

**UNIVERSIDAD CENTROAMERICANA
"JOSE SIMEON CAÑAS", UCA**

Departamento de Mecánica Estructural, Apartado Postal (01)168, Autopista Sur, San Salvador, El Salvador, América Central Tel: +503-2210 6600. Fax: +503-2210 6664

Laboratorio de: MATERIALES DE CONSTRUCCION

**DETERMINACIÓN DE LA EXPANSIÓN EN AUTOCLAVE
DEL CEMENTO PORTLAND**

NORMAS

- ASTM C 151-00 "Standard Test Method for Autoclave Expansion of Portland Cement"
(Método estándar de ensayo para expansión en autoclave del cemento portland).
- ASTM C 187-98 "Standard Test Method for Normal Consistency of Hydraulic Cement"
(Método estándar de ensayo para consistencia normal del cemento hidráulico)
- ASTM C 490-00 "Standard Practice for Use of Apparatus for the Determination of Length Change of Hardened Cement Paste, Mortar, and Concrete"
(Práctica estándar para el uso de aparato para la determinación del cambio de longitud de pasta de cemento, mortero y concreto endurecido).
- ASTM C 305-99 "Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency"
(Práctica estándar para mezclado mecánico de pastas de cemento hidráulico y morteros de consistencia plástica).

OBJETIVOS

- a) Conocer el procedimiento que se utiliza para determinar la solidez o sanidad del cemento Portland.
- b) Determinar la expansión del cemento después de su exposición a altas presiones y temperaturas en el autoclave.
- c) Conocer el procedimiento para usar el autoclave, familiarizarse con las partes del aparato: válvula de purga, medidor de la presión, válvula de ventilación, termómetro, interruptores de control, etc. Todo esto con el objeto de trabajar en los rangos especificados de la prueba y para brindar seguridad durante el desarrollo de la misma.
- d) Reconocer la importancia que tiene el buen desarrollo de la prueba de consistencia normal del cemento, para realizar la determinación de expansión en autoclave.

DISCUSIÓN TEÓRICA

(Tomado de **Diseño y control de mezclas de concreto**, Steven H. Kosmatka y William C. Panarese, Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, 1992; y del sitio http://www.asocem.org.pe/bva/it/investigaciones/cemento/tecnologia/MGC22_ataque_concreto.pdf, visitado en marzo 2007)

El efecto de un exceso de magnesio o cal en el cemento produce expansión y desintegración del concreto hecho con ese cemento. La prueba de expansión del cemento Pórtland en el autoclave brinda un índice de dicha expansión potencial retardada, causada por la hidratación del CaO (cal libre), el MgO (magnesia) o ambos.

Estos compuestos son débilmente solubles y se forman en el interior del concreto, dando origen al crecimiento de cristales, que provocan una presión capaz de llevar a la ruptura de la micro estructura.

El porcentaje de cal libre en los cementos modernos no debería exceder del 1% de su composición, aunque ninguna norma especifica un límite a la cal libre; más bien se limita la expansión de muestras prismáticas de cemento colocadas en un horno llamado “autoclave”, a temperatura y presión controladas.

Este ensayo normalizado por la ASTM acelera la eventual acción de la cal libre y la estabilidad de la muestra garantiza la calidad del cemento. Como un indicador adicional, puede considerarse que un cemento con bajo contenido de residuo insoluble, es un cemento bien calcinado y con escaso riesgo de cal libre.

La cal libre se puede presentar por problemas durante la fabricación del cemento:

- ⇒ Combinación incompleta de los constituyentes del cemento en su proceso de fabricación.
- ⇒ Exceso de material grueso, de la caliza del crudo por molienda incompleta, que impide la reacción con los elementos arcillosos en el proceso de clinkerización.
- ⇒ Elevado contenido de óxido de calcio en el crudo, que impide que la totalidad de este óxido se combine con los óxidos de sílice, aluminio y hierro en el proceso de clinkerización.
- ⇒ Proceso de segregación en el horno o temperatura de calcinación por debajo del nivel óptimo.

Debe advertirse que eventualmente puede encontrarse el CaO como cal liberada, en cuanto el silicato tricálcico (S3C) es un compuesto meta estable que tiende a convertirse en silicato bicálcico (S2C) más CaO. El óxido desprendido del Silicato tricálcico se encuentra en estado amorfo, de fácil reacción con el agua de hidratación y puede ocasionar expansiones que desaparecen en un breve lapso.

