

Influencia de la adición de metacaolín a morteros y hormigones

R. Mejía de Gutiérrez, J. Torres, J. Silva y S. Delvasto

Escuela de Ingeniería de Materiales, Grupo de Materiales Compuestos, Centro de Excelencia en Nuevos Materiales CENM, Universidad del Valle, Apartado aéreo 25360, Cali, Colombia, rudeguti@yahoo.com

RESUMEN

En el presente trabajo se reportan resultados sobre las propiedades físico-mecánicas, tales como resistencia a compresión, absorción de agua total y capilar, tamaño y distribución de poros, resistencia a la penetración de cloruros y comportamiento en presencia de sulfatos, de morteros y hormigones adicionados con metacaolín (MK) producido en Colombia a partir del tratamiento térmico de un caolín de alta pureza, cuyo carácter puzolánico fue comprobado mediante técnicas químicas (Ensayo de Frattini, NTC1512), pruebas mecánicas (ASTM C311) y análisis por termogravimetría diferencial (DTG).

Palabras clave: actividad puzolánica, metacaolín, morteros y hormigones adicionados, propiedades de durabilidad.

Performance of mortar and concrete, with the addition of metakaolin

ABSTRACT

In the work at hand, physical-mechanical property results are given, such as those of resistance to compression, capillary and total water absorption, pore size and distribution, chloride penetration resistance and behaviour in the presence of sulphates, mortars and concretes with metakaolin added (MK). This is produced in Colombia via thermal treatment of highly pure kaolin, whose pozzolanic character was tested by way of chemical techniques (Frattini Test, NTC1512), mechanical trials (ASTM C311) and differential thermogravimetric analysis (DTG).

Key words: durability properties, metakaolin, mortars and concrete additives, pozzolanic activity.

Introducción

El tratamiento térmico de la caolinita da lugar a transformaciones estructurales (Moya, 1998), que llevan a la obtención de metacaolín ($2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) o mullita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). De estos productos el Metacaolín (MK), obtenido bajo un proceso de tratamiento térmico controlado del caolín, es un aluminosilicato de carácter amorfo y alta reactividad, que mezclado con hidróxido de calcio o cemento actúa como puzolana y les concede a los morteros y hormigones excelentes propiedades.

Entre las características más importantes que aporta el metacaolín, al ser incorporado a las mezclas de mortero y hormigón, está el incremento de las resistencias mecánicas (compresión y flexión), la reducción de la permeabilidad y la porosidad capilar, el incremento de resistencias frente al ataque químico, la posibilidad de prevenir la reacción álcali – ácido, el control del agrietamiento, al igual que por su color blanco mejora la apariencia de los productos finales

(Calderone *et al.*, 1994; Balogh, 1995). Es entonces, un producto que puede utilizarse para incrementar la vida útil de estructuras ubicadas en ambientes fuertemente agresivos y en obras de tipo arquitectónico.

En el presente trabajo se presentan los resultados obtenidos de algunas de las propiedades mecánicas y de durabilidad de morteros y hormigones adicionados con un metacaolín (MK) desarrollado a partir del tratamiento térmico de un caolín colombiano.

Materiales y procedimiento experimental

A partir del tratamiento térmico de un caolín de composición química: 45.5% SiO_2 , 1.30% Fe_2O_3 , 38.9% Al_2O_3 , y 14.05% de pérdidas por calcinación, cuyo contenido en caolinita (K) es de un 97%, se obtuvo Metacaolín, MK, el cual fue incorporado a morteros y hormigones. Los morteros corresponden a mezclas en proporción 1:2.75 de cementante:arena preparados a partir de cemento tipo V (ASTM), de composi-

ción química 20.27% SiO₂, 3.91% Fe₂O₃, 5.34% Al₂O₃, 61.70% CaO, 1.44% MgO y 3.57% de pérdidas por calcinación y finura de 420 m²/kg, con porcentajes de adición de hasta un 50%. Los hormigones se diseñaron con 450 kg. de cementante y una relación a/C=0.40. En la Tabla 1 se presenta el análisis granulométrico de los áridos utilizados en el hormigón, grava y arena de carácter silíceo, los cuales se combinaron en las diferentes mezclas en proporción del 53% de grava y 47% de arena.

Los parámetros de producción del MK fueron seleccionados a partir de un estudio preliminar (Mejía de Gutiérrez *et al.*, 2004; Mejía de Gutiérrez *et al.*, *in press.*) que incluyó el procesamiento térmico del caolín a temperaturas de 400 a 1200 °C y su evaluación a partir de diferentes técnicas analíticas e instrumentales. En la Figura 1 se presenta el difractograma de rayos X (DRX), realizado en un equipo RX Rigaku R-INT 2200, correspondiente tanto a la muestra de caolín original como a los productos obtenidos a las diferentes temperaturas. En esta figura se aprecian, para el caolín los picos característicos de los minerales presentes (K), situados en 2θ: 12.4, 20.1, 24.9; mientras que para el metacaolín (MK), su diagrama es el correspondiente a un material amorfo donde se puede observar el levantamiento de la línea base en la región 2θ= 20 a 30° del difractograma. Este material a temperaturas superiores a 900 °C, se transforma en mullita (M), cuyos picos característicos están situados en 2θ: 16.43, 26.2, 33.22, 35.27, 40.87 y 60.71.

