

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA ELÉCTRICA INGENIERÍA ELÉCTRICA - PROCESAMIENTO DE SEÑALES

Análisis teórico-experimental de la micro estructura de pasta de cemento mediante ultrasonido

TESIS QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE: DOCTOR EN INGENIERÍA

PRESENTA: Alejandro Villarreal López

TUTORA PRINCIPAL DRA. LUCÍA MEDINA GÓMEZ COMITÉ TUTOR DR. SERGIO SOLIS NAJERA DR. PABLO PEREZ ALCAZAR

CIUDAD DE MÉXICO, SEPTIEMBRE, 2019



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO:

Presidente:	Dr. Felipe Orduña Bustamante
Secretario:	Dr. Pablo Roberto Pérez Alcázar
Vocal:	Dra. Lucía Medina Gómez
1er. Suplente:	Dr. Sergio Enrique Solís Nájera
20. Suplente:	Dr. Francisco Castellanos León

La tesis se realizó en Ingeniería Eléctrica en Procesamiento de Señales, UNAM.

TUTORA DE TESIS:

Dra. Lucía Medina Gómez

Reconocimientos

Quiero agradecer al programa de becas de posgrado CONACYT y a DGAPA por el proyecto PAPIIT IT102116 y IT118811 los cuales me proporcionaron el apoyo económico para el desarrollo de mis estudios durante estos años.

Al CIIDIR, Oaxaca por abrirme sus puertas y permitirme aprender tanto de ellos, en particular al Dr. Francisco Castellanos, al Dr. Prisciliano Cano y al Dr. Mario Cosmes.

Muchas personas me brindaron su ayuda y apoyo para que yo pudiera lograr esta meta, sin ellos el camino hubiera sido más arduo. En primer lugar quiero agradecer a mi asesora, la Dra. Lucía Medina, quien más que una asesora se convirtió en una gran amiga y cuyos valiosos aportes contribuyeron a mejorar mi investigación; al Dr. Sergio Solís por todas las reuniones de trabajo que tuvimos, ambos siempre creyeron en mis habilidades y me han brindado los consejos y recursos necesarios para lograr mis objetivos. También quiero agradecer al resto de mi jurado, al Dr. Pablo Pérez, al Dr. Francisco Castellanos y al Dr. Felipe Orduña por reunirse conmigo para discutir aspectos de mi investigación y revisiones de este trabajo.

Quiero expresar mi gratitud a mis compañeros del cuarto piso, Fernando, Guillermo y Mariana por el buen ambiente de trabajo y la diversión que tuvimos juntos. También quiero agradecer a mis amigos de la facultad, en particular a Yanalte por las pláticas y los cafés compartidos.

A mis más queridos amigos Antonio y Hugo por todo el apoyo que supongo me han dado.

A Karina, por el tiempo compartido, que recuerde que la vida a veces es como una tormenta "...y una vez que la tormenta termine, no recordarás como lo lograste, como sobreviviste. Ni siquiera estarás seguro que la tormenta ha terminado realmente. Pero una cosa si es segura, cuando salgas de esa tormenta, no serás la misma persona que entró en ella. De eso trata esta tormenta" (Haruki Murakami).

Por último, expreso mi más profundo agradecimiento a mi madre y hermana, por su incesante aliento, amor y comprensión. Estoy profundamente agradecido con mi hermana Cecilia por ayudarme además con las correcciones y por las palabras de aliento recibidas. Las amo.

A la Facultad de Ciencias y a la Universidad, por la formación que me han dado y por ser mi casa durante tantos años.

Es gracias a todos ustedes que es posible el presente trabajo.

En verdad, gracias.

Alejandro.

Declaración de autenticidad

Por la presente declaro que, salvo cuando se haga referencia específica al trabajo de otras personas, el contenido de esta tesis es original y no se ha presentado total o parcialmente para su consideración para cualquier otro título o grado en esta o cualquier otra Universidad. Esta tesis es resultado de mi propio trabajo y no incluye nada que sea el resultado de algún trabajo realizado en colaboración, salvo que se indique específicamente en el texto.

Alejandro Villarreal López. Ciudad de México, Septiembre, 2019

Resumen

Para determinar la durabilidad o vida útil de las construcciones de cemento, es necesario conocer la situación en que se encuentra la estructura. A nivel práctico, la caracterización más utilizada son las pruebas destructivas; sin embargo, la evaluación no destructiva (END) de los materiales basados en cemento es un área en constante crecimiento, esto ha llevando a múltiples avances en el monitoreo y evaluación de las condiciones de las estructuras hechas con base en este material. Los END por ultrasonido se han implementado con diferentes niveles de éxito para caracterizar y evaluar la micro-estructura de estos materiales. Un problema importante con la aplicación de estas técnicas es su interpretación ya que las ondas ultrasónicas que se propagan en estos materiales muestran un alto grado de pérdidas por atenuación, lo que dificulta la evaluación cuantitativa.

El objetivo de esta investigación es utilizar distintos modelos teóricos para cuantificar el cambio de onda ultrasónica dispersada de una distribución conocida de huecos, este cambio se debe a la presencia de una fractura o por la degradación de la pasta por efecto de la carbonatación. Por un lado se implementó el modelo de dispersión múltiple desarrollado por Yang para obtener la velocidad de fase y atenuación ultrasónica para caracterizar la micro-estructura de materiales heterogéneos basados en cemento bajo distintos niveles de porosidad ya que predice directamente el tamaño y la fracción de volumen de los huecos. El estudio considera una matriz con dispersores ambos con propiedades conocidas. Estos resultados demuestran la efectividad del uso de la velocidad de fase para medir el tamaño promedio, la fracción de volumen de los huecos. Por otro lado, se aplico el método numérico de integración finita (EFIT) para observar el cambio en el campo acústico por los distintos niveles de porosidad y además cuando existe una fractura en la muestra.

Para obtener resultados experimentales se realizaron probetas de pasta de cemento sin agregados de acuerdo a la norma establecida; estas se dividieron en dos grupos, uno con fracturas de distintos tamaños y otro que fue expuesto a carbonatación, para analizar las probetas con fractura se presenta el método de Hilbert-Huang como una forma de filtrado para eliminar el ruido de la micro-estructura en las probetas.

En general, esta investigación muestra el potencial de usar velocidad de fase y atenuación ultrasónica para caracterizar cuantitativamente la pasta de cemento. Las pérdidas por absorción y dispersión pueden relacionarse con los elementos micro-estructurales individuales de la pasta de cemento endurecida. Se obtiene una relación directa entre la carbonatación y la velocidad de fase en distintas relaciones de agua-cemento.

Índice general

Ín	dice	de figuras	XV
Ín	dice	de tablas	XIX
1.	Intr	oducción	1
	1.1.	Pasta de cemento	1
		1.1.1. Ataque físico	3
		1.1.2. Ataque químico	3
		1.1.3. Carbonatación	4
		1.1.3.1. Impacto de la carbonatación en la microestructura del	
		cemento	4
	1.2.	Ensayos no destructivos para estudiar al concreto	5
	1.3.	Objetivo	7
	1.4.	Contribuciones	8
	1.5.	Estructura de la tesis	8
2.	Ma	rco teórico	11
	2.1.	Fundamentos de la propagación acústica	11
		2.1.1. Propagación de una onda en medios heterogéneos	13
	2.2.	Modelos de dispersión múltiple	15
		2.2.1. Modelo propuesto por Waterman y Truell	17
		2.2.2. Modelo dinámico generalizado autoconsistente (DGAC)	18
	2.3.	Modelos numéricos	20
		2.3.1. Método de integración finita	20
3.	Téc	nicas de procesamiento de señales	25
	3.1.	Transformada wavelet	26
		3.1.1. Transformada wavelet continua	26
		3.1.2. Transformada wavelet discreta	28
	3.2.	Transformada Hilbert-Huang	29
		3.2.1. Frecuencia instantánea	29
		3.2.2. Obtención de la IF mediante la transformada de Hilbert	30
		3.2.3. Descomposición en modo empírico	31

ÍNDICE GENERAL

A.	Mod	delo dinámico generalizado autoconsistente (DGAC) 11	15
6.	Con	aclusiones 10)9
		5.5.5. Descomposición tiempo-frecuencia	04
		5.5.4. Análisis de velocidad de grupo 10	02
		5.5.3. Análisis de la correlación $\ldots \ldots \ldots$	02
		5.5.2. Atenuación de probetas carbonatadas	01
		5.5.1. Velocidad de fase de probetas carbonatadas	90
	5.5.	Probetas carbonatadas	89
	5.4.	Atenuación en probetas de control	88
	5.3.	Velocidad de fase en probetas de control	82
		5.2.1. Filtrado de las señales	73
	5.2.	Probetas con fractura	70
		5.1.2. Señales experimentales	68
	0.1.	5.1.1. Señales obtenidas por EFIT	63
5.	Res 5.1.	ultados é Señales de control simuladas y experimentales	33 63
	4.8.	Cálculo de atenuación por pulso de banda ancha	61
		4.7.2. Contacto	61
		4.7.1. Inmersión	60
	4.7.	Cálculo de velocidad de fase	60
	4.6.	Cálculo de velocidad de grupo	60
	4.5.	Sistema de adquisición para transductores de contacto	58
	1.1.	4 4 1 Posición de los transductores	54
	44	Sistema de adquisición para transductores de inmersión	53
		4.3.6 Otras señales de excitación	±9 50
		4.3.5 Pulso de excitación cuadrado positivo	40 40
		4.3.3. Pulso de excitación cuadrado negativo	41
		4.3.2. Tiempo de respuesta	44
		4.3.1. Ancho de banda	44
	4.3.	Caracterización de transductores	43
	4.2.	Carbonatación de bloques de pasta de cemento	42
		4.1.1. Procedimiento	40
т.	4.1.	Elaboración de especímenes de cemento	39
4	Pro	tocolo experimental	20
	3.3.	Componentes principales	34
		3.2.4.2. Algoritmo para obtener EMD	32
		3.2.4.1. Funciones de modo intrínseco	32
		3.2.4. Transformada de Hilbert-Huang	31

B. Artículos publicados	121
Bibliografía	125

Índice de figuras

1.1.	Resistencia a compresión del cemento vs. relación agua-cemento $[2]$	2
2.1.	Fotografía de un bloque de pasta de cemento poroso	16
2.2.	Onda incidente en el modelo de Waterman-Truell [50]	17
2.3.	Modelo dinámico generalizado autoconsistente [63]	18
2.4.	Ubicación de los componentes de velocidad y tensión en la cuadrícula	
	3D-EFIT escalonada [83]	23
3.1.	Procedimiento diádico para reconstruir una señal	29
3.2.	Señal de ejemplo para calcular la primer función de modo intínseco [97]	33
3.3.	Señal original en azul, envolvente inferior (1) en verde, envolvente supe-	
	rior (2) en verde y promedio de las envolventes en rojo $[97]$	34
3.4.	Señal original en morado y primera función de modo intrínseco (IMF)	
	en azul $[97]$	34
3.5.	Observaciones en un espacio de tres dimensiones	35
4.1.	Mezcladora usada para la elaboración de pastas de cemento	40
4.2.	a) Molde para probetas cuadradas y b) molde para probetas cilíndricas.	41
4.3.	Probetas con calibradores de bujías de distintos grosores	41
4.4.	Probetas en cámara con temperatura y humedad controlada	42
4.5.	Papel encerado en las probetas de cemento	43
4.6.	Ancho de banda de un transductor, a)ancho de banda estrecho y b)grande	
	[101]	44
4.7.	Tiempo de respuesta de un transductor	45
4.8.	Señal chirp de excitación para cálculo de ancho de banda de un trans-	
	ductor de 1 MHz, esta va de 0.25 a 2 Mhz	45
4.9.	a) Respuesta en tiempo de un transductor a una señal chirp. b)Respuesta	
	en frecuencia.	46
4.10.	Amplitudes de respuestas para distintas frecuencias de excitación (250,	
	400, 700, 850, 1100, 1200, 1400 y 1500 kHz)	47
4.11.	a) Respuesta del transductor en agua, b) contenido frecuencial de la	
	señal en agua, c) respuesta del transductor en un bloque de cemento, d)	
	contenido frecuencial de la señal en cemento.	48

4.12.	a) Respuesta al pulso cuadrado positivo en agua, b) contenido frecuen-	
	cial del pulso en agua, c) pulso en pasta de cemento, d) respuesta en	
	frecuencia del pulso en pasta de cemento.	49
4.13.	Respuesta del transductor a una señal sinc en agua, b) contenido fre-	
	cuencial de la señal en agua, c) señal al pasar por un bloque de cemento,	
	c) contenido frecuencial de la señal procedente de un bloque de cemento.	50
4.14.	a) señal de excitacion de un ciclo,b) respuesta a la seañl de excitacion,	
	c) contenido frecuencial, d)senal de dos ciclos, e) respuesta, f)respuesta respuesta = respuesta =	
	en recuencia, g)senal de cuatro cicios, n) respuesta, n) respuesta en re-	
	frecuencia	51
4 15	a) señal de excitación de 1 ciclo de frecuencia de 1 MHz b) respuesta	91
1.10.	del transductor a esta señal, c) respuesta en frecuencia, d) señal de ex-	
	citación de 5 ciclos y frecuencia de 5 MHz. e) respuesta del transductor.	
	f) respuesta en frecuencia a esta señal, g) señal de escitacion de 10 ciclos	
	y 10 MHz, h) respuesta del transductor i) respuesta en frecuencia	52
4.16.	Sistema de adquisición para transductores de inmersión	53
4.17.	Sincronización de los canales, en azul pulso de excitación y en rojo res-	
	puesta del transductor receptor.	54
4.18.	Campo lejano de un transductor de ultrasonido [102]	55
4.19.	Probetas con fracturas	56
4.20.	Senales obtenidas para distancias de separación entre transductor y frac- turo de $a/2$, b/c , $a/4$, $d/7$, $a/5$ are f/8 are	EG
1 91	Señales obtenidas a distintas distancias de senaración de los transducto-	50
4.21.	res para fractura cercana al emisor a_{13}^{3} b)6 c)4 d)7 e)5 v f)8 cm	57
4.22.	Señales de distintas distancias de separación de los transductores para	01
	fractura cercana al receptor, $(a)3, (b)6, (c)4, (d)7, (e)5)$ y f)8 cm	58
4.23.	Sistema por transmisión en contacto, 1) osciloscopio conectado a las	
	galgas, 2) osciloscopio conectado al transductor receptor, 3) pulser, 4)	
	galgas extensométricas y prensa y 5) probeta	59
4.24.	Sistema para medir la presión en los transductores de contacto	59
4.25.	a) Señal propagada en agua, b) señal propagada en pasta de cemento, c)	
	densidad espectral de a) d) densidad espectral de b)	62
5.1.	Frente de onda propagándose en un medio homogéneo.	64
5.2.	Señal de la onda en un medio homogéneo	65
5.3.	Phantoms simulados de materiales heterogéneos, a)5% de dispersores y	
	b) 40%	65
5.4.	Onda acústica propagándose en un medio con baja porosidad	66
5.5.	Señal de la onda en un medio con dispersores	67
5.6.	Señales simuladas para relaciones agua cemento 0.4, 0.5 y 0.6	68
5.7.	Señales obtenidas de tres probetas de referencia con relación agua-cemento	
	$0.4, 0.5 \text{ y} 0.6. \ldots $	69

