Speckle Dinámico: evaluación de la reproducibilidad de ensayo para el monitoreo del proceso de hidratación del cemento e incidencia del entorno

Dynamic Speckle: evaluation of test reproducibility for monitoring cement hydration process and environmental impact

Magdalena ZAMATEO, Francisco OLIVA , Tomás CABRAL

Centro de Investigación y Desarrollo para la Construcción y la Vivienda, Facultad Regional Santa Fe, UTN

E-mail de autores: magdazamateo@gmail.com-foliva@frsf.utn.edu.ar-tcabral@frsf.utn.edu.ar

Resumen

La técnica de speckle dinámico consiste en el análisis de la variación del patrón de moteado, y es aplicable para evaluar elementos que presentan condiciones de movilidad en su superficie. La mayoría de los materiales de construcción ven modificada su superficie según sus características y los distintos ambientes a los que están sometidos. En particular, el cemento durante su hidratación sufre un proceso químico que se manifiesta físicamente en su superficie, mientras el material adquiere rigidez.

Ha sido estudiada la aplicación del ensayo de speckle sobre pasta de cemento durante su hidratación, encontrándose que la técnica podría aplicarse para la determinación de los tiempos de inicio y fin de fragüe, ya que los mismos podrían corresponderse con los picos de mayor y menor actividad.

El objetivo de este trabajo es evaluar la reproducibilidad del ensayo, y determinar posibles influencias del entorno sobre el mismo.

Palabras claves: cemento, interferometría, speckle dinámico, hidratación

Abstract

The dynamic speckle technique consists of the analysis of the variation of the speckle pattern, and is applicable to evaluating elements that present mobility conditions on their surface. Most construction materials have their surface modified according to their characteristics and the different environments to which they are subjected. In particular, during hydration, cement undergoes a chemical process that manifests itself physically on its surface, while the material acquires rigidity.

The application of the speckle test on cement paste during hydration has been studied, and it has been found that the technique could be applied to determine the start and end times of setting, since they could correspond to the peaks of highest and lowest activity.

The objective of this work is to evaluate the reproducibility of the test, and to determine possible influences of the environment on it.

Keywords: cement, interferometry, dynamic speckle, hydration

Introducción

El proceso de hidratación del cemento comienza cuando el mismo es mezclado con el agua. El resultado son diversas reacciones químicas entre los componentes del cemento (fundamentalmente silicato tricálcico, silicato bicálcico, aluminato tricálcico y ferroaluminato tetracálcico) con el agua, que originan la formación de cristales de diferentes formas y tamaños (principalmente silicato de calcio hidratado e Hidróxido de Calcio). Las reacciones mencionadas que son de carácter exotérmico, tienen lugar en toda la masa, pero se originan en la superficie de los granos de cemento (Giovambattista, 2011).

Durante la hidratación del cemento, en los primeros minutos se origina la precipitación de portlandita y etringita. Luego de unas horas comienzan a formarse grandes cristales de hidróxido de calcio y silicato de calcio hidratado, y al cabo de días, dependiendo de la relación alúmina-sulfato, aparecerá monosulfoaluminato de calcio hidratado. Estos productos van llenando los vacíos ocupados inicialmente por el agua, y se caracterizan por poseer diferentes tamaños y grados de cristalización. A medida que avanzan las reacciones de hidratación, se va produciendo la reducción de la porosidad de la pasta debido a la formación de una matriz continua de silicato de calcio hidratado. Las propiedades de las pastas de cemento en estado endurecido dependen en gran medida del desarrollo de la hidratación, en consecuencia todos los factores que afecten a ésta (la relación agua-cemento (a/c), la finura del grano, la temperatura, la relación agua-cemento y la edad), tendrán una influencia decisiva sobre el comportamiento de la pasta (Balzamo et al., 2012).

Debido a la relación entre las propiedades del cemento y su proceso de hidratación, es de interés monitorear el desarrollo de dicho proceso en condiciones de servicio, para optimizar el trabajo en obra. Existen diversas técnicas que son aplicadas para la investigación de esta temática. Todas ellas hacen uso de la variación de las propiedades físicas del material en el tiempo, estableciendo una correlación por medición indirecta.