La actividad puzolánica evaluada de acuerdo con la norma ASTM C311 proporcionó, para las muestras de metacaolín obtenidas después del procesamiento

del caolín a temperaturas entre 600 y 800 °C índices de resistencia superiores al 100%. Esta actividad puzolánica se corroboró evaluando las pérdidas de peso de la muestra correspondiente al pico de la deshidroxilación del hidróxido de calcio Ca(OH)₂, situado entre 440 y 580 °C en una curva de termogravimetría diferencial (DTG), y determinando la cantidad de hidróxido de calcio fijada en la muestra de pasta adicionada a una edad determinada (Bhatti, 1991). La aplicación de este concepto se puede apreciar en la Figura 2 para una pasta de OPC + 20% MK después de 60 días de curado bajo agua (Mejía de Gutiérrez *et al.*, *in press.*). Aquí el valor más alto de hidróxido de calcio fijado (47.7%) por el metacaolín corresponde a la muestra obtenida por tratamiento térmico del caolín a 700 °C, aunque cabe anotar que a temperatura de 800 °C el metacaolín obtenido presenta similar característica (47.4% de hidróxido de calcio fijado). La proporción de material amorfo (MK) a la temperatura de 700 °C fue del 93%.

A partir de los resultados obtenidos por medio de DRX y de la determinación de la actividad puzolánica

TAMIZ	% que pasa acumulado	
	Grava	Arena
?"	100	100
3/8"	96.89	100
#4	23.52	99.68
#8	0	98.65
#16	-	96.07
#30	-	82.31
#50	-	24.56
#100	-	5.63
Fondo	-	0

Tabla 1. Granulometría de áridos
Table 1. Granulometrie of aggregates

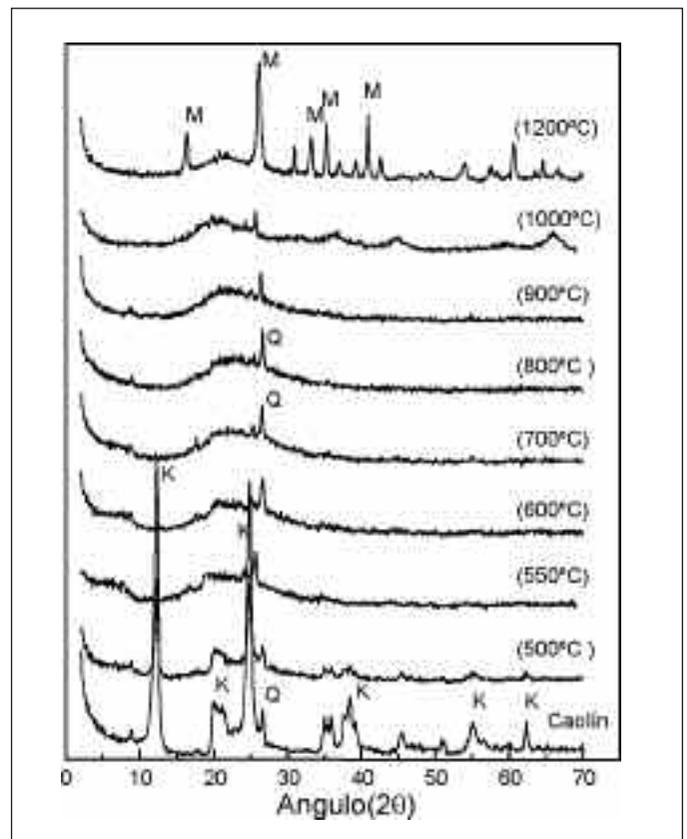


Fig. 1. DRX (K: Caolinita, Q: Cuarzo, M: Mullita)
Fig. 1. XRD (K: Caolinite, Q: Quartz, M: Mullite)