5.8. a) Medio sin fractura, b) fractura de 200 μ m, c) fractura de 300 μ m, d)	
fractura de 400 μ m, e) fractura de 500 μ m y f) fractura de 600 μ m	71
5.9. Señales de fractura en medio poroso obtenidas por EFIT.	72
5.10. Señales sin filtrar obtenidas con un transductor de 1 MHz	73
5.11. Algoritmo utilizado para el filtrado compuesto por componentes princi-	
pales y descomposición wavelet.	74
5.12. Señales EFIT simuladas filtradas por componentes principales.	75
5.13. Señales experimentales filtradas por componentes principales.	76
5.14. Funciones de modo intrínseco de la señal artificial de una fractura de	
$200\mu \mathrm{m}.$	77
5.15. Frecuencias instantáneas de las funciones mostradas en Figura 5.14; en a)	
y b) se observan componentes de alta frecuencia, en c) el lóbulo máximo	
en 700 kHz, d) 500 kHz, e)400 kHz y f) 200 kHz	78
5.16. Fracturas en el medio simulado despues de filtrarla por HHT	79
5.17. Funciones de modo intrínseco de la fractura de 200 μ m	80
5.18. Señales filtradas por Hilbert-Huang.	81
5.19. Señales obtenidas mediante EFIT de tres probetas de referencia con re-	
lación agua-cemento 0.4, 0.5 y 0.6 para carbonatación.	83
5.20. Velocidad de fase obtenida por EFIT para tres relaciones agua-cemento	
distintas.	84
5.21. Señales obtenidas de tres probetas de control con relacion agua-cemento	
0.4, 0.5 y 0.6	85
5.22. Velocidad de fase de referencia obtenida para tres relaciones agua-cemento	
distintas	86
5.23. Velocidad de fase experimental y de los modelos analíticos para probetas	
de pasta de cemento de referencia	87
5.24. Atenuación obtenida para las señales de EFIT, a) relación agua-cemento	
0.4, b) 0.5 y c) 0.6	88
5.25. Atenuación en probetas de pasta de cemento.	89
5.26. Indice de carbonatación, área bajo la curva de a) v_3 ($C = \frac{-2}{3}$) y b) v_2 CO_3^{-2} .	90
5.27. Señal de probetas carbonatadas con relación 0.4, a) día inicial, b) día	
28, c)día 56 y d)día 120	91
5.28. Señal de probetas carbonatadas con relación 0.5, a) día inicial, b) día	
28, c)día 56 y d)día 120	92
5.29. Señal de probetas carbonatadas con relación 0.6, a) día inicial, b) día	
$28, c)día 56 y d)día 120. \dots \dots$	93
5.30. Cambios en la velocidad de fase por la carbonatación para probetas con	
relación 0.4.	94
5.31. Cambios en la velocidad de fase por la carbonatación para probetas con	
	95
5.32. Cambios en la velocidad de fase por la carbonatación para probetas con	
	96
5.33. Velocidad de fase contra tiempo de carbonatación	97

ÍNDICE DE FIGURAS

5.34. Cambios en la velocidad de fase por la carbonatación obtenidas por el
modelo de Yang
5.35. Onda acústica propagándose en un medio con alta porosidad 99
5.36. Señal simulada por EFIT de una onda en un medio con alta porosidad. 100
5.37. Velocidad de fase de la señal simulada por EFIT de una probeta carbo-
natada
5.38. Cambios en la atenuación por la carbonatación 101
5.39. Correlación de señales durante la carbonatación y ajuste de mínimos
cuadrados, a) relación agua-cemento 0.4, b) 0.5 y c) 0.6 102
5.40. Cambios en la velocidad del grupo por el proceso de carbonatación en
los especímenes, a) relación 0.4, b) 0.5 y c) 0.6. $\dots \dots \dots$
5.41. Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas sin carbonatación. 104
5.42. Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas carbonatadas
$ \text{con relación } 0.4. \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots $
5.43. Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas carbonatadas
con relación 0.5
5.44. Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas carbonatadas
$con relación 0.6. \dots $

Índice de tablas

5.1.	Parámetros para EFIT de una onda en agua	64
5.2.	Parámetros de la simulación para pasta de cemento con huecos llenos de	
	agua	66
5.3.	Velocidad de grupo experimental y calculada del modelo EFIT	70
5.4.	Posición de las fracturas de las señales simuladas y experimentales	76
5.5.	Ubicación y detección de las fracturas en señales experimentales. La	
	velocidad de propagación es $v = 2403 \pm 150$ m/s	81
5.6.	Parámetros de la simulación de pasta de cemento.	82
5.7.	Parámetros de entrada de los modelos analíticos	87
5.8.	Parámetros de la onda obtenidos a lo largo del tiempo de carbonatación	93
5.9.	Parámetros de la simulación de pasta de cemento carbonatada	98
5.10.	Cambio de la velocidad de grupo para las diferentes relaciones agua-	
	cemento	103
5.11.	Tabla de cambios en la frecuencia y anchos de pulsos	107

Capítulo 1

Introducción

Este capítulo proporciona una revisión bibliográfica actualizada que contribuye a una mejor comprensión de las propiedades fundamentales de la micro-estructura de la pasta de cemento vista como material compuesto. La primera sección da una descripción general de la complejidad de esta. La segunda sección da una reseña de los principales efectos que sufren estas estructuras, enfocándonos en los esfuerzos ejercidos sobre el material y los procesos de carbonatación en la pasta de cemento. Por último, se describen los métodos de diagnóstico y monitoreo existentes, profundizando en los ensayos por ultrasonido.

1.1. Pasta de cemento

Se puede considerar que los materiales cementicios constan de agregados y pasta de cemento hidratada. Esta última es el aglutinante que define las propiedades elásticas del mortero y hormigón.

Para analizar a la pasta de cemento la dividiremos en sus dos principales constituyentes.

Cemento Portland: Es el producto resultante de un tratamiento térmico a 1450 ^{o}C de una mezcla de arcilla (20 a 30%) y piedra caliza [1]. Después de la calcinación de la mezcla obtenida, se tritura para obtener el clinker al que se le agrega una pequeña cantidad de yeso (3 a 5%) y posiblemente otros componentes como rellenos de piedra caliza, sílice amorfa o cenizas volantes, dependiendo del cemento deseado.

Agua: La proporción utilizada para la preparación de la pasta es de gran importancia ya que su relación con el cemento está altamente ligada a una gran cantidad de propiedades del material final, en donde usualmente conforme se adiciona agua, aumenta la fluidez de la mezcla y su plasticidad, por lo que es más fácil trabajar con ella, lo cual presenta grandes beneficios para la manufactura de las estructuras; no obstante, también comienza a disminuir su resistencia y durabilidad, debido al mayor volumen de espacios creados por el agua libre. Por ende la resistencia del concreto depende altamente de la relación por peso entre el agua y el cemento, como se muestra en la Figura 1.1.



Figura 1.1: Resistencia a compresión del cemento vs. relación agua-cemento [2]

La hidratación del cemento conduce a reacciones químicas extremadamente complejas explicadas a detalle por Jeffry en [3].

En resumen, es una reacción que da como resultado una matriz bifásica compuesta de una fase sólida y una porosa, la fase sólida está formada principalmente por los compuestos hidrato de silicato de calcio (CSH), hidróxido de calcio (Ca(OH)₂ indicado como CH) y el trisulfato que constituyen aproximadamente el 85 % del volumen total de la pasta de cemento.

El CSH presenta distintas densidades [4], morfologías [5, 6] y volúmenes [7], formándose inicialmente fibras largas (de baja densidad) y posteriormente fibras cortas (de alta densidad).

En las primeras etapas de la hidratación, los productos CSH se forman en la superficie de los granos de cemento y a medida que avanza, una capa creciente de CSH de baja densidad cubre los granos, formando nuevos productos de CSH (de alta densidad) en el espacio entre la capa de CSH existente y los granos de cemento [8].

Por otro lado, el CH o Portlandita que representa del 10 al 20% de los productos de hidratación, se distingue por su geometría de prisma hexagonal.

La fase porosa está formada por varios tipos de huecos que afectan directamente las propiedades elásticas y la durabilidad de la micro-estructura [9]. Entre las capas del CSH se encuentra la llamada porosidad del gel con tamaño máximo de 1.8 nm y en concentración de no mas del 28%; debido a esto, no afecta a la micro-estructura ya que no permite la transferencia de agentes degradantes. Por otra parte, los huecos capilares son áreas que no se llenaron con ninguno de los productos de hidratación cuyo diámetro varía entre 10 y 100 nm, éstos son lo suficientemente grandes como para permitir la transferencia de agentes agresivos dentro de la pasta de cemento. Por último se tiene también huecos de diversas dimensiones que contienen aire, cuando están en el intervalo de 50 a 200 nm de diámetro, se ha mostrado que pueden contribuir a proteger el material del daño debido a la acción de las heladas [10, 11]. Los de mayor tamaño pueden alcanzar pocos mm de tamaño e influyen negativamente en la resistencia mecánica.

Dependiendo de cómo se realice la hidratación, la pasta de cemento endurecida presenta cuatro propiedades principales: Resistencia, durabilidad, porosidad y densidad [12]. En general, la resistencia y durabilidad de ésta, se ve disminuida por el ataque de sustancias agresivas o simplemente por las tensiones a las que es sometida diariamente. Las situaciones capaces de provocar daños en la pasta pueden ser clasificados como:

- 1. Ataque físico, por ejemplo las fracturas.
- 2. Ataque químico.
- 3. Corrosión de las armaduras que se presenta cuando las estructuras sufren carbonatación o ataque de cloruros.

1.1.1. Ataque físico

Se sabe que el concreto es resistente ante la compresión pero no para los esfuerzos de corte y elongación. Cuando se aplican cargas de tracción, la pasta de cemento se fractura fácilmente; la razón detrás de este fenómeno es que al aplicar la carga de tracción, se forman grietas que separan las partículas de cemento que mantienen unidos a los agregados. Esta separación hace que toda la estructura falle a medida que la grieta se propaga. Para contrarrestar este daño, se refuerza el material con barras metálicas, fibras cerámicas, etc., éstas actúan como esqueleto de toda la estructura y son capaces de mantener unidos a los agregados bajo este tipo de cargas [13].

1.1.2. Ataque químico

Los mayores daños producidos en el concreto son por causa de ataques químicos, principalmente sobre los áridos y la pasta de cemento. Para que se produzca cualquier ataque químico resulta fundamental la presencia de agua, ya sea en forma líquida o en vapor, ya que es la encargada de la disolución de los agentes agresivos, de manera que un concreto seco en contacto con cualquier agente agresivo no presenta ningún riesgo práctico [14].

1.1.3. Carbonatación

Consiste en la reacción entre el CO_2 del aire, que penetra a través de los poros del cemento, y el hidróxido de cálcio proveniente del cemento y de posteriores reacciones durante su endurecimiento. El producto final de la reacción es la formación de carbonato cálcico y agua.

En general, el valor pH del cemento normal varía entre 12.6 hasta 13.5 [15]. Esto se atribuye principalmente a la presencia de CH en la pasta de cemento, que es un producto resultante de la hidratación del Silicato tricálcico (C_3S) y el silicato dicálcico (C_2S) en el cemento [16]. La carbonatación confiere al concreto una mayor compacidad y una menor solubilidad en agua, debido a que el CaCO₃ tiene un mayor volumen que el Ca(OH)₂ por lo que los poros se estrechan y se reduce la solubilidad en agua. Sin embargo, por otra parte el proceso tiene un aspecto negativo ya que compromete de manera parcial, pero significativa la neutralización de la alcalinidad (valor pH) de la pasta de cemento hidratada. El proceso consiste en la difusión del gas CO₂ a través del sistema de poros para reaccionar con los productos de la hidratación, especialmente el CH. La carbonatación puede hacer que el valor pH del agua de los poros en el interior de la pasta disminuya a alrededor de 8 y esto permite la corrosión de las barras de refuerzo de acero. Cabe señalar que aunque que se haya producido la carbonatación del concreto, no significa que el acero este corroído ya que es preciso el aporte de oxígeno y la presencia del agua como medio conductor.

La reacción comienza a partir de la superficie de la pieza hacia el interior y su velocidad depende de varios factores, tales como la humedad, la composición química de la pasta de cemento, la relación agua-cemento, el grado de hidratación, la permeabilidad, la porosidad, la temperatura y la concentración de CO_2 [17,18]. De acuerdo con Jiang [18], en la reacción del CO_2 difundido y el agua en los poros de la pasta de cemento se forma un ácido carbónico débil, que disuelve el CH y CSH. Estas reacciones de carbonatación en general pueden resumirse en las siguientes ecuaciones.

$$CO_2 + H_2O \longrightarrow H_2CO_3$$
 (1.1)

$$H_2CO_3 + Ca(OH)_2 \longrightarrow CaCO_3 + 2H_2O$$
 (1.2)

$$H_2CO_3 + CaO \cdot SiO_2.H_2O \longrightarrow CaCO_3 + 2H_2O + SiO_2$$
(1.3)

1.1.3.1. Impacto de la carbonatación en la microestructura del cemento

Además de los cambios significativos en el nivel de pH, el proceso general de carbonatación también puede alterar la porosidad, el tamaño y la distribución de los poros de la matriz de cemento. Para la carbonatación del CPO(Cemento Portland ordinario) Borges et al. [19] afirmaron que la porosidad y la permeabilidad global se incrementa ligeramente cuando la fase principal (CSH) es atacada por el CO₂. Como se ha indicado por Lagerblad [20], el modo de carbonatación y su efecto sobre la porosidad con las mezclas que contienen puzolanas pueden ser totalmente diferentes de las formuladas con CPO, también depende del mecanismo de carbonatación CO_3^{-2} , la transformación y el modo de la nucleación del CO_3^{-2} en CH.

La permeabilidad, porosidad y el volumen de poros de un cemento de resistencia media carbonatado, con dos grados de resistencia (23 y 50 MPa) fueron investigados por Claisse [21] mediante distintas técnicas. En términos de permeabilidad y porosidad, los autores afirman que la carbonatación condujo a una reducción considerable en estas dos características, especialmente para el cemento de baja resistencia. Para el volumen de poros, sugirieron que el volumen total de poros sólo cambió ligeramente y que el CaCO₃ precipitado en los poros no efectuó cambio alguno. Además, concluyeron que los resultados obtenidos por mediciones de permeabilidad de la superficie y la caracterización de la conectividad eléctrica del cemento carbonatado dan indicación engañosa de porosidad.

En este trabajo nos enfocaremos en ubicar y medir fracturas en pasta de cemento y en los cambios producidos en ésta por la carbonatación.

1.2. Ensayos no destructivos para estudiar al concreto

Para caracterizar y monitorear los efectos de esfuerzo y carbonatación que sufre el concreto durante un periodo de tiempo, existen métodos destructivos, semi-destructivos y no destructivos. Las pruebas destructivas se llevan a cabo hasta el fallo de la muestra, a fin de comprender su rendimiento o el comportamiento del material bajo diferentes cargas. Estas pruebas generalmente son mucho más fáciles de realizar, generan más información y son más fáciles de interpretar que las pruebas no destructivas. Las pruebas semi-destructivas, por otro lado, implican una pequeña intrusión (a menudo superficial) en la estructura de concreto, lo que lleva a una pérdida de material que puede ser arreglada fácilmente [22]. Los ensayos no destructivas (END) permiten la inspección del componente o estructura de concreto sin interferir en sus propiedades [23].

Las pruebas destructivas permiten determinar la resistencia del material por inspección directa, ejemplo de ellas son: prueba de resistencia a la penetración, extracción y determinación de la densidad de la mezcla, prueba de extracción, prueba de compresión, prueba de resistencia a la tracción, prueba de ruptura y prueba de fuerza de adherencia, entre otras [24].

