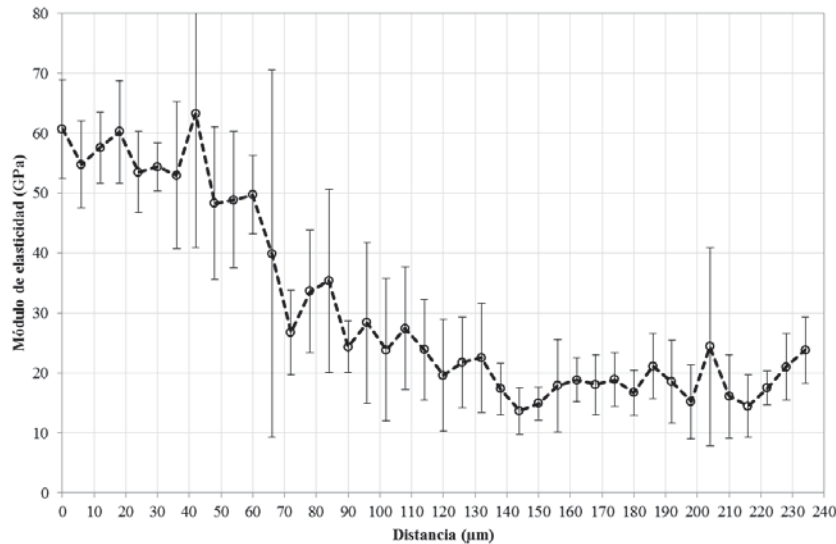


Figura 8.28: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHea0.4

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación no puede distinguirse las fases ITZ y pasta. El número elevado de lecturas realizadas en el árido limita el espacio disponible para las lecturas más alejadas que podrían ser verdaderamente de la pasta.

Se puede observar que el árido reciclado está compuesto por árido natural y mortero antiguo.

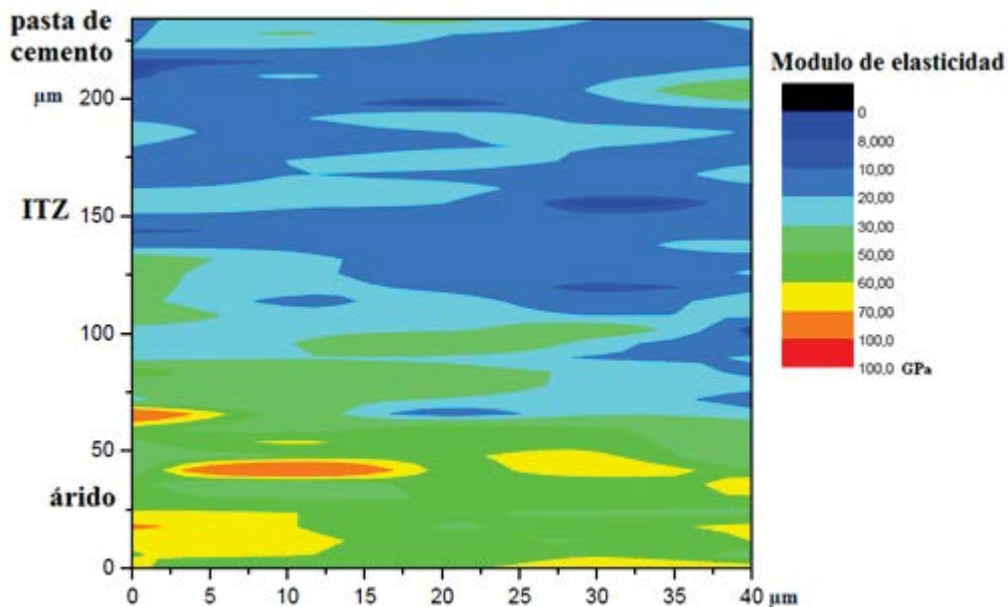


Figura 8.29: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHea0.4

**-Muestra AHea a/c=0.5 de 7 días de hidratación**

Se realizó la medición de módulo de elasticidad en una zona de  $40 \times 234 \mu\text{m}$ , obteniendo en total 200 mediciones. En la Figura 8.30 se presentan los valores medios de módulo de elasticidad obtenidos, y en la Figura 8.31 el mapa de distribución de valores de módulo de elasticidad.

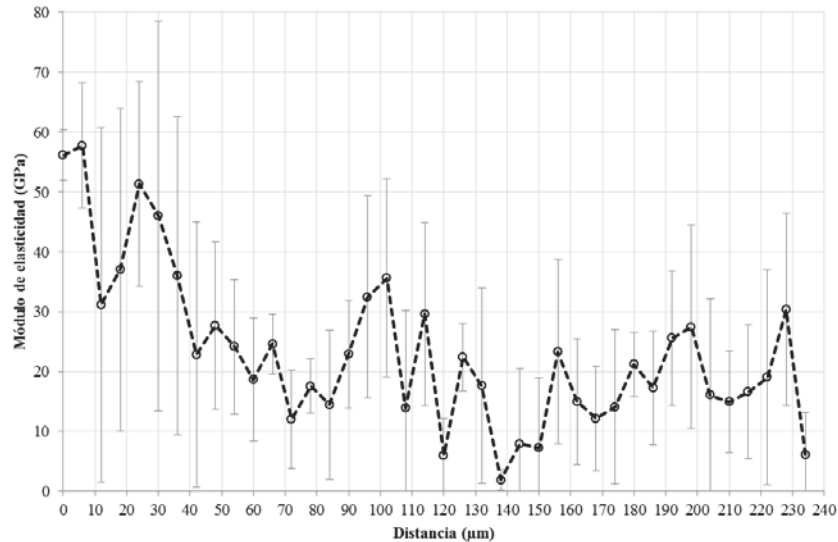


Figura 8.30: Variación del módulo de elasticidad promedio partiendo del árido de la muestra AHea0.5

Analizando los datos, en la zona de aplicación de nanoindentación se puede distinguir tres fases: el árido, ITZ y la pasta.

Se identifica que el árido reciclado está compuesto por partículas de árido natural y mortero antiguo.

En la pasta de cemento se identifica la presencia de cristales de CH, CSH y/o etringita y gran presencia de poros.

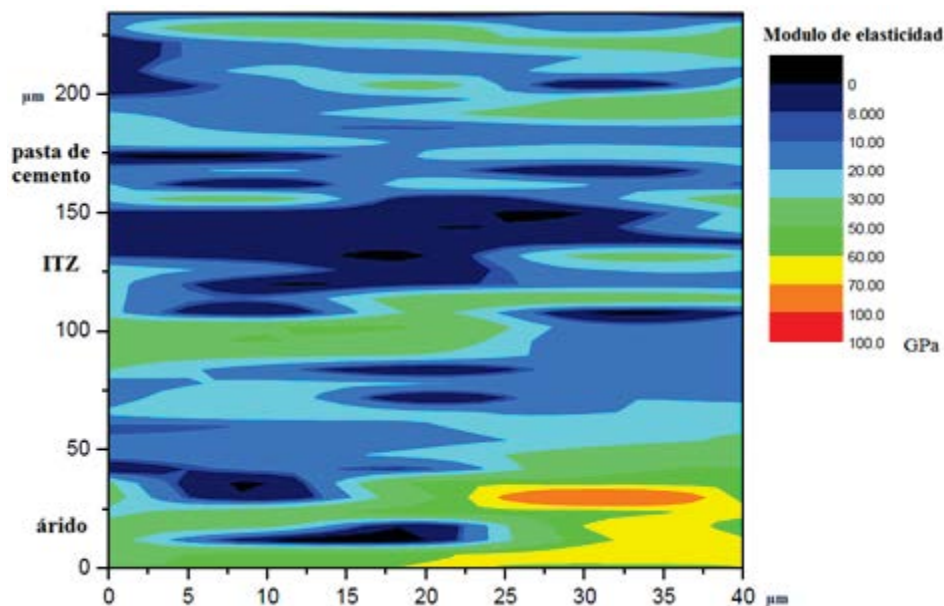


Figura 8.31: Mapa de distribución de módulo de la elasticidad en la zona analizada de la muestra AHea0.5

En el caso de la muestra con relación  $a/c=0.3$  se distingue las tres fases, pero en los casos de  $a/c=0.4$  y  $a/c=0.5$  no se distingue la ITZ de la pasta. Esto podría ser debido a que la zona de estudio  $40 \times 234 \mu\text{m}$  no consigue abarcar las dos zonas.

El módulo de elasticidad de la pasta con relación  $a/c$  igual a 0.3 es superior al de las otras dos muestras (AHea0.4 y AHea0.5). A penas se percibe diferencias entre los módulos de elasticidad de estas dos últimas, probablemente porque en el caso de AHea0,4 no hemos logrado alcanzar la pasta sin influencia del árido.

En todos los casos de las muestras AHea, el módulo de la pasta nueva es inferior a la del mortero del árido reciclado.

## 8.2 Discusión del efecto de las condiciones de humedad del árido reciclado de hormigón sobre características de la ITZ y la pasta

Consideramos para el análisis de los resultados del ensayo de nanoindentación, presentado a continuación, los siguientes principios:

**ITZ** – zona contigua al árido de porosidad considerablemente más alta a la del resto de la pasta, bajo módulo de elasticidad y ausencia de granos de cemento sin hidratar.

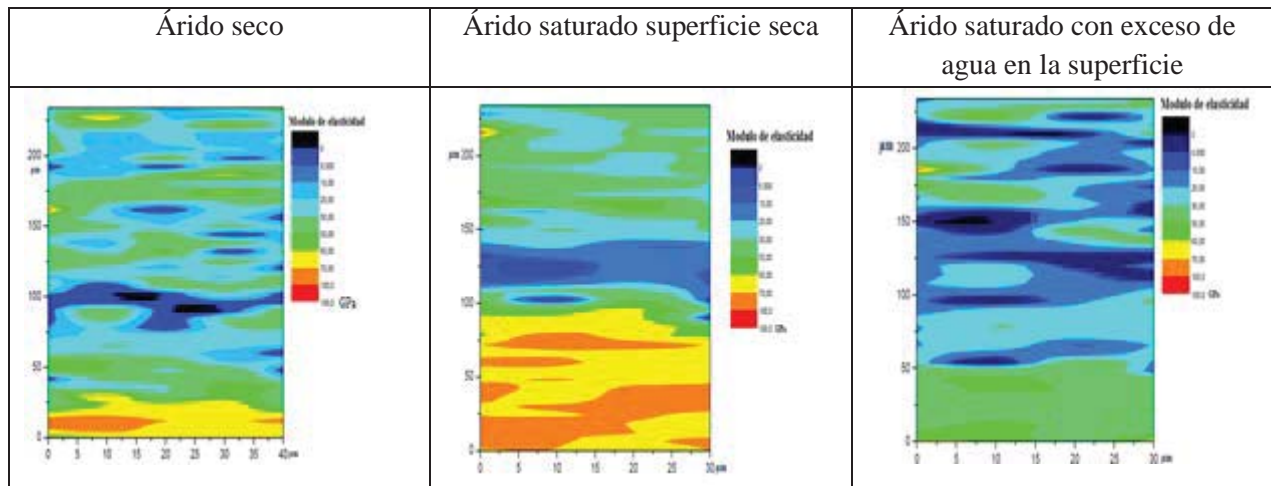
Clasificación de los módulos de elasticidad a efectos de interpretación de los resultados:

- **Módulo muy alto:**  $\geq 30$  GPa
- **Módulo alto:** entre 20 GPa y 29GPa
- **Módulo medio:** entre 15 GPa y 19 GPa
- **Módulo bajo:**  $<15$  GPa

### **-Pasta de cemento con relación $a/c=0,3$ e inclusión de áridos reciclados de hormigón**

En la Tabla 8.2 se presentan los mapas de la distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.3; AHsat0.3 y AHea0.3.

Tabla 8.2: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.3; AHsat0.3; AHea0.3



- **Árido seco (AH)**

El árido ha absorbido agua de la pasta generando la capa de porosidad continua en el contacto pasta-árido. La porosidad observada en la pasta podría tener su origen en la reducción del volumen de pasta debida a la pérdida de agua provocada por la elevada absorción del árido.

Los granos de cemento sin hidratar dispersos en la pasta sugieren una mala hidratación por falta de agua, hecho que confirma la teoría anterior de pérdida de agua de la pasta debida a la elevada absorción del árido de hormigón seco.

La pasta tiene una combinación de sólidos y porosidad con un resultado medio de módulo de elasticidad que se considera alto.

- **Árido saturado superficie seca (AHsat)**

El árido no absorbe agua de la pasta. La ITZ aparece como una zona continua de menor módulo de elasticidad. La pasta que sigue la ITZ es compacta y la presencia de granos de cemento sin hidratar es testimonial. No hay porosidad importante. El módulo de elasticidad de la pasta es muy alto.

- **Árido saturado con exceso de agua en la superficie (AHea)**

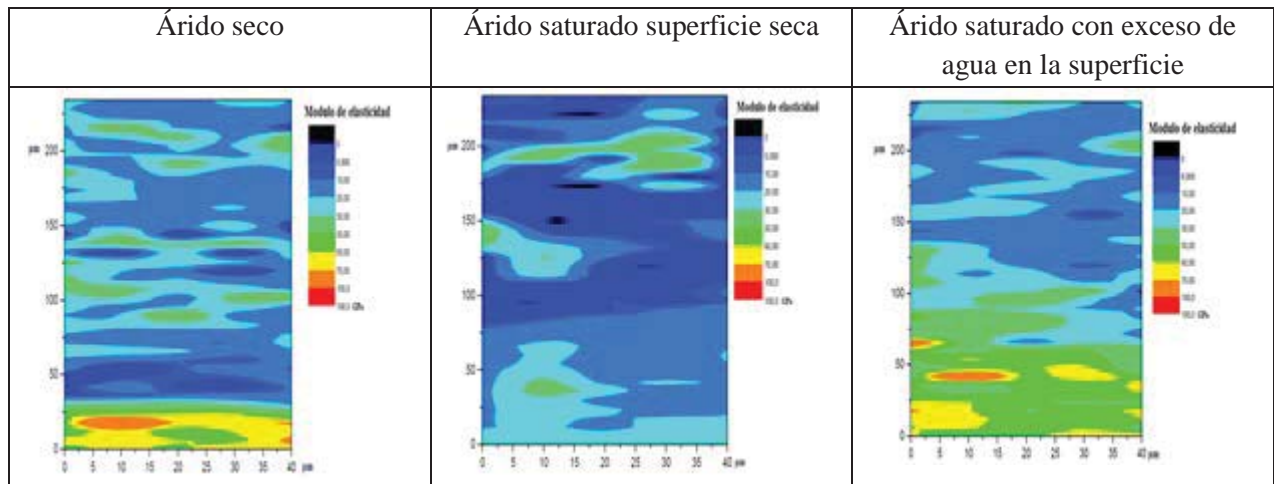
El árido presenta un exceso de agua en la superficie. Se forma una ITZ más ancha y una pasta más porosa. Todo ello puede ser debido al movimiento del agua de la superficie del árido hacia la pasta. El módulo medio de la pasta es alto, aún que inferior a los dos casos anteriores.

### ***-Pasta de cemento con relación a/c=0,4 e inclusión de áridos reciclados de hormigón***

En la Tabla 8.2 se presentan los mapas de la distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.4; AHsat0.4 y AHea0.4.



Tabla 8.3: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.4; AHsat0.4; AHea0.4



- **Árido seco (AH)**

La ITZ se presenta en contacto con el árido como una zona de unos 50-70  $\mu\text{m}$  y de menor módulo. El árido poroso y seco probablemente ha absorbido agua y ha reducido la zona de transición.

La pasta no tiene granos de cemento sin hidratar y tiene un módulo de elasticidad alto, superior al observado con los áridos húmedos (AHsat y AHea).

- **Árido saturado superficie seca (AHsat)**

La ITZ es más ancha que en el caso anterior (aproximadamente 100 $\mu\text{m}$ ).

La zona de pasta analizada es pequeña y parecida a la del árido seco. Su módulo de elasticidad se considera medio.

- **Árido saturado con exceso de agua en la superficie (AHea)**

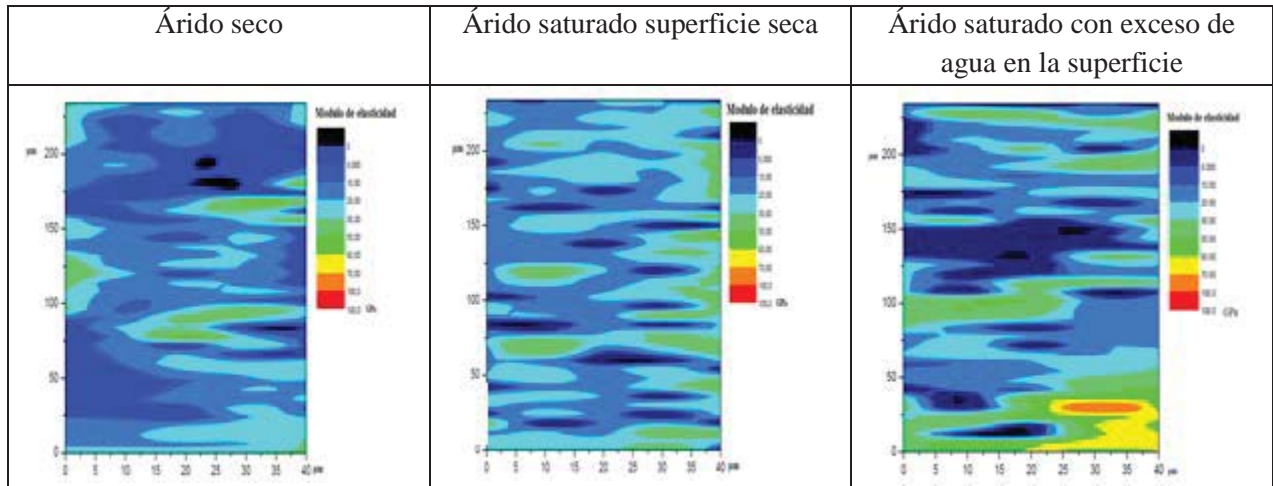
No se distingue la ITZ.

El módulo de elasticidad de la pasta es medio.

**-Pasta de cemento con relación  $a/c=0,5$  e inclusión de áridos reciclados de hormigón**

En la Tabla 8.2 se presentan los mapas de la distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.5; AHsat0.5 y AHea0.5.

Tabla 8.4: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AH0.5; AHsat0.5; AHea0.5



No se distingue la ITZ en el árido seco ni en el árido saturado superficie seca. En el árido saturado con exceso de agua aparece una posible ITZ, caracterizada por una gran porosidad continua.

El módulo de la pasta es medio en los casos de árido seco y árido saturado con exceso de agua. En el caso del árido saturado superficie seca el módulo de la pasta es alto.

### 8.3 Discusión del efecto de la naturaleza del árido sobre características de la ITZ y la pasta

Consideramos para el análisis de los resultados del ensayo de nanoindentación, presentado a continuación, los siguientes principios:

**ITZ** – zona contigua al árido de porosidad considerablemente más alta a la del resto de la pasta, bajo módulo de elasticidad y ausencia de granos de cemento sin hidratar.

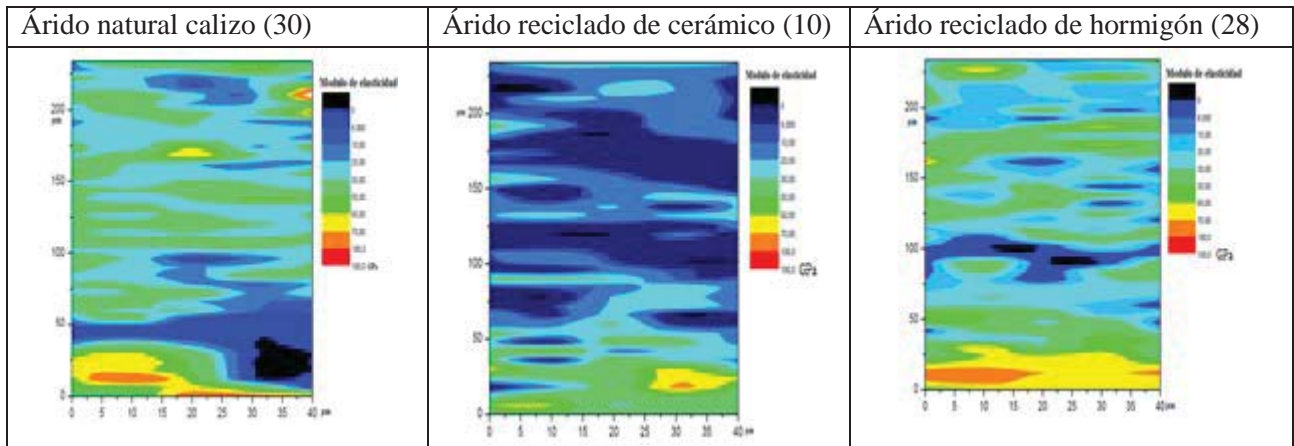
Clasificación de los módulos de elasticidad a efectos de interpretación de los resultados:

- **Módulo muy alto:**  $\geq 30$  GPa
- **Módulo alto:** entre 20 GPa y 29GPa
- **Módulo medio:** entre 15 GPa y 19 GPa
- **Módulo bajo:**  $<15$  GPa

**-Pasta de cemento con relación a/c=0,3**

En la Tabla 8.2 se presentan los mapas de la distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.3; AH0.3 y AC0.3 (los áridos con humedad natural).

Tabla 8.5: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.3; AH0.3; AC0.3



- **Árido natural seco (AN)**

La ITZ se presenta en contacto con el árido como una zona de unas 50  $\mu\text{m}$  y de menor módulo de elasticidad.

El módulo de elasticidad medio de la pasta es alto. Se identifican dos granos de cemento sin hidratar en la pasta.

- **Árido cerámico seco (AC)**

El árido absorbe mucha agua de la pasta. La elevada porosidad y el módulo de elasticidad bajo de la pasta en la zona de aplicación de nanoindentación sugiere que toda ella corresponde a la ITZ, que por lo tanto tiene una anchura superior a 180  $\mu\text{m}$ .

No se registran granos de cemento sin hidratar.

- **Árido reciclado de hormigón seco (AH)**

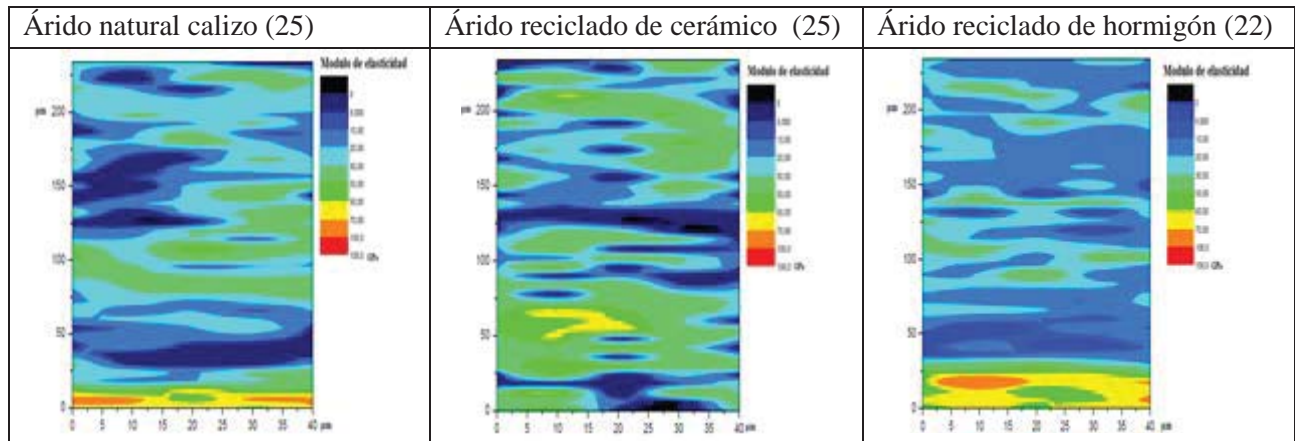
La ITZ se presenta en contacto con el árido como una zona de unas 25  $\mu\text{m}$ , y por tanto más estrecha que la identificada en la muestra con misma relación a/c y árido natural.

El módulo de elasticidad medio de la pasta es alto, pero ligeramente inferior al de la muestra AN. La porosidad de la pasta es algo superior a la de la pasta de la muestra AN y también se identifica un mayor número de granos de cemento sin hidratar. Esto sugiere que la absorción del árido reciclado de hormigón ha restado agua a la pasta.

**-Pasta de cemento con relación a/c=0,4**

En la Tabla 8.2 se presentan los mapas de la distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.4; AH0.4 y AC0.4 (los áridos con humedad natural).

Tabla 8.6: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.4; AH0.4; AC0.4



- **Árido natural seco (AN)**

La ITZ presenta un ancho ligeramente superior al de la muestra AN0.3.

El módulo de elasticidad medio de la pasta es alto, pero algo inferior al de la muestra AN0.3. No se identifican granos de cemento sin hidratar en la pasta.

- **Árido cerámico seco (AC)**

La ITZ se presenta en contacto con el árido como una zona de unas 25  $\mu\text{m}$ , y por tanto más estrecha que la identificada en la muestra con misma relación a/c y árido natural.

El módulo de elasticidad medio de la pasta es alto y sensiblemente igual a la de la muestra de árido natural (AN0.4). También la porosidad es análoga a la de la muestra de árido natural. Se identifica un grano de cemento sin hidratar.

- **Árido de hormigón reciclado seco (AH)**

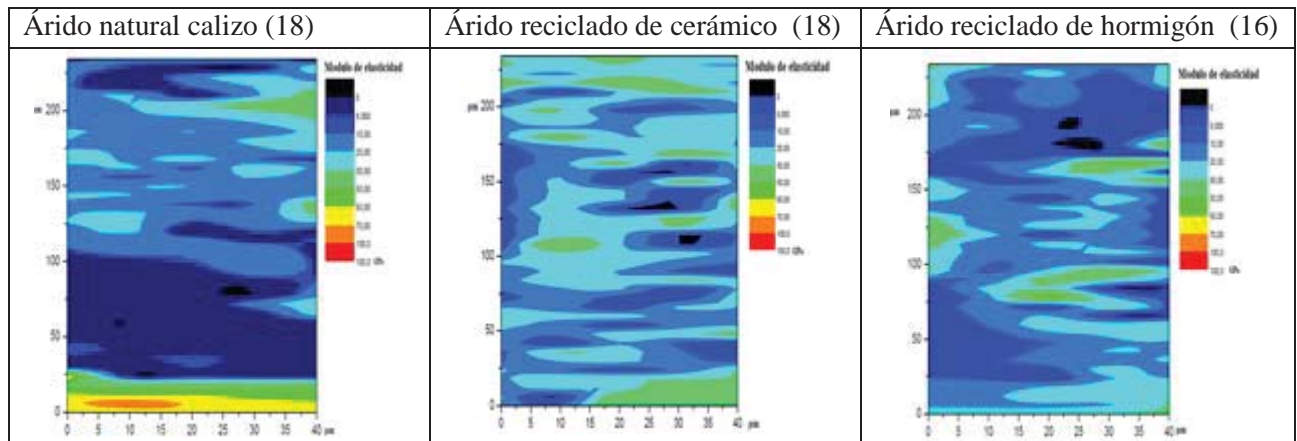
El ancho de la ITZ de la muestra AH0.4 se puede estimar entre 50-70  $\mu\text{m}$  y es muy parecida a la del árido natural (AN0.4).

La pasta no tiene granos de cemento sin hidratar y tiene un módulo de elasticidad alto, pero ligeramente inferior a los de las muestras AN0.4 y AC0.4.

**-Pasta de cemento con relación a/c=0,5**

En la Tabla 8.2 se presentan los mapas de la distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.5; AH0.5y AC0.5 (los áridos con humedad natural).

Tabla 8.7: Distribución del módulo de elasticidad en las muestras AN0.5; AH0.5; AC0.5



- **Árido natural seco (AN)**

La ITZ presenta un ancho claramente superior al de las muestras AN0.3 y AN0.4 y se estima en 100 $\mu$ m.

El módulo de elasticidad de la pasta es medio. No se identifican granos de cemento sin hidratar en la pasta.

- **Árido cerámico seco (AC)**

No se distingue la ITZ de la pasta de cemento.

El módulo de elasticidad de la pasta es medio y sensiblemente igual a la de la muestra de árido natural (AN0,5). No se identifican granos de cemento sin hidratar.

- **Árido de hormigón reciclado seco (AH)**

No se distingue la ITZ de la pasta de cemento.

El módulo de elasticidad de la pasta es medio, pero ligeramente inferior al de las muestras AN0, 5 y AC0,5. No se identifican granos de cemento sin hidratar.

## Capítulo 9

# ESTUDIO DE LA MICROESTRUCTURA: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 9.1 Estudio de microestructura de pastas de cemento

Se estudia inicialmente las pastas de cemento con el objetivo de identificar las diferencias en la microestructura de la ITZ (interfase árido-pasta) respecto a la microestructura de la pasta de cemento.

Se analizan las muestras de 7 días de hidratación, en su superficie lisa y en la superficie de rotura de muestras con relación  $a/c=0.4$  y  $a/c=0.3$ .

#### 9.1.1 Estudio de la microestructura de pasta de cemento con relación $a/c=0.4$

En la Imagen 9.1 se presenta la vista general de la superficie de muestra con relación  $a/c=0.4$ , en la cual podemos ver la pasta con los poros de varios tipos y tamaños. Los huecos esféricos y grandes son los poros formados por el aire atrapado durante la mezcla. Los huecos pequeños de forma irregular son los poros de falta de compactación y los poros capilares.

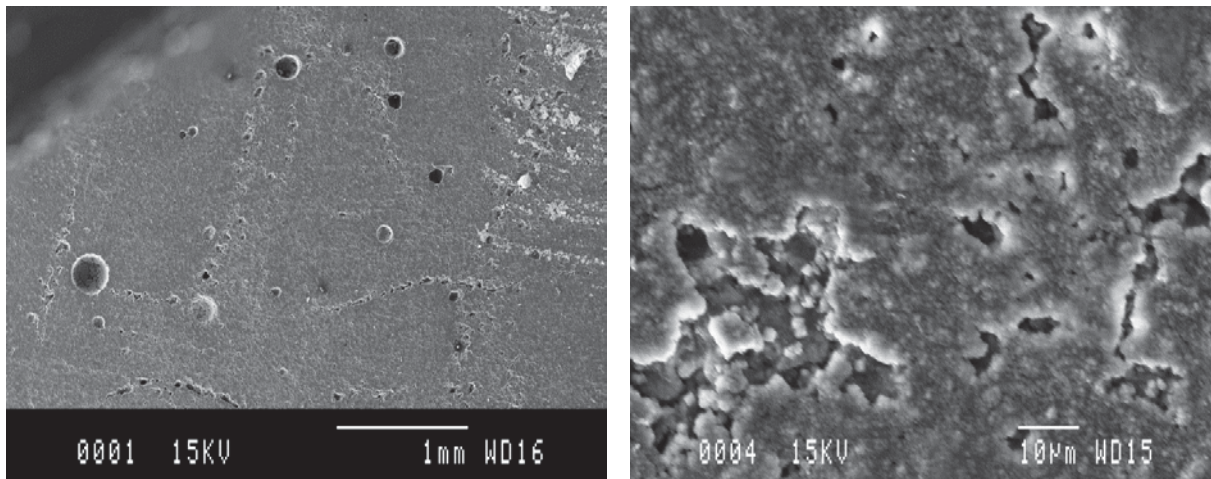


Imagen 9.1: Vista general superficie de la muestra de la pasta de cemento con relación  $a/c=0.4$

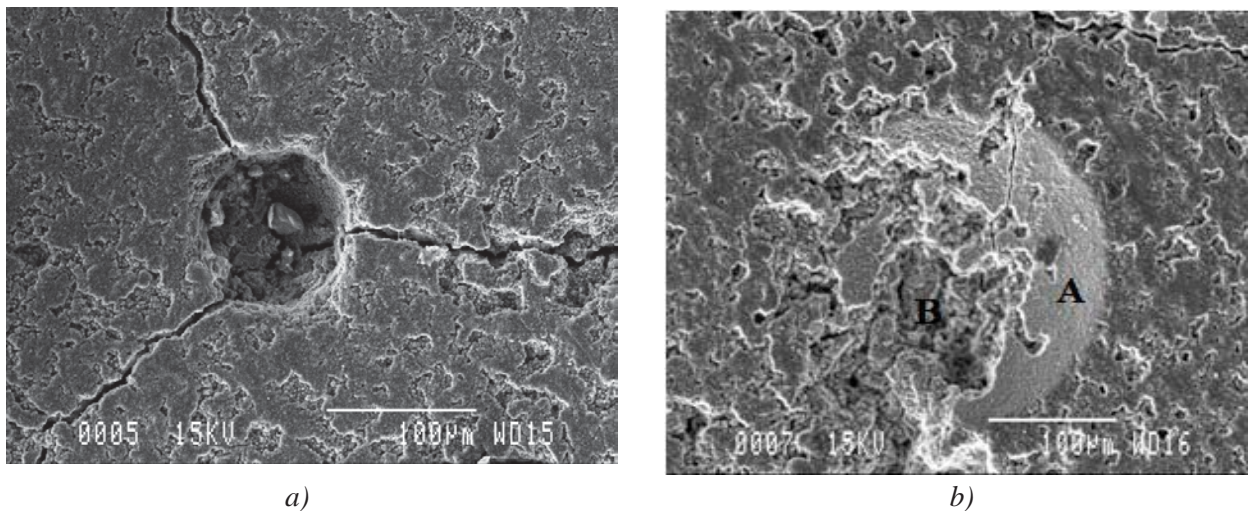


Imagen 9.2: a) Superficie de la muestra b) Desarrollo de CSH alrededor de grano de cemento no hidratado

En la Imagen 9.2a se observa una superficie de capa densa de productos de hidratación, poros capilares y las fisuras de retracción estrechas y largas, que tiene como el núcleo de formación un poro grande. La Imagen 9.2b muestra una partícula grande de grano de cemento no hidratado (A) y el desarrollo de CSH alrededor de este grano (B).