La Magnesia (MgO) que se encuentra en pequeñas proporciones dentro de los cementos Pórtland, proviene del carbonato de magnesio (MgCO₃), que es un componente de las piedras calizas. El carbonato se disocia en óxido de magnesio (MgO) y dióxido de carbono (CO₂). La magnesia no se combina con los otros óxidos de cemento y se mantiene en solución sólida en los minerales dentro del clinker.

Cuando la magnesia se encuentra en -forma cristalizada (se llama periclase), al hidratarse presenta expansión de volumen y puede producir la fractura del concreto. Cuando la magnesia se presenta en forma de vidrio es inofensiva.

Las normas limitan el contenido de óxido de magnesio a 5%, que es la cantidad máxima que es posible entre a formar solución sólida en las fases del clinker.

La expansión de la magnesia se produce generalmente luego de un período prolongado, y para identificarla en el concreto es necesario someter las muestras a un análisis por microscopio. Sin embargo, es mucho más práctica la aplicación de la norma ASTM que prescribe además la prueba de expansión en autoclave.

El objetivo de esta prueba es la determinación de la inalterabilidad del volumen del cemento, o como se conoce mejor, la sanidad del cemento; la sanidad se refiere a la capacidad de una pasta endurecida para conservar su volumen después del fraguado. La expansión destructiva retardada o falta de sanidad es provocada por un exceso en las cantidades de cal libre o de magnesia. Casi todas las especificaciones para el cemento limitan los contenidos de magnesia (periclusa), así como la expansión registrada en la prueba de autoclave.

Las especificación ASTM C 150-02 para cemento Pórtland permite un valor máximo de 0.80% de expansión en el incremento de la longitud de especímenes de prueba hechos con pasta de cemento, antes y después de su exposición a presiones altas (295 ± 10 psi durante 3 horas) en el autoclave. Por otra parte la especificación ASTM C 595-03 para cementos hidráulicos mezclados permite un valor máximo de contracción de 0.20% y un valor máximo de expansión de 0.80%. y la especificación ASTM C 91-03 para cemento de mampostería permite un valor máximo de expansión de 1.0%. Asimismo la especificación de desempeño ASTM C 1157-02 para cemento hidráulico permite un valor máximo de expansión de 0.80%

Un autoclave puede definirse como una olla de presión con medidores de presión, válvulas termómetros y otros aditamentos que aseguran que el aparato trabaje en los rangos especificados para la prueba y que al mismo tiempo brinden seguridad al operador.



Fig. 4-1 Autoclave.

MATERIAL Y EQUIPO

a) Material

- Cemento Pórtland
- Agua destilada (1000 ml)
- Grasa
- Aceite mineral
- 3 bolsas de hielo

b) Equipo

- Balanza de 0.1 g de precisión con juego de pesas
- Probeta de 250 ml de capacidad
- 3 molde de acero inoxidable de 1" x 1" x 10"
- Aparato autoclave con acceso a termómetro
- Comparador de longitudes, según ASTM C 490.
- Termómetro con escala en grados Fahrenheit
- Par de guantes de asbesto
- Par de guantes de hule
- Mezclador de pasta de cemento, según especifica ASTM C 305.
- Charola
- Espátula pequeña
- Enrasador de metal
- Gabinete para curado
- Baño de maría a 150°F
- Cronómetro
- Cinta métrica y llave cangreja

PROCEDIMIENTO

Indicaciones generales

- 1) Los materiales deben estar entre 20.0 y 27.5°C al mezclarlos y moldearlos. El agua destilada utilizada en la mezcla deber estar a $23 \pm 1^\circ\text{C}$.
- 2) Tomar la temperatura del cuarto de laboratorio
- 3) El hielo debe adquirirse hasta que se ha finalizado la exposición de los especímenes en el autoclave.

Preparación de los moldes

Limpiar los moldes y engrasarlos con aceite mineral. Colocar a continuación los pines de referencia verificando que exista un claro de $10 \pm 0.10''$ (para moldes en unidades inglesas) o 250 ± 2.5 mm (para moldes en unidades SI) entre sus extremos (ver Fig 4-1 y 4-2). Además debe tenerse el cuidado de que se mantengan limpios y libres de aceite, grasa o alguna otra materia extraña.