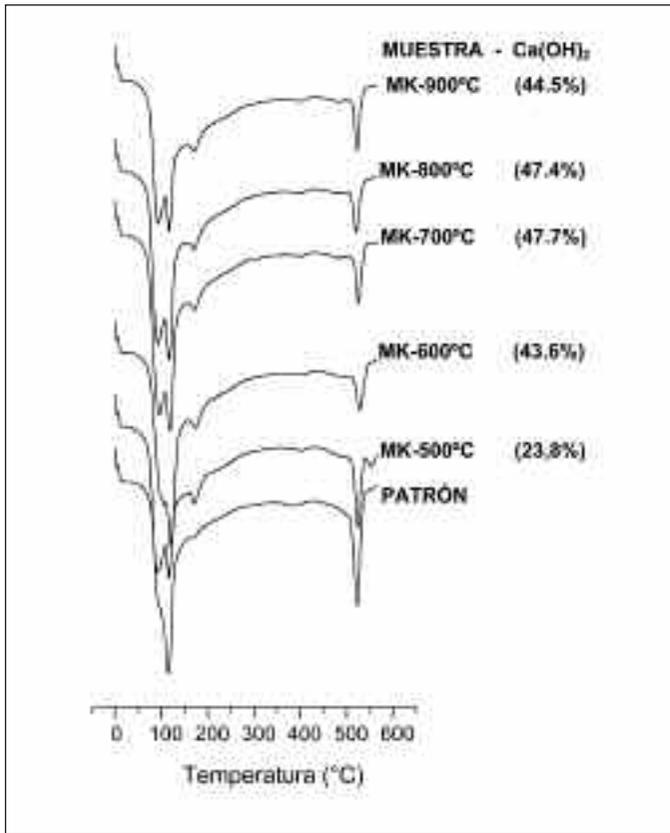


Fig. 2. Determinación del Ca(OH)_2 fijado (DTG)
 Fig. 2. Determination of Ca(OH)_2 , fixed (DTG)

se seleccionó una temperatura de tratamiento de 700 °C para el estudio de aplicación del material en morteros y hormigones y la evaluación de sus propiedades mecánicas resistentes y de durabilidad que se reportan en el presente trabajo. La distribución de tamaño de las partículas del MK producido a 700 °C se determinó mediante un analizador Láser marca SHIDMAZU 3001; los correspondientes resultados se presentan en la Figura 3, siendo el diámetro promedio de partícula de 9.73 μm .

La durabilidad fue evaluada en los morteros adicionados y en los hormigones mediante la determinación de la resistencia a la penetración de agua por vía capilar acorde a los métodos de Fagerlund (Fagerlund, 1982) y EMPA (EMPA, 1989), la permeabilidad a cloruros (ASTM C1202), y el comportamiento en presencia de sulfatos (ASTM C1012). Complementariamente en los morteros se evaluó el tamaño de poro y su correspondiente distribución microestructural aplicando la técnica de porosimetría de mercurio.

Características de los morteros y hormigones

Resistencia mecánica a compresión

La Figura 4 presenta los resultados de los ensayos de resistencia a compresión de mezclas de hormigón adicionadas con MK en porcentaje hasta del 30%. Cabe anotar, que las mezclas con MK demandaron mayor cantidad de agua, por ello para mantener una

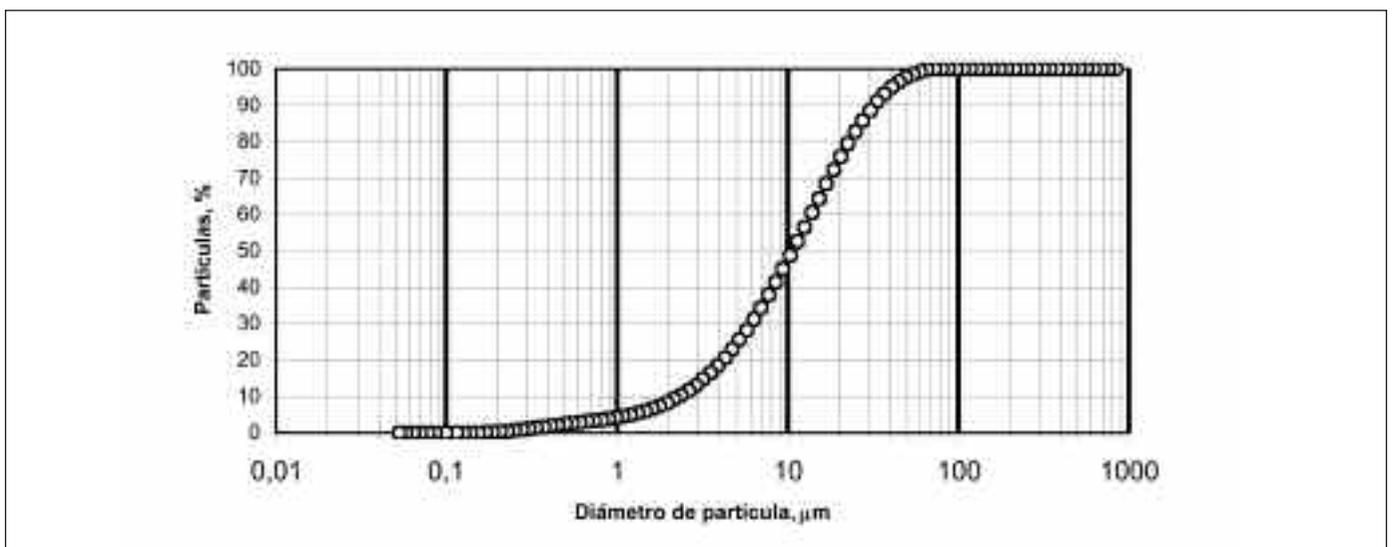


Fig. 3. Distribución de tamaño de partículas del MK
 Fig. 3. Particles size distribution of the MK

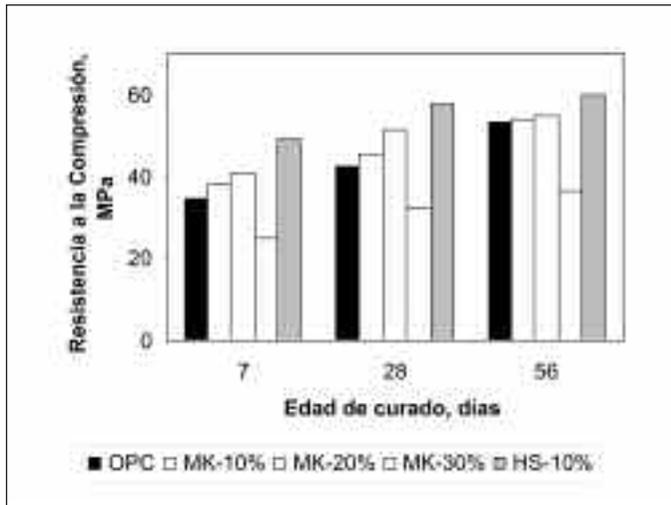


Fig. 4. Resistencia a compresión de mezclas de hormigón
Fig. 4. Resistance to compression of concrete mixtures

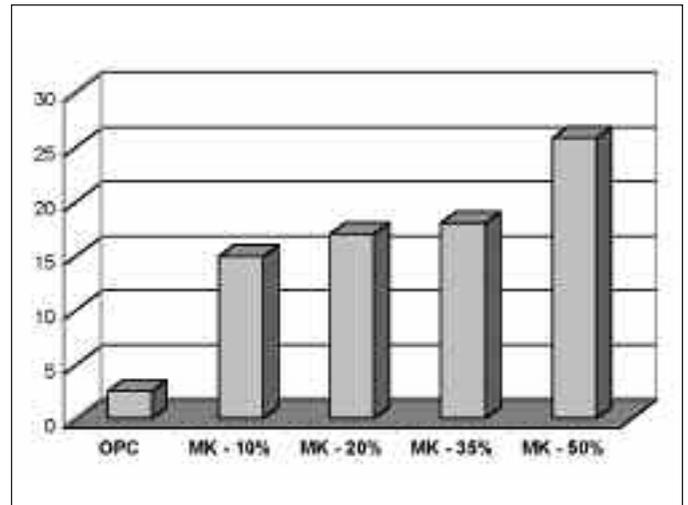


Fig. 5. Resistencia a la penetración de agua en morteros
Fig. 5. Resistance to the penetration of water in mortars

relación a/C constante del orden de 0.4 fue necesario incrementar la dosis del aditivo superplastificante (Sikament NS). Al respecto, existen resultados controvertidos, para algunos autores los requerimientos de agua en mezclas de hormigón adicionadas con MK son inferiores a la requerida por adiciones tales como el HS, sin embargo, algunos otros estudios han reportado que la fluidez de hormigones con MK no es del todo óptima y que además del aditivo es necesario utilizar mezclas con otras adiciones para mejorar este comportamiento, recomendándose la adición de pequeñas cantidades de escoria de alto horno (Li y Ding, 2003).

De los resultados de resistencia a compresión presentados en la Figura 4 se puede apreciar que los hormigones adicionados con MK, en órdenes de hasta un 20%, superan al patrón a edades tempranas. Estos

resultados concuerdan con otros investigadores quienes atribuyen este comportamiento a la actividad puzolánica del MK.

Durabilidad

Los resultados de durabilidad evaluados se presentan en las Figuras 5 a 8. Comparados los resultados para los morteros adicionados (OPC + MK) con los proporcionados por el mortero patrón (OPC) se puede afirmar que la incorporación de MK en las mezclas contribuye a la reducción del coeficiente de absorción capilar (Tabla 2) en un rango del 20 al 80%, dependiendo del porcentaje de adición, incrementando así la resistencia a la penetración de agua en ordenes de hasta 10 veces, tal como se puede apreciar en la Figura 5.

A partir de los resultados de la técnica de Porosimetría de Mercurio (Fig. 6) (Torres et al., in press.) se pudo comprobar que, en general, hay una disminución significativa en el tamaño promedio de poro, donde el menor tamaño de poro corresponde a las muestras adicionadas con un 20% del MK obtenido en el rango de 600 a 800 °C, en promedio 0.027 μm comparado a 0.1286 μm de la mezcla patrón (OPC). A su vez, estos morteros presentan una estructura de poros más fina ya que el mayor porcentaje de porosidad (mas de un 80% del volumen total de poros) se encuentra en los tamaños inferiores a 0.1 μm comparado a la muestra de mortero patrón (0% de adición) que corresponde apenas a un 40%.

MEZCLA	OPC					MK+OPC				
Contenido de MK, %	0					10 20 35 50				
Coefficiente de Abs. Capilar k (x 10 ⁻²) (kg/m ² .s ^{1/2})	3.00					0.84 0.85 0.54 0.54				
Res. a la penetración de agua m,(x 10 ⁷ s/m ²)	2.46					14.90 16.95 17.96 25.72				
Absorción a 3 horas, a ₃ (kg/m ²)	3.15					1.10 1.11 0.73 0.69				

Tabla 2. Ensayo de absorción capilar
Table 2. Capillar absorption test

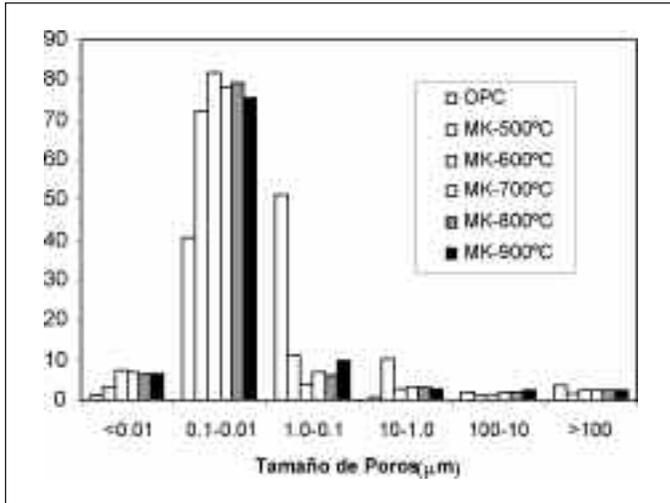


Fig. 6. Distribución de poros en morteros
Fig. 6. Distribution of pores in mortars

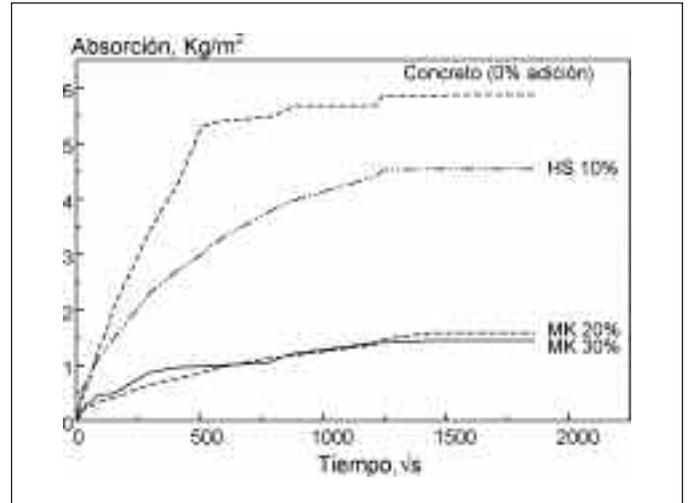


Fig. 7. Ensayo de absorción capilar en hormigones
Fig. 7. Capillary absorption test in concretes

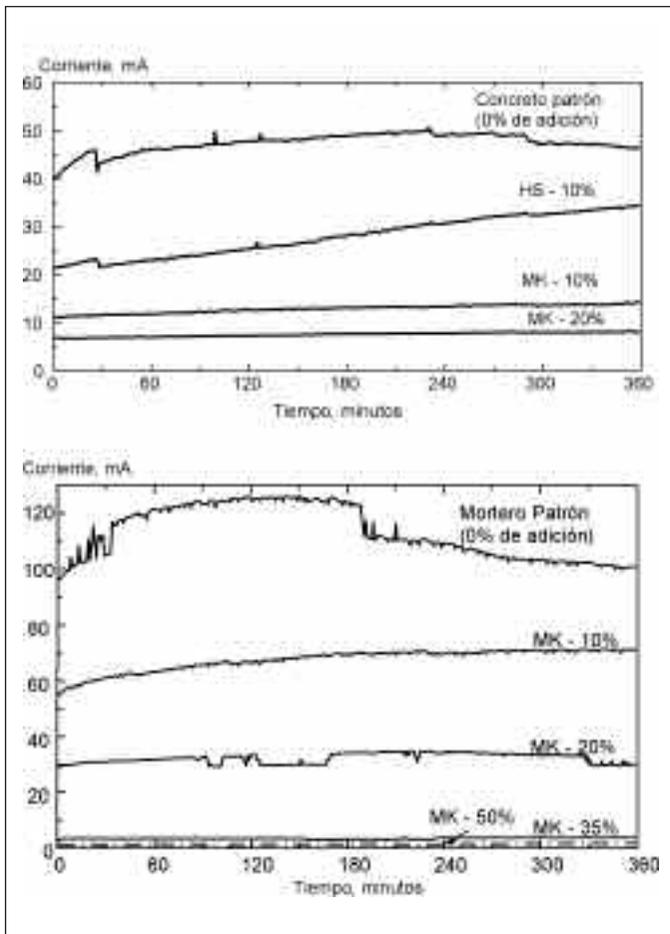


Fig. 8. Ensayo de permeabilidad rápida a cloruros en morteros y hormigones
Fig. 8. Fast permeability to chlorides in mortars and concretes test

El ensayo de absorción capilar en los hormigones se realizó sobre especímenes cilíndricos de diámetro de 76 mm y 50 mm de espesor. Los resultados presentados en la Figura 7 indican un comportamiento similar para las mezclas del 20 y 30% de MK. Estas mezclas superan ampliamente el comportamiento de los especímenes de referencia (0% de adición). El coeficiente de absorción capilar es un 83% menor para el concreto adicionado con 20% MK comparado al de referencia (0% MK) y la Resistencia a la penetración de agua se incrementa en un 228% con respecto a la mezcla patrón. Esto es un indicativo de un taponamiento de poros más efectivo por parte de la adición de MK en los materiales adicionados y concuerda con los resultados obtenidos con morteros.

Con base en lo anterior, puede afirmarse que la incorporación de MK lleva a un refinamiento en la estructura de los poros y un incremento en la tortuo-

Mezcla Concreto	Carga (Culombios)	Permeabilidad a Cloruro Criterio ASTM C1202
Patrón	2007	Moderada
HS 10%	1295	Baja
MK 10%	622	Muy baja
MK 20%	410	Muy baja

Tabla 3. Permeabilidad a cloruro de hormigones según norma ASTM C1202
Table 3. Permeability to chlorides of concretes by ASTM C1202

sidad del sistema, lo cual conduce a reducir la absorción de agua por acción capilar, resultados similares a los reportados por otros investigadores (Khatib y Wild, 1996; Khatib y Clay, 2004).

La permeabilidad a cloruros fue realizada de acuerdo con la norma ASTM C1202. En estos ensayos se observa una reducción de la permeabilidad a cloruros de hasta un 98% para los especímenes de mortero adicionados con MK. Así, los morteros con un 20% de adición de MK pueden considerarse como de baja permeabilidad a los cloruros y los de mayor contenido de MK corresponden a mezclas de muy baja permeabilidad o inclusive despreciable (Fig. 8). Los resultados obtenidos en este ensayo de permeabilidad rápida a los cloruros, a nivel de los hormigones adicionados, están en concordancia con los ensayos de absorción de agua, tanto por inmersión como por acción capilar. La mezcla del 20% de MK, al igual que la del 10% MK, se consideran de muy baja permeabilidad a los cloruros, según los valores recomendados en la Norma (Tabla 3). El coeficiente de difusión de

cloruros, evaluado para esta misma mezcla (OPC + MK 20%) fue de $0,51 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$, un 80% inferior al obtenido en el material de referencia, lo cual concuerda con lo reportado por otros investigadores para metacaolines de origen americano y europeo (Caldarone *et al.*, 1994; Kostuch *et al.*, 2000; Mejía de Gutiérrez *et al.*, 2000).

La resistencia a la penetración de cloruros de los especímenes OPC + MK puede atribuirse por tanto a la modificación del tamaño y distribución de la red de poros del sistema, demostrado en los ensayos de porosimetría de mercurio, así como al contenido elevado de Alúmina en el metacaolín, compuesto capaz de enlazar los iones cloruro para producir la sal de Friedel, tal como se pudo comprobar en estudios de difracción de rayos X (Fig. 9, pico ubicado en $2\theta = 11.8$) al evidenciar la formación de la sal de Friedel tanto en mezclas de morteros de OPC en presencia de MK, así como en mezclas de MK + Cal cuando son expuestas a cloruros (Torres *et al.*, *in press*).

El ensayo de resistencia al ataque de sulfatos se

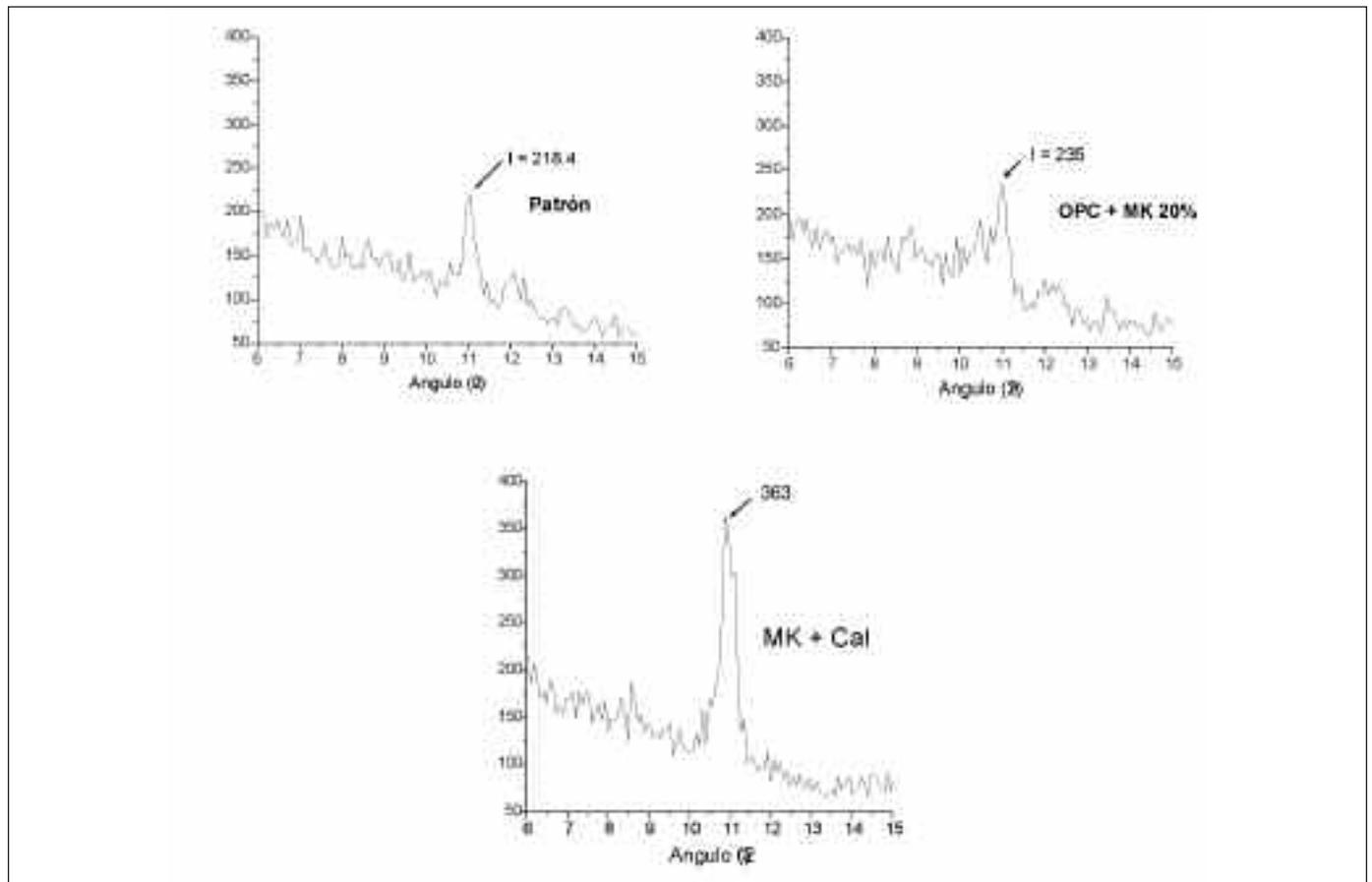


Fig. 9. Formación de la sal de Friedel en pastas con MK (DRX)
 Fig. 9. Formation of the Friedel salt in slurries with MK (XRD)

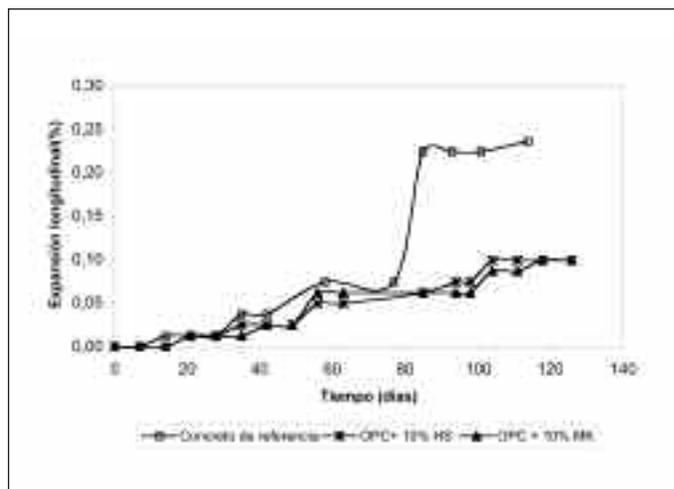


Fig. 10. Expansión - ataque por sulfatos
Fig. 10. Expansion - attack by sulphates

determinó midiendo el cambio dimensional de prismas de concreto expuestos a una solución de Na_2SO_4 al 5% acorde a la Norma ASTM. Es importante anotar que la concentración de la solución (5% de sulfato de sodio ó 33800 ppm SO_4^{2-}), la cual corresponde a la recomendada en la norma ASTM C1012, equivale a una exposición de agresividad química tipo Q_c (>3000 ppm) acorde con el estándar europeo y puede clasificarse como un ambiente de tipo altamente severo (tres veces más agresiva) si se compara con lo especificado en el código ACI 318. De igual manera que en el caso de cloruros, las muestras de hormigón adicionadas con MK presentan mejor desempeño comparadas con las de referencia, tal como se puede apreciar en los resultados incluidos en la Figura 10. A edad de 11 meses de exposición ninguna de las muestras de hormigón presento daños por agresividad a sulfatos.

Al comparar los resultados obtenidos en las pruebas de durabilidad, absorción capilar y penetración de cloruros, con los correspondientes para hormigones adicionados con humo de sílice (HS) en proporción del 10%, se pudo apreciar (Figs. 7 y 8) un mejor comportamiento en las adicionadas con MK, para el caso de sulfatos el comportamiento fue de orden similar (Fig. 10).

Conclusiones

A partir de los resultados de la presente investigación se pudo concluir que:

- La adición del producto (MK) al cemento, para la

elaboración de morteros y hormigones, contribuye a una reducción de la permeabilidad en la matriz, lo cual se refleja en un refinamiento de los poros y en un mejor desempeño frente a ambientes agresivos, tales como los cloruros y sulfatos.

- La incorporación en el cemento de porcentajes superiores a un 20% de MK aunque contribuye al mejoramiento de las propiedades de durabilidad puede afectar la resistencia a compresión; por lo anterior, es importante utilizar la dosis óptima en función del tipo de cemento empleado en la mezcla y la aplicación final del producto. Para el caso particular de este estudio se determinó que el porcentaje óptimo es del 20%.
- Hormigones con 10% de MK presentan comportamiento similar o superior al de hormigones adicionados con 10% de HS en cuanto a las propiedades de durabilidad evaluadas, sin embargo la resistencia a compresión de estos últimos es superior.
- El metacaolín desarrollado a partir de materias primas colombianas cumple satisfactoriamente las características de un material puzolánico para ser utilizado en mezclas de hormigón, en cuanto incrementa las resistencias mecánicas a compresión a edades tempranas y contribuye a un mejor comportamiento del material en ambientes agresivos tanto en presencia de cloruros como de sulfatos. Es importante continuar el estudio en orden a evaluar y optimizar sus propiedades y características de comportamiento.

Referencias

- Balogh, A. 1995. High reactivity metakaolin. *Concrete Construction*, 40 (7), 1-3.
- Bhatti, J.I. 1991. A review of the application of thermal analysis to cement-admixture systems. *Thermochimica Acta*, 189, 313-350.
- Caldarone, A., Gruber, A. and Burg, G. 1994. High-reactivity metakaolin: a new generation mineral mixture. *Concrete International*, 37-41.
- EMPA. 1989. EMPA-SIA 162/1, Test No. 5. *Water Conductivity*. Suiza.
- Fagerlund, G. 1982. On the Capillarity of Concrete. *Nordic Concrete Research*, 1 (6), Oslo, 20 pp.
- Khatib, J.M. and Wild, S. 1996. Pore size distribution of metakaolin mortar. *Cement and Concrete Research*, 26 (10), 1545-1553.
- Khatib, J.M. and Clay, R.M. 2004. Absorption characteristics of metakaolin concrete. *Cement and Concrete Research*, 34 (1), 19-29.
- Kostuch, J.A., Walters, V. and Jones, T. 2000. High performance concretes incorporating metakaolin: A review. *Proceedings Concrete*, 1800-1811.
- Li, Z. and Ding, Z. 2003. Property improvement of Portland

- cement by incorporating with Metakaolin and Slag. *Cement and Concrete Research*, 33, 579-584.
- Mejía de Gutiérrez, R., Delvasto, S. y Talero, R. (2000). Una nueva puzolana para materiales cementicios de elevadas prestaciones. *Materiales de construcción*, 50 (259), 5-12.
- Mejía de Gutiérrez, R., Torres, J. y Guerrero, C. (2004). Análisis del Proceso Térmico de producción de una puzolana. *Materiales de Construcción*, 54 (274), 65-72.
- Mejía de Gutiérrez, R., Torres J., Vizcaíno, C., Castello, R. y Guerrero, C. *in press*. Influencia de la temperatura de calcinación de un caolín en las propiedades mecánicas de morteros adicionados.
- Moya, J.S. 1998. Últimos avances sobre el tratamiento térmico del caolín: Formación o no de puzolanas artificiales. Puzolanas naturales, cenizas volantes y similares en la construcción. *Cemento y Hormigón*, 71-75.
- Torres, J., Mejía de Gutiérrez R. y Puertas F. *in press*. Efecto de la temperatura de tratamiento de un caolín en la permeabilidad a cloruros de morteros adicionados. *Materiales de Construcción*.

Recibido: Septiembre 2005

Aceptado: Octubre 2006