Los métodos no destructivos permiten evaluar la resistencia y la integridad de una muestra, la inspección visual y la prueba del martillo son comúnmente utilizadas para determinar la integridad superficial del espécimen; mientras que el radar de penetración, los métodos eléctricos/magnéticos, la termografía infrarroja y los métodos nucleares pueden dar información dentro de la misma [25]. Kamal y Boulfiza [26] evaluaron la penetración de álcalis mediante mapeo de rayos X de imágenes de electrones retro dispersados y la verificación cruzada por técnicas de espectroscopía de dispersión de energía. Akuthota et al. [27] presentaron los resultados experimentales del uso de técni-

1. INTRODUCCIÓN

cas NDT de microondas de campo cercano para la detección de uniones en una muestra de mortero reforzado con fibra de carbono. El Dakhakhni et al. [28] desarrollaron una técnica basada en la permisividad dieléctrica local de bloques de concreto, la cual se ha utilizado para diseñar sensores de capacitancia coplanares con alta sensibilidad para detectar defectos de construcción. Sangoju et al. [29] estudiaron el comportamiento a la corrosión del acero en concreto de cemento Portland ordinario (CPO) y cemento de Pozzolana de Portland (CPP) al medir la penetrabilidad del ion cloruro, potencial de media celda, resistividad, carga total aprobada y peso gravimétrico perdido. So y Millard [30] discutieron un método para la evaluación rápida de la velocidad de corrosión del acero de refuerzo en estructuras de concreto al medir la respuesta potencial transitoria utilizando la perturbación del pulso galvanostático. La tasa de corrosión calculada se ha comparado con la tasa de corrosión obtenida del método de resistencia de polarización lineal.

Otra de las técnicas comúnmente utilizadas para medir las propiedades elásticas, como la resistencia, y monitorear la integridad del medio en estudios, son la pruebas utilizando ultrasonido [31].

Una cuestión importante en los END por ultrasonido es determinar la relación entre la velocidad de las ondas mecánicas y los parámetros de interés, tales como las propiedades elásticas de los diversos constituyentes sólidos, así como las concentraciones relativas de los diversos dispersores y la distribución espacial de éstos.

La medida de la velocidad de propagación de las ondas ultrasónicas es el método dentro de éstos END, más empleado para la caracterización de las propiedades mecánicas y físicas en materiales a base de cemento, ya que este parámetro está relacionado directamente con las constantes elásticas y la densidad del material. Asimismo, diversos estudios han relacionado esta medida con la resistencia a la compresión [32, 33], medidas de porosidad [34, 35], la evaluación de daños y grietas [36, 37], grado de hidratación [38], proceso de endurecimiento [39], relación agua-cemento [32] y la edad del cemento [33, 40], entre otros estudios. Las investigaciones sobre estos materiales también han hecho uso de técnicas de inteligencia artificial, principalmente con redes neuronales artificiales. Estas técnicas han sido empleadas para la predicción de la resistencia a la compresión, seleccionando parámetros asociados al proceso de manufactura [41, 42] y cantidades físicas obtenidas de registros ultrasónicos como es el caso de la velocidad ultrasónica [43].

La atenuación ultrasónica también ha sido usada para la caracterización de materiales cementicios, por ejemplo, en la predicción de la resistencia a la compresión [44]; en la estimación del tamaño, distribución y concentración de agregados [45, 36-46]; en la cuantificación y evaluación de micro grietas y daños [47-48, 36, 37]. A diferencia de la velocidad, la exactitud de esta medición depende de la geometría de la muestra a inspeccionar, el tipo de acoplamiento y la presión ejercida entre el transductor y la muestra. La interpretación de la atenuación requiere un estudio más detallado entre los mecanismos que intervienen en la disipación (absorción) y dispersión de la energía asociada a la onda ultrasónica, la dependencia frecuencial debido a los efectos de dispersión, y la influencia de esta medida con respecto a parámetros micro estructurales de estos materiales.

El modelar la dependencia de la velocidad de fase de las ondas acústicas en un medio heterogéneo con las propiedades de los componentes del medio es un problema que ha ocupado mucho tiempo a la gente dedicada a hacer ensayos no destructivos por ultrasonido. Este es un problema crítico ya que se requieren de tales modelos a fin de que las mediciones de la velocidad de fase y atenuación de las ondas acústicas se puedan utilizar para medir indirectamente otras propiedades de interés in situ. Por ejemplo, es una práctica común el uso de mediciones de velocidad de fase y atenuación para deducir las proporciones relativas de líquido en concreto, asumiendo una relación particular entre el nivel de saturación de líquido y las velocidades de las ondas elásticas [49].

Una aproximación que con frecuencia juega un papel importante en el desarrollo de tales modelos, y que utilizamos en esta tesis, es que el comportamiento elástico del medio heterogéneo está adecuadamente descrito por la teoría de un medio equivalente [50]. En esta aproximación, se supone que el medio heterogéneo puede ser aproximado por un medio homogéneo con las propiedades elásticas del medio real. La dispersión de las ondas elásticas por las heterogeneidades se consideran al calcular el campo dispersado, y la respuesta elástica del material compuesto heterogéneo se puede aproximar como la de un sólido homogéneo equivalente.

Existe una gran cantidad de trabajos experimentales que estudian la atenuación de la onda al pasar por la pasta de cemento [51] así como trabajos teóricos [52], lo que evidencia la importancia del estudio de esta relación.

1.3. Objetivo

El propósito principal de este trabajo es medir experimentalmente los cambios en la propiedades elásticas de pastas de cemento con distintas relaciones agua-cemento bajo alteraciones en la micro-estructura. El análisis de ataque físico se enfocará en métodos para determinar la presencia de fracturas en probetas de pasta de cemento y el de carbonatación, correlacionará la información de velocidad de fase y atenuación obtenida por diferentes modelos de dispersión con datos experimentales provenientes también de probetas de pasta de cemento, generando así un patrón de comportamiento. Esto permitirá evaluar los cambios sufridos en la micro-estructura debido a estos dos ataques.

Objetivos particulares

 Implementación del método numérico de integración finita con el fin de observar los cambios en el campo acústico cuando éste se propaga en un material heterogéneo.

- Aplicar las transformadas Hilbert-Huang, componentes principales y wavelets para ubicar y cuantificar el tamaño de una fractura en probetas de pasta de cemento, así como observar los cambios en el espectro tiempo-frecuencia durante el proceso de carbonatación.
- Estudio e implementación computacional de modelos de dispersión múltiple con lo que se obtendrá la velocidad de fase, dispersión y la atenuación de señales ultrasónicas.
- Determinar los cambios en la velocidad de fase y atenuación de un haz ultrasónico, así como el efecto en las propiedades elásticas de un medio cuando hay carbonatación en el material de estudio.
- Desarrollo del protocolo de adquisición de señales ultrasónicas de probetas de pasta de cemento.

1.4. Contribuciones

La principal contribución de este trabajo es el estudio de micro-fracturas y la variación de la velocidad de fase y atenuación durante el proceso de carbonatación en pastas de cemento, siendo una técnica que se puede realizar in situ sin afectar las propiedades elásticas del mismo.

De este trabajo se produjeron los artículos.

- Villarreal, A., Cosmes-López, M., León-Martínez, F. M., Castellanos, F., Solis-Najera, S. E., & Medina, L. (2019). Ultrasonic phase velocity of carbonated cement paste probes. Applied Acoustics, 154, 129-134.
- 2. A. Villarreal, S.E. Solis-Najera, L. Medina, (2017). Crack assessment in cementbased materials using Ultrasound and T2 NMR relaxation time, World Journal of Research and Review, Volume 5(5), pp 44-49.
- Hernández, S., Villareal, A., Solis-Najera, S. E., Marrufo, O., Rodríguez, A. O., Castellanos-Leon, F., & Medina, L. (2012, October). Study of micro-cracks in cement-based materials with NMR relaxometry and ultrasound. In 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium (pp. 2702-2705). IEEE.

1.5. Estructura de la tesis

Este trabajo está dividido en 6 capítulos. El capítulo 1 contiene la Introducción, en donde se mencionan las características de las pastas de cemento, los principales daños

que se producen en esta y se presentan algunos estudios que se utilizan para determinar su resistencia e integridad así como algunos artículos que emplean al ultrasonido para diagnosticar las pastas. El capítulo 2 expone las bases matemáticas de la propagación acústica en materiales heterogéneos para entender el fenómeno que ocurre y los modelos analíticos de dispersión acústica, así como el método de integración finita para simular la propagación en el medio dispersivo. El capítulo 3 está dedicado a los métodos de procesamiento digital aplicados a las señales ultrasónicas. El capítulo 4 describe detalladamente el protocolo experimental que incluye la fabricación de las probetas y la adquisición de señales ultrasónicas. El capítulo 5 muestra los resultados obtenidos. Finalmente el capítulo 6 contiene las conclusiones derivadas de los resultados de la investigación teórico experimental y presenta nuevas recomendaciones relativas a futuras mediciones con el método de ultrasonido descrito.

Capítulo 2

Marco teórico

El estudio de la propagación de una onda acústica en un medio heterogéneo es muy complejo, ya que dependiendo de la micro-estructura del medio se pueden modificar en función de la frecuencia los parámetros de la onda, tales como la velocidad de fase y atenuación.

Las ondas acústicas son perturbaciones de presión en forma de ondas vibratorias que se propagan a través de un medio compresible. Estas ondas vibratorias desplazan las moléculas del medio de su punto de equilibrio, después de lo cual, una fuerza elástica de restauración regresa a las moléculas a su punto original. Esta fuerza, junto con la inercia, hace que las moléculas oscilen, permitiendo que las ondas acústicas se propaguen. El movimiento oscilatorio es análogo al movimiento de un resorte cuando se desplaza de su posición de reposo, mientras que la propagación de la onda en si es análoga al movimiento de una onda en una cuerda.

Estas ondas pueden ser utilizadas para el diagnóstico no destructivo de diversos materiales ya que permiten determinar parámetros mecánicos como la densidad, la resistencia a la compresión o la rigidez elástica. Los líquidos y sólidos pueden transmitir ondas de compresión (longitudinales), mientras que sólo los sólidos pueden transmitir ondas de corte (transversales). Como se mencionó en el capítulo anterior los materiales porosos son de gran interés para nosotros. Cuando el tamaño de los poros es comparable con la longitud de onda del haz incidente, se genera el fenómeno de dispersión (scattering) que depende directamente de la densidad y tamaño de los mismos.

2.1. Fundamentos de la propagación acústica

La propagación de una onda en un medio sólido puede ser descrita por un conjunto de ecuaciones no lineales en derivadas parciales referidas comúnmente como ecuaciones de Navier-Stokes. Estas ecuaciones describen el movimiento relativo de las partículas
de un medio provocado por los esfuerzos internos y las fuerzas de volumen (fuerzas exteriores) aplicadas a los mismos.

Las ecuaciones de movimiento dadas únicamente en términos del desplazamiento u_i se pueden obtener partiendo de la ecuación de tensión del movimiento.

$$\sigma_{kl,k} + \rho f_l = \rho \ddot{u} \tag{2.1}$$

donde σ_{ij} es el tensor de tensión, ρ es la densidad y f_l es la fuerza sobre el medio. Para el caso de un sólido elástico, homogéneo e isótropo, la forma generalizada de la ley de Hooke está dada por

$$\sigma_{ij} = \lambda \epsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \epsilon_{ij} \tag{2.2}$$

con ϵ_{ij} , el tensor de deformación relacionado al desplazamiento u_i por

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2}(u_{i,j} + u_{j,i})$$
(2.3)

y μ y λ son las constantes de Lamé que definen el comportamiento elástico del sólido isotrópico, y están definidas como

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}$$
$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$$
(2.4)

Sustituyendo las ecuaciones 2.3 y 2.2 en 2.1 obtenemos las ecuaciones de movimiento de Navier-Stokes.

$$\mu u_{i,jj} + (\lambda + \mu) u_{j,ji} = \rho \ddot{u}_i$$

$$\mu \nabla^2 \boldsymbol{u} + (\lambda + \mu) \nabla \nabla \cdot \boldsymbol{u} = \rho \ddot{\boldsymbol{u}}$$
(2.5)

Cabe resaltar que las fuerzas f son despreciadas en este caso. Resolver la ecuación 2.5 es complicado ya que es una ecuación diferencial parcial acoplada, por lo que se utiliza la descomposición de Helmholtz.

$$\boldsymbol{u} = \nabla \varphi + \nabla \times \psi \tag{2.6}$$

donde el desplazamiento se describe como una función de potenciales, escalar relacionado con la onda longitudinal y vectorial con la transversal. Para garantizar la unicidad de la solución, se agrega la restricción

$$\nabla \cdot \psi = 0 \tag{2.7}$$

La sustitución de la ecuación 2.6 en 2.5 conduce a las dos ecuaciones de onda acopladas

$$\nabla^2 \varphi = \frac{1}{v_l^2} \ddot{\varphi}, \qquad \nabla^2 \psi = \frac{1}{v_t^2} \ddot{\psi}$$
(2.8)

en donde v_l representa la velocidad de la onda longitudinal y v_t la velocidad de la onda transversal. Estas velocidades pueden ser expresadas como:

$$v_l^2 = \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \qquad v_t^2 = \frac{\mu}{\rho} \tag{2.9}$$

De esta definición se observa que siempre se cumple que $v_l > v_t$. Por las ecuaciones 2.4, las respectivas velocidades se pueden describir como

$$v_l^2 = \frac{E}{\rho} \frac{1-\mu}{(1+\mu)(1-2\mu)}, \qquad v_t^2 = \frac{E}{\rho} \frac{1}{2(1+\mu)}$$
 (2.10)

2.1.1. Propagación de una onda en medios heterogéneos

Los materiales compuestos, como la pasta de cemento, son ejemplos de medios heterogéneos, que resultan de combinar dos o más constituyentes o fases, distinguibles físicamente y separables mecánicamente, con el fin de optimizar alguna propiedad física del material diseñado. La dificultad de estudiar la propagación de ondas en medios heterogéneos, radica en las numerosas y distintas configuraciones de tamaño, fracción de volumen y distribución tridimensional en que están dispuestas las fases en el material compuesto.

Cabe señalar que a la hora de caracterizar los materiales compuestos es necesario realizar una descripción tanto del material como de la interacción de las ondas que se propagan en él y de las propiedades de las ondas propiamente dichas.

En el estudio de la propagación en los medios heterogéneos puede emplearse un proceso denominado homogeneización, que tiene como finalidad la estimación de las propiedades efectivas de un material compuesto que está constituido por una matriz, medio continuo homogéneo, y algún tipo de heterogeneidad situada dentro de la matriz.

Como ya se mencionó existen dos tipos de ondas, las ondas de compresión y ondas de corte. La presión (compresión) de la onda longitudinal cambia en la dirección de propagación de la onda, mientras que la "presión" (tensión de cizallamiento) de la onda de corte cambia perpendicular a la dirección de ésta [53-54].

La velocidad de propagación de ondas longitudinales en un medio n-fásico, se representa como la velocidad de grupo (envolvente) y la velocidad de fase dependiente de la frecuencia.

Cada uno de estos tipos de velocidades involucra un fenómeno particular por lo que no deben ser confundidas entre sí. La velocidad de fase puede ser definida como la velocidad con la que una fase es propagada a lo largo de una onda, es decir

$$v_{fase} = \frac{\omega}{k} \tag{2.11}$$

donde ω es la frecuencia angular y k el número de onda.