La técnica de speckle dinámico consiste en un método óptico no destructivo, donde se evalúa la variación del patrón de moteado y es aplicable para evaluar materiales o piezas que presentan condiciones de movilidad en su superficie, permitiendo estudiar el comportamiento de objetos sometidos a condiciones morfológicas variables.

El moteado o speckle, es un fenómeno que se origina al iluminar la superficie de un objeto con luz coherente, que se refleja en el objeto. Esto provoca en un punto del espacio la superposición de luz proveniente de diferentes puntos del objeto. Este fenómeno se traduce en un patrón de zonas claras y oscuras de apariencia granular que posee información sobre la superficie en estudio, a una escala superior a la longitud de onda utilizada (Montalvo et al., 2016). La apariencia del patrón de moteado es independiente de las características del objeto, y depende principalmente de las propiedades ópticas del sistema, conteniendo información que caracteriza la superficie del objeto (Caloca Méndez, 2005). El patrón de moteado dinámico permite un mayor análisis del objeto en el dominio temporal. El grado de actividad es lo que se llama actividad speckle (SA) y es cuantificada por el índice de movilidad (IM / MI).

Durante la hidratación del cemento se producen una serie de fenómenos físicos que constituyen la manifestación del proceso químico que está en marcha. En dicho período la pasta de cemento pasa de ser un "líquido viscoso" a un sólido resistente, viéndose modificada su superficie a medida que el material se rigidiza (Gonzalez, 2018).

En investigaciones anteriores, mediante speckle dinámico fue posible determinar un índice de movilidad de la superficie de la muestra a partir de la variación patrón de speckle, confirmando que la superficie del material cambia en el tiempo. Del análisis de los registros se identificaron períodos de movilidad que podrían corresponderse con los tiempos de inicio y fin de fragüe. A su vez se detectó que la técnica es sensible al tipo de cemento que se analiza.

Dichas investigaciones se llevaron a cabo mediante equipos de alta precisión, y en laboratorios con condiciones controladas de estabilidad óptica, situados en la Universidad Tecnológica Nacional Regional Paraná (Gomez Arn et al., 2016).

En el presente trabajo se busca, empleando un prototipo basado en los equipos anteriormente utilizados, evaluar la capacidad de reproducir los ensayos realizados en investigaciones anteriores. Además, se pretende obtener y evaluar resultados de la aplicación del método en diferentes entornos, a fines de determinar la influencia de los mismos.

Metodología

Caracterización del material

Un mismo tipo de cemento presenta variaciones respecto a distintas partidas, complejizando el proceso de hidratación, por lo cual se debe tener en cuenta el tipo de cemento, la procedencia del mismo y las características que posee.

Datos del fabricante

Para este estudio se utilizó un Cemento Portland Normal con una resistencia característica de 40 MPa a 28 días (CPN 40). Los datos brindados por el fabricante respecto de las características del cemento empleado se indican en la **Tabla 1** y en la **Tabla 2**.

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	SO_3	K_2O	Na_2O
20,89	3,69	3,81	63,81	0,58	2,80	1,07	0,07

TABLA 1: Composición CPN 40

Pérdida por calcinación (%)	Residuo Insoluble (%)	Finura Blaine (m^2/kg)	Retenido sobre tamiz #200 (g/100g)	Retenido sobre tamiz #325 (g/100g)
3,05	0,91	338	3,0	13,0

TABLA 2: Control de calidad CPN 40

Agua para consistencia normal según norma IRAM 1612:2006.

Con el objetivo de determinar la cantidad de agua necesaria para la probeta a ensayar, se procedió a realizar el ensayo descrito en la Norma IRAM 1612/2006 “Cemento Portland. Método de determinación de la consistencia normal”.

Ensayos Ópticos

Interferometría de patrón de moteado dinámico: Ensayo con prototipo

Para el ensayo de speckle se empleó un prototipo que busca reproducir el equipo de precisión empleado en las instancias iniciales de la investigación. Como se muestra en la **Figura 1**, este nuevo prototipo cuenta con un microscopio digital de 2.0 MP con sistema de control automático que captura las imágenes y las almacena en una tarjeta de memoria incorporada, y un láser semiconductor de 5 mW y 650 nm, como fuente de luz.