En la Imagen 9.3a se presenta la microestructura formada, que está compuesta por cristales de portlandita (A), sulfoaluminatos en forma de agujas (B), y CSH (C). En la Imagen 9.3b se presenta los cristales de sulfoaluminatos (A) y CSH (B).

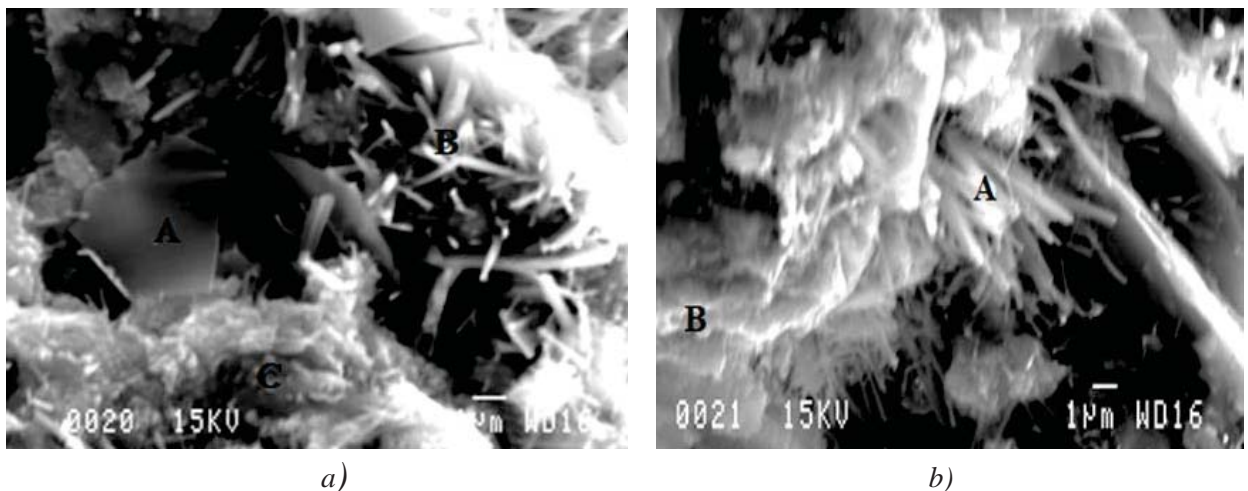


Imagen 9.3: Microestructura formada: a) Cristales de portlandita (A); sulfoaluminatos (B) y CSH (C); b) Cristales de sulfoaluminatos (A) y CSH (B).

### 9.1.2 Estudio de la microestructura de pasta de cemento con relación $a/c=0.3$

La pasta de cemento con relación  $a/c=0.3$  fue preparada utilizando el 0.7% de aditivo superplastificante. En la Imagen 9.4 se presenta la vista general de la superficie de la muestra de pasta de cemento con relación  $a/c=0.3$  con aditivo superplastificante, en la cual podemos ver la pasta densa con unos huecos de forma irregular, que son poros de falta de compactación y unos huecos pequeños que son los poros capilares u intersticiales, y también se identifica fisuras de retracción.

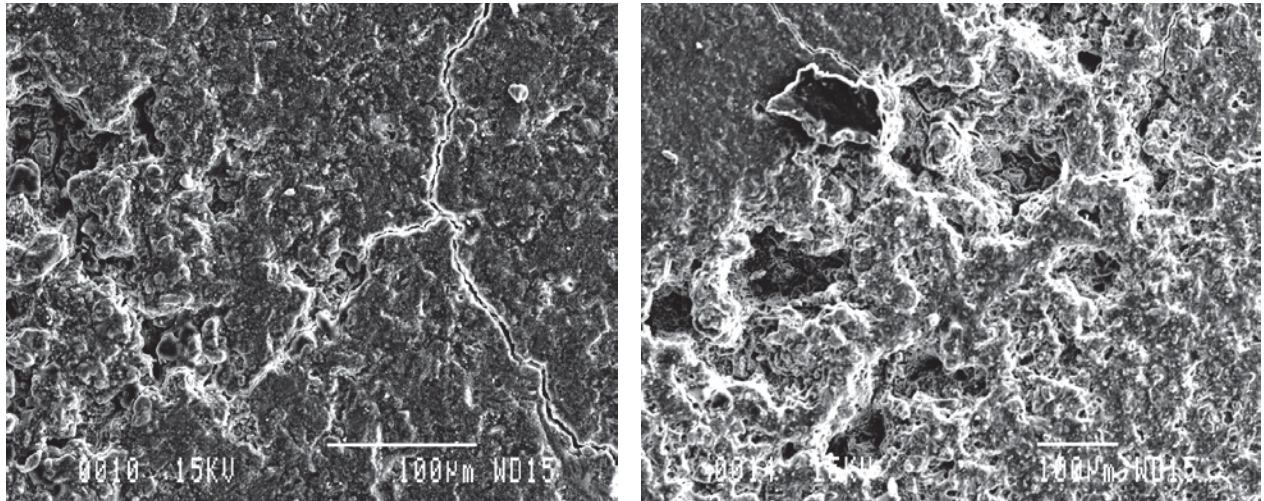


Imagen 9.4: Vista general superficie de muestra de pasta de cemento con relación  $a/c=0.3$

En la Imagen 9.5 se muestra CSH (B) denso y grano de cemento no hidratado (A). En la Imagen 9.6 se presenta la portlandita (A)+ espectro y CSH (B).

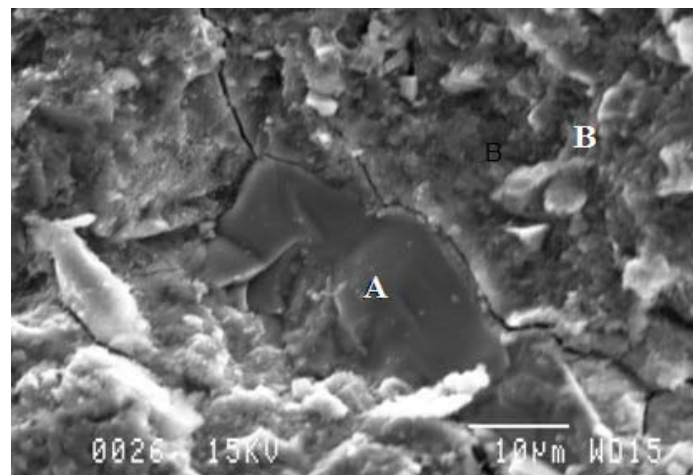


Imagen 9.5: Microestructura formada: grano de cemento no hidratado(A) y gel de CSH (B)



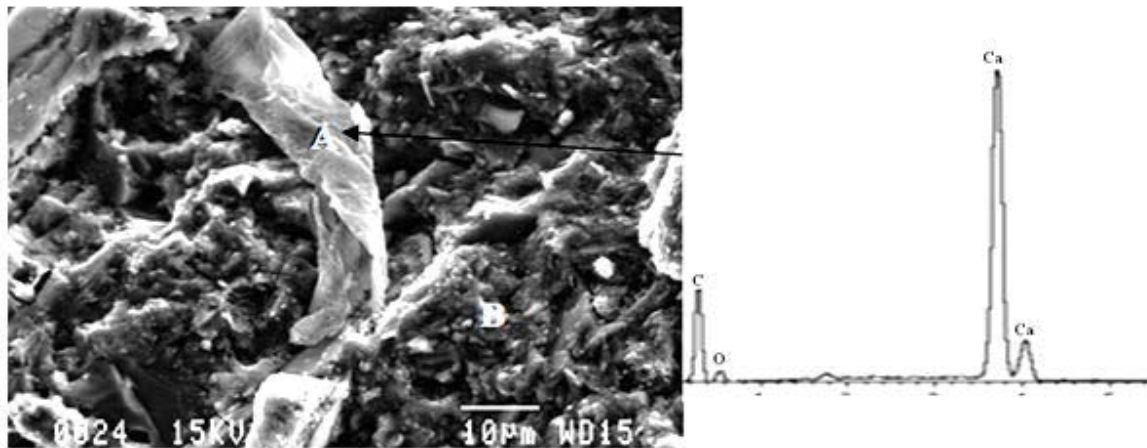


Imagen 9.6: Microestructura formada: cristal de portlandita mal formada (A), gel de CSH (B)

Las fases identificadas de las muestras estudiadas son las habituales de una pasta de cemento.

## 9.2 Estudio de microestructura de la interfase árido-pasta mediante el SEM

La microestructura de la interfase entre el árido y la pasta (la zona de fractura entre el árido y pasta del cemento por el lado de pasta) fue estudiada por SEM en las muestras con diferentes relaciones  $a/c$  y edad de hidratación.

Se realizó el estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con diferentes relaciones  $a/c$ , Tabla 9.1.

Se realizó el estudio de la interfase de las muestras AH de 28 días de hidratación con relaciones  $a/c=0.4$  y  $0.6$ , para comprobar la evolución de la microestructura con la edad, Tabla 9.1.

También se realizó el estudio de la interfase de las muestras con aditivo inductor de aire, Tabla 9.2 y de las muestras con aditivo superplastificante Tabla 9.3.

Tabla 9.1: Muestras interfase árido-pasta

Edad	Relación $a/c$	Muestras				
7 días	0.4	AH	AHsat	AHea	AN	AC
	0.5	AH	AHsat	AHea	AN	AC
	0.6	AH	AHsat	AHea	AN	AC
28 días	0.4	AH	AHsat	AHea		
	0.6	AH	AHsat	AHea		

Tabla 9.2: Muestras interfase árido-pasta con aditivo inclusor de aire

Edad	Relación a/c	Contenido de aditivo	Muestras				
7 días	0.4	0.15% m <sub>c</sub>	AH			AN	AC

Tabla 9.3: Muestras interfase árido-pasta con aditivo superplastificante

Edad	Relación a/c	Contenido de aditivo	Muestras				
7 días	0.3	0.7% m <sub>c</sub>	AH	AHsat	AHea	AN	AC

### 9.2.1 Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación

Se realizó el estudio de la interfase de las muestras AH, AHsat, AHea, AN, AC de 7 días de hidratación con diferentes relaciones a/c.

Se observó que en el caso del árido calizo se forma una microestructura análoga a la descrita en la bibliografía, formada por grandes cristales de CH, CSH y pocos cristales de sulfoaluminatos.

Se observó que existe una influencia de la naturaleza del árido (su composición química) en la formación de la ITZ.

Comparando los AH con los áridos naturales se observó la formación de una zona distinta con una cristalización diferente.

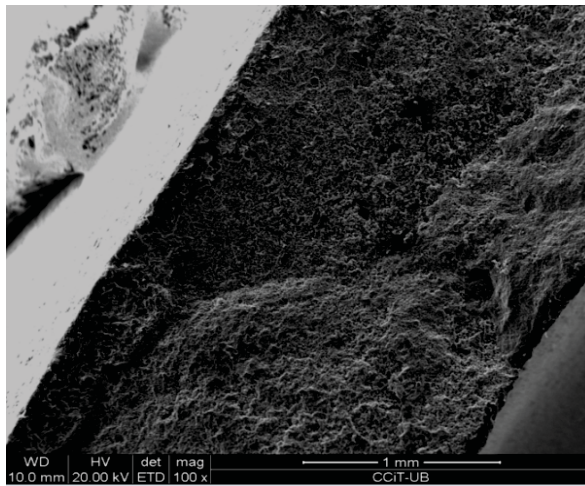
En el caso de AC se forma también una microestructura diferente.

También se observó que cuando se usa los áridos con diferentes condiciones de humedad en la preparación de muestras, se forma diferente microestructura en la zona interfacial árido-pasta de cemento.

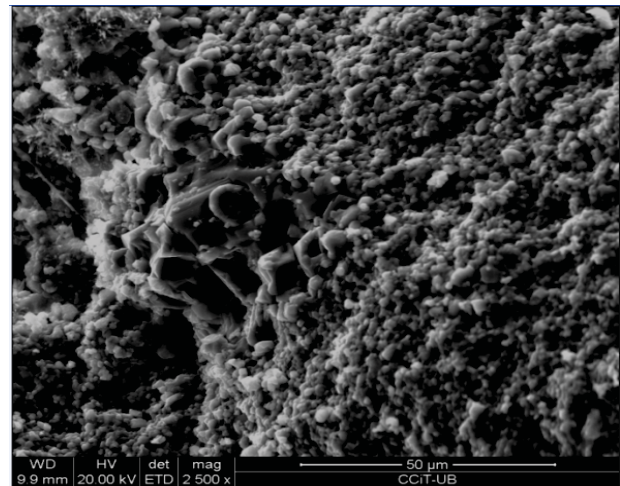
### 9.2.1.1 Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.4$

#### -Microestructura de la interfase AN- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.4$

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es homogénea, y presenta poros de tamaños pequeños, Imagen 9.7a. En la Imagen 9.7b se presenta la microestructura del árido calizo.



a)



b)

Imagen 9.7: a) Vista general de superficie de la interfase AN-pasta de cemento  $a/c=0.4$ ; b) Microestructura del árido calizo

La microestructura que se formó, es una microestructura típica, descrita por varios autores; y esta formada por CSH; pocos cristales de sulfoaluminatos y por grandes cristales de CH, Imagen 9.8.

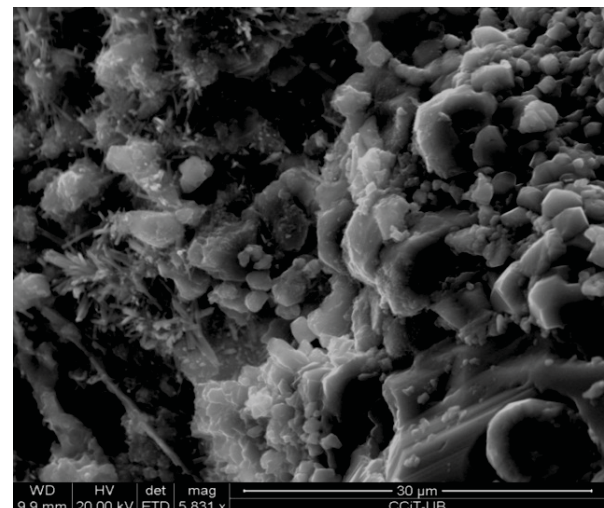
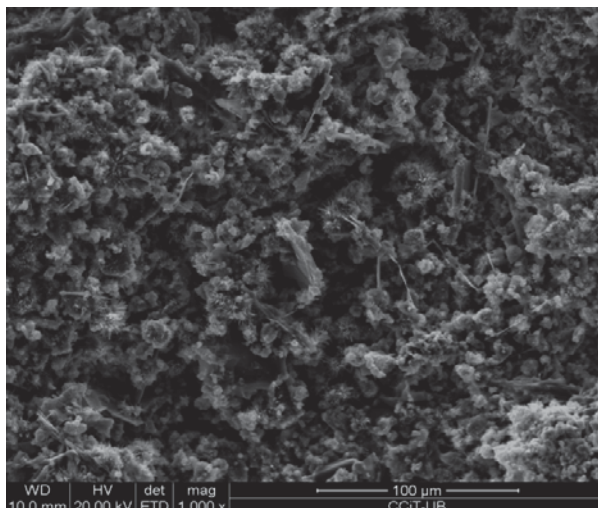


Imagen 9.8: Vista general de microestructura formada en la interfase AN-pasta de cemento  $a/c=0.4$

En la Imagen 9.9 se presenta los cristales de CH (A) bien formados.

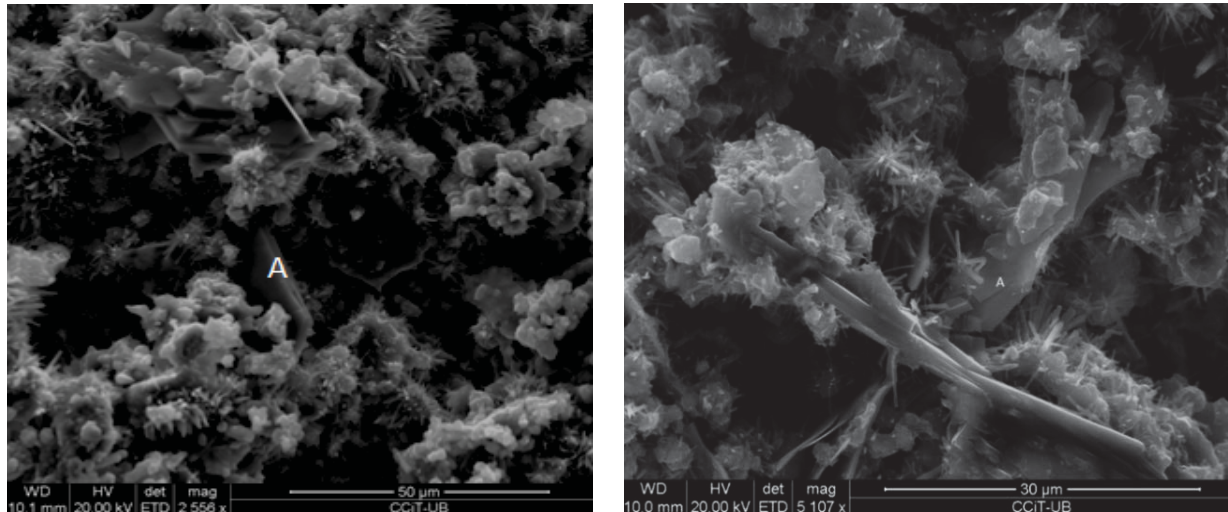


Imagen 9.9: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento  $a/c=0.4$ ; cristales de CH (A)

**-Microestructura de la interfase AH- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.4$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre 30  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$ ), Imagen 9.10.

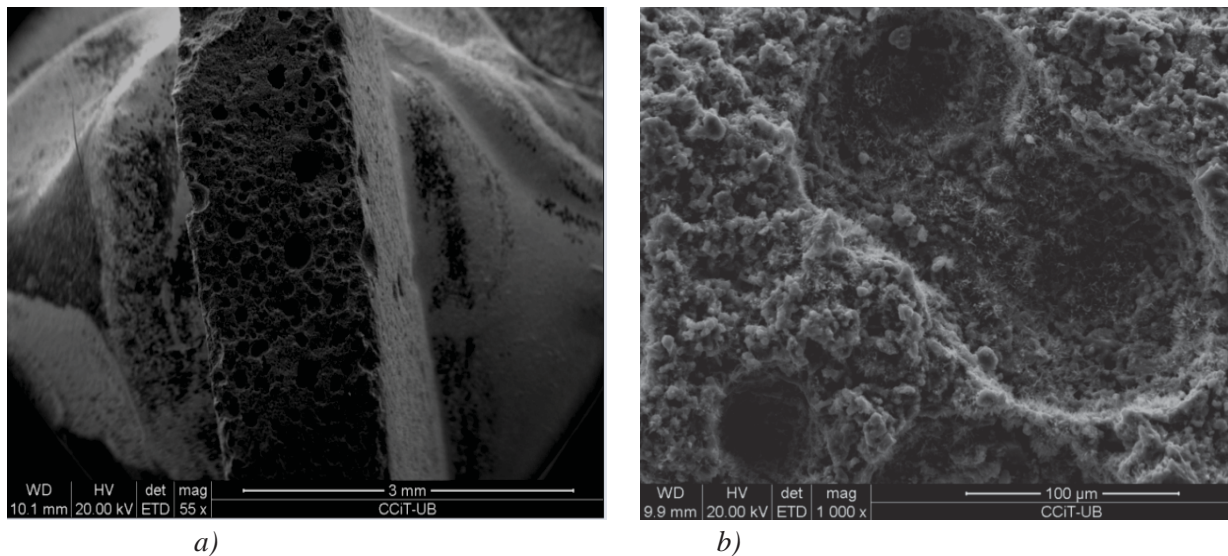


Imagen 9.10: a) Vista general de superficie de la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$ ; b) Detalle de los poros formados

Sin tener en la cuenta la macroporosidad la microestructura de la pasta formada en la interfase es más densa que la observada con AN y presenta los cristales pequeños de CH; CSH y gran cantidad de cristales de sulfoaluminatos.

Los cristales de CH son pequeños y tienen una forma irregular (A), Imagen 9.11. En la Imagen 9.12 se muestra el CSH.

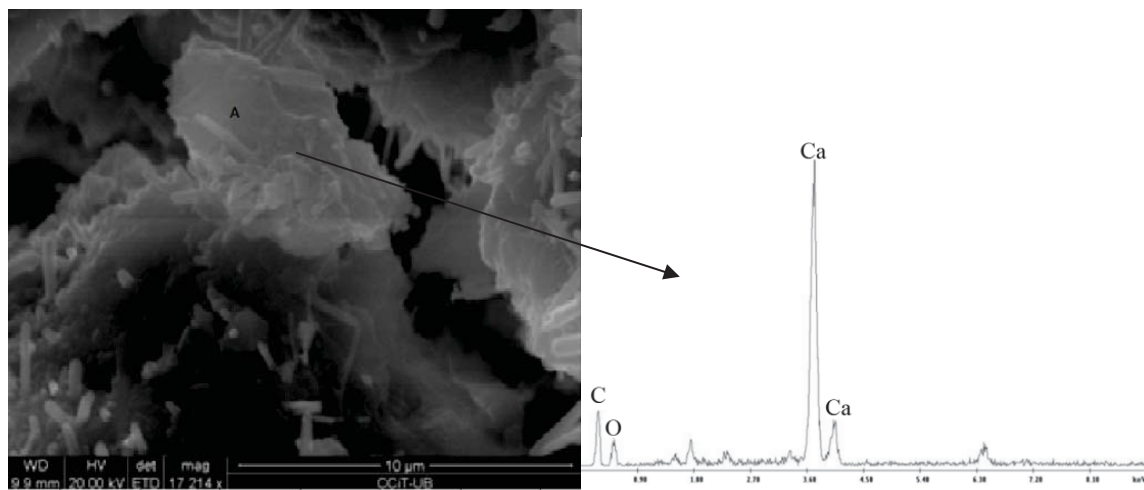


Imagen 9.11: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$ : cristal de CH

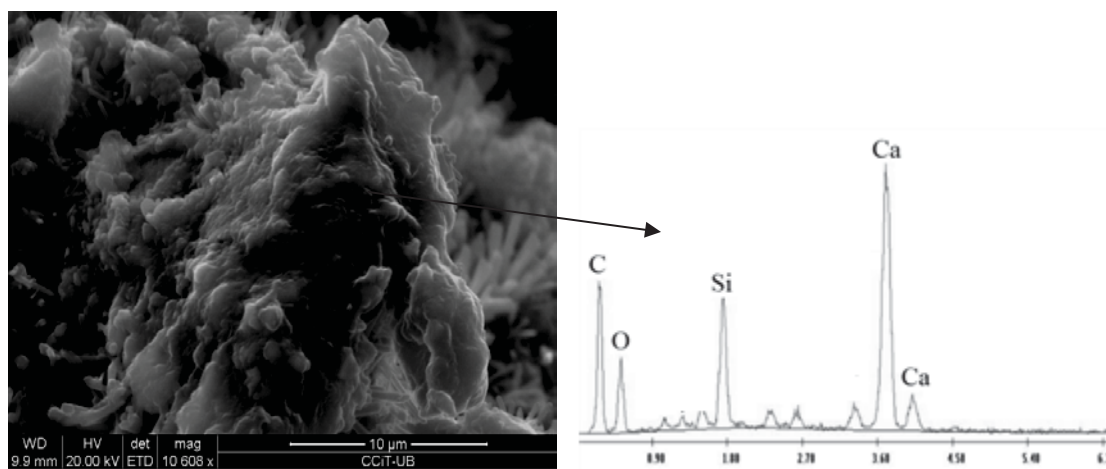


Imagen 9.12: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$  CSH

Se observa la presencia de los cristales de sulfoaluminatos con formas predominantemente aciculares, Imagen 9.13.

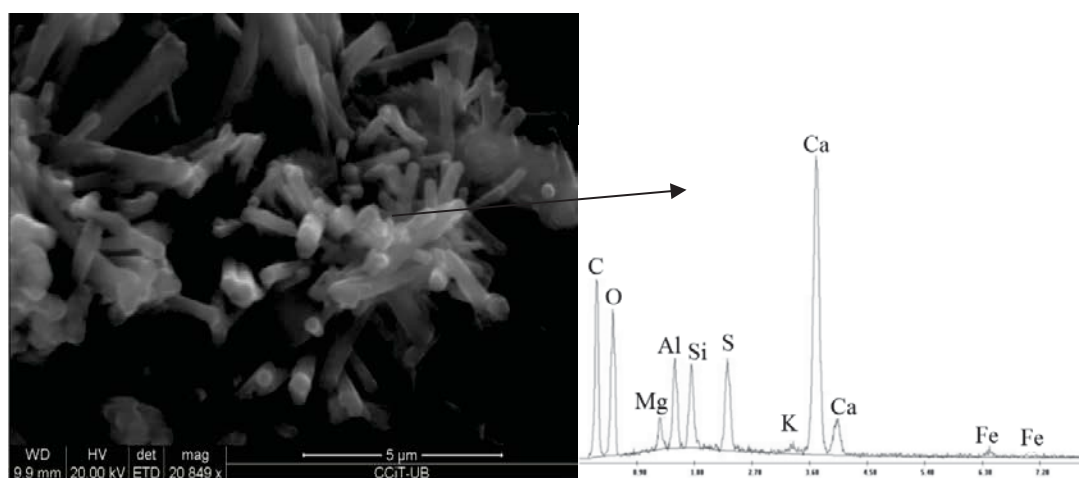


Imagen 9.13: Cristales de sulfoaluminatos aciculares

La microestructura en la zona de fondo de los poros esta formada principalmente por los cristales de sulfoaluminatos (A) y CSH (B), Imagen 9.14.

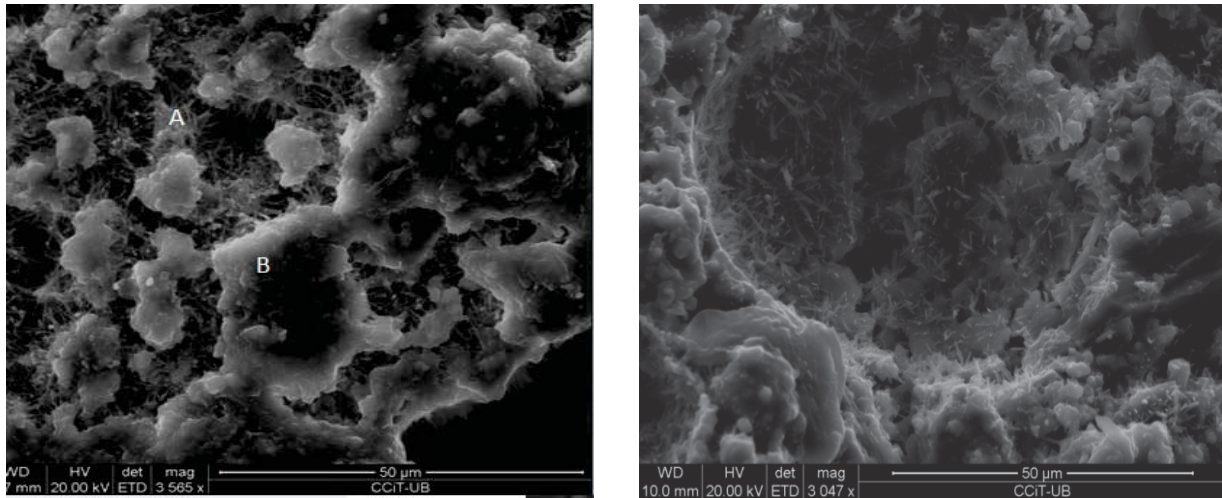


Imagen 9.14: Microestructura formada dentro de un poro en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$ : cristales de sulfoaluminatos (A) y CSH (B)

**-Microestructura de la interfase AHsat-pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.4$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido es heterogénea, y presenta poros de forma irregular de diámetro entre 50  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$ , no profundos, Imagen 9.15.

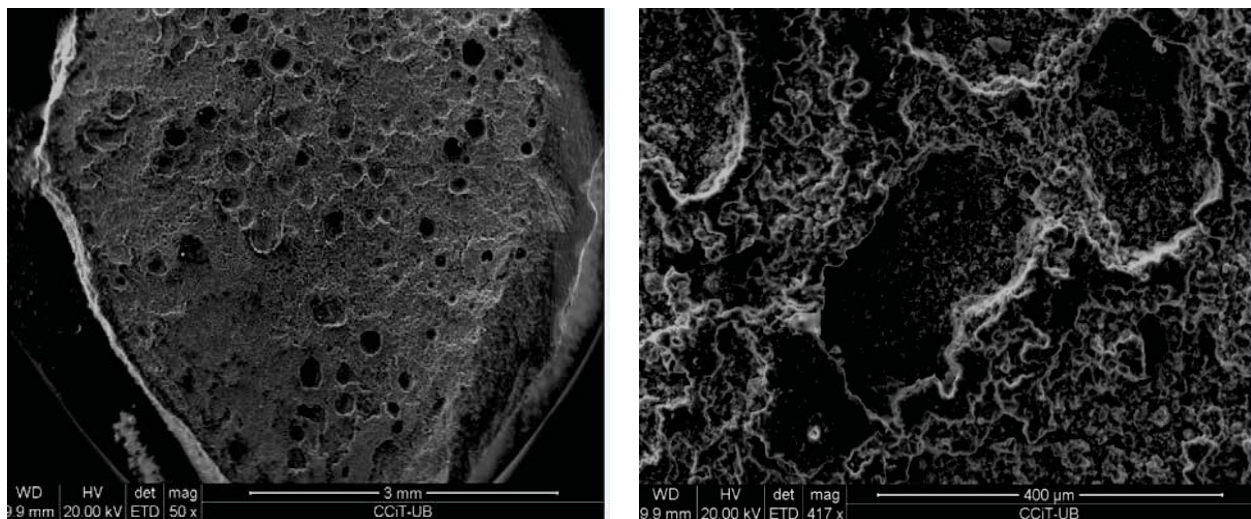


Imagen 9.15: Vista general de superficie de la interfase AHsat - pasta de cemento  $a/c=0.4$

Sin tener en cuenta la macroporosidad la microestructura formada es más densa, en comparación con la microestructura de AN, y está formada por capas de diferentes cristales, con el predominio de CSH y sulfoaluminatos, Imagen 9.16. Los cristales de CH identificados son pequeños e irregulares (A).

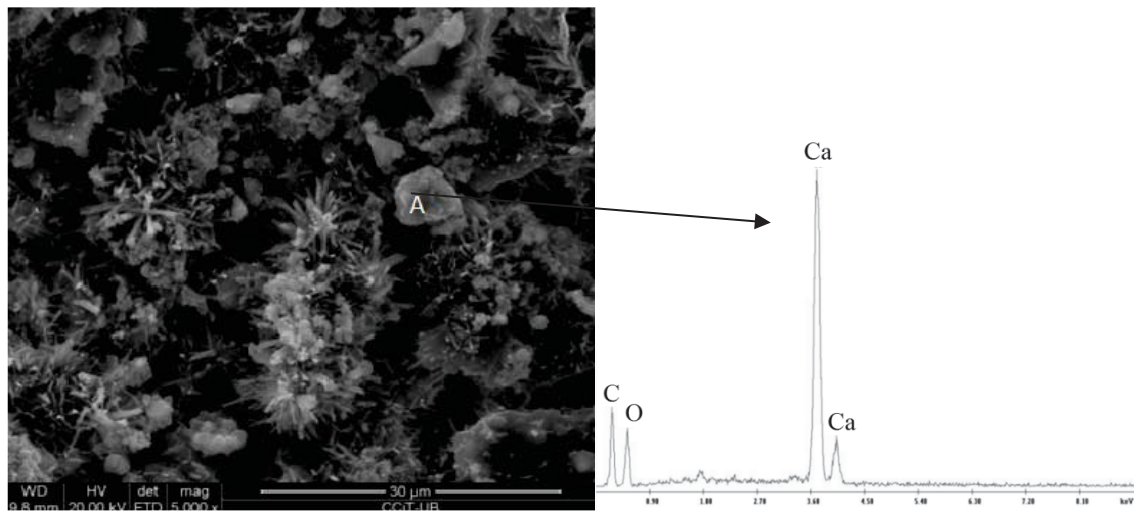


Imagen 9.16: Microestructura formada en la interfase AHsat - pasta de cemento  $a/c=0.4$ ; cristal de CH

La microestructura de la zona de fondo de los poros esta formada principalmente por los cristales de sulfoaluminatos (B) y CSH (A), Imagen 9.17.

