

# COMITÉ NACIONAL ESPAÑOL DE GRANDES PRESAS

## APLICACIÓN DE TÉCNICAS MICROSCÓPICAS EN EL ESTUDIO DE LA REACTIVIDAD POTENCIAL DE LOS ÁRIDOS.

A. Velasco Torres<sup>1</sup>  
M. A. García Calleja<sup>1</sup>  
J. Soriano Carrillo<sup>1</sup>

*RESUMEN: La presencia de granitos reactivos con cuarzo deformado es conocida en nuestro país. En un estudio realizado sobre doce presas españolas, las técnicas microscópicas (óptica y electrónica de barrido) han aportado importantes datos, revelando varios casos de reacción álcali-árido con áridos reactivos de diferente naturaleza.*

*Con el estudio petrográfico mediante microscopía óptica, realizado siguiendo la nueva norma RILEM AAR-1, se han detectado cuarzos deformados, cuarzo micro- y criptocristalino, ópalos, calcedonia, feldespatos alterados y sulfuros, responsables del deterioro de los hormigones estudiados. Además, se estudian aspectos texturales de los áridos, ya que pueden tener una notable influencia en la reactividad de los mismos.*

*La utilización conjunta del microscopio óptico y el electrónico permite determinar la presencia de pirrotinas que pueden contribuir a un posible ataque "interno" por sulfatos.*

*El empleo del microscopio electrónico de barrido permite estudiar tanto la reactividad superficial de los áridos, como los productos generados en el*

---

<sup>1</sup> Laboratorio Central de Estructuras y Materiales (CEDEX - Ministerio de Fomento)  
Alfonso XII 3, 5. 28014. Madrid

*ensayo, observándose que estos son similares a los que se ven en los diferentes testigos de hormigón estudiados.*

*Los resultados alcanzados permiten explicar con precisión la causa de las patologías detectadas y establecer métodos de predicción para evitar la aparición de estos problemas en obras hidráulicas en el futuro.*

## 1. INTRODUCCIÓN

La caracterización petrográfica de las rocas destinadas al hormigón, es el primer paso para evaluar los áridos como inocuos, potencialmente reactivos o reactivos frente a los alcalinos de la disolución porosa del hormigón. Este método es capaz de clasificar los áridos reconociendo los componentes reactivos que se encuentran en las rocas y determinar si es necesario una investigación posterior (Swamy 1992). Aún siendo tan importante, la petrografía presenta muchas limitaciones (Andersen y Thaulow 1989) (Smith, Dunham y West 1992) (Grattan-Bellew 1992) y se recomienda emplear este método, únicamente, como el primer paso para la caracterización de la reactividad potencial de los áridos.

Con el apoyo del microscopio electrónico de barrido (MEB), se estudia la reactividad potencial de los áridos mediante el método de reactividad en superficie (Soriano Carrillo 1987)(Soriano y García Calleja, 1989). Este método está basado en el estudio de fragmentos de áridos que fueron atacados en superficie, observando mediante microscopía electrónica de barrido, la misma superficie antes y después del ataque.

Aunque son pocos los trabajos referentes a la aparición de sulfuros primarios en rocas “graníticas” (Pantó 1975; Speer, 1987; Whalen y Chapell, 1988), mediante el estudio petrográfico se analizan láminas delgadas y pulidas con objeto de detectar, entre los opacos, la posible presencia de pirita, pirrotina y calcopirita, que puedan liberar azufre al medio.

## 2. ESTUDIO PETROGRÁFICO

La primera evidencia de conocimiento de la reacción álcali-árido se remonta a Stanton (1940) ya que fue él el primer autor que interpretó los deterioros aparecidos en la presa Parker Davis de California como una interacción entre los áridos del hormigón de la presa (andesitas y riolitas alteradas), y los alcalinos del cemento utilizado en la fabricación del hormigón.

Existen diferentes estudios en los que se mencionan reparaciones o sustituciones de estructuras afectadas por la reacción álcali-silice, por ejemplo, en el norte de Alemania el puente Lachwehrbrücke en Lübeck tuvo que ser demolido en 1969, aproximadamente un año después de su construcción, debido a la intensa fisuración que presentaba causada por la reacción álcali-silice.