Sin embargo, si se quiere describir completamente una onda que está afectada por la dispersión de un medio, es decir, que la velocidad de la onda es dependiente de la frecuencia, se puede utilizar la definición de la velocidad de grupo para describir la envolvente.

$$v_{grupo} = c_p = \frac{\partial \omega}{\partial k} = \frac{\partial (k v_{fase})}{\partial k} = v_{fase} + k \frac{\partial v_{fase}}{\partial k}$$
(2.12)

La velocidad de grupo se utiliza cuando existen muchas frecuencias presentes en la señal, es decir, cuando hay dispersión, la velocidad de grupo es distinta a la de fase y define una envolvente.

Otro parámetro a considerar es la atenuación relacionada con la pérdida de energía de la onda debido a las propiedades del material, por ejemplo, la rigidez o la viscosidad. Cabe mencionar que la reflexión por la interfaz también causa pérdidas de energía, pero no se consideran atenuación ya que es a causa de la diferencia de impedancias acústicas entre dos medios.

La ecuación para una onda que se propaga en el eje x positivo puede escribirse como $e^{i(\omega t-kx)}$ y la expresión para una onda atenuada se obtiene suponiendo que el número de onda k o la velocidad v es compleja ya que la información de la atenuación esta en la parte imaginaria. Tomando el número de onda complejo $k = k_1 - i\alpha$, se obtiene la ecuación de la onda plana atenuada:

$$\sigma(x,t) = \sigma_0 e^{-\alpha x} e^{i(\omega t - k_1 x)}$$
(2.13)

El factor de atenuación α se define así, como la parte imaginaria del número complejo de onda. Se sabe que como α causa un decaimiento exponencial de la amplitud de la presión, se puede utilizar

$$\sigma(x) = \sigma_0 e^{-\alpha x} \tag{2.14}$$

para especificar la atenuación α que depende de x. Entonces, para dos puntos diferentes x_1 y x_2 donde $x_1 < x_2$, la diferencia de las expresiones en los dos puntos es

$$\alpha = \frac{1}{x_2 - x_1} \ln\left(\frac{\sigma(x_1)}{\sigma(x_2)}\right) \tag{2.15}$$

Las causas de la atenuación total se puede dividir en dos clases: las atenuaciones intrínsecas que tienen que ver con las propiedades físicas del material, y las extrínsecas que surgen como consecuencia del método con que se realizan las mediciones de atenuación (problemas de acoplamiento).

A su vez las intrínsecas se dividen en dos tipos principales: la absorción del material y el efecto de dispersión.

La absorción causa disipación de la energía de una onda y se produce cuando la tensión del material y la deformación no son funciones lineales dentro de un ciclo completo de tensión. La falta de este comportamiento lineal surge cuando están presentes en la ecuación que relaciona al estrés y la tensión derivadas temporales de estrés o tensión. Incluso, cuando la parte de tensión-deformación de la ecuación sea lineal por tramos, la presencia de derivadas en el tiempo asegura la disipación. El resultado es el efecto de histéresis ya que la deformación no puede seguir el ritmo de la alternancia en el estrés. Y si la deformación no es homogénea, como por ejemplo, la onda ultrasónica longitudinal que se propaga a través de los metales [55] producen gradientes de temperatura entre las regiones de compresión y de rarefacción.

Cuando las ondas ultrasónicas se propagan a través de un medio pueden ocurrir fenómenos de dispersión y reflexión si hay cualquier variación en él. Aunque los dos fenómenos están estrechamente relacionados, la dispersión se refiere a la interacción entre las ondas y las partículas que son mucho más pequeños que la longitud de onda del sonido, mientras que la reflexión básicamente se refiere a la interacción con las partículas u objetos más grandes que la longitud de onda.

Cuando la densidad de las partículas o dispersores es baja, la pérdida de energía causada por un solo dispersor no se ve afectada por la presencia de otros dispersores y puede calcularse a partir de la llamada teoría de dispersión de una sola partícula. La dispersión puede ser tratada de forma independiente para cada elemento [54].

En general, las ondas de ultrasonido se dispersan en regiones con diferente capacidad de compresión y/o densidad, por ejemplo en burbujas de aire o partículas de suciedad en el agua. Estos reflectores puntuales producen dispersión de baja amplitud omnidireccional, también conocida como dispersión múltiple.

El estudio de la dispersión múltiple implica métodos principalmente descritos por Foldy [56] y Waterman [50], que utilizan una técnica de promediado y por Dainty [57], que propone un modelo de la energía de una onda dispersada por una aproximación de difusión (o teoría de la onda difusiva).

Lo más importante a considerar en estas teorías es la distribución aleatoria de los dispersores así como el tamaño de estos, porque la cantidad de energía reflejada por el dispersor y su distribución angular dependerá principalmente de la relación de tamaño de partícula a la longitud de onda ultrasónica.

2.2. Modelos de dispersión múltiple

La propagación longitudinal de ondas acústicas a través de un medio homogéneo es un fenómeno muy bien estudiado, sin embargo, la dispersión de ésta en un medio heterogéneo no se ha caracterizado del todo. Un material poroso es un claro ejemplo de un material heterogéneo ya que se compone de un material sólido con huecos, los cuales, pueden estar saturados por algún fluido. Como ejemplo en la Figura 2.1 se muestra una fotografía de un espécimen de pasta de cemento, en la cual claramente se pueden observar los poros como cavidades hipointensas.



Figura 2.1: Fotografía de un bloque de pasta de cemento poroso

Para simular la propagación de una onda acústica en este tipo de materiales, suponemos que el sólido y el fluido son continuos y en la mayoría de los casos macroscópicamente homogéneos e isotrópicos. Una contribución importante en el modelado de la propagación fue dada por Biot [58], en sus primeros trabajos [59, 60], separa regiones de baja y alta frecuencia para expresar las diferencias de los poros del material por debajo de una cierta frecuencia crítica, que depende de la forma de los poros. Esta separación entre las dos regiones de frecuencia conduce a la introducción de un número de parámetros adecuados para la descripción del comportamiento acústico de baja y alta frecuencia de éstos materiales.

La teoría de dispersión múltiple estudia el fenómeno cuando se tiene un medio con un número muy grande de dispersores ubicados de acuerdo a una determinada distribución de probabilidad, se encarga de ver por que un sistema se comporta como un continuo descrito por un número de onda complejo k y de la forma de calcular este número de onda en función de la distribución de inclusiones; los primeros trabajos que hacen uso de la teoría de dispersión se deben a Rayleigh [61]. Estos trabajos utilizan la más simple de las aproximaciones, es decir, usando la aproximación de un solo dispersor y desprecian la dispersión múltiple o interacción entre ellos; investigaciones posteriores propuestas por Foldy [56] y Lax [62] definen la onda coherente como el conjunto promedio de las ondas dispersadas, además presentan una forma de calcular el número de onda complejo de una onda coherente y, por tanto, las características del medio en donde se propaga la onda. Se pueden hacer diferentes aproximaciones considerando algunos supuestos, la aproximación "cuasi-cristalina" de Lax [62], permite expresar el promedio de un conjunto de dispersores de orden superior en términos de los promedios de conjuntos de dispersores de orden menor, con esto se puede obtener un conjunto cerrado de ecuaciones y puede ser resuelto el sistema.

Por otro lado un modelo de homogenización se basa en proponer un medio homogéneo con las características del medio real con base en las propiedades y características de los diferentes medios que lo componen. Usando la aproximación estadística de Foldy[56] y Lax[62] se calcula el campo en un sólo dispersor en una posición dada. El campo incidente primario, al interactuar con un dispersor, genera un campo dispersado en todas direcciones, éste campo dispersado junto con el incidente primario interactuará con los demás dispersores generando otros campos dispersados. El campo incidente en el dispersor N + 1 consistirá en la contribución de los campos dispersados por los N dispersores más el incidente primario, de un total de N dispersores se tiene N ecuaciones con N incógnitas; por la complejidad que adquiere el sistema es necesario emplear un procedimiento de aproximación.

Aunque en principio se pueden hacer aproximaciones cada vez más precisas de esta manera, en la práctica sólo las de menor orden se pueden evaluar por la complejidad que adquieren las aproximaciones de mayor orden.

En la actualidad existen varios métodos para estudiar la dispersión múltiple, aquí sólo mostraremos el método de homogenización que contribuyó para desarrollar el modelo dinámico generalizado autoconsistente propuesto por Yang [63] ya que es el que se usó en este trabajo por ser el que mejor respuesta presenta ante altas concentraciones de dispersores[64].

2.2.1. Modelo propuesto por Waterman y Truell

Consideremos una onda plana que incide sobre un material con inclusiones, ambos con características conocidas, como se ve en la Figura 2.2.



Figura 2.2: Onda incidente en el modelo de Waterman-Truell [50]

Watterman y Truell[50] desarrollaron la ecuación 2.16 con la cual es posible obtener el número de onda k del material equivalente al conocer el campo dispersado por un solo elemento.

$$\left(\frac{\langle k(\omega)\rangle}{k_1}\right)^2 = \left(1 + \frac{2\pi n_0 f(0)}{k_1^2}\right)^2 - \left(\frac{2\pi n_0 f(\pi)}{k_1^2}\right)^2 \tag{2.16}$$

donde k_1 es el número de onda de la matriz, n_0 es el número de dispersores y f(0)y $f(\pi)$ son los campos dispersados expresados como:

$$f(0) = \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1)A_n \quad y \quad f(\pi) = \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n (2n+1)A_n \tag{2.17}$$

con A_n son los coeficientes de dispersión para ondas longitudinales.

2.2.2. Modelo dinámico generalizado autoconsistente (DGAC)

En base al modelo de Waterman y Truell, Yang [63] propone la existencia de un material virtual con características desconocidas, el cual rodea a los dispersores concéntricos de radios b y a con características conocidas como se ve en la Figura 2.3.



Figura 2.3: Modelo dinámico generalizado autoconsistente [63]

El nuevo modelo plantea que el número de onda k puede calcularse con la ecuación

$$1 = \left[1 + \frac{2\pi n_0 f(0)}{\langle k \rangle^2}\right]^2 - \left[\frac{2\pi n_0 f(\pi)}{\langle k \rangle^2}\right]^2$$
(2.18)

Para desarrollarlo es necesario plantear lo que ocurre cuando una onda que viaja por un material homogéneo se encuentra con un dispersor esférico de radio b, el cual tiene en su interior otro dispersor esférico de radio a, esta segunda esfera nuevamente produce dispersión en la onda transmitida¹. Supongamos que tenemos un único dispersor (las dos esferas concéntricas mencionadas), un material homogéneo (material virtual con las características macroscópicas del material real) y una onda plana longitudinal incide sobre éste (tomaremos que no existe un componente transversal de la onda incidente), además, supongamos arbitrariamente que esto ocurre en dirección X^+ , al llegar al dispersor de radio b la onda genera ondas longitudinales y transversales dispersadas además de las ondas longitudinales y transversales transmitidas al interior del dispersor (ondas incidentes al dispersor de radio a).

Las ondas longitudinales incidentes en el material son regulares en todo el plano y se pueden expresar como:

$$\Phi_i = \Phi_0 e^{i(kx\cos(\theta) - \omega t)} \tag{2.19}$$

Esta puede ser escrita mediante los polinomios de Bessel-Legendre como:

$$e^{ikx\cos(\theta)} = \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1)j_n(kr)P_n(\cos\theta)$$
(2.20)

¹para el caso de un dispersor cilíndrico la demostración es completamente análoga

por lo que la onda incidente es:

$$\Phi_i^m = \Phi_0 e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) j_n(kr) P_n(\cos\theta)$$
(2.21)

en donde m indica que es la onda en el medio efectivo. Las ondas dispersadas por la esfera de radio b se consideran como ondas salientes de éste (longitudinal y transversal), por tanto, se usa la función de Hankel de primer tipo para expresarlas

$$\Phi_s^m = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) A_n h_n(kr) P_n(\cos\theta)$$
(2.22)

$$\Psi_s^m = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) B_n h_n(Kr) P_n(\cos\theta)$$
(2.23)

con $K = \frac{\omega}{V_t}$, $k = \frac{\omega}{V_l}$, $P_n(\cos\theta)$ los polinomios asociados de Legendre, j_n la función de Bessel de primer tipo, h_n la función de Hankel y A_n y B_n son los coeficientes de dispersión a ser determinados.

La onda que se propaga en el material es la suma de la onda incidente y las ondas dispersadas, por lo tanto

$$\phi_t^m = \phi_i^m + \phi_s^m = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) P_n(\cos\theta) [\Phi_0 j_n(kr) + A_n h_n(kr)]$$
(2.24)

$$\Psi_t^m = \Psi_s^m \tag{2.25}$$

Conociendo los potenciales, podemos ahora aplicar condiciones de continuidad en el desplazamiento y tensión, para detalle del procedimiento consultar Apéndice 1.

Tomando x = kr, y = Kr y considerando en un inicio $k = k_b$, $K = K_b$ y ρ y μ calculados con el modelo de Sabina y Willis[65] se resuelve el sistema de ecuaciones A.28 del Apéndice 1, se obtienen los valores de los coeficientes de dispersión A_n y se sustituyen en la ecuación 2.17 para obtener los campos dispersados; conociendo estos valores y sustituyéndolos en la ecuación 2.18, obtenemos una primera expresión para el número de onda k, una vez que se tiene el nuevo valor se repite el proceso resolviendo nuevamente el sistema de ecuaciones para obtener otro valor de k, se repite el proceso hasta obtener la aproximación deseada.

Para resolver más fácilmente esta iteración, Molero[66] desarrolló una expresión para k, en esta ecuación podemos ver que el valor p + 1 de k está determinado por el valor anterior de k_p , la concentración de dispersores c, el radio del dispersor a y los campos dispersados.

$$k_{p+1} = k_p + \frac{3c}{a^3}f(0) + \frac{9c^2}{a^6}\left(f^2(0) - f^2(\pi)\right)$$
(2.26)

Conociendo el valor de k podemos obtener la velocidad de propagación y la atenuación mediante la fórmula

$$k(\omega) = \frac{\omega}{v_l} + i\alpha(\omega) \tag{2.27}$$

con ω la frecuencia angular, v_l la velocidad longitudinal y α la atenuación.

2.3. Modelos numéricos

Los modelos teóricos descritos con anterioridad nos dan una buena aproximación del fenómeno de dispersión múltiple, sin embargo, requieren del conocimiento previo de varios parámetros y no consideran la interacción entre dispersores.

Por otro lado encontrar una solución exacta de un problema físico en algunos casos puede llegar a ser imposible, o puede que no podamos encontrar una respuesta de forma conveniente en una gran cantidad de aplicaciones reales [67]. Cuando esto ocurre, se intenta dar resultados aproximados suficientemente buenos. Esta es la razón del desarrollo de los métodos numéricos, teniendo muchos de ellos una larga historia.

Las soluciones puramente numéricas se basan en la discretización de ecuaciones, es decir, en vez de determinar la solución para todas las posiciones en todos los tiempos, será suficiente calcular la solución para un número finito de posiciones en un intervalo de tiempo. Por lo tanto las ecuaciones diferenciales parciales pueden ser reducidas a un sistema de ecuaciones algebraicas que pueden ser resueltas por una computadora.

En este caso se presenta como es posible describir la propagación de una onda en un medio poroso mediante el modelo numérico basado en integración finita elastodinámica.

2.3.1. Método de integración finita

Históricamente, Weiland introdujo la Técnica de Integración Finita (FIT) en electrodinámica hace cuatro décadas [68], la FIT se aplicó al conjunto de ecuaciones de Maxwell en forma integral. El método utiliza los seis componentes vectoriales de la intensidad del campo eléctrico y la densidad del flujo magnético en un sistema de doble malla [69, 70]. Posteriormente Weiland [71] reformuló la técnica en términos de cantidades globales asignadas a objetos espaciales –como la tensión eléctrica y magnética asignada a un contorno y el flujo eléctrico y magnético asignado a una superficie– esto permitió una formulación matricial, válida también para sistemas de mallas irregulares y no ortogonales.

En electromagnetismo las ecuaciones discretas resultantes de FIT, en el dominio del tiempo son idénticas a las ecuaciones discretas derivadas con el método clásico de Yee [72]. Hoy en día, el método de Yee es conocido como el Método de Diferencia Finita en el dominio del Tiempo (FDTD) [73,74]. Las ideas de éste método también se pueden

aplicar a otros fenómenos en el campo de las ondas. Por ejemplo, Sullivan describió la aplicación del FDTD en acústica (lineal) y en mecánica cuántica^[74].

Independiente de estos desarrollos en electromagnetismo, Virieux [75] desarrolló un método similar en elastodinámica, que utiliza los seis componentes del tensor de tensión de Cauchy y los tres componentes del vector velocidad de partículas [76], posteriormente Madariaga [77] introdujo el método FDTD en una malla escalonada en elastodinámica y Saenger [78] propuso una versión modificada de este enfoque. Fellinger et al. [79] adaptaron las ideas anteriores a las ecuaciones gobernantes de las ondas ultrasónicas en los sólidos, y desarrollaron un procedimiento numérico llamado Técnica de Integración Finita Elastodinámica (EFIT). La parte acústica de EFIT se deriva generalmente aplicando FIT a las ecuaciones gobernantes de las ondas en forma integral[80]. Como en el caso de electrodinámica, el esquema FDTD elastodinámico está contenido en EFIT como un subconjunto. Hoy en día, EFIT se utilizan ampliamente como un instrumento de modelado cuantitativo muy aceptado en ensayos no destructivos [81]. Schubert et al. [82] extendieron el EFIT al caso no lineal.

El punto de partida son las ecuaciones básicas de elasticidad lineal en un sistema de coordenadas cartesianas (x, y, z). Como se dijo al inicio de este capítulo las ecuaciones de movimiento en Cauchy en su forma diferencial son:

$$\rho \dot{v}_x = \frac{\partial T_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial T_{xy}}{\partial y} + \frac{\partial T_{xz}}{\partial z} + f_x \qquad (2.28)$$

$$\rho \dot{v}_y = \frac{\partial T_{xy}}{\partial x} + \frac{\partial T_{yy}}{\partial y} + \frac{\partial T_{yz}}{\partial z} + f_y \qquad (2.29)$$

$$\rho \dot{v}_z = \frac{\partial T_{xz}}{\partial x} + \frac{\partial T_{yz}}{\partial y} + \frac{\partial T_{zz}}{\partial z} + f_z$$
(2.30)

Por otro lado la primera derivada de la ley de Hooke con respecto al tiempo para un sólido isotrópico linealmente elástico es:

$$\dot{T}_{ij} = \lambda \dot{\epsilon}_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \dot{\epsilon}_{ij} + g_{ij} \tag{2.31}$$

 con

$$\dot{\epsilon}_{xx} = \frac{\partial v_x}{\partial x}, \qquad \dot{\epsilon}_{yy} = \frac{\partial v_y}{\partial y}, \qquad \dot{\epsilon}_{zz} = \frac{\partial v_z}{\partial z}$$
 (2.32)

$$\dot{\epsilon}_{xy} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_y}{\partial x} + \frac{\partial v_x}{\partial y} \right), \qquad \dot{\epsilon}_{xz} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_z}{\partial x} + \frac{\partial v_x}{\partial z} \right), \qquad \dot{\epsilon}_{yz} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_z}{\partial y} + \frac{\partial v_y}{\partial z} \right)$$
(2.33)

En donde v_i , T_{ij} y ϵ_{ij} con i, j = x, y, z son los componentes del vector de velocidad de las partículas y del tensor de tensión y deformación, respectivamente. Los componentes f_i y g_{ij} representan la fuerza y el estrés externo aplicado. Las propiedades del medio elástico están descritas por las dos constantes de Lamé, λ y μ , y por la densidad ρ . En total son necesarias nueve componentes para describir el campo de onda elástica; tres componentes de velocidad de partículas, v_x , v_y , v_z y seis componentes del tensor de tensión simétrico de Cauchy, T_{xx} , T_{yy} , T_{zz} , T_{xy} , T_{xz} y T_{yz} con $T_{xy} = T_{yx}$, $T_{xz} = T_{zx}$ y $T_{yz} = T_{zy}$.

La idea principal de la técnica de integración finita es colocar el componente del campo en el centro de un volumen de control apropiado y realizar una integración de la ecuación correspondiente sobre esta celda, por ejemplo, aplicando la regla del punto medio, lo que da como resultado una versión discretizada de la ecuación básica.

$$\rho \dot{v}_x^c = \frac{T_{xx}^r - T_{xx}^l}{\Delta x} + \frac{T_{xy}^{ba} - T_{xy}^f}{\Delta y} + \frac{T_{xz}^t - T_{xz}^{bo}}{\Delta z} + f_x^c$$
(2.34)

$$\rho \dot{v}_{y}^{c} = \frac{T_{xy}^{r} - T_{xy}^{l}}{\Delta x} + \frac{T_{yy}^{ba} - T_{yy}^{f}}{\Delta y} + \frac{T_{yz}^{t} - T_{yz}^{bo}}{\Delta z} + f_{y}^{c}$$
(2.35)

$$\rho \dot{v}_{z}^{c} = \frac{T_{xz}^{r} - T_{xz}^{l}}{\Delta x} + \frac{T_{yz}^{ba} - T_{yz}^{f}}{\Delta y} + \frac{T_{zz}^{t} - T_{zz}^{bo}}{\Delta z} + f_{z}^{c}$$
(2.36)

$$\dot{T}_{xx}^c = (\lambda + 2\mu)\frac{v_x^r - v_x^l}{\Delta x} + \lambda \left(\frac{v_y^{ba} - v_y^f}{\Delta y} + \frac{v_z^t - v_z^b}{\Delta z}\right) + g_{xx}^c$$
(2.37)

$$\dot{T}_{yy}^c = (\lambda + 2\mu)\frac{v_y^{ba} - v_y^f}{\Delta y} + \lambda \left(\frac{v_x^r - v_x^l}{\Delta x} + \frac{v_z^t - v_z^b}{\Delta z}\right) + g_{yy}^c$$
(2.38)

$$\dot{T}_{zz}^c = (\lambda + 2\mu)\frac{v_z^t - v_z^{bo}}{\Delta z} + \lambda \left(\frac{v_x^r - v_x^l}{\Delta x} + \frac{v_y^{ba} - v_y^f}{\Delta y}\right) + g_{zz}^c$$
(2.39)

$$\dot{T}_{xy}^c = \mu \left[\frac{v_x^t - v_x^{bo}}{\Delta y} + \frac{v_y^{ba} - v_y^f}{\Delta x} \right] + g_{xy}^c$$
(2.40)

$$\dot{T}_{xz}^c = \mu \left[\frac{v_x^t - v_x^{bo}}{\Delta z} + \frac{v_z^r - v_z^l}{\Delta x} \right] + g_{xz}^c$$
(2.41)

$$\dot{T}_{yz}^c = \mu \left[\frac{v_y^t - v_y^{bo}}{\Delta z} + \frac{v_z^{ba} - v_y^f}{\Delta y} \right] + g_{yz}^c$$

$$(2.42)$$

El superíndice c denota una posición en el centro de la celda de integración correspondiente, $r ext{ y } l$ son posiciones adyacentes en el lado derecho e izquierdo del punto c (en la dirección x), $t ext{ y } bo$ representan ubicaciones en la parte superior e inferior de la celda (en la dirección z). Las posiciones de la cuadrícula en la parte posterior y delantera (en la dirección y) se indican mediante superíndices $ba ext{ y } f$, respectivamente.



Figura 2.4: Ubicación de los componentes de velocidad y tensión en la cuadrícula 3D-EFIT escalonada [83]

La Figura 2.4 muestra la ubicación de los componentes de campo producidos por el procedimiento FIT. Los elementos diagonales principales del tensor de tensión, las tensiones de corte y los componentes de velocidad se ubican en diferentes posiciones en la celda de la cuadrícula correspondiente. Esta disposición de "cuadrícula escalonada" supera a las cuadrículas de diferencias finitas (FD) clásicas no escalonadas en lo que respecta a la implementación de condiciones de contorno y estabilidad numérica. La discretización temporal se basa en un operador de diferencia central en el tiempo.

$$v_i^r = v_i^{r-1} + \dot{v_i}^{r-1/2} \Delta t (2.43)$$

$$T_{ij}^{r+1/2} = T_{ij}^{r-1/2} + T_{ij}^{r}\Delta t$$
(2.44)

donde el superíndice r denota un paso completo y $r \pm 1/2$ denota medios pasos de tiempo Δt con $t = r\Delta t$. Mediante el uso de ecuaciones 2.35, la propagación de ondas elásticas se puede calcular explícitamente en el dominio del tiempo, lo que da como resultado un esquema "leap-frog" que es preciso en segundo orden en términos del tamaño de la cuadrícula [83].

En este trabajo estudiaremos principalmente los modelos de dispersión múltiple bajo condiciones de linealidad y el método de integración finita basado en las ecuaciones de Cauchy para analizar como ocurre la propagación de la onda en materiales cementicios.

Capítulo 3

Técnicas de procesamiento de señales

Para realizar el diagnóstico y monitoreo de estructuras cementicias, se requiere de cuantificar las variaciones que experimenta la pasta de cemento durante un periodo de tiempo. Lo anterior se puede realizar mediante pruebas no destructivas por ultrasonido como se mencionó en el Capítulo 1.

Sin embargo, la propagación acústica en medios porosos es compleja, lo que ocasiona que los parámetros de la onda sean dependientes de la frecuencia como se describió en el Capítulo 2, además, sí el material en estudio se encuentra bajo esfuerzos externos o reacciones químicas, la micro-estructura sufrirá cambios importantes en las propiedades de resistencia e integridad, lo que complica aun más la interpretación y el análisis de las ondas propagadas en el medio.

Las señales ultrasónicas adquiridas por éstas pruebas contienen información sobre la composición de la micro-estructura del medio en estudio, así como los cambios que experimenta debido a factores externos durante un periodo de tiempo. Sin embargo, debido al ruido estructural se requiere resaltar la información para poder medir los cambios en la micro-estructura y por ende en las propiedades elásticas del material en estudio. Esto conlleva necesariamente a que las señales deben ser filtradas o bien transformadas matemáticamente de tal forma que de manera indirecta, se pueda medir el posible daño o degradación en la composición y como éstos afectan en el funcionamiento estructural.

Considerando que la propagación acústica es un fenómeno no lineal y dispersivo, donde las propiedades elásticas varían respecto a la frecuencia, se requiere que los métodos digitales de análisis de las señales adquiridas nos permitan visualizar la información en los dominios de tiempo y frecuencia simultáneamente [84], de esta forma, es posible realizar filtrados adecuados, resaltando la información del cambio en la micro-estructura del medio debido a agentes externos o químicos que actúan durante un periodo de tiempo.

3.1. Transformada wavelet

El formalismo matemático de la transformada wavelet u ondeleta fue inicialmente desarrollado por Daubechies, Grossman y Meyer en 1986 [85], donde se propone la construcción de las ondeletas como una expansión no ortogonal. Posteriormente Mallat en 1989 [86] descubre el nuevo formalismo de análisis multirresolución (AM) dando origen al desarrollo de las ondeletas como una base ortogonal en el espacio R_N , en 1988 Ingrid Daubechies propone la construcción de familias ortogonales de soporte compacto [87].

La idea fundamental del análisis multirresolución es representar una función o señal como el límite sucesivo de aproximaciones que corresponden a diferentes niveles de resolución de la función representada. El principio básico de AM es la descomposición de un espacio de funciones en subespacios individuales tal que $V_J \subset V_{J+1}$ y las funciones base del espacio V_{J+1} son funciones re-escaladas del V_J . Esencialmente la descomposición de cada función en componentes a diferentes escalas o frecuencias describen versiones más finas o de mayor resolución de la señal en estudio.

3.1.1. Transformada wavelet continua

Las funciones u ondeletas madre propuestas por Meyer, basándose en el desarrollo multirresolución de Mallat, se definen como

$$\psi_{a,b}(t) = \frac{1}{\sqrt{a}}\psi\left(\frac{t-b}{a}\right) \tag{3.1}$$

donde $a \ge b$ son números reales asociados a la escala y desplazamiento, respectivamente. Con este modelo matemático podemos asegurar que para $a \gg 1$ la ondeleta, es una versión comprimida del de la ondeleta madre con a = 1, y para $a \ll 1$ la forma del kernel se ensancha. Lo anterior indica que el contenido frecuencial no es el mismo para cada valor de a, ya que al tener la versión comprimida indica componentes de alta frecuencia mientras que el expandido representa oscilaciones más lentas.

Para realizar el análisis multir resolución de una función f(t) se requiere un proceso análogo a la transformada de Fourier, definida por

$$C(a,b) = \int_{-\infty}^{\infty} f(t) \frac{1}{\sqrt{a}} \psi_{a,b}(t) dt$$
(3.2)

donde C(a, b) son los coeficiente wavelets. Esta operación es la convolución de la función f(t) con el kernel escalado, lo que permite resaltar los componentes frecuenciales de f(t) dados por la ondeleta y determinar la localización de dichos componentes definida por b. Esta operación da como resultado un filtrado pasa-bandas de la función f(t). Es importante resaltar que la ondeleta madre $\psi_{a,b}(t)$ es una función que debe cumplir con las siguientes propiedades [88]

1. Energía finita:

$$E = \int_{-\infty}^{\infty} |\psi(x)|^2 dt < \infty$$
(3.3)

Si $\psi(t)$ es una función compleja, la magnitud debe encontrarse utilizando su parte real e imaginaria.

2. $\psi(t)$ tiene transformada de Fourier $\hat{\psi}(t)$

$$\hat{\psi}(f) = \int_{-\infty}^{\infty} \psi(t) e^{-i(2\pi f)t} dt$$
(3.4)

3. Satisface la condición de admisibilidad

$$C_{\psi} = \int_0^\infty \frac{|\hat{\psi}(f)|^2}{f} df < \infty \tag{3.5}$$

donde necesariamente la transformada de Fourier de $\psi(t)$ tiende a cero en f = 0. Es decir, que el promedio de la función ondeleta debe ser cero y oscilatoria. En otras palabras $\psi(t)$ debe ser una onda.

4. Un criterio adicional para las ondeletas complejas es que la transformada de Fourier debe ser real y desaparecer para las frecuencias negativas.