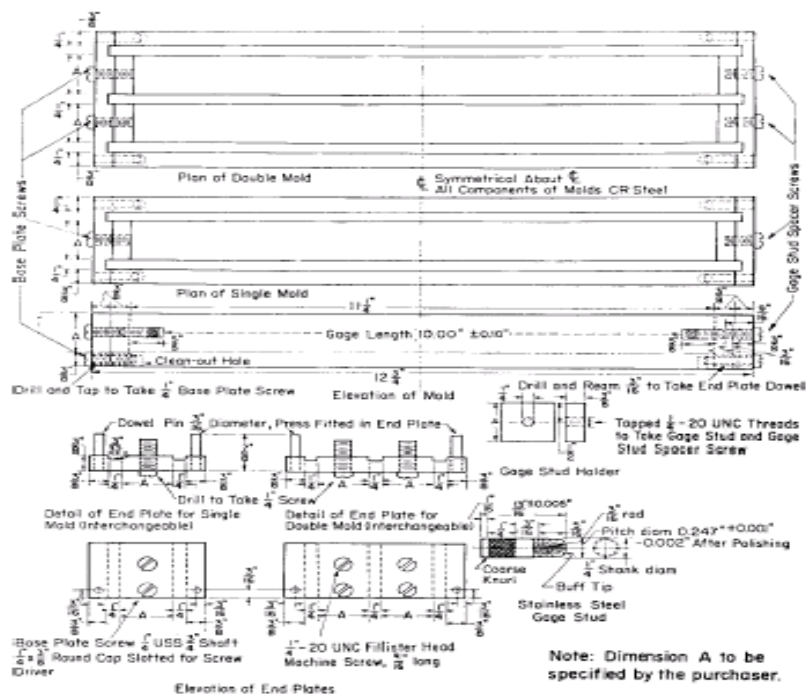


Fig. 4-2: moldes para especimenes (en unidades inglesas)

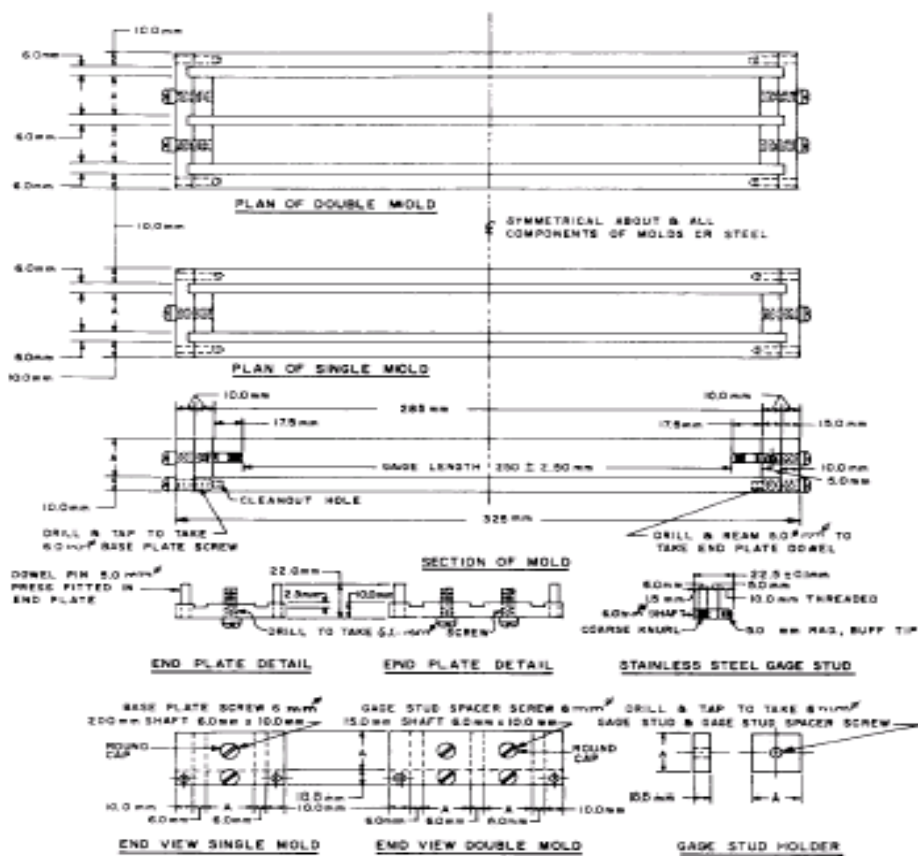


Fig. 4-3: moldes para especimenes (en unidades SI)



(Foto por Tania Morales)

(Figura 4-4: Moldes de acero inoxidable 1"x1"x10".