Según sea la naturaleza de los áridos empleados se han podido distinguir dos tipos diferentes de reacción (Poole 1992) (ACI Committee 221 1998):

- **Álcali-carbonato:** Reacción con las rocas carbonáticas, en especial con rocas dolomíticas impuras.

- **Álcali-sílice:** La reacción álcali-sílice se produce cuando la disolución alcalina de los poros del hormigón ataca la superficie de los minerales silíceos de algunos áridos, rompe el puente siloxano de los mismos y permite el acceso a los alcalinos. Este proceso lugar a la formación de un gel, rico en sodio y/o potasio, con acción osmótica que al embeber en agua aumenta de volumen (ACI Committee 221 1998). Este aumento de volumen conlleva a la generación de tensiones que pueden hacer que la pasta de cemento, los áridos y, en general, el hormigón se fisure.

Dentro de este tipo de reacción se distinguen dos subtipos:

- Los áridos que contienen **silíce metaestable** (tridimita, cristobalita), **amorfa** (ópalo y vidrio volcánico), **criptocristalina**, o **fibrosa** (calcedonia) dan lugar a una reacción rápida (ACI Committee 221 1998) (Alaejos y Bermúdez 2003), manifestándose daños a partir de los 5 años después de su construcción. En este caso, la reacción avanza hacia el interior afectando a todo el cristal (Glasser 1992) (Peng-xiang 2004) .
- Un segundo tipo de reacción álcali-sílice de carácter lento, en la que los daños se detectan de 10 a 20 años después de su construcción. Este tipo de reacción se origina al utilizar áridos que contienen **cuarzo altamente deformado** y/o con un tamaño de grano que le da carácter reactivo (**cuarzo microcristalino**).

Los componentes minoritarios, como el ópalo, la calcedonia, etc... se pueden detectar gracias al nuevo método RILEM, AAR-1, mediante el contaje de puntos en una lámina compuestas por partículas tamaño arena. El criterio de reactividad en este método viene definido por el porcentaje existente de estos componentes.

El cuarzo deformado es detectado gracias a la presencia de la extinción ondulante. El criterio de reactividad de este componente se basa en el ángulo de extinción ondulante (AEO).

## 2.1. MÉDICIÓN DEL ÁNGULO DE EXTINCIÓN ONDULANTE

El término extinción ondulante se refiere a una característica óptica del cuarzo cuando éste, muestra una extinción no uniforme, identificada por una barrida de la zona de extinción a través del cristal.

El AEO se define según el método que se emplee, por ello, para medir el AEO se emplean varios métodos, que difieren entre sí en la posición de la primera y de la segunda medida o de si se utiliza una platina plana o una universal. Los métodos son los siguientes:

### **Método de DeHills & Corvalan (1964)**

Define el ángulo de extinción ondulante como el ángulo entre la posición de evidencia clara de extinción y la posición de la desaparición de todas las sombras de la extinción cuando rotamos la platina desde la primera posición hasta la segunda posición.

### **Método de Dolar Mantuani (1981)**

El ángulo de extinción ondulante se define como el ángulo entre la posición donde se encuentra la primera máxima extinción en el cristal y la posición donde todavía es posible ver la sombra de la última extinción cuando rotamos la platina desde la primera posición hasta la segunda posición. En este método, las medidas se realizan de la siguiente forma:

- Se escoge un cristal que presente su eje cristalográfico 'c' paralelo a la platina, se anota el ángulo en el cual una parte del cristal, que puede ser pequeña o grande y estar en el centro o en un extremo, se haya extinguido completamente y que, además, sea la primera zona en sufrir la extinción total.
- Girando la platina en el sentido de las agujas del reloj se observa que la extinción cruza el cristal. Cuando las sombras de la última parte que se haya extinguido se presenten prácticamente desaparecidas tomaremos el segundo valor. Este punto es más fácil de determinar que la desaparición completa de la extinción.
- El ángulo de extinción será la diferencia entre esos dos valores.



Fotografía 1. Medida del ángulo de extinción ondulante.

La experiencia muestra que la precisión de las mediciones es mejorable si se realiza la medición en el sentido contrario. El AEO característico del cristal será la media de los dos ángulos obtenidos en los dos sentidos de rotación.

### **Ángulo real de extinción ondulante (TUEA)**

Anderson & Thaulow (1989) determinaron que la precisión de la medida de Dolar-Mantuani no era suficientemente buena y definieron el ángulo real de extinción ondulante (AREO). Éste se define como el ángulo existente entre los ejes cristalográficos 'c' de las diferentes partes del cuarzo deformado (Smith, Dunham y West 1992).

Para ello se necesita un microscopio que tenga incorporado una platina universal con la que se pueden medir los tres ejes cristalográficos en el espacio.

**Ángulo entre posiciones de extinción en la platina universal (AUEA)** (Smith, Dunham y West 1992) .

Se mide la diferencia angular entre pares de ejes 'c'. Es una variación del TUEA. Las medidas se realizan entre puntos de máxima extinción. Estas medidas son realizadas en cristales con una baja birrefringencia.

## **Ángulo entre posiciones de extinción en la pletina plana (ROTA)** (Smith, Dunham y West 1992) .

Se mide el ángulo entre dos puntos de máxima extinción. Difiere del anterior en que se deben medir aquellos granos que presenten una alta birrefringencia.

En el año 1994, U.S. Army Corps of Engineers estableció como criterio de reactividad frente a reacción álcali-sílice, la presencia de más de un 20% de cuarzo con extinción ondulante con un ángulo mayor de 15°. El valor del 20% ha sido tomado de Gogte (1973) y el valor de 15° como media del UEA de Dólar-Mantuani (1981). Este criterio es el empleado actualmente.

### **Limitaciones**

La petrografía ha resultado un método muy importante ya que puede evaluar si un árido es reactivo o no con un microscopio y valorar los componentes de dicho árido (Swamy 1992), pero presenta ciertos inconvenientes que hay que tener en cuenta.

Según Smith, Dunham y West (1992) existe una falta de precisión en las medidas mediante los métodos con platina plana. La conclusión a la que llegaron los autores fue que el único método para medir el ángulo real de la extinción ondulante es emplear la platina universal.

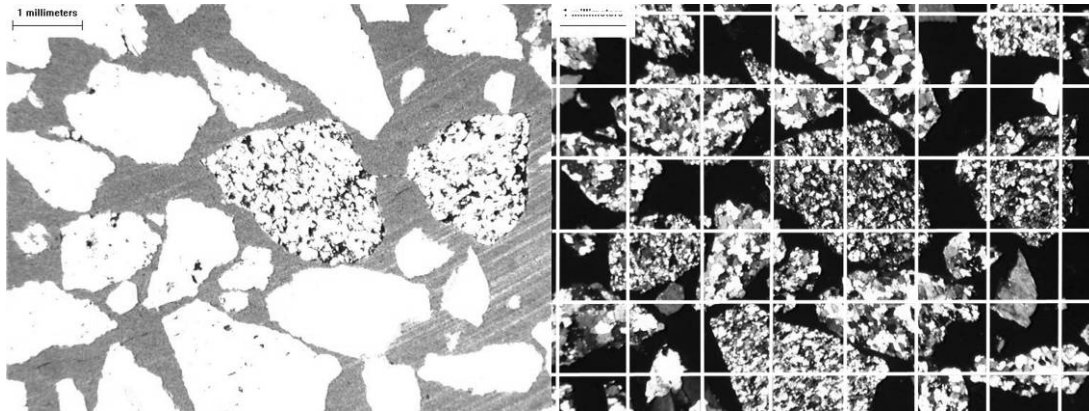
P.E. Grattan-Bellew estudia, en 1986, tres tipos de granitos y encuentra que el ángulo de extinción ondulante del cuarzo es aproximadamente proporcional a la tasa de expansión de la reactividad frente a los alcalinos, esto significa que a mayor ángulo de extinción del cuarzo, mayor será la tasa de expansión. Aunque no puede asociarse ésta con el contenido de cuarzo deformado únicamente, ya que los granitos también presentaban cuarzo microcristalino, que podría ser el componente reactivo. Añade, también, que no hay pruebas rigurosas de la relación entre los cristales de cuarzo con extinción ondulante y la reactividad álcali-sílice, ya que grandes cristales deformados están siempre acompañados de cuarzo microcristalino o de desarrollo de subgranos (Grattan-Bellew 1992) (Wigum y French 1996) .

## **2.2. RILEM AAR-1**

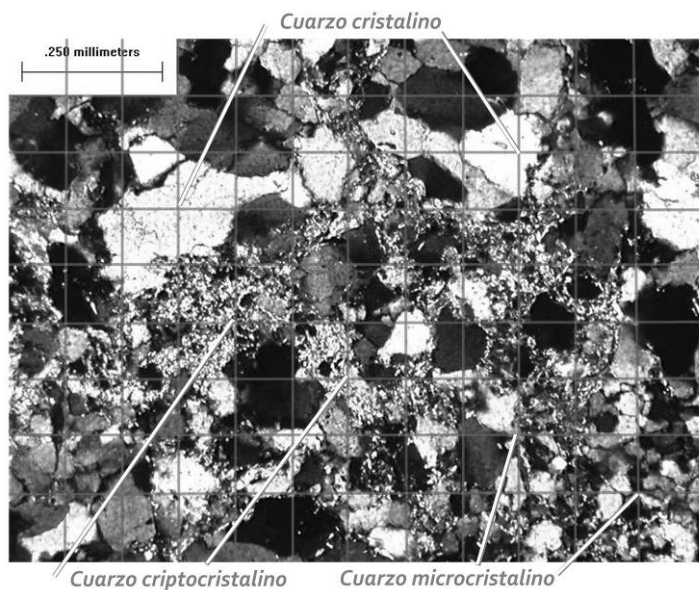
Este método petrográfico comprende tres estudios diferentes para la evaluación de la reactividad del árido.

El primero consiste en la separación de las partículas por sus diferencias litológicas, como pueden ser el color, la densidad, la porosidad, etc... Este método se suele emplear para la fracción gruesa. En algunos casos no es necesaria la realización de láminas delgadas que nos proporcionen la clasificación del árido.

El segundo es el análisis por contaje de puntos en lámina delgada. Se emplea si los áridos a estudiar no se pueden clasificar fácilmente mediante el examen visual. Este método se realiza mediante un contaje de los puntos de intersección de una malla regular superpuesta en la lámina delgada, identificando, en cada punto, el tipo de roca o mineral que se encuentra. Este método es el más empleado para detectar componentes minoritarios.



Fotografía 3. Método RILEM AAR-1 de conteo de puntos en láminas delgadas, de áridos machacados hasta tamaño de arena.



Fotografía 2. Identificación de los diferentes tipos de cuarzo.

Para fracciones gruesas ( $>4$  mm) se realizan dos láminas con partículas con tamaño comprendido entre 2-4 mm. Para la fracción fina ( $\leq 4$ mm) se realizan dos láminas con partículas con tamaños entre 2-4 mm, una lámina de 1-2 mm y otra última de 0,063-1 mm. Estas láminas se deben estudiar por separado y se deben contar un mínimo de 1000 puntos, excluyendo a aquellos que caen en resina.

La tercera forma de estudio se emplea para la fracción gruesa de los áridos cuando estos tienen características muy uniformes, por ejemplo, si todos los áridos son granitos. En este supuesto se realiza una lámina delgada del total de las partículas del árido, para estudiar las características litológicas.

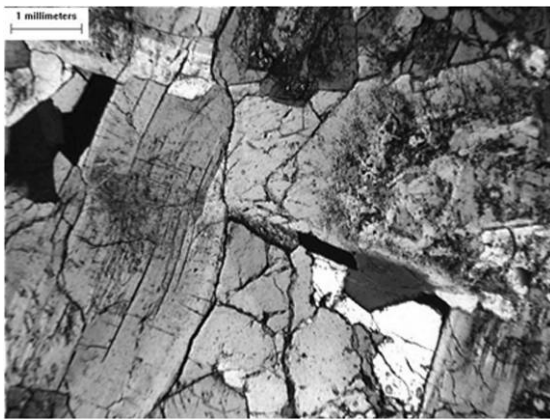
Con estas diferentes técnicas se llega a la conclusión de que el árido es de Clase I, muy improbable de que sea reactivo, Clase II, de reactividad incierta, o Clase III, muy probable de que sea reactivo.

Este método tiene algunas limitaciones. Una es, por ejemplo, que el número de partículas examinadas con el microscopio es estadísticamente muy pequeño, incluso con láminas de mayor tamaño (50x80mm) (Swamy 1992) y que no puede medir la relación cuantitativa entre la cantidad de ácido reactivo y la expansión que produce (Peng-xiang 2004) .

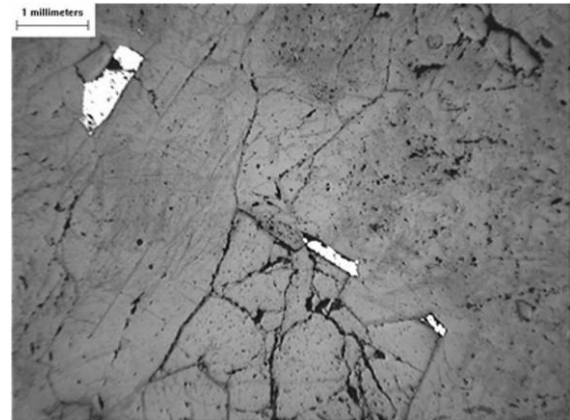
### 3. DETECCIÓN DE SULFUROS

En este método se intenta detectar, entre los opacos, la posible presencia de pirita, pirrotina y calcopirita, mediante el estudio de lámina delgada y pulida bajo un microscopio de luz polarizada y un microscopio electrónico de barrido.

En la fotografía 4 se observan los opacos con luz transmitida polarizada (LP). El estudio mediante luz reflejada polarizada (LRP) clasifica los opacos como cristales de pirrotina (fotografía 5).



Fotografía 4. Minerales opacos en una granodiorita. LP.



Fotografía 5. Pirrotina. LRP.

La fotografía 6 muestra el aspecto de los cristales de pirrotina anteriores al ser observados mediante microscopía electrónica de barrido. En la fotografía 7 se presenta el mapa de rayos X de la distribución de azufre.



Fotografía 6. Lámina pulida observada por MEB.



Fotografía 7. Mapa de rayos X de la distribución del azufre.

## 4. REACTIVIDAD POTENCIAL DE LOS ÁRIDOS

En este apartado se describen los métodos utilizados para determinar la reactividad potencial de los áridos que fueron utilizados en la fabricación de los hormigones estudiados.

El primero de los métodos utilizados, denominado método de valoración por proporciones mineralógicas (Soriano, 1987), permite observar las variaciones que experimenta la mineralogía del árido después de ser sometido a la acción de las disoluciones de ataque a temperatura ambiente. El estudio de la citada variación mineralógica se realiza mediante el empleo de difracción de rayos X.

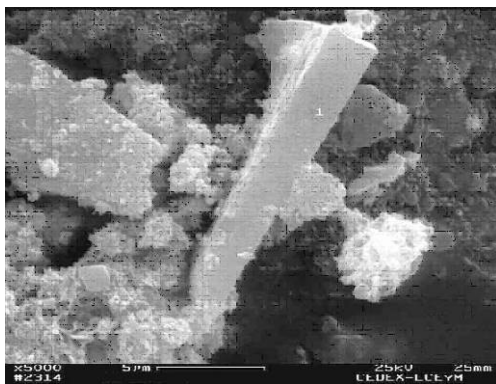
El segundo de estos métodos es complementario del anterior y se denomina método por valoración de la reactividad en superficie (Bustillo et. al., 1983). Está basado en el estudio de fragmentos de áridos que fueron atacados en superficie, observando mediante microscopía electrónica de barrido, la misma superficie antes y después del ataque.

Los métodos anteriormente citados permiten, por otra parte, examinar tanto la variación en la composición química de los líquidos de ataque, como el residuo sólido obtenido por evaporación hasta sequedad de los citados líquidos de ataque.

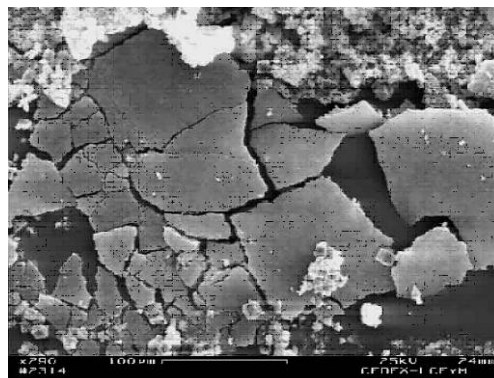
### 4.1. MÉTODO DE VALORACIÓN POR PROPORCIONES MINERALÓGICAS

Sobre polvo obtenido del árido sometido a estudio y antes de proceder a su ataque, se determina, mediante difracción de rayos X, la composición mineralógica del mismo. La muestra permanece sumergida en la disolución de ataque a temperatura ambiente, próxima a los 20° C. Transcurrido el tiempo de ataque, se procede a la separación de los productos sólidos y su análisis mediante difracción de rayos X.

El líquido obtenido en el ataque se evapora en estufa hasta peso constante del sólido formado. Este residuo sólido se estudia después, mediante difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido en combinación con espectrometría de dispersión de energía de rayos X. Así, en la fotografía 8 se pueden distinguir algunos cristales de yeso, en la fotografía 9 se ven geles silicocalcoalcalinos, en la fotografía 10 aparecen agregados botroidales y en la fotografía 11 ceolitas cálcicas de tipo A.

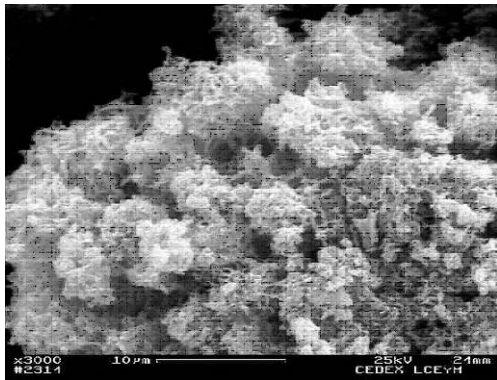


Fotografía 8. Residuo seco por evaporación: yeso.

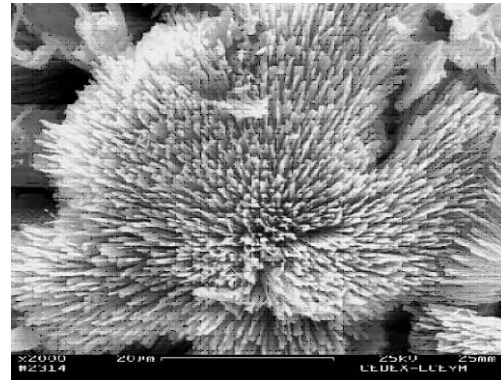


Fotografía 9. Residuo seco por evaporación. Geles silicocalcoalcalinos.





Fotografía 10. Agregados botroidales.



Fotografía 11. Ceolitas cálcicas de tipo A.

## 4.2. MÉTODO DE VALORACIÓN POR REACTIVIDAD EN SUPERFICIE

Este método consiste en atacar en superficie fragmentos de áridos con disoluciones de los líquidos de ataque, estudiándose mediante microscopía electrónica de barrido y espectrometría de dispersión de energía de rayos X, la misma superficie antes y después del ataque.

El tiempo de ataque, al igual que en el método de valoración por proporciones mineralógicas, es de 28 días.

## 5. REFERENCIAS

ACI Committee 221. «State-of-the-art report on alkali-aggregate reactivity. ACI 221.1R-98.» *ACI Manual of Concrete Practise*, 1998.

Alaejos, M.P., y M.A. Bermúdez. *Durabilidad y procesos de degradación del hormigón en presas. Estudio bibliográfico*. Madrid: Monografías CEDEX, 2003.

Andersen, Kim Thordal, y Niels Thaulow. «The application of undulatory extinction angles as an indicator of alkali-silica reactivity of concrete aggregates.» Editado por K. Okada, S. Nishibayashi y M. Kawamura. *Proceedings of the 8th international conference on alkali-aggregate reaction in concrete*. Kyoto: The Society of Material Science., 1989. 489-494.

Bustillo, M.A., J. Soriano, C. Barba, y L. Riesgo. «Áridos reactivos. Acción de hidróxidos alcalinos sobre minerales opalinos.» *Boletín Sociedad Española de Mineralogía*. Nº 7, 1983: 199-209.

Comité Español de Grandes Presas. *Reacción álcali-árido en presas de hormigón. Ideas generales y recomendaciones*. Madrid: Servicio de Publicaciones del Colegio de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos, 1991.

Glasser, F.P. «Chemistry of the alkali-aggregate reaction.» En *The alkali-silica reaction in concrete*, editado por R.N. Swamy, 30-53. Glasgow: Blackie and Son Ltd, 1992.

Grattan-Bellew, P. E. «Microcrystalline quartz, undulatory extinction and the alkali-silica reaction.» Editado por A.B. Poole. *Proceedings of the 9th international conference on alkali-aggregate reaction in concrete*. Londres: Concrete Society Publication, 1992. 383-394.

Pantó, G. «Trace minerals of the granitic rocks of the Velence and Mecsek Mountains.» *Acta Geologica Academiae Scientiarum Hungaricae* 19 (1975): 59-93.

Peng-xiang, L., Hua-quan, Y. «Research on the activity for granite aggregate.» Editado por T. Mingshu y D. Min. *Proceedings of the 12th international conference on alkali-aggregate reaction in concrete*. Beijing, 2004. 355-361.

Poole, A.B. «Introduction to alkali-aggregate reaction in concrete.» En *The alkali-silica reaction in concrete*, editado por R.N. Swamy, 1-29. Glasgow: Blackie and Son Ltd., 1992.

RILEM TC 191-ARP. «Recommended test method AAR-1. Detection of potential alkali reactivity of aggregates. Petrographic method.» *Materials and Structures*. 36 (2003): 480-496.

Smith, A.S., A.C. Dunham, y G. West. «Undulatory extinction of quartz in British hard rocks.» Editado por A.B. Poole. *Proceedings of the 9th international conference on alkali-aggregate reaction in concrete*. Londres: Concrete Society, 1992. 1001-1008.

Soriano Carrillo, J. «Reactions d'interaction entre certains granulats et la phase interstitielle du béton.» *Pore structure and materials properties* (Chapman & Hall), 1987: 25-32.

Soriano Carrillo, J., y M.A. García Calleja. «Áridos reactivos. Acción del hidróxido cálcico sobre áridos silicatados.» *III Congreso de Geoquímica España*. 1989. 9-15.

Speer, A. «Evolution of magmatic AFM mineral assemblages in granitoid rocks. The hornblende + melt = biotite reaction in the Liberty Hill pluton, South Carolina.» *American Mineralogist* 72 (1987): 863-878.

Swamy, R.N. «Testing for alkali-silica reaction.» En *The alkali-silica reaction in concrete*, editado por R.N. Swamy, 54-95. Glasgow: Blackie and Son Ltd., 1992.

U.S. Army Corps of Engineers. "Engineering and design. Standard practise for concrete for civil works structures. Appendix D." 1994.

Whalen, J.B., y B.W. Chapell. «Opaque mineralogy and mafic mineral chemistry of I- and S- granites of the Lachlan Fold Belt, southeast Australia.» *American Mineralogist* 73 (1988): 281-296.

Wigum, B.J., y W.J. French. «Sequential examination of slowly expanding alkali-reactive aggregates in accelerated mortar bar testing.» *Magazine of concrete research* 48 (1996): 281-292.