

Influencia del número mínimo de partículas analizadas en el ensayo petrográfico de arenas naturales sobre el resultado final

F. Locati¹ ¹Investigador del CONICET. CICTERRA (CONICET-UNC), Av. Vélez Sarsfield 1611, (X5016GCA) Córdoba, Argentina, flocati@unc.edu.ar
L. Lescano^{2,3}
S. Marfil^{2,3} ²Departamento de Geología (UNS), San Juan 670, (8000) Bahía Blanca, Argentina, pmaiza@uns.edu.ar
P. Maiza² ³Investigador de la CIC de la provincia de Buenos Aires - CGAMA, leticia.lescano@uns.edu.ar, smarfil@uns.edu.ar

Resumen

Según la norma IRAM 1649 (2008), para llevar a cabo el ensayo petrográfico sobre muestras de agregados para hormigón (en el caso de gravas, arenas o materiales de trituración), se deben identificar y contar como mínimo 500 partículas en el material retenido en cada fracción de tamiz para obtener resultados confiables (en la versión de 1968 el límite era de 300 partículas). Además, aclara que si se necesita mayor precisión en la determinación de pequeñas cantidades, el número debe incrementarse. Por otra parte, la norma IRAM 1512 indica el contenido máximo permitido de materiales potencialmente reactivos, que varía entre 5 % para cuarzo fuertemente tensionado, microfracturado o microcristalino (< 62 µm) y 0,5% para ópalo. Teniendo en cuenta que el número mínimo de partículas a contar exigido en las normas internacionales es variable (valores por debajo y por encima de 500), y que es necesario establecer límites mínimos para determinar con certeza la presencia de materiales potencialmente reactivos en bajas proporciones (hasta 0,5 %); se llevó a cabo un estudio estadístico. A su vez, se evaluó el valor propuesto en la IRAM 1649 vigente. Para ello, y con el objeto de evitar el error del operador en la identificación de algún mineral o roca, se utilizaron mostacillas de tamaño equivalente al material pasante tamiz N° 18 (< 1 mm) y retenido N° 30 (> 0,59 mm). Se tomaron 1250 partículas de 8 colores diferentes en porcentajes que varían entre 52 % y 0,4 %, y se trabajó con cuarteos sucesivos y al azar. A partir de los resultados obtenidos, se sugiere volver a establecer como límite mínimo 300 partículas, por presentar valores bajos de desvío estándar (más bajo si el cuarteo es sucesivo) y porque se logra identificar el total de los tipos de partículas presentes en la muestra.

Palabras Clave: Arena, examen petrográfico, número mínimo de partículas, RAS.

Abstract

According to the IRAM 1649 (2008) standard, to perform the petrographic test over aggregate for concrete (gravels, sands or crushed rock) a minimum of 500 particles must be identified and studied in the material retained in each fraction, to obtain reliable results (in the version of 1968 the limit was 300 particles). In addition, for precise determinations of small amount, a larger number of particles should be studied. On the other hand, the IRAM 1512 standard indicate the maximum content of potentially reactive materials allowed, ranging between 5% for highly strained, microcracked or microcrystalline quartz (< 62 µm) and 0.5 % for opal. Given that the minimum number of particles to count demanded in the international standards is variable (above and below 500), and that is necessary to establish the minimum limits to determine with certainty the presence of potentially reactive materials in low proportions (up to 0.5 %); a statistical study was carried out. In turn, the value proposed in the active IRAM 1649 was evaluated. For this reason, and with the objective of avoiding the operator's error in the identification of some mineral or rock, beads in sizes ranging between N° 18 (< 1 mm) and N° 30 (>0.59mm) were used. A total of 1250 particles of 8 different colors in percentages ranging from 52 % to 0.4 % were taken, and successive and random quartering were used. From the results obtained, it is suggested to re-establish the minimum limit of 300 particles, because the low standard deviation values obtained (lower with successive quartering) and because it was possible to identify all kind of particles present in the sample.

Keywords: sand, petrographic method, number of particles, AAR.

Introducción

En Argentina, la norma IRAM 1649 [1], establece los procedimientos para el examen petrográfico de muestras representativas de materiales propuestos para uso como agregados en hormigón. Tiene su base en normas internacionales pioneras como la ASTM C295 [2], publicada inicialmente en 1954 y luego modificada en versiones posteriores. De allí las similitudes que existen con la norma norteamericana.

Luego del muestreo, el material se tamiza según lo establecido en la norma IRAM 1505 [3], y se analiza el retenido, contando como mínimo 500 partículas en cada fracción, para obtener resultados confiables. Este valor mínimo de partículas a analizar se incrementó en la última modificación de la norma IRAM 1649 en el año 2008 ya que hasta la fecha se requería contar al menos 300 partículas [4]. Además, la norma estipula que para realizar determinaciones precisas de pequeñas proporciones de un constituyente importante, es necesario el conteo de un mayor número de partículas aunque no se estipula qué cantidad.

A nivel internacional la cantidad de partículas a contar varía notablemente. La norma RILEM AAR-1 [5] por ejemplo, menciona que el número depende del tamaño de grano, siendo 300 (cuando el tamaño se encuentra entre 4 y 2 mm), 800 (entre 2 y 1 mm) y 1500 (cuando el tamaño es < 2 mm); sin embargo aclara que el número mínimo de partículas a ser examinadas y contadas depende del porcentaje en el que

se encuentran presentes los minerales o rocas de interés y del límite de confianza requerido. Según la norma, la exactitud y fiabilidad del resultado puede estimarse utilizando los gráficos propuestos por Howarth [6], que relacionan el número de partículas (o puntos contados como por ejemplo en una sección delgada) y la proporción de los constituyentes bajo análisis (por ejemplo, partículas reactivas) con los límites superior e inferior del intervalo de confianza (“errores no simétricos”), según un determinado porcentaje de confianza (95%).

La norma ASTM C295 [2] establece que se deben contar al menos 150 partículas en cada fracción, basándose en la experiencia y en consideraciones estadísticas, citando los trabajos de Simpson y Rowe [7], y Dryden [8]. Sin embargo, también aclara al igual que la IRAM 1649, que para determinaciones más precisas de pequeñas cantidades de un constituyente importante se debe contar un mayor número de partículas.

Por otra parte, la norma IRAM 1512 (agregado fino para hormigón) [9] establece el porcentaje máximo de sustancias potencialmente reactivas frente a la reacción álcali-sílice (RAS). En la Tabla 1 puede observarse que varían entre 5% para cuarzo fuertemente tensionado, microfracturado o microcristalino (tamaño de grano promedio < 62 μm) y 0,5% para el caso del ópalo. De allí la importancia en la precisión para la determinación de sustancias que aún en muy bajas proporciones puedan resultar potencialmente reactivas frente a la RAS.

Reacción	Minerales / Rocas	Contenido máximo (%)
Reacción álcali-sílice (RAS)	Cuarzo fuertemente tensionado, microfracturado	5,0
	Cuarzo microcristalino (tamaño de grano promedio menor que 62 μm)	
	Ftanita, chert	3,0
	Calcedonia	
	Tridimita	1,0
	Cristobalita	
	Ópalo	0,5
	Vidrio volcánico contenido en rocas volcánicas	3,0

Tabla 1: IRAM 1512 “Minerales y rocas potencialmente reactivos” [9].

Sin embargo, existen normas internacionales, entre la que puede citarse la ASTM C33 [10], que si bien recomiendan el estudio petrográfico para identificar y cuantificar los diferentes componentes, hacen hincapié en la evaluación del desempeño de los materiales mediante ensayos de laboratorio o a través de su comportamiento en servicio, más que establecer límites máximos para el contenido de materiales individuales potencialmente reactivos.

Jensen y Sibbick [11], compararon diferentes métodos petrográficos utilizados en el mundo: un borrador de la actual RILEM AAR-1 (RILEM TC ARP-1) [12], la ASTM C295 [13], el método estándar británico BS 812: parte 104 [14], el estándar europeo EN 932-3 [15], el método danés TI B 52 [16], el método petrográfico noruego [17] y un borrador del método holandés [18]. Según estos autores, el estudio petrográfico cuantitativo puede realizarse tanto por conteo de granos como de puntos (dependiendo de la norma estipulada por cada país). Sin embargo, la mayoría de las normativas coinciden en que la precisión de los resultados es aceptable cuando los operadores tienen experiencia y están formados para realizar este tipo de análisis petrográficos.

En este sentido, Locati et al. [19], evaluaron la incidencia de la experiencia del petrógrafo en la detección de materiales potencialmente reactivos. Cuatro petrógrafos analizaron la composición en las distintas fracciones de una misma muestra sobre grano suelto y luego compararon los resultados con los obtenidos en el conteo de partículas sobre sección delgada.

Según los resultados obtenidos, el petrógrafo más experimentado obtuvo resultados más próximos a los determinados sobre sección delgada debido a su mejor entrenamiento. Toma peso entonces lo sugerido en la IRAM 1649 respecto a utilizar el microscopio petrográfico cuando la identificación del material es dificultosa por otros medios (en concordancia con las normas internacionales), en especial para el caso de petrógrafos sin experiencia en la observación de minerales y rocas en grano suelto, y cuando se estudian aquellas fracciones que representan un alto porcentaje del total de una muestra, debido a su fuerte impacto en el cálculo ponderado de los porcentajes finales. Finalmente, ese estudio menciona que es necesario establecer

criterios claros para agrupar familias de rocas, en especial cuando éstas puedan contener especies deletéreas como por ejemplo el cemento silíceo en areniscas, ya que el agrupamiento de partículas macroscópicamente similares podría provocar una subestimación del porcentaje real de materiales perjudiciales, en especial en componentes muy reactivos que aunque en baja proporción pueden ser muy nocivos (por ejemplo agrupar dentro de “cuarzo” a “rocas sedimentarias cuarzosas con cemento silíceo” o agrupar todos los tipos de areniscas dentro del grupo “areniscas” sin diferenciar aquellas con cemento silíceo de las que poseen cemento ferruginoso o carbonático).

Teniendo en cuenta todos estos aspectos, en el presente trabajo se llevó a cabo un estudio a fin de determinar el valor mínimo de partículas necesario para identificar materiales en muy baja proporción y a su vez reconsiderar el valor propuesto en la versión actual de la norma IRAM 1649 [1]. A fin de evitar el error que pudiera introducir el nivel de formación y experiencia del operador en la identificación de algún mineral o roca, se utilizaron mostacillas para bisutería.

Materiales y Métodos

Se tomaron 1250 mostacillas de tamaño equivalente al material pasante tamiz N° 18 (< 1 mm) y retenido N° 30 (> 0,59 mm), de 8 colores diferentes, en porcentajes que varían entre 52% y 0,4%. En una primera etapa se realizaron tres cuarteos sucesivos en los que se contaron 574, 325 y 170 partículas respectivamente, siguiendo el “método manual” sugerido en la norma IRAM 1509 [20] (similar al método B en la ASTM C 702 [21]).

En una segunda etapa se tomaron al azar tres porciones de la muestra total con una cuchara y se analizaron 145, 200 y 294 partículas (procedimiento similar al Método C de la ASTM C 702 [21]). Se calcularon los porcentajes de cada color y el desvío estándar respecto al valor inicial.

Resultados

En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos con los tres cuarteos sucesivos realizados, en los que se analizaron 574, 325 y

170 partículas respectivamente. La primera columna corresponde al conteo de 1250 partículas con los porcentajes iniciales. Se consideraron valores entre 52,4 y 0,4% con el objeto de determinar los contenidos mínimos que se pueden detectar al reducir el número de partículas. Se puede observar que hasta el segundo cuarteo (alrededor de 300 partículas) los resultados son muy buenos. El desvío estándar respecto a los valores iniciales es bajo y se pudieron identificar todas las partículas, aun las que estaban en contenidos menores al 0,5% (color rojo). En el tercer cuarteo se contaron 170 partículas y si bien el desvío estándar también es bajo, no fue posible identificar las partículas rojas. El resto fue detectado con valores similares a los obtenidos en los cuarteos anteriores.

Por otra parte, se tomó una porción de la muestra inicial al azar con una cuchara y se analizaron los contenidos a fin de comparar los resultados obtenidos con cuarteos sucesivos. En la Tabla 3 se muestran los resultados obtenidos contando 294, 200 y 145 partículas respectivamente. Se puede observar que los valores obtenidos son comparables con los determinados a partir de los cuarteos sucesivos. En el tercer cuarteo (Porción 3, 145 partículas) se pudieron identificar las partículas rojas, sin embargo, no fue posible detectar los componentes rosa y turquesa, ambos presentes en un 0,8%.

Discusión de los resultados

Respecto al sistema de cuarteo, se lograron valores

de desvío más bajos (con algunas excepciones) cuando este procedimiento se realizó de forma sucesiva que al azar, obteniéndose resultados similares tanto en la primera (574 partículas) como en la segunda etapa (325 partículas). En la tercera etapa (170 partículas) uno de los colores que constituye el 0,4% de la muestra no fue identificado (rojo). En el segundo procedimiento (al azar), se observan desvíos más elevados y los valores de conteo en la porción 1 (294 partículas) y 2 (200 partículas) fueron similares. Sin embargo, en la porción 3 (145) algunas partículas presentes en 0,8% no pudieron ser identificadas (rosas y turquesas).

Utilizando los gráficos de Howarth [6], para el cálculo del error en la determinación de un material en baja proporción como podría ser el ópalo cuyo límite máximo estipulado por la IRAM 1512 [9] es de 0,5%, y estudiando 300 partículas, es posible obtener un límite superior de 1,6% e inferior de 0,47% y por ende un intervalo de confianza entre 0,03 y 2,1% (con una confiabilidad del 95%). Sin embargo, este es un valor mínimo y como recomiendan casi la totalidad de las normativas, para materiales en muy baja proporción, es necesario el estudio de un mayor número de partículas.

Si se eleva el número a 500, el límite superior que se obtiene es de 1,1% e inferior de 0,42% y por ende un intervalo de confianza entre 0,08 y 1,6%, es decir que se achica el error superior e inferior, sin embargo no existe una gran diferencia. Si se

Partículas	Conteo inicial 1250 partículas	Primer cuarteo 574 partículas		Segundo cuarteo 325 partículas		Tercer cuarteo 170 partículas	
	%	%	Standar	%	s	%	s
Negro	1,6	1,7	0,05	1,2	0,20	2,3	0,35
Rojo	0,4	0,5	0,05	0,6	0,10	-	-
Lila	52,4	50,5	0,95	55,4	1,50	55,8	1,70
Rosa	0,8	0,7	0,05	1,2	0,20	1,2	0,20
Celeste	12,0	12,9	0,45	12,3	0,15	11,2	0,40
Blanco	4,0	4,9	0,45	4,0	0,00	4,1	0,05
Turquesa	0,8	1,0	0,10	0,9	0,05	0,6	0,10
Verde	28,0	27,7	0,15	24,3	1,85	24,7	1,65
Total	100,0	100,0	-	100,0	-	100,0	-

s: desvío estándar.

Tabla 2: Porcentaje de partículas determinadas a partir de cuarteos sucesivos.

Partículas	Conteo inicial 1250 partículas	Primer cuarteo 574 partículas		Segundo cuarteo 325 partículas		Tercer cuarteo 170 partículas	
	%	%	s	%	s	%	s
Negro	1,6	2,7	0,55	2,0	0,20	1,4	0,10
Rojo	0,4	0,7	0,15	0,5	0,05	0,7	0,15
Lila	52,4	55,1	1,35	57,0	2,30	55,8	1,70
Rosa	0,8	1,0	0,10	0,5	0,15	-	-
Celeste	12,0	10,2	0,90	11,0	0,50	9,0	1,50
Blanco	4,0	5,1	0,55	2,5	0,75	6,9	1,45
Turquesa	0,8	0,7	0,05	0,5	0,15	-	-
Verde	28,0	24,5	1,75	26,0	1,00	26,2	0,90
Total	100,0	100,0	-	100,0	-	100,0	-

s: desvío estándar.

Tabla 3: Porcentaje de partículas determinadas a partir de cuarteos al azar.

toman 1500 partículas, el límite superior que se obtiene es de 0,5% e inferior de 0,2% y por ende un intervalo de confianza entre 0,3 y 1,0%.

Con esto, se verifica que efectivamente si es necesario cuantificar materiales en baja proporción deberá contarse mayor número de partículas (1500 o más) para achicar los límites superior e inferior del intervalo de confianza a fin de obtener valores más cercanos a los que en realidad existen en el total de la muestra.

Por último, si se cuentan 150 partículas como propone la ASTM C 295 [2] (tomando el mismo caso anterior), los límites no pueden determinarse ya que caen en un campo donde “ $n < 1$ ”, es decir que el material está en una proporción muy baja y por lo tanto se necesita el conteo de un mayor número de partículas para poder ser detectado.

La disminución de 500 a 300 partículas, además repercute positivamente en el tiempo de análisis. A modo de ejemplo, si se quiere realizar un estudio petrográfico de 10 muestras de arena. Para llevarlo a cabo, una vez acondicionadas las muestras, se deben contar los distintos tipos de partículas en cada fracción de tamiz (6 fracciones). Por lo tanto, en el caso de contar 500, la cantidad total de partículas analizadas será de 30000 para las 10 muestras, frente a 18000 si se cuentan 300, lo que supone casi duplicar el tiempo de trabajo,

sin que esto sea necesario para muestras que no contengan materiales “problemáticos” en baja proporción.

Conclusión

De los estudios realizados se concluye que el conteo de un número mínimo de 300 partículas por cada fracción es suficiente para identificar todos los componentes de una muestra de agregados finos, aun los que se encuentran en muy baja proporción (0,5%).

Además, con esa cantidad de partículas estudiadas se acelera notablemente el tiempo de estudio. Sin embargo, al detectarse la presencia de algún componente de interés en baja proporción como puede ser algún mineral o roca potencialmente reactivos, debería incrementarse el valor de partículas (o puntos) a contar a fin de obtener resultados más precisos. Teniendo en cuenta esto, se recomienda una revisión de actual norma IRAM 1649 a fin de establecer nuevos límites mínimos (se sugiere volver a 300 partículas) y criterios de acción ante la aparición de fases de interés en baja proporción.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la CIC de la provincia de Bs. Aires, al Dpto. de Geología de la UNS y

al CICTERRA (CONICET-UNC) por el apoyo brindado. Este trabajo ha sido parcialmente financiado con un proyecto PICT-2014 N° 2483.

Referencias

- [1] IRAM 1649. "Examen petrográfico de agregados para hormigón" IRAM, (2008), 18 p.
- [2] ASTM C295 "Standard guide for petrographic examination of aggregates for concrete". American Standard Test Method, (2012), 9 p.
- [3] IRAM 1505. "Agregados. Análisis granulométrico". IRAM, (2005), 12 p.
- [4] IRAM 1649. "Examen petrográfico de agregados para hormigón" IRAM, (1968), 14 p.
- [5] Sims I., Nixon P. "RILEM Recommended Test Method AAR-I. Detection of potential alkali-reactivity of aggregates - Petrographic method". *Materials and Structures* 36, (2003), pp. 480-496.
- [6] Howarth, R.J. "Improved estimators of uncertainty in proportions, point-counting, and pass-fail test results", *American Journal of Science* 298 (1998), pp. 594-607.
- [7] Simpson, G.G. y Rowe, A. "Quantitative zoology". McGraw-Hill Col, Inc., New York, NY, (1950), pp. 182-185.
- [8] Dryden, A.L., Jr. "Accuracy in percentage representation of heavy mineral frequencies". *Proceedings, U.S. Nat. Academy of Sciences*, Vol. 17, No. 5, (1931), pp. 233-238.
- [9] IRAM 1512. "Agregado fino para hormigón de cemento", IRAM, (2013), 25 p.
- [10] ASTM C33. "Standard specification for concrete aggregates". American Standard Test Method, (2013), 11 p.
- [11] Jensen, V. y Sibbick, T. "RILEM petrographic method: practical use and comparison with other petrographic methods in use". 8th Euroseminar on Microscopy Applied to Building Materials, Athens, Greece, (2001), 8 p.
- [12] Rilem TC ARP-1. "Petrographic method for analysis of alkali reactive concrete aggregates", (formerly TC 106-1), (2001).
- [13] ASTM C 295 - 98. "Standard guide for petrographic examination of aggregates for concrete", *Annual Books of Standards*, (1990).
- [14] BS 812: Part 104. "Method for qualitative and quantitative petrographic examination of aggregates", *British Standard*, (1994).
- [15] EN 932-4. "Procedure for qualitative and quantitative petrographic examination of aggregates", document CEN/TC 154/N173E, (1993). European Standard.
- [16] TI B 52. "Petrographic investigation of sand", *TI B prøvningsmetode*, Denmark, (1985).
- [17] NB 19: "Declaration -and approval arrangement for concrete aggregates", *Norwegian Concrete Society*, publication no. 19, (1991).
- [18] Larbi, J. "The Dutch petrographic method of assessing the potential alkali-silica reactivity of aggregates for use in concrete", (draft, 2001).
- [19] Locati, F., Maiza, P., Marfil, S. y Murra, J. "Evaluación de la precisión del examen petrográfico de arenas en la detección de agregados reactivos". VI Congreso de la AATH, Concordia, Entre Ríos, (2014), pp. 231-238.
- [20] IRAM 1509. "Examen petrográfico de agregados para hormigón" IRAM, (2008), 15 p.
- [21] ASTM C702. "Standard practice for reducing samples of aggregate to testing size". American Standard Test Method, (2011), 5 p.