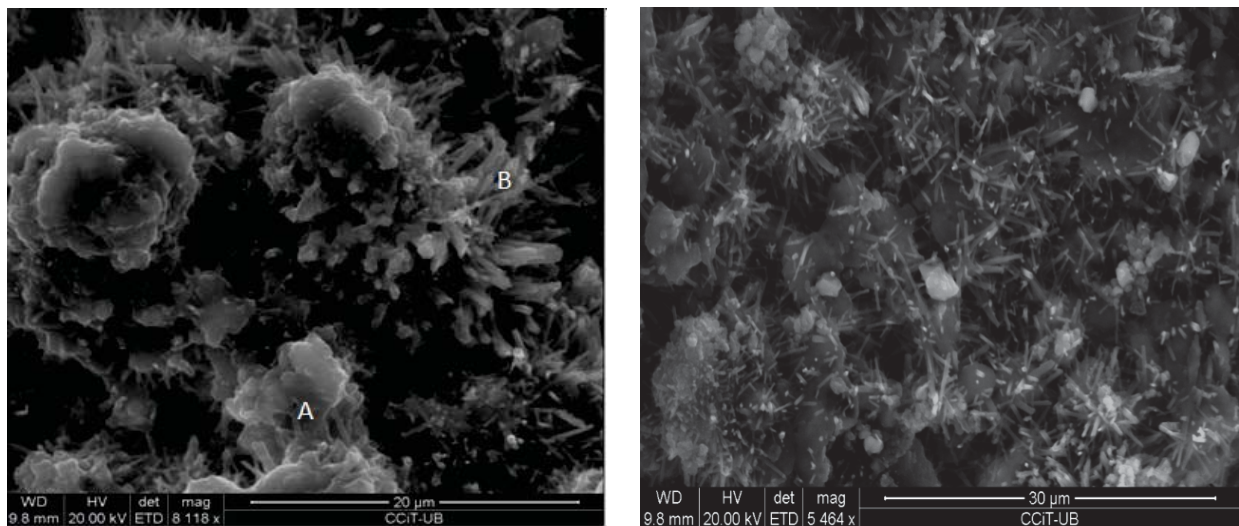
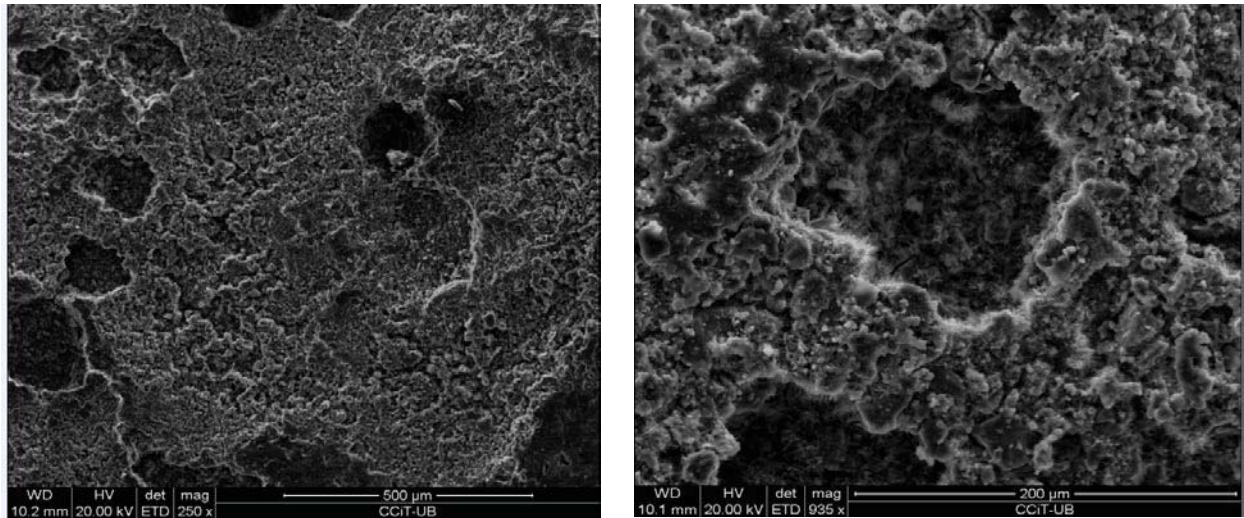


Imagen 9.17: Microestructura formada dentro de un poro: CSH (A) y sulfoaluminatos (B)

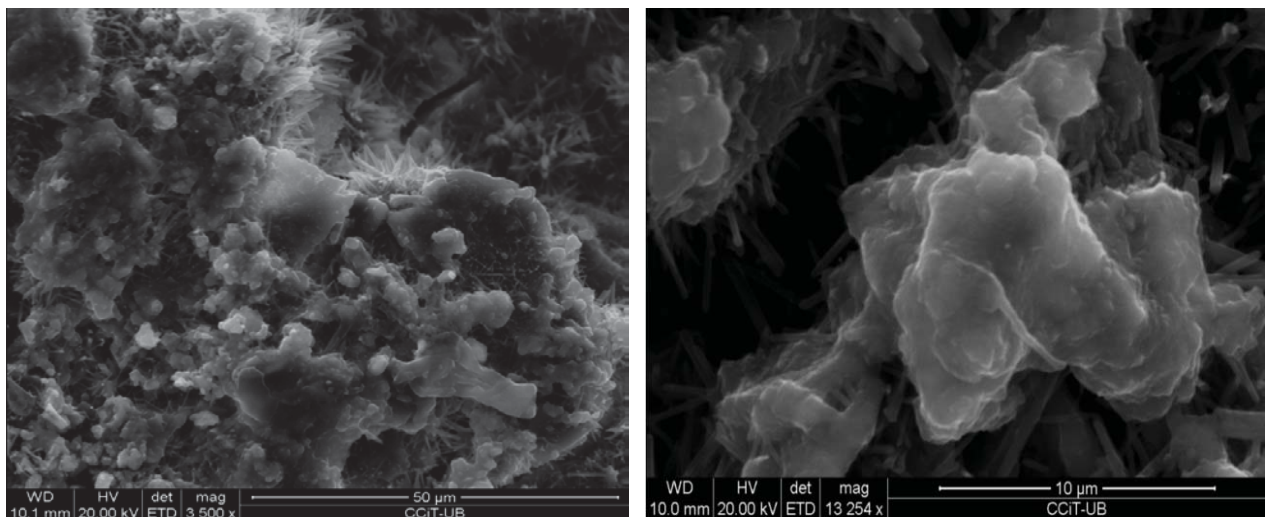
*-Microestructura de la interfase AHea - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación a/c=0.4*

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido es heterogénea, y presenta poros de forma irregular, no profundos, de diferentes tamaños, de diámetro entre 50  $\mu\text{m}$  y 150  $\mu\text{m}$ . La forma de los poros sugiere un movimiento de aguas que penetran y ensanchan los poros de la pasta, Imagen 9.18.



*Imagen 9.18: Vista general de superficie de la interfase AHea - pasta de cemento a/c=0.4*

Obviando la macroporosidad la microestructura de la zona al lado de los poros es densa y está formada por unas capas de diferentes cristales. Generalmente está formada por CSH y cristales de sulfoaluminatos.



*Imagen 9.19: Microestructura formada en la interfase AHea - pasta de cemento a/c=0.4 al lado de un poro*

La microestructura formada en la zona de fondo de los poros presenta una gran cantidad de cristales de sulfoaluminatos y CSH, Imagen 9.20.



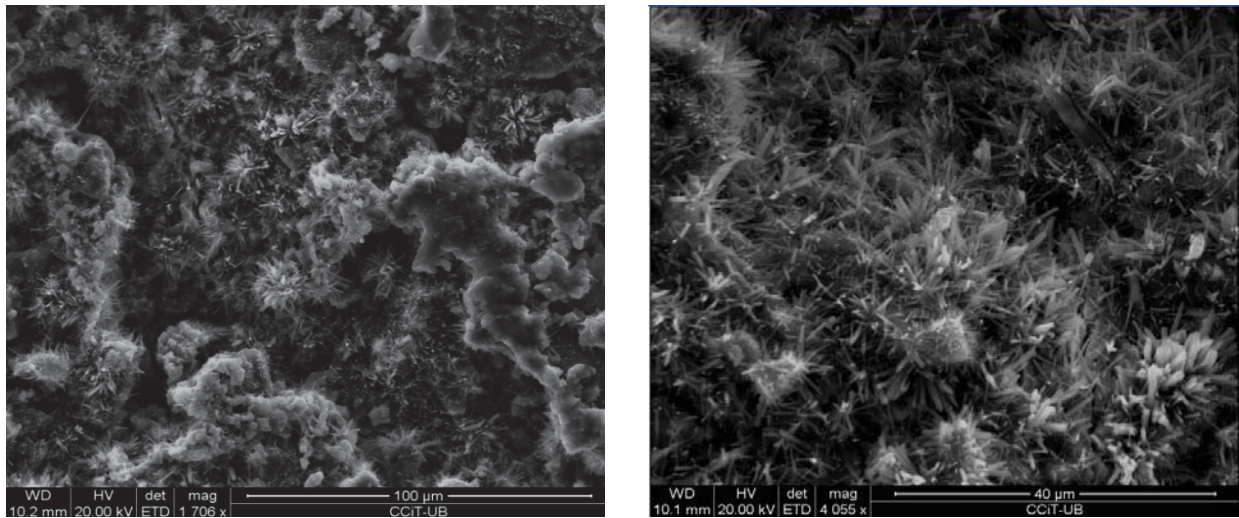
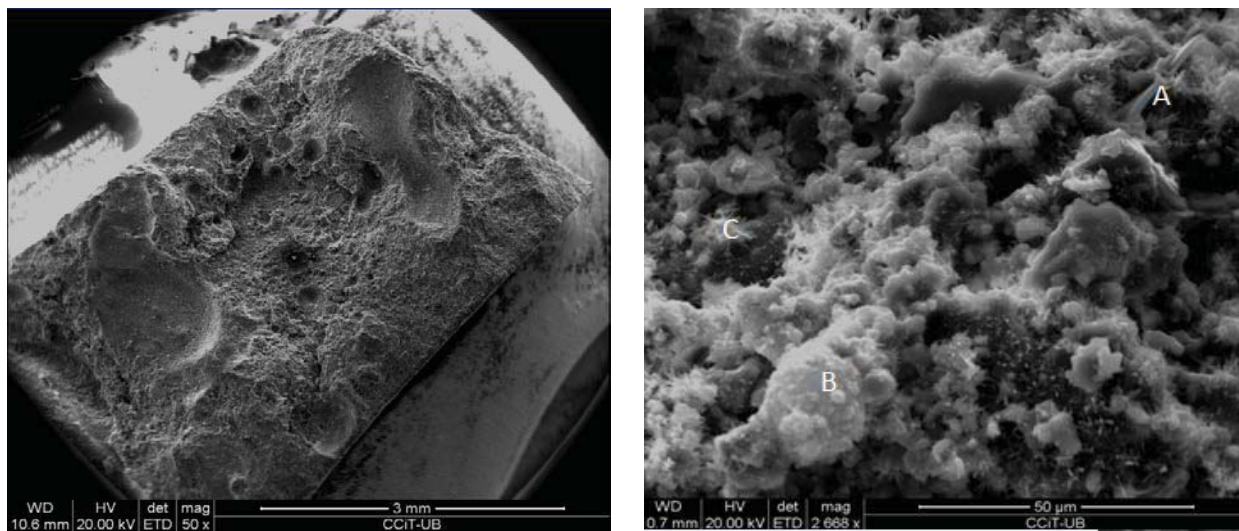


Imagen 9.20: Microestructura formada en la interfase AHea - pasta de cemento  $a/c=0.4$  dentro de un por

**-Microestructura de la interfase AC - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.4$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, Imagen 9.21a, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños y profundidad. Obviando la macroporosidad la microestructura formada es más densa en comparación con AN y está formada por gran cantidad de CSH (B), pequeños cristales de sulfoaluminatos (C) y los cristales de CH (A), Imagen 9.21b.



a)

b)

Imagen 9.21: a) Vista general de la interfase AC - pasta de cemento  $a/c=0.4$ ; b) Microestructura formada

Los cristales de CH son mayores que los observados con AH y tienen una forma de láminas delgadas; sin embargo no están tan bien formados como en el caso de AN. Eso se atribuye a mayor absorción de AC, debido que cuando más agua absorbe menos espacio disponible hay para crecimiento de los cristales de CH.

### 9.2.1.2 Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.5$

#### -Microestructura de la interfase AN- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.5$

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es homogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $10\ \mu\text{m}$  y  $150\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.22a.

Con el aumento de relación  $a/c$  de 0.4 a 0.5 se observa un aumento de la cantidad de poros en la interfase. Se observa también una menor compactación de la pasta si la comparamos con la observada en la muestra AN 0.4. Los cristales observados son los mismos ya comentados en el caso de AN 0.4. Predominan los cristales de CSH; los cristales de CH (A) son grandes y bien formados y hay pocos cristales aciculares de sulfoaluminatos, Imagen 9.22b.

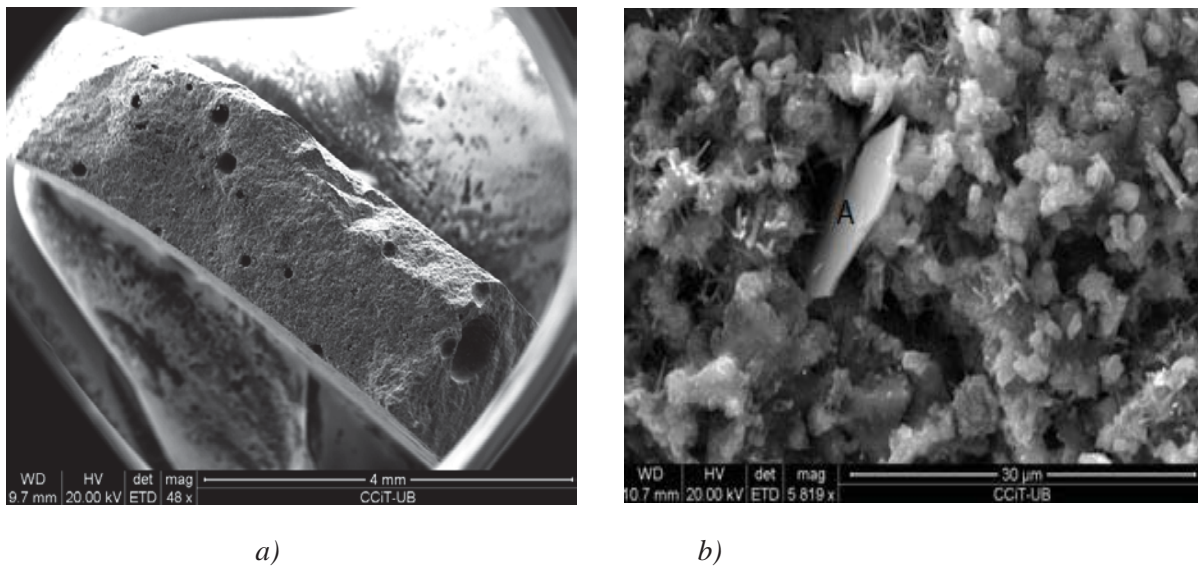


Imagen 9.22: a) Vista general de la interfase árido AN- pasta de cemento  $a/c=0.5$  b) Microestructura formada

En la Imagen 9.23 podemos observar los cristales de CH bien formados en forma de láminas de espesor aproximadamente de  $2\ \mu\text{m}$ .

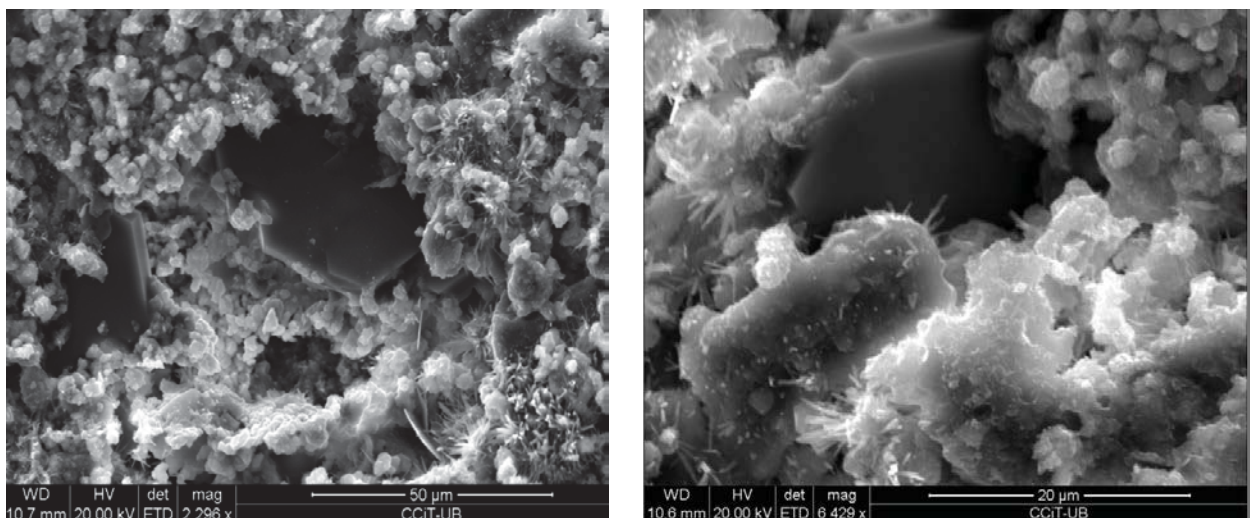
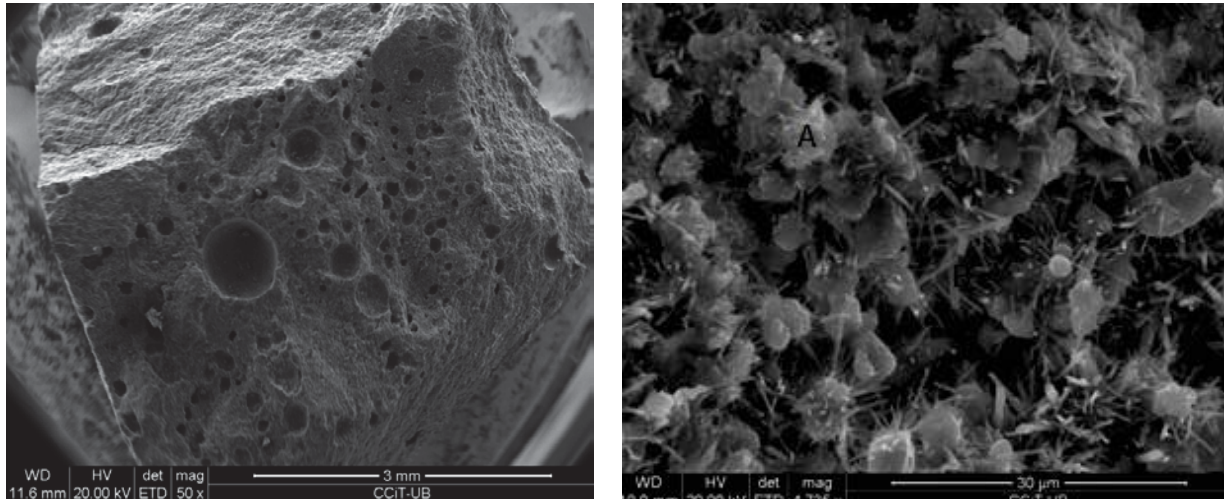


Imagen 9.23: Cristales de CH

**-Microestructura de la interfase AH- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación a/c=0.5**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre 20  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$ ), Imagen 9.24a.

Se observa un aumento de la cantidad de poros en la interfase y también una menor compactidad de la pasta con el aumento de relación a/c de 0.4 a 0.5. La microestructura formada consiste en CSH, cristales aciculares de sulfoaluminatos y CH, Imagen 9.24b.



a)

b)

Imagen 9.24: a) Vista general de la interfase AH- pasta de cemento a/c=0.5; b) Microestructura formada

Los cristales de sulfoaluminatos, que podemos observar en la Imagen 9.25, se encuentran en forma de agujas grandes y bien formadas.

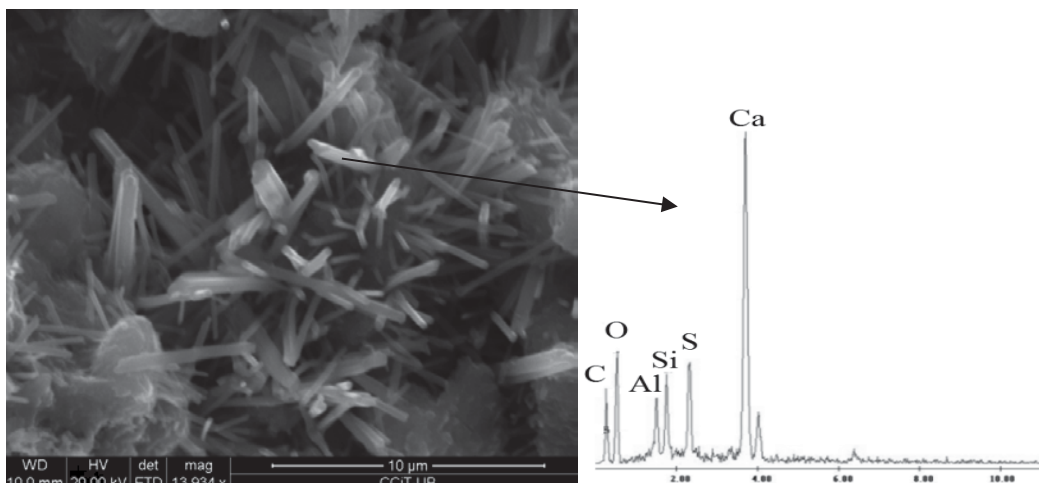


Imagen 9.25: Cristales de sulfoaluminatos

En la Imagen 9.26 podemos observar un cristal grande de CH, que no es típico en esta muestra.

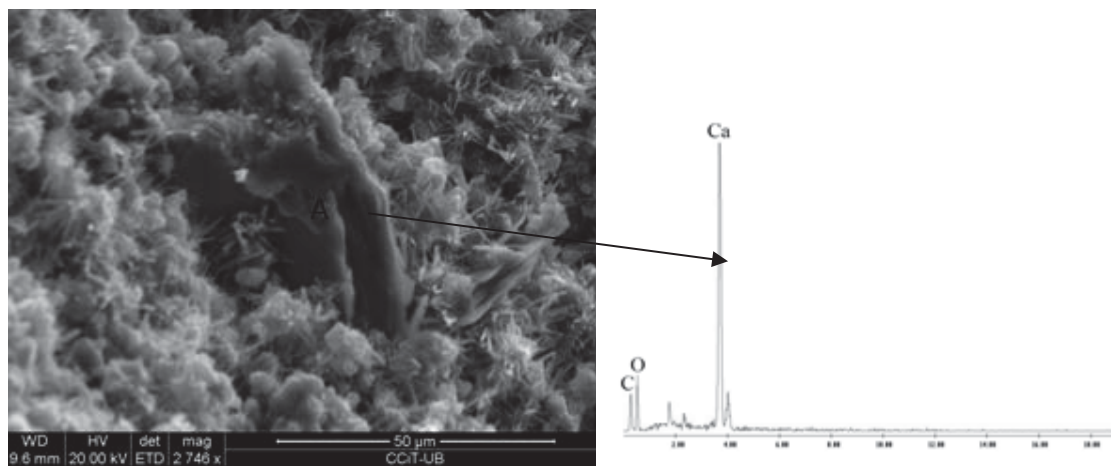


Imagen 9.26: Cristal de CH (A)

**-Microestructura de la interfase AHsat- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.5$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $30\ \mu\text{m}$  y  $250\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.27a. La microestructura formada es menos densa en comparación con AHsat 0.4; y consiste en CSH (A), gran cantidad de cristales de sulfoaluminatos (B) y pequeños cristales de CH, Imagen 9.27b.

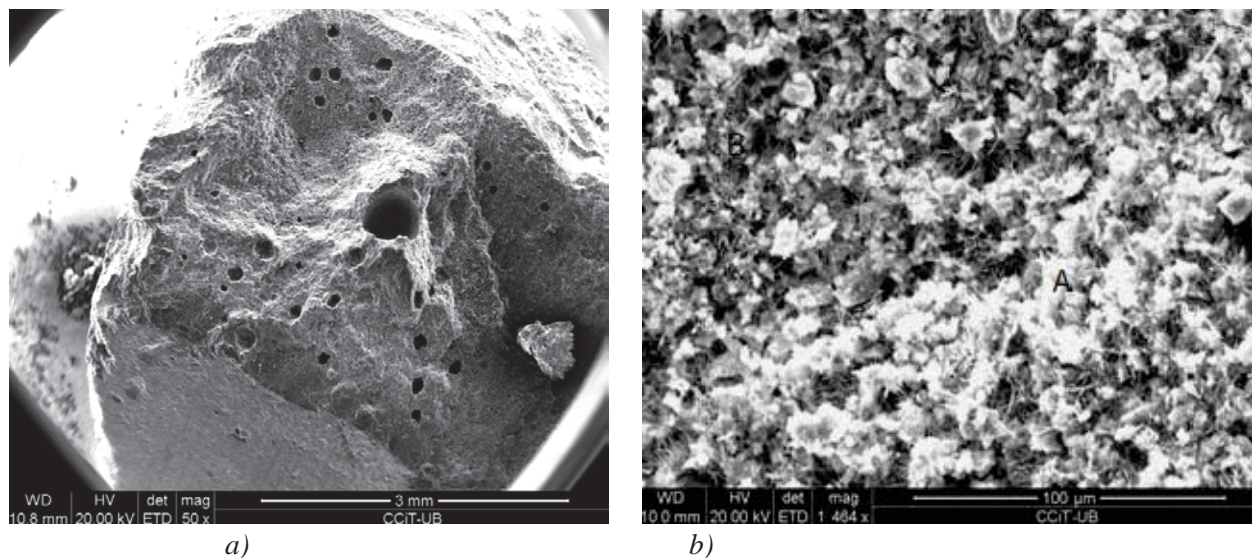


Imagen 9.27: a) Vista general de la interfase AHsat - pasta de cemento  $a/c=0.5$ ; b) Microestructura formada

Los cristales de sulfoaluminatos, Imagen 9.28, se encuentran en forma de agujas grandes y bien formadas.

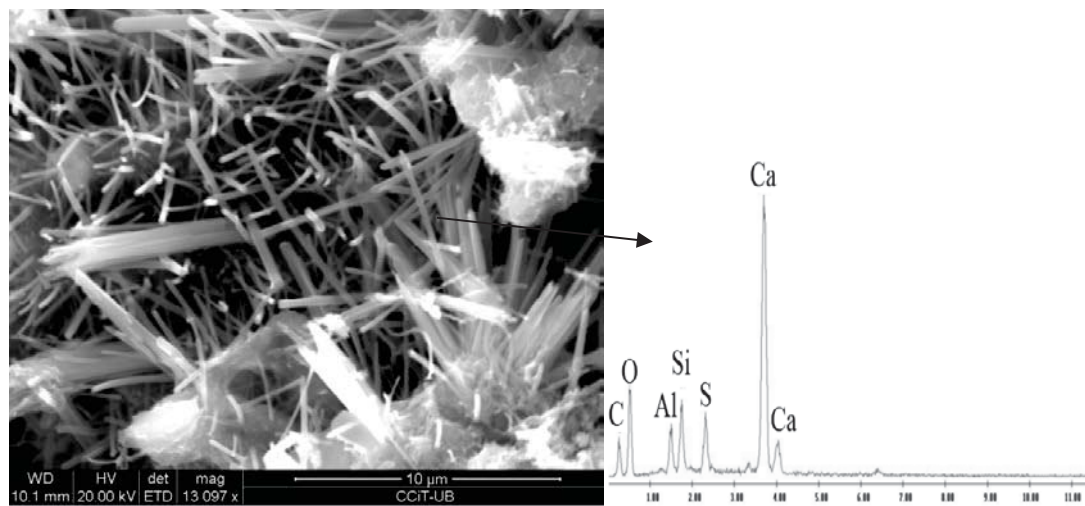


Imagen 9.28: Cristales de sulfoaluminatos

En la Imagen 9.29 se observa cristales de CH mal formados.

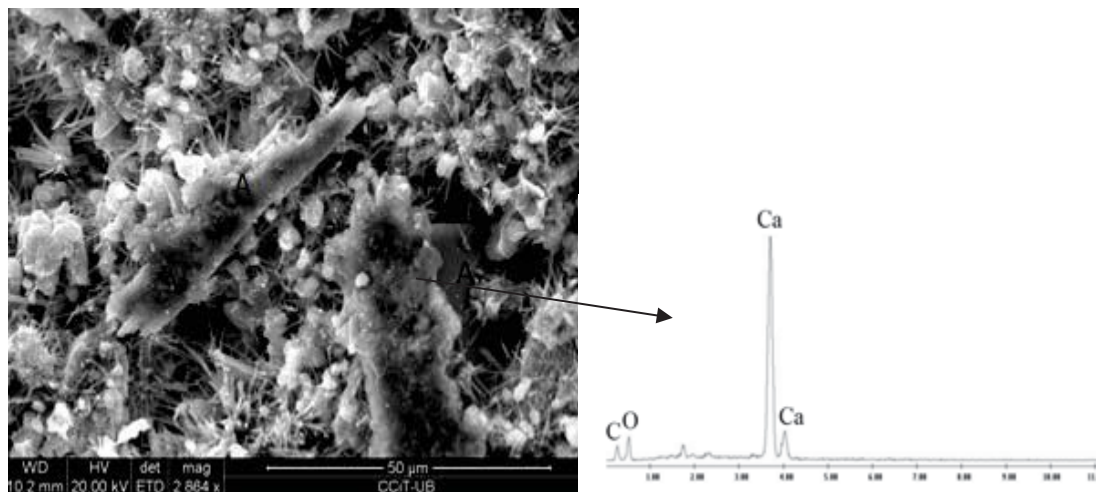


Imagen 9.29: Cristales de CH (A)

#### **-Microestructura de la interfase AHea - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación a/c=0.5**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre 30  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$ ), Imagen 9.30a. En la Imagen 9.30b se presenta la cristalización formada, donde predominan los cristales de sulfoaluminatos y CSH. Los cristales de CH observados en esta muestra son pequeños y mal formados.

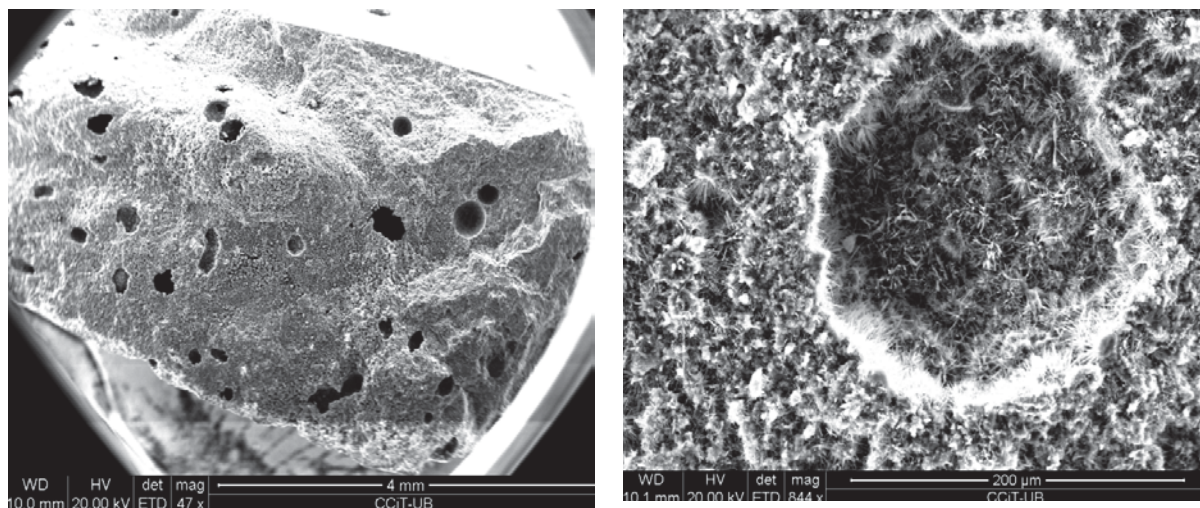


Imagen 9.30: a) Vista general superficie de la interfase AHea-pasta de cemento  $a/c=0.5$ ; b) Microestructura formada

En la Imagen 9.31 se presenta los cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas bien formadas. Y en la Imagen 9.32 se muestra los cristales de CH (A) que tienen una forma irregular y mal formada.