Si la ondeleta cumple con los criterios anteriores es posible recuperar la información original mediante la ecuación

$$f(t) = \frac{1}{C_{\psi}} \int_0^\infty \int_{-\infty}^\infty \frac{C(a,b)}{\sqrt{a}} \psi_{a,b} \left(\frac{t-b}{a}\right) \frac{dadb}{a^2}$$
(3.6)

La transformada wavelet continua tiene varias dificultades para ser utilizada directamente en aplicaciones, una de ellas es la redundancia. En la ecuación 3.2 los coeficientes de la transformación son calculados por desplazamientos continuos de una función escalablemente continua sobre una señal, obteniendo la correlación entre ambas funciones. Es importante resaltar que las funciones escaladas no forman una base ortogonal y los coeficientes calculados serán altamente redundantes. Por otro lado el número de posibles ondeletas madre es infinito, ya que al ser analíticas se pueden diseñar un número infinito de modelos que cumplan con las condiciones anteriormente expresadas. Sin embargo, la aplicación más importante es la de representación tiempo-frecuencia con filtros pasa-banda, lo que permite hacer un análisis mucho mas completo que la Transformada de Fourier o la Transformada de Tiempo Corto de Fourier.

3.1.2. Transformada wavelet discreta

Para contrarrestar el problema de la redundancia de la transformada wavelet continua, Ingrid Daubechies, introduce las ondeletas discretas [89], funciones continuas a tramos que se escalan y trasladan en pasos discretos, por lo que la ecuación 3.1 se modifica de la siguiente forma

$$\psi_{j,k}(t) = a_0^{-\frac{j}{2}} \psi(a_0^{-j} - kb_0) \tag{3.7}$$

Los parámetros j y k son enteros, $a_0 = 2$ y $b_0 = 1$. Los dos últimos valores son elegidos para que el muestreo en el tiempo y frecuencia formen funciones diádicas. El efecto por la discretización en la ondeleta es que el espacio tiempo-escala es discreto a intervalos. Aunada a esta discretización, se requiere que la ondeleta discreta forme una familia de funciones base que permitan remover la redundancia y no solo la descomposición de las señales sino también la reconstrucción sin pérdidas de las mismas. Para ello debe cumplir con las siguientes propiedades [90,91]

1.

$$A \parallel f \parallel^{2} \leq \sum_{j,k} \mid \langle f, \psi_{j,k} \rangle \mid^{2} \leq B \parallel f \parallel^{2}$$
(3.8)

donde $|| f ||^2$ es la energía de la señal finita, A > 0 y $B < \infty$ son independientes de f(t). Cuando A = B las funciones ondeleta se comportan como una base ortonormal.

2. Las ondeletas discretas son ortogonales respecto a su propia dilación y traslación

$$\langle \psi_{j,k}, \psi_{m,n} \rangle = \begin{cases} 1 & j = m, \quad k = n \\ 0 & \text{otro caso} \end{cases}$$
(3.9)

Para realizar el análisis multirresolución tenemos que considerar una función adicional llamada función escalamiento u ondeleta padre relacionada con los componentes promedio de cada una de las composiciones j.

$$\phi_{j,k}(t) = a_0^{-\frac{j}{2}} \phi(a_0^{-j}t - kb_0)$$
(3.10)

tal que

$$\langle \phi(t), \psi(t) \rangle = 0 \qquad \forall j, k$$
(3.11)

Cualquier función cuadráticamente integrable se puede representar en el espacio wavelet discreto como

$$f(t) = \sum_{k} \langle f(t), \phi_{j,k} \rangle \phi_{j,k} + \langle f(t), \psi_{j,k} \rangle \psi_{j,k}$$
(3.12)

donde

$$g = \langle f(t), \phi_{j,k} \rangle = 2^{-\frac{j}{2}} \int f(t)\phi(2^{-j}t-k)dt \qquad h = \langle f(t), \psi_{j,k} \rangle = 2^{-\frac{j}{2}} \int f(t)\psi(2^{-j}t-k)dt$$
(3.13)

se conocen como filtros pasa-bajas g y pasa-altas h, dados por la convolución entre la función f(t) y cada una de las ondeletas. El efecto de g es obtener información promedio de la señal $c_{j,k}$, mientras que h genera los detalles $d_{j,k}$ de alta frecuencia para cada escala j. Como ϕ y ψ son bases ortonormales, se puede reconstruir la información sin perdida vía la deconvolución.

Este procedimiento diádico se esquematiza en la Figura



Figura 3.1: Procedimiento diádico para reconstruir una señal

3.2. Transformada Hilbert-Huang

Otra herramienta que permite descomponer una señal es la transformada Hilbert-Huang (HHT), esto permite utilizarla para separar el ruido que contenga. Se propone un esquema basado en la descomposición de modo empírico (EMD) combinada con el concepto de frecuencia instantánea (IF). La EMD descompone la señal en varias señales de un solo componente llamadas funciones de modo intrínseco (IMFs). Las IMFs proporcionan una estimación precisa de los componentes de frecuencia que varían en el tiempo y por lo tanto puede ayudar durante la carácterización de los materiales.

Para entender en que consiste la transformada es necesario definir ciertos conceptos que ayudarán a comprender como funciona y como se puede implementar.

3.2.1. Frecuencia instantánea

Una señal no estacionaria tiene un comportamiento frecuencial que es variante en el tiempo, esto da lugar a la idea de frecuencia instantánea (IF), donde los cambios en frecuencia se pueden monitorear instantáneamente con el tiempo. La frecuencia instantánea es una característica importante de la señal que define la ubicación del pico espectral de ésta a medida que varía con el tiempo. En otras palabras, se puede interpretar como la frecuencia de una onda senoidal que se ajusta localmente a la señal que se está analizando. Este concepto es significativo sólo para señales de un solo componente, donde sólo hay una frecuencia o un borde estrecho de frecuencias que varían en función del tiempo. Teóricamente es difícil describir la IF de una señal multi-componente, por lo que se necesitaría separar la señal para poderla obtener [92].

Matemáticamente, la definición de IF para una señal de un solo componente debe ser a través de su cuadratura definida como un cambio de 90° de la fase de la función portadora. Por lo tanto, a partir de cualquier señal de un solo componente representada por f(t), tenemos que encontrar su envolvente $a(t) \ge \cos(\phi(t))$ portador, tal que.

$$x(t) = a(t)\cos(\phi(t)) \tag{3.14}$$

por tanto su cuadratura es dada por

$$x_a(t) = a(t)\operatorname{sen}(\phi(t)) \tag{3.15}$$

de aquí, la IF se define como la derivada de la fase de la señal con respecto al tiempo [93].

$$\omega_i(t) = \frac{d\phi(t)}{dt} \tag{3.16}$$

en donde el sub índice i indica que es instantáneo.

La extracción de la IF ha sido investigada durante muchos años desde diferentes perspectivas. El análisis de Fourier juega un papel importante en el análisis de la frecuencia de la señal, ya que descompone la señal en componentes de frecuencia individuales y también establece la intensidad relativa de cada componente. Sin embargo, como ya se mencionó, la transformada de Fourier no indica cuándo ocurrieron esas frecuencias.

3.2.2. Obtención de la IF mediante la transformada de Hilbert

Gabor [93] dió un paso importante en el estudio de la IF al proponer un método para generar una señal compleja denominada "señal analítica" a partir de una real:

$$z(t) = s(t) + iH[s(t)]$$
(3.17)

$$= a(t)e^{j\phi(t)} \tag{3.18}$$

donde s(t) es la señal real y H[s(t)] es la transformada de Hilbert (HT) de s(t) que se define como:

$$H[s(t)] = (h * s)(t) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{s(\tau)}{t - \tau}$$
(3.19)

donde H es el operador de transformación de Hilbert, * denota la convolución en el dominio del tiempo y $h(t) = 1/\pi t$. Las señales s(t) y H[s(t)] se dice que están en cuadratura ya que como se dijo están fuera de fase por $\pi/2$.

Ahora, el espectro de z(t) es dado por:

$$Z(f) = \int_{-\infty}^{\infty} z(t)e^{-j[2\pi ft]}dt \qquad (3.20)$$
$$= \int_{-\infty}^{\infty} a(t)e^{j[\psi(t)-2\pi ft]}dt$$

De acuerdo con el principio de la fase estacionaria [93], las integrales en las ecuaciones 3.21 tienen mayor valor en la frecuencia f_s , para la cual la fase es estacionaria:

$$\frac{d}{dt}[\phi(t) - 2\pi f_s t] = 0$$
(3.21)

Esto lleva a que:

$$f_s = \frac{1}{2\pi} \frac{d\psi(t)}{dt} \tag{3.22}$$

La ecuación 3.22 indica que f_s es una función del tiempo y proporciona una medida de la concentración de energía de la señal en el dominio de la frecuencia en función del tiempo. Como se indicó anteriormente, la IF obtenida utilizando la señal analítica de Gabor y la transformada de Hilbert es ideal siempre que la función sea de un solo componente. Por lo tanto, cualquier señal de muchos componentes se debe descomponer en un conjunto de señales de un solo componente. Esta es la esencia de la Transformada de Hilbert-Huang.

3.2.3. Descomposición en modo empírico

Un método relativamente reciente para extraer la IF es la descomposición en modo empírico [94]. En general los métodos para extraer la IF enfrentan desafíos en presencia de señales con muchos componentes. La IF extraída debe tener una buena resolución de tiempo-frecuencia (FT), pero debe conservar algún significado físico. En este sentido, la EMD ofrece algunas ventajas. Por ejemplo, considera que la señal está formada por oscilaciones rápidas sobrepuestas a oscilaciones lentas [95]. En general, hay algunos requisitos importantes sobre la señal que son necesarios para garantizar una IF con sentido físico. La señal debe ser mono componente, con media cero localmente, y la onda debe ser simétrica con respecto a la media cero. Todas estas condiciones son cumplidas por la EMD.

3.2.4. Transformada de Hilbert-Huang

Dadas estas definiciones la transformada de Hilbert-Huang es una combinación del análisis de EMD y del análisis espectral de Hilbert (HS) [94], está diseñada para funcionar correctamente para datos de series de tiempo que no son estacionarias y tampoco lineales. La HHT usa la EMD para descomponer una señal de varios componentes en varias señales de componente único llamadas Función de Modo Intrínseco, y luego se puede extraer el IF de cada IMF.

3.2.4.1. Funciones de modo intrínseco

Las IMFs son señales de un solo componente que contiene sólo una frecuencia en cualquier momento. Cualquier IMF debe satisfacer los siguientes dos criterios:

- 1. Los números de los extremos locales y los números de los cruces por cero deben ser iguales o diferir como máximo por 1.
- 2. En cualquier momento, el valor medio de la envolvente superior (definida por los máximos locales) y la envolvente inferior (definida por los mínimos locales) debe ser cero.

La descomposición en modo empírico es un algoritmo que descompone cualquier señal compleja en varios IMFs.

3.2.4.2. Algoritmo para obtener EMD

La EMD marca el primer paso de la Transformada de Hilbert-Huang ya que reduce de manera empírica una serie de tiempo a varias señales secundarias (IMFs), cada una de las cuales se introduce en el mismo entorno tiempo-frecuencia a través de la transformada de Hilbert. La EMD utiliza las características de la señal para descomponerla de forma adaptativa en varias funciones de modo intrínseco (IMF).

El algoritmo para la EMD de una señal x(t) se puede resumir de la siguiente manera [96]:

- 1. Identificar todos los extremos (máximos y mínimos) de la señal x(t).
- 2. Generar la envolvente superior e inferior mediante una interpolación spline cúbica de los puntos extremos encontrados en el paso 1.
- 3. Cálculo de la función media de la envolvente superior e inferior, m(t).
- 4. Calcular la diferencia d(t) = x(t) m(t).
- 5. Si d(t) es de media cero (es decir, una IMF), el criterio se detiene y d(t) es la primer IMF, denotada aquí como $c_1(t)$.
- 6. Calcular la señal de residuo $r(t) = x(t) c_1(t)$.
- 7. Repitiendo el procedimiento de los pasos (1) a (6) se puede obtener la segunda IMF. Continuar las iteraciones n veces conduce a obtener $c_n(t)$. Este procedimiento se detiene cuando la señal de residuo final r(t) es una función monotónica.

Al final de este procedimiento, tenemos una colección de n IMF desde $c_1(t)$ a $c_n(t)$ y el residuo r(t). Por lo tanto, la señal x(t) se puede escribir como:

$$x(t) = \sum_{i=1}^{n} c_i(t) + r(t)$$
(3.23)

El número de niveles de descomposición (IMF y residuo) también está determinado por la longitud de la señal de entrada x(t), de acuerdo con la fórmula [96]:

$$N = \left[\log_2(longitud(x))\right] \tag{3.24}$$

A manera de ejemplo, en la Figura 3.2 se muestra una señal a la que se le aplicará el algoritmo descrito para encontrar la primer función de modo intrínseco.



Figura 3.2: Señal de ejemplo para calcular la primer función de modo intínseco [97]

En la Figura 3.3 se ilustra nuevamente en azul la señal original de la que se ubican los puntos máximos y mínimos (paso 1), mediante un spline se obtienen las envolventes superior e inferior mostradas en verde (paso 2), de éstas se calcula la media mostrada en rojo (paso 3) y se estima la diferencia de la señal original con la media de las envolventes (paso 4) como se ve en la Figura 3.4; se puede ver en morado la señal original y en azul la primer función de modo intrínseco. Es claro que las primeras IMF llevan los componentes de alta frecuencia de la señal original x(t) y, a medida que aumenta el orden la frecuencia correspondiente disminuye.



Figura 3.3: Señal original en azul, envolvente inferior (1) en verde, envolvente superior

(2) en verde y promedio de las envolventes en rojo[97]



Figura 3.4: Señal original en morado y primera función de modo intrínseco (IMF) en azul

[97]

3.3. Componentes principales

Otra herramienta que puede ser utilizada para eliminar información no deseada de un conjuntos de datos son los componentes principales (CP). El análisis multivariante, en esencia, se dedica al estudio de diversas variables de modo simultáneo. Es decir, tomamos un objeto y no sólo medimos un aspecto suyo, sino que consideramos varios aspectos y tratamos de determinar la relación entre estas medidas [98]. Con el desarrollo de las computadoras, se ha hecho posible desarrollar e implementar programas estadísticos que contienen las técnicas multivariantes; así, todos los programas de este tipo contienen una parte importante dedicada a estas técnicas.

En definitiva, el desarrollo teórico surgido en el siglo XX junto con las crecientes aplicaciones de la estadística, han hecho de las técnicas del Análisis Multivariante junto con el Análisis de Regresión, uno de los instrumentos más empleados para el estudio de sistemas complejos.

Las técnicas multivariables se pueden clasificar según dos posibles criterios:

- 1. Métodos Dependientes, en donde se está interesado en la asociación entre las distintas variables, es decir, en las relaciones entre las mismas, donde parte de estas variables dependen o se miden en función de las otras. Subyace en ellos siempre un interés predictivo.
- 2. Métodos Independientes, en donde se está interesado en investigar las asociaciones que se presentan entre variables sin distinción de tipos entre ellas. Tienen un interés descriptivo.

Dentro de los métodos independientes se encuentra el análisis de componentes principales, nos enfocaremos exclusivamente en este método, ya que su propósito general es condensar la información contenida en una serie de variables originales en un número más pequeño de dimensiones complejas, denominadas factores o componentes, con mínima pérdida de información.

Si se cuentan con n observaciones, a las cuales se les han medido p características, la información se organiza generalmente en una matriz X de n filas (observaciones) y p columnas (variables); geométricamente las observaciones se pueden representar como una nube de puntos en el espacio de p dimensiones, como se visualiza la representación de observaciones en un espacio de tres dimensiones (p = 3) en la Figura 3.5.



Figura 3.5: Observaciones en un espacio de tres dimensiones

Por este método se reemplazan las p variables originales por k combinaciones lineales

de las mismas (donde k es mucho menor que p), las que explicarán una importante proporción de la dispersión total.

El objetivo entonces es tomar p variables, X_1, X_2, \dots, X_p , y encontrar combinaciones lineales, Z_1, Z_2, \dots, Z_p , no correlacionadas. Cada una de estas variables Z, denominadas componentes principales, estarán midiendo distintas dimensiones de los datos y es posible ordenarlas de manera que:

$$var(Z_1) \ge var(V_2) \ge \dots \ge var(Z_p) \tag{3.25}$$

La suma de las varianzas de las componentes principales es igual a la varianza total y lo que se espera es que la varianza de la mayoría de las variables Z sean tan bajas que resulten insignificantes, por lo que la dispersión del conjunto de datos puede ser adecuadamente descrito por pocas variables Z con varianzas significativas.

El procedimiento para determinar las componentes principales es el siguiente [99]:

1. Se parte de una matriz de datos:

2. Se calcula la matriz de covarianza

$$C = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & \cdots & c_{1p} \\ c_{21} & c_{22} & \cdots & c_{2p} \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ c_{n1} & c_{n2} & \cdots & c_{np} \end{pmatrix}$$
(3.27)

donde c_{ii} es la varianza de X_i y c_{ij} es la covarianza de X_iX_j

3. Como ya se señaló, los componentes principales son combinaciones lineales de las variables originales, para obtenerlas es necesario calcular los valores y vectores propios de la matriz de covarianza, lo que supone un trabajo algebraico laborioso por lo que generalmente es calculado a través de software estadístico.

Siguiendo el procedimiento de cálculo se obtienen las nuevas variables Z_i como:

$$Z_i = a_{i1}x_1 + a_{i2}x_2 + \dots + a_{ip}x_p \tag{3.28}$$

donde a_{i1} , a_{i2} , a_{ip} son los elementos de los correspondientes vectores propios.

Las varianzas de los componentes principales son los valores propios de la matriz de covarianza:

$$Var(Z_i) = \lambda_i \tag{3.29}$$

Una propiedad importante es que la suma de los mismos es la suma de los elementos de la diagonal principal (traza)

$$\lambda_1 + \lambda_2 + \dots + \lambda_p = c_{11} + c_{22} + \dots + c_{pp} \tag{3.30}$$

Por lo tanto, si c_{ii} es la varianza de X_i y λ_i es la varianza de Z_i , esto significa que la suma de las varianzas de las componentes principales es igual a la suma de las varianzas de las variables originales. Por consiguiente, en cierto sentido, si se trabaja con todas las componentes principales se explica toda la variación en los datos originales.

Para evitar que una variable tenga una influencia excesiva sobre la componente principal es usual codificar las variables x_1, x_2, \dots, x_p para tener media 0 y varianza 1 al comienzo del análisis. La estandarización de las medidas asegura que todas tengan igual peso en el análisis.

La matriz C toma la forma

$$C = \begin{pmatrix} 1 & r_{12} & \cdots & r_{1p} \\ r_{21} & 1 & \cdots & r_{2p} \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ r_{n1} & r_{n2} & \cdots & 1 \end{pmatrix}$$
(3.31)

donde $r_{ij} = r_{ji}$ es la correlación entre X_i y X_j

En otras palabras, el Análisis de Componentes Principales es llevado a cabo sobre la matriz de correlación. En este caso la suma de la diagonal principal y la suma de los valores propios es igual a p, el número de variables (igual al orden de la matriz). En la práctica se busca reducir la dimensión. Suponiendo que los valores propios están ordenados $\lambda_1 \geq \lambda_2 \geq \cdots \geq \lambda_p$ y que λ_i corresponde a la i-ésima componente principal, se descartan aquellas componentes que sólo contengan una pequeña proporción de la varianza.

De esta manera, si quitamos los últimos componentes de un conjunto de valores propios estaremos quitando la información que se repite con mayor frecuencia en las observaciones.

Una de las aplicaciones que tiene los CP es el de umbralización para los procesos de filtrado ya que el primer valor propio indica la mayor varianza entre las observaciones, así que, eliminando los primeros componentes de mayor varianza se puede anular la información menos repetida en las observaciones. Esto puede permite resaltar información relevante en algunos fenómenos estudiados.

Capítulo 4

Protocolo experimental

Las propiedades de las ondas que se propagan en un medio se pueden medir directamente de manera experimental, éstas depende de la micro-estructura del material y de la propia onda, un ejemplo de estas propiedades es la velocidad de propagación y la atenuación.

En este capítulo se discutirá la metodología para adquirir señales ultrasónicas de especímenes de pasta de cemento, para lo cual, se explicará la norma para la fabricación de probetas de este material, la norma para caracterizar transductores ultrasónicos, se describirá el diseño experimental y el protocolo usado para adquirir señales ultrasónicas y se explicara como obtener la velocidad de fase y atenuación descritas en el Capítulo 2.

4.1. Elaboración de especímenes de cemento

La norma C 305-99 de la American Society for Testing and Materials (ASTM) [100] establece la metodología a seguir para la elaboración de mezclas de cemento hidráulico y morteros de consistencia plástica, así como los instrumentos usados para este fin.

Los factores principales que determina la resistencia de la pasta de cemento es la relación agua-cemento que se usa durante su fabricación. Las relaciones a/c más comunes están entre 0.4 a 0.6, donde una relación de 0.4 indica que por cada 100 g de cemento se agrega 40 ml de agua.

Establece que para la correcta mezcla de los componentes se debe seguir una metodología especifica y que se deben usar instrumentos específicos.

El mezclador mecánico debe ser accionado eléctricamente, éste debe presentar un movimiento de tipo epicicloidal, es decir, debe de incluir tanto movimiento planetario como movimiento de rotación en la paleta. El mezclador debe de tener además, un mínimo de dos velocidades, la primera de velocidad lenta, con movimiento en la paleta a una velocidad de 140 \pm 5 rpm, con un movimiento planetario de aproximadamente 62 rpm. Una segunda velocidad debe de mover la paleta a una velocidad de 285 \pm 10 rpm, con un movimiento planetario de aproximadamente 125 rpm. El motor debe de contar con una potencia de al menos 124W (1/6hp) Figura 4.1.



Figura 4.1: Mezcladora usada para la elaboración de pastas de cemento.

La paleta debe ser fácilmente removible y fabricada de acero inoxidable, también debe tener un diseño simple. Las dimensiones de ésta son de tal forma que cuando se ponga en movimiento, perfile la forma del contenedor, con un espaciamiento entre la pala y el contenedor de 0.8 mm a 4 mm. El contenedor debe tener una capacidad aproximada de 4.73 l y fabricada con acero inoxidable. La temperatura de la habitación deberá ser de 20 °C a 27.5 °C y la temperatura máxima del agua utilizada para las mezclas debe ser de 23 ± 1,7 °C.

4.1.1. Procedimiento

El procedimiento para el correcto mezclado se describe a continuación:

- 1. Introducir al contenedor la cantidad completa de agua para la mezcla.
- 2. Agregar el cemento, permitiendo una absorción por 30 segundos
- 3. Mezclar a velocidad baja de 140 \pm 5 rpm por 30 segundos
- 4. Detener el mezclado por 15 segundos y remover con una espátula las paredes del contenedor.
- 5. Mezclar a velocidad media 285 \pm 10 rpm por un minuto.
- 6. Vaciar en el molde con la forma que se requiera Figura 4.2a o b.

Para las mediciones se usaron dos tipos de probetas como se ve en los moldes presentados en la Figura 4.2, esto con el fin de observar si existen cambios en la medición por la geometría de la probeta, en el caso de las probetas cuadradas se uso un molde a) b)

de $10\times10\times5~{\rm cm}$ y para las probetas cilíndricas se uso un molde de 10 cm de largo y 5 cm de radio.

Figura 4.2: a) Molde para probetas cuadradas y b) molde para probetas cilíndricas.

Como se mencionó en el Capítulo 1, es importante no dejar burbujas de aire atrapadas en las probetas, por lo que los moldes deben ser colocados en una mesa vibratoria, el siguiente paso es colocar los especímenes en un tambor giratorio por 24 horas con el fin de evitar la precipitaron del cemento y así asegurar que no exista estratificación en las probetas.

Después de este tiempo se continúa el fraguado de las muestras en una habitación con temperatura y humedad controlada por espacio de una semana, al término se desmoldan y continúa el proceso de secado por 30 días más, bajo las mismas condiciones de temperatura y humedad controladas.

Las probetas ya completamente endurecidas son rectificadas con el fin de asegurar que las caras sean paralelas y que todas tengan las mismas dimensiones.

Siguiendo esta norma se realizaron 12 probetas con relación agua cemento de 0.5, como las mostradas en la Figura 4.3, dos de control y diez con una fractura simulada de 200, 300, 400, 500 y 600 μm (2 de cada una), para fabricar estas fracturas se utilizaron calibradores de bujías que fueron removidos 24 horas después de realizada la mezcla.



Figura 4.3: Probetas con calibradores de bujías de distintos grosores.

Por otro lado se realizaron 24 probetas para estudiar la carbonatación, estas se hicieron con tres relaciones agua-cemento distintas $(0.4, 0.5 \ge 0.6)$ 2 de cada relación servirán como referencia y las restantes serán carbonatadas.

4.2. Carbonatación de bloques de pasta de cemento

Las probetas son puestas en una cámara con temperatura y humedad controladas, la cámara es mantenida a una concentración de dióxido de carbono (CO_2) a 4%, con el fin de que el gas vaya permeando a los especímenes (Figura 4.4).



Figura 4.4: Probetas en cámara con temperatura y humedad controlada.

Las probetas se mantuvieron durante 120 días en la cámara, durante este tiempo se midió la carbonatación los días 1, 7, 14, 28, 56, 120 mediante difracción de rayos X y espectroscopía infrarroja (FTIR), paralelamente se registraron mediciones por ultrasonido, para realizar estas mediciones se extrajeron las probetas de la cámara el menor tiempo posible, las probetas fueron cubiertas con papel encerado como se ve en la Figura 4.5 con el fin de no alterar la pasta de cemento con el gel acoplante, ya que el dióxido entra por contacto directo con la superficie de la pasta.



Figura 4.5: Papel encerado en las probetas de cemento.

4.3. Caracterización de transductores

Caracterizar la respuesta de los transductores ultrasónicos de transmisión y recepción contribuye al correcto estudio de las propiedades elásticas del medio. Esto necesariamente implica que se debe conocer a fondo la respuesta en tiempo y frecuencia de ellos.

La norma E1065-08 de la ASTM [101] establece algunos criterios que deben cumplirse para una correcta caracterización:

- 1. La duración y forma del pulso de excitación así como la potencia de salida del generador influye en el espectro real entregado por el transductor, se debe tener cuidado de asegurar que el espectro de energía aplicado permita describir con precisión la respuesta en frecuencia de éste. Los parámetros de funcionamiento del generador de señales se establecen según criterios marcados por la norma para no dañarlo.
- 2. El generador utilizado debe excitar con una señal de muy corta duración con el fin de excitar al transductor en todo su ancho de banda, de lo contrario se pueden presentar distorsiones en el tiempo y pueden dar lugar a resultados erróneos.
- 3. Para la correcta medición de la respuesta en frecuencia del transductor se debe asegurar que el osciloscopio proporcione un mínimo de diez muestras por ciclo considerando la frecuencia propia del transductor (frecuencia dada por el fabricante).

Por otro lado la norma da la definición de ancho de banda y tiempo de respuesta que se usan para caracterizar a las señales.

4.3.1. Ancho de banda

Para obtener el ancho de banda del transductor primero se definen los valores de frecuencia inferior (f_l) y superior (f_u) como los valores en que la amplitud de la respuesta en frecuencia de la señal recibida ha disminuido 6 dB por debajo del máximo de la curva de respuesta en frecuencia, es decir de la frecuencia pico (f_p) (Figura 4.6a y b).



Figura 4.6: Ancho de banda de un transductor, a)ancho de banda estrecho y b)grande [101].

El valor f_p debe ser elegido como la referencia a pesar de que éste por lo general no coincida con el de la frecuencia central (f_c) calculada con la ecuación 4.1 (Figura 4.6b), ya que es el valor real de la máxima respuesta del transductor. El ancho de banda fraccional AB se determina mediante la ecuación 4.1.

$$fc = \frac{f_l + f_u}{2} \qquad AB = \frac{f_u - f_l}{f_c} 100$$
 (4.1)

La norma establece que un sistema tiene un ancho de banda grande si el valor AB es mayor que 20.

4.3.2. Tiempo de respuesta

Los términos y parámetros seleccionados en la descripción cuantitativa de la forma de onda deben ser definidos de acuerdo a la norma. El tiempo de respuesta se puede medir mediante un nivel, ya sea de -20 dB (Figura 4.7a) o de -40 dB (Figura 4.7b) por debajo del máximo de la señal, para este trabajo seleccionamos -20 dB, ya que las señales presentan ruido por la misma micro-estructura que esta por encima de -40 dB, así que partes de la onda quedan ocultas.



Figura 4.7: Tiempo de respuesta de un transductor.

Para determinar el ancho de banda dos transductores Olympus V101-RB en inmersión se colocan frente a frente, uno conectado a un generador de señales y otro a un osciloscopio, mediante el generador se aplicó una señal chirp que va desde $\frac{f_c}{4}$ hasta $2f_c$ como se observa en la Figura 4.8.



Figura 4.8: Señal chirp de excitación para cálculo de ancho de banda de un transductor de 1 MHz, esta va de 0.25 a 2 Mhz.

En la Figura 4.9a se muestra la respuesta del transductor conectado al osciloscopio por la señal chirp mostrada en la Figura 4.8, se puede notar que para frecuencias muy altas y muy bajas la amplitud cae debido a que estas frecuencias están por fuera del ancho de banda del transductor, se observa en la Figura 4.9b que la frecuencia pico f_p del transductor de 1 MHz esta en realidad en 0.96 MHz, además que el espectro es simétrico con respecto a f_p , se muestra que el ancho de banda calculado para el transductor a -6 dB se encuentra entre 660 KHz y 1.23 MHz, por lo tanto AB = 57 y se puede decir que el transductor es de banda ancha.



 ${\bf Figura~4.9:}$ a) Respuesta en tiempo de un transductor a una señal chirp.
b) Respuesta en

frecuencia.

Manteniendo la misma configuración se excitó ahora al transductor con una señal cuadrada negativa como lo indica el fabricante, sin embargo se aplicaron distintas frecuencias para ver su comportamiento, en la Figura 4.10, se muestra la gráfica de frecuencias de excitación vs amplitudes, podemos corroborar que para obtener una señal con amplitud máxima la señal de excitación debe estar dentro del ancho de banda del transductor.



Figura 4.10: Amplitudes de respuestas para distintas frecuencias de excitación (250, 400,

700, 850, 1100, 1200, 1400 y 1500 kHz).

Como se observó, al cambiar la frecuencia de los pulsos de excitación cambia la amplitud de la señal emitida por el transductor y por tanto la recibida, para analizar más en detalle este cambio, calculamos el tiempo de respuesta y el contenido frecuencial de cada señal recibida al aplicar distintos pulsos, siendo en última instancia criterio del usuario el pulso que se vaya a utilizar.

4.3.3. Pulso de excitación cuadrado negativo

Manteniendo aún la misma configuración y usando los mismos transductores de 1 MHz no enfocados con distancia de separación de 20 cm se aplicó un pulso cuadrado negativo mediante un osciloscopio programable HANDYSCOPE HS3 descrito en detalle más adelante, el pulso tiene amplitud de -12 V y esta la frecuencia del transductor (f_p) . Como se muestra en la Figura 4.11, se analizó la respuesta del transductor en agua y en una probeta de pasta de cemento para comparar las diferencias; se observa en la Figura 4.11a la respuesta del transductor inmerso en agua característica de estos transductores, en ésta se aprecia amplitud de 4.2 V, esto se debe a que la onda viaja en un medio sin dispersión y/o atenuación, por lo que no hay pérdidas de energía, el voltaje es menor al voltaje de excitación por las pérdidas de energía en la transducción, la señal presenta un tiempo de respuesta corto $\simeq 3.70 \ \mu s$; en la Figura 4.11c se muestra la señal que pasa por un bloque de pasta de cemento, en esta imagen se observa la atenuación de la señal por la micro-estructura de la pasta ya que la amplitud de la señal disminuye un $75\,\%$ de su valor en agua, por otro lado, se observan sus respectivos espectros de frecuencia en la Figura 4.11b y la Figura 4.11d, el ancho de banda es grande para este pulso de excitación, se ve que la pasta provoca un corrimiento hacia las bajas frecuencias de \simeq 300 KHz.


Figura 4.11: a) Respuesta del transductor en agua, b) contenido frecuencial de la señal en agua, c) respuesta del transductor en un bloque de cemento, d) contenido frecuencial de la señal en cemento.

4.3.4. Pulso de excitación cuadrado positivo

Al aplicar ahora un pulso cuadrado positivo con amplitud de 12 V y duración de 1 μ s se observa en la Figura 4.12 las señales recibidas; igual que en la Figura 4.11 en la Figura 4.12 a se muestra cuando el medio es agua y en la Figura 4.12c se observa la señal al pasar por un bloque de pasta de cemento, se tiene un comportamiento muy similar al que se presenta al excitar con un pulso cuadrado negativo (Figura 4.11a y 4.11b), los tiempos de respuesta son similares, $\simeq 3.70 \ \mu s$ en ambos casos presentando la misma pérdida de energía al pasar la señal por el bloque de cemento $\simeq 75 \%$, sin embargo se observa mayor amplitud en el pulso recibido al excitar con el pulso negativo $\simeq 2 \%$, por otro lado, en la Figura 4.12b y en la Figura 4.12d se muestran sus correspondientes espectros de frecuencias, nuevamente se observa un comportamiento análogo al mostrado por el pulso cuadrado negativo, existe un corrimiento a bajas frecuencias y alta atenuación de la señal al pasar por el bloque de cemento.



Figura 4.12: a) Respuesta al pulso cuadrado positivo en agua, b) contenido frecuencial del pulso en agua, c) pulso en pasta de cemento, d) respuesta en frecuencia del pulso en pasta de cemento.

4.3.5. Pulso de excitación señal sinc

Cuando se excita con una señal sinc, se puede notar que el pulso recibido tiene un tiempo de respuesta mayor a 5.06 μs (Figura 4.13a), este tiempo es mayor al que presenta el pulso producido por la señal cuadrada positiva y negativa $\simeq 3.70 \ \mu s$ (Figura 4.11a y Figura 4.12a), sin embargo, el pulso tiene una respuesta en tiempo de mayor amplitud que la mostrada con los pulsos cuadrados cuando esta sumergido en agua, la atenuación de la señal al pasar por el bloque de cemento es más significativa ya que disminuye en casi un 90% con respecto a la señal en agua (Figura 4.13c), en la respuesta en frecuencia se observa que hay menos dispersión utilizando este tipo de pulso (Figura 4.13b y d) ya que el ancho de banda del espectro es menor, se tiene también un corrimiento a bajas frecuencias de casi 300 KHz.



Figura 4.13: Respuesta del transductor a una señal sinc en agua, b) contenido frecuencial de la señal en agua, c) señal al pasar por un bloque de cemento, c) contenido frecuencial de la señal procedente de un bloque de cemento.

4.3.6. Otras señales de excitación

Ahora, usando una señal sinusoidal y cambiando el número de oscilaciones de la señal de excitación obtenemos las gráficas mostradas en la Figura 4.14, se muestran las respuestas a un seno con amplitud de 12 V, frecuencia de 1 MHz y 1, 2, 4 y 8 oscilaciones, las señales fueron obtenidas utilizando la misma configuración de transductores en agua; se presenta en la primer columna las señales de excitación aplicadas al transductor de emisión (Figura 4.14a, d, g, j), en la columna de en medio se tienen las respuestas de los transductores (Figura 4.14b, e, h, k), se observa que al aumentar el número de oscilaciones, por lo que el tiempo de respuesta aumenta y la resolución espacial baja, en la última columna se presentan las respuestas en frecuencia de las señales recibidas (Figura 4.14c, f, i, l), se observa que la energía se centra en la frecuencia de excitación y que la amplitud es proporcional al número de oscilaciones.



Figura 4.14: a) señal de excitacion de un ciclo,b) respuesta a la seañl de excitacion, c) contenido frecuencial, d)señal de dos ciclos, e) respuesta, f)respuesta en frecuencia, g)señal de cuatro ciclos, h) respuesta, i) respuesta en frecuencia, j)señal de ocho ciclos, k) respuesta a la señal y l) respuesta en frecuencia.

Por otro lado, si aplicamos una señal sinusoidal de un 1, 5 y 10 ciclos pero con frecuencias diferentes a la del transductor, en este caso $f_p = 0.96$ Mhz obtenemos las gráficas de la Figura 4.15, se presenta en 4.15a, 4.15d y 4.15g las señales de excitación con frecuencias de 1, 5 y 10 MHz, todas con amplitud de 12V; en la columna de en medio (Figura 4.15b, 4.15e y 4.15h) se presentan las señales recibidas por los transductores; las amplitudes disminuyen ya que la frecuencia del pulso de excitación es mucho mayor que la frecuencia f_p , por lo que está fuera de su ancho de banda, en la última columna (Figura 4.15c, 4.15f y 4.15i) se presenta la respuesta en frecuencia de cada una de las señales, se observa que para el seno de 1 Mhz se tiene una máximo bien definido en esta frecuencia, para la señal de 5 y 10 MHz el transductor trata de oscilar a la frecuencia de excitación, sin embargo, éste tiende a oscilar en su frecuencia natural, por esto se observan dos máximos, uno a la frecuencia de excitación y otro a la frecuencia del transductor.



Figura 4.15: a) señal de excitación de 1 ciclo de frecuencia de 1 MHz, b) respuesta del transductor a esta señal, c) respuesta en frecuencia, d) señal de excitación de 5 ciclos y frecuencia de 5 MHz, e) respuesta del transductor, f) respuesta en frecuencia a esta señal, g) señal de escitacion de 10 ciclos y 10 MHz, h) respuesta del transductor i) respuesta en frecuencia.

Estas pruebas fueron realizadas para transductores con frecuencia de 0.5, 1 y 2.25 Mhz, aquí solo presentamos las respuestas del transductor de 1 MHz ya que todos

presentaron el mismo comportamiento. Una vez que se tiene caracterizada la respuesta de los transductores, es necesario analizar la configuración experimental más adecuada para obtener correctamente las señales a estudiar, se mantiene la configuración de transductores alineados inmersos en agua variando la separación entre ellos para conocer la influencia del campo cercano (Figura 4.18) en las señales, para esto es necesario ahondar en la descripción del sistema de adquisición.

4.4. Sistema de adquisición para transductores de inmer-

sión

El sistema para la inspección por transmisión en inmersión se muestra en la Figura 4.16. Se utilizaron un par de transductores de banda ancha de Olympus de distintas frecuencias, uno como emisor y otro como receptor, un osciloscopio digital HANDYSCOPE Modelo HS3 de Tie-Pie (marcado como 5 en la Figura 4.16) alimentado y conectado a una computadora (1) por USB, con 12 bits de digitalización y frecuencia de muestreo máxima de 50 MHz, posee dos canales de entrada más otro canal que actúa como generador de funciones de 8 bits.



Figura 4.16: Sistema de adquisición para transductores de inmersión.

El equipo HS3 se emplea tanto para la generación de la señales de excitación como para adquisición de señales. Además, se utiliza un pre-amplificador (Panametrics Inc, mod 5662 con ganancia seleccionable de 34/54dB) (4), una base para alinear los transductores (3) y un tanque de inmersión (2).

El modo de operación del sistema es el siguiente:

1. Generación de señal: Se genera una señal de excitación desde el entorno de programación de Matlab, se efectúa la conversión digital-analógica por medio del generador de funciones integrado en el osciloscopio digital Tie-Pie. Este generador de funciones está conectado al transductor emisor que efectúa la conversión de energía eléctrica a mecánica. Se sincronizan las adquisiciones con la señal de excitación haciendo uso de uno de los canales del osciloscopio como se muestra en



Figura 4.17: Sincronización de los canales, en azul pulso de excitación y en rojo respuesta

del transductor receptor.

la Figura 4.17, se presenta en azul la señal de excitación que indica al osciloscopio cuando comenzar a capturar la información recibida por el transductor receptor mostrada en naranja en la Figura 4.17.

- 2. Recepción y pre-amplificación de las señales: Una vez que la señal ultrasónica viaja a través del material se recibe por el transductor receptor convirtiendo la energía acústica en eléctrica, es necesario pre-amplificar la señal ya que el material es muy atenuante. La señal amplificada se digitaliza mediante el otro canal del osciloscopio.
- 3. Procesado de la señal: La señal digital es procesada dependiendo de la variable a medir: se puede filtrar o extraer el tiempo de vuelo para determinar la velocidad de grupo, también se puede calcular la fase de la señal para determinar la velocidad de fase y para la atenuación de la señal se obtiene la amplitud del pulso de recepción.

Está configuración resulta en un sistema flexible que permite generar cualquier tipo de excitación.

4.4.1. Posición de los transductores

Un objetivo importante en este trabajo es determinar los daños por esfuerzos aplicados a la pasta de cemento, esto nos lleva a buscar la mejor posición de los transductores para detectar las posibles fracturas dentro de esta.

Dado que el ultrasonido se origina a partir de varios puntos a lo largo de la cara del transductor, la intensidad del ultrasonido a lo largo del haz se ve afectada por la interferencia constructiva y destructiva de las ondas. A veces también se denominan efectos de difracción. Esta interferencia de las onda conducen a fluctuaciones extensas en la intensidad del sonido cerca de la fuente que se conoce como campo cercano (Figura 4.18). Debido a las variaciones acústicas dentro del campo cercano, puede ser extremadamente difícil evaluar con precisión defectos en materiales cuando se colocan dentro de esta área.

Las ondas de presión se combinan para formar un frente relativamente uniforme en el extremo del campo cercano. El área más allá del campo cercano, donde el haz ultrasónico es más uniforme, se denomina campo lejano (Figura 4.18). En el campo lejano, el haz se extiende en un patrón que se origina desde el centro del transductor. La transición entre el campo cercano y el campo lejano ocurre a una distancia L mostrada en la Figura 4.18, y se conoce como el "foco natural" de un transductor plano (o no enfocado). La distancia de campo cercano/lejano L, es significativa porque las variaciones de amplitud que caracterizan al campo cercano cambian a una amplitud que disminuye suavemente en este punto, esta distancia puede ser determinada mediante la siguiente ecuación:

$$L = \frac{D^2 f}{4V} \tag{4.2}$$

donde D es el diámetro del transductor, f la frecuencia de emisión y V la velocidad del medio.



Figura 4.18: Campo lejano de un transductor de ultrasonido [102]

Para analizar el cambio de esta distancia cuando se tiene un material dispersivo se fabricaron dos probetas de pasta de cemento de acuerdo a la norma, se utilizó un calibrador de 600 μm para simular una fractura en dos posiciones distintas, una en el centro y otra cercana a una de las caras laterales como se ve en la Figura 4.19, se obtuvieron señales para tres diferentes configuraciones de fractura y para 6 distancias diferentes utilizando la misma configuración de transductores.



Figura 4.19: Probetas con fracturas

La Figura 4.20 muestra las señales obtenidas mediante un transductor de 1 MHz para el bloque de la izquierda mostrado en la Figura 4.19, las señales son para 6 distintas distancias de separación de los transductores a la fractura manteniendolas simétricas. Se observa claramente en las señales donde la separación es mayor (Figura 4.20b, 4.20c, 4.20d, 4.20e y 4.20f) los ecos procedentes de la cara anterior y posterior de la probeta, esto indica que a partir de 4 cm de separación podemos realizar medidas confiables dado que estos ecos no enmascaran la señal procedente de la fractura.



Figura 4.20: Señales obtenidas para distancias de separación entre transductor y fractura de a)3, b)6, c)4, d)7, e)5 y f)8 cm.

La Figura 4.21 muestra las señales capturadas del bloque de la derecha de la Figura 4.19, se ubicaron los transductores de manera que la fractura quede más cercana al transductor emisor, se observa mayor amplitud en todas las señales comparando con la Figura 4.20, sin embargo, al estar la fractura cerca del emisor ésta produce oscilaciones por lo que el tiempo de respuesta del pulso aumenta y esto puede enmascarar fracturas muy cercanas a la cara de la muestra.



Figura 4.21: Señales obtenidas a distintas distancias de separación de los transductores para fractura cercana al emisor, a)3, b)6, c)4, d)7, e)5 y f)8 cm.

En la Figura 4.22 se muestran las señales capturadas nuevamente del bloque de la derecha de la Figura 4.19 pero ahora se ubicaron los transductores de manera que la fractura quedara más cercana al transductor receptor, al igual que las Figuras anteriores se observa claramente la región entre los ecos cuando la distancia de separación es mayor a 4 cm, a diferencia de las señales de la Figura 4.20 estas señales presentan la mayor amplitud y un tiempo de respuesta corto.



Figura 4.22: Señales de distintas distancias de separación de los transductores para fractura cercana al receptor, , a)3, b)6, c)4, d)7, e)5 y f)8 cm

4.5. Sistema de adquisición para transductores de contac-

to

Otro objetivo importante en nuestro trabajo es poder determinar los cambios en la micro-estructura de la pasta de cemento por efectos de carbonatación, para esto, es necesario tener un sistema que permita capturar señales mediante transductores en contacto de forma correcta ya que las probetas no pueden ser mojadas.

El sistema utilizado para colocar estos transductores en modo de transmisión se muestra en la Figura 4.23. Se utilizaron transductores de banda ancha Olympus V102-RB, uno como emisor y otro como receptor, se emplea un pulser también de Olympus 5800PR para producir las señales de excitación (en la Figura 4.23 se denota con 3) y para capturar las señales recibidas un osciloscopio (2). Adicional a éste se uso otro osciloscopio (1) para medir la presión en los transductores mediante unas galgas extensométricas (4), ya que los transductores de contacto son muy sensibles a la presión ejercida sobre ellos, con esto se aseguró de ejercer siempre la misma presión en las distintas adquisiciones realizadas (Figuras $4.23 ext{ y } 4.24$).



Figura 4.23: Sistema por transmisión en contacto, 1) osciloscopio conectado a las galgas,
2) osciloscopio conectado al transductor receptor, 3) pulser, 4) galgas extensométricas y prensa y 5) probeta.



Figura 4.24: Sistema para medir la presión en los transductores de contacto.

El modo de operación de este sistema es similar al del sistema de inmersión, solo en este caso se agrega las galgas para medir la presión ejercida.

Ya caracterizados los transductores y teniendo la configuración experimental adecuada para cada experimento se puede comenzar con la caracterización de las probetas, dos de las propiedades de la onda medidas son la velocidad de fase y la atenuación.

4.6. Cálculo de velocidad de grupo

La velocidad de grupo de una onda es la velocidad con la que todