INSTITUTO TECNOLÓGICO DE COSTA RICA VICERRECTORÍA DE INVESTIGACIÓN Y EXTENSIÓN DIRECCIÓN DE PROYECTOS

Informe Final

Código del Proyecto: 1351019

Nombre del proyecto o actividad

Desarrollo de técnicas de medición no destructivas GS y XR para la determinación de gradientes de densidad y caracterización mecánica de materiales estructurales porosos y celulares.

Departamento Académico responsable: Escuela de Ingeniería en Producción Industrial

Grupo investigador: Ing. Marcela Meneses Guzmán, PhD; Ing. Bruno Chine' Polito, PhD; Ing. Mario Conejo Solís; Ing. Oscar Chaverri Quirós, MSc.

Junio 2018

Tabla de contenido

Índice de Figuras
Índice de Tablas
1 Código y Título del proyecto
2 Autores y direcciones
3 Resumen
4 Palabras clave
5 Introducción
6 Marco Teórico (Obj.1)
7 Metodología
7.1 Metodología para mejorar el sistema de medición con GS y RX (Obj.2) 25
7.2 Metodología para la evaluación experimental del sistema de medición (Obj.2) 25
7.3 Preparación de muestra de aluminio poroso (defectos, Obj3) 27
7.4 Preparación de muestra de aluminio celular (espuma metálica, Obj3) 29
7.5 Determinación de características morfológicas de la espuma (Aporte adicional)
7.6 Preparación de muestras de prueba para concreto carbonatado y sin carbonatar (Obj4) 37
7.7 Tecnologías utilizadas para el análisis de muestras de concreto (Obj4)
8 Resultados y Discusión
8.1 Mejorar el sistema de medición con GS y RX (Obj 2)
8.2 Perfiles de densidad de aluminio poroso (Obj.3)
8.3 Perfiles de densidad de las espumas de aluminio (Obj.3)
8.4 Análisis de características morfológicas de las espumas (Aporte adicional)
8.5 Perfiles de densidad del concreto (Obj.4)
8.6 Radiografía con rayos X del concreto (Obj.4)
8.7 Caracterización mecánica de los materiales ensayados (Obj.5)
9 Conclusiones
10 Recomendaciones
11 Agradecimiento
12 Referencias

Índice de Figuras

Figura 6.1a - Ejemplo de materiales poroso (hueso).

Figura 6.1b - Ejemplos de material celular (concreto espumado).

Figura 6.2 - Valores de resistencia a compresión del concreto carbonatado (gris oscuro) comparados con los de las muestras de control no carbonatadas (gris tenue) para tiempos de carbonatación 01=2 días, 02=4 días, 03=8 días, 04=16 días, 05=28 días, 06=44 días) [Chi17].

Figura 6.3 - Espumas metálicas con densidad uniforme (a) y gradiente de densidad (b), usadas para revestir estructuras de concreto en aplicaciones contra impacto (c) Diagrama esfuerzo-deformación obtenido mediante pruebas de compresión uni-axial para las espumas (a) y (b) [Wuc17].

Figura 6.4 - Diagrama de compresión esquemático de las espumas metálicas [Ash03].

Figura 6.5 - Variaciones de densidad relativa en la dirección vertical de muestras de espumas metálicas AlSi7, causadas por el drenaje gravitacional [Leh14].

Figura 6.6: Datos experimentales de resistencia mecánica versus densidad relativa para espumas metálicas AlSi7. En líneas continuas y segmentadas los relativos ajustes, mediante el modelo de ley de potencia de Gibson y Ashby [Leh14].

Figura 7.1 - Patrón escalonado de aluminio estandarizado 6061.

Figura 7.2 - Indicación aproximada de los puntos de medición dentro del patrón escalonado.

Figura 7.3 – Muestra de aluminio con macroporo obtenida mediante proceso de fundición: (a) vista frontal; (b) vista lateral.

Figura 7.4 – Muestra de aluminio 6061 fabricada mediante proceso de maquinado y con macroporos de profundidad conocida y distribuidos con intervalos regulares en la base.

Figura 7.5 – Sistema de referencia, geometría del bloque extraído de la muestra de espuma metálica y la dirección de la gravedad.

Figura 7.6 – Muestras de espuma metálica de aluminio: las últimas 7 unidades (muestras n° 2 a n° 8) con un ancho de 0,78 cm y una (n°1) de 1,74 cm, obtenidas de un bloque original de 7.8x7.2x4.0 cm³. Figura 7.7 – Imagen 2D de espuma de aluminio, a) importa, b) escala gris.

Figura 7.8 – Imagen enmascarada para la confirmación de bordes de burbuja.

Figura 7.9 – Contraste de borde de burbujas, en blanco.

Figura 7.10 – Imagen de espuma con Burbujas rellenas en blanco.

Figura 7.11 – Caracterización de las celdas según su tamaño.

Figura 7.12 – Vista de la cámara de carbonatación acelerada y de las muestras en proceso de carbonatación.

Figura 7.13 – Vista de la sección de concreto carbonatado y de la ubicación de las perforaciones para para el análisis de caracterización del material.

Figura 8.1 - Distribución espacial del sistema de medición, Etapa 1.

Figura 8.2 - Vista 3D de la estructura mecánica del sistema de medición y sus componentes.

Figura 8.3 - Sistema de medición, resultado Etapa 2.

Figura 8.4 - Diagrama de las funciones generales implementadas en LabVIEW.

Figura 8.5 - Controlador del módulo de adquisición de datos.

Figura 8.6 - Diagrama de estados para la secuencia de control del módulo de adquisición de datos.

Figura 8.7 - Unidad de control del Gamma Scanner.

Figura 8.8 - Diagrama de estados para el control principal del sistema de medición.

Figura 8.9 - Conjunto de arreglos matriciales para el almacenamiento de la información de interés.

Figura 8.10 - Distribución espacial de los componentes utilizados. Vista Lateral, Etapa 2.

Figura 8.11 - Distribución espacial de los componentes utilizados. Vista Frontal, Etapa 2.

Figura 8.12 - Mediciones obtenidas para el patrón escalonado. Etapa 2 de evolución del sistema de medición.

Figura 8.13 - Descripción del fenómeno de apertura del haz de radiación.

Figura 8.14 - Distribución espacial del sistema de medición, distancia entre colimadores de 196mm, Etapa3.

Figura 8.15 - Diámetros orificios de colimadores, detector 8 mm, fuente 1mm, soporte de pieza en acrílico, Etapa 3.

Figura 8.16 - Mediciones obtenidas para el patrón escalonado, distancia entre colimadores de 196mm, diámetro orificio de colimador de, detector 8 mm, fuente 1mm.

Figura 8.17 - Distribución espacial con distancia mínima entre colimador fuente -pieza-colimador fuente.

Figura 8.18 - Mediciones obtenidas para el patrón escalonado, distancia entre colimadores de 25mm, diámetro orificio de colimador de, detector 8 mm, fuente 1mm.

Figura 8.19 – Ubicación de los perfiles de densidad con gamma scanning en la muestra de aluminio poroso obtenido mediante fundición.

Figura 8.20 –Perfil de densidad (densidad en la dirección del grosor) de la muestra de aluminio poroso, obtenido mediante técnica de gamma scanning.

Figura 8.21 – Ubicación del perfil de densidad con gamma scanning en la muestra de aluminio 6061 poroso, manufacturada mediante proceso de maquinado.

Figura 8.22 –Perfil de densidad (densidad en la dirección del espesor) de la muestra de aluminio 6061 poroso, manufacturado mediante proceso de maquinado.

Figura 8.23 – Comparación de perfiles de 1/densidad para cada probeta.

Figura 8.24 – Distribuciones de las mediciones de 1/*densidad* para cada probeta.

Figura 8.25 – Imagen de probeta #8 en plano X-Z procesada donde: a) es la imagen escaneada, b) imagen binaria c) celdas clasificadas por colores.

Figura 8.26 – Distribución del espesor de pared de las celdas para cada probeta.

Figura 8.27 – Comportamiento especial de: a) densidad de la espuma, b) circularidad, c) diámetro equivalente de la celda y d) espesor de la pared de la celda, para cada punto de medida en el eje Z.

Figura 8.28 – Modelo de regresión de la densidad versus: a) circularidad, b) diámetro de celda y c) espesor de pared de celda.

Fig. 8.29- Arreglo del sistema de medición con gamma scanning, vista frontal.

Fig. 8.30- Particular del sistema de medición con gamma scanning, vista del colimador del detector y de la muestra de concreto.

Fig. 8.31–Posición y dirección de las mediciones realizadas sobre las diferentes probetas.

Fig. 8.32 – Perfiles en cuentas por segundo obtenidos mediante gamma scanning

para la probeta de concreto carbonatada Q6.

Fig. 8.33 – Perfil en cuentas por segundo para la probeta de concreto carbonatada por 44 días Q6.

Fig. 8.34 – Perfil en cuentas por segundo para la probeta de concreto carbonatada por dos días Q1.

Fig. 8.35 – Perfil en cuentas por segundo para la probeta de concreto no carbonatado Q0.

Figura 8.36. Posición y dirección de las mediciones GS realizadas con las probetas Q0 y Q6.

Figura 8.37. Perfil 1 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q6.

Figura 8.38. Perfil 2 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q6.

Figura 8.39. Perfil 3 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q6.

Figura 8.40. Perfil 4 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q6.

Figura 8.41. Comparación de Perfiles obtenidos para la probeta Q6.

Figura 8.42. Perfil 1 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.

Figura 8.43. Perfil 2 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.

Figura 8.44. Perfil 3 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.

Figura 8.45. Perfil 4 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.

Figura 8.46. Comparación de perfiles obtenidos para la probeta Q0.

Figura 8.47. Valores medios de los perfiles de atenuación de las muestras Q0 no carbonatada y Q6 carbonatada por 44 días.

Figura 8.48. Profundidad de carbonatación en función de los días de exposición al CO2, revelada con el indicador fenolftaleína.

Figura 8.49. Preparación de la probeta a medir mediante densitómetro rayos X.

Figura 8.50. Imagen radiográfica de la probeta Q0, sin carbonatar.

Figura 8.51. Imagen radiográfica de la probeta Q6, carbonatada por 44 días.

Índice de Tablas

Tabla 6.1 - Valores de UYS medidos por Beals and Thompson [Bea99] y comparados con el modelo de Gibson y Ashby [Gib88].

Tabla 6.2 - Valores de los parámetros $v_{i,S}$, α_i y β_i del modelo de Gibson y Ashby ([Gib88], [Gib97], [Ash03]) para espumas tipo Alulight.

Tabla 6.3 - Ajuste de datos experimentales de resistencia mecánica versus densidad relativa para espumas metálicas AlSi7, mediante el modelo de ley de potencia de Gibson y Ashby [Leh14]. Tabla 8.1 - Variables de entrada para el Gamma Scanner.

 Tabla 8.2 - Apertura del haz de radiación y distancia coincidente.

Tabla 8.3. Apertura del haz de radiación y distancia coincidente para el colimador de 8mm, distancia entre colimadores de 196 mm.

Tabla 8.4 - Apertura del haz de radiación y distancia coincidente para el colimador de 8mm, distancia entre colimadores de 25 mm.

Tabla 8.5 – Indicadores estadísticos e Intervalo de confianza para las mediciones de 1/*densidad* para cada probeta.

Tabla 8.6 – Comparación de medias de Tukey para las mediciones de 1/densidad de las 8 probetas.

Tabla 8.7 – Distribución del tamaño de diámetro por probeta.

Tabla 8.8 – Distribución de la circularidad para cada probeta de espuma.

Tabla 8.9 – Espesor de pared promedio para cada una de las probetas de espuma.

Tabla 8.10 – Relación gas/metal de probeta de espuma.

1 Código y Título del proyecto

Desarrollo de técnicas de medición no destructivas GS y XR para la determinación de gradientes de densidad y caracterización mecánica de materiales estructurales porosos y celulares

Código del Proyecto: 1351019

2 Autores y direcciones

Investigador(a) responsable: Ing. Marcela Meneses Guzmán, PhD

Otros investigadores: Ing. Bruno Chinè Polito, PhD; Ing. Mario Conejo Solís; Ing. Oscar Chaverri Quirós, MSc.

3 Resumen

Los materiales con estructura porosa y celular son objeto de estudios debido a las potenciales aplicaciones que presentan en los diversos sectores de la industria. Un desafío importante para la definición de estas aplicaciones es justamente la caracterización de las propiedades mecánicas de estos materiales, las cuales están en relación directa con los valores de la densidad. El objetivo de este trabajo es desarrollar técnicas de medición no destructivas GS y XR para la determinación de gradientes de densidad y caracterización mecánica de materiales estructurales porosos y celulares. Se presenta primero un desarrollo teórico sobre la relación densidad propiedades mecánicas, así como las generalidades de las técnicas de medición con rayos gamma para la determinación de gradientes de densidad y la caracterización de materiales porosos y celulares, obteniendo un sistema más robusto y técnicas de medición más definidas pero que dependen de múltiples parámetros de proceso y del tipo, la masa y volumen del ejemplar que se desea investigar. Como técnica experimental adaptativa, se han realizado múltiples experimentos exploratorio para adaptar esta técnica de medición a los materiales de interés. Son muchos los experimentos generados, pero se presentan solo los más representativos, sea para materiales metálicos que para el concreto.

El análisis de perfiles de densidad de la espuma metálica, que específicamente se generó para este proyecto, se concluye que esta es lo suficientemente uniforme como para conservar las propiedades mecánicas que pudieran determinarse experimentalmente.

Como parte de la caracterización de los materiales, se desarrolla una técnica para el análisis de imágenes en 2D, aplicándose a las espumas metálicas y obteniéndose una relación funcional entre el diámetro, la circularidad, el espesor de pared de las burbujas de una espuma con la densidad, respectivamente. Este hallazgo es de mucha importancia por la relación que la forma de la estructura de una espuma posee con su perfil de densidad, así como la relación, que en futuras investigaciones puede encontrarse entre, la estructura de esta espuma con las propiedades mecánicas que se determinen en forma experimental. Esto genera un nuevo tema de investigación que se espera ser abordado en futuras investigaciones.

La determinación de perfiles de carbonatación en el concreto, midiendo variaciones espaciales de densidad resultó un poco más complicada de lo previsto, tal como lo predecía la literatura. Las probetas de concreto son muy densas y la diferencia entre la densidad de la región carbonatada y no carbonatada es mínima, estas características junto con la dificultad de combinar los múltiples parámetros de medición y la dificultad de medir en los bordes de los materiales con la técnica hasta ahora desarrollada, justifica la dificultad de obtener perfiles de mayor calidad que los obtenidos.

Sobre la caracterización mecánica de los materiales, se seleccionan el módulo elástico E_F y la resistencia a compresión σ_F del material celular de aluminio. Se concluye que la región inferior de la espuma metálica de aluminio presentaría un valor de rigidez más de tres veces superior que la región central mientras que para la resistencia mecánica a compresión se tiene que la resistencia a compresión de la región inferior del material celular superaría más que dos veces la de la región central.

Para la caracterización mecánica del concreto, la relación de módulos elásticos E_{h}/E_{s} de un concreto con gradiente de densidad, asumiendo una variación de densidad relativa del 5% entre la región carbonatada y no carbonatada, se tendría una diferencia de módulos elásticos igual $(0.05)^{2.5}$, es decir de casi el 0.06%. Para un concreto con modulo elástico de 20 GPa, esto correspondería a una variación de aproximadamente 0.012 GPa.

4 Palabras clave

Materiales porosos y celulares, Ensayos no Destructivos, Caracterización de Materiales, Rayos Gamma, Análisis de Imágenes, Propiedades Mecánicas.

5 Introducción

Los materiales con estructura porosa y celular son objeto de estudios debido a las potenciales aplicaciones que presentan en los diversos sectores de la industria. Esto gracias a sus características de liviandad, de poder absorber el sonido y los esfuerzos de impacto, aislar térmicamente un sistema, amortiguar las vibraciones de componentes mecánicos, por su resistencia al fuego y para las propiedades avanzadas que permiten un uso eficiente y ecológico en el área de la construcción. Sin embargo, la caracterización de sus propiedades mecánicas, las cuales están en relación directa con los valores de la densidad, constituye un desafío importante para los investigadores del área. El uso de las técnicas no destructivas para la caracterización mecánica de materiales porosos y celulares, mediante medición de perfiles de densidad, se considera por parte de la comunidad científica como un método muy eficiente para poder investigar sobre las propiedades de estos.

"Materiales para industrias creativas, metrología, caracterización, estandarización y control de calidad" representan temas de interés para lograr la innovación en todos los sectores industriales, de acuerdo a las acciones que Europa, a través del programa Horizon 2020 [Hor20], se encuentra desarrollando en el marco del pilar Liderazgo Industrial. El propósito es el de apoyar la pequeña y mediana empresa europea en el sector de la investigación de materiales avanzados. En la última década, Costa Rica ha impulsado el sector de la manufactura avanzada, mediante el desarrollo industrial de productos de alta tecnología que ha llevado a un aumento de las exportaciones industriales intensivas en conocimiento de acuerdo a la información que proporciona CINDE en http://www.cinde.org/es/sectores/manufactura-avanzada (13/05/2015).Materiales metálicos. poliméricos, biomateriales, compuestos, el mismo concreto espumado, etc. con estructuras *celular*, son objeto de estudios debido a las potenciales aplicaciones que presentan en los diversos sectores de la industria. Por otro lado, en el sector civil de la construcción, el concreto representa aun de los materiales porosos de mayor importancia, aunque sea vulnerables por los agentes atmosféricos, como en el caso de su degradación por corrosión. Acciones para analizar el impacto sobre la corrosión atmosférica de estructuras debido al aumento de CO₂ en la atmosfera por causa del cambio climático, son apoyadas por los Gobiernos de diferentes países, como por ejemplo en el caso de Australia [Wan10]. La *caracterización* de la carbonatación del concreto por causa del gas CO₂, que permea su estructura *porosa* es un requisito fundamental para establecer la probabilidad que el concreto se degrade y que el refuerzo metálico de la estructura enfrente mecanismo de corrosión.

Las propiedades mecánicas de los materiales controlan el comportamiento de estos bajo condiciones de carga mecánica, térmica, etc. y en el caso de los *materiales celulares* dependen de la densidad relativa del material. De la misma manera, para el concreto (*material poroso*), su densidad es función del grado de carbonatación que el mismo ha experimentado cuando el gas CO₂ difunde en su interior. El grado de carbonatación del concreto modifica las propiedades mecánicas del concreto e indica además la existencia de corrosión en el material, siendo un factor controlante de la degradación de este material estructural.

La Escuela de Ciencia e Ing. de Materiales (ECIM) del ITCR ha desarrollado en estos ultimo veinte años varias aplicaciones de las técnicas de ensayos no destructivos en el área de los materiales, en particular ha usado las técnicas GS (gamma scanning) y XR (x rays) que son útiles para el estudio de la densidad de materiales. El uso de las técnicas no destructivas para la caracterización, mediante medición de perfiles de densidad en materiales *estructurales porosos y celulares*, se considera por parte de la comunidad científica como un método muy eficiente para poder investigar sobre las propiedades mecánicas de estos. Por otra parte, la Escuela de Ingeniería en Producción Industrial

cuenta con la capacidad de contribuir en la investigación de nuevos enfoques relacionados con la proposición de métodos para mejorar el control estadístico de los procesos productivos, específicamente a través de metodologías que consideran perfiles o funciones más que características individuales de un producto. Aplicaciones reales se han llevado a cabo para investigar la densidad de materiales conglomerados de la industria de la madera.

La presente propuesta representa una extensión de un proyecto VIE (2014-2015) sobre caracterización del material celular espuma metálica de aluminio que actualmente se está desarrollando entre las Escuelas de Ingeniería en Producción Industrial y de Ingeniería en Materiales y en colaboración con el Laboratorio MUSP del Departamento de Mecánica del Politécnico de Milano. Con la presente propuesta se pretende extender el estudio a materiales porosos y se selecciona el concreto como caso particular por representar un ejemplo importante y común de material estructural. El propósito del proyecto es el de desarrollar técnicas de medición no destructivas GS y XR para la determinación de gradientes de densidad en materiales estructurales porosos y celulares, en este caso particular el aluminio y el concreto. A través del conocimiento de la densidad v su variación en la estructura del material se pretende caracterizar algunas propiedades mecánicas de estos materiales estructurales. El fin último de la investigación, que se esquematiza en la hoja de ruta asociada a la investigación, es el de desarrollar metodologías basadas en ensavos no destructivos para el control de calidad de materiales porosos y celulares. El objetivo del proyecto se encuentra alineado con los ejes de conocimiento estratégico del TEC, específicamente en el sector secundario y el cuaternario que involucra la investigación en ciencia y tecnología. El eje transversal de Tecnología se aborda con la utilización de herramientas no destructivas y la generación y uso de conocimiento y métodos que sirvan a caracterizar materiales y que posteriormente puedan beneficiar los usos, la detección de fallas o problemas. Mientras que el eje transversal de Innovación se identifica con nuevos materiales y la mejora de métodos de medición. En particular el proyecto, donde confluyen conocimientos distintos de alto valor, representa una valiosa oportunidad para desarrollar actividades interdisciplinarias, fomentando además trabajo interdepartamental e interinstitucional a nivel internacional.

6 Marco Teórico (Obj.1)

6.1 Materiales porosos y celulares

Los materiales porosos y celulares representan una clase de materiales funcionales-estructurales con interesantes propiedades físicas y mecánicas a raíz de su estructura. Las estructuras porosas y celulares (Fig. 6.1a) son presentes en la naturaleza, como en el caso de los huesos, la madera y otras estructuras vegetales. Realmente los materiales celulares constituyen materiales con un alto grado de porosidad, normalmente mayor que 60% en volumen (Fig. 6.1b), es decir se tiene un gran número de espacios vacíos en la matriz interior del material [Ban01a]. En este caso, definiendo la densidad relativa $\rho_r = \frac{\rho_F}{\rho_s}$ como la relación entre la densidad del material celular respecto de la densidad del material solido de la matriz, se tienen valores de ρ_r entre 0.1÷0.3, mientras que para valores mayores es más apropiado el termino poroso. Ejemplos de materiales porosos en la industria son las zeolitas, el silicio poroso, los materiales cerámicos para aplicaciones en filtración, materiales para dispositivos médicos, materiales de refuerzo para materiales compuestos a matriz polimérica o metálica [Kel06], los mismos metales que presentan vacíos o defectos en su matriz sólida, mientras en ingeniería civil casos comunes son el concreto y otros materiales de construcción. Por otro lado, materiales con estructuras a nido de abeja, espumas metálicas y poliméricas con celdas cerradas, esponjas con celdas abiertas, arreglos de esferas ordenadas o desordenadas, el concreto espumado celular o el concreto "ecológico" EPS (expanded polysterene concrete) constituyen ejemplos de materiales celulares con aplicaciones importantes y novedosas hoyen día [Ban13], [Sen14], [Akt10], [Che04].



Figura 6.1a: Ejemplo de materiales poroso (hueso).



Figura 6.1b: Ejemplos de material celular (concreto espumado).

En los últimos años las propiedades de los materiales celulares han sido aprovechadas para manufacturar materiales estructurales innovadores y multifuncionales [Eva99], uniendo las ventajas que derivan de las características de liviandad, de poder absorber el sonido (acústica) y los esfuerzos de impacto (energía, [Sch14]), de poder aislar térmicamente un sistema y de amortiguar las vibraciones, por ejemplo, de componentes mecánicos. En el caso del aluminio las espumas de este metal han encontrado una favorable acogida en la industria: aplicaciones comunes se tienen en la fabricación de estructuras mecánicas para la protección de personas en diferentes medios de transporte, como vehículos, buses, trenes, etc., en la manufactura de materiales compuestos e híbridos, en la producción de paneles con estructuras sándwich formadas por dos caras externas densas y una región celular interna [Ban08], para construir barreras resistentes al fuego a protección de las personas. En el caso del concreto, material muy común en la construcción, la estructura porosa o celular se relaciona con las propiedades de este material, como por ejemplo en el proceso de carbonatación [Mor14] inducido por la corrosión atmosférica y controlado por la difusión de CO₂ en el interior de la matriz porosa. Otro caso es representado por los novedosos concretos ACC (aerated celular concrete o aerated autoclaved concrete AAC) [Fer15], [Kad05] y el concreto espumado [Akt10], [Che04] que brindan propiedades de aislamiento térmico, resistencia al fuego y liviandad, con aplicaciones avanzadas en construcciones y geotecnia (fundaciones, rellenos, aislamiento, etc.).

6.2 Gradiente de densidad y propiedades mecánicas de materiales porosos y celulares

Materiales porosos y celulares proporcionan un desafío importante para su caracterización mecánica y representan un foco actual de investigaciones. Entre otros, El Ghezal *et al.* [Ghe13] recientemente integran las dos familias de materiales y usan algunos modelos micromecánicos para predecir macropropiedades elásticas y viscoelásticas. En cambio, Foroughi *et al.* [For13] miden y simulan el módulo y la resistencia a tracción de espumas de aluminio, en función de la distribución no uniforme de densidad obtenida mediante tomografía XR. De la distribución y tamaño de poros dependen las propiedades mecánicas de un material celular: por ejemplo, en el caso del concreto, las propiedades módulo de elasticidad y resistencia [Du13], que son fundamentales para el diseño de estructuras ingenieriles.

Siempre en el concreto poroso, a raíz de la difusión del gas CO_2 presente en la atmosfera, se modifican los valores de densidad del material como consecuencia del mecanismo de carbonatación y así las propiedades mecánicas y la durabilidad de la estructura [Fab08]. Respecto de este problema existe un gran número de documentos en la literatura científica internacional; para el caso de concretos nacionales Chiné et al. [Chi17] estudian la carbonatación de este material mediante pruebas aceleradas en cámara de carbonatación y obtienen curvas de resistencia a compresión del material carbonatado. De acuerdo con los resultados de Fig. 6.2, los ensayos confirman la degradación de las propiedades mecánicas del concreto respecto de las muestras de control no carbonatadas. Chi *et al.* [ChJ02] evalúan los efectos de la carbonatación sobre propiedades mecánicas y durabilidad del concreto y concluyen que la carbonatación puede, en algunos casos, aumentar la resistencia a compresión del concreto. Por lo tanto, como consecuencia de la acción del CO₂ ambiental, materiales porosos como el concreto pueden sufrir cambios de densidad y alterar los valores de las propiedades mecánicas usadas en fase de diseño de obras civiles.



Figura 6.2: Valores de resistencia a compresión del concreto carbonatado (gris oscuro) comparados con los de las muestras de control no carbonatadas (gris tenue) para tiempos de carbonatación 01=2 días, 02=4 días, 03=8 días, 04=16 días, 05=28 días, 06=44 días) [Chi17].

Por otro lado, una variación de la densidad en los concretos puede ser beneficiosa o deseada como en el caso de los concretos espumados o livianos, los cuales, gracias a las propiedades de baja densidad, alto aislamiento térmico y alta resistencia al fuego, han encontrado varias aplicaciones en el sector de la construcción. En este caso la densidad de los concretos espumados controla las propiedades mecánicas del concreto y depende fundamentalmente del volumen y densidad de los agregados livianos, en particular decrece si el volumen de agregados livianos aumenta, haciendo disminuir la resistencia a compresión [Bab05]. Kan y Demirboğa [Kan09] estudian los efectos de usar EPS (espuma de poliestireno expandido) reciclado como potencial agregado de los concretos livianos y para el cálculo de la resistencia a compresión en MPa en función de la densidad del concreto en kg/m³, proponen la siguiente ecuación logarítmica:

$$f_C = 13.8 \,\ln\rho - 85 \tag{6.1}$$

Otro trabajo se debe a Galal *et al.* [Gal17] que evalúan la influencia del volumen de espuma, relaciones cal/relleno y cemento/relleno sobre las propiedades de este material, en particular la densidad y las resistencias a compresión y a flexión. La investigación demuestra que la mayor influencia sobre la densidad se debe al volumen de espuma, seguida por la relación cal/relleno y en ultimo la relación cemento/ relleno. Aplicando técnicas de regresión por mínimos cuadrados, los autores proponen además las siguientes ecuaciones experimentales para modelar, respectivamente, la resistencia a compresión y la resistencia a flexión en función de la densidad del concreto espumado en kg/m³:

$$f_C = 10^{-8} \rho^{2,8969}$$
 en MPa (6.2)
 $f_F = 0.2507 f_C + 0.0462$ en MPa (6.3)

Más recientemente Wu y Li han reportado algunos estudios sobre estructuras de protección contra impacto por explosiones [Wuc17]. Estas estructuras hibridas se fabrican revistiendo los

componentes de concreto con espumas metálicas que presentan variaciones de densidad y de gradiente de densidad. En particular, el estudio de las propiedades mecánicas se basa en analizar las capacidades de absorber energía y las relaciones esfuerzo-deformación con base a pruebas experimentales de compresión uni-axial para espumas como las que se muestran en Fig. 6.3a y 6.3b. En este caso en la curva esfuerzo-deformación de Fig. 6.3c se observa que el material celular con gradiente de densidad sufre un endurecimiento por deformación en lugar de presentar una región central tipo plateau. En cambio, en el caso de los materiales celulares, la densidad y precisamente la densidad relativa ρ_F/ρ_s (densidad del material con relación a la densidad de la matriz) representa fundamentalmente la nueva variable que modifica y regula ad hoc las propiedades físicas de este material. En efecto, dentro de ciertos rangos, las propiedades de los materiales celulares pueden crearse a la medida para determinadas aplicaciones variando la relación ρ_F/ρ_s e inclusive creando valores locales en el espacio (gradientes) de esta relación. En particular, en el caso de las espumas metálicas la mayoría de las propiedades mecánicas pueden ser evaluadas con base en su densidad relativa, de acuerdo con el modelo de ley de potencia de Gibson y Ashby [Gib97], [Ash03]. El módulo elástico E y el módulo de cizalle G en campo elástico, la deformación de densificación ε_D y la tensión plástica de colapso σ_{pl} para la deformación en rango plástico (Fig. 6.4) e inclusive la tenacidad, son funciones de ρ_F/ρ_s .



Figura 6.3: Espumas metálicas con densidad uniforme (a) y gradiente de densidad (b), usadas para revestir estructuras de concreto en aplicaciones contra impacto (c) Diagrama esfuerzo-deformación obtenido mediante pruebas de compresión uni-axial para las espumas (a) y (b) [Wuc17].



Figura 6.4: Diagrama de compresión esquemático de las espumas metálicas [Ash03].

Otras propiedades importantes como son la conductividad térmica y la resistividad eléctrica dependen del valor de ρ_F/ρ_s . Existen diversos modelos para estimar el valor de estas propiedades en función de la densidad relativa, dentro de los cuales el más generalmente aplicable y usado es justamente el de Gibson y Ashby. El modelo se basa en la definición de una simple celda unitaria cubica y en la teoría de la viga para predecir la respuesta del material a una carga aplicada. Por ejemplo, para el caso del módulo elástico E_F y la resistencia de una espuma metálica σ_F las ecuaciones el modelo de Gibson y Ashby son respectivamente:

$$\frac{E_F}{E_s} = C_1 \rho_r^2 \tag{6.4}$$

y:

$$\frac{\sigma_F}{\sigma_s} = C_2 \ \rho_r^{\frac{3}{2}}$$
(6.5)
$$\frac{\sigma_F}{\sigma_s} = C_2 \ \rho_r^{\frac{3}{2}} \left(1 + \rho_r^{\frac{1}{2}}\right)$$
(6.6)

donde C_1 y C_2 son constantes, $\rho_r = \frac{\rho_F}{\rho_S}$ es la densidad relativa y la Ec. 6.6 es para espumas con $\rho_r > 0.3$. Vale recordar que las ecuaciones anteriores pueden sufrir cambios en los exponentes de ρ_r en el caso de determinadas espumas.

Los efectos del gradiente de densidad sobre el comportamiento a comprensión y las propiedades de absorción de energía de espumas de aluminio han sido evaluados en un trabajo de referencia por Beals y Thompson [Bea99], los cuales investigan las espumas de aluminio de celdas cerradas de tipo Alcan, obtenidas mediante un método de fundición semi-continuo. El proceso crea un gradiente de densidad en la dirección vertical (espesor de la muestra), debido a los efectos de la gravedad presentes durante la manufactura. Las muestras de espuma metálica se someten a pruebas de compresión seleccionando dos direcciones de carga, la primera en la dirección del espesor de la muestra, es decir la dirección de la gravedad durante la manufactura, y la segunda en la dirección perpendicular que corresponde a la dirección del ancho de la muestras Además se seleccionan, en la dirección del espesor de la espuma, tres muestras con densidad media de 0.12 g/cm³ (top), 0.09 g/cm³ (medio) y

0.37 g/cm³ (fondo). Los resultados experimentales muestran una variación significativa de las propiedades de resistencia a compresión en función de la orientación de los especímenes. A paridad de deformación, los resultados experimentales muestran valores de esfuerzos de compresión más altos para las pruebas con cargas en la dirección perpendicular al espesor y, como era de esperar, valores de esfuerzos de compresión que van aumentando con la densidad de la espuma, es decir los más altos para la muestra del fondo. En este trabajo queda evidente que el gradiente de densidad afecta las propiedades mecánicas de este material y que debe tomarse en cuenta la no uniformidad de la estructura celular. De hecho, podría resultar muy restrictivo el representar las propiedades mecánicas solamente en función de la densidad relativa. Beals y Thompson comparan entonces los valores experimentales con los previstos para las espumas metálicas por el modelo de Gibson y Ashby [Gib88]. Para el caso de la resistencia ultima a fluencia (UYS), de acuerdo con valores de la Tabla 6.1, existe una excelente concordancia entre los valores experimentales y el modelo para el caso de la prueba a compresión en la dirección del ancho, mientras que este no es el caso para la prueba a compresión en la dirección del espesor que equivale a la dirección del gradiente de densidad. El mismo comportamiento se observa para el caso de las pruebas de las tres muestras obtenidas en la dirección del espesor, donde la correlación para la muestra del fondo es incorrecta. Esto se debe a la presencia de celdas con una alta no uniformidad de dimensiones y con un gradiente de densidad importante, ya que el valor medio de la densidad es 0.37 g/cm³ y la desviación estándar de 0.04 g/cm^3 .

Orientation or position	Calculated UYS (kPa)	Measured UYS (kPa)
Fı	Ill thickness	
Through-thickness	807	306
Through-width	807	940
	Sectioned	
Тор	375	394
Middle	244	238
Bottom	2029	357
$(YS_{solid} = 138 MPa)$		

Tabla 6.1: Valores de UYS medidos por Beals and Thompson [Bea99] y
comparados con el modelo de Gibson y Ashby [Gib88].
$UYS = 0.3 \text{YS}_{\text{solid}} \left(\frac{\rho_{\text{foam}}}{\rho_{\text{solid}}} \right)^{3/2}$

de rigidez a flexión o resistencia a flexión. Daxner *et al.* hacen referencia a un trabajo de literatura para espumas metálicas tipo Alulight y reportan la siguiente expresión del esfuerzo de fluencia efectivo a compresión uni-axial en MPa:

$$\sigma_{F,vld} = 12.343 \,\rho_F^{1.8807} \quad (6.7)$$

y del módulo elástico efectivo en MPa:

$$E_F = 892.32 \,\rho_F^{1.3212} \tag{6.8}$$

donde la densidad relativa de la espuma ρ_F es en Mg/m³. Las ecuaciones son válidas para una densidad relativa en el rango $0.2 < \rho_F < 0.9 \text{ g/cm}^3$ y conociendo la densidad del metal ρ_S (por ejemplo para el aluminio $\rho_S = 2.7 \text{ g/cm}^3$) pueden ser rescrita en la forma estándar propuesta por Gibson and Ashby [Gib88], [Gib97], [Ash03]:

$$v_{i,F_{i}} = \alpha_{i} v_{i,S} \left(\frac{\rho_{F}}{\rho_{S}}\right)^{\beta_{i}}$$
(6.9)

donde $v_{i,S}$ es la propiedad genérica de la matriz y $v_{i,F}$ la de la espuma. En el caso del módulo elástico y del esfuerzo de fluencia se obtienen los valores de la Tabla 6.2.

Tabla 6.2: Valores de los parámetros $v_{i,S}$, α_i y β_i del modelo de Gibson y Ashby ([Gib88], [Gib97], [Ash03]) para espumas tipo Alulight.

Property	V _{i,S}	α	β _i
Elastic modulus E	70 000 MPa	0∙047352	1·3212
Yield stress $\sigma_{F,yld}$	200 MPa	0∙399627	1·8807
Poisson's ratio n	0-3 (constant)	1	0

Más recientemente Lehmhus y Busse [Leh14] estudian las propiedades mecánicas de espumas de la aleación metálica AlSi7 producidas vía metalurgia de polvos (o ruta metalúrgica), usando hidruro de titanio TiH₂ como espumante durante el proceso de expansión en hornos. El propósito es comparar las propiedades mecánicas mejoradas de las espumas metálicas obtenidas con precursor (aleación AlSi7 y agente espumante TiH₂) tratado térmicamente, mediante proceso de recocido por 4 horas a 500 °C en aire, con aquellos estándares sin tratamiento térmico. Con el propósito de considerar valores homogéneos de la densidad relativa, Lehmhus y Busse eliminan de las muestras de espumas las secciones extremas que, debido al drenaje del metal por la acción gravedad durante el proceso de expansión en horno, presentan un aumento de los valores de densidad relativa (Fig. 6.5). Usando el modelo anterior de Gibson y Ashby, los autores sucesivamente ajustan los datos experimentales en términos de ley de potencia, obteniendo correlaciones bastante satisfactorias como evidencian los valores de la Tabla 6.3 y los gráficos de Fig. 6.6.



Figura 6.5: Variaciones de densidad relativa en la dirección vertical de muestras de espumas metálicas AlSi7, causadas por el drenaje gravitacional [Leh14].

Tabla 6.3: Ajuste de datos experimentales de resistencia mecánica versus densidad relativa para espumas metálicas AlSi7, mediante el modelo de ley de potencia de Gibson y Ashby [Leh14].

Matrix	Blowing agent	Property	С	n	fit quality (R ²)
AISi7	TiH ₂ "as received"	max. strength	47.525	1.197	0.81456
		POS	35.728	1.143	0.73417
	TiH ₂ 4 h/500 °C	max. strength	136.491	1.574	0.98673
		POS	198.857	1.939	0.98161
AlSi7 – perpend.	TiH ₂ "as received"	σρΙ	137.089	1.865	0.7411



Figura 6.6: Datos experimentales de resistencia mecánica versus densidad relativa para espumas metálicas AlSi7. En líneas continuas y segmentadas los relativos ajustes, mediante el modelo de ley de potencia de Gibson y Ashby [Leh14].

6.3 Técnicas de medición no destructivas para la determinación de perfiles de densidad de materiales porosos y celulares

Los ensayos no destructivos y en particular los métodos que usan energía de radiación con rayos X y gamma, representan una metodología muy poderosa para el estudio y la caracterización de los materiales celulares, permitiendo explorar y recabar informaciones a nivel micro-, meso- y macroscopico [Rac09], [Bab04], [Sal10]. Igualmente, en el caso de un material poroso como el concreto estas técnicas son muy utilizadas para el análisis de sus propiedades y de los diferentes fenómenos físicos y químicos de interés [Iae02], [Oli04], [Pra15], [Duf15]. En la técnica de gamma scanning" (GS) [Cha07], [Var05] se emplea una fuente de emisión de radiación gamma con la intensidad suficiente para atravesar el material. La fuente se coloca en un lado del material o pieza a estudiar, mientras que en el otro extremo se instala un detector de radiación de alta sensibilidad con la función de registrar la intensidad de la radiación que es capaz de "emerger" en esta extremidad del material. El registro de las intensidades en los diferentes puntos de interés de la pieza permite construir un perfil de intensidades en estos puntos [Bru02], [Con08] que se puede sucesivamente poner en relación con la densidad. En cambio, con la técnica con rayos x (RX) [Asm02], [Gar90] es posible obtener imágenes del volumen completo de materiales. Con este método se puede medir cuantitativamente la densidad radiográfica (grado de oscurecimiento) en los diferentes puntos a estudiar y con ello establecer una correlación entre la densidad radiográfica alcanzada y la densidad del material. La fuente emisora de la radiación necesaria para obtener las imágenes se gradúa con potenciales y corrientes muy pequeñas usando tubos de rayos x que puedan regularse dentro de un amplio rango de diferencias de potencial y de corriente.

En las secciones siguientes se describen las técnicas de radiografía con rayos X, escaneo con rayos X y gamma y algunas aplicaciones en el campo de los materiales porosos y celulares.

6.3.1 Radiografías con rayos X

La radiografía puede considerarse como una imagen del interior de un objeto, obtenida mediante el uso de radiaciones con alto poder de penetración, como los ravos X o los ravos gamma que, después de atravesar la materia, emergen e inciden una película radiográfica. Los rayos X gamma son radiaciones electromagnéticas que se propagan a la velocidad de la luz (300.000 km s-1) y viajan en línea recta. La principal característica de este tipo de radiaciones es que atraviesan los cuerpos opacos, siendo absorbidos en mayor o menor grado según el espesor, la densidad del material y la longitud de onda de la radiación. Con esta técnica, la radiación logra así impresionar una película o placa fotográfica, situada en el lado opuesto del material de donde se incide el haz de radiación. Un material que es homogéneo absorbe una cantidad de energía similar en todo su volumen y la imagen radiográfica no presentará diferencia de tonalidades. Sin embargo, cuando existe una sección más delgada, o un vacío (grietas o porosidad) o localmente bajos valores de densidad, la radiación atraviesa con más intensidad e impresiona en mayor proporción la película radiográfica, de tal manera que se puede apreciar una diferencia de tonalidad en la película radiográfica. Por esta razón los rayos X o gamma son normalmente utilizados para mostrar discontinuidades o defectos localizados dentro del material. Ante diferencias en la densidad, la impresión de la película varía. Zonas más densas tendrán una mayor absorción de energía y en consecuencia menor impresión de la película. Zonas menos densas tendrán una menor absorción de energía y en consecuencia mayor impresión de la película. Fundamentalmente la imagen radiográfica es una sombra proyectada por el objeto sobre la película radiográfica cuando este es irradiado, donde las partes internas del objeto también proyectarán sus sombras en la imagen. Por lo tanto, se requiere de mucha atención a la hora de interpretar una radiografía, en especial en materiales como las espumas donde el material está compuesto de una serie de espacios vacíos no uniformes y sobrepuestos. En la aplicación de esta técnica no destructiva interesa finalmente la calidad radiográfica, definida como la cantidad de información recabada en relación con la que se debería contar si estuviera correctamente expuesta, correctamente procesada y examinada.

Las siguientes leyes físicas de la radiación (ver por ejemplo [Als11]) gobiernan la formación de una imagen radiográfica y de su calidad. Estas son necesarias para interpretar correctamente la radiografía de una espuma metálica y analizar la fiabilidad y el valor de las imágenes radiográficas, funciones de la definición y el contraste.

- Ley de propagación

El haz de radiación viaja en línea recta en un medio homogéneo e isótropo. Supongamos que exista un defecto en una probeta de espuma como una acumulación de material en forma homogénea a lo largo de una cierta región. Este defecto es más fácil de detectar si su máxima dimensión está orientada en la dirección de propagación del haz, en vez de que su orientación fuese en forma perpendicular. Es más, si un defecto tiene poco espesor y se ubica en forma perpendicular al haz de radiación, las posibilidades de detectarlo son menores. Por este motivo el objeto que se analiza debe ser examinado en distintas direcciones.

- Ley de ampliación

La imagen obtenida en la radiografía es mayor que la del objeto.

- Ley de la penumbra

Normalmente se considera que la fuente de rayos es puntual, esto es, que todo el haz emerge de un mismo punto, sin embargo, todo emisor de radiaciones posee un tamaño de foco determinado. Cada

punto de la fuente se comporta a su vez como una fuente, dando lugar a una imagen de cada punto del objeto, distinta de la formada por cualquier otro punto de la fuente. A este efecto se le llama penumbra geométrica, que consiste en la superposición de las sombras proyectadas por cada punto de la fuente, cuyas dimensiones son finitas y que se comportan como si fueran focos aislados. Debe considerarse que, si aumenta el tamaño de la fuente y la distancia del objeto a la película, la penumbra geométrica aumenta y si aumenta la distancia de la fuente a la película y disminuye la distancia del objeto a la película, la penumbra geométrica también disminuye. Por tanto, hay que procurar que el tamaño de la fuente sea el menor posible y la distancia de la fuente a la película el mayor posible. Este fenómeno de penumbra puede verse en la imagen radiográfica, cuando en zonas del objeto más alejadas de la película está presente una peor nitidez que en las zonas más próximas.

- Ley de atenuación por la distancia o de los cuadrados decrecientes

En síntesis, si la distancia que separa la fuente del punto donde se mide la intensidad del haz se duplica, la intensidad se reduce a la cuarta parte, es decir, la intensidad de un haz de radiación se atenúa en razón inversa al cuadrado de la distancia que separa la fuente del punto donde se mide.

- Ley de absorción

Existen dos formas básicas de radiación que emergen cuando la radiación atraviesa un cuerpo, la radiación primaria transmitida no modificada y radiación secundaria originada por la interacción del haz primario con el objeto. La primaria es la que ha seguido una travectoria rectilínea desde la fuente emisora a través del material que se va a inspeccionar, sin que se hayan producido en ella fenómenos de absorción o desviación. Esta es la componente de radiación útil registrada y medida en la inspección radiográfica. La radiación secundaria es la radiación producto de las colisiones de los fotones del haz primario con el material y que se conoce como "efecto Compton". La longitud de onda de esta radiación es menor que la radiación primaria y varía entre amplios límites, una parte apreciable podría emerger del objeto examinado, dando lugar a efectos no deseados. Este problema se da más con tensiones de alimentación de los tubos de rayos X comprendidas entre 200 y 500 KV, mientras que se presentan menos dificultades ocasionadas por la radiación secundaria cuando se emplean equipos del orden de los 150 KV y menos. Estas consideraciones son válidas también para la radiación gamma, en este caso se debe considerar el nivel energético del isótopo que esté generando la radiación. En el caso del Iridio 192 este posee un valor energético análogo al rango de los equipos de rayos X dentro del primer intervalo indicado (200 - 500 KV). El fenómeno de generación de radiación secundaria en el objeto se aprecia cuando sobre la película radiográfica se observa un velo uniforme que reduce el contraste y resta definición a la imagen radiográfica.

Bajo todas estas premisas, la aplicación de esta tecnología podría detectar en una espuma metálica:

- a) variación de densidad, es decir zonas de mayor o menor densidad que atenúan en forma diferente la energía de radiación incidente;
- b) cavidades y porosidad que, por tener menor densidad que el metal, se dejan atravesar más fácilmente por la radiación, formando unas impresiones oscuras redondeadas; la importancia de este defecto depende del tamaño de la cavidad y la eventual distancia que existe entre varias cavidades porque influencia las propiedades físicas del material celular;
- c) inclusiones sólidas, acumulación de material sin formar poros que, por tener mayor densidad, la radiación la atraviesa con mayor dificultad, formando impresiones claras;
- d) fisuras y grietas entendidas como formaciones continuas y largas de porosidades o cavidades fuera de lo común, las cuales pueden aparecer como discontinuidades oscuras, onduladas, de

grueso variable y ramificadas; este defecto también afecta la densidad y las propiedades mecánicas del material celular.

Por ejemplo, aplicando la técnica de radiografía con rayos X a probetas o especímenes de materiales porosos y celulares de poco espesor, se podría facilitar la observación de la distribución de los poros, la diversidad de tamaños, las composiciones y formas de conexión entre poros. Podría observarse la forma de las burbujas, su deformación y en general las zonas con estructuras de mayor o menor irregularidad. En particular se podrían relevar características típicas de la estructura de las espumas metálicas obtenidas en un molde y usando precursores por vía de metalurgia de polvos. En este caso, dos aspectos importantes de no homogeneidad son: a) la distribución de los poros en la cercanía de las paredes externas de la espuma, de dimensiones más pequeñas que los poros al interno del material debido al mecanismo térmico de solidificación; b) la acumulación de material solido en las zonas inferiores del molde por la acción de la gravedad.

6.3.2 Técnicas de escaneo con rayos X y gamma

La radiación X o gamma es un tipo de radiación electromagnética producida por elementos radiactivos. Constituyen un tipo de radiación ionizante capaz de penetrar en la materia y no puede ser detenida completamente. La determinación de la densidad de un material, usando técnicas de radiación X o gamma, se basa en la relación aproximada de atenuación de los rayos que son emitidos por la fuente radiactiva y atraviesan la muestra. La atenuación de rayos perfectamente colimados que inciden sobre la superficie de la muestra se expresa por la siguiente ley de Beer-Lambert:

$$I/I_0 = e^{-\mu_l t} \qquad (6.10)$$

dónde

I = intensidad del haz de radiación después de pasar a través de la muestra

 I_0 =intensidad del haz de radiación sin pasar a través de la muestra

 μ_l =coeficiente de atenuación lineal de la muestra (*cm*⁻¹)

t = grosor de la muestra (cm)

e = base logarítmica natural

I e I_0 se pueden medir durante el experimento, mientras que μ_l se expresa mediante la ecuación:

$$\mu_l = \mu_m \times \rho \quad (6.11)$$

con

 μ_m =coeficiente de atenuación de la masa de la muestra (cm^2/g) ρ = densidad de la muestra (g/cm^3)

Para una fuente radiactiva con energía determinada, el coeficiente de atenuación de la masa material depende solamente de la estructura química de este y por lo tanto se puede calcular. Determinado así los valores de *I*, I_0 , *t* y μ_m es posible calcular la densidad ρ del material que se encuentra en la trayectoria de los rayos X o gamma. De hecho, el sistema de medición determina la absorción de

radiación de un rayo colimado de una fuente con energía conocida, la cual está relacionada con la densidad real de la muestra mediante estos principios básicos de atenuación de la radiación. Los coeficientes de atenuación pueden ser obtenidos de base de datos y en algunos equipos comerciales pueden inclusive ser medidos por el mismo equipo usando muestras con densidad conocida. La cantidad de radiación emitida por una fuente de radiación es proporcional al tiempo de exposición y a la fuerza o potencia de la fuente expresada en curios o milicurios. Al ser la cantidad de radiación proporcional a estos dos factores, actividad de la fuente y tiempo, también será directamente proporcional a su producto. Debe considerarse además que la calidad de la radiación (longitud de onda) emitida por cualquier fuente emisora de rayos gamma permanece fija, no existiendo posibilidad de variación como ocurre en cambio en el caso de la radiación X al modificar la tensión de excitación.

6.3.3 Aplicaciones de técnicas de medición no destructivas para la determinación de perfiles de densidad

Las aplicaciones de la radiación a nivel industrial incluyen la detección de problemas mecánicos, optimización y/o mantenimiento preventivo de equipo funcional ([Asm02], [Har12]) por lo que encontramos mediciones de espesores, niveles y densidades. La radiación es además utilizada en experimentos con trazadores para obtener información exacta y detallada de mecanismos y estado de procesos y equipos industriales. Las ventajas del uso de estas tecnologías para la medición se centran justamente en su característica no destructiva. Los métodos permiten el estudio de materiales o componentes sin perjudicar su funcionalidad y utilidad futura, al no alterar esencialmente sus propiedades físicas y químicas. Además, se obtienen resultados de manera rápida y precisa y sin la producción de desechos asociada a las demás técnicas de análisis convencionales [Ast10], [Ast17]. De estas tecnologías de medición, la literatura cita su uso en aplicaciones para la medición de densidades en materiales porosos y celulares, mostrando gran potencial de implementación [Ban01b], [Sol07], [Vil07], [Mor14], [Niz08].

Para el caso de los materiales porosos, Harland [Har66] en un trabajo pionero de hace 50 años aplica radiación gamma para medir variaciones de densidad en núcleos, cubos y vigas de concreto. Sucesivamente Őzturk et al. [Ozt03] usan ultrasonido y determinan variaciones espaciales de densidad y módulo de Young en probetas de diferentes tipos de concreto. Aplicaciones de técnicas con gamma scanning (GS) son desarrolladas por Villain et al. [Vil07] para la determinación de perfiles de carbonatación en el concreto, midiendo variaciones espaciales de densidad que es función de la energía de radiación absorbida por el medio. Siempre para la carbonatación del concreto, Han et al. [Han12] usan tomografía con rayos X computarizada para evaluar la presencia de defectos y su distribución en el volumen. Más recientemente Lacerda et al. [Lac17] monitorean el progreso del fenómeno de carbonatación en un compuesto cementico mediante mictrotomografia con rayos X, sin embargo, los autores no logran identificar la región carbonatada que es más densa, dificultad que podría atribuirse a la reducida potencia del equipo. La misma situación es experimentada en otro trabajo [Lyd14], pero con un tratamiento sucesivo de las imágenes se logra representar el aumento de atenuación de la radiación en las regiones carbonatadas, que justamente representan las regiones con un aumento de densidad. Otra aplicación se debe a Prade et al. [Pra15] que aplican la radiografía con rayos X de tipo dark-field para investigar los cambios microestructurales del cemento fresco y a Sharma et al. [Sha11] que usan radiación gamma para investigar la variación de la densidad de estructuras de concreto en presencia de defectos. Radiación gamma es usada también por Duffó et al. [Duf15] para estudiar la relación entre corriente aplicada y el daño de los refuerzos metálicos del concreto durante pruebas de corrosión acelerada. En cambio, Kuwazuru *et al.* [Kuw08] investigan la porosidad y su efecto sobe la fatiga mecánica de una aleación de aluminio fundido empleando técnicas no destructivas con rayos X.

Para las espumas metálicas, la literatura señala que la densidad se puede estimar pesando una muestra de volumen conocido mientras que el resto de variables de la estructura se examina normalmente por técnicas de microscopia, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y tomografía de rayos X. En particular, la tomografía computarizada de rayos X (x-ray computed tomography, CT) proporciona imágenes de bajo aumento de planos dentro de una espuma que se pueden montar en una imagen en tres dimensiones. Este método permite examinar el interior de una espuma y estudiar la distorsión de las celdas comparando imágenes sucesivas [Ash00]. La micro CT se ha utilizado para establecer relaciones entre las características de la estructura celular y las propiedades mecánicas o para evaluar los efectos de los elementos aditivos en la estructura de espuma. Para las espumas metálicas algunos resultados importantes han sido reportados por dos grupos de investigación alemanes, respectivamente de los Institutos Fraunhöfer IZFP de Dresda [Hel00] e IFAM de Brema [Ban01b], que han aplicado la técnica de radiografía a rayos X (RX) y la de tomografía computarizada con contraste de fase. Solorzano et al. [Sol07] investigan los gradientes de densidad de espumas metálicas de aluminio mediante tomografía computarizada y obtienen una relación ley de potencias para determinar la conductividad térmica de este material. En particular estos autores combinan las técnicas CT y micro-CT para analizar la influencia que los gradientes de densidad y la homogeneidad de la espuma en los valores de conductividad térmica. Chinè [Chi09] investiga los métodos no destructivos empleados en materiales compuestos y celulares concluyendo que las diferentes técnicas con rayos x pueden ser beneficiosas para su caracterización. Elmoutaouakkil et al. [Elm02] usan la tomografía a rayos X para estudiar la morfología de espumas en 2D y 3D obtenidas de tres procesos diferentes. El trabajo se centra en la medición de parámetros como el tamaño de las celdas, su distribución, la morfología y la conexión entre ellas.

A manera de conclusión, entre los métodos encontrados para la medición de la densidad en materiales celulares y porosos, que se identifican en la literatura con alto potencial de aplicación, se encuentran justamente las técnicas no destructivas, en particular el análisis de imágenes 2D o 3D, la radiografía de rayos X, la tomografía computarizada de rayos X y el escaneo con rayos X y gamma. La elección en la mayoría de los casos de la tecnología de medición depende de la disponibilidad de equipamiento y de la conveniencia de adaptar esa tecnología a los parámetros de interés.

7 Metodología

7.1 Metodología para mejorar el sistema de medición con GS y RX (Obj.2)

A continuación, se presenta la metodología general de trabajo, aspectos específicos se detallan durante los resultados.

Para facilitar la comprensión, las actividades para mejorar el sistema de medición se explican en tres etapas, parte de la segunda y la tercera corresponden a las mejoras realizadas durante el presente proyecto.

La primera detalla la configuración previa que poseía el sistema de medición, así como las necesidades inmediatas que demandaron una estrategia para mejorar la adquisición de datos y movimiento de la muestra frente al foco de radiación. La segunda etapa detalla el diseño e implementación de un sistema electromecánico con la capacidad de mover la muestra de manera autónoma en dos direcciones, horizontal y vertical, así como rotarla, mientras se realizan las mediciones necesarias sobre la superficie del material expuesta al foco de radiación. En esta etapa se diseñaron los elementos mecánicos, estructurales y eléctricos incorporados al sistema, así como una explicación detallada de la secuencia de control programada en LabVIEW para llevar a cabo un proceso de medición completo. Se destaca que la secuencia de control programada en LabVIEW ha sido varias veces modificada con el objetivo de mejorar el desempeño de manipulación del equipo. La tercera etapa describe un nuevo proceso de mejora realizado sobre el sistema resultante de la etapa dos a raíz de los hallazgos encontrados al finalizar los experimentos realizados sobre el patrón escalonado. Esta sección expone el sistema de medición de ángulos y alineación óptica implementado para asegurar que no exista una desviación o desfase espacial entre los diferentes componentes del aparato de medición.

Durante la exposición de los resultados de implementación se comentan las actividades para validar la implementación de las mejoras. Pero para validad si el sistema de medición es capaz de medir la intensidad de radiación que atraviesa el material, es necesario planificar experimentos que lo confirmen. Para esto se utilizó un "patrón escalonado" (escalones con diferentes espesores) de aluminio 6061 y por tanto de densidad conocida. La metodología para este proceso se presenta en la sección 7.2.

7.2 Metodología para la evaluación experimental del sistema de medición (Obj.2)

Para la evaluación experimental del sistema de medición se hizo uso de un patrón escalonado de aluminio estandarizado 6061 (Fig. 7.1) con dimensiones de 37.6 cm de longitud, 5 cm de altura y un grosor variable distribuido en 15 escalones que van desde los 15 mm hasta 1mm, con una diferencia entre cada escalón de 1mm. Este elemento no fue diseñado en este proyecto, pero constituye un patrón de referencia para comprobar la mejora de las mediciones.



Figura 7.1 - Patrón escalonado de aluminio estandarizado 6061.

La estrategia de medición utilizada fue la siguiente: para cada escalón se seleccionaron dos puntos de medición (Fig. 7.2), donde los puntos rojos son representativos e ilustran la ubicación donde se realizaron las mediciones). La distancia absoluta en la que se ubican estos puntos con respecto a la base del material y el borde vertical izquierdo se detalla a continuación:

- 1. Primer punto: altura 1cm desde la base, 1.1cm del borde vertical.
- 2. Segundo punto: altura 4cm desde la base, 1.1cm del borde vertical.



Figura 7.2 - Indicación aproximada de los puntos de medición dentro del patrón escalonado.

El comportamiento esperado para ambos puntos de medición al recorrer el patrón de aluminio del escalón más grueso al más delgado es una recta con pendiente creciente, pues se supone que entre más pequeño es el grosor del material sobre el cual incide la radiación, más cantidad de partículas son capaces de atravesarlo y si el cambio en dicho grosor es proporcional y gradual también lo debe ser la intensidad (medida como cuentas por segundo) del haz de radiación atenuado.

Los parámetros de medición que pueden configurarse en el sistema para la adquisición de los datos son los siguientes:

- tiempo de muestreo,
- numero de repeticiones por punto de medición
- tiempo de muestreo
- avance horizontal
- avance vertical
- diámetro colimador
- diámetro detector
- otros como la configuración espacial del sistema de medición, es decir, la distancia del colimador de la fuente al patrón, la distancia del detector de centelleo al patrón, Offset de la plataforma (posición inicio medición)

7.3 Preparación de muestra de aluminio poroso (defectos, Obj3)

Con el propósito de aplicar las técnicas no destructivas al material aluminio poroso y poder determinar los gradientes de densidad mediante la técnica de gamma scanning, se seleccionaron dos tipologías de muestras: la primera siendo manufacturada con aluminio y un proceso de fundición, la segunda en cambio mediante un proceso de maquinado de una aleación de aluminio 6061.

Para el caso del aluminio de fundición, la muestra se fabricó mediante un proceso de moldeo y fundición (colada) usando equipos de la Escuela de Ciencia e Ing. de Materiales, entre los cuales un horno de inducción electromagnética Inductoterm. Diseñada la forma de la pieza de aluminio poroso, para su fabricación se procedió de acuerdo a los siguientes pasos fundamentales:

- 1. construcción del prototipo o patrón, denominado modelo (pattern), con el cual se debe elaborar sucesivamente el molde de la pieza de aluminio;
- 2. fabricación del molde mediante el modelo anterior, es decir del bloque refractario usando arena, el cual contiene la forma en "negativo" de la pieza de aluminio poroso; el bloque refractario contempla una serie de ductos, por los cuales se debe llenar la cavidad y también una reserva de metal (mazarota), para compensar la contracción volumétrica que se origina por el cambio de líquido a sólido durante el proceso de solidificación;
- 3. extracción del modelo del molde, eliminación de residuos del medio del moldeo (granos de arenas) y pintado de las cavidades del molde;
- 4. por último, cierre de las partes del molde, en este caso cierre de dos medios moldes.

Sucesivamente se fundió aluminio en el horno de inducción con electromagnética Inductoterm y se llenó el molde de la pieza con aluminio líquido. Después de la solidificación del aluminio, se procedió a romper el molde para recuperar la pieza fundida y realizar las operaciones de acabado y terminado final. Las operaciones de acabado se ejecutaron mediante procesos de corte y limpieza hasta obtener la pieza fundida final. En la Fig. 7.3 se muestra la muestra de aluminio poroso. La pieza de aluminio posee una sección lateral similar a un trapecio rectángulo truncado, teniendo su base una longitud de 8.9 cm, su arista izquierda 5 cm de altura y su arista derecha 2.1cm. La dimensión transversal del material es de aproximadamente 7.2 cm. El interior de la muestra presenta un macroporo con un diámetro de aproximadamente 1.1 cm en la parte externa visible.



(a)



(b)

Figura 7.3 – Muestra de aluminio con macroporo obtenida mediante proceso de fundición: (a) vista frontal; (b) vista lateral.

La muestra de aleación Al6061 fabricada mediante tecnología de maquinado, es de base cuadrada 17. 0 cm x 17.0 cm y altura (grosor) de 3.8 cm (Fig. 7.4). La muestra cuenta con dos filas de agujeros, respectivamente de diámetro igual a 1 mm y 3 mm, distribuidos uniformemente a lo largo de su base, los cuales fueron maquinadas con profundidades que varían linealmente en el grosor. En la muestra, la distancia entre los centros de los agujeros es constante e igual a de 20 mm. De acuerdo a la distribución de estos macroporos, debido a la variación lineal de su profundidad y a la distancia constante entre los centros, se genera un gradiente de densidad lineal en el grosor de la muestra.



Figura 7.4 – Muestra de aluminio 6061 fabricada mediante proceso de maquinado y con macroporos de profundidad conocida y distribuidos con intervalos regulares en la base.

7.4 Preparación de muestra de aluminio celular (espuma metálica, Obj3)

Los precursores utilizados fueron fabricados por la empresa austríaca Aluligth® GmbH, de una aleación AlSi10 mezclada con un polvo de hidruro de titanio (TiH2) al 0,80% en peso, se usaron para producir las muestras de espuma. Se cortaron varillas rectangulares de 2,0 x 16,5 x 4,0 cm3 del material precursor y se colocaron en la cavidad de un molde de acero con una base cuadrada de lado igual a 16,5 cm y una altura de 4,0 cm (dirección Z en Fig. 7.5). El proceso de expansión de las espumas de aluminio se desarrolló calentando el molde en un horno de convección de laboratorio Nabertherm®, colocando las caras del molde XY perpendiculares a la dirección de la gravedad y regulando la temperatura y velocidad de calentamiento hasta alcanzar un valor de 680 °C . Una vez que el gas H2 se libera del TiH2 en la matriz de fluido de AlSi10 + Ti, el proceso finaliza controlando la tasa de solidificación de la espuma de aluminio. El resultado del proceso es un metal celular con una distribución de poros irregular y, por lo tanto, una densidad variable en todo su volumen.

Los parámetros técnicos utilizados para el proceso de espumado con precursor y horno de convección son los siguientes,

- 1) Objetivo de la espuma: densidad 550.00 kg/m³, densidad relativa 20.37%, masa 635.80 g.
- 2) Parámetros de proceso de espumado: temperatura 680°C, Tiempo 1240 s.
- 3) Parámetros de enfriamiento: uso de aire comprimido, chorros de aire desde abajo.
- 4) Espécimen resultante: final 656.35 g, densidad 567.77 kg/m³, densidad relativa 21.03%.

Las mediciones de perfiles de atenuación se realizaron escaneando las muestras de espuma de la Fig. 7.5 a lo largo de su eje X (el grosor cruzado es Z) y a lo largo del eje Z (el grosor cruzado es X), con pasos de posicionamiento de 4 mm y 2 mm respectivamente y registrando las partículas capaces de cruzar el espesor de la muestra en un intervalo de tiempo de 30s.

Más tarde, se obtuvieron ocho muestras experimentales extrayendo un bloque de 7.8x7.2x4.0 cm3 (Fig. 7.5) de la región media de la espuma de aluminio fabricada. Usando una Máquina de Descarga Eléctrica (EDM), se produjeron ocho probetas (Fig. 7.6) seccionando el bloque en la dirección Y. El conjunto de las mediciones originales de atenuación gamma se procesó para las ocho probetas, obteniendo como resultado 19 valores que componen un perfil a lo largo del eje X y 17 valores que componen un perfil que llamamos gradiente, a lo largo del eje Z, para cada una de las probetas. Finalmente, utilizando la Ley de Beer Lambert, Ec.6.10 se determinó el valor de la densidad para cada punto de medición, obteniendo así los perfiles de densidad.



Figura 7.5 – Sistema de referencia, geometría del bloque extraído de la muestra de espuma metálica y la dirección de la gravedad.



Figura 7.6 – Muestras de espuma metálica de aluminio: las últimas 7 unidades (muestras n° 2 a n° 8) con un ancho de 0,78 cm y una (n°1) de 1,74 cm, obtenidas de un bloque original de 7.8x7.2x4.0 cm³.

7.5 Determinación de características morfológicas de la espuma (Aporte adicional) Metodología no contemplada en diseño original del proyecto

Las características morfológicas (circularidad, diámetro equivalente y grosor de pared) de un material celular se pueden calcular al realizar un análisis de una imagen 2D de su matriz interna. Este análisis está basado en el principio de detección de bordes, el cual se puede definir como la detección de ciertas líneas que, bajo un criterio de selección, demarcan diferentes límites que ayudan a dividir la apariencia de la imagen [Jai89]. En general, el algoritmo implementado sigue una serie de pasos que

permiten identificar cada una de las burbujas de la matriz porosa, diferenciándolas de las paredes del material al basarse en los puntos dentro de la imagen donde se producen cambios claros y definidos en su intensidad [Dhr15], [Zhu14], [Zhu14b], [Mal07].

Dicho algoritmo fue implementado en MATLAB[®] y utiliza imágenes de alta resolución obtenidas al escanear la matriz porosa de un material. En general, el proceso desarrollado se puede describir en 7 acciones o pasos:

- 1. Importar la imagen en el espacio de trabajo de MATLAB[®].
- 2. Aplicar un enmascaramiento previo de la imagen basado en un valor límite de intensidad para aumentar de manera significativa la calidad de los bordes de las burbujas.
- 3. Refinar la imagen para remover la mayor cantidad de "ruido" sin dañar los verdaderos bordes de las burbujas dentro de la imagen.
- 4. Detectar los bordes de cada burbuja por medio del método de Canny haciendo uso de un valor límite específico para cada imagen basado en la distribución de su intensidad.
- 5. Rellenar las burbujas identificadas basado en cada uno de los bordes detectados.
- 6. Calcular el área, perímetro, diámetro equivalente y grosor de pared de cada burbuja.
- 7. Aplicar un enmascaramiento de color basado en diámetro equivalente para clasificar visualmente cada burbuja según su tamaño.

En las secciones siguientes estos 7 pasos se explicarán con detalle, haciendo referencia al código escrito y las imágenes resultantes para cada acción realizada.

Paso 1. Importar la imagen

I = imread('C:\.....\30-D.tif'); % load image I = I(:,:,1:3); I = rgb2gray(I);

- I = double(I);
- I = imadjust(I);

Se importa la imagen en el área de trabajo de MATLAB[®], asignándole una variable única para su posterior manipulación. Dicha acción se realiza al ejecutar la función *"imread"* en la cual se debe especificar la ruta o ubicación de la imagen escaneada dentro del PC. La Fig. 7.7a muestra un ejemplo de imagen importada. En este caso, la imagen corresponde a la matriz porosa de una espuma metálica de aluminio, donde las formaciones en negro son las burbujas del material.

Se le da a la imagen un formato en 3 dimensiones, ya que en ocasiones la imagen escaneada puede estar descrita en 4 dimensiones (3 de color correspondientes a la combinación de rojo, verde y azul o RBG en inglés, y una de profundidad), formato que algunas funciones de MATLAB[®] no soportan (por ejemplo, la conversión de una imagen de color a escala de grises). Con la segunda línea de código implementada se elimina la dimensión de profundidad sin afectar la calidad o información relevante de la imagen, obteniendo una imagen RBG pura.

La función *"rgb2gray"* convierte la imagen RGB pura obtenida en una imagen en escala de grises. Esta acción es necesaria ya que las diferentes funciones que incorpora MATLAB[®], y que hacen uso del método de detección de bordes, identifican discontinuidades o cambios unidimensionales (escala de grises) en la intensidad de una imagen y no valores tridimensionales correspondientes a la intensidad de cada uno de los colores básicos (rojo, verde y azul) de una imagen RBG.

La función *"double"* convierte los valores simbólicos obtenidos por cada pixel de la imagen en escala de grises en valores con doble precisión (incrementa el número de cifras significativas), lo que permite seleccionar, posteriormente, los valores límite de intensidad de manera más precisa.

Por último, la función *"imadjust"* aumenta significativamente el contraste de la imagen. La Fig. 7.7b muestra el resultado de la ejecución de estas 4 últimas líneas de código.



Figura 7.7 – Imagen 2D de espuma de aluminio, a) importa, b) escala gris.





En este paso se seleccionan los pixeles con un valor de intensidad mayor a 225, es decir, aquellos que ofrecen un contraste marcado entre las paredes del material poroso y los bordes de las burbujas, de esta manera, las zonas dentro de las burbujas que, por efecto del haz de luz incidente en el momento del escaneo poseían una intensidad cercana a la intensidad de las paredes, fueron, en su mayoría, eliminadas y sustituidas por pixeles con un valor de cero (negro). Esta acción asegura que los bordes por detectar sean los limites verdaderos de las celdas y no se dé un efecto de pantalla creado por estas zonas de baja intensidad. La Fig. 7.8 muestra la salida obtenida al ejecutar la línea de código mostrada.



Figura 7.8 – Imagen enmascarada para la confirmación de bordes de burbuja.

Paso 3. Refinar la imagen.

BWclean = bwareaopen(M,100);

Con el fin de eliminar cúmulos de pixeles que no representan burbujas debido a su tamaño, o que no son parte del borde esencial de una celda, la función *"bwareopen"* identifica y elimina de la imagen binaria grupos de pixeles conectados entre sí que no superen las 100 unidades. Dichas agrupaciones de pixeles se pueden catalogar como "ruido" y no aportan información relevante que pueda ayudar a caracterizar la matriz porosa del material. Debido a la alta resolución de la imagen utilizada (14891x7805 pixeles), la eliminación de grupos de pixeles menores o iguales a 100 unidades no es apreciable a simple vista, por lo que la imagen resultante de este proceso carece de valor real.

Paso 4. Detección de bordes.

BWs = edge(BWclean, 'canny', 0.05);

La función "*edge*" detecta en la imagen binaria los diferentes bordes que delimitan las burbujas presentes en la matriz porosa del material analizado. El método específico utilizado es el "*Canny Operator*", el cual encuentra bordes al buscar los gradientes máximos de intensidad en la imagen. Dichos gradientes son calculados al utilizar la derivada de un filtro gaussiano, lo que le permite identificar bordes fuertes y débiles (mayor o menor cambio en la intensidad) con gran precisión[Mat18a]. Los bordes que no sobrepasen el valor de umbral especificado (en este caso, 0.05) son ignorados. Debido al enfoque por gradientes que utiliza este método, es menos propenso a ser afectado por el "ruido" o a dejar pasar bordes débiles que son verdaderos límites de una burbuja (situaciones que sí afectan a otros tipos de métodos, por ejemplo, el método "*Sobel*" o "*Roberts*"). La Fig. 7.9 muestra el resultado de aplicar este método a la imagen previamente procesada.



Figura 7.9 – Contraste de borde de burbujas, en blanco.

Paso 5. Rellenar los bordes identificados.

BWdfill = imfill(BWs, 'holes');

Como se notó en la Fig.7.10 la salida de la función *"edge"* es precisamente un mapa que contiene solamente los bordes detectados de las burbujas. Por este motivo es necesario *"rellenar"* las burbujas o agujeros creados o delimitados por los bordes identificados. Esta tarea se puede realizar mediante la función *"imfill"*, la cual llena del borde hacia dentro las diferentes burbujas diferenciadas en la imagen. La Fig. 7.10 muestra el resultado de esta operación, donde las estructuras de color blanco (con un valor de 1) son, precisamente, las celdas de la matriz porosa del material analizado.



Figura 7.10 –Imagen de espuma con Burbujas rellenas en blanco.

Paso 6. Cálculo de las propiedades morfológicas de cada celda.

stats = regionprops('table',BWfill,'Area','EquivDiameter','Perimeter'); stats = sortrows(stats,{'Area','EquivDiameter','Perimeter'},'descend');

El cálculo del área, diámetro equivalente y perímetro de cada una de las burbujas identificadas se puede realizar al aplicar la función *"regionprops"*, la cual estima el área como el número actual de pixeles (con un valor de 1 o de color blanco) en una región (burbuja) determinada, el diámetro equivalente como el diámetro de un circulo con la misma área de la región y el perímetro como la distancia alrededor del límite de la región [Mat18b], respectivamente. Se debe notar que la salida de esta función se da en pixeles, por lo que, para obtener una medición real de cuantos mm² o mm lineales, por ejemplo, corresponden a cierta estimación del área o el perímetro, se debe realizar una conversión adecuada basada en las medidas reales de la muestra sobre la cual se realizó el escaneo.

Para la estimación de los grosores de pared, definidos como la menor distancia entre dos burbujas adyacentes [8], el algoritmo implementado se muestra a continuación.

I = imcomplement(BWfill);

 $[y_{1,x_{1,z_{1}}] = size(I);$

```
step_V = 377;

n = floor(x1/step_V);

Cwall_V = 1;

Vertical = zeros (80,50);

for i=1:n

A = zeros (80,1);

y_datatemp = I(:,Cwall_V);

stats_V = regionprops(y_datatemp,'Area');

stats_V = struct2array(stats_V);

stats_V = stats_V';

[y2, x2, z2] = size(stats_V);

A(1:y2, 1:1) = stats_V;

Vertical(:,i) = A;

Cwall_V = Cwall_V + step_V;
```

end

Donde el primer paso es crear el complemento de la imagen binaria procesada, pues en este caso lo que se quiere calcular es un parámetro externo a la burbuja como tal, es decir, el objetivo es contar cuantos pixeles existen entre una burbuja y otra, y para este alcanzar este objetivo, la función *"regionprops"* necesita que los pixeles que va a utilizar para hacer dicho conteo tengan un valor de 1 (color blanco).

El segundo paso es conocer las dimensiones, en pixeles, de la imagen por analizar y, basados en este dato, hacer una distribución uniforme de los pasos de avance que se pueden dar sin sobrepasar el límite o tamaño de la imagen, por ejemplo, si la imagen tiene 10 000 pixeles de largo y se define un paso de avance cada 200 pixeles (es decir, cada 200 pixeles se van a calcular los grosores de pared que se encuentren en esa coordenada), se pueden obtener un máximo de 50 perfiles de medición. También se debe definir una matriz de ceros que pueda ser modificada conforme avanzan los perfiles de medición (dicho arreglo funciona como una matriz dinámica).

Por último, se crea un ciclo "for" el cual estima, en cada iteración, los grosores de pared encontrados a lo largo de la coordenada definida en el cálculo anterior (perfil de medición). De nuevo, la función "regionprops" cuenta cuantos pixeles existen entre los bordes de dos burbujas adyacentes, y una vez realizada la estimación, los valores obtenidos son guardados en la posición correspondiente sustituyendo una columna de la matriz de ceros. Dicho proceso se repite hasta realizar la totalidad de los perfiles de medición definidos.

Paso 7. Caracterización visual.

D0 = find([stats.EquivDiameter] < 189); D1 = find([stats.EquivDiameter] > 190 & [stats.EquivDiameter] < 377.5); D2 = find([stats.EquivDiameter] > 377.6 & [stats.EquivDiameter] < 566);

D3 = find([stats.EquivDiameter] > 567 & [stats.EquivDiameter] < 754);

D4 = find([stats.EquivDiameter] > 755 & [stats.EquivD D5 = find([stats.EquivDiameter] > 945 & [stats.EquivD D6 = find([stats.EquivDiameter] > 1140 & [stats.Equiv] D7 = find([stats.EquivDiameter] > 1210);	biameter] < 942); biameter] < 1070); Diameter] < 1295);
BW0 = ismember(labelmatrix(cc), D0):	
BW1 = ismember(labelmatrix(cc), D1);	
BW2 = ismember(labelmatrix(cc), D2);	
BW3 = ismember(labelmatrix(cc), D3);	
BW4 = ismember(labelmatrix(cc), D4);	
BW5 = ismember(labelmatrix(cc), D5);	
BW6 = ismember(labelmatrix(cc), D6);	
BW7 = ismember(labelmatrix(cc), D7);	
DCD 0 $ret(2, DW0 * 1, DW0 * 0.2, DW0 * 0).$	0/ Dad
$RGB_0 = cal(3, BW0 * 1, BW0 * 0.2, BW0 * 0);$ $PCD_1 = cal(2, BW1 * 0.7, BW1 * 0.0, BW1 * 0);$	% Red
$RGB_1 = cal(5, BW1 * 0.7, BW1 * 0.9, BW1 * 0);$	% Green
$RGB_2 = cat(3, BW2 * 0.7, BW2 * 0.8, BW2 * 1);$	% Light blue
$RUB_{3} = Cal(3, BW 3 * 0.9, BW 3 * 0.5, BW 3 * 0.4);$	% Solt pink
$RGB_4 = cat(3, BW4 * 0.9, BW4 * 1, BW4 * 0.1);$	% Yellow
$RGB_5 = cat(3, BW5 * 0.7, BW5 * 0.3, BW5 * 0.9);$	% Purple
$RGB_6 = cat(3, BW6 * 0.6, BW6 * 0.6, BW6 * 0.6);$	% Grey
$RGB_{/} = cat(3, BW / * 0.9, BW / * 0.6, BW / * 0);$	% Orange
comb_img = imlincomb (1, RGB_0, 1, RGB_1, 1, RGB RGB_6, 'double');	B_2, 1, RGB_3, 1, RGB_4, 1, RGB_5,

El paso final corresponde a la creación de una máscara de color que permita la visualización de la distribución de las burbujas según su tamaño. Para tal propósito, y haciendo uso del cálculo del diámetro equivalente obtenido en el Paso 6, se deben crear los rangos, en pixeles, que corresponden a un determinado tamaño de burbuja (en mm). Por ejemplo, para el código mostrado, el rango de la variable D0 corresponde a un diámetro equivalente menor a 1mm, el D1 entre 1mm y 2mm, el D3 entre 2mm y 3mm, y así sucesivamente, donde la función *"find"* encontrará las burbujas que cumplan estrictamente cada una de las condiciones implementadas.

1,

Con esta categorización, el siguiente paso es separar los diferentes grupos identificados. Esto es posible al ejecutar la función *"ismember"*, la cual crea una matriz con solamente los elementos de cada categoría de tamaño creada. De esta manera, la matriz BW0 solo contiene las burbujas que poseen un diámetro equivalente menor a 1mm, por ejemplo. Con esta diferenciación, la función "cat" colorea, según la intensidad definida para cada color básico (rojo, verde y azul) cada una de las burbujas que conforman un determinado grupo. Por ejemplo, las burbujas aglomeradas en la matriz BW4 son pintadas de amarrillo dentro de la matriz o imagen RGB_4.

Por último, ya que cada grupo coloreado se encuentra en matrices o imágenes separadas, la función *"imlincomb"* combina cada uno de estos arreglos en una sola imagen. La Fig. 7.11 muestra el resultado de esta combinación.


Figura 7.11 - Caracterización de las celdas según su tamaño.

7.6 Preparación de muestras de prueba para concreto carbonatado y sin carbonatar (Obj4)

La preparación de las muestras del material concreto poroso carbonatado y sin carbonatar, así como las pruebas de carbonatación, mecánicas y químicas de caracterización, se desarrollaron con la colaboración de la Escuela de Ing. en Construcción y de la Escuela de Ciencia e Ing. de Materiales y de investigadores de estas Escuelas.

Inicialmente se preparó la mezcla del concreto, seleccionando el tipo de cemento aglutinante, los valores de las relaciones agua/cemento, los agregados del concreto y el número de muestras, incluyendo las muestras de control testigos. Se seleccionó una geometría de muestras cilíndricas con diámetro de 10 cm y altura de 20 cm. Preparado el concreto, este se vertió en los moldes cilíndricos y una vez solidificado las muestras se curaron en cámara húmeda por un tiempo de 90 días. Sucesivamente se separaron 24 especímenes que deberían someterse al proceso de carbonatación de aquellos, aproximadamente en número de 100, que no iban a sufrir la carbonatación.

Usando la cámara de carbonatación acelerada que opera en condiciones controladas (Fig. 7.12), para la primera familia de muestras se llevaron a cabo los ensayos de carbonatación durante un tiempo global de 44 días. Las probetas se colocaron en set de unidades predeterminadas en la cámara de carbonatación, donde la concentración del gas CO_2 era de 25 %, la humedad relativa de 65% y la temperatura la ambiental. Las muestras de concreto tenían la superficie lateral expuesta al gas, mientras que las dos bases circulares eran en cambio selladas, facilitando así un proceso de carbonatación de las probetas cilíndricas en la dirección radial *r*. La otra familia de muestras sin carbonatar se almacenó aparte.



Figura 7.12 – Vista de la cámara de carbonatación acelerada y de las muestras en proceso de carbonatación.

7.7 Tecnologías utilizadas para el análisis de muestras de concreto (Obj4)

Se determinó la resistencia a la compresión mediante una máquina de ensayo universal a tres muestras de concreto carbonatado y tres muestras de concreto no carbonatado.

Probetas carbonatadas en cámara de carbonatación fueron expuestas durante 2, 4, 8, 16, 28 y 44 días.

Para estos intervalos de tiempo anteriores, se extrajeron dos probetas, una para ser sometida a sola caracterización destructiva (análisis químicos XRD, CA, TGA) y la otra para ser caracterizada con métodos no destructivos (GS, XR). Sea para los análisis químicos que, para las pruebas no destructivas, mediante operaciones de corte se obtuvieron secciones representativas de las probetas en la dirección normal al sentido de carbonatación (eje z), en correspondencia de coordenadas específicas del eje z. Algunas secciones se sometieron a pruebas de perfilaje de carbonatación mediante técnicas no destructivas de gamma scanning y radiografías con rayos X. En la Fig. 7.13 se brinda una vista de la sección de concreto poroso carbonatado y de las perforaciones efectuadas para extraer los volúmenes de material para los análisis de caracterización.



Figura 7.13 – Vista de la sección de concreto carbonatado y de la ubicación de las perforaciones para el análisis de caracterización del material.

- 8 Resultados y Discusión
- 8.1 Mejorar el sistema de medición con GS y RX (Obj 2)

PRIMERA ETAPA

En esta etapa, el sistema de medición por rayos gamma (Fig. 8.1) estaba compuesto por a) un detector de centelleo junto con un colimador cilíndrico hueco y un módulo de adquisición de datos, b) el material de estudio que se colocaba sobre c) un carrete móvil, d) dos estructuras mecánicas basadas en tornillos sin fin que permitían el movimiento horizontal (semiautomático) y vertical (manual) del carrete) y e) la fuente radiactiva con su respectivo colimador.

El detector de centelleo es de tipo NaI(TI) IC-2N2-WT-50m (Tracer Tight Detector for Field Tracer Experiments) y el módulo de adquisición de datos es modelo IC-GDP SN126 (Gauging and Data Processing Unit), manufacturados por la compañía FORCE Technology. El colimador asociado constaba de dos partes: la capa externa cilíndrica fabricada en plomo, con un agujero de 8mm de diámetro y 30mm de profundidad, la segunda parte era un tubo de tungsteno con un diámetro de 8mm y un agujero de 0.5mm, que se inserta al interno de la figura externa.

El carrete móvil estaba montado sobre las dos estructuras que permitían los movimientos horizontal y vertical. Ahora, el movimiento horizontal era mecánicamente realizado por un motor paso a paso de precisión (5 fases por micro-paso), modelo PKA566KD, fabricados por Oriental Motor USA Corp. (resolución mecánica por paso de 0.72°) al actuar en el tornillo sin fin horizontal, y controlado por medio de un algoritmo básico implementado en LabVIEW. En cambio, el movimiento vertical se ejecutaba al accionar manualmente una manivela montada en la parte superior de la estructura del sistema de medición, y estaba conectada al tornillo sin fin vertical.

La fuente radiactiva es de Cesio-137 (661.7keV, 83Ci/g), donde el colimador asociado a ella estaba compuesto por un arreglo de ocho placas rectangulares de plomo con dimensiones 12.4x21.4x0.35cm (alto, largo y grosor, respectivamente). El agujero para la colimación del haz de radiación era de 3mm de diámetro.



Figura 8.1 - Distribución espacial del sistema de medición, Etapa 1.

La configuración detallada poseía una serie de características que se debían mejorar:

- el sistema de adquisición de datos usaba un programa basado en la línea de comandos de Windows (MS-DOS prompt), lo que suponía que cada vez que se necesitaba realizar una medición se debía acceder a este interpretador de instrucciones y escribir los parámetros deseados para cada medición.
- 2. el programa de LabVIEW que permitía el movimiento horizontal del carrete solo permitía realizar un movimiento por instrucción, es decir, cada vez que se requería mover la pieza frente al foco de radiación para analizar una nueva sección de su superficie, se tenía que dar clic en un botón previamente establecido para que el programa ejecutará una única instrucción de recorrido espacial.
- 3. no existía comunicación entre el programa de control del movimiento horizontal y el módulo de adquisición de datos, lo que hacía del sistema de toma de datos un proceso completamente manual y sumamente lento, al tener que configurar una y otra vez estos programas para cada una de las mediciones individuales que se pretendían tomar.
- 4. el movimiento vertical era completamente manual.
- 5. el carrete de medición no tenía la posibilidad de girar para analizar diferentes ángulos o caras de las piezas
- 6. la estructura mecánica y el arreglo de componentes (detector-colimador, fuente-colimador) no aseguraban la alineación entre ellos, por lo que las mediciones podían verse afectadas por el grado de desviación existente entre elementos del sistema.

Identificadas estas potenciales mejoras, el objetivo sucesivo fué diseñar e implementar un sistema automatizado que permitiera la creación de perfiles de atenuación de materiales de interés. Este sistema debía ser capaz de mover la pieza estudiada frente al foco de radiación en dos direcciones espaciales (recorrido horizontal y vertical) y sobre su propio eje (movimiento rotacional) de manera completamente automática, mientras se realizaban las mediciones necesarias en el punto de la superficie del material expuesto a la radiación. También, se debía asegurar la alineación entre los agujeros de los colimadores de fuente y detector.

SEGUNDA ETAPA

Estructura y elementos electromecánicos

La estructura mecánica del sistema de medición fue radicalmente modificada para soportar la adición de un armazón que permitiera el movimiento vertical automático de la muestra frente al foco de radiación (Figs. 8.2 y 8.3), así como su rotación. Para lograr esto se adicionaron dos motores paso a paso del mismo modelo y marca que el descrito en la Etapa 1, conectados a un sistema de trasmisión mecánica con poleas y tornillos trapezoidales que aseguran una resolución micrométrica.

La estructura mecánica resultante (Fig. 8.3) posee dimensiones de 78.1 cm de ancho (eje "X"), 64.2 cm de alto (eje "Y") y 132.8 cm de profundidad (eje "Z"). Además, sobre el carrete original se adaptó una plataforma circular con un radio aproximado de 13 cm, sobre la cual se colocan las muestras que serán estudiadas.

De esta manera, el sistema cuenta con tres motores paso-paso que permiten que la plataforma se desplace de manera horizontal y vertical, y que pueda girar sobre su propio eje, asegurando que la pieza que se quiera estudiar pueda ser escaneada en la totalidad de su superficie de manera automática.

Un segundo detector de centelleo fue también añadido al sistema, pues se asocia un error en las mediciones debido a la radiación natural de fondo [2], por lo que el sistema debe ser capaz de adquirir y procesar el valor de este parámetro independientemente de la actividad de la fuente radioactiva.

Además, se integró un sistema de ajuste manual del detector con el único propósito de alinear los orificios de los colimadores de la fuente y del detector. Cuenta con tornillos de precisión que permiten al detector desplazarse en los ejes "X" y "Y" con un grado de exactitud en el orden de décimas de milímetro.

Dos nuevos colimadores para el detector fueron manufacturados en plomo, maquinando sucesivamente agujeros de 0.5mm y diámetro externo de 88mm y 0.7mm, diámetro externo de 73mm. Con esto se pretende, primero, prescindir del colimador conformado de dos piezas descrito en la Etapa 1 y poseer dos colimadores con superficies uniformes constituidas por un solo material, y segundo, mejorar la resolución con que se pueden tomar las mediciones.

También, como medida de seguridad el sistema cuenta con sensores de proximidad ubicados en los extremos vertical y horizontal de la estructura mecánica, capaces de actuar de manera inmediata sobre el movimiento de los motores, deteniendo la plataforma a una distancia de 5mm de los límites físicos del armazón. Estos topes virtuales aseguran la integridad del equipo en casos en los que ocurra un comportamiento o procesamiento lógico atípico durante el proceso de medición.



Figura 8.2 - Vista 3D de la estructura mecánica del sistema de medición y sus componentes.



Figura 8.3 - Sistema de medición, resultado Etapa 2.

Finalmente, el circuito de potencia que suple la demanda eléctrica de los motores paso a paso se dimensionó para soportar un consumo eléctrico máximo de 10A/120VAC.

Descripción del software

El sistema de control implementado en LabVIEW consta de tres bloques esenciales: la unidad de control, el controlador del módulo de adquisición de datos IC-GDP y el conjunto de arreglos en los cuales se guarda la información recolectada y de interés (Fig. 8.4). Cada uno de estos bloques

mantiene una estrecha comunicación en función de la tarea (recibir/trasmitir datos, recibir/trasmitir comandos de control y recibir/trasmitir respuestas de finalización de procesos) que debe cumplir dentro del esquema lógico secuencial programado.



Figura 8.4 - Diagrama de las funciones generales implementadas en LabVIEW.

En general, el USUARIO debe proveer al programa la totalidad de las variables de entrada descritas en la Tabla 8.1, las cuales son trasmitidas a la Unidad de Control y al Controlador del módulo de adquisición datos. Dependiendo del estado ingresado para cada uno de estos parámetros, el sistema ejecutará una secuencia de medición controlada por las diferentes señales de respuesta ("Proceso de medición completo" y "Movimiento finalizado") de los dos módulos mencionados. El Controlador del módulo de adquisición de datos tiene como entrada las MEDICIONES provenientes del IC-GDP, mediciones que son obtenidas únicamente cuando la señal de "Realizar medición" se encuentra activa dentro de la Unidad de control. Este último modulo debe sincronizar también el movimiento de los diferentes motores, para lo cual hace uso de la palabra de control "Ejecutar movimiento", la cual se rige por los diferentes "Parámetros de control" que permiten diferenciar cuál de los 3 motores debe realizar un movimiento en determinado paso de la secuencia de medición programada, además de la distancia exacta que debe recorrer. Por último, los datos de interés recolectados y/o calculados son guardados en un conjunto de arreglos matriciales controlados por la señal de control "Guardar mediciones".

Variable	Descripción
Tipo de muestra	Estructura geométrica de la pieza en estudio, ya sea Rectangular o Cilíndrica.
Tipo de perfil	Configuración del tipo de perfil, ya sea un análisis a lo largo del eje vertical u horizontal de la pieza.
Elección de movimiento	Se puede elegir hacia donde se debe direccionar la toma de datos, es decir, si se quiere un perfil que vaya de izquierda a derecha de la muestra, de abajo hacia arriba o viceversa, para ambos casos.
Tiempo por medición (s)	Periodo de muestreo por cada posición.
#Mediciones por posición	Numero de mediciones por posición.
Set Posición Horizontal (cm)	Elección de la posición horizontal inicial del carrete, dependiente de las dimensiones de la estructura metálica.
Set Posición Vertical (cm)	Elección de la posición vertical inicial del carrete, dependiente de las dimensiones de la estructura metálica.
Trayectoria angular (0-360°)	Establece si se desean obtener mediciones en todas o ciertas caras de la muestra (si es rectangular) o un recorrido angular total o parcial de la superficie circular del objeto (si es cilíndrico).
Angulo de Rotación (°)	Establece el desplazamiento angular para cubrir la trayectoria seleccionada.
Grosor (cm)	Grosor, en centímetros, de la muestra (solo aplica para muestras rectangulares).
Longitud/Diámetro (cm)	Longitud o diámetro (según el tipo de muestra), en centímetros, de la pieza.
Altura (cm)	Altura, en centímetros, de la pieza.
Distancia entre medición (mm/horizontal)	Desplazamiento horizontal, en milímetros, que deber dar el sistema para alcanzar una nueva posición de medición en la superficie de la muestra.
Distancia entre medición (mm/vertical)	Desplazamiento vertical, en milímetros, que debe dar el sistema para alcanzar una nueva posición de medición en la superficie de la muestra.

Tabla 8.1 - Variables de entrada para el Gamma Scanner.

Controlador del módulo de adquisición de datos IC-GDP

Este bloque contiene la lógica de programación necesaria para regular las funciones del IC-GDP (Fig. 8.4). En general, transmite la secuencia de control que permite al sistema recolectar y trasmitir la

información que mide el detector de centelleo (número de partículas que inciden sobre su superficie) bajo un protocolo de comunicación serial estándar.

Específicamente, en la sección 1. Señalada en Fig. 8.5, se abre el puerto de comunicación serial entre el programa y el módulo de adquisición de datos IC-GDP, donde se deben configurar los parámetros necesarios (Baud-rate, bits de parada, inicio y paridad, tamaño del paquete de información en bits, palabras de control; parámetros característicos del protocolo de comunicación RS-232) para que este módulo pueda recibir y transmitir los datos medidos. Las secciones 2. y 3. corresponden a la máquina de estados (Fig. 8.6) que controla el funcionamiento del instrumento y el proceso de lectura del puerto serial, respectivamente. La sección 4. se encarga de convertir los datos entrantes en una señal hexadecimal capaz de ser leída y procesada por las diferentes funciones lógicas de LabVIEW. Por último, la sección 5. es la encargada de cerrar adecuadamente el puerto de comunicación serial al finalizar el proceso de medición.



Figura 8.5 - Controlador del módulo de adquisición de datos.



Figura 8.6 - Diagrama de estados para la secuencia de control del módulo de adquisición de datos.

Del accionar de la máquina de estados de este módulo, en el estado 1 "Start", se espera por la señal de control "Realizar medición" procedente de la Unidad de Control, que indica que un proceso de medición es requerido. Una vez que se reciba esta orden, el sistema salta al estado 2 "End Register", donde escribe en el puerto serial el comando "E", el cual finaliza posibles procesos activos dentro de la matriz de registros del IC-GDP. Al concluir esta acción, en el estado 3, "Wait R1", se espera la señal de recibido por parte del IC-GDP.

Al activarse la señal de recibido, se pasa al estado 4, "Initial Condition", donde se escribe en el puerto el comando "R", el cual borra la memoria interna del módulo de adquisición de datos. En el estado 5, "Wait R2", se espera la respuesta del IC-GDP, que señala la ejecución y finalización del borrado de memoria. Cuando esto sucede, se pasa al estado 6, "Data Capture", donde se transmite el comando "G", iniciando la captura de datos provenientes del detector de centelleo. Al escribir esta instrucción, el sistema se dirige el estado 7, "Wait R3", donde de nuevo se espera la respuesta del módulo.

Al recibir la respuesta del módulo, en el estado 8, "Stand-by", se da el proceso de lectura de los datos medidos hasta que se cumpla con las especificaciones programadas por el USUARIO. La señal de "Done" indica cuando se ha terminado de recolectar la información requerida. Al recibir dicha instrucción, el sistema pasa al último estado, "Exit", donde de nuevo se trasmite el comando "E" al módulo IC-GDP para que dé por finalizado el proceso de medición actual.

Unidad de control

Es el bloque encargado de transmitir las diferentes señales de control que permiten la adquisición de datos y el movimiento de los motores. En general, contiene la lógica necesaria (Fig. 8.7) para sincronizar el movimiento vertical, horizontal y rotacional de la muestra frente al foco de radiación con las mediciones realizadas sobre su superficie, además de guardar la totalidad de la información de interés en arreglos matriciales y/o exportarla a un programa soportado (por ejemplo, Microsoft Excel).

Específicamente, la sección 1. (Fig. 8.7), es la encargada de recolectar las "Variables de entrada" descritas en la Tabla 1, y que resultan en las necesidades de medición determinadas por el USUARIO. Estos parámetros controlan el curso de la trayectoria de control que se debe seguir, al ser la base para construir las instrucciones que el sistema necesita para tener la capacidad de elegir qué camino tomar para completar una secuencia de medición.

La sección 2. corresponde a la máquina de estados (Fig. 8.8) encargada de recibir y trasmitir los diferentes comandos de control para que el sistema ejecute la secuencia lógica que permite realizar un proceso de medición sobre cualquier muestra. Por último, en la sección 3. se encuentran las variables que, primero, actualizan y guardan la posición vertical y horizontal de la plataforma de medición, y segundo, que permiten conocer la ubicación sobre la superficie de la muestra que está siendo medida en determinado momento.



Figura 8.7 - Unidad de control del Gamma Scanner.

Para el accionar de la máquina de estados, en el estado 1, "Start, Offset", existen tres posibilidades: definir una posición inicial particular para la plataforma de medición, iniciar un nuevo proceso de medición o reiniciar el sistema. Para poder acceder a las dos primeras opciones se deben cumplir ciertas condiciones:

- a. El foco de radiación, por definición, pasa por las coordenadas (0,0) (horizontal y vertical) de la estructura, donde el límite físico superior de esta se encuentra 7cm por encima de este punto, el inferior a 21cm, y tanto en el lado derecho como izquierdo a 30cm, por lo que la trayectoria a realizar no debe superar estos parámetros.
- b. El tiempo de medición debe ser mayor a cero segundos.
- c. Las distancias entre medición, al ser multiplicadas por 125 (para desplazamientos horizontales y verticales) y por 1600 (rotación), deben resultar en números enteros, pues dicha cantidad representa el número de pasos que los motores deben dar.

El sistema no realizará la acción requerida hasta que no existan conflictos entre las condiciones descritas: para definir una posición inicial debe cumplirse la condición a. y para iniciar un proceso de medición se deben cumplir a. b. c.

Ahora, si el usuario decidió definir una posición inicial particular, el control pasa al estado 2, "Offset Horizontal", en el cual, según la entrada de "Set Posición Horizontal (cm)" y tomando en cuenta la posición actual de la plataforma de medición, esta avanzará la distancia requerida en la dirección seleccionada (izquierda o derecha). El estado 3 es una transición entre estados que asegura que el sistema no realizará ninguna acción hasta que el motor 1 haya completado el desplazamiento indicado.



Figura 8.8 - Diagrama de estados para el control principal del sistema de medición.

Una vez que se ha establecido la posición horizontal inicial, el sistema continúa al estado 4, "Offset Vertical", en el cual, según la entrada "Set Posición Vertical (cm)" y la posición actual de la plataforma de medición en el eje vertical, esta se moverá la distancia requerida por el usuario. El estado 5, al igual que el estado 3, es un estado de transición con la misma tarea. Al completar el proceso de Offset inicial, el sistema salta al estado 1.

Ahora, durante un proceso de medición el primer paso es avanzar del estado 1 al estado 6, "Measurement", en el cual la señal de control "Realizar Medición" es trasmitida al módulo de adquisición de datos IC-GPD, para que este dé inicio a la secuencia lógica descrita en el apartado anterior. El sistema permanecerá en el estado 6 hasta la finalización de las mediciones programadas en "Variables de entrada" (#Mediciones por posición). Cuando el módulo de adquisición de datos finalice su ejecución, envía la señal de "Proceso de medición completo" a la Unidad de control, la cual evalúa inmediatamente el tipo de perfil elegido por el USUARIO, ya sea un perfil a lo largo del eje vertical o el eje horizontal de la muestra.

Al elegir el perfil horizontal, por ejemplo (si se elige un perfil vertical la secuencia lógica se mantiene igual, solo se invierten las condiciones que el sistema verifica), el sistema salta al estado 7 para verificar si ya se completó una línea de medición, es decir si ya se tomaron la totalidad de los datos correspondientes al grosor o longitud de la muestra, según corresponda. Si no se ha completado la línea de mediciones, se mueve el motor en una trayectoria horizontal determinada por la variable "Distancia entre medición (mm/horizontal)" (estado 8), y al concluir el movimiento requerido (estado 9) se pasa al estado 6 para iniciar un nuevo proceso de adquisición de datos.

Si por el contrario ya se completó una línea de medición horizontal, el sistema debe saltar al estado 10 y retroceder a la posición horizontal inicial y que corresponde, idealmente, al borde físico de la muestra en el cual inició el proceso de medición (estado 10). Cuando el movimiento de retroceso finaliza (estado 11), el sistema verifica si se necesita realizar una nueva línea de medición en una posición vertical superior o inferior a la actual (estado 12). Si la respuesta es afirmativa, el sistema avanza al estado 13 moviéndose una distancia dada por la variable de entrada "Distancia entre medición (mm/vertical)". Cuando el motor correspondiente termina su recorrido (estado 14), el control salta de nuevo al estado 6 para empezar el proceso de medición de una nueva línea horizontal.

Si ya se ha completado el proceso de medición sobre la superficie o cara de la muestra (según sea un espécimen cilíndrico o rectangular, respectivamente), el sistema retrocede a la posición inicial, y verifica si se debe iniciar una nueva secuencia de medición en una nueva cara de la muestra o en una nueva ubicación angular, según sea la estructura geométrica de la pieza (estado 15). Si aún quedan caras o ángulos por ser analizados, el sistema avanza al estado 18 y gira la plataforma de medición según lo establecido en la variable "Ángulo de Rotación" (para muestras rectangulares se avanza 90° para cubrir 4 caras, para piezas cilíndricas esta distancia es definida por el USUARIO). Una vez ejecutado el movimiento rotacional requerido (estado 19), el control se dirige al estado 6 para iniciar un nuevo segmento de medición.

Por último, cuando se finaliza el proceso de medición determinado para una muestra, el sistema se dirige al estado 20 a esperar la señal, ya sea de "Stop/Reinicio" si el usuario desea analizar otra pieza, o de "EXIT" para terminar la ejecución global de aplicación.

Arreglos

El último bloque implementado (Fig.8.9) corresponde al conjunto de arreglos numéricos donde se almacena la información recolectada por el módulo de adquisición de datos IC-GDP y las posiciones dentro de la superficie de la muestra donde se llevaron a cabo las mediciones, acompañadas de la fecha y hora correspondientes.



Figura 8.9 - Conjunto de arreglos matriciales para el almacenamiento de la información de interés.

Específicamente, en la sección 1. (Fig. 8.9) se inicializan los diferentes arreglos que contendrán los datos recolectados, es decir, se elimina la información remanente presente en la memoria de las matrices numéricas definidas. Esta función se aplica en dos ocasiones especificas a lo largo de la ejecución del programa: una, cuando se inicia la ejecución global de la aplicación, y dos, cuando se ejecuta la instrucción de "Stop/Reinicio. En la sección 2. se da el proceso necesario para determinar el índice del arreglo donde se insertará un nuevo dato. Finalmente, en la sección 3. se encuentran declarados los diferentes arreglos matriciales que almacenan la información de interés: promedio de partículas incidentes por segundo, posición vertical, posición horizontal, ubicación angular, fecha y hora. Estos conjuntos son luego integrados en un solo arreglo, el cual se puede exportar a un programa externo compatible, como Microsoft Excel, por ejemplo.

Resultados y discusión: Evaluación experimental del sistema de medición (Objetivo 2)

Recordemos que para la evaluación experimental del sistema de medición se hizo uso de un patrón escalonado de Aluminio estandarizado 6061.

Al iniciar el presente proyecto, se realizaron varios experimentos combinado parámetros de medición y espaciales. Cada uno de ellos fue indicando los problemas a resolver. A continuación, se especifica un experimento tipo que sirve de referencia para evidenciar los problemas a resolver. Parámetros de medición son los siguientes:

- i. 2 puntos de medición por escalón, 20 mediciones por punto.
- ii. Tiempo de muestreo: 30s.
- iii. Avance horizontal, 2.5cm. Avance vertical, 3cm.
- iv. Recorrido horizontal 35cm, recorrido vertical 3cm.
- v. Colimador del detector, diámetro de 0.5mm.

La configuración espacial del sistema de medición (Figs. 8.10 y 8.11), utilizando como referencia el patrón escalonado posicionado en la plataforma, fue el siguiente:

- ✓ 21.4cm del colimador de la fuente al patrón.
- ✓ 15.5cm al detector de centelleo al patrón.
- ✓ Offset de la plataforma: -15cm horizontal para alinear punto inicial (muestra se salía de la plataforma debido a su tamaño).



Figura 8.10 - Distribución espacial de los componentes utilizados. Vista Lateral, Etapa 2.



Figura 8.11 - Distribución espacial de los componentes utilizados. Vista Frontal, Etapa 2.

Los resultados obtenidos para esta prueba se muestran en la Fig. 8.12, donde se nota un marcado desfase entre las mediciones del primer punto de medición con respecto al segundo.



Figura 8.12 - Mediciones obtenidas para el patrón escalonado. Etapa 2 de evolución del sistema de medición.

Las posibles causas analizadas de este error se atribuyen a problemas en la alineación y/o desviación que presentan los diferentes elementos del aparato de medición con respecto al plano de referencia. Tanto los elementos del sistema (colimadores, fuente, detector, plataforma de medición), como las diferentes partes de la estructura mecánica (soporte de la fuente y colimador de la fuente, soporte de la plataforma de medición, soporte del detector y colimador del detector) deberían presentar una desviación angular igual a cero (idealmente) con respecto a una normal definida en cualquier plano de referencia XYZ (Fig. 8.11). Por ejemplo, el agujero del colimador de placas paralelas de la fuente presentaba una desviación angular bastante marcada con respecto a los ejes "X" y "Z" (inspección visual, la medida exacta de estos ángulos de inclinación se expondrá en la siguiente etapa). Además, los agujeros de los colimadores de la fuente y el detector deben estar perfectamente alineados entre sí, donde también su profundidad de maquinado debe tener una desviación angular con respecto a los ejes XYZ idealmente de cero.

También, las resoluciones (diámetro de los agujeros) de los colimadores tanto del detector como de la fuente pueden estar afectando la exactitud con que el sistema obtiene las diferentes medidas; si el haz de radiación incidente se abre de manera cónica en un intervalo espacial determinado se debería asegurar que la apertura del colimador del detector sea capaz de dejar pasar la totalidad de la intensidad del haz de radiación atenuado. Si no pasa la totalidad de radiación, una parte de la radiación que logró atravesar el material se perderá, lo que afecta la razón de proporcionalidad que permite, en última instancia, calcular el valor de la densidad del material (variable de interés final). Para fundamentar este error a continuación se explica y discute el fundamento teórico

Un rayo tiende a abrir su diámetro de incidencia conforme se aleja de su origen, inclusive si esta colimado. Este comportamiento de apertura puede ser representado como un cono geométrico de altura h y radio r (Fig.8.13). El ángulo de apertura del haz de radiación se puede calcular mediante la Eq.8.1. Utilizando esta relación se puede conocer la distancia a la que el diámetro (o radio) del haz

de radiación colimado sobrepasa un valor de apertura de interés de, por ejemplo, el grosor del agujero de un colimador.



Figura 8.13 - Descripción del fenómeno de apertura del haz de radiación.

Para la configuración actual, con una apertura de 3mm en el colimador de fuente y tan solo 0.5mm en el colimador de detector, el principio expuesto no se cumple.

TERCERA ETAPA

En esta etapa la estructura mecánica no fue modificada pero debido a las posibles causas del error que presentan las mediciones, una primera acción fue la de manufacturar un colimador nuevo para la fuente, el cual es un bloque rectangular de plomo sólido con dimensiones de 12.3x21.5x3.9cm, al cual se le maquinó un agujero de 1mm de diámetro. Con este nuevo elemento se espera disminuir el cono de apertura del haz incidente, además de mejorar la precisión en las mediciones al corregir la desviación con respecto a los ejes "X" y "Z" que presentaba el agujero del colimador de placas paralelas anterior.

También, para corregir los defectos de alineación y desviación de los diferentes componentes de la estructura se desarrollaron e implementaron dos sistemas complementarios descritos en los siguientes párrafos.

Sistema de medición de ángulos de inclinación y alineación óptica

En esta fase se diseñó e implementó un sistema de medición de ángulos de inclinación para conocer si en realidad los diferentes componentes del sistema de medición presentan desviaciones angulares con respecto a los planos de referencia XYZ.

Este sistema hace uso de unidades de medición inercial MPU6050, las cuales miden fuerza (aceleración) y velocidad (no miden ángulos directamente). Consta de un acelerómetro y un giroscopio de 3 ejes (seis grados de libertad) que, con un adecuado manejo matemático de las

variables medidas, es capaz de calcular el ángulo de inclinación en los ejes "X" y "Y" con gran precisión. Como interface entre el computador y los MPU6050 utilizados se utilizó un Arduino Uno.

También, para alinear los agujeros de los colimadores se desarrolló un sistema de alineación óptico que utiliza un diodo emisor de láser de alta potencia, el cual permite proyectar el agujero del colimador de la fuente sobre la superficie del colimador del detector. De esta manera, con la ayuda del sistema de ajuste manual que posee la estructura que soporta el detector y su colimador, se pueden alinear los agujeros de ambos componentes.

Medición y corrección de los ángulos de inclinación

Con el sistema de medición de ángulos implementado se midieron los ángulos de inclinación que presentaban los diferentes elementos del sistema de medición. Primero, el agujero del colimador de placas paralelas de la fuente poseía una desviación con respecto al eje X de -1.2°; y una desviación con respecto al eje Z de -0.7°. El agujero del colimador "nuevo" (el bloque rectangular de plomo sólido) exhibía una desviación cercana a 0° para ambos ejes.

Segundo, al cambiar el colimador de placas paralelas por el colimador de bloque sólido, la estructura mecánica en la que están montados estos dos componentes exhibía un ángulo de inclinación de $+0.3^{\circ}$ - $+0.4^{\circ}$ con respecto al eje "X". Realizando un juego de presiones con los tornillos que soportan tanto al colimador como a la fuente (socar más tornillos de arriba de la fuente y los de abajo del colimador, dejando los sobrantes "flojos"), se logró corregir esta desviación, al obtener un ángulo de inclinación de $\sim 0.0^{\circ}$.

Tercero, el detector de centelleo junto con su colimador presentaban un ángulo de inclinación de - 1.2° con respecto a eje "X", esta desviación se corrigió con la misma estrategia utilizada para la fuente y su colimador, pues el soporte principal de este sensor permite un leve movimiento de la estructura, suficiente para llevar el valor medido de esta desviación a ~ 0.0° (el procedimiento de corrección de esta desviación se debe llevar a cabo cada vez que desee cambiar el colimador de detector).

Por último, la plataforma de medición posee un ángulo de desviación de -0.4° con respecto al eje "X". Este ángulo de inclinación se mantiene pues, por el momento, no existe una solución práctica que pueda dar corrección a la desviación que presenta esta estructura.

Evaluación experimental del sistema de medición con diferentes niveles de factores

Para cada cambio importante en el proceso de medición, la evaluación del sistema de medición fue realizada utilizando el mismo material (patrón escalonado de Aluminio6061) pero con diferentes niveles de las variables de distancia entre componentes, colimadores de detector y receptor, así como acomodo de la pieza en la plataforma de medición.

Durante este periodo se identificaron y analizaron diferentes fuentes de errores como alineación de los agujeros de los colimadores o desviación angular de la estructura de soporte con respecto al eje "X". También, la apertura del haz de radiación juega un papel importante: despejando el ángulo θ de la Eq.8.1 se puede conocer el ángulo máximo de apertura del haz de radiación al definir r como el diámetro del agujero del colimador de la fuente y h como su grosor. Con el valor del ángulo máximo de apertura, y despejando h, se puede determinar la distancia a la cual el radio del haz de radiación es igual al radio del colimador del detector y, por ende, una separación entre componentes mayor a esta

cantidad provoca una pérdida de información. Una muestra de este cálculo es mostrada en la Tabla 8.2.

Componente	Parámetro	Valor (mm)	Variable	Resultado	
Colimodor fuonto	Diámetro	1	Angulo de apertura máximo	1.47°	
Commador Tuente	Grosor	39	Aliguio de apertura maximo		
Colimodor dotostor	Padia	0.25	Distancia aperturas iguales	9.742mm	
Commauor detector	Kaulo	0.23	Distancia actual	369mm	

Tabla 8.2 - Apertura del haz de radiación y distancia coincidente.

Con un valor del diámetro del colimador de la fuente el doble que el diámetro del detector, la apertura del haz de radiación alcanza, en una distancia muy corta, el valor del diámetro del agujero del detector.

Un resultado de todas estas combinaciones tiene las siguientes características,

Para esta prueba se modificó el acomodo espacial de los diferentes componentes: el detector, junto con su colimador, se acercaron al colimador de la fuente lo máximo que permite la estructura de soporte del detector (Fig. 8.14). Con este cambio, la distancia entre colimadores quedó en 196mm. Colimador del detector con la apertura de 8mm de diámetro, Fig.8.15. Al acercar estos dos componentes la plataforma de medición puede chocar con el detector durante el proceso de medición, principalmente en mediciones de puntos cercanos a la plataforma; en estos casos se hace uso de soportes para incrementar la altura de la pieza a medir, Fig. 21.



Figura 8.14 - Distribución espacial del sistema de medición, distancia entre colimadores de 196mm, Etapa 3.



Figura 8.15 - Diámetros orificios de colimadores, detector 8 mm, fuente 1mm, soporte de pieza en acrílico, Etapa 3.

Los resultados de las mediciones se muestran en la Fig. 8.16. A pesar de que las curvas son muy parecidas, las causas de las irregularidades que se aprecian entre ambos patrones y que los alejan de un comportamiento completamente lineal pueden tener su origen en la apertura que sufre el haz de radiación con la distancia que tiene que recorrer hasta llegar al detector. La Tabla 8.3 muestra los resultados obtenidos de este análisis.



Figura 8.16 - Mediciones obtenidas para el patrón escalonado, distancia entre colimadores de 196 mm, diámetro orificio de colimador de, detector 8 mm, fuente 1mm.

Componente	Parámetro	Valor (mm)	Variable	Resultado
Colimador fuente	Diámetro	1	Angulo de apertura máximo	1 470
	Grosor	39	Angulo de apertura maximo	1.47
Colimodor dotoctor	Padio	Amm	Distancia aperturas iguales	155.9mm
Commauor detector	Kaulo	411111	Distancia actual	196mm

Tabla 8.3. Apertura del haz de radiación y distancia coincidente ara el colimador de 8mm, distancia entre colimadores de 196 mm

A pesar de haberse mejorado las condiciones generales del sistema para corregir esta posible fuente de error, se nota que aún la distancia actual se encuentra bastante lejos de cumplir con el principio expuesto.

Para abordar el problema de la apertura del haz de radiación se disminuyó al máximo la distancia entre la fuente y detector con sus respectivos colimadores, en el caso que se presenta de hasta 25mm, Fig. 8.17. El problema que se presentó al realizar esta prueba es de carácter físico, pues se tuvo que posicionar el detector sobre la plataforma, evitando el uso de la plataforma para dar alojamiento y movimiento a la pieza que se desea medir. Las mediciones entonces se realizaron en forma manual y los resultados del punto inferior del patrón escalonado (altitud 1cm) se muestran en la Fig.8.18.



Figura 8.17 - Distribución espacial con distancia mínima entre colimador fuente -pieza-colimador fuente.



Figura 8.18 - Mediciones obtenidas para el patrón escalonado, distancia entre colimadores de 25 mm, diámetro orificio de colimador de, detector 8 mm, fuente 1 mm.

Se nota que, bajo esta configuración del sistema de medición, el patrón que exhiben las mediciones es una línea prácticamente recta, comportamiento que coincide con los resultados esperados.

Una última observación realizada es el cambio en la intensidad del haz de radiación con respecto a la distancia de separación entre el colimador de la fuente y el colimador del detector. Al estar tan cerca, en este experimento, se espera que el haz de radiación que incide sobre el detector de centelleo posea la misma intensidad que el haz que sale del colimador de la fuente. La Tabla 8.4 muestra las mediciones realizadas para la intensidad del haz de radiación saliente del colimador de la fuente (para esta medición ambos colimadores estaban espalda con espalda) con respecto a la intensidad del mismo haz a una distancia de 25mm.

colimador de 8mm, distancia entre colimadores de 25 mm.					
Distancia entre colimadores	Intensidad del haz de radiación				
Omm	446.377 cuentas/s				
25mm	400.452 cuentas/s				

Tabla 8.4 - Apertura del haz de radiación y distancia coincidente para el colimador de 8mm, distancia entre colimadores de 25 mm.

La pérdida de al menos 46 cuentas por segundo en una distancia tan corta aún carece de una explicación lógica y es un punto por investigar para seguir mejorando.

8.2 Perfiles de densidad de aluminio poroso (Obj.3)

Para el caso del aluminio poroso obtenido por fundición, la Fig. 8.19 brinda la ubicación y la dirección de los perfiles realizados mediante gamma scanning. Los perfiles de medición fueron obtenidos en

dos diferentes alturas del material, el primero (inferior) a 2 mm de la base de la muestra y el segundo (superior) a 15 mm. La distancia entre la muestra de aluminio poroso y el colimador del detector es de 0.8 cm, entre la muestra y el colimador de la fuente 5.5 cm y entre colimadores 15 cm. Los parámetros de medición se detallan a continuación:



Figura 8.19 – Ubicación de los perfiles de densidad con gamma scanning en la muestra de aluminio poroso obtenido mediante fundición.

- i. Periodo de muestreo: 30 s
- ii. Mediciones por punto: 10 mediciones
- iii. Intervalo entre los puntos de medición: 1 mm

La Fig. 8.20 brinda los resultados obtenidos con la medición usando la técnica de gamma scanning, donde las mediciones en azul corresponden al perfil inferior de medición, mientras los puntos de color naranja corresponden al perfil superior. Se puede notar que, mientras el primer perfil presenta un comportamiento aproximadamente uniforme (si se exceptúan los bordes), el segundo perfil muestra un cambio notorio en correspondencia de la distancia de 5.2 cm. La densidad de la muestra (en la dirección de la profundidad) disminuye a partir de esta distancia, manteniendo un valor decreciente hasta llegar al borde. En este caso el gradiente de densidad es negativo y con un comportamiento aproximadamente lineal, lo cual indica la presencia de un macroporo de sección creciente linealmente.



Figura 8.20 –Perfil de densidad (densidad en la dirección del grosor) de la muestra de aluminio poroso, obtenido mediante técnica de gamma scanning.

Para el ensayo con la muestra de aluminio 6061 poroso, manufacturada con proceso de maquinado, se realizó un solo perfil a una altura de 14.0 cm, que representa la posición de los centros de los agujeros de profundidad variable y de diámetro igual a 3 mm. La Fig. 8.21 muestra la posición de las mediciones realizadas en la dirección creciente de la profundidad con un intervalo de 10 mm, lo que coincide con una secuencia poro-material-poro, hasta llegar al último agujero pasante de profundidad 3.8 cm, correspondiente al espesor de la muestra. Durante las pruebas experimentales la distancia entre la pieza y el colimador de detector es de 1.7 cm, entre la pieza y el colimador de la fuente 6.5 cm y entre colimadores 12.0 cm. Los parámetros de medición se detallan a continuación:

- i. Periodo de muestreo: 30 s
- ii. Mediciones por punto: 10 mediciones.
- iii. Intervalo entre puntos de medición: 10 mm

La Fig. 8.22 presenta los resultados obtenidos mediante la técnica de gamma scanning. Con excepción de la primera y última medición que son cercanas al borde del material, el perfil medido brinda dos patrones distintos: a) una variación lineal y decreciente de la densidad, correspondiente a los puntos de medida ubicados en los centros de los agujeros con profundidades que aumentan linealmente en la dirección usada para realizar el perfil; b) una densidad aproximadamente constante, cuando los puntos de medida se ubican dentro del material, es decir en la mitad de la distancie entre los centros de los agujeros. En los perfiles obtenidos, en el primer caso el gradiente de densidad es decreciente, mientras que en el segundo caso es aproximadamente constante.



Figura 8.21 – Ubicación del perfil de densidad con gamma scanning en la muestra de aluminio 6061 poroso, manufacturada mediante proceso de maquinado.



Figura 8.22 –Perfil de densidad (densidad en la dirección del espesor) de la muestra de aluminio 6061 poroso, manufacturado mediante proceso de maquinado.

8.3 Perfiles de densidad de las espumas de aluminio (Obj.3)

La Fig. 8.23 muestra la forma de los 8 perfiles de 1/densidad para cada probeta, perfilando las muestras a lo largo de la dirección X. y en la Fig. 24 se representa la distribución de densidad del

recíproco de la densidad de las 8 probetas, El conjunto de 19 mediciones de 1/*densidad* para cada muestra es normal de acuerdo con la prueba de Anderson Darling y la varianza entre probetas es estadísticamente igual (valor de p = 0,260), de acuerdo con la prueba de Bartlett. Ambos test según [Mon09].



Figura 8.23 – Comparación de perfiles de 1/densidad para cada probeta.



Figura 8.24 – Distribuciones de las mediciones de 1/densidad para cada probeta.

La hipótesis de interés es si la densidad de las 8 probetas es la misma.

El análisis realizado para estudiar el comportamiento 1/densidad entre probetas arroja una diferencia entre medias (Tabla 8.5) según lo determinado por la prueba one way ANOVA (valor de p <0,05). Este resultado indica que, al menos, una probeta muestra un comportamiento de densidad diferente. Sin embargo, la prueba de comparación de pares Tukey (Tabla 8.6) muestra que la única media excluida de un grupo es la de la probeta 8, con un valor medio ligeramente inferior a los demás. La media para cada muestra es relativamente constante entre las muestras.

para las incarciones de 17 densidada para cada probeta.									
Sample	ample N Mean		StDev	95% CI					
1	19	3.7693	0.1942	(3.6590, 3.8795)					
2	19	3.7736	0.2080	(3.6633, 3.8838)					
3	19	3.7624	0.2373	(3.6522, 3.8727)					
4	19	3.7611	0.2645	(3.6508, 3.8714)					
5	19	3.7523	0.3029	(3.6421, 3.8626)					
6	19	3.5737	0.2402	(3.4634, 3.6839)					
7	19	3.6052	0.1765	(3.4949, 3.7154)					
8	19	3.4813	0.2918	(3.3710, 3.5915)					

Tabla 8.5 – Indicadores estadísticos e Intervalo de confianza para las mediciones de 1/*densidad* para cada probeta

Pooled StDev = 0.243149

mediciones de 17 densidud de las o probetas.							
Sample	Ν	Mean	Gro	uping			
2	19	3.7736	А				
1	19	3.7693	А				
3	19	3.7624	А				
4	19	3.7611	А				
5	19	3.7523	А				
7	19	3.6052	А	В			
6	19	3.5737	А	В			
8	19	3.4813		В			

Tabla 8.6 – Comparación de medias de Tukey para las mediciones de 1/*densidad* de las 8 probetas.

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes

8.4 Análisis de características morfológicas de las espumas (Aporte adicional)

La Fig. 8.25 muestra las imágenes2D (plano XZ) de parte de una sola probeta, la imagen a) corresponde a la imagen escaneada, la b) a una imagen binaria mostrando las burbujas como 1 (blanco) y el material principal como 0 (negro), la c) corresponde a una clasificación por colores del tamaño de burbuja.

Podemos observar que algunos defectos son obvios, como las celdas más grandes generadas por las interconexiones entre las burbujas. También es posible ver un ligero gradiente de densidad en la dirección Z, con valores más altos cerca de las capas externas, mientras que los poros más grandes se ubican preferiblemente en las áreas internas. Luego, para visualizar la distribución del tamaño de la celda (Fig. 8,25, c), una máscara de color clasifica cada burbuja según su diámetro equivalente, de la siguiente manera: valores de 0-1 mm son rojos, 1-2 mm verde pálido, 2-3 mm azul claro, 3-4 mm rosa claro, 4-5 mm amarillo, 5-6 mm violeta y 7 mm diámetros o más son de color naranja. La región negra en c) representa el espesor de la pared, con valores más altos en la capa exterior.



Figura 8.25 – Imagen de probeta #8 en plano X-Z procesada donde: a) es la imagen escaneada, b) imagen binaria c) celdas clasificadas por colores.

Para las ocho probetas, la caracterización del tamaño de las celdas muestra que, en promedio, el 60% de las celdas tienen un diámetro equivalente con una dimensión entre 0 y 1 mm, 21.5% entre 1 y 2 mm, 11% entre 2 y 3 mm, 4.3% entre 3 y 4 mm, dejando un 3.2% para el resto de las celdas con diámetros mayores a 4mm. La Tabla 8.7 muestra estos porcentajes para cada probeta. Estas

observaciones indican que el diámetro equivalente de la celda comparte un comportamiento similar entre las muestras y, por lo tanto, siguen una distribución general caracterizada por una continuidad espacial regular con un diámetro medio de burbuja de 1.0388 mm.

Sample	1	2	3	4	5	6	7	8
[0-1mm]	921	1282	1067	877	721	888	693	677
%	61,52%	68,05%	64,67%	60,15%	56,55%	61,20%	57,04%	58,56%
[1-2mm]	327	347	346	311	311	314	283	237
%	21,84%	18,42%	20,97%	21,33%	24,39%	21,64%	23,29%	20,50%
[2-3mm]	161	166	156	180	157	161	149	134
%	10,75%	8,81%	9,45%	12,35%	12,31%	11,10%	12,26%	11,59%
[3-4mm]	56	70	57	69	60	61	52	70
%	3,74%	3,72%	3,45%	4,73%	4,71%	4,20%	4,28%	6,06%
[4-5mm]	21	13	14	13	14	16	26	23
%	1,40%	0,69%	0,85%	0,89%	1,10%	1,10%	2,14%	1,99%
[5-6mm]	6	4	6	4	8	8	4	8
%	0,40	0,21	0,36	0,27	0,63	0,55	0,25	0,69
[6-7mm]	4	2	3	3	4	2	6	3
%	0,27	0,11	0,18	0,21	0,31	0,14	0,49	0,26
[7-7+mm]	1	0	1	1	0	1	3	4
%	0,07	0,00	0,06	0,07	0,00	0,07	0,25	0,35
n (*)	1497	1884	1650	1458	1275	1451	1215	1156

Tabla 8.7 – Distribución del tamaño de diámetro por probeta de espuma.

(*): n es el número total de burbujas por muestra

La circularidad de la celda se analiza para cada probeta con el objetivo de estudiar la desviación promedio que sufren las burbujas de la forma esférica. La Tabla 8.8 muestra que las ocho muestras tienen una circularidad media mayor a 1, con valores máximos de hasta 9.5, lo que indica la presencia de burbujas altamente irregulares. Sin embargo, estos valores grandes representan la cantidad más pequeña, de acuerdo con el tercer cuartil (Q3), es decir, el 75% de las burbujas tienen un valor de circularidad menor a 1.55; esta tendencia sesgada a la izquierda indica que la muestra tiene una pequeña desviación de las burbujas de la forma esférica.

El grosor de la pared celular comparte el mismo comportamiento descrito anteriormente para la circularidad de las celdas, es decir, una tendencia bastante pronunciada con datos sesgados a la izquierda, como se muestra en la Fig. 8.26. Sin embargo, la media del grosor de la pared celular de cada probeta (Tabla 8.9) muestra un valor similar cuando se compara entre sí.

Sample	Mean	SE Mean	Minimum	Q1	Median	Q3	Maximum
1	1.3999	0.0135	0.8698	1.0866	1.2329	1.5257	7.8644
2	1.3436	0.0113	0.9084	1.0212	1.1714	1.4942	6.7811
3	1.5918	0.0182	0.8839	1.1593	1.3683	1.7348	9.5459
4	1.5574	0.0171	0.8972	1.1371	1.3617	1.7420	8.4408
5	1.4432	0.0140	0.8968	1.1341	1.2895	1.5613	5.5966
6	1.4061	0.0137	0.8429	1.0860	1.2340	1.5423	6.3806
7	1.5455	0.0176	0.8877	1.1449	1.3624	1.7290	8.2705
8	1.4424	0.0172	0.8653	1.0765	1.2466	1.6052	6.4602

Tabla 8.8 – Distribución de la circularidad para cada probeta de espuma.



Figura 8.26 – Distribución del espesor de pared de las celdas para cada probeta.

Tabla 8.9 – Espesor de pared promedio para cada una de las probetas de espuma.

Sample	Mean
1	0.3250
2	0.3107
3	0.3481
4	0.3069
5	0.4189
6	0.3119
7	0.3418
8	0.3634

La circularidad, el diámetro equivalente y el grosor de la pared de las celdas se comparan con la densidad de espuma medida a lo largo del eje Z, para determinar si existe una relación estadísticamente significativa entre ellos. Los resultados muestran que existe un comportamiento espacial directamente relacionado con la gravedad, que actúa sobre la espuma durante el proceso de fabricación en la dirección -Z. De hecho, la densidad de la espuma disminuye cuando el punto de medición se aleja del plano inferior de la muestra (a lo largo del eje Z + de la Fig. 7.5), con un ligero incremento cuando alcanza la cara opuesta (Fig. 8.27, a). La circularidad (Fig. 8.27, b) y el diámetro equivalente (Fig.8.27, c) comparten comportamientos similares, cuanto menor es la densidad, mayores son sus valores. Por otro lado, el grosor de la pared celular muestra un patrón opuesto, ya que es alto cuando la densidad de la espuma también es mayor, como se muestra en la Fig. 8.27, d.

El análisis de regresión lineal aplicado a circularidad, diámetro equivalente y espesor de pared celular versus densidad de espuma arroja una asociación estadísticamente significativa entre cada una de las combinaciones calculadas (valor p <0.05), con valores aceptables de S, R2 y R2 (pred), como se muestra en la Fig. 8.28, a), b) y c), respectivamente.

Fig.8.28 a) muestra que la circularidad aumenta con la densidad decreciente y depende constantemente de sus valores. Observamos en la Fig 8.28 b) el mismo comportamiento entre el diámetro de la celda y la densidad, de hecho, el diámetro disminuye cuando aumenta la densidad. El espesor de la pared de la Fig. 8.28 c) resalta su dependencia de la densidad donde, cuanto menor es la densidad menor es el espesor de la pared.



Figura 8.27 – Comportamiento especial de: a) densidad de la espuma, b) circularidad, c) diámetro equivalente de la celda y d) espesor de la pared de la celda, para cada punto de medida en el eje Z.



Figura 8.28 – Modelo de regresión de la densidad versus: a) circularidad, b) diámetro de celda y c) espesor de pared de celda.

Finalmente, procesando las imágenes 2D para cada probeta, calculamos la relación gas / metal, cuyos valores se dan en la Tabla 8.10. Aunque los puntos no son muchos, al comparar estos resultados con el valor teórico esperado de 79.63, notamos que no hay una diferencia significativa (p-value = 0.338) entre los datos experimentales y este valor objetivo.

Tabla 8.10 – Relación gas/metal de probetas de espuma.

Sample	1	2	3	4	5	6	7	8
Gas/metal	80.910	79.159	77.412	80.004	75.997	79.295	79.602	80.032
ratio	6	0	7	8	1	2	2	0
Target Value				79.6	5300			

8.5 Perfiles de densidad del concreto (Obj.4)

Para este ensayo se utilizaron discos extraídos de tres diferentes muestras cilíndricas de concreto de diámetro igual a 10 cm, el primero Q6 con 44 días de carbonatación con 25% en volumen de CO2 y humedad relativa del 65% en la cámara de carbonatación, el segundo Q1 con un tiempo de carbonatación igual a 2 días y las mismas condiciones en la cámara y el tercero Q0 sin carbonatar. El primer espécimen presentaba un espesor de 4.85 cm, mientras el segundo y el tercero poseían un espesor de 4.5 cm.

Los valores de las radiaciones se registraron por el sistema de gamma scanning en correspondencia de diferentes valores de coordenada horizontal, manteniendo la coordenada vertical y el ángulo de rotación constantes. En efecto, el experimento en cámara de carbonatación se llevó a cabo asumiendo una configuración simétrica con respecto al eje z de los especímenes cilíndricos, condición que permitió realizar ensayos de radiación gamma en una sola dirección. En las pruebas experimentales, se utilizó el colimador del detector con una apertura de 8 mm de diámetro. El detector de centello junto con este colimador se posicionaron a la distancia más corta del colimador de la fuente que la estructura permitía, es decir, con una distancia de 19.4 cm entre las superficies frontales de los dos colimadores. Debido a la geometría de las muestras analizadas, estas se colocaron sobre una base de acrílico, así como evidencian las Figs. 8.29 y 8.30. El posicionamiento de las muestras en la plataforma de medición fue seleccionado para atenuar el efecto de la apertura del haz de radiación, es decir, lo más cerca posible del colimador de la fuente. De esta manera el espécimen se mantuvo a una distancia de 9.0 cm desde la superficie frontal del colimador de la fuente. Mediante la interfaz de LabVIEW y programando rutinas de cálculo se trazaron en línea los perfiles y se almacenaron en el computador los datos de posición horizontal y respectiva atenuación de la radiación gamma.



Fig. 8.29- Arreglo del sistema de medición con gamma scanning, vista frontal.



Fig. 8.30- Particular del sistema de medición con gamma scanning, vista del colimador del detector y de la muestra de concreto.

Para esta prueba, de acuerdo con la dirección de carbonatación radial desarrollada en la cámara de carbonatación acelerada, se presenta un único perfil en la dirección que cubre la totalidad del diámetro de los especímenes. La Fig. 8.31 muestra la posición y dirección de las mediciones en cada probeta ensayada. Los puntos de medida empiezan a 1 cm desde el borde de la muestra y terminan igualmente a 1 cm del borde opuesto. Cada medición tiene un intervalo espacial de 1 mm, registrando 120 puntos de medición en total.

Los parámetros del sistema de medición GS configurados son los siguientes:

- > 20 mediciones por punto de medición (2400 mediciones totales).
- > Tiempo de muestreo: 30 s (duración por ensayo: 20 h).

Intervalo de medición: 1 mm.



Fig. 8.31-Posición y dirección de las mediciones realizadas sobre las diferentes probetas.

Los resultados sin procesar obtenidos para la probeta Q6 pueden ser observados en la siguiente Fig. 8.32.



Fig. 8.32 – Perfiles en cuentas por segundo obtenidos mediante gamma scanning para la probeta de concreto carbonatada Q6.

Siendo que el objetivo del ensayo es estudiar el comportamiento de la densidad dentro de la estructura de concreto, se eliminaron los datos que no corresponden a la matriz porosa, es decir los que pueden tener influencia de los bordes y se promediaron aritméticamente los puntos de medición restantes. La Fig. 8.33 muestra los valores así obtenidos. Igualmente, las Figs. 8.34 y 8.35 brindan los datos procesados para las probetas Q1 y Q0, respectivamente.



Fig. 8.33 – Perfil en cuentas por segundo para la probeta de concreto carbonatada por 44 días Q6.



Fig. 8.34 – Perfil en cuentas por segundo para la probeta de concreto carbonatada por dos días Q1.


Fig. 8.35 – Perfil en cuentas por segundo para la probeta de concreto no carbonatado Q0.

Si se analiza el comportamiento obtenido para las tres probetas, las mediciones comparten en general el mismo patrón, con excepción de los valores de la probeta O6 ubicados a una distancia de casi 2 cm de los dos bordes. Comparadas entre sí, se puede notar que la probeta Q6 exhibe una densidad mayor que las probetas Q0 y Q1 en correspondencia de estas posiciones radiales. En el interior de las muestras, las cuentas por segundo de la radiación gamma son menores, indicando una atenuación mayor de la radiación. Este comportamiento debe ser explicado de acuerdo con los mecanismos de carbonatación y de las diversas reacciones químicas que ocurren dentro la matriz porosa y no homogénea, por la presencia de poros y los diversos agregados del concreto. En este caso, de acuerdo con los perfiles de atenuación medidos, no se detecta un patrón claro de los perfiles de densidad, aunque se pueden proyectar valores aproximadamente despreciables del gradiente de densidad en la región central de cada probeta. En las extremidades, el gradiente de densidad es distinto, y bastante simétrico con respecto al eje de simetría central de las probetas. Solamente en el caso de la probeta Q6, que ha sufrido un proceso de carbonatación de 44 días, el gradiente de densidad manifiesta una condición de asimetría, la cual podría indicar la presencia de condiciones de carbonatación no uniformes en la cámara de carbonatación acelerada. Sin embargo, existen valores de cambio espacial de la densidad en las extremidades de cada probeta que podrían atribuirse a distintos fenómenos, entre los cuales el ataque por CO_2 .

Para verificar estos resultados obtenidos con los ensayos preliminares de la técnica de gamma scanning (GS), se realizó una serie de nuevas mediciones con el propósito de poder contar con más perfiles que permitieran aplicar cálculos estadísticos simples. Aunque la simetría de las probetas carbonatadas y sin carbonatación arroja condiciones experimentales similares para los gradientes de densidad, se consideró necesario verificar los valores de las mediciones anteriores y establecer si las regiones carbonatadas podían ser registradas con el sistema GS disponible. En particular se seleccionaron los casos más extremos, el de 44 días de carbonatación de la probeta Q6 y el de sin carbonatación de la muestra Q0. El ensayo planteado consistió en obtener cuatro perfiles de atenuación de la radiación

gamma en diferentes ubicaciones de los discos cilíndricos Q6 y Q0, con diámetro de 10 cm y espesor de 4.85 cm y 4.50 cm, respectivamente. La Fig. 8.36 muestra las posiciones y dirección de estos perfiles, donde los perfiles 1 y 3 están desplazados de 90° uno del otro, mientras los perfiles 2 y 4 presentan una diferencia angular respecto al perfil 1 de referencia, de 135° y 45°, respectivamente. Los perfiles de GS inician en 0.5 cm antes del primer borde de la probeta y terminan 0.5 cm después del segundo borde. El sistema de medición por radiación gamma presenta ahora una distancia entre las



Figura 8.36. Posición y dirección de las mediciones GS realizadas con las probetas Q0 y Q6.

probetas y el colimador de la fuente de 0.10 cm, entre las probetas y el colimador del detector de 6.95 cm y entre colimadores de 11.90 cm. Los otros parámetros de medición y las características de cada ensayo se detallan a continuación:

- Periodo de muestreo: 30 s
- Intervalo entre puntos de medición: 1 mm
- Mediciones por punto: 10 mediciones
- Número de puntos de medición: 111
- Número total de mediciones: 1110

Debido a la configuración de adquisición de datos en tiempo real con que se programa el sistema de medición, un dato de medida corresponde al conteo o número de partículas que inciden en la superficie del detector, cada 0.5 s. Es decir, cada medición efectuada es el resultado de calcular la media aritmética de 60 mediciones individuales si el periodo de muestreo corresponde a 30 s.

Las Fig. 8.37, 8.38, 8.39 y 8.40 brindan los resultados de la atenuación de la radiación gamma, para los perfiles 1, 2, 3 y 4 de la probeta Q6 definidos anteriormente. Las dos líneas verticales de color







Figura 8.38. Perfil 2 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q6.



Figura 8.39. Perfil 3 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q6.



Figura 8.40. Perfil 4 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q6.

gris, ubicadas respectivamente en las coordenadas 0.5 cm y 10.5 cm del eje horizontal, denotan la posición de la superficie cilíndrica de la muestra de concreto. Cada uno de los datos mostrados en las figuras anteriores es el resultado de calcular la media aritmética de las 10 mediciones obtenidas en

en cada punto de medición. Analizando ahora el gráfico de Fig. 8.41, el cual traza los cuatro perfiles de GS simultáneamente, se observa una atenuación de la radiación gamma menor en el borde de las probetas, denotando una disminución aparente de la densidad si se compara con la región interna de



Figura 8.41. Comparación de Perfiles obtenidos para la probeta Q6.

la muestra de concreto. Además, las curvas de la atenuación gamma muestran que existe un gradiente de densidad en las regiones periféricas, mientras que en la región central el valor del gradiente es prácticamente nulo, significando que allí la densidad del material poroso es prácticamente constante.

Los perfiles de atenuación obtenidos de los ensayos de la probeta Q0 se muestran en las Figs. 8.42, 8.43, 8.44 y 8.45 donde las líneas verticales de color gris en las coordenadas 0.5 cm y 10.5 cm del eje horizontal denotan siempre la posición de la pared del cilindro de concreto. Los cuatro perfiles se trazan en conjunto en el gráfico de Fig. 8.46, pudiéndose observar que la distribución de densidad es simétrica con respecto al eje axial del cilindro y que la atenuación de la radiación gamma es nuevamente menor en la región cercana a los bordes. Respecto del gradiente de densidad, al igual que en el caso de la probeta carbonatada Q6, los perfiles obtenidos con la técnica de GS evidencian un valor nulo en la región central del concreto poroso y un cambio importante de este en las áreas próximas a la superficie exterior.



Figura 8.42. Perfil 1 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.



Figura 8.43. Perfil 2 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.

•



Figura 8.44. Perfil 3 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.



Figura 8.45. Perfil 4 de atenuación de la radiación gamma, probeta Q0.



Figura 8.46. Comparación de perfiles obtenidos para la probeta Q0.

Sucesivamente, con el propósito de comparar los perfiles de atenuación de la radiación de la probeta Q0 no carbonatada con los de Q6 con 44 días de carbonatación, se trazan en Fig. 8.47 las medias aritméticas de los 4 perfiles de ambas muestras. Para la probeta Q6, el espesor de la región de borde cercana a la pared del cilindro, donde se observa una disminución la atenuación y por lo tanto de la densidad, es aproximadamente de 1.5 cm. Para la misma probeta carbonatada Q6, los valores de la profundidad de carbonatación revelados mediante el uso del indicador químico fenolftaleína y que se reportan en la Fig. 8.48, arrojan un valor próximo a 1.5 cm, lo cual es coincidente con la distancia determinada con la técnica de escaneo GS. Sin embargo, el mismo patrón se presenta para el valor medio de la atenuación de la probeta no carbonatada Q0, lo cual parece excluir así la posibilidad de discriminar el fenómeno de carbonatación. Una posible interpretación de la disminución de la densidad para ambas muestras se debería relacionar con mecanismos físicos presentes en la fabricación de las muestras en los moldes. Los resultados obtenidos con la técnica de escaneo usando radiación gamma son prometedores, sin embargo, deben ser confirmados e interpretados en función de las características del concreto ensayado y de los productos de la reacción química de carbonatación. Villain et al. [Vil07] reportan un aumento de la densidad en las probetas carbonatadas, cuando la reacción principal de carbonatación determina la sustitución del hidróxido de calcio con calcita. De acuerdo con la revisión del estado del arte, no parece que hayan sido reportados otros trabajos en este tema, por lo cual merece una profundización. Por otro lado, siendo que los cambios de densidad del material brindados por el fenómeno de carbonatación son leves, una ulterior indicación sería la de seguir mejorando el sistema



de colimación del equipo de gamma scanning, con el propósito de reducir los errores experimentales y permitir la detección de gradientes de densidad muy pequeños.

Figura 8.47. Valores medios de los perfiles de atenuación de las muestras Q0 no carbonatada y Q6 carbonatada por 44 días.



Figura 8.48. Profundidad de carbonatación en función de los días de exposición al CO₂, revelada con el indicador fenolftaleína.

8.6 Radiografía con rayos X del concreto (Obj.4)

En un comienzo se evaluó la posibilidad de aplicar los métodos de perfilaje con rayos X y radiografía con rayos X, con el propósito de usar técnicas no destructivas de rayos X para la determinación de los gradientes de densidad en las muestras de concreto porosos carbonatado y sin carbonatar. Ambas técnicas son disponibles a los investigadores del ITCR, la primera en la Escuela de Ingeniería Forestal y la segunda en la Escuela de Ciencia e Ing. de Materiales.

En el caso del perfilaje con rayos X, debido a la reducida potencia del equipo, que es apto para aplicaciones con madera, se cortaron probetas delgadas de espesor 0,5 cm, ver Fig. 8.49, del cemento carbonatado y no carbonatado para tratar de medir su densidad. Estos ensayos no fueron exitosos, las limitantes fueron el espeso mínimo del material concreto ensayado que fue posible preparar y por otro lado el máximo valor de densidad que el equipo permitía medir de 2000 g/cm3. Por lo tanto, se descartó su aplicación, ya que no fue posible superar estos problemas.



Figura 8.49. Preparación de la probeta a medir mediante densitómetro rayos X.

Respecto de la alternativa de la radiografía con rayos X, esta se aplicó con las siguientes condiciones del ensayo para el equipo usado:

- Potencia: 100KV
- Amperaje: 3 mA
- Tiempo:1.5 minutos
- Distancia entre la fuente y la superficie anterior de las muestras (discos cilíndricos): 70 cm.

Las Figs. 8.50 y 8.51 brindan, respectivamente, las imágenes radiográficas de las muestras circulares de concreto Q0 y Q6 analizadas anteriormente mediante las técnicas GS. La calidad de la imagen obtenida para la probeta Q6, que ha sufrido un proceso de carbonatación de 44 días en cámara acelerada, no permite distinguir una región exterior que presente una diferencia sustancial respecto de la región interna. La aparente disminución de color en el borde externo de la probeta se repite también

en la imagen de la muestra no carbonatada Q0 y por lo tanto no permite discriminar algún efecto particular. Los resultados obtenidos mediante la aplicación de la técnica de radiografía con rayos X confirman entonces la dificultad de determinar los leves cambios de densidad del material causados por el fenómeno de carbonatación. En este caso se considera útil el poder explorar la detección de gradientes de densidad mediante el uso técnicas de radiografía con rayos X que hagan uso de señales digitales. Actualmente este tipo de equipo no es disponible, pero su adquisición está ya en curso.



Figura 8.50. Imagen radiográfica de la probeta Q0, sin carbonatar.



Figura 8.51. Imagen radiográfica de la probeta Q6, carbonatada por 44 días.

8.7 Caracterización mecánica de los materiales ensayados (Obj.5)

De acuerdo con los resultados de la investigación obtenidos con el desarrollo de las actividades del objetivo específico 1 y del sucesivo trabajo experimental, se seleccionan algunas propiedades mecánicas que son función de la densidad, con el propósito de interpretar los perfiles en función de estas propiedades. En particular su usan correlaciones de literatura para determinar los valores de las propiedades mecánicas seleccionadas.

8.1 Aluminio poroso y celular

Para el caso del aluminio poroso y celular se considera que las propiedades mecánicas son función del valor de la densidad relativa $\rho_r = \frac{\rho_F}{\rho_S}$, es decir de la relación entre la densidad del material celular respecto de la densidad del material solido de la matriz. En este caso el modelo más aceptado, que expresa la dependencia de las propiedades mecánicas en función de la densidad, es el de Gibson y Ashby [Gib97], [Ash03]. Por ejemplo, para el caso del módulo elástico E_F y la resistencia σ_F de un material celular las ecuaciones del modelo de Gibson y Ashby se expresan mediante las anteriores Ecs. 2.4 y 2.5, mientras que la Ec. 2.6 es aplicable a materiales porosos.

Considerando como primer caso el de las muestras de aluminio celular, los perfiles de densidad de las muestras ensayados y obtenidos mediante técnicas de gamma scanning se han trazado en la Fig. 8.27a. Los perfiles evidencian valores mayores de la densidad en los extremos de las probetas, hasta aproximadamente 0.45 g/cm³ en la región inferior y 0.25 g/cm³ en la región superior y menores en la región central, donde la densidad alcanza un valor mínimo cercano a 0.2 g/cm³. De consecuencia la densidad relativa es menor en la región central y de acuerdo con el modelo de Gibson y Ashby el material celular experimentaría allí los valores más bajos de las propiedades mecánicas. Sin embargo, en la cercanía de las regiones extremas (región inferior y superior de las probetas), el material mejoraría los valores de las propiedades.

En efecto, la densidad relativa local del material, la variedad de dimensiones de las celdas, la circularidad y el espesor de la celda son el resultado de diversos fenómenos físicos que se manifiestan durante la manufactura en horno para el tratamiento térmico del material, entre los cuales la competencia entre la expansión de las burbujas y la solidificación del material metálico. Las deformaciones mecánicas del material celular dependen de los diversos comportamientos de deformación de los bordes de confluencia de las celdas (bordes de Plateau) y de las paredes de las celdas mismas. Para un material celular, de acuerdo con el estado del arte, el mecanismo principal de deformación de los bordes de Plateau es flexión, mientras que tensión y compresión controlan las deformaciones de las paredes de las celdas. Para el análisis de las propiedades mecánicas, se seleccionan por lo tanto el módulo elástico E_F y la resistencia a compresión σ_F del material celular de aluminio.

Usaremos las correlaciones del modelo de Gibson y Ashby del capítulo 2, respectivamente:

$$\frac{E_F}{E_s} = C_1 \rho_r^2 \qquad (8.1)$$

y:

$$\frac{\sigma_F}{\sigma_s} = C_2 \rho_r^{\frac{3}{2}} \qquad (8.2)$$

En el caso del módulo elástico, comparando entre ellos los valores que se refieren a dos posiciones distintas 1 y 2 dentro del mismo material celular con igual matriz sólida, se tiene:

$$\frac{(E_F/E_S)_1}{(E_F/E_S)_2} = \frac{(C_1 \ \rho_r^2)_1}{(C_1 \ \rho_r^2)_2}$$
(8.3)

Siendo
$$\frac{(E_F/E_S)_1}{(E_F/E_S)_2} = \frac{E_{F1}}{E_{F2}}$$
 y $\frac{(C_1 \ \rho_r^2)_1}{(C_1 \ \rho_r^2)_2} = \frac{\rho_{r1}^2}{\rho_{r2}^2}$, sustituyendo en la Ec. 8.3:

$$\frac{E_{F1}}{E_{F2}} = \frac{\rho_{r1}^2}{\rho_{r2}^2} \tag{8.4}$$

Asumiendo ahora que la posición 1 corresponda a la región inferior de la espuma ensayada con densidad relativa proporcional a 0.45 g/cm^3 y la posición 2 a la región con densidad relativa proporcional a 0.25 g/cm^3 , sustituyendo en la Ec. 8.4:

$$E_{F1} = 3.24 \ E_{F2}$$
 (8.5)

Es decir, la región inferior de la espuma metálica de aluminio presentaría un valor de rigidez más de tres veces superior que la región central.

Para el caso de la resistencia mecánica a compresión, usando la expresión de la Ec. 8.2 para las mismas posiciones anteriores 1 y 2 dentro del material:

$$\frac{(\sigma_F/\sigma_S)_1}{(\sigma_F/\sigma_S)_2} = \frac{(C_2 \ \rho_r^{\frac{3}{2}})_1}{(C_2 \ \rho_r^{\frac{3}{2}})_2}$$
(8.6)

es decir:

$$\frac{\sigma_{F1}}{\sigma_{F2}} = \frac{\rho_{F1}^{\frac{3}{2}}}{\rho_{F2}^{\frac{3}{2}}}$$
(8.7)

luego:

$$\sigma_{F1} = 2.66 \ \sigma_{F2}$$
 (8.8)

En este caso la resistencia a compresión de la región inferior del material celular superaría más que dos veces la de la región central.

8.2 Concreto carbonatado y no carbonatado

En el caso del material poroso concreto, de acuerdo con el estado del arte, los gradientes de densidad pueden modificar las propiedades mecánicas, como por ejemplo demuestran las investigaciones que se desarrollan principalmente respecto de los concretos espumados y de los concretos funcionales con densidad variable. También en el caso de los concretos carbonatados, el cambio de porosidad y por lo tanto de densidad, modifica los valores de las propiedades mecánicas, en particular es de mucha importancia el cambio de la resistencia a compresión del material.

En una primera aproximación, las reacciones químicas en ambiente húmedo entre el CO_2 y los compuestos hidratados del concreto generan una precipitación de calcita $CaCO_3$ sólida en las paredes de los poros del concreto. Simultáneamente, otros compuestos solidos se disuelven en fase acuosa, como en el caso del hidróxido de calcio $Ca(OH)_2$. El cambio de la porosidad del concreto es resultado de estos fenómenos contrarios, que son controlados por la cinética de las múltiples reacciones químicas del proceso de carbonatación, acopladas a las reacciones propias de los procesos químicos del cemento. De acuerdo con la revisión efectuada en la literatura científica, a diferencia del concreto espumado o del concreto funcional, en el caso del concreto carbonatado no parece ser que pueda disponerse de correlaciones que expresen el valor de las propiedades mecánicas en función de la densidad del material. Por otro lado, es evidente que un valor mayor de densidad contribuye a mejorar las prestaciones mecánicas de este material. En el caso del proceso de carbonatación, en correspondencia de las primeras fases del proceso, se obtiene un aumento de la densidad del material por la precipitación de la calcita, por lo cual la resistencia a compresión debería mejorar.

Los perfiles de densidad obtenidos mediante gamma scanning y reportados en las Figs. 8.33, 8.34 y 8.35, evidencian para la muestra Q6, es decir para el concreto con 44 días de carbonatación, un aumento de la densidad en la región periférica, cuando se compara con la muestra Q1 (carbonatación con 2 días) y Q0 (sin carbonatar). Sin embargo, en este caso, los valores numéricos de las cuentas por segundo de la radiación no permiten recabar un gradiente de densidad claro y definido, como se puede apreciar en la Fig.8.47. Causas diversas pueden contribuir a este tipo de resultado, como: pequeños valores de cambio de la densidad comparados a los errores experimentales de medición, presencia de aglomerados de diversa densidad y dimensión en la matriz del concreto no homogéneo, múltiples reacciones químicas con diversos productos de reacción, etc.

A pesar de estas dificultades, se podría caracterizar el material de acuerdo con los cambios de densidad, a partir de algunas correlaciones de literatura en uso para los concretos del tipo *functionally graded*, que son materiales de construcción que incorporan cambios espaciales de densidad. En particular, para modelar el módulo elástico E_h de un concreto con gradiente de densidad, Herrmann y Sobek [Her17] proponen, usando el mismo modelo de Gibson y Ashby desarrollado para los materiales celulares, la siguiente relación:

$$\frac{E_h}{E_s} = C_1 \rho_r^{2.5}$$
 (8.9)

donde la densidad relativa se define siempre como la relación entre la densidad del concreto poroso y la densidad del material solido con modulo elástico E_s . Asumiendo una variación de densidad relativa del 5% entre la región carbonatada y no carbonatada, se tendría una diferencia de módulos elásticos igual $(0.05)^{2.5}$, es decir de casi el 0.06%. Para un concreto con modulo elástico de 20 GPa, esto correspondería a una variación de aproximadamente 0.012 GPa.

9 Conclusiones

Se ha investigado una espuma de metal de aluminio fabricada utilizando un proceso de pulvimetalurgia, midiendo las variaciones de densidad en ocho diferentes secciones de la espuma con una técnica no destructiva de rayos gamma. Una vez separadas estas ocho secciones en ocho probetas, se han analizado algunos parámetros morfológicos de las celdas a través del análisis de imágenes 2D de sus secciones.

La densidad es relativamente constante de sección a sección de la espuma metálica y el diámetro equivalente de la celda resalta un comportamiento similar entre las secciones, siguiendo una distribución caracterizada por una continuidad espacial regular. La circularidad celular tiene una gran gama de valores y los datos están sesgados hacia la izquierda, mostrando un comportamiento de circularidad celular cercano a 1 y, por lo tanto, las burbujas se desvían solo ligeramente de la forma esférica. Sin embargo, es notable que, respetando el sentido de la gravedad, las celdas en la región inferior de las muestras son más pequeñas y de forma más esférica que en la zona superior. Este comportamiento es una consecuencia directa del efecto de la gravedad y las interacciones entre burbuja-burbuja durante el proceso de fabricación, lo que genera regiones en la estructura de la espuma con diferentes características morfológicas. La distribución del grosor de la pared celular comparte el mismo comportamiento de circularidad, datos sesgados a la izquierda.

Se encontró que las propiedades morfológicas están directamente relacionadas con los valores de densidad y que esta relación es bastante lineal. Si la densidad aumenta, la circularidad disminuye, el diámetro de los poros también disminuye y el grosor de la pared aumenta. Significa que, al medir la densidad en varias secciones de un volumen de espuma metálica, es posible evaluar la morfología interna de este material celular.

Los perfiles evidencian un gradiente de densidad, donde los valores de la densidad en la región inferior y superior son de 0.25 g/cm³ y 0.45 g/cm³ respectivamente y menores en la región central, donde la densidad alcanza un valor mínimo cercano a 0.2 g/cm³. De acuerdo con el modelo de Gibson y Ashby el material celular experimentaría en la parte central los valores más bajos de las propiedades mecánicas y en la cercanía de las regiones extremas (región inferior y superior de las probetas), el material mejoraría los valores de las propiedades.

Se seleccionan el módulo elástico E_F y la resistencia a compresión σ_F del material celular de aluminio. Usando las correlaciones del modelo de Gibson y Ashby se concluye que $E_{F1} = 3.24 E_{F2}$, la región inferior de la espuma metálica de aluminio presentaría un valor de rigidez más de tres veces superior que la región central. Para el caso de la resistencia mecánica a compresión se tiene que $\sigma_{F1} = 2.66 \sigma_{F2}$, la resistencia a compresión de la región inferior del material celular superaría más que dos veces la de la región central.

Se ha preparado muestras del material concreto poroso carbonatado y sin carbonatar. Inicialmente se preparó la mezcla del concreto, seleccionando el tipo de cemento aglutinante, los valores de las relaciones agua/cemento, los agregados del concreto y el número de muestras, incluyendo las

muestras de control testigos. Una vez solidificado las muestras se curaron en cámara húmeda por un tiempo de 90 días. Usando la cámara de carbonatación se llevaron a cabo los ensayos de carbonatación durante tiempos variados. Los perfiles de densidad obtenidos mediante gamma scanning no presentan una evidente claridad en los resultados. Solo en la prueba con 44 días de carbonatación se observa un aumento de la densidad en la región periférica, cuando se compara con la muestra Q1 (carbonatación con 2 días) y Q0 (sin carbonatar). Los valores numéricos de las cuentas por segundo de la radiación no permiten recabar un gradiente de densidad claro y definido. A pesar de estas dificultades, se caracterizar el material de acuerdo con los cambios de densidad, a partir de algunas correlaciones de literatura en uso para los concretos del tipo *functionally graded*. Resultados para el módulo elástico E_h de un concreto con gradiente de densidad, asumiendo una variación de densidad relativa del 5% entre la región carbonatada y no carbonatada, se tendría una diferencia de módulos elásticos igual $(0.05)^{2.5}$, es decir de casi el 0.06%. Para un concreto con modulo elástico de 20 GPa, esto correspondería a una variación de aproximadamente 0.012 GPa.

10 Recomendaciones

- Mientras más se ahonda en el tema de los ensayos no destructivos, más se confirma la
 potencialidad de los rayos gamma y de la necesidad de investigar mejoras metodológicas para
 su aplicación, principalmente en los nuevos materiales ligeros. La técnica de medición con
 rayos gamma fué un reto al inicio del proyecto, pero por su complejidad, continúa siéndolo
 porque sabemos que podemos mejorar aún más la precisión y exactitud de las mediciones.
- Mejorando el sistema de medición e incrementando el tiempo de carbonatación del concreto se puede lograr mejores conclusiones acerca del comportamiento de la densidad en el tiempo y de su relación con propiedades mecánicas.
- Al haber analizado y relacionado en forma teórica algunas propiedades mecánicas de las espumas con la densidad, se plantea la inquietud de comprobar experimentalmente los resultados obtenidos.
- Como parte de la caracterización de los materiales, se desarrolla una técnica para el análisis de imágenes en 2D, aplicándose a las espumas metálicas y obteniéndose una relación funcional entre las propiedades de una espuma con la densidad. Este hallazgo es de mucha importancia por la relación que la forma de la estructura de una espuma posee con su perfil de densidad, así como la relación, que en futuras investigaciones puede encontrarse entre, la estructura de esta espuma con las propiedades mecánicas que se determinen en forma experimental.
- Por la gran cantidad de datos que se obtienen es evidente la necesidad de investigar sobre metodologías alternativas como las que ofrece la minería de datos.

11 Agradecimiento

Se agradece la Vicerrectoría de Investigación del Instituto Tecnológico de Costa Rica por el apoyo al proyecto.

12 Referencias

[Als11] Als-Nielsen, J., McMorrow, D., Elements of modern X-ray physics. John Wiley and Sons, 2011.

[Akt10] Akthar F.K. and Evans J.R.G., High porosity (>90%) cementitious foams, *Cement and Concrete Research*, **40**, 352-358, 2010.

[Ash00] Ashby, M. F., Evans, T., Fleck, N. A., Hutchinson, J. W., Wadley, H. N. G., & Gibson, L. J., Metal Foams: A Design Guide: A Design Guide, Elsevier, 2000.

[Ash03] Ashby M. and Tianjian L., Metal foams: A survey, SCIENCE IN CHINA, 46 (6), 521-532, 2003.

[Asm02] ASM Handbook Online, Volume 17: Nondestructive Evaluation and Quality Control-Radiographic Inspection, revised by ASM Committee, 2002.

[Ast10] ASTM C1673-10ae1 Standard Terminology of C26.10 Nondestructive Assay Methods, ASTM International, West Consshohocken, PA, 2010.

[Ast17] ASTM E1316-17 Standard Terminology for Nondestructive Examinations, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.

[Bab04] Baumbach T., Helfen L., Schladitz K., Pernot P., Stanzik H. and Banhart J., High resolution microtomography and fast radiography for real time and in-situ characterization of porous microstructures, 16th World Conference on Non-destructive Testing, Montreal, 30 August- 3 September, 2004.

[Bab05] Babu D.S., Babu K.G. and Wee T.H., Properties of lightweight expanded polystyrene aggregate concretes containing fly ash, Cement and Concrete Research, 35, 1218-1223, 2005.

[Ban01a] Banhart J., Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams, Progress in Materials Science, 46, 559-632, 2001.

[Ban01b] Banhart J., Stanzick H., Helfen L., Baumbach T. and Nijof K., Real-time x-ray investigation of aluminium foam sandwich production, Advanced Engineering Materials, 3 (407), 2001.

[Ban08] Banhart J. and Seeliger H.W., Aluminium foam sandwich panels: manufacture, metallurgy and applications, Advanced Engineering Materials, 10, N. 9, 793-802, 2008.

[Ban13] Banhart J., Light-metal foams-History of innovation and technological challenges, Advanced Engineering Materials, 15, N. 3, 82-111, 2013.

[Bea99] Beals J.T. and Thompson M.S., Density gradient effects on aluminum foam compression behavior, Journal of Materials Science, 32, 3595-3600, 1997.

[Bru02] Bruno G., Girardin E., Giuliani A., Manescu A., Rustichelli F., O'Donnel B. and McHugh P.E., Residual stress analysis in aerospace MMC materials by neutron diffraction, Applied Physics A, Materials Science & Processing, doi:10.1007/s003390201746, 2002.

[Cha07] Chaverri O., Chiné B. y Conejo M., Análisis de una columna desbutanizadora mediante técnica de perfilaje gamma, en Tecnología en Marcha, 20-1, ET, 42-49, 2007.

[Che04] Chen B. and Liu J., Properties of lightweight expanded concrete reinforced with steel fiber, Cement and Concrete Research, 34 (7), 1259-1263, 2004.

[Chi09] Chinè B., Metodologia di controllo dell'integrità di componenti realizzati con materiali non convenzionali, Report tecnico del OR 6: Impiego di materiali innovativi nella progettazione delle macchine utensili, Laboratorio MUSP, Piacenza, 2009.

[Chi17] Chiné B., Cuevas-Kaufmann R., Jiménez-Salas. R., Accelerated testing of the concrete carbonation in a corrosion chamber, SCiMAN2017- 12° Symposium on Advanced Materials Science and Engineering and Nanotechnology 2017, 11-14 December 2017, San Jose, Costa Rica.

[ChJ02] Chi J.M., Huang R. and Yang C.C., Effects of carbonation on mechanical properties and durability of concrete using accelerated testing method, *Journal of marine science and technology*, 10, N.1, 14-20, 2002.

[Con08] Conejo M., Chaverri O., Chiné B. y Vargas C., Desarrollo y aplicaciones de las tecnologías de radiotrazadores y ESCANEO gamma, Control de Procesos mediante Tecnologías de Diagnóstico Isotópico, en Tecnología en Marcha, 21-3, ET, 92-101, 2008.

[Dax00] Daxner T., Rammerstorfer F.G. and Böhm J.G., Adaptation of density for optimizing aluminium foam structures, Materials Science and Engineering, 16, 935-939, 2000.

[Dhr15] Dhrampal, MV. and Mutneja V., Methods of Image Edge Detection: A review, *Electrical & Electronic Systems*, 4, n°2, 150-154, 2015.

[Du13] Du X., Liu J. and Ma G., Macroscopic effective mechanical properties of porous dry concrete, Cement and Concrete Research, 44, 87-96, 2013.

[Duf15] Duffó G., Gaillard N., Mariscotti M. and Ruffolo M., Application of gamma-ray radiogravimetry and gravimetric measurements after accelerated corrosion tests of steel embedded in mortar, Cement and Concrete Research, 74, 1-9, 2015.

[Elm02] Elmoutaouakkil, A., Salvo L., Maire, E., Peix, G., 2D and 3D Characterization of metal foams using X-ray tomography, Adv. Eng. Mater. 4, 803–807, 2002.

[Eva99] Evans A.G., Hutchinson J.W. and Ashby M.F., Multifuncionality of cellular metal system, Progress in Materials Science, 43, 171-221, 1999.

[Fab08] Fabbri, A., Corvisier, J., Schubnel, A., Brunet, F., Fortin, J., Goffé, B., Barlet-Gouédard, V., Rimmelé, G. and Leroy, Y. (2013) Effect of Carbonation on the Hydro-Mechanical Properties of Portland Cement, in Thermo- Hydromechanical and Chemical Coupling in Geomaterials and Applications: Proceedings of the 3 International Symposium GeoProc'2008 (eds J.-F. Shao and N. Burlion), John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA.

[Fer15] Ferretti D., Michelini E. and Rosati G., Cracking in autoclaved aerated concrete: Experimental investigation and XFEM modeling, Cement and Concrete Research, 67, 156-167, 2015.

[For13] Foroughi B., Degischer H.P. and Kottar A., Characterization and simulation of tensile deformation of non-uniform cellular aluminium until damage, Advanced Engineering Materials, 15, Issue 4, 276-286, 2013.

[Gal17] Galal M., Youssef T. and Abdel-Aziz A.F., Factors influencing the physical and mechanical properties of foamed concrete- modeling and optimization, International Journal of Scientific & Engineering Research, 8, issue 10, 860-867, 2017.

[Gar90] García A. Ensayos no Destructivos por la Técnica de Radiografía Industria. México 1990.

[Ghe13] El Ghezal M.I., Maalej Y. and Doghri I., Micromechanical models for porous and cellular materials in linear elasticity and viscoelasticity, Computational Materials Science, 70, 51-70, 2013.

[Gib88] Gibson L.J. and Ashby M.F., Cellular solids, structure and properties, Pergamon Press, Oxford, 1988.

[Gib97] Gibson L.J. and Ashby M.F., Cellular solids, structure and properties, 2nd edition, Cambridge University Press, Cambridge, 1997.

[Han12] Han J., Sun W., Pan G., Wang C. and Rong, H., Application of X-ray computed tomography in characterization microstructure changes of cement pastes in carbonation process, Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., 27, n. 2, 358-363, 2012.

[Har12] Haraguchi M. I., Kim H. Y., Sprenger F. E. and Calvo W. A. P., Industrial Equipment Troubleshooting with Imaging Technique Improved Gamma-Ray Absorption Scans, Journal of Physical Science and Application, 9(2), 359-371, 2012.

[Har66] Harland D.G., A radio-active method for measuring variations in density in concrete cores, cubes and beams, Magazine of concrete research, 18, N. 55, 95-101, 1966.

[Hel00] Helfen L., Baumbach T., Banhart J., Stanzick H., Cloetens P., Ludwig W. and Baruchel J., High resolution radioscopy and tomography for light materials and devices, Proc. 15th World Conference on Non-Destructive Testing, AIPnD (Ed.), October 2000, Rome.

[Her17] Herrmann M. and Sobek W., Functionally graded concrete: numerical design methods and experimental tests of mass-optimized structural components, Structural Concrete, 18, 54-66, 2017.

[Hor20] HorizonEuropa, Guide to Horizon 2020, 2013, www.HorizonEuropa.eu.

[Jai89] Jain A., Fundamentals of digital image processing, Upper Saddle River, USA: Prentice-Hall, 1989.

[Kad05] Kadashevich I., Schneider H.J. and Stoyan D., Statistical modeling of the geometrical structure of the system of artificial pores in autoclaved aerated concrete, Cement and Concrete Research, 35, N. 8, 1495-1502, 2005.

[Kan09] Kan A. and Demirborğa R., A novel material for lightweight concrete production, Cement and Concrete Composites, 31, 489-495, 2009.

[Kel06] Kelly A., Why engineer porous materials?, Philosophical Transactions of the Royal Society A, 364, 5-14, 2006.

[Kuw08] Kuwazuru O., Murata Y., Hangai Y., Utsunomiya T., Kitahara S. and Yoshikawa N., X-ray CT inspection of porosities and its effect on fatigue of die cast aluminium alloy, Journal of solid mechanics and engineering, 2, N. 9, 1220-1231, 2008.

[Iae02] IAEA TCS 17- Industrial Applications and Chemistry Section, Guidebook on non-destructive testing of concrete structures, IAEA, Vienna (Austria), 2002.

[Jai89] Jain A., Fundamentals of digital image processing, Upper Saddle River, USA: Prentice-Hall, 1989.

[Leh14] Lehmhus D. and Busse M., Mechanical performance of structurally optimized AlSi7 aluminium foams – an experimental study, Mat.-wiss. u. Werkstofftech., 45 No. 12, 1061-1071, 2014.

[Lyd14] Lydzba D., Rajczakowska M. and Stefaniuk D., Identification of the carbonation in concrete using X-ray mictrotomography, Studia Geotechnica et Mechanica, 36, n.1, 2014.

[Mal07] Malcolma A., Leong H., Spowage A. y Shacklock A., Image segmentation and analysis for porosity measurement, *Journal of Materials Processing Technology*, 192, n°193, 391–396, 2007.

[Mat18a] MathWorks®, «Edge,» R2017a, 2018. [En línea]. Available: https://la.mathworks.com/help/images/ref/edge.html. [Último acceso: 05 June 2018].

[Mat18b] MathWorks®, «Measure properties of image regions,» R2017a, 2018. [En línea]. Available: https://la.mathworks.com/help/images/ref/regionprops.html. [Último acceso: 12 March 2018].

[Men11] Meneses M., Statistical Monitoring of Vertical Density Profiles, PhD Dissertation. Politecnico di Milano, Italy, 2011.

[Mon09] Montgomery D. Design and Analysis of Experiments, Wiley Edition, 2009.

[Mor14] Morandeau A., Thiery M. and Dangla P., Investigation of the carbonatation mechanism of CH and C-S-H in terms of kinetics, microstructure changes and moisture properties, Cement and Concrete Research, 56, 153-170, 2014.

[Niz08] Nizovtsev, M., Stankus, S., Sterlyagov, A., Terekhov, V. y Khairulin, R., Determination of moisture diffusivity in porous materials using gamma-method, International Journal of Heat and Mass Transfer, 51(17), 4161-4167, 2008.

[Oli04] de Olivera J.M. Jr, Martins A.C.G. and de Milito J.A., Analysis of concrete material through gamma ray computerized tomography, Brazilian Journal of Physics, 34, n. 3A, 2004.

[Ozt03] Özturk T., Kroggel O. and Grübl P., Propagation of ultrasound in concrete-spatial distribution and development of the Young's modulus, Intern. Symp. Non-destructive testings in civil engineering 2003, September 16-19, Berlin, 2003.

[Pra15] Prade F., Chabior M., Malm F., Grosse C.U. and Pfeiffer F., Observing the setting and hardening of cementitious materials by X-ray dark field radiography, Cement and Concrete Research, 74, 19-25, 2015.

[Rac09] Rack A., Helwig H.M., Bütow A., Rueda A., Matijašević-Lux B., Helfen L., Goebbels J. and Banhart J., Early pore formation in aluminium foams studied by synchrotron-based microtomography and 3-D image analysis, Acta Materialia, 57, 4809-4821, 2009.

[Sal10] Salvo L., Suéry M., Marmottant A., Limodin A. and Bernard D., 3D imaging in material science: application of X-ray tomography, Comptes Rendus Physique, 11, 641-649, 2010.

[Sen14] Sennewald C., Steffen K., Weck D., Gruhl A., Thieme M., Hoffmann G., Stephani G., Böhm R., Cherif C., Andersen O., Kieback B. and Hufenbach W.A., Metal sandwiches and metal matrix composites based on 3D woven wire structures for hybrid lightweight construction, Advanced Engineering Materials, 16, N. 10, 1234-1242, 2014.

[Sol07] Solórzano E., Rodríguez-Perez M.A., Reglero J.A. y de Saja J.A., Density gradients in aluminium foams: characterisation by computed tomography and measurements of the effective thermal conductivity, Journal Materials Science, 42, 2557–2564, 2007.

[Var05] Vargas C., Chaverri O., Chiné B. y Conejo M., Control de Procesos mediante Tecnologías de Diagnóstico Isotópico, en Tecnología en Marcha, 18-2, ET, 107-116, 2005.

[Vil07] Villain G., Thiery M. and Platret G., Measurement methods of carbonatation profiles in concrete: thermogravimetry, chemical analysis and gammadensimetry, Cement and Concrete Research, 37, 1182-1192, 2007.

[Wan10] Wang X., Nguyen M., Stewart M., Syme M. and Leitch A., Analysis of climate change impacts on the deterioration of concrete infrastructure. Part 1: Mechanisms, Practices, Modeling and Simulations - A Review, 2010, CSIRO, Canberra.

[Wuc17] Wu C. and Li J., Structural protective design with innovative concrete material and retrofitting technology, Procedia Engineering, 173, 49-56, 2017.

[Zhu14a] Zhu X., Ai S., Fang D., Liu B. and Lu X., A novel modeling approach of aluminum foam based on MATLAB image, *Computational Materials Science*, 82, 451-456, 2014.

[Zhu14b] Zhu X., Ai S., Lu X., Zhu L. and Liu B., A novel 3D geometrical reconstruction method for aluminum, *Theoretical & applied mechanics letters*, 4, 021006, 2014.