<http://www.humboldt-demexico.com/datos/webs/producto/lab/tm29m40.htm>, 26 de abril de 2007)

Mezclado de la pasta de cemento

Elaborar una pasta de cemento con 650 g de cemento; según el procedimiento de mezclado de pastas realizado en la práctica de determinación de consistencia normal del cemento y con la cantidad de agua que se determinó en esa práctica (para reproducir esa condición de consistencia normal).

Moldeado de los especímenes (tiempo máximo de moldeo de 2 a 3 minutos)

Inmediatamente luego después de la finalización del mezclado, moldear el espécimen de prueba en dos capas aproximadamente iguales compactando fuertemente con los dedos y presionando la pasta en las esquinas, alrededor de los pines de referencia y a lo largo de la superficie del molde hasta que se obtenga un espécimen homogéneo.

Después que la capa superior ha sido compactada, enrarse con una espátula de borde delgado y suavice la superficie con unos leves golpes de la espátula plana a fin de evitar colmenas. Durante se realice esta operación proteger las manos con guantes de hule.

Almacenamiento de los especímenes de prueba

Después de terminar de moldear, colocar los especímenes en el gabinete de curado. Los especímenes deberán permanecer en los moldes durante 24 horas.

Desmoldado y medición de los especímenes de prueba

A las 24 horas \pm 30 minutos después de haber moldeado las muestras, sacar los 3 especímenes del gabinete de curado y desmoldarlos con cuidado. Si es necesario, aplicar unos golpes al molde para que las muestras deslicen con mayor facilidad.



(Fig 4-5 especímenes desmoldados y curados, foto por Tania Morales)

Colocar una identificación a cada espécimen, ubicándola en uno de sus extremos.

Inmediatamente debe procederse a determinar lecturas con el auxilio del comparador de longitud (ver Fig 4-3) para obtener una lectura inicial de cada espécimen. El objetivo de este comparador es medir los cambios de longitud y está diseñado para acomodarse al tamaño de la probeta empleada en este ensayo.

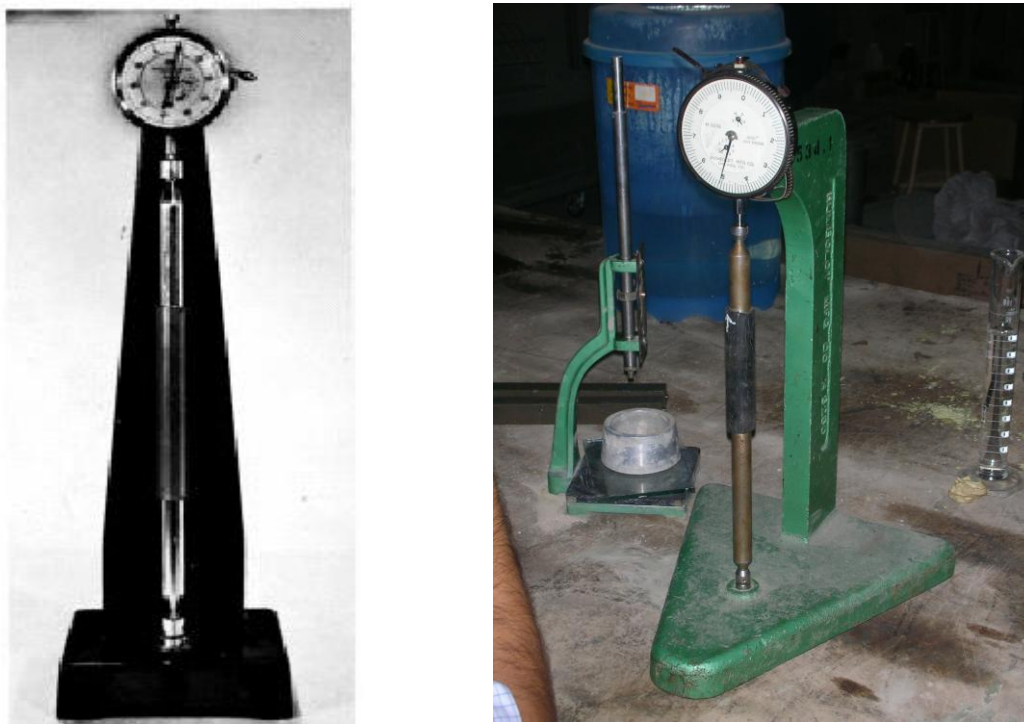


Fig. 4-6: Aparato para medición de cambio de longitud

La determinación de lecturas en el comparador deberán realizarse de la siguiente manera:

- a) Colocar en el comparador la varilla de tarado y anotar el número de divisiones que marca con relación al cero del dial comparador (L_{iv}). La varilla siempre deberá colocarse en el comparador en la misma posición.
- b) Quitar la varilla de tarado y colocar la probeta, ésta debe hacerse girar suavemente y se registrará el número de divisiones con relación al cero del comparador; si la rotación causa un cambio en la lectura en el dial (L_{ip}). Los especímenes deben colocarse en el comparador con el mismo extremo hacia arriba cada vez que se tome una lectura.



Fig 4-7 Toma de lectura de probeta en el comparador

Preparación del autoclave

Revisar que se encuentren todos los elementos que componen el equipo: tornillos, termómetro, empaque de hule, etc.

Limpiar el interior del autoclave.

Con ayuda de su instructor, identificar las partes que componen el autoclave: la válvula de ventilación, la válvula de purga, el interruptor principal, el manómetro de presión, etc.

Verter una cantidad de agua destilada entre el 7 y el 10% del volumen del autoclave. La temperatura del agua debe oscilar entre 20 y 28°C.



Fig 4-8 Colocación de agua de aproximadamente el 10 % del volumen del Autoclave

Introducir los especímenes debidamente identificados en el sostenedor de muestras del autoclave, éstos deberán colocarse en la misma posición en la que fueron puestos para tomar las mediciones en el comparador de longitudes.

Engrasar las juntas de cierre del autoclave

Cerrar el autoclave con la tapa, asegurando su cierre con el apriete secuencial de los tornillos (con el auxilio de la llave cangreja). Colocar el termómetro en el espacio correspondiente en el autoclave y fijarse que el mando de ventilación indique “CERRADO”.



Fig 4-9 Preparación de Autoclave

Ensayo de los especímenes

Encender todas las resistencias y anotar la hora de inicio de la prueba.

Permitir escapar aire a partir del autoclave durante la porción temprana del periodo de calentamiento, dejar la válvula de ventilación abierta, hasta que el vapor empiece a escapar.

Cerrar la válvula y elevar a temperatura del autoclave a una tasa tal que elevar la presión de vapor a 295 psi en 45 a 75 minutos a partir del momento en que el calor es encendido. La secuencia se controlará así:

- Registrar la hora en que se alcanzan los 200°F y la presión correspondiente (debe ser 50 psi aproximadamente).



Fig. 4-10. Toma de lecturas de temperatura y presión

- Anotar la hora en que se alcanzan los 300°F y proceder a purgar el autoclave; es decir que se abre las válvula de purga y se deja salir todo el vapor hasta que la presión disminuye significativamente. Cerrar la válvula de purga y anotar el tiempo en que la válvula de purga estuvo abierta.
- Quitar el termómetro y reapretar la tapa (con el uso de los guantes de asbesto y la llave cangreja) y colocar el termómetro nuevamente.

- Cuando la temperatura sea de 350°F, registrar la hora y la presión (la presión en este instante debe ser aproximadamente 150 psi).
- Anotar la hora en que la temperatura alcanza 370°F (la presión deberá ser 195 psi).
- Cuando el termómetro marque 420°F, la presión no debe sobrepasar de 305 psi. Registrar la hora en se alcanza dicha temperatura.
- Al llegar a este punto el aparato de autoclave se desconecta automáticamente para mantener una presión de 295 ± 10 psi.
- Mantener estas condiciones presión durante 3 horas en las cuales debe verificarse que el aparato autoclave automáticamente se conecte y desconecte.

Periodo de enfriamiento del autoclave

Al término de las 3 horas del ensayo, desconectar el interruptor principal.

Proceder a abrir la válvula de ventilación.

Dejar enfriar el autoclave a una tasa tal que la presión sea menos que 10 psi al término de 1 ½ hora.

En este intervalo utilizar el baño de María y añadiendo suficiente agua (para cubrir los especímenes) y encenderlo de manera que el agua se mantenga a una temperatura de superior a los 90°C (194°F).

Al final del periodo de 1 ½ hora, abrir la válvula de purga para que lentamente se retire la presión remanente hasta que se alcance la presión atmosférica.

Luego abrir el autoclave. **Proteger la manos con los guantes de asbesto para evitar quemaduras ya que el autoclave estará muy caliente en ese instante.**

Enfriamiento final de las probetas

Sacar los especímenes y sumergirlos inmediatamente en el baño de María con el agua a una temperatura por encima de 90°C (194°F).

Enfriar el agua alrededor de los especímenes con el hielo de tal forma de bajar la temperatura del agua hasta 23°C (74°F) en 15 minutos.

Mantener los especímenes en agua a 23°C (74°F) por otros 15 minutos.

Remover del agua un espécimen a la vez y determinar las lecturas finales de la siguiente forma:

- a) Colocar en el comparador de la varilla de tarado y anotar el número de divisiones que marca con relación al cero del dial comparador (L_{fv}). La varilla siempre deberá colocarse en el comparador en la misma posición que con la que se determinó la lectura inicial (L_{iv}).

- b) Posteriormente quitar la varilla de tarado y colocar la probeta, ésta debe hacerse girar suavemente y se registrará el número de divisiones con relación al cero del comparador; si la rotación causa un cambio en la lectura en el dial (L_{fp}) deberá de tomarse esta lectura.

Nota: debe recordarse que los especímenes deben colocarse en el comparador con el mismo extremo hacia arriba cada vez que se tome una lectura.

Repetir los pasos a) y b) para las probetas restantes

CALCULOS

Calcular el cambio en longitud del espécimen por restar la lectura de longitud del comparador antes de colocarlo en el autoclave a partir de aquella que se obtiene luego de que se ha sometido en el autoclave y reportarla como un porcentaje de la longitud efectiva de calibración (G) de los moldes al 0.001% más próximo para cada espécimen y reportar el promedio al 0.01% mas próximo. Reportar el porcentaje de incremento en longitud como la expansión autoclave. Indicar un decrecimiento en longitud añadiendo un signo menos al valor obtenido (Ej.: -0.13%).

Las fórmulas a utilizar son las siguientes:

$$L_i = (L_{ip} - L_{iv}) \quad \text{Ec. 4-1}$$

$$L_x = (L_{fp} - L_{fv}) \quad \text{Ec. 4-2}$$

$$L = 100 \times (L_x - L_i) / G \quad \text{Ec. 4-3}$$

Donde:

- L_{ip} : Divisiones del comparador de longitud con respecto al “cero” en el espécimen (antes del ensayo).
- L_{iv} : Divisiones del comparador de longitud con respecto al “cero” en la varilla de comparación (antes del ensayo).
- L_i : Diferencia de lecturas iniciales.
- L_{fp} : Divisiones del comparador de longitud con respecto al “cero” en el espécimen (después del ensayo).
- L_{fv} : Divisiones del comparador de longitud con respecto al “cero” en la varilla de comparación (después del ensayo).
- L_x : Diferencias de lecturas finales.
- G : Longitud nominal de calibración: 10 para moldes en unidades inglesas o 250 para moldes en unidades SI.
- L : Cambio en longitud, en %

La precisión encontrada para un solo operador es de una desviación estándar de 0.024% para expansiones que están en el rango de 0.11% a 0.94%.

EJEMPLO ILUSTRATIVO

a) Preparación de los especímenes de prueba

En esta fase se utiliza el % de agua obtenido como resultado en la práctica sobre consistencia normal del cemento.

Datos:

% de agua a utilizar : 33.2%

Peso de cemento : 650 g

Volumen de agua* : $650 \times (33.2/100) = 215.8 \text{ g} \equiv 215.8 \text{ cm}^3 \equiv 215.8 \text{ ml}$

* Asumiendo una densidad del agua de 1.0 g/cm^3 .

b) Lecturas iniciales y finales en el comparador.

Lecturas iniciales:

Probeta No.	Lectura inicial en espécimen L_{ip} (pulg)	Lectura inicial en varilla de comparación L_{iv} (pulg)	Diferencia de lecturas iniciales $L_i = L_{ip} - L_{iv}$ (pulg)
1	0.3282	0.3914	-0.0632
2	0.3600	0.3914	-0.0314
3	0.3609	0.3914	-0.0305

Lecturas finales:

Probeta No.	Lectura final en espécimen L_{fp} (pulg)	Lectura final en varilla de comparación L_{fv} (pulg)	Diferencia de lecturas finales $L_x = L_{fp} - L_{fv}$ (pulg)
1	0.3325	0.3940	-0.0615
2	0.3642	0.3940	-0.0298
3	0.3652	0.3940	-0.0288

c) Determinación de expansión en autoclave:

Probeta No.	Diferencia de lecturas iniciales $L_i = L_{ip} - L_{iv}$ (pulg)	Diferencia de lecturas finales $L_x = L_{fp} - L_{fv}$ (pulg)	Expansión en autoclave $L = 100(L_x - L_i)/G^*$, (%)
1	-0.0632	-0.0615	0.017
2	-0.0314	-0.0298	0.016
3	-0.0305	-0.0288	0.017
Promedio			0.02

*G=10 por usar molde en sistema de unidades inglesas

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Vol. 04.01 Annual Book of ASTM Standards. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 2003.

Diseño y control de mezclas de concreto, Steven H. Kosmatka y William C. Panarese, Instituto Mexicano del Cemento y del Concreto, 1992.

LABORATORIO DE MATERIALES DE CONSTRUCCION

EXPANSIÓN EN AUTOCLAVE DEL CEMENTO PORTLAND

Peso de cemento: _____g

Fecha: _____

a) Preparación de especímenes de prueba.

Prueba N°	1	2
Temperatura ambiente, °C		
Temperatura del agua, °C		
Porcentaje del agua, %		
Volumen de agua, ml		
Tiempo de mezclado de la pasta, s		
Tiempo de moldeo, s		
Hora de colocación de gabinete curado		
Hora de remoción del molde		
Hora de remoción del curado		

Observaciones: _____

LABORATORIO DE MATERIALES DE CONSTRUCCION

EXPANSIÓN EN AUTOCLAVE DEL CEMENTO PORTLAND

b) Lectura inicial en el dial:

Probeta No	Lectura inicial en espécimen L_{ip} (pulg)	Lectura inicial en varilla de comparación L_{iv} (pulg)	Diferencia de lecturas iniciales $L_i=L_{ip}-L_{iv}$ (pulg)
1	0.3282	0.3914	-0.0632
2	0.3600	0.3914	-0.0314
3	0.3609	0.3914	-0.0305

c) Lecturas finales en el dial:

Probeta No	Lectura final en espécimen L_{fp} (pulg)	Lectura final en varilla de comparación L_{fv} (pulg)	Diferencia de lecturas finales $L_x=L_{fp}-L_{fv}$ (pulg)
1	0.3325	0.3940	-0.0615
2	0.3642	0.3940	-0.0298
3	0.3652	0.3940	-0.0288

d) Expansión en autoclave:

Probeta No	Diferencia de lecturas iniciales $L_i=L_{ip}-L_{iv}$ (pulg)	Diferencia de lecturas finales $L_x=L_{fp}-L_{fv}$ (pulg)	Expansión en autoclave $L=100(L_x-L_i)/G^*$, (%)
1	-0.0632	-0.0615	0.017
2	-0.0314	-0.0298	0.016
3	-0.0305	-0.0288	0.017
Promedio			0.02

Conclusiones: _____

Ejemplo de Informe de laboratorio N° 04EAC0032

Determinación de la expansión en autoclave del cemento, según ASTM C-151-00

Interesado: CORPORACIÓN CME, S.A. DE C.V.

Descripción: Cemento CEMPA tipo I, MP, (ASTM C-595)

Fecha: 19/10/04

Lecturas iniciales en probetas

Probeta No.	Longitud del espécimen (pulg)	Longitud del comparador, (pulg)	Diferencia (pulg)
1	0,3282	0,3914	-0,0632
2	0,3600	0,3914	-0,0314
3	0,3609	0,3914	-0,0305

Lecturas finales en probetas (luego de colocarlas en autoclave)

Probeta No.	Longitud del comparador (pulg)	Longitud del espécimen (pulg)	Diferencia (pulg)
1	0,3325	0,3940	-0,0615
2	0,3642	0,3940	-0,0298
3	0,3652	0,3940	-0,0288

Probeta No.	Cambio de Longitud (%)
1	0,017
2	0,016
3	0,017

Cambio de longitud promedio: 0.02%