Las muestras a ensayar se moldearon según norma IRAM 1619:2003 y las mismas fueron posicionadas dentro del prototipo, el cual debía estar apoyado sobre una superficie nivelada. Para evitar perturbaciones del medio que puedan incidir sobre los resultados finales, se adicionaron pads de neoprene para amortiguar las posibles vibraciones, y una caja metálica a fin de aislar el equipo de fuentes de luz externas.

Figura 1: Prototipo empleado en el ensayo de speckle dinámico.

Las imágenes capturadas se almacenan en una tarjeta de memoria externa montada sobre el equipo, las cuales son procesadas posteriormente empleando el algoritmo "CECILIA", definido por el grupo de investigación en proyectos previos. El mismo define el índice de movilidad en función de la variación de la intensidad (Budini et al., 2013). Se opta por emplear dicho algoritmo ya que es el que mejor se adapta al fenómeno que se pretende evaluar.

Debido a la complejidad del algoritmo y a la gran cantidad de rutinas recursivas, los tiempos de procesamiento tienden a ser largos, de modo que este tipo de prueba se realiza para un grupo de imágenes. Esto implica que los resultados obtenidos corresponden a medidas instantáneas.

El ensayo de speckle dinámico tiene una duración de 24 horas, dentro de las cuales el equipo captura 11 imágenes cada 5 minutos. Determinando posteriormente la movilidad asociada a las 11 imágenes capturadas a intervalos de 5 minutos. El ensayo se realiza por triplicado.

El fenómeno de moteado es analizado en distintos recintos, para de esta forma evaluar el impacto que tiene el medio en el que se encuentra inmerso. Las muestras son ensayadas dentro de la Universidad Tecnológica Nacional Regional Santa Fe.

En la **Tabla 3** se indican las condiciones medidas en los distintos recintos donde se realizaron los ensayos.

	Temperatura (°C)	Humedad (%)	Flujo de personas
Recinto 1	20 ± 1	72 ± 3	NO
Recinto 2	16 ± 1	82 ± 3	SI
Recinto 3	25 ± 2	60 ± 1	NO

TABLA 3: Condiciones de los distintos entornos.

Interferometría de patrón de moteado dinámico: Ensayo con equipo de precisión

Con la finalidad de evaluar la reproducibilidad del método a partir del uso del prototipo se realiza el mismo ensayo con equipamiento de precisión en el laboratorio de óptica de la Universidad Tecnológica Nacional Regional Paraná, empleado en la etapa inicial del proyecto. Dicho ensayo se realizó por triplicado y los resultados obtenidos se adoptaron como patrón de comparación (Gomez Arn et al., 2017).

En la **Figura 2** se observa el equipo utilizado para la realización del ensayo de las muestras patrón. Debido a que las características del esquema óptico son diferentes, el rango de valores del índice de movilidad resultante varía según la sensibilidad de cada equipo.

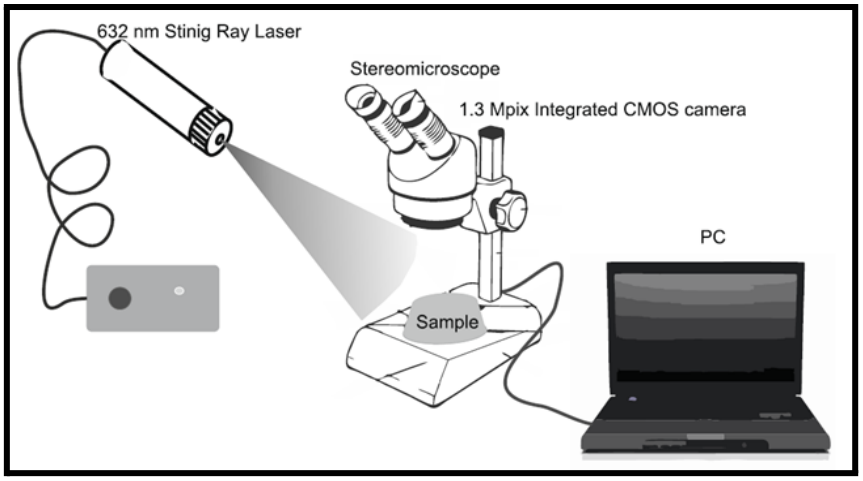

Figura 2. Armado óptico empleado en el ensayo de speckle dinámico.

Resultados y discusión

Agua para consistencia normal

En la **Tabla 4** se indica el valor obtenido de los ensayos de determinación de agua para consistencia normal mediante la técnica de Vicat.

Ensayo	Resultado
Agua para consistencia normal	30%

TABLA 4: Resultado obtenido.

Comparación entre ensayos

El tiempo de prueba es de 24 horas, aunque se consideran las primeras 20 horas para el procesamiento de datos, ya que en este período se dan los fenómenos de interés. El estudio se basa en la comparación de la tendencia de las curvas y no en el rango de valores del índice de movilidad.

En la **Figura 3** se muestra la variación en el tiempo del índice de movilidad de las tres muestras ensayadas en los distintos recintos de la Facultad. Como puede verse todas ellas siguen la misma tendencia que la muestra “PATRÓN”.

Cabe recordar que, como se mencionó anteriormente, los valores de índice de movilidad dependen de las respectivas sensibilidades de la fuente de luz y de la cámara utilizada. Es por esto que los valores de dicho parámetro para la curva “PATRÓN” se encuentran en un rango diferente a los de los distintos recintos, ya que fueron determinados con diferentes equipos.

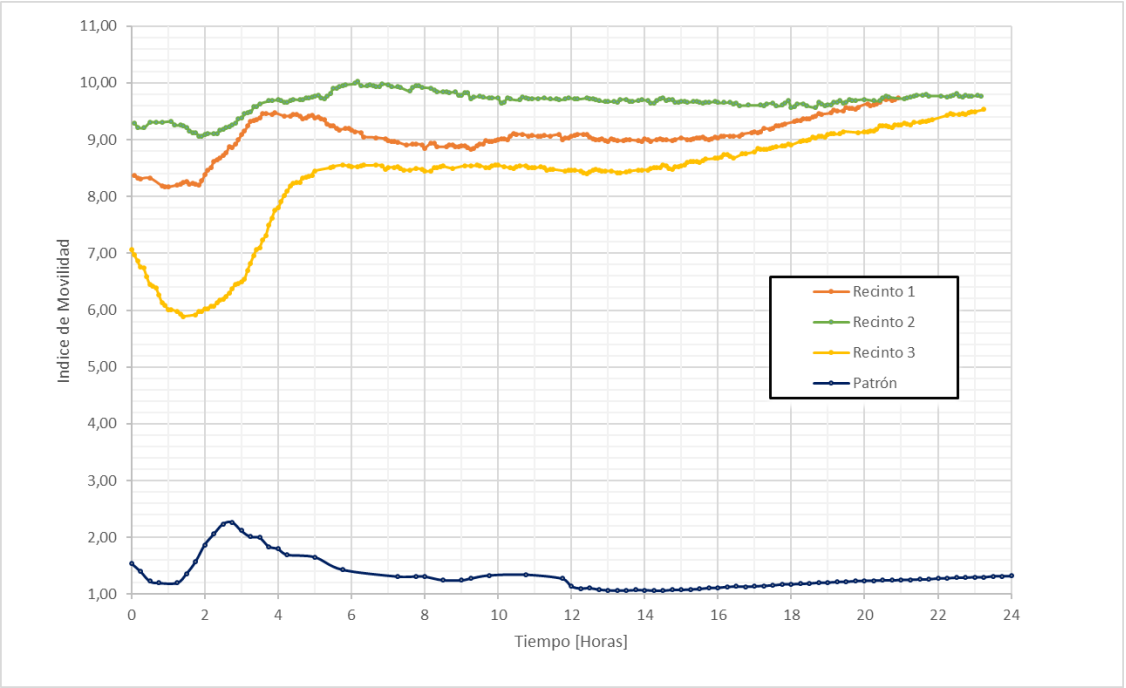

Figura 3. Curva movilidad vs tiempo.

En trabajos anteriores, se comprobó que es posible identificar distintos períodos en la curva de movilidad. Inicialmente se detectó una alta actividad superficial, que se asocia a la evaporación del agua y al acomodamiento de las partículas de cemento; luego la actividad superficial disminuye paulatinamente hasta alcanzar un mínimo de movilidad (Gonzalez, 2018). En una segunda etapa, la actividad crece bruscamente hasta alcanzar el pico máximo de movilidad superficial. Una vez que la curva de movilidad alcanza su pico máximo, disminuye levemente para luego volver a incrementarse suavemente. Posteriormente, la movilidad disminuye hasta hacerse constante. Tal como se observa en la Figura 3, este comportamiento también es evidenciado en los ensayos realizados para el presente trabajo.

Las curvas obtenidas con el prototipo presentan una tendencia similar a la obtenida con el equipo de precisión. Mediante la observación gráfica de las mismas, se aprecia que la correspondiente al "Recinto 1" es la que mejor se ajusta a la tendencia de la curva "PATRÓN". La correspondencia entre ambas curvas puede atribuirse a que dicho recinto presenta condiciones estables de temperatura y humedad, sin flujos de personas, condiciones similares a las del laboratorio de óptica donde se ensayó la muestra "PATRÓN". Esto permite afirmar que el prototipo reproduce la técnica de ensayo.

Los datos resultantes de los ensayos realizados en los diferentes recintos devuelven curvas apreciablemente distintas. Estas disimilitudes pueden asociarse tanto a las diferencias en las condiciones ambientales entre ellos -que intervienen en el proceso de hidratación y por tanto en la variación de la movilidad- como a las variaciones de flujo de personas -que generan vibraciones en el entorno inmediato-. Esto lleva a pensar que las variaciones en el entorno afectan a los resultados del ensayo.

Por otro lado se observa que pasado el período inicial de mayor movilidad, la tendencia de las curvas es levemente ascendente. Esto da cuenta de que incluso pasadas las 20hs estudiadas, los índices de movilidad continúan cambiando, implicando movilidad en la superficie.

Conclusiones

Se presentan los resultados obtenidos al evaluar el proceso de fraguado del cemento mediante ensayos ópticos. A partir de lo desarrollado hasta aquí se concluye que:

- Fue posible reproducir con el prototipo el ensayo realizado con los equipos de precisión.
- Del análisis comparativo se desprende que es posible que las variaciones en el entorno afecten a los resultados del ensayo realizado con prototipo.

Referencias

- Giovambattista, A. (2011) *Hormigón. Materiales, vida útil, criterios de conformidad y su consideración en el reglamento CIRSOC 201-2005*. Buenos Aires, Argentina, pp. 45-48.
- Balzamo, H., Bascoy, D. A., Bonave, V., Cabreea, O. A., Carrasco, M. F. (2012) "Cementos" en *Ese material llamado hormigón*, N. G. Maldonado y M. F. Carrasco, Eds. Buenos Aires, Argentina, pp. 21–22, pp. 45–48, pp. 54–55.
- Montalvo,R.A., Asmad, M., Choque, I., Baldwin, G. (2016) "Interferometría speckle para evaluar la flexión de una barra de aluminio" . *Revista Mexicana de Física,* E 62, 125–134
- Caloca Mendez, C. I. (2005) "Holografía endoscópica digital e interferometría electrónica de patrones de moteado (ESPI) aplicadas a mediciones de vibración en la membrana timpánica". Tesis de maestría, Centro de Investigaciones en Óptica, México.
- Gonzalez, Dianela (2018) "Estudio del proceso de hidratación del cemento mediante interferometría", JIT 2018, Rafaela, Argentina.
- Gomez Arn, E., Bertoluzzi, L., Suri F., Gervasoni, J., Freyre, C., Vincitorio, M., Gonzalez, D., Yoris, A., Guilarducci, A., Ulibarrie, N. (2016) "Estudio del fragüe del cemento mediante el patrón de speckle dinámico", RAIO optilas, Pucón, Chile.
- Budini, N., Mulone, C., Vincitorio, F. M., Freyre, C., López, A. J., Ramil, A, (2013) "*Two simple methods for overall determination of mobility in dynamic speckle patterns*". *Optik 124*, Pages 6565-6569.