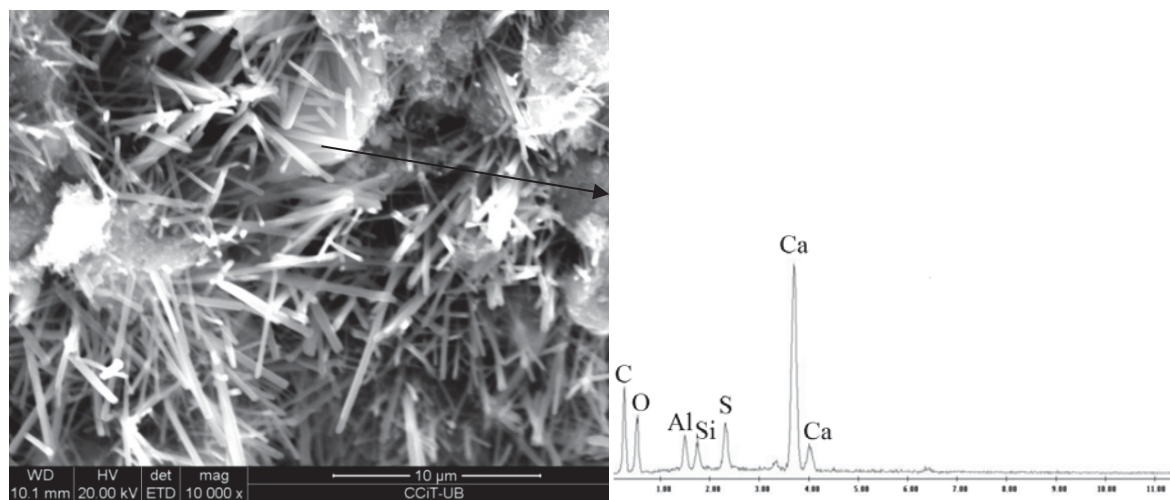


Imagen 9.31: Cristales de sulfoaluminatos

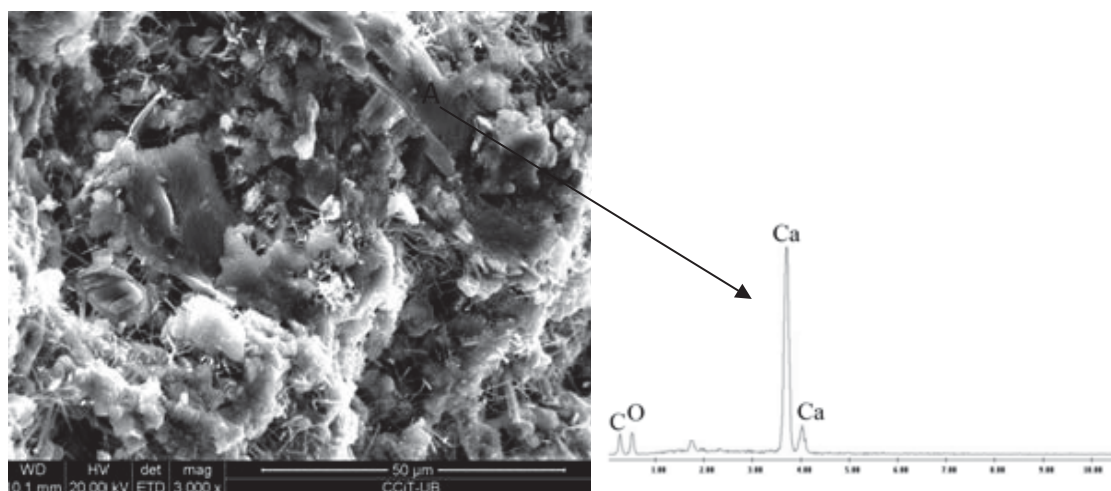


Imagen 9.32: Cristal de CH (A)

**-Microestructura de la interfase AC - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.5$** 

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $30\ \mu\text{m}$  y  $250\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.33a. En comparación con la muestra de AC 0.4 la microestructura formada es menos densa y presenta más cantidad de poros.

En la Imagen 9.33b se presenta la cristalización formada, que consiste en CSH, pequeños cristales de sulfoaluminatos y los cristales de CH.

Igual que la muestra AC0.4, los cristales de CH identificados no presentan la forma regular de hexágonos bien formados, Imagen 9.34.

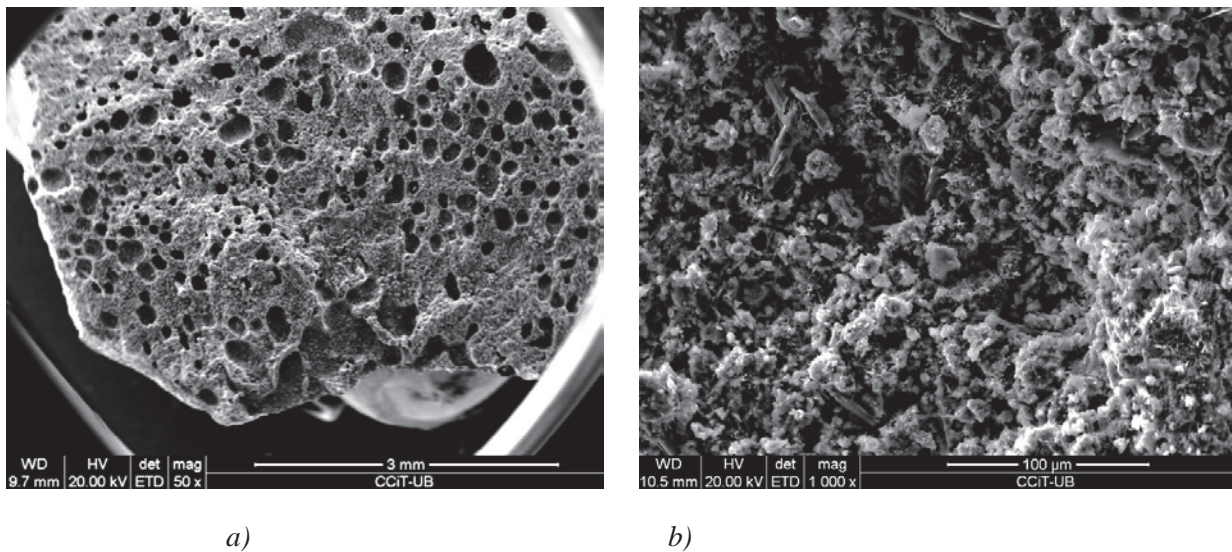


Imagen 9.33: a) Vista general de la interfase AC - pasta de cemento  $a/c=0.5$  b) Microestructura formada

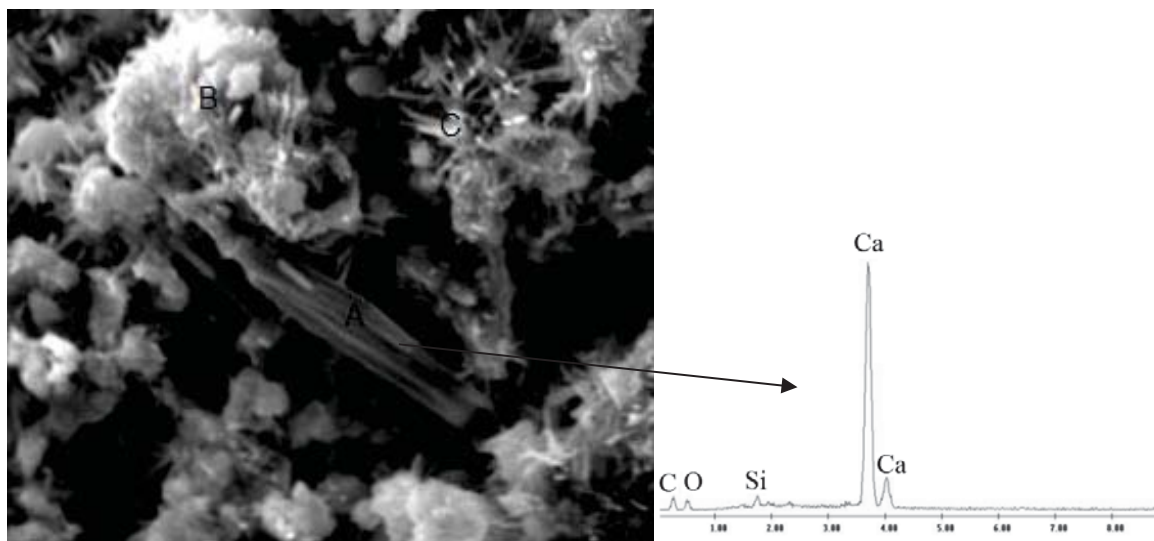


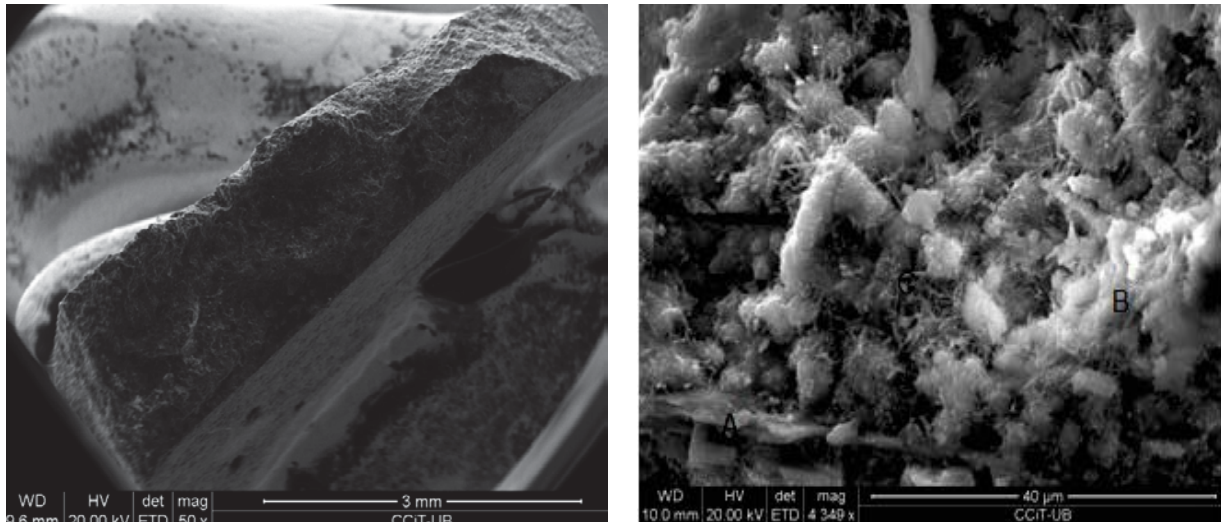
Imagen 9.34: Microestructura formada en la interfase AC - pasta de cemento  $a/c=0.5$ : cristal de CH (A); CSH (B), cristales de sulfoaluminatos (C)

### 9.2.1.3 Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación a/c=0.6

#### -Microestructura de la interfase AN- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación a/c=0.6

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es homogénea, y presenta poros pequeños de diferentes tamaños, Imagen 9.35a. En comparación con muestra AN 0.4 la pasta es menos compacta.

Los cristales formados son iguales que en la muestra AN 0.4. Se observó la formación de cristales de CH bien formados, CSH y cristales aciculares cortos de sulfoaluminatos, Imagen 9.35b.



a)

b)

Imagen 9.35: a) Vista general de la superficie de la interfase AN- pasta de cemento a/c=0.6; b) Microestructura formada: CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C)

En la Imagen 9.36 se puede observar CSH (B) y los cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas.

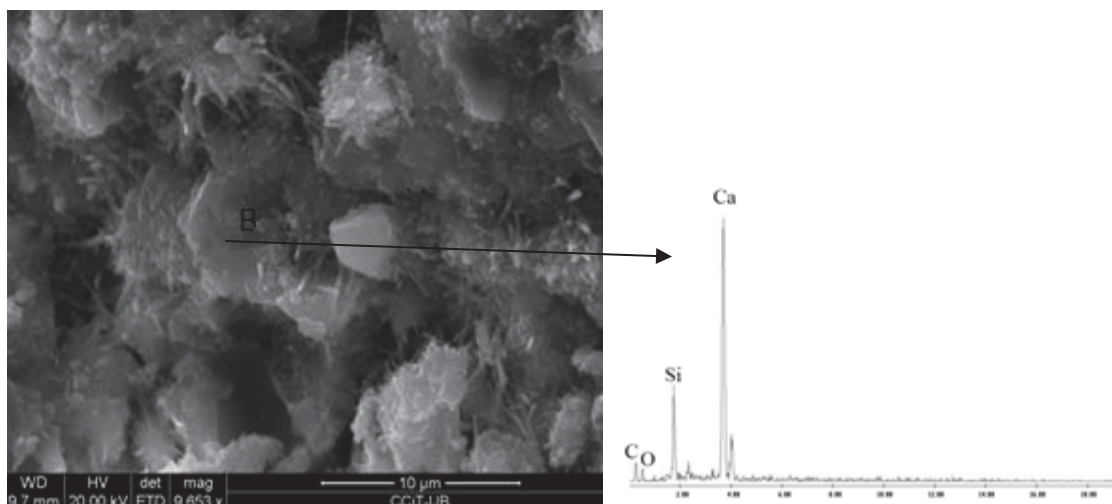


Imagen 9.36: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento a/c=0.6: CSH (B); cristales de sulfoaluminatos



**-Microestructura de la interfase AH- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación a/c=0.6**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre 20  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$ ), Imagen 9.37a.

En comparación con AH 0.5 y AH 0.4 se observa la pasta más porosa y menos compacta. Además se observó que el aumento de la relación a/c de 0.4 a 0.6 permite la formación de cristales de CH bien formados, pero sigue predominando CSH y cristales de sulfoaluminatos, Imagen 9.37b.

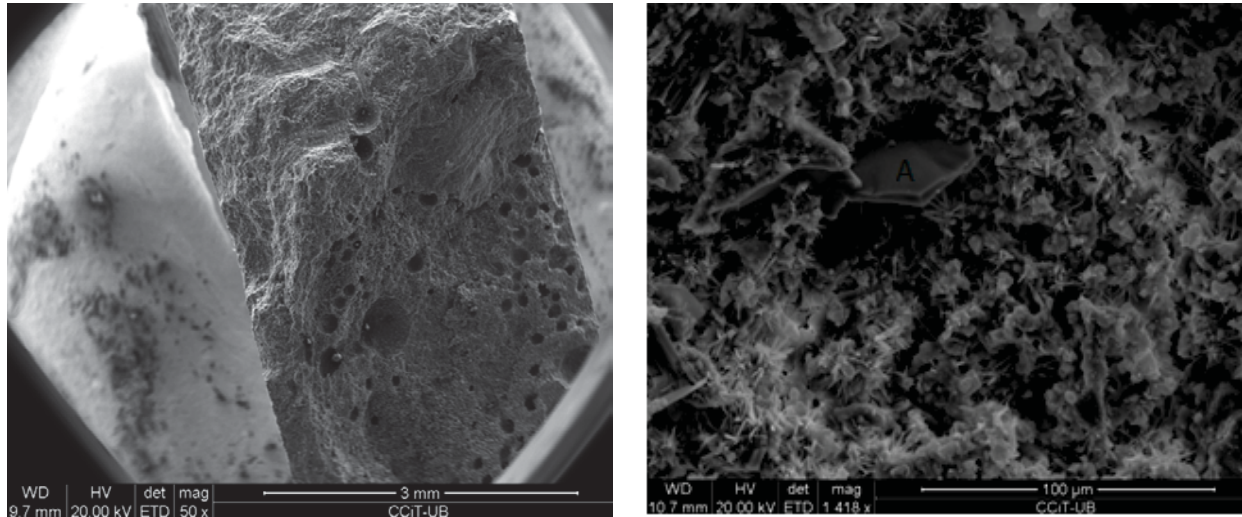


Imagen 9.37: a) Vista general superficie de la interfase AH-pasta de cemento a/c=0.6; b) Microestructura formada: CSH; sulfoaluminatos; CH (A)

En la Imagen 9.38 se puede observar cristal de CH bien formado (A) y también los cristales grandes aciculares de sulfoaluminatos (B).

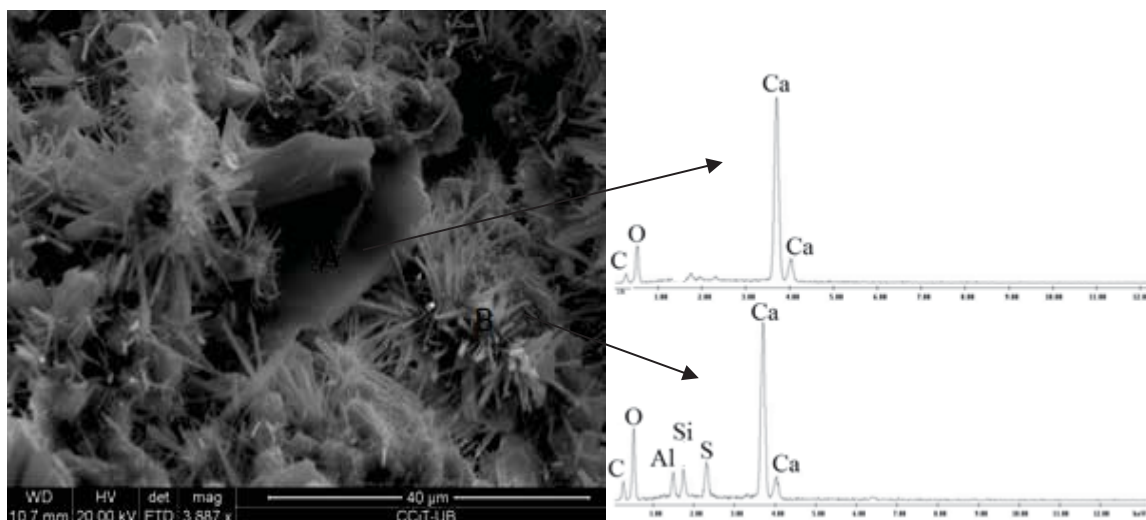


Imagen 9.38: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento a/c=0.6: CH (A); cristales de sulfoaluminatos (B)

**-Microestructura de la interfase AHsat - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.6$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $30\ \mu\text{m}$  y  $250\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.39.

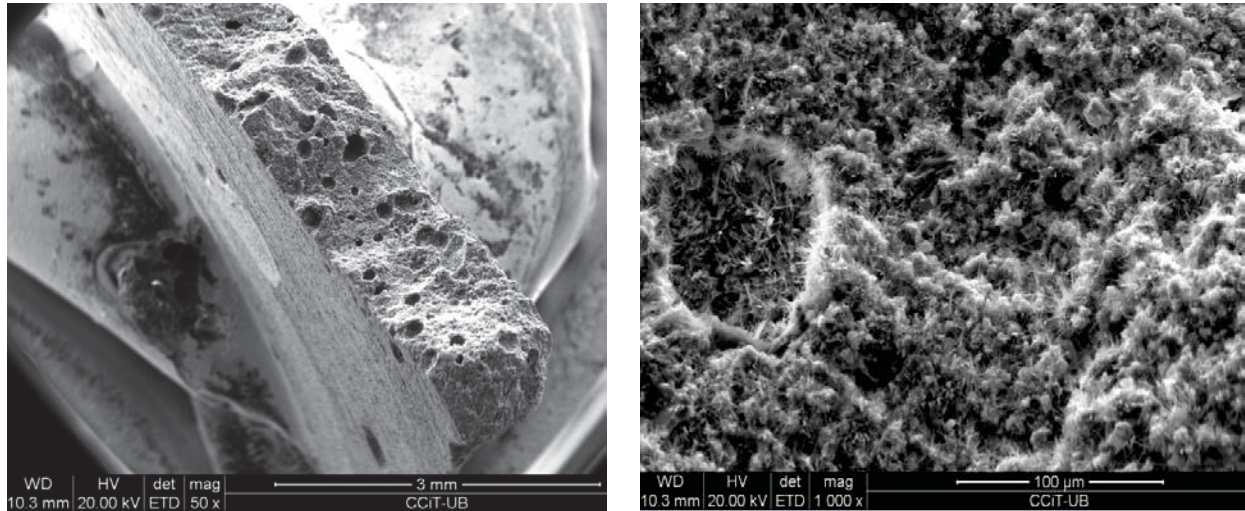


Imagen 9.39: a) Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.6$ ; b) Microestructura formada

En comparación con AHsat 0.5 y AHsat 0.4 se observa la pasta más porosa y menos compacta. Se observó que como en las muestras con la relación  $a/c$  más bajas sigue predominando CSH y cristales aciculares de sulfoaluminatos. Los cristales de CH son más grandes, pero siguen teniendo forma irregular, Imagen 9.40

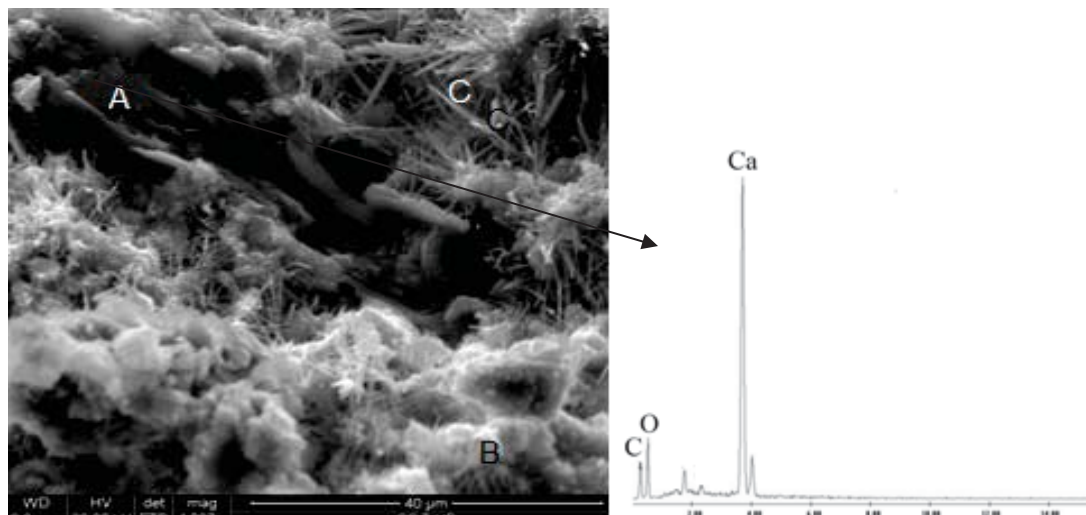


Imagen 9.40: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.6$ : CH (A); CSH (B); cristales aciculares de sulfoaluminatos (C)

**-Microestructura de la interfase AHea - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.6$** 

Se observó que en la microestructura formada sigue predominando CSH y cristales de sulfoaluminatos. Los cristales de CH son pequeños y tienen forma irregular, Imagen 9.41. El hecho de tener exceso de agua en la superficie del árido determina que la pasta de la interfase sea todavía más porosa y menos densa que la observada en la interfase generada con la misma relación  $a/c$  y el árido con humedad natural (seco al aire).

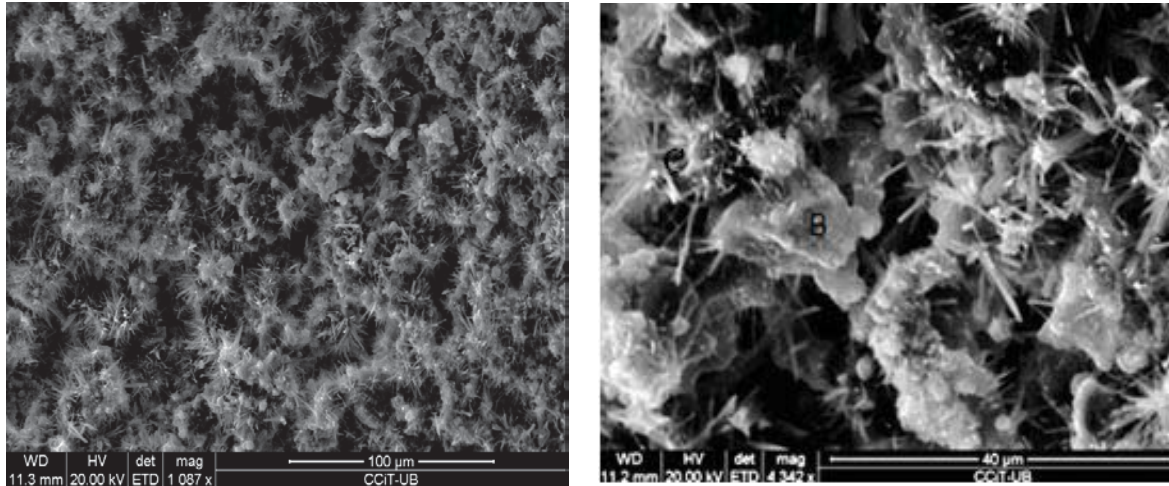
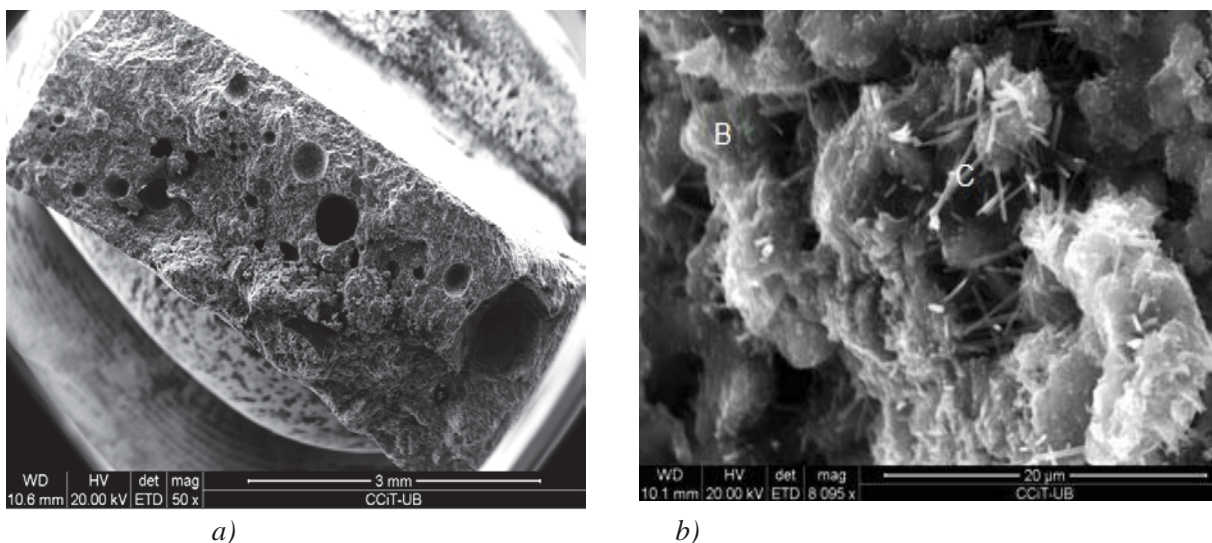


Imagen 9.41: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento  $a/c=0.6$

**-Microestructura de la interfase AC - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.6$** 

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $30\ \mu\text{m}$  y  $250\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.42a. En comparación con AC 0.4 se observa la pasta más porosa y menos compacta. Se observó que en la microestructura formada predominan CSH; cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas pequeñas, cristales de CH, Imagen 9.42b.



a)

b)

Imagen 9.42: a) Vista general la superficie de la interfase AC- pasta de cemento  $a/c=0.6$ ; b) Microestructura formada: CSH (B); cristales aciculares de sulfoaluminatos (C)

Igual que en las muestras con relaciones a/c más bajas los cristales de CH son grandes pero tienen una forma irregular, Imagen 9.43.

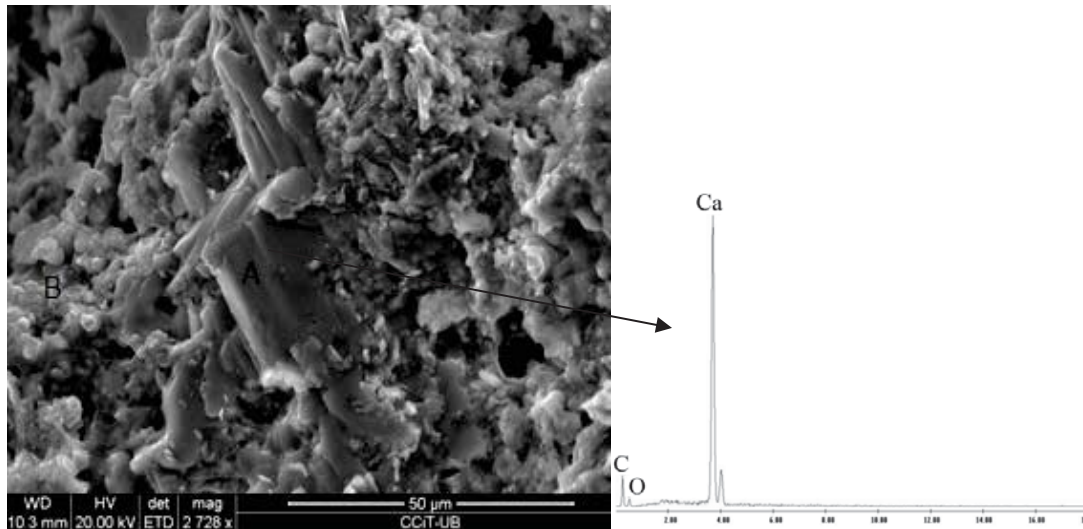


Imagen 9.43: Microestructura formada en la interfase AC- pasta de cemento a/c=0.6: CH (A); CSH (B)

### 9.2.2 Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación a/c=0.3 y 0.7% $m_c$ del aditivo superplastificante

Se realizó el estudio de la interfase de las muestras AH, AHsat, AHea, AN y AC con relación a/c=0.3 con aditivo superplastificante (0.7% $m_c$ ) de 7 días de hidratación.

Se observó que la pasta era más densa que la de la relación 0.4, y presentaba fisuras de retracción.

Se observó la formación de los mismos cristales; aunque los cristales de sulfoaluminatos identificados son más pequeños y mal formados, debido a la baja relación a/c y la absorción de agua por el árido. Los cristales de portlandita identificados no presentan una forma regular, bien formada.

#### *-Microestructura de la interfase AN- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación a/c=0.3*

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es homogénea, presenta una cantidad de poros de tamaños pequeños. La pasta es más densa que en la muestra correspondiente de relación a/c=0.4, Imagen 9.44 a.

En la microestructura formada predominan CSH en formación densa; grandes cristales de CH, mayoritariamente de forma irregular, Imagen 9.44b.

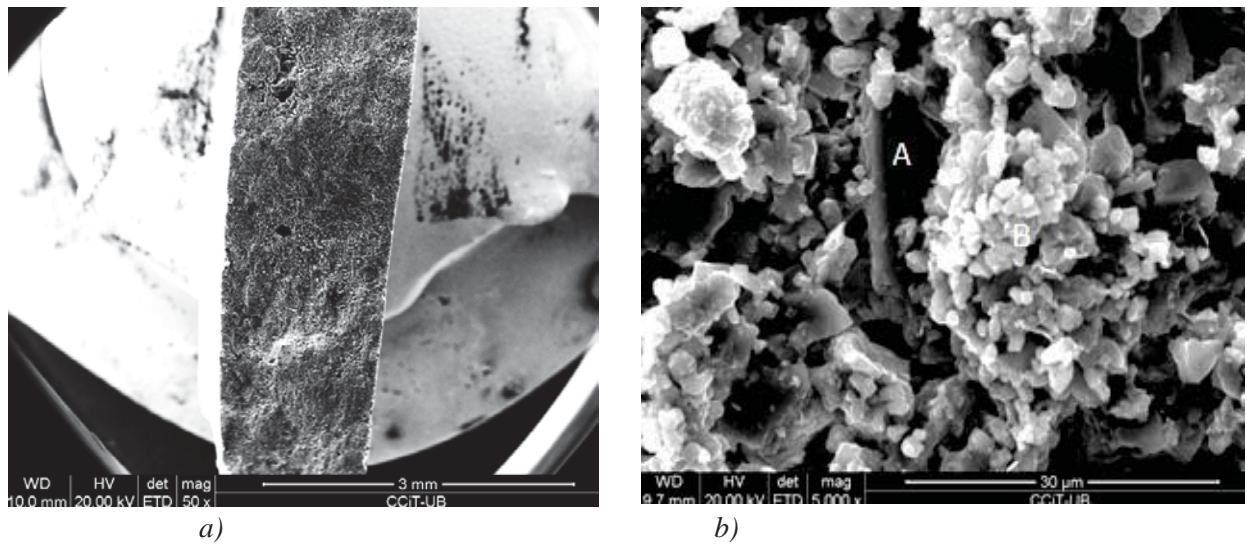


Imagen 9.44: a) Vista general de la superficie de la interfase AN- pasta de cemento  $a/c=0.3$ ; b) Vista general de la microestructura formada

En la Imagen 9.45 se muestra un cristal de CH grande en forma de lámina (A); CSH (B) y cristales aciculares de sulfoaluminatos (C).

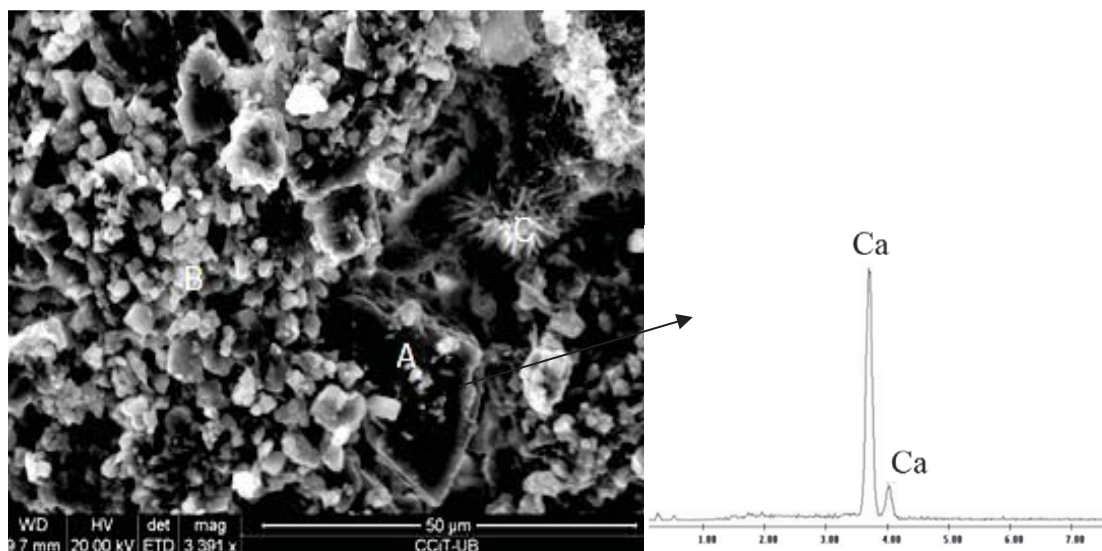


Imagen 9.45: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento  $a/c=0.3$ : cristal de CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C)

#### **-Microestructura de la interfase AH- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.3$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferente tamaño (diámetro entre  $20\ \mu\text{m}$  y  $250\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.44a.

Obviando la macroporosidad la pasta formada es muy densa y presenta fisuras de retracción, Imagen 9.46b.

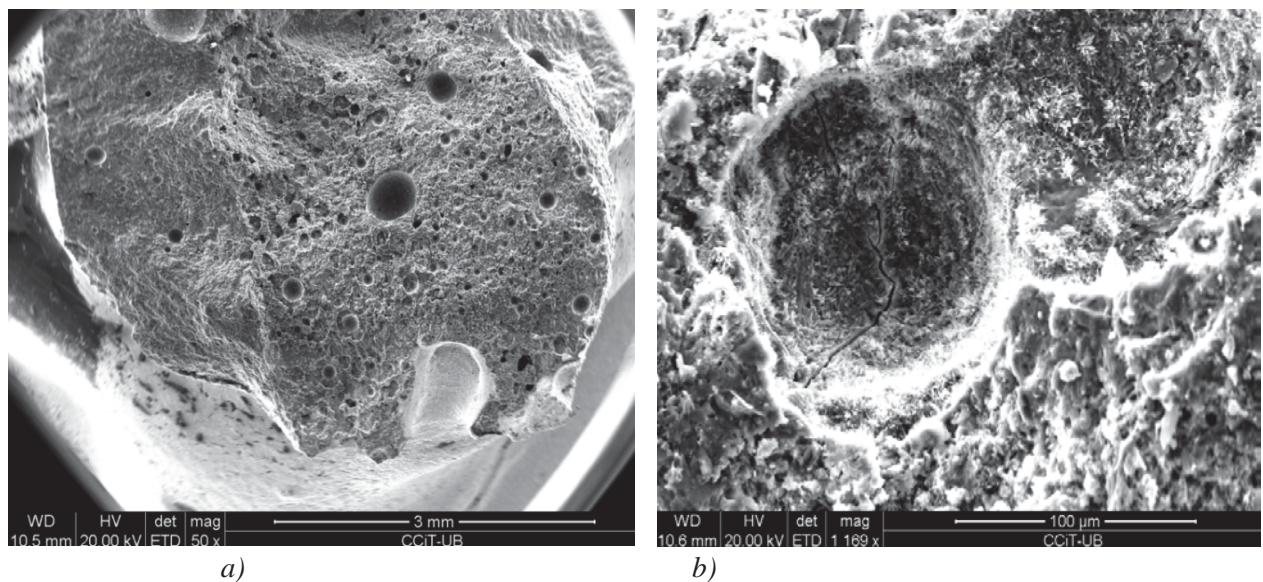


Imagen 9.46: a) Vista general de la superficie de la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.3$ ; b) Fisura de retracción

La microestructura formada consiste en CSH; cristales de CH pequeños y cristales de sulfoaluminatos notablemente más pequeños, mal formados, que están presentes mayoristamente por los poros, Imagen 9.47.

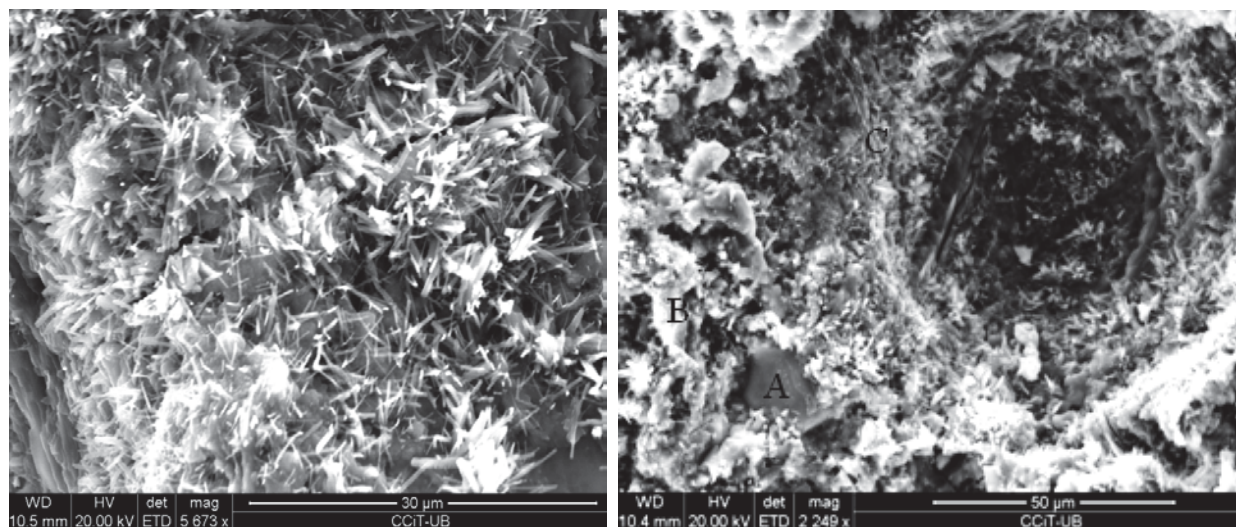


Imagen 9.47: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.3$  al lado de un poro: CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C)

En la Imagen 9.48 se presenta un cristal de CH grande y cristales de sulfoaluminatos pequeños, y mal formados en la pasta.

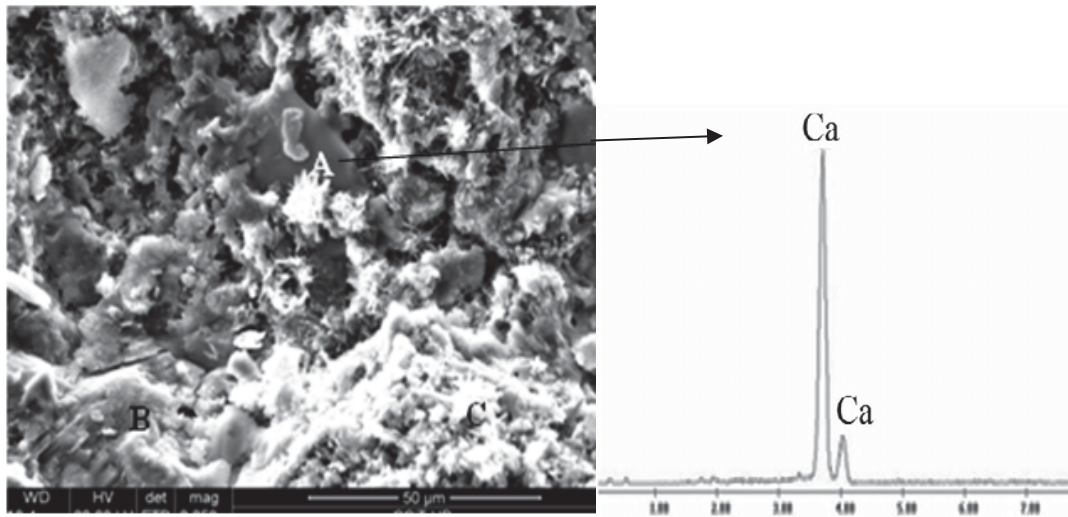


Imagen 9.48: Microestructura formada: CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos

**-Microestructura de la interfase AHsat- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0.3$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $20\ \mu\text{m}$  y  $250\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.49a. Sin tener en cuenta la macroporosidad la pasta formada es muy densa y presenta fisuras de retracción, Imagen 9.49b.

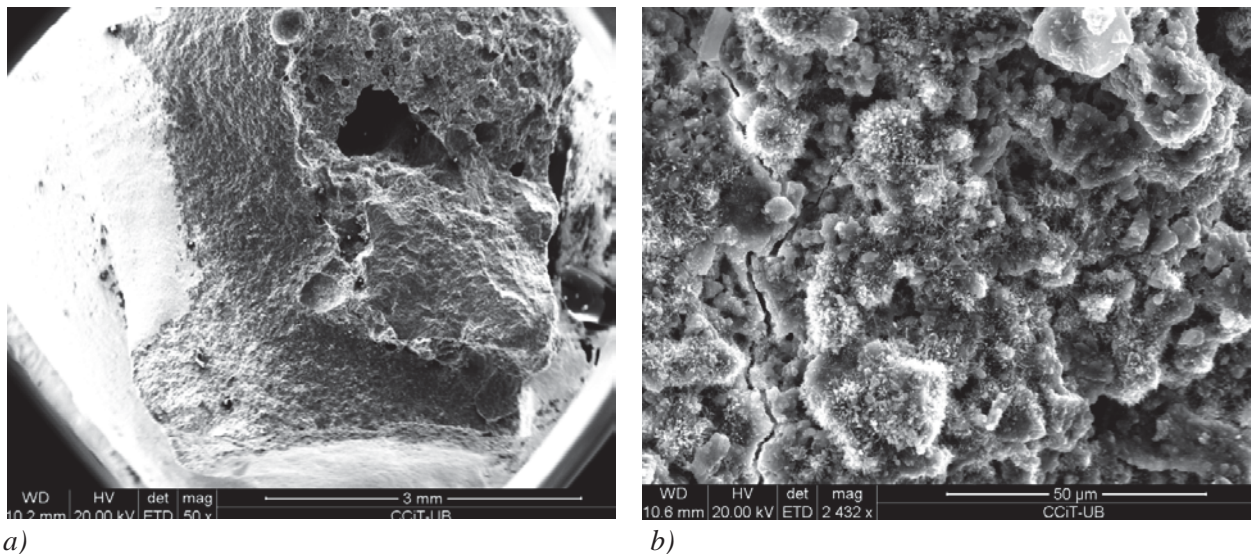


Imagen 9.49: a) Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.3$ ; b) fisura de retracción

La microestructura formada consiste en CSH denso; cristales de CH grandes y de forma irregular y cristales de sulfoaluminatos pequeños, mal formados, que están presentes tanto en la pasta como en los poros, Imagen 9.50.

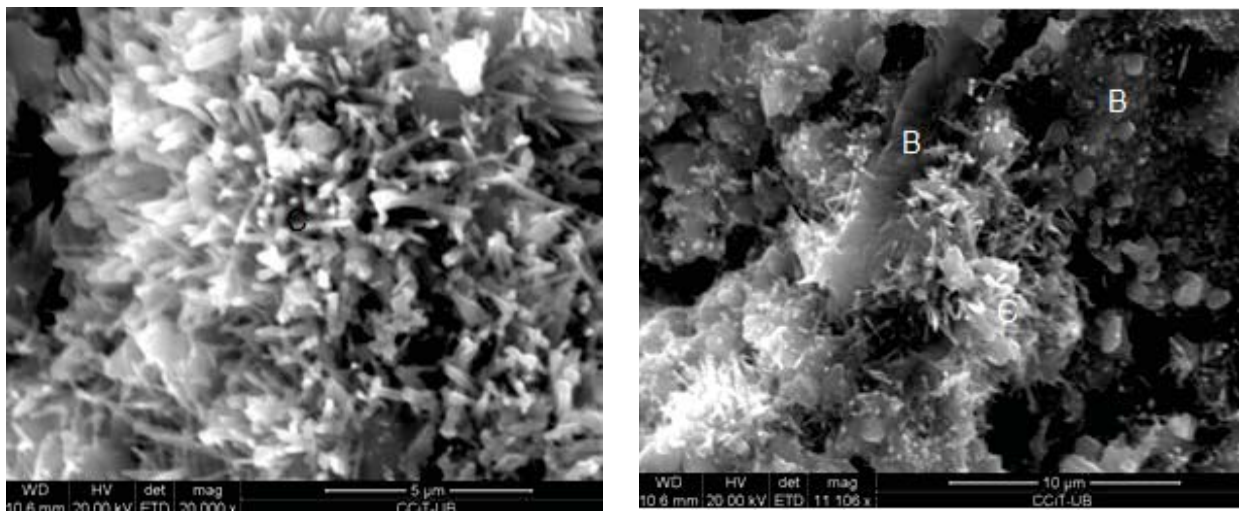


Imagen 9.50: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.3$ : CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C)

En la Imagen 9.51 se presentan los cristales de CH de diferentes tamaños, y con forma irregular.

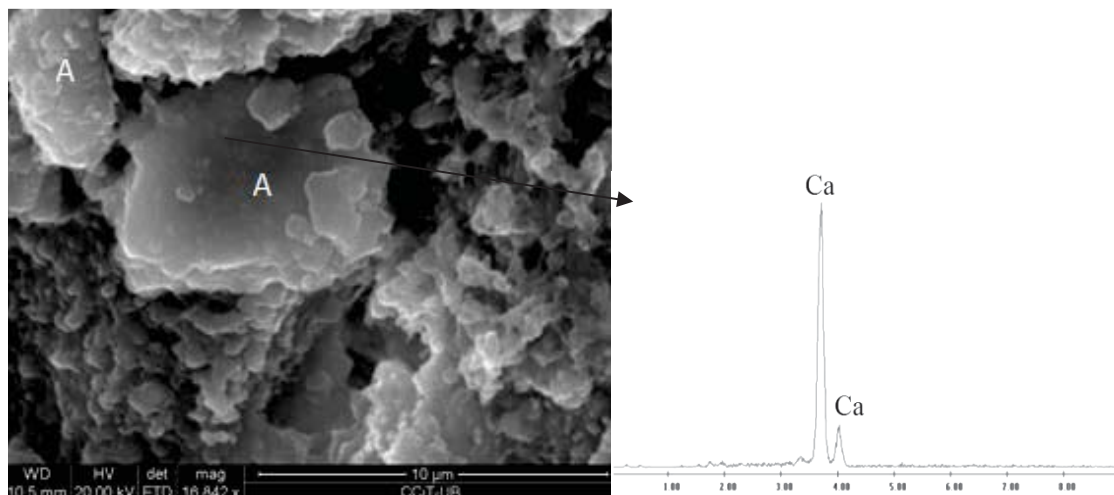
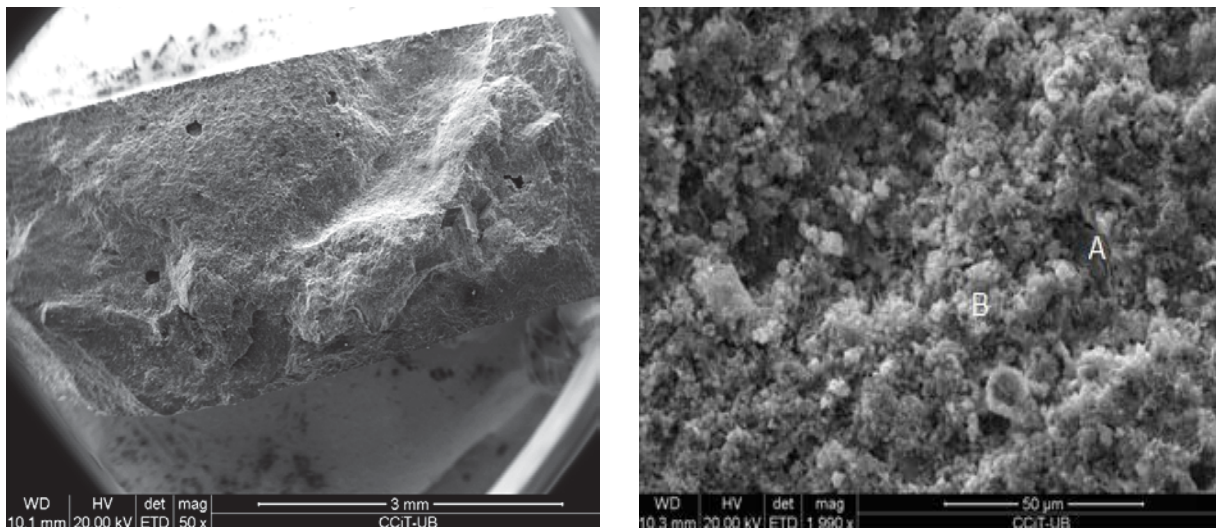


Imagen 9.51: Cristales de CH (A)

#### -Microestructura de la interfase AHea- pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.3$

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, presenta una cantidad de poros de diferentes tamaños (diámetro entre 20 µm y 100 µm), Imagen 9.52a. Obviando la macroporos la pasta formada es muy densa y presenta fisuras de retracción, Imagen 9.52b.





a)

b)

Imagen 9.52: a) Vista general de la superficie de la interfase AHea- pasta de cemento  $a/c=0.3$ ; b) Fisura de retracción

La microestructura formada consiste en CSH denso; cristales de CH pequeños y mal formados. Los cristales de sulfoaluminatos son pequeños, y mal formados, que están presentes tanto en la pasta como en los poros, Imagen 9.53.

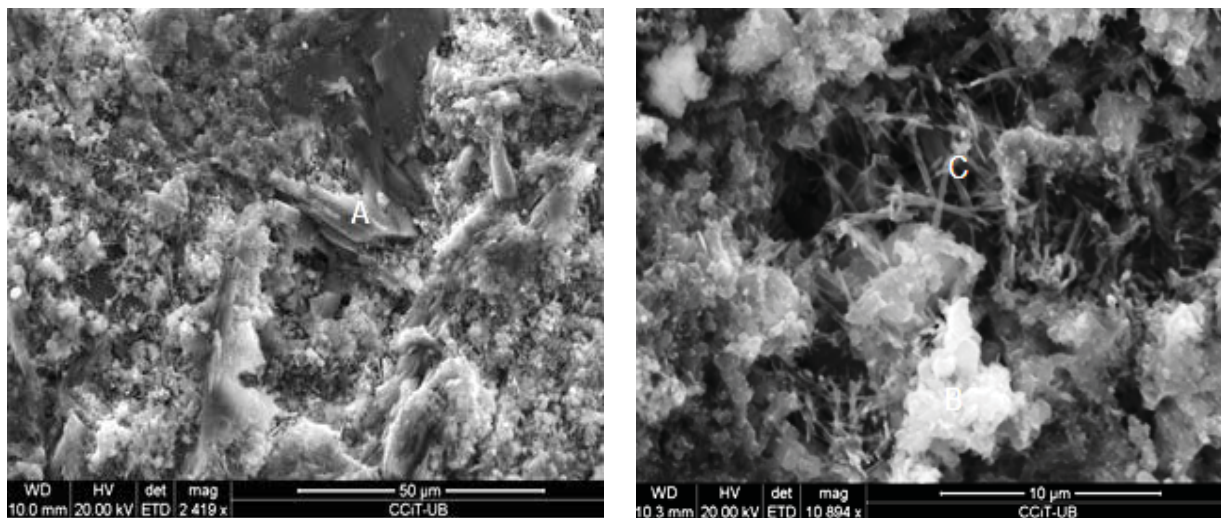
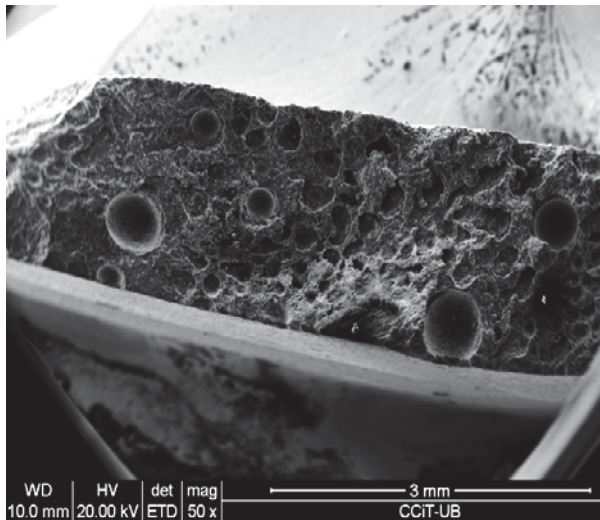


Imagen 9.53: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento  $a/c=0.3$ : CH (A); CSH; cristales de sulfoaluminatos (C)

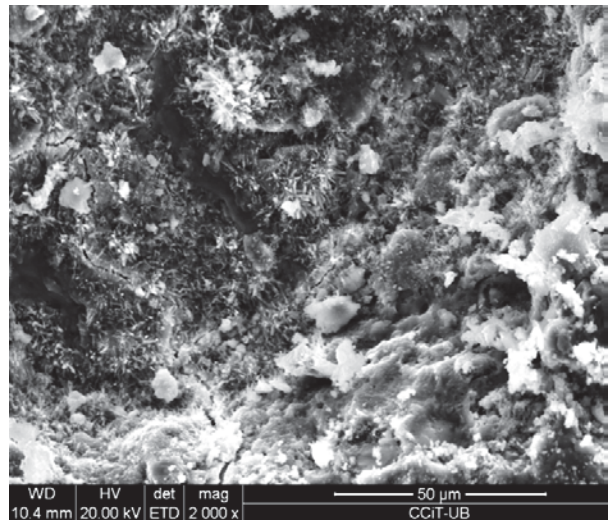
#### **-Microestructura de la interfase AC - pasta de cemento de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.3$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $30\ \mu\text{m}$  y  $250\ \mu\text{m}$ ), Imagen 9.54 a. Sin tener en cuenta los macroporos la pasta formada es muy densa y presenta fisuras de retracción, Imagen 9.54b.

Al igual que los casos anteriores la microestructura formada consiste en CSH denso; cristales de CH grandes y en forma irregular; y los cristales de sulfoaluminatos pequeños y mal formados, Imagen 9.55.



a)



b)

Imagen 9.54: a) Vista general de la superficie de la interfase AC- pasta de cemento  $a/c=0.3$ ; b) Fisura de retracción

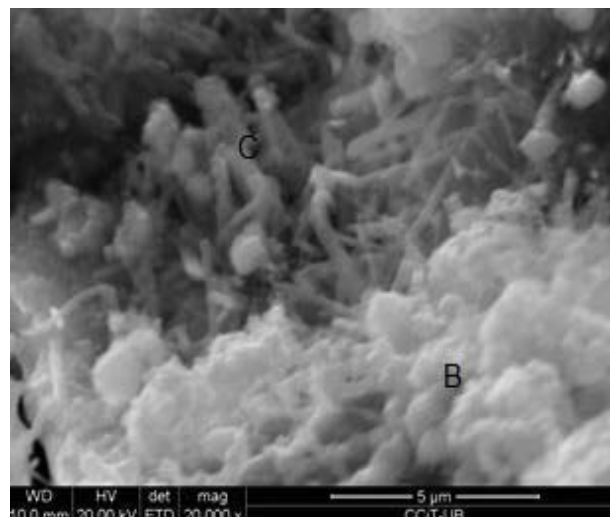
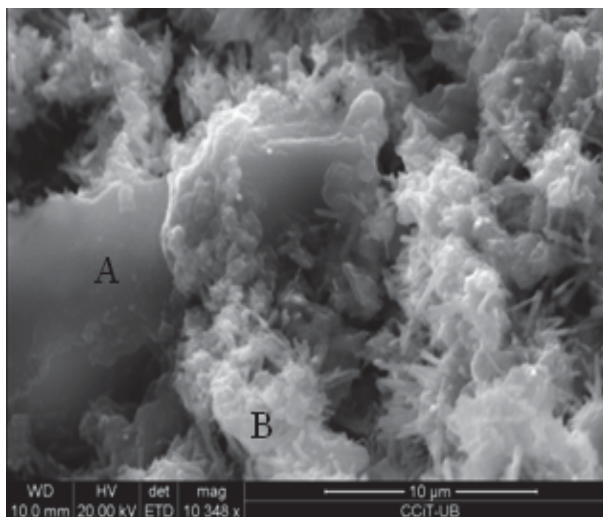


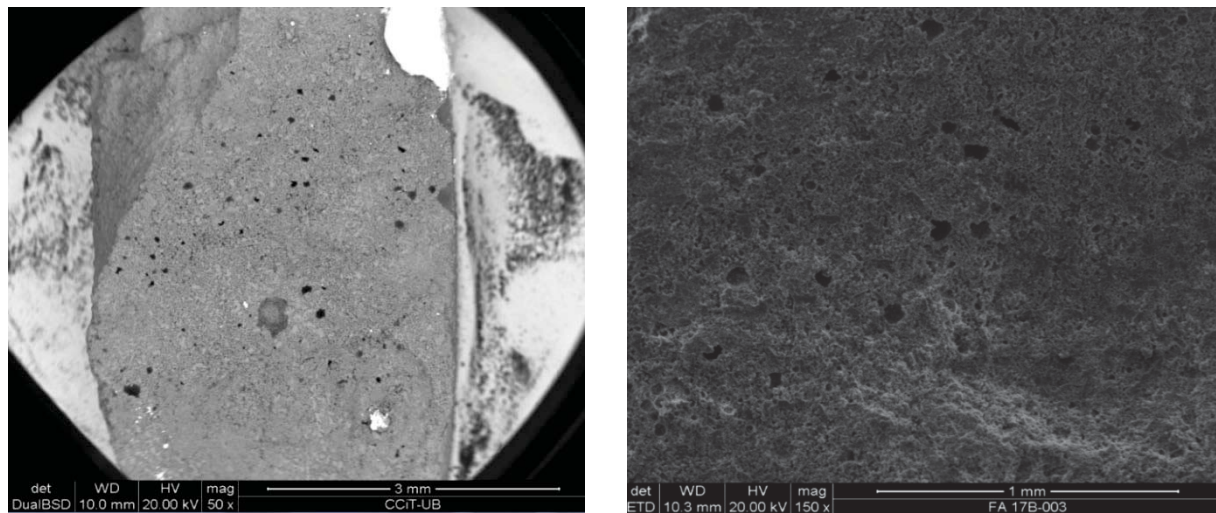
Imagen 9.55: Microestructura formada en la interfase AC- pasta de cemento  $a/c=0.3$ : CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C)

### 9.2.3 Estudio de la interfase de las muestras de 7 días de hidratación con relación $a/c=0.4$ y $0.15\%m_c$ del aditivo inclusor de aire

Se realizó el estudio de la interfase de las muestras AH, AN y AC con relación  $a/c=0.4$  con aditivo inclusor de aire ( $0.15\%m_c$ ) de 7 días de hidratación. Se observó la formación de la misma microestructura en la ITZ que en el caso de las muestras sin aditivo.

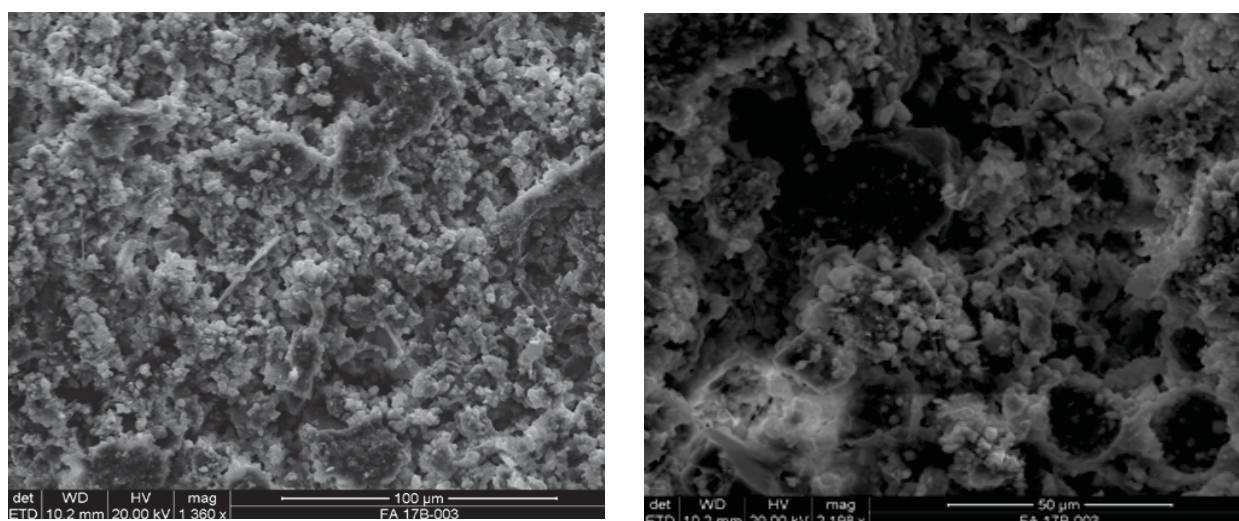
#### *-Microestructura de la interfase AN- pasta de cemento de 7 días de hidratación*

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es relativamente homogénea, y presenta poros de tamaños pequeños, Imagen 9.56.



*Imagen 9.56: Vista general del superficie de la interfase árido AN– pasta de cemento  $a/c=0.4$  con aditivo inclusor de aire*

La microestructura que se formó, es una microestructura típica que esta formada por CSH; pocos cristales de aciculares de sulfoaluminatos y por cristales grandes de CH, Imagen 9.57.



*Imagen 9.57: Vista general de la microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento  $a/c=0.4$  con aditivo inclusor de aire*

En la Imagen 9.58 se presenta los cristales identificados : cristales de CH (A) bien formados, CSH (B), cristales pequeños de sulfoaluminatos (C).

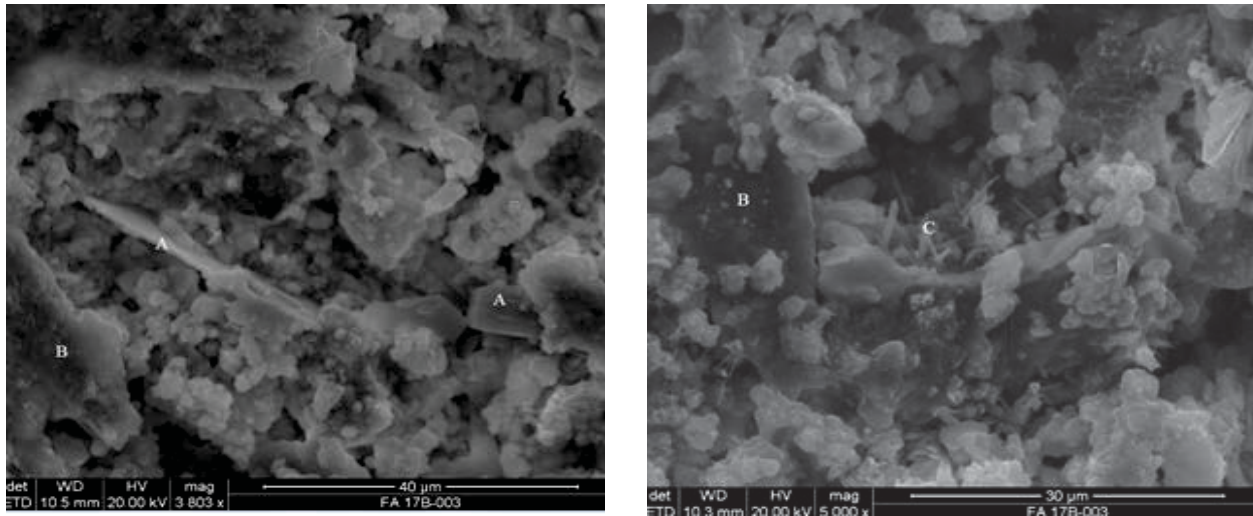


Imagen 9.58: Microestructura formada en la interfase AN- pasta de cemento  $a/c=0.4$  con aditivo inclusor de aire; cristales de CH (A); CSH (B); sulfoaluminatos (C)

**-Microestructura de la interfase AH - pasta de cemento de 7 días de hidratación**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños, Imagen 9.59.

Se observa la misma microestructura que en el caso de muestra AH0.4 sin aditivo. En la microestructura formada se identifica cristales pequeños de CH; CSH y gran cantidad de cristales aciculares de sulfoaluminatos.

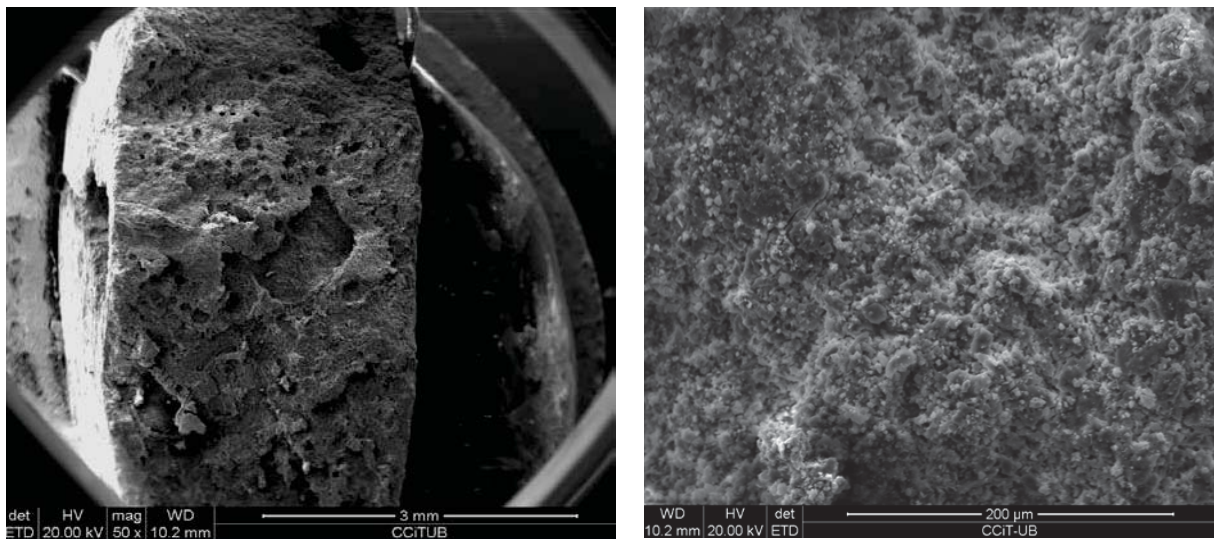


Imagen 9.59: Vista general de la superficie de interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$  con aditivo inclusor de aire

Los cristales de CH identificados son pequeños y tienen una forma irregular (A), Imagen 9.60.

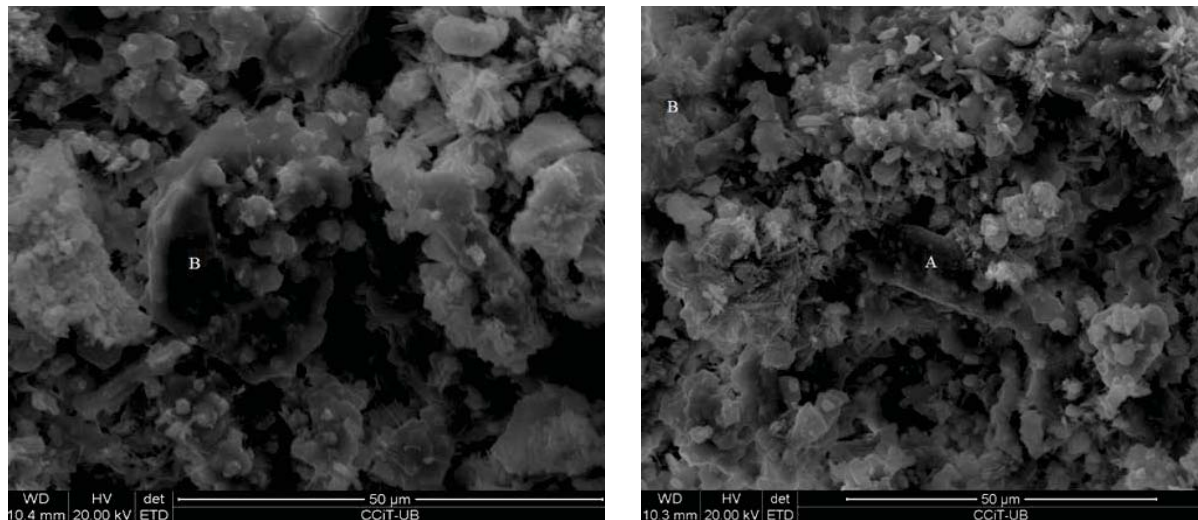


Imagen 9.60: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$  con aditivo inclusor de aire; cristales de CH (A); CSH (B).

Se observó que los cristales de sulfoaluminatos se forman a la base del CSH, Imagen 9.61.

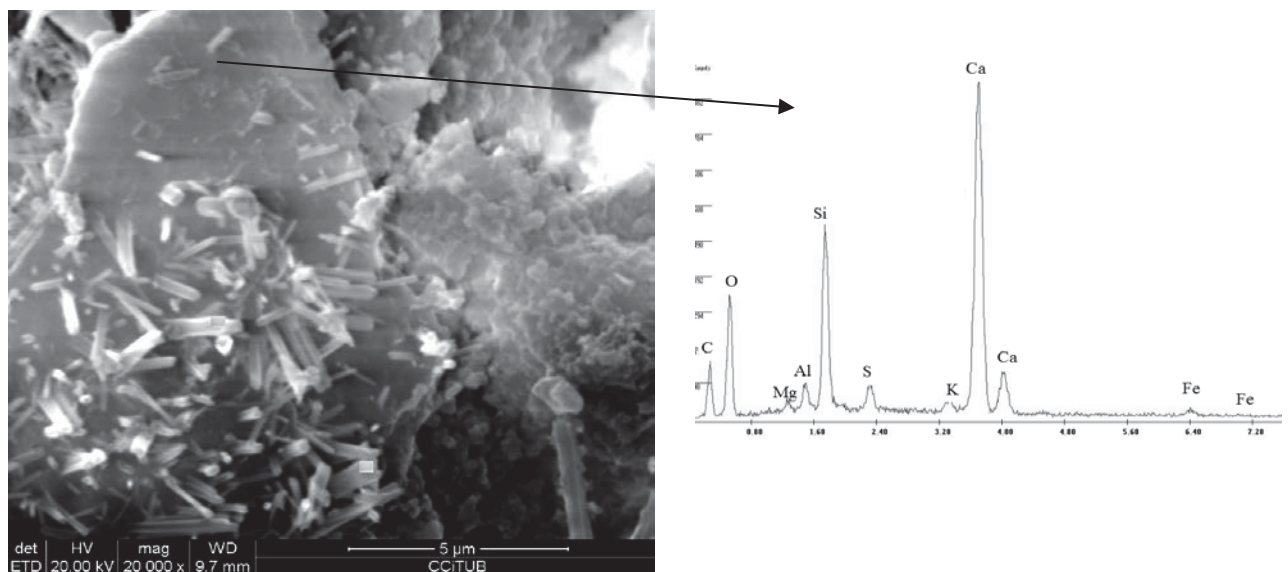


Imagen 9.61: CSH y cristales de sulfoaluminatos

En la microestructura formada se identificó los cristales aciculares de sulfoaluminatos y sulfoaluminatos en forma de placas, Imagen 9.62

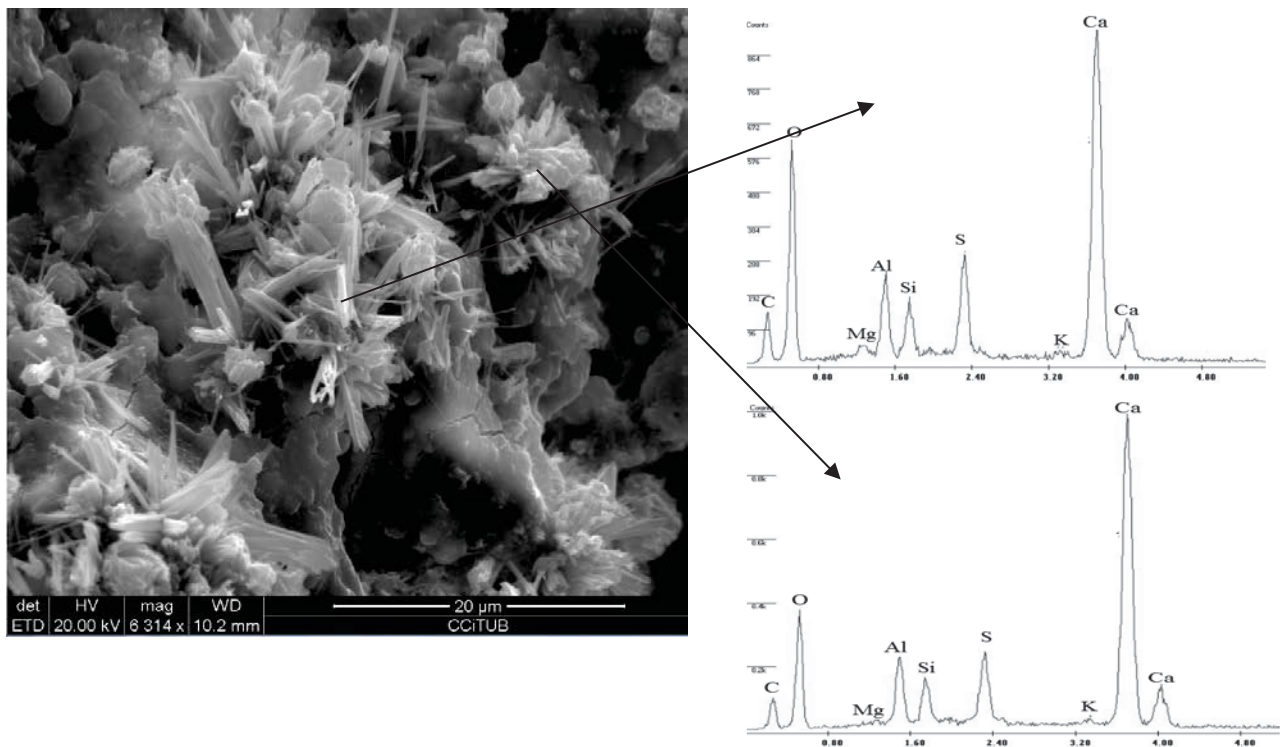


Imagen 9.62: Cristales de sulfoaluminatos

**-Microestructura de la interfase AC - pasta de cemento de 7 días de hidratación**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido; Imagen 9.63, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños y profundidad.

Obviando la macroporosidad la microestructura formada es más densa en comparación con AN y está formada por CSH (B), pequeños cristales de sulfoaluminatos (C), y por los cristales de CH (A).

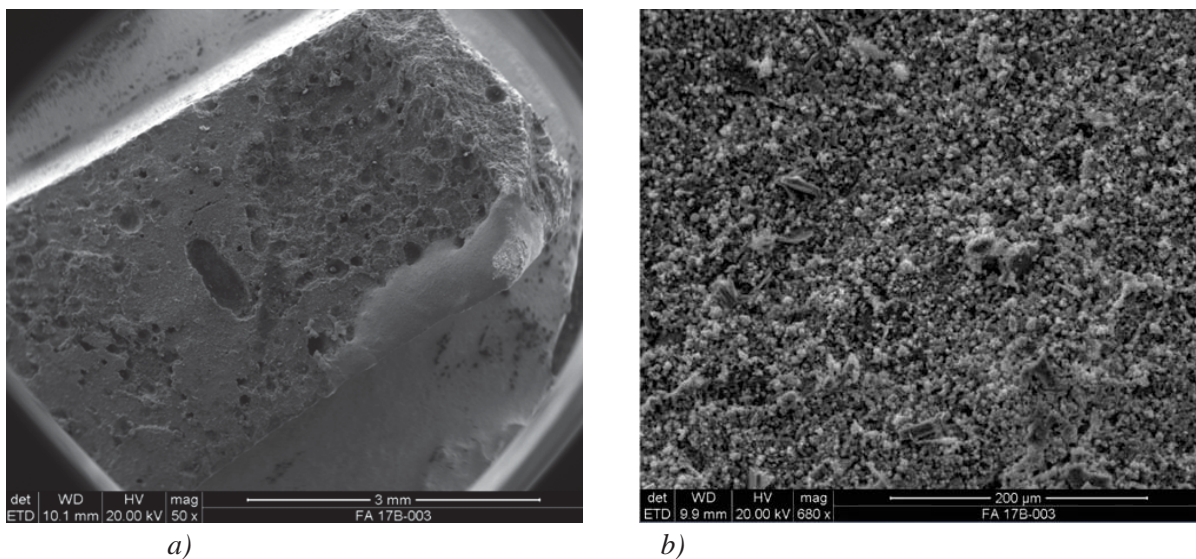


Imagen 9.63: a) Vista general de la interfase AC - pasta de cemento  $a/c=0.4$  con aditivo inclusor de aire; b) Microestructura formada

Los cristales de CH son mayores que los observados con AH. Los cristales de sulfoaluminatos identificados se encuentran en forma de agujas, Imagen 9.64.

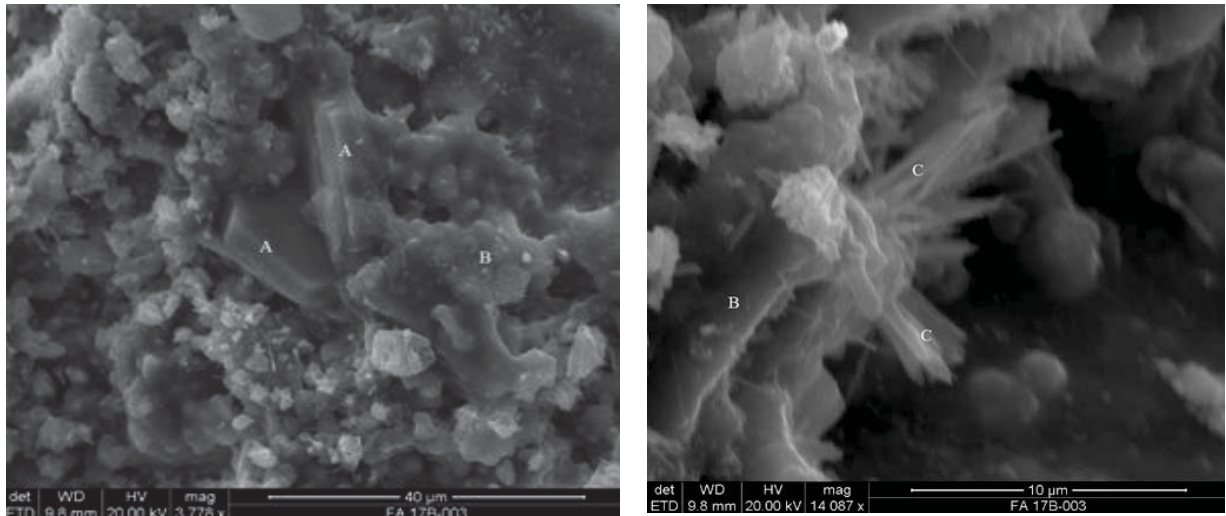


Imagen 9.64: Cristales de CH (A); CSH (B); sulfoaluminatos (C)

## 9.2.4 Estudio de la interfase de las muestras de 28 días de hidratación

Se realizó el estudio microscópico de la interfase de las muestras AH, AHsat, AHea de 28 días de hidratación con relaciones  $a/c=0.4$  y  $0.6$ , para comprobar la evolución de la microestructura con la edad.

Se observó que la pasta de 28 días de hidratación es más compacta que en la edad de 7 días.

Los cristales formados son los mismos identificados en la edad de hidratación de 7 días. Los cristales de CH están más grandes, en algunos casos bien formados. En todos casos el volumen de cristales aciculares de sulfoaluminatos es menor que en las muestras de 7 días. Los cristales aciculares de sulfoaluminatos están presentes no sólo en los poros, sino también en la superficie de las muestras.

### 9.2.4.1 Estudio de la interfase de las muestras de 28 días de hidratación con relación $a/c=0.4$

#### *-Microestructura de la interfase AH- pasta de cemento de 28 días de hidratación con relación $a/c=0.4$*

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $25 \mu\text{m}$  y  $250 \mu\text{m}$ ), Imagen 9.65.

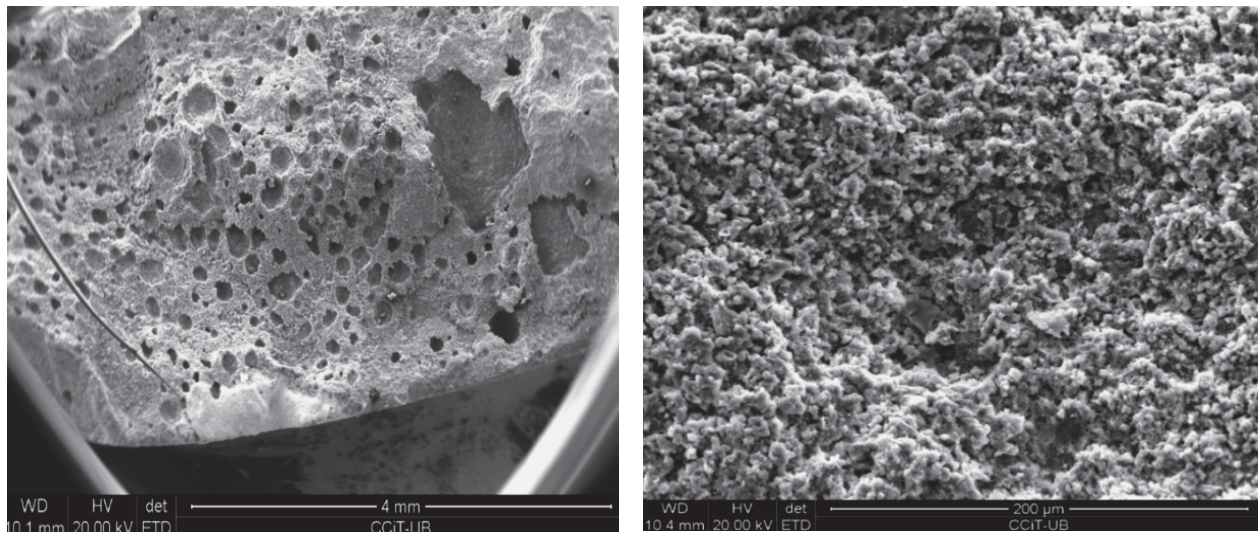


Imagen 9.65: La vista general de la superficie de la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$

En la Imagen 9.66a se presenta la formación de los cristales al lado de un poro y, en la Imagen 9.66b dentro de un poro. Se identifica gran volumen de CSH, cristales aciculares de sulfoaluminatos están presentes tanto en los poros como en la superficie.

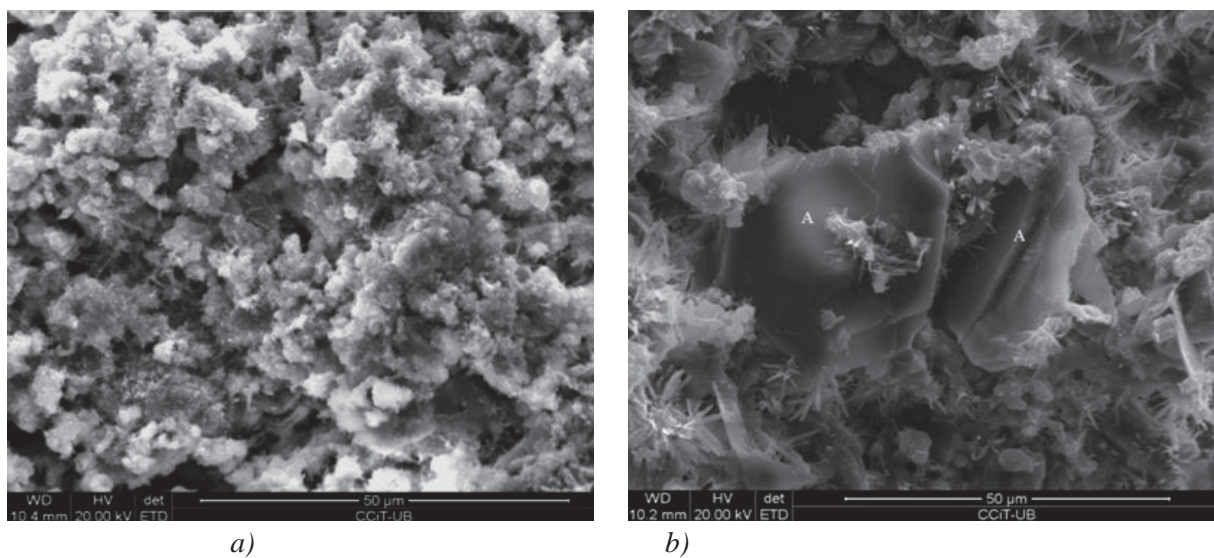


Imagen 9.66: a) Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$

En la Imagen 9.67 se presenta una vista general de la microestructura densa, donde se puede observar los cristales de CH relativamente bien formados (A), CSH (B) y cristales de sulfoaluminatos con dos hábitos diferentes en forma de agujas y en forma de placas.



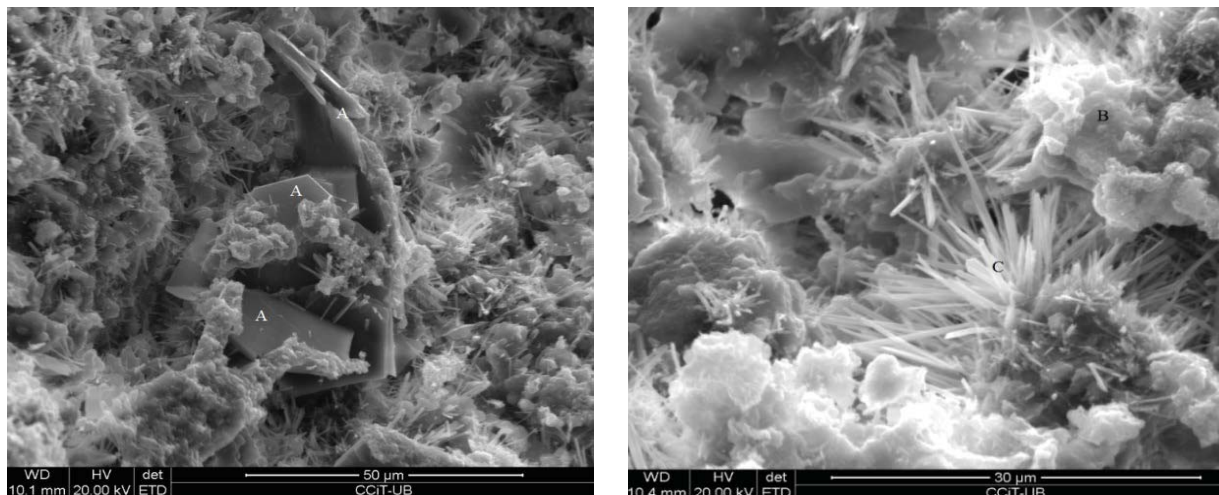


Imagen 9.67: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.4$ : CH (A); CSH (B), cristales aciculares de sulfoaluminatos (C)

**-Microestructura de la interfase AHsat-pasta de cemento de 28 días de hidratación con relación  $a/c=0.4$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños. Se observa una cristalización densa, con grandes cristales de CH bien formados (A), el CSH (B) y pequeños cristales aciculares de sulfoaluminatos, Imagen 9.68.

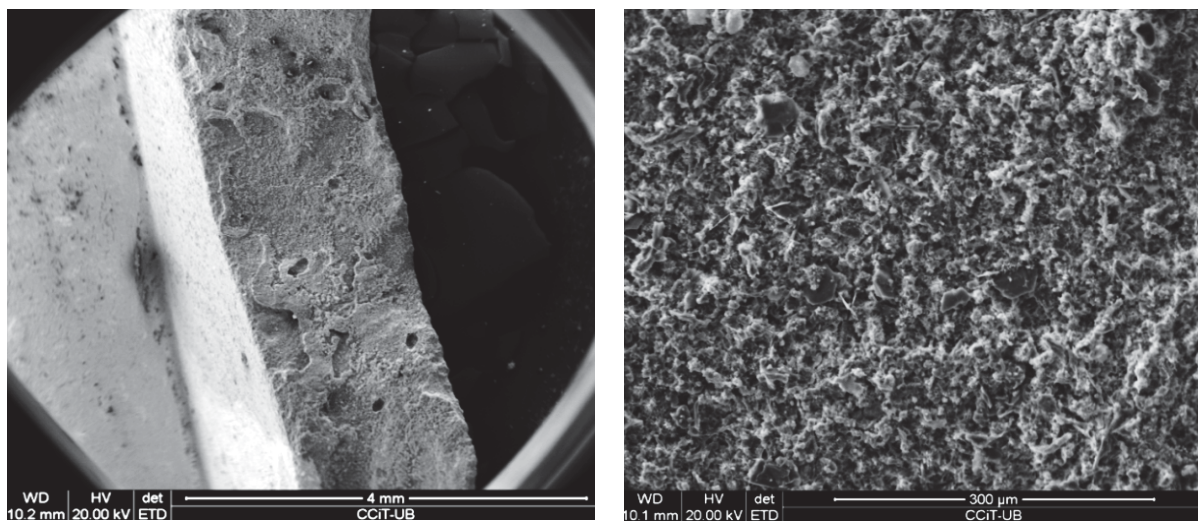


Imagen 9.68: Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.4$

En la Imagen 9.69a se presenta la formación de los cristales al lado de un poro y, en la Imagen 9.69b dentro de un poro. Aunque en términos generales es visible la reducción de los cristales aciculares de sulfoaluminatos; en comparación con muestra de 7 días, a 28 días se observa su presencia en cantidad importante.

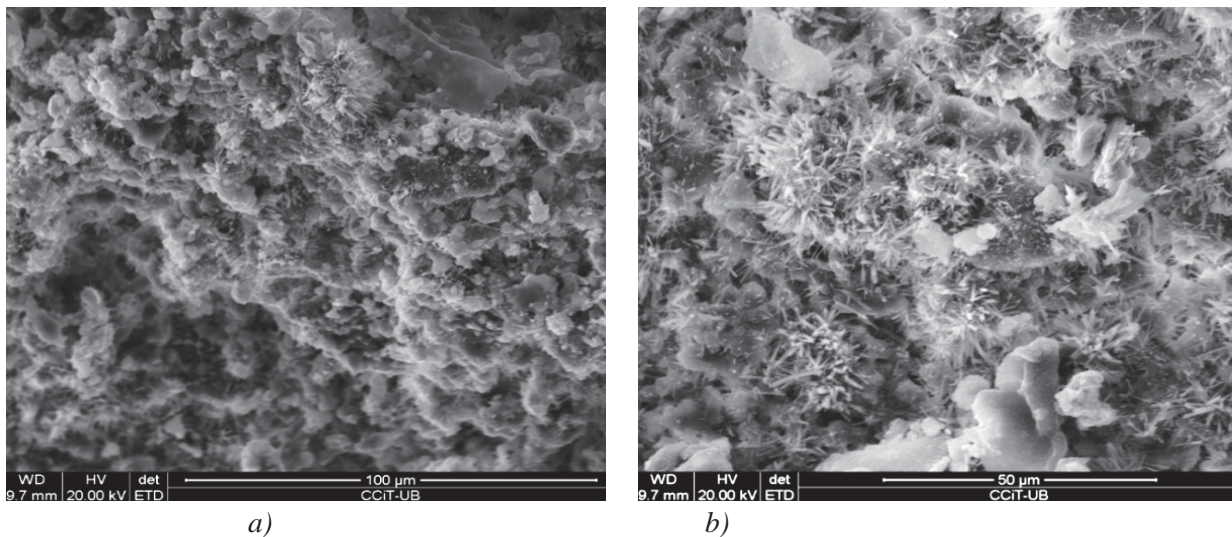


Imagen 9.69: a) Microestructura formada al lado de un poro; b) Microestructura formada dentro de un poro

En la Imagen 9.70 se presenta un cristal de CH (A) grande en forma de lámina y cristales de sulfoaluminatos (C) en forma de agujas.

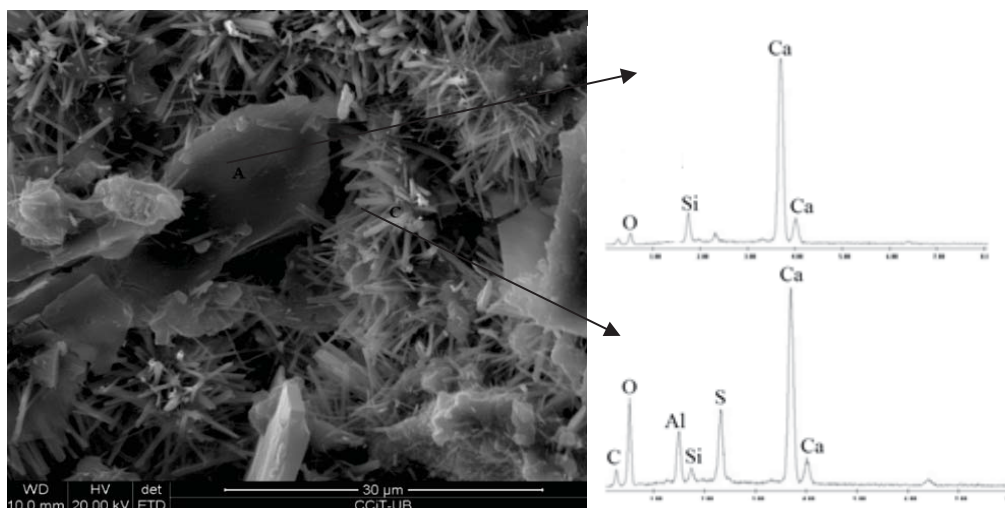


Imagen 9.70: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.4$ : cristal de CH (A); cristales de sulfoaluminatos (C)

#### **-Microestructura de la interfase AHea-pasta de cemento de 28 días de hidratación con relación $a/c=0.4$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido es heterogénea, y presenta poros de forma irregular. La microestructura formada es más densa en comparación con la misma muestra de 7 días de hidratación,

Imagen 9.71.

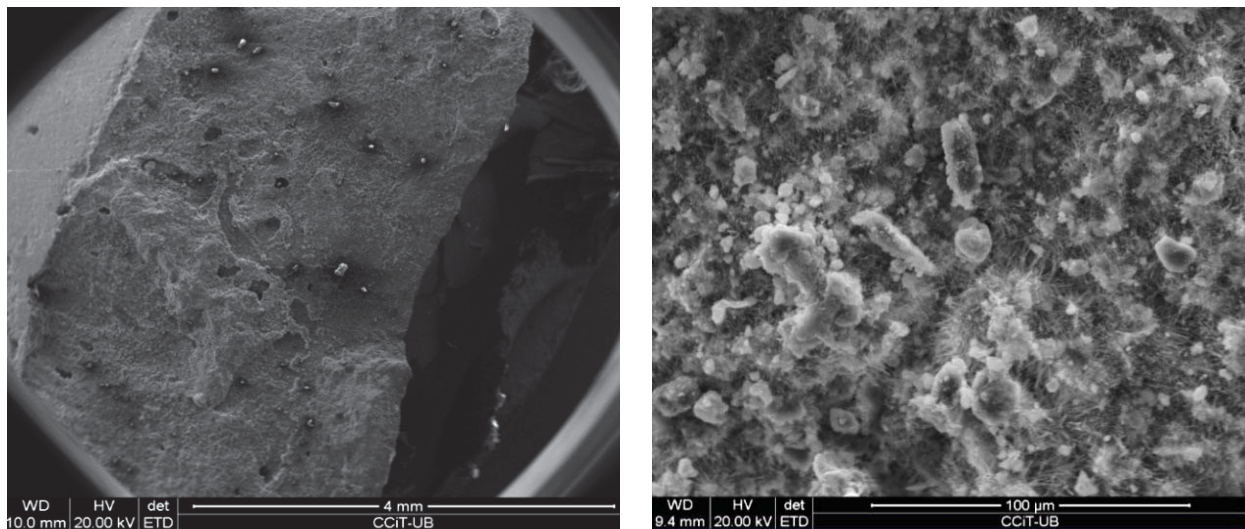


Imagen 9.71: Vista general de la superficie de la interfase AHea- pasta de cemento  $a/c=0.4$

En la Imagen 9.72a se presenta la cristalización formada, que consiste en CSH, cristales de CH que son más grandes y presentan relativamente forma regular, en comparación con la misma muestra de 7 días de hidratación. También se observa la presencia de cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas, pero en una cantidad menor y también se puede observar cristales de sulfoaluminatos en forma de placas.

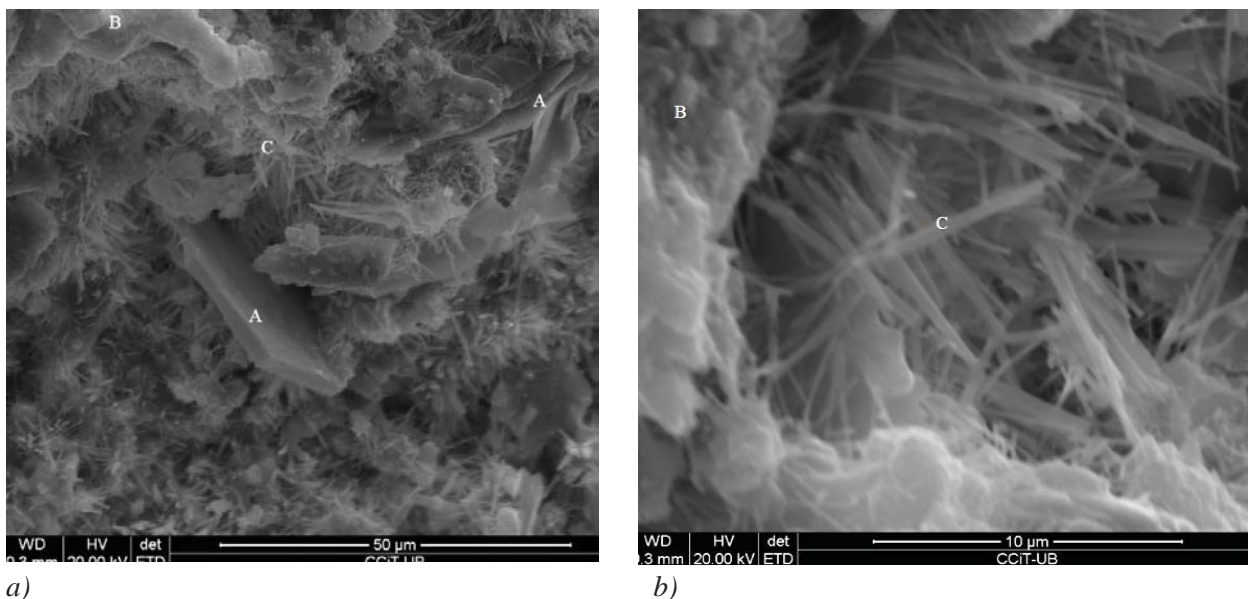


Imagen 9.72: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento  $a/c=0.4$  a) cristales de CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C)

#### 9.2.4.2 Estudio de la interfase de las muestras de 28 días de hidratación con relación $a/c=0.6$

##### -Microestructura de la interfase AH- pasta de cemento de 28 días de hidratación con relación $a/c=0.6$

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre  $25 \mu\text{m}$  y  $250 \mu\text{m}$ ), Imagen 9.73. Sin tener en cuenta la macroporosidad la pasta de cemento es más densa que la correspondiente formada a los 7 días.

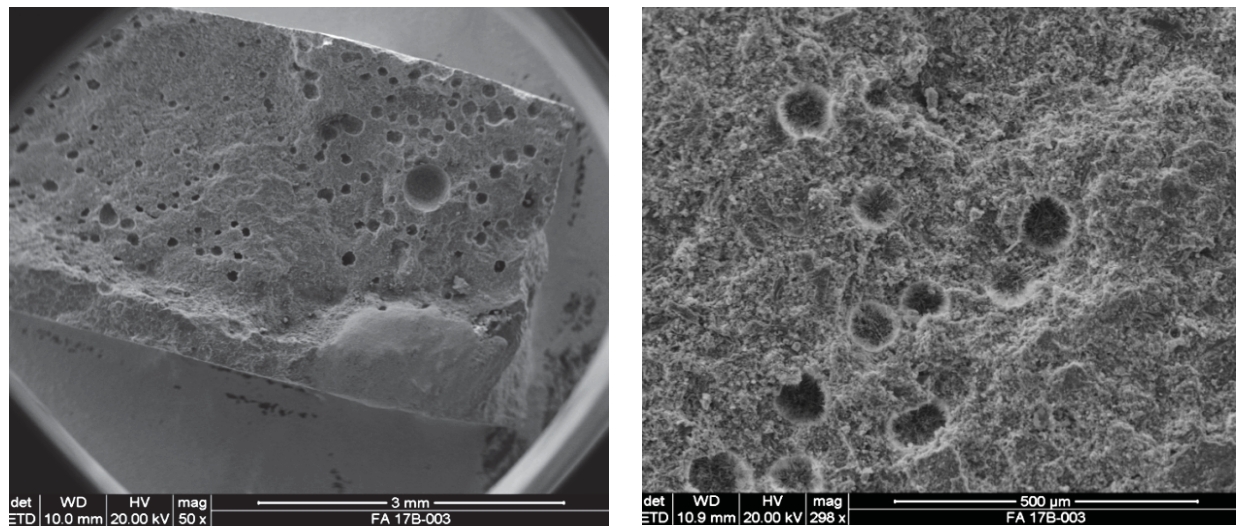


Imagen 9.73: Vista general de la superficie de la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.6$

En la Imagen 9.74 se muestra la cristalización formada, que consiste en CSH, cristales de CH (A), cristales aciculares de sulfoaluminatos.

Es notable la reducción del volumen de cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas, aunque sigue presente, en cantidades importantes principalmente en los huecos.

Los cristales de CH identificados tienen un tamaño mayor en comparación con la misma muestra de 7 días de hidratación. Se identificó también la presencia de sulfoaluminatos en forma de placas.

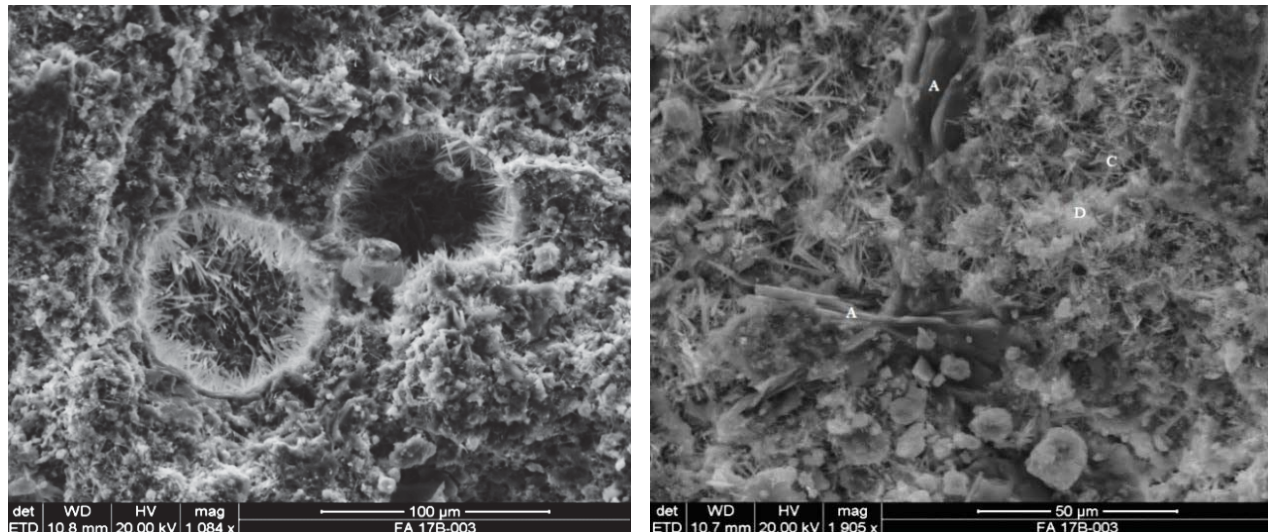


Imagen 9.74: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.6$ : CH (A); cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas (C); cristales de sulfoaluminatos en forma de placas (D)

En la Imagen 9.75 se presenta los cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas (C) formados en el borde de un poro; que siguen siendo grandes.

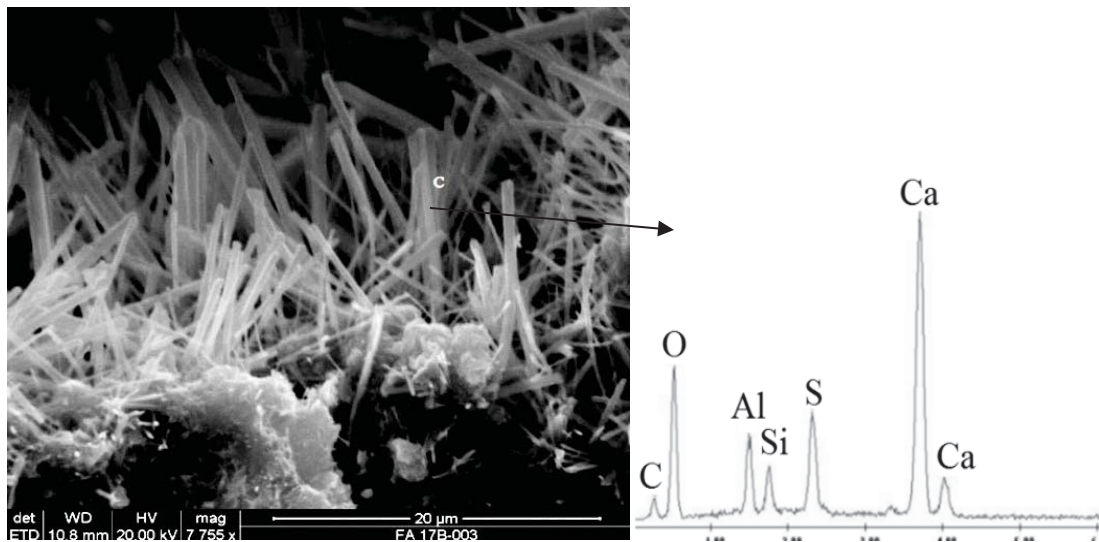


Imagen 9.75: Cristales de sulfoaluminatos

En la Imagen 9.76 se muestra los cristales de CH grandes, unos de cuales tienen la forma regular.

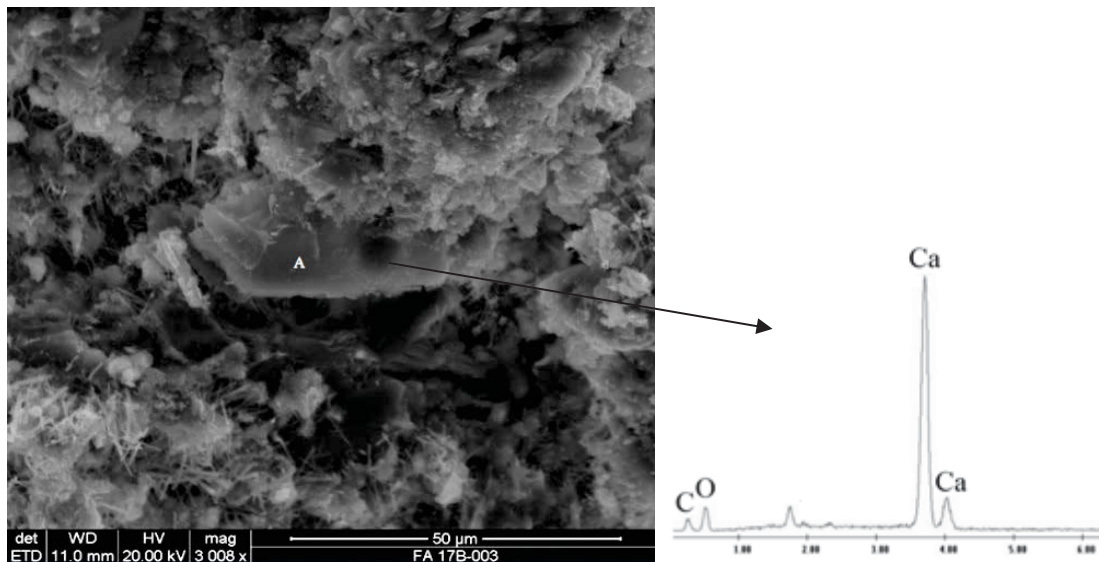


Imagen 9.76: Cristales de CH

**-Microestructura de la interfase AHsat-pasta de cemento de 28 días de hidratación con relación  $a/c=0.6$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños (diámetro entre 50 μm y 250 μm). Obviando la macroporosidad la cristalización formada es más densa en comparación con la misma muestra de 7 días de hidratación, Imagen 9.77.

La microestructura formada consiste en CSH, cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas y en forma de placas; cristales de CH.

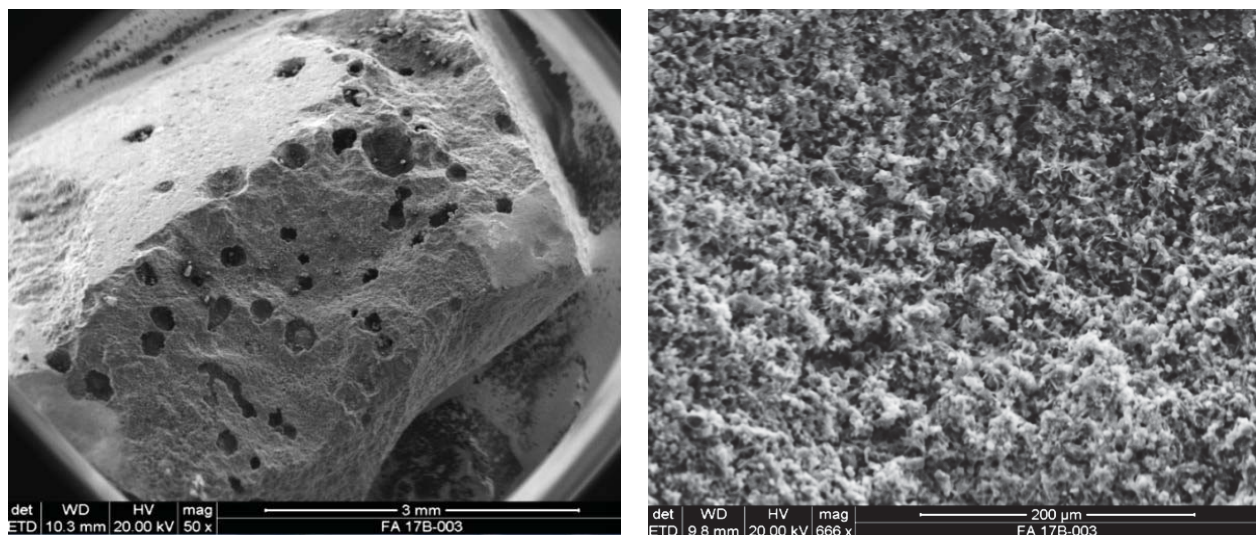


Imagen 9.77: Vista general de la superficie de la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.6$

En la Imagen 9.78 se muestran los cristales identificados: los cristales de CH son más grandes que los correspondientes a 7 días de hidratación, el CSH y los cristales aciculares de sulfoaluminatos, que siguen presentes en la pasta, pero su volumen es notablemente menor, y también se identifica la formación de sulfoaluminatos en forma de placas.

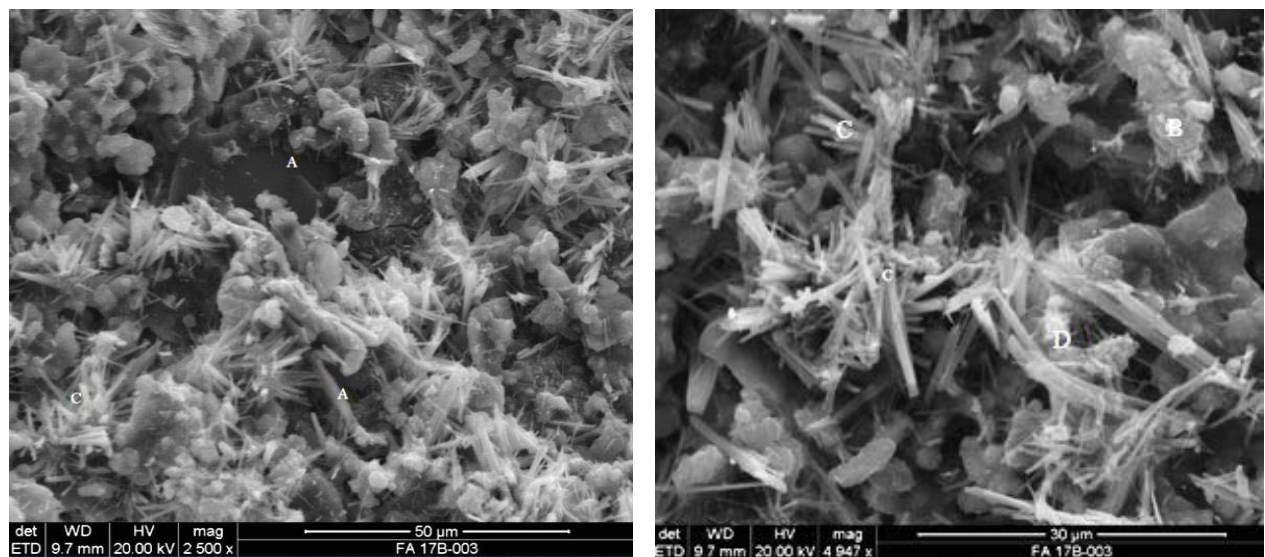


Imagen 9.78: Microestructura formada en la interfase AHsat- pasta de cemento  $a/c=0.6$ : CH (A); CSH (B); cristales aciculares de sulfoaluminatos (C); cristales de sulfoaluminatos en forma de placas (D)

En la Imagen 9.79 se presenta los cristales grandes de sulfoaluminatos en forma de agujas, formados en el borde de un poro.

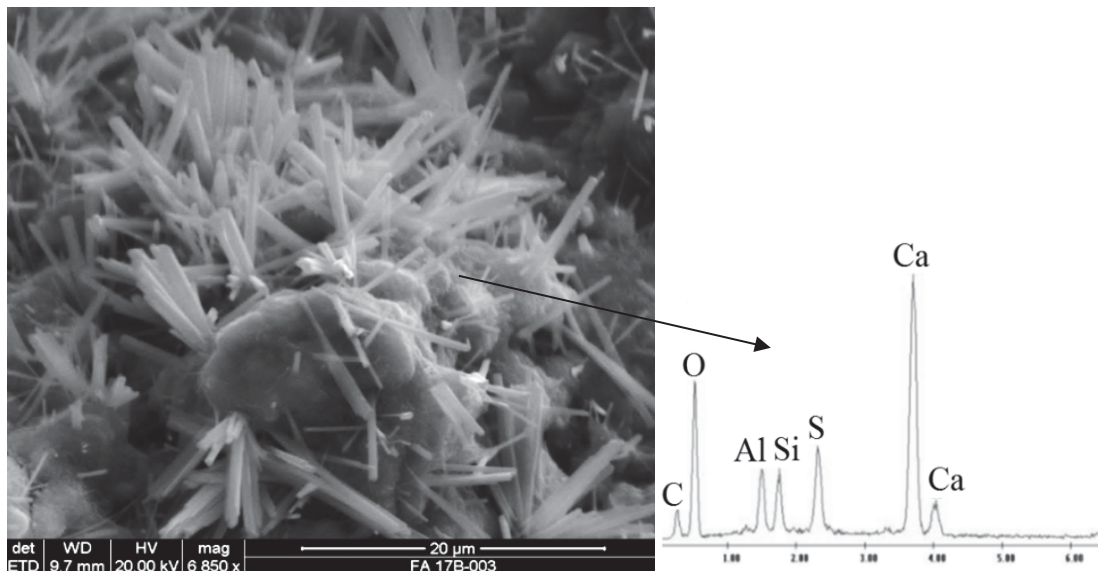


Imagen 9.79: Cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas

**-Microestructura de la interfase AHea- pasta de cemento de 28 días de hidratación con relación  $a/c=0.6$**

La superficie de la pasta de cemento que se formó en el contacto con el árido, es heterogénea, y presenta poros de diferentes tamaños. Obviando la macroporosidad la cristalización formada es más densa en comparación con la misma muestra de 7 días de hidratación, Imagen 9.80.

La microestructura formada consiste en CSH, cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas y en forma de placas; y cristales de CH.

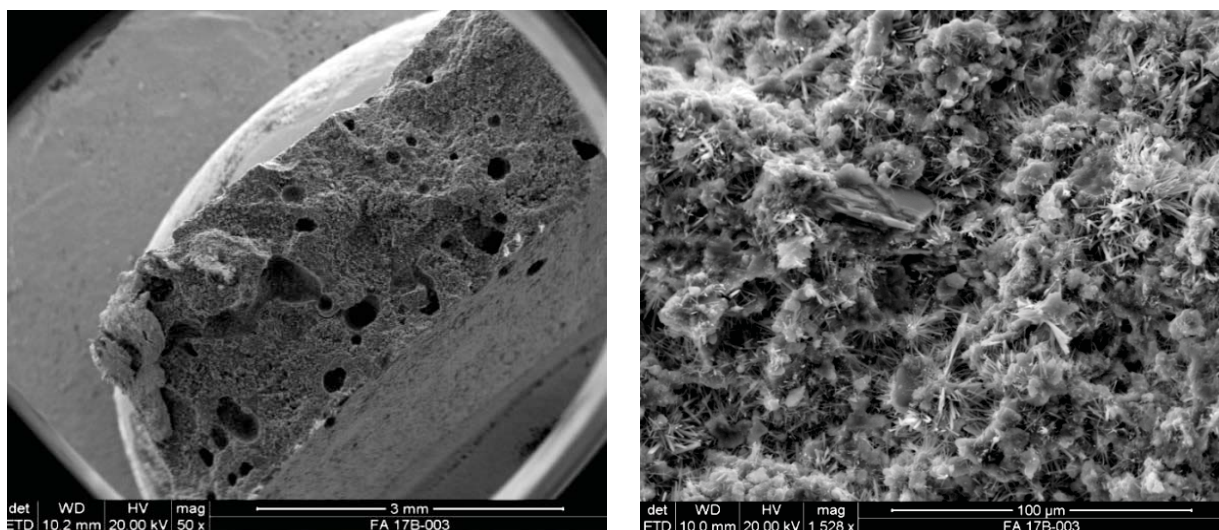


Imagen 9.80: Vista general de la superficie de la interfase AHea- pasta de cemento  $a/c=0.6$

Se identifica la presencia de cristales mayores de CH, CSH, y la presencia de cristales de sulfoaluminatos siendo menor la presencia de los de hábito acicular y más notoria la presencia de los de hábito de placas, en comparación con la correspondiente muestra de 7 días de hidratación, la Imagen 9.81.

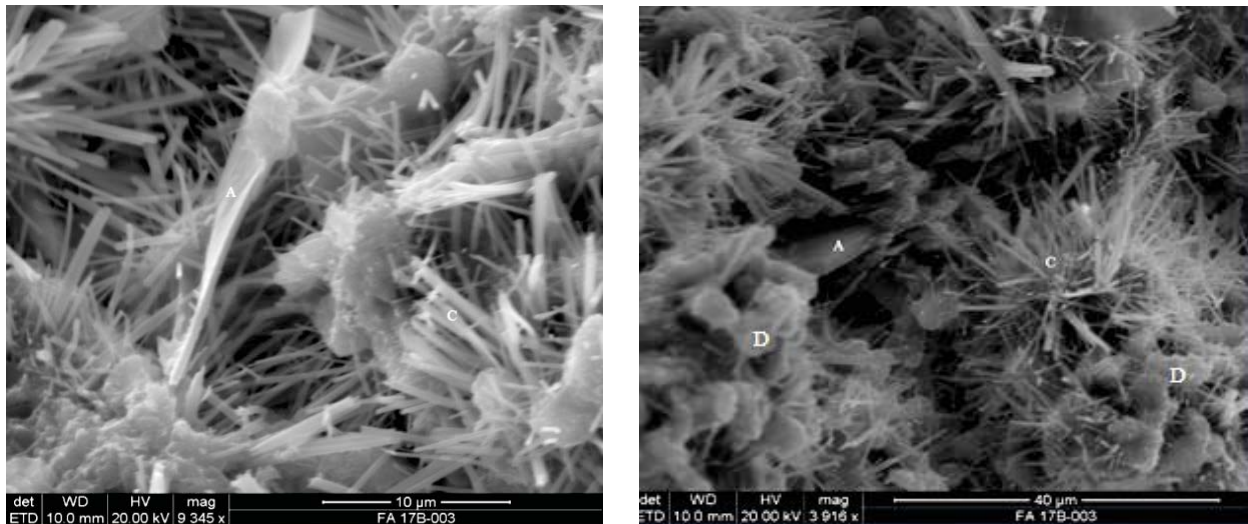


Imagen 9.81: Microestructura formada en la interfase AH- pasta de cemento  $a/c=0.6$ : CH (A); cristales de sulfoaluminatos aciculares (C); en forma de placas (D)

En la Imagen 9.82 se muestra cristal de CH (A) grande y bien formado, CSH, y cristales de sulfoaluminatos en forma de agujas.

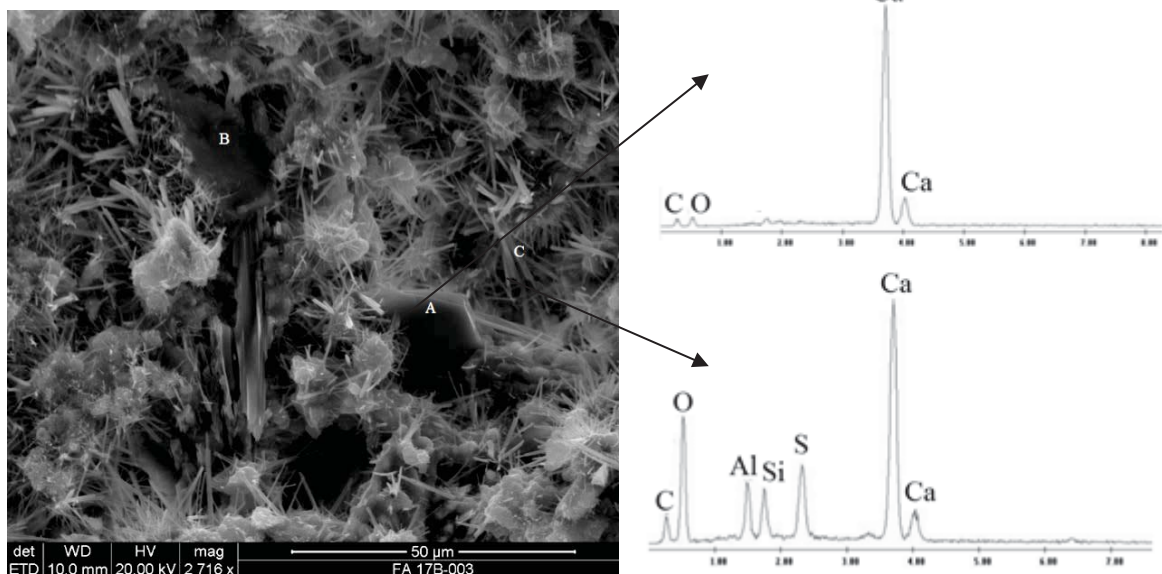


Imagen 9.82: Microestructura formada en la interfase AHea- pasta de cemento  $a/c=0.6$ : CH (A); CSH (B); cristales de sulfoaluminatos (C)





## Capítulo 10

# CONCLUSIONES

### 10.1 Conclusiones Particulares

En el presente trabajo se aplicaron diferentes métodos (microdureza Vickers, microscopia SEM y nanoindentación) para el estudio de la microestructura y propiedades micro mecánicas de pastas de cemento sin y con aditivos y también pastas de cemento sin y con inclusión de áridos. A continuación se presenta las conclusiones particulares basadas en los resultados obtenidos.

#### Metodología experimental

- *El ensayo de microdureza Vickers se puede aplicar sin limitaciones para caracterización de propiedades micro mecánicas de pastas de cemento y morteros.*
- *Debido que el ensayo es local (puntual) existe la influencia de la microestructura formada (por ejemplo la porosidad) en los valores de microdureza Vickers.*
- *La principal dificultad del método consiste en la preparación de las muestras de tamaño pequeño y preparación de la superficie adecuada para realización de medidas.*
- *Con el equipo de microdureza Vickers utilizado en este trabajo la carga mínima que permite la identificación visual de las dimensiones de la marca es 50g. Para la caracterización de la ITZ las cargas tienen que ser inferior a 10g y por tanto la interpretación de los resultados es difícil.*
- *El ensayo de nanoindentación permite realizar el análisis cuantitativo y cualitativo de la microestructura formada tanto en la matriz de pasta de cemento, como en la interfase.*
- *Los datos de carga-desplazamiento pueden ser utilizados para determinar las propiedades mecánicas sin tener la imagen de la marca de indentación. Esto facilita la medida de las propiedades mecánicas a escalas muy pequeñas, sin necesidad de recurrir a equipos sofisticados de captura de imagen.*
- *En la aplicación para el estudio de las muestras de pasta de cemento tiene unos inconvenientes tales como preparación de superficie, que en cada caso particular se obtiene experimentalmente,*

*es decir no existe un procedimiento común para preparación de cualquier tipo de muestras. Por otro lado las pastas de cemento, los morteros y el hormigón son unos materiales porosos, con un diámetro de poros hasta 1 mm, que afecta mucho a la realización de medidas y requiere una elección correcta de la profundidad máxima de aplicación de indentador. También hay que anotar que la nanoindentación es un método de análisis local, por eso para realización de un análisis estadístico hay que realizar gran cantidad de indentaciones para obtener unos resultados fiables.*

- *Aplicando la nanoindentación se puede distinguir los diferentes cristales formados en la matriz de la pasta de cemento y así confirmar la microestructura observada mediante el SEM.*
- *No se puede distinguir los cristales de etringita, así que su módulo de elasticidad está en el mismo rango que el módulo de CSH.*

### **Estudio de propiedades físicas y mecánicas de pastas y morteros con y sin aditivos.**

- *Con el aumento del porcentaje de inductor de aire, en las pastas de cemento y en los morteros analizados (relación  $a/c=0.4$  y  $a/c=0.5$ ) la densidad aparente disminuye, debido a la formación de una microestructura menos densa y más porosa. Los valores de absorción y porosidad abierta de muestras con y sin aditivo alcanzan valores parecidos, debido a que el aditivo genera porosidad cerrada. El porcentaje de aire aumenta con aumento de relación de  $a/c$ , y con el aumento del contenido de aditivo.*
- *Para los parámetros estudiados, el contenido de aire ocluido en pastas y morteros varía con la relación agua/cemento y con el porcentaje de aditivo. Para mayor  $a/c$  y mayor porcentaje de aditivo aumenta el contenido de aire ocluido.*
- *Existe una correlación polinomial de orden 2 entre el contenido de aire ocluido en la pasta y el mortero correspondiente (misma  $a/c$  y misma dosificación de aditivo).*
- *La resistencia a 28 días de los morteros con inductor de aire es inversamente proporcional al porcentaje de aire ocluido.*
- *Con el aumento del porcentaje de superplastificante la densidad aparente, porosidad abierta, absorción se mantienen prácticamente constante, tanto en las muestras de pasta de cemento, como en las muestras de mortero.*
- *La resistencia a compresión de los morteros con aditivo superplastificante depende solo de  $a/c$  y de la edad de hidratación. Para los parámetros estudiados la resistencia no depende del porcentaje de superplastificante.*

---

**Estudio de la microdureza Vickers de pastas y morteros**

- *Existe una influencia del porcentaje del aditivo incluso de aire añadido tanto a las propiedades físicas y mecánicas, como micro mecánicas de pastas de cemento y de mortero, debido a la microestructura que se forma.*
- *La microdureza Vickers en las pastas de cemento y en los morteros disminuye con el aumento de relación a/c, debido a que con el aumento de la relación a/c la pasta es menos densa y más porosa, y aumenta con la edad de hidratación, debido a que el grado de hidratación aumenta y la densidad de pasta aumenta también.*
- *Los valores de microdureza Vickers obtenidos para diferentes porcentajes de incluso de aire en las muestras de pastas de cemento son parecidos entre sí, pero existe una diferencia entre valores de microdureza Vickers de muestras con y sin aditivo. Se observó que con el aumento del porcentaje de incluso de aire la microdureza de la pasta de cemento disminuye, debido a la formación de una microestructura más porosa.*
- *No existe correlación entre la microdureza Vickers de pasta con aditivo incluso de aire y la resistencia mecánica de morteros con el mismo aditivo.*
- *Con el aumento del porcentaje de incluso de aire en los morteros la microdureza disminuye. La misma tendencia sigue la resistencia a compresión.*
- *No existe una influencia significativa del porcentaje de superplastificante en las propiedades físicas, mecánicas y micro mecánicas de pastas de cemento y de mortero endurecido.*
- *Para los parámetros estudiados existe una correlación entre la microdureza Vickers de los morteros con y sin aditivos (incluso de aire y superplastificante) y la resistencia a compresión de los mismos.*

**Estudio de la microdureza Vickers de pastas con inclusión de áridos**

- *La microdureza Vickers, tanto en la matriz de la pasta como en la ITZ, aumenta con la edad de hidratación y el punto de inflexión (la interfase) está a una distancia entre 0.1mm y 0.2 mm del árido.*
- *El valor de la microdureza Vickers en la ITZ (0-200µm desde la superficie del árido) es menor que en el resto de la matriz de la pasta en las todas muestras analizadas.*

- *La microdureza Vickers en las pastas de cemento con inclusión de áridos varía dependiendo de la edad de hidratación, de la relación a/c, de la naturaleza de los áridos y de las condiciones de humedad del mismo.*
- *La diferencia entre la microdureza de la pasta y la de la ITZ se hace más notable a medida que aumenta la edad de hidratación.*
- *La microdureza de la ITZ apenas difiere entre el árido natural y el cerámico para  $a/c=0.3$ . La microdureza de la ITZ del árido AH siempre es superior a las de los otros dos áridos.*
- *Para  $a/c=0.4$  es notable la diferencia de la microdureza entre diferentes muestras en las edades tempranas de hidratación (3 y 7 días). La microdureza Vickers de las muestras AC está por debajo de la microdureza de las muestras AN y la microdureza de las muestras AH es superior a la de las muestras AN. A los 28 días de hidratación la diferencia entre valores de microdureza se reduce significativamente.*
- *Para  $a/c=0.5$  y  $a/c=0.6$  apenas se nota diferencia en la influencia que ejercen los distintos tipos de árido sobre la microdureza de la ITZ aunque en los casos en que se observan diferencias se mantiene la tendencia descrita anteriormente, es decir la microdureza de la ITZ de las muestras  $AC \leq AN \leq AH$*
- *En todas las muestras estudiadas la microdureza Vickers sigue la tendencia  $AC \leq AN \leq AH$ . En ningún caso el valor de la microdureza en la ITZ del AH es inferior a de la ITZ del AN o AC*
- *No se nota diferencia entre el árido reciclado de hormigón seco y el árido reciclado de hormigón saturado en su efecto sobre la microdureza de la ITZ a cualquier edad y relación a/c. El árido reciclado de hormigón con exceso de agua en la superficie provoca un descenso de la microdureza Vickers de la ITZ, aún que no es perceptible para  $a/c=0.3$  a 3 días de hidratación. La longitud de la pasta afectada por el exceso de agua alcanza valores entre 1,5mm y 1,8mm medida desde el árido.*

## **Estudio de la ITZ de pasta – árido por nanoindentación**

### ***ITZ pasta – árido natural (AN)***

Considerando los mapas de distribución de E se aprecia que la ITZ en cuanto a su módulo de elasticidad va disminuyendo a medida que aumenta la relación a/c, fenómeno que se percibe claramente para muestra con  $a/c=0.5$

Este ensayo no permite medir con gran precisión el ancho de la ITZ. A pesar de ello, se registra un aumento del ancho de la ITZ a medida que aumenta la relación agua/cemento. En los casos estudiados (de  $a/c=0.3$  a  $a/c=0.5$ ) la longitud de la ITZ varía de 50 a 100 $\mu$ m.

Los resultados obtenidos en las muestras con árido natural y diferentes relaciones agua/cemento coinciden con la mayoría de los que figuran en la bibliografía expuesta en el apartado 3.1.3.

El módulo elástico de AN es más alto que del matriz de la pasta

Comparando los resultados de la pasta de cemento alejada del árido se observa que el módulo de elasticidad disminuye con el aumento de a/c ( $E_{0.3} \geq E_{0.4} \geq E_{0.5}$ ). La porosidad se incrementa con el aumento de a/c.

#### ***ITZ pasta – árido cerámico (AC)***

En los casos analizados es difícil distinguir el árido de la pasta de cemento debido al bajo módulo de elasticidad del árido cerámico.

El módulo de elasticidad de la pasta con relación a/c=0.4 es mayor que el de la pasta con a/c=0.5, siguiendo la tendencia observada en el estudio de pasta en contacto con árido natural.

En el caso de la muestra con relación a/c=0.3 la ITZ podría haber sido afectada por la elevada absorción del árido. No es posible dar el valor de longitud de la ITZ puesto que el módulo de la pasta es bajo y esta es muy porosa.

#### ***ITZ pasta – árido reciclado de hormigón (AH)***

En las muestras AH, debido a la existencia de dos fases en el árido (árido natural y pasta antigua) en algunos casos es difícil establecer una diferencia entre la pasta antigua y la pasta nueva. La identificación y caracterización de la ITZ se hace muy difícil.

En los casos que fue posible una identificación de la ITZ, se observa que el módulo elástico de la pasta es ligeramente inferior al de las muestras correspondientes con árido cerámico y natural. Esto podría ser debido a la formación de una cantidad mayor de etringita para este tipo de árido.

El ancho medio de la ITZ en los casos en que puede distinguirse está entre 50-70 $\mu$ m para a/c=0.3 y a/c=0.4 respectivamente.

Las condiciones de humedad del árido reciclado de hormigón afecta la longitud de la ITZ, y la porosidad de la pasta. La condición óptima podría ser el árido seco o saturado superficie seca, dependiendo de la relación agua/cemento. En todos los casos estudiados, el exceso de agua en la superficie del árido afecta negativamente la ITZ y la pasta.

#### **Estudio de la microestructura de las interfases pasta de cemento – árido con microscopio electrónico de barrido (SEM)**

- *La microestructura formada en las muestras de pastas de cemento con relación a/c=0.4 y a/c=0.3 es la habitual.*

- Existe una influencia de la naturaleza y de las propiedades físicas del árido en la formación de la ITZ.
- La microestructura formada en la interfase con el árido AN, para todas las a/c, es la típica con grandes cristales de CH, gel de CSH y cristales de sulfoaluminatos. Es la descrita en los textos generales de hormigón.
- En el caso de árido AC no existe una influencia significativa de la relación a/c en la formación de la microestructura de la interfase, debido a que el propio AC es muy poroso y la absorción del árido afecta la formación de microestructura.
- En el caso del árido AH el aumento de la relación a/c permite la formación de cristales de CH más grandes. Debido a que el propio AH contiene sulfatos, se forma mayor cantidad de sulfoaluminato acicular. Así que los cristales de sulfoaluminatos son los primeros que se forman en la microestructura y en este caso ocupan un volumen importante del espacio libre. Probablemente el mayor volumen de cristales de sulfoaluminatos dificulta el crecimiento de los cristales de CH.
- El aumento de la relación a/c provoca el aumento de la cantidad de poros en la interfase. La pasta de cemento es menos compacta y menos densa en todos los casos analizados.
- Las condiciones de humedad del árido AH afectan a la formación de la interfase. En el caso del árido con exceso de agua (AHea), la forma de los poros sugiere un movimiento de salida de agua del árido que penetra y ensancha los poros de la pasta. El hecho de tener exceso de agua en la superficie del árido determina que la pasta de la interfase sea todavía más porosa y menos densa que lo observada en la interfase generada con la misma relación a/c y el árido seco.
- La macroporosidad observada en las interfases pasta – árido poroso (árido cerámico y árido reciclado de hormigón) podría ser explicada por la absorción de agua de la pasta y desplazamiento de aire de los poros del árido hacia la pasta, Figura 10.1.

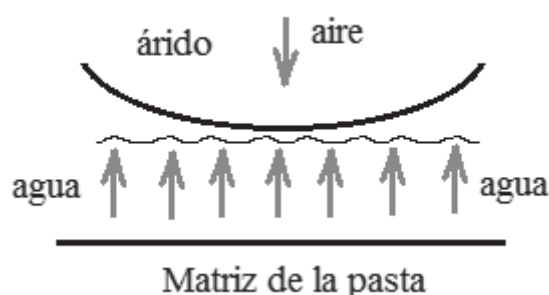


Figura 10.1: Ilustración explicativa del mecanismo de movimiento de agua de la pasta hacia el árido que provoca el desplazamiento del aire contenido en los poros del árido hacia la pasta.

- Para obtener la relación  $a/c=0,3$ , se usa superplastificante, con lo que se forma una interfase más densa, pero con fisuras de retracción comparada con la pasta de  $a/c$  de valores más elevados. Se forman los mismos cristales, que en el caso de  $a/c=0,4$ , aunque los cristales de sulfoaluminatos son más pequeños y mal formados, debido a la baja relación  $a/c$  y la absorción de agua por el propio árido.
- Comparando los áridos AH ( $a/c=0,4$ ) con los áridos naturales AN, se observa la formación de una interfase distinta con una cristalización diferente, debido a que el propio árido AH es muy poroso. La microestructura formada en la interfase, obviando la macroporosidad, es más densa que la observada con AN y presenta los cristales pequeños de CH, CSH y gran cantidad de cristales aciculares de sulfoaluminato.
- Sin tener en cuenta la macroporosidad, la microestructura formada en la interfase con el árido AC ( $a/c=0,4$ ) es más densa y contiene cristales de CH y aciculares de sulfoaluminato peor formados. Los cristales de CH son mayores que los observados con AH. Eso se atribuye a la mayor absorción de AC, debido a que cuanto más agua absorbe menos espacio se dispone para el crecimiento de los cristales de CH.
- En la Figura 10.2 se presenta un esquema de la microestructura formada en las muestras de 7 días de hidratación con relación  $a/c=0,4$ , dependiendo del tipo del árido.

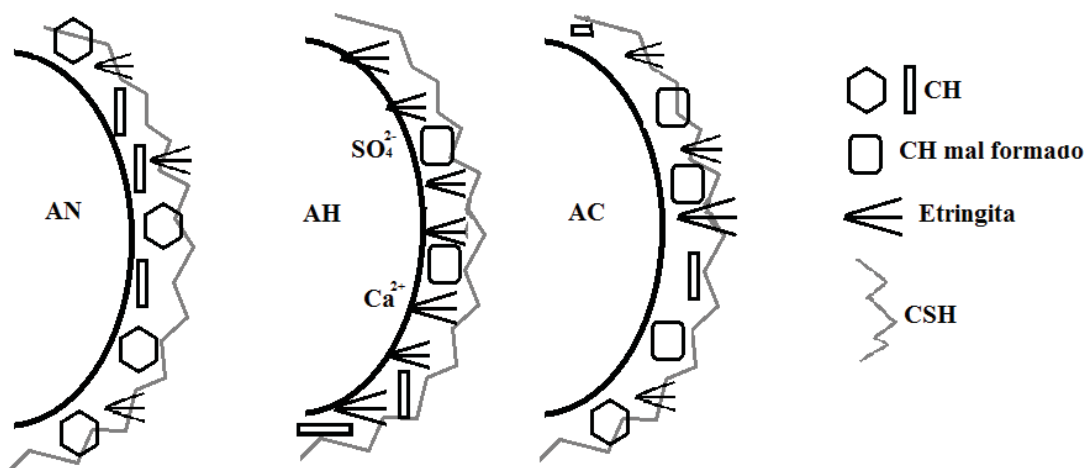


Figura 10.2: Esquema de la microestructura en las interfases

- Con el aumento de la relación  $a/c$  de 0,4 a 0,5 y 0,6 se forman los mismos cristales ya comentados. En el caso del árido AN siguen predominando los cristales de CSH, los cristales de CH son grandes y bien formados y pocos cristales de sulfoaluminato. En el caso árido AH sigue presente el CSH, se observa una gran cantidad de cristales de sulfoaluminatos y los cristales de CH son algo mayores, pero siguen teniendo forma irregular. En el caso del árido AC sigue predominando el CSH, pequeños cristales de sulfoaluminatos y cristales de CH, que no presentan la forma regular de hexágonos bien formados.
- La microestructura de la interfase evoluciona con la edad de hidratación.
- La pasta de 28 días de hidratación es más compacta que la de edad de 7 días.



- *Los cristales formados son los mismos que en la edad de hidratación de 7 días y además se reduce la presencia de cristales aciculares de sulfoaluminato y aumenta a de la estructura en placas.*
- *Los cristales de CH son más grandes y en algunos casos bien formados.*
- *En todos los casos el volumen de cristales aciculares de sulfoaluminato es menor que en las muestras de 7 días. Se siguen observando cristales aciculares de sulfoaluminato no sólo en los poros, sino también en la superficie de las muestras.*

### **Estudio de la microestructura de la interfases árido - pasta con aditivo superplastificante con microscopio electrónico de barrido (SEM)**

- *Se forma la matriz de pasta de cemento más densa, menos porosa, con presencia de fisuras de retracción en comparación con la pasta con relación  $a/c=0.4$ .*
- *Independientemente de la naturaleza del árido (AN, AH y AC) la microestructura de la interfase árido – pasta  $a/c=0.3$  es más densa y los cristales aciculares de sulfoaluminato y CH están mal formados.*
- *En el caso de AH, con independencia del grado de saturación (AH, AHsat y AHea) la microestructura formada es la misma que en los casos anteriores ( $a/c=0.4$  y  $a/c=0.5$  y  $a/c=0.6$ ).*

## **10.2 Conclusiones Generales**

- Ninguno de los métodos presentados se basta por si solo para identificar y caracterizar la ITZ árido reciclado – pasta.
- A pesar de las limitaciones de cada método su utilización complementaria ha permitido avanzar en el conocimiento de las interfases árido reciclado – pasta.
- Para los parámetros estudiados las propiedades físicas, mecánicas y micromecánicas de los morteros no cambian con el porcentaje de superplastificante. Dichas propiedades cambian con la presencia de un aditivo incluso de aire.
- Para los parámetros estudiados existe una correlación entre la microdureza Vickers de los morteros con y sin aditivos (inclusor de aire y superplastificante) y la resistencia a compresión de los mismos.
- La microdureza Vickers, tanto en la matriz de la pasta como en la ITZ, aumenta con la edad de hidratación y el punto de inflexión (la interfase) está a una distancia entre 0.1mm y 0.2 mm del árido.
- El valor de la microdureza Vickers en la ITZ (0-200 $\mu$ m desde la superficie del árido) es menor que en el resto de la matriz de la pasta en las todos muestras analizadas.

- La microdureza Vickers en las pastas de cemento con inclusión de áridos varía dependiendo de la edad de hidratación, de la relación a/c, de la naturaleza de los áridos y de las condiciones de humedad del mismo.
- La diferencia entre la microdureza de la pasta y la de la ITZ se hace más notable a medida que aumenta la edad de hidratación.
- En todas las muestras estudiadas la microdureza Vickers sigue la tendencia  $AC \leq AN \leq AH$ . En ningún caso el valor de la microdureza en la ITZ del AH es inferior a de la ITZ del AN o AC
- Apenas se nota diferencia entre el árido reciclado de hormigón seco y el árido reciclado de hormigón saturado en su efecto sobre la microdureza de la ITZ a cualquier edad y relación a/c.
- El árido reciclado de hormigón con exceso de agua en la superficie en general provoca un descenso de la microdureza Vickers de la ITZ.
- Considerando los mapas de distribución de E se aprecia que la ITZ en cuanto a su módulo de elasticidad va disminuyendo a medida que aumenta la relación a/c.
- El ensayo de nanoindentación no permite medir con gran precisión el ancho de la ITZ. A pesar de ello, se registra un aumento del ancho de la ITZ a medida que aumenta la relación agua/cemento. En los casos estudiados (de a/c=0.3 a a/c=0,5) la longitud de la ITZ varía de 50 a 100 $\mu$ m.
- Los resultados del ensayo de nanoindentación obtenidos en las muestras con árido natural y diferentes relaciones agua/cemento coinciden con la mayoría de los que figuran en la bibliografía expuesta en el apartado 3.1.3.
- Comparando los resultados de nanoindentación de la pasta de cemento alejada del árido se observa que el módulo de elasticidad disminuye con el aumento de a/c ( $E_{0.3} \geq E_{0.4} \geq E_{0.5}$ ). También se detecta en el ensayo de nanoindentación el incremento de la porosidad con el aumento de a/c.
- La interacción del binomio: capacidad de absorción de agua del árido reciclado y relación agua/cemento de la pasta es un factor determinante de la calidad de la microestructura de la ITZ pasta-árido reciclado.
- La condición de humedad del árido reciclado de hormigón afecta la longitud de la ITZ, y la porosidad de la pasta. La condición óptima podría ser el árido seco o saturado superficie seca, dependiendo de la relación agua/cemento. En todos los casos estudiados, el exceso de agua en la superficie del árido afecta negativamente la ITZ y la pasta.
- En el estudio con microscopio electrónico la microestructura de la ITZ formada con árido calizo es la habitual y coincide con la que figura en la bibliografía de hormigón.
- Comparando la interfase de las muestras AH con la interfase de las AN, se observa por SEM la formación de una interfase distinta con una mayor cantidad de cristales aciculares de sulfoaluminatos. Esta característica se observa con 7 y 28 días de hidratación.

- La mayor resistencia mecánica de la ITZ, determinada en el ensayo de microdureza Vickers, puede tener su explicación en el efecto de densificación favorecido por la abundante presencia de cristales de sulfoaluminatos.
- La macroporosidad observada en las interfaces pasta – árido poroso (árido cerámico y árido reciclado de hormigón) podría ser explicada por la absorción de agua de la pasta y desplazamiento de aire de los poros del árido hacia la pasta.
- La formación de una gran cantidad de etringita en la interfase de las muestras AH determina el impedimento de crecimiento de grandes cristales de portlandita. Se forman por tanto cristales menores de portlandita que también contribuyen a una mayor densificación y resistencia de la ITZ. Este fenómeno es muy manifiesto para relaciones agua/cemento inferiores a 0.5. Para relaciones superiores, aparecen los cristales grandes de portlandita.

## **Capítulo 11**

### **FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN**

Basándose en las conclusiones obtenidas, se propone los siguientes estudios futuros:

- Estudiar la formación y microestructura de la interfase con otros tipos de áridos reciclados, escorias, que permitirá obtener la información más completa de la influencia de la naturaleza del propio árido a la formación de la interfase.
- Estudiar la influencia del tipo de cemento a la formación de la ITZ.
- Estudiar la influencia de los diferentes factores ambientales a la evolución de la microestructura en los hormigones con los áridos reciclados tanto en la matriz de la pasta, como en la interfase árido – pasta.
- Realizar un modelo numérico de elementos finitos de la microestructura de la matriz de la pasta de cemento, y de la interfase con la inclusión de los diferentes tipos de áridos como áridos reciclados, áridos naturales, que permitirá prever las propiedades de los hormigones basando en el conocimiento de su microestructura.
- Estudiar la evolución de la microestructura en la interfase con el tiempo aplicando la nanoindentación.
- Estudiar la influencia del tipo de pulido y la profundidad de aplicación de indentador a los resultados de nanoindentación.
- Realizar un modelo numérico de comportamiento de materiales base cemento bajo aplicación de un nano indentador a las diferentes profundidades que permitirá obtener una profundidad de aplicación óptima para este tipo de material, y prever la influencia a los resultados de la porosidad del propio material.



**REFERENCIAS**

- ACHE, 2010. *Monografía 16. Manual de Tecnología de Aditivos para Hormigón. Grupo de trabajo 2/3. Aditivos químicos para Hormigón Estructural*. Madrid: ACHE.
- Acker, P., 2001. Micromechanical analysis of creep and shrinkage mechanisms. En: *Creep, shrinkage and durability mechanics of concrete and other quasi-brittle materials*. Cambridge, MA. Oxford, UK: Elsevier.
- Acker, P., 2004. Swelling, shrinkage and creep: a mechanical approach to cement hidrattation. *Materials and Structures*, Volumen 37, pp. 237-243.
- AENOR, 1996. *UNE-EN 196-1. Métodos de ensayo de cementos. Parte 1: Determinación de resistencias mecánicas*. Madrid: AENOR.
- AENOR, 1996. *UNE-EN 196-3. Métodos de ensayo de cementos. Parte 3: Determinación del tiempo de fraguado y de la estabilidad de volumen*. Madrid: AENOR.
- AENOR, 2001. *UNE- EN 12350-7. Ensayos de hormigón fresco. Parte 7: Determinación del contenido de aire. Métodos de presión*. Madrid: AENOR.
- AENOR, 2001. *UNE-EN 1097-6. Ensayos para determinar las propiedades mecánicas y físicas de los áridos. Parte 6: Determinación de la densidad de partículas y la absorción de agua*. Madrid: AENOR.
- AENOR, 2003+A1:2008. *UNE-EN 13242, Áridos para capas granulares y capas tratadas con conglomerados hidráulicos para uso en capas estructurales de firmes*. Madrid: AENOR.
- AENOR, 2003+A1:2009. *UNE-EN 12620 Áridos para hormigón*. Madrid: AENOR.
- AENOR, 2008. *EHE-08. Instrucción de Hormigón Estructural*. Madrid: AENOR.
- AENOR, 2010. *UNE-EN 1744-1. Ensayos para determinar las propiedades químicas de los áridos. Parte 1: Análisis químico*. Madrid: AENOR.
- Alaejos Gutiérrez, P. & Sánchez de Juan, M., 2006. Influencia del árido reciclado en las propiedades del hormigón estructural. *Cemento hormigón*, Issue 889, pp. 54-61.
- ASTM, 1997. *C 642-97. Standard Test Method for Density, Absorption, and Voids in Hardened Concrete*. Pennsylvania: ASTM.
- Barra, M., 1996. *Tesis doctoral. Estudio de la durabilidad del hormigón de árido reciclado en su aplicación como hormigón armado*. Barcelona: UPC.
- Bensted, J. & Barnes, P., 2002. *Structure and performance of cement*. London: Applied Science.
- Bhushan, B. & Li, X., 2003. Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films. *International Materials Reviews*, 48(3), pp. 125-164.

- Constantinides, G. & Ulm, F., 2004. The effect of two types of C-S-H on the elasticity of cement-based materials: Results from nanoindentation and micromechanical modeling. *Cement and Concrete Research*, Volumen 34, pp. 67-80.
- Constantinides, G. & Ulm, F., 2007. The nanogranular nature of C-S-H. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Volumen 55, pp. 64-90.
- Constantinides, G., Ulm, F. & Van Vliet, K., 2003. On the use of nanoindentation for cementitious materials. *Materials and Structures*, Volumen 36, pp. 191-196.
- Diamond, S., 2001. Consideration in image analysis as applied to investigation of the ITZ in concrete. *Cement and concrete composites*, Volumen 23, pp. 171-178.
- Diamond, S., 2004. The microstructure of cement paste and concrete—a visual primer. *Cement and concrete composites*, Volumen 26, pp. 919-933.
- Diamond, S. & Huahg, J., 2001. The ITZ in concrete—a different view based on image analysis and SEM observations. *Cement and concrete composites*, Volumen 23, pp. 179-188.
- Elsharief, A., Cohen, M. & Olek, M., 2003. Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone. *Cement and Concrete Research*, Volumen 33, pp. 1837-1845.
- Erdem, S., Dawson, A. & Thom, N., 2012. Influence of the micro- and nanoscale local mechanical properties of the interfacial transition zone on impact behavior of concrete made with different aggregates. *Cement and Concrete Research*, Volumen 42, pp. 447-458.
- Fischer, C. & Werge, M., 2009. *EU as a recycling society. Present recycling levels of municipal waste and construction and demolition waste in the EU*. EU: ETC/SCP working paper 2/2009..
- Fonseca, P., Jennings, H. & Andrade, J., 2011. A nanoscale numerical model of calcium silicate hydrate. *Mechanics of Materials*, Volumen 43, pp. 408-419.
- Gao, J. & Qian, C., 2005. ITZ microstructure of concrete containing GGBS. *Cement and Concrete Research*, Volumen 35, pp. 1299-1304.
- GARD, 2012. *Guía Española de áridos reciclados procedentes de residuos de construcción y demolición (RCD): Proyecto GEAR*. Madrid: Fueyo.
- Gomez, J., Agulló, L. & Vazquez, E., 2001. *Relationship between porosity and concrete properties with natural aggregate replacement by recycled concrete aggregate*. San Jose, california, USA, 2nd International conference on Engineering Materials, pp. 147-156.
- Gonzales Fonteboa, B. & Martínez Abella, F., 2005. Hormigones con áridos reciclados: estudio de propiedades de los áridos y de las mezclas. *Materiales de construcción*, 55(279), pp. 53-66.
- González Fonteboa, B., Martínez Abella, F., Eiras López, J. & Seara Paz, S., 2011. Effect of recycled coarse aggregate on damage of recycled concrete. *Materials and Structures*, Volumen 44, p. 1759–1771.

- Harutyunyan, V., Abovyan, E. & Monteiro, P., 2000. Microstrain distribution in calcium hydroxide present in the interfacial transition zone. *Cement and Concrete Research*, Volumen 30, pp. 709-713.
- Hughes, J. & Trtik, P., 2004. Micro-mechanical properties of cement paste measured by depth-sensing nanoindentation: a preliminary correlation of physical properties with phase type. *Materials Characterization*, Volumen 53, pp. 223-231.
- Igarashi, S., Bentur, A. & Mindess, S., 1996. Microhardness Testing of cementitious materials. *Advanced cement base materials*, Volumen 4, pp. 48-57.
- Jennings, M. & Thomas, J., 2007. A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste. *Cement and Concrete Research*, Volumen 37, pp. 329-336.
- Juilland, P., Gallucci, E., Flatt, R. & Scrivener, K., 2010. Dissolution theory applied to the induction period in alite hydration. *Cement and Concrete Research*, Volumen 40, p. 831-844.
- Ke, Y. & Ortola, S., 2010. Identificación of microstructural características in lightweight aggregate concretes by micromechanical modelling including the interfacial transition zone. *Cement and Concrete Research*, Volumen 40, pp. 1590-1600.
- Lee, G. & Choi, H., 2013. Study on interfacial transition zone properties of recycled aggregate by microhardness test. *Construction and Building Materials*, Volumen 40, pp. 455-460.
- Leemann, A., Loser, R. & Münch, B., 2010. Influence of cement type on ITZ porosity and chloride resistance. *Cement & Concrete Composites*, Volumen 32, p. 116-120.
- Leemann, A. y otros, 2006. Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete. *Cement and Concrete Research*, Volumen 36, p. 1425-1433.
- Liao, K., Chang, P., Peng, Y. & Yang, C., 2004. A study on characteristics of interfacial transition zone in concrete. *Cement and Concrete Research*, Issue 34, pp. 977-989.
- Li, W. & Xiao, J., 2012. Interfacial transition zones in recycled aggregate concrete with different mixing approaches. *Construction and Building Materials*, Volumen 35, pp. 1035-1045.
- Mehta, K. & Monteiro, P., 2006. *Concrete: microstructure, properties, and materials*. 3th ed. New York: McGraw-Hill.
- Mondal, P., 2008. *Tesis doctoral. Nanomechanical Properties of Cementitious Materials*. Evanston, Illinois: Northwestern University.
- Mondal, P., Shah, S. & Laurence, M., 2007. A Reliable Technique to Determine the Local Mechanical Properties at the Nano-Scale for Cementitious Materials. *Cement and Concrete Research*, 37(10), p. 1440-1444.
- Monteiro, P., 1985. *Microstructure of concrete and its influence on the mechanical properties*. University of California Berkeley: California.
- Odler, I., 1998. Setting and Hardening of Portland Cement. En: *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*. Oxford: Butterworth-Heinemann.



- Oliver, W. & Pharr, G., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6), pp. 1564-1583.
- Oliver, W. & Pharr, G., 2004. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(1), pp. 3-20.
- Ollivier, J., Maso, J. & Bourdette, B., 1995. Interfacial transition zone in concrete. *Advanced cement based materials*, Volumen 2, pp. 30-38.
- Otsuki, N., 2003. Influence of recycled aggregate on interfacial transition zone, strength, chloride penetration and carbonation of concrete. *Journal of materials in civil engineering*, Volumen 15, pp. 443-451.
- Pelisser, F., Gleize, P. & Mikowski, A., 2009. Propriedades nanomecânicas do silicato de cálcio hidratado de síntese. *Ambiente Construído*, 9(42), pp. 129-139.
- Poon, C. & Shu, Z., 2004. Effect of microstructure of ITZ on compressive strength of concrete prepared with recycled aggregates. *Construction and building materials*, Volumen 18, pp. 461-468.
- Puertas Maroto, F., 1989. *Microestructura del hormigón: influencia sobre sus propiedades*. Madrid: Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja.
- Ramesh, G., Sotelino, E. & Chen, W., 1996. Effect of transition zone on elastic moduli of concrete materials. *Cement and Concrete research*, 26(4), pp. 611-622.
- Sánchez de Juan, M. & Alaejos Gutiérrez, P., 2009. Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Construction and Building Materials*, Volumen 23, pp. 872-877.
- Scrivener, K., 2004. The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate in Concrete. *Interface science*, 12(4), pp. 411-421.
- Scrivener, K., Crumbie, A. & Pratt, P., 1988. A study of the interfacial region between cement paste and aggregate in concrete. En: *Bonding in Cementitious Composites, Symposium Proceedings 114*. Boston: Materials Research Society, pp. 85-97.
- Scrivener, K. & Gartner, E., 1988. Microstructural gradients in cement paste around aggregate particles. En: *Cementitious Composites, Symposium Proceedings 114*. Boston: Materials Research Society, pp. 77-85.
- Scrivener, K. & Nemati, K., 1996. The percolation of pore space in the cement paste/aggregate interfacial zone of concrete. *Cement and concrete research*, 26(1), pp. 35-40.
- Scrivener, K. & Nonat, A., 2011. Hydration of cementitious materials, present and future. *Cement and Concrete Research*, Volumen 41, pp. 651-665.
- Segura Pérez, I., Moragues Terrades, A. & Anaya Velayos, J., 2008. Caracterización microestructural de materiales base cemento mediante ensayos destructivos (Parte I). *Cemento y Hormigón*, Issue 921, pp. 14-29.

- Shah, S. y otros, 2009. Nanoscale Modification of Cementitious Materials. *Nanotechnology in Construction*, Volumen 3, pp. 125-130.
- Sonebi, M., 2006. Utilization of micro-indentation technique to determine the micromechanical properties of ITZ of cementitious materials. *ACI Session on "Nanotechnology of Concrete: Recent Developments and Future Perspectives"*, pp. 57-68.
- Sorelli, L., Constantinides, G. & Ulm, F., 2008. The nano-mechanical signature of Ultra High Performance Concrete by statistical nanoindentation techniques. *Cement and Concrete Research*, Volumen 38, pp. 1447-1456.
- Tasong, W. A., Lynsdale, L. & Cripps, J., 1998. Aggregate-cement paste interface. II: influence of aggregate physical properties. *Cement and concrete research*, 28(10), pp. 1453-1465.
- Tasong, W. A., Lynsdale, L. & Cripps, J., 1999. Aggregate-cement paste interface Part I. Influence of aggregate geochemistry. *Cement and concrete research*, Volumen 29, pp. 1019-1025.
- Tasong, W., Cripps, C. & Lynsdale, C., 1998. Aggregate-cement chemical interaction. *Cement and Concrete Research*, 28(7), pp. 1037-1048.
- Tojo, N. & Fischer, C., 2011. *European recycling policies in relation to the actual recycling achieves*. EU: ETC/SCP working paper 2/2011.
- Trtik, P. & Bartos, P., 1999. Micromechanical properties of cementitious composites. *Materials and Structures*, Volumen 32, pp. 388-393.
- Ulm, F., 2007. *What's the matter with concrete*. Arlington, Pollution prevention through nanotechnology conference.
- Vazquez, E. & Barra, M., 2013. Recycled concrete. En: Springer, ed. *Progress of recycling in the built environment*. London: RILEM, pp. 175-193.
- Veleza, K. & Maximilien, S., 2001. Determination by nanoindentation of elastic modulus and hardness of pure constituents of Portland cement clinker. *Cement and Concrete Research*, Volumen 31, pp. 555-561.
- Vivekanandam, K. & Patnaikuni, I., 1997. Transition zone in high performance concrete during hydration. *Cement and Concrete Research*, 27(6), pp. 817-823.
- Wang, X., Jacobsen & S., 2009. Application of nanoindentation testing to study of the interfacial transition zone in steel fiber reinforced mortar. *Cement and Concrete Research*, Volumen 39, pp. 701-715.
- Xiao, J. y otros, 2013. Properties of interfacial transition zones. *Cement and concrete composites*.
- Yang, D. & Guo, R., 2011. Experimental Study on Modulus and Hardness of Ettringite. *Experimental techniques*, pp. 1-7.
- Zang, M. & Gjørsv, O., 1990. Microstructure of the interfacial zone between lightweight aggregate and cement paste. *Cement and concrete research*, 20(4), pp. 610-618.

- Zhang, J., Sun, H., Wan, J. & Yi, Z., 2009. Study on microstructure and mechanical property of interfacial transition zone between limestone aggregate and Sialite paste. *Construction and Building Materials*, Volumen 23, pp. 3393-3397.
- Zhang, M. & Chen, J., 2009. Experimental evaluation on modulus of equivalent homogeneous ettringite. *Acta Mechanica Solida Sinica*, 22(4), pp. 320-327.
- Zhang, Y. & Chen, W., 1998. *Strength and durability of concrete: effects of cement paste-aggregate interfaces*. Purdue University: West Lafayette, IN 47907.
- Zhu, W. & Bartos, P., 2000. Application of depth-sensing microindentation testing to study of interfacial transition zone in reinforced concrete. *Cement and Concrete Research*, Volumen 30, pp. 1299-1304.
- Zhu, W. & Bartost, P., 1997. Assessment of interfacial microstructure and bond properties in aged GRC using a novel microindentation method. *Cement and Concrete Research*, 27(11), pp. 1701-1711.
- Zhu, W., Hughes, J., Bicanic, N. & Pearce, C., 2007. Nanoindentation mapping of mechanical properties of cement paste and natural rocks. *Materials Characterization*, Volumen 58, pp. 1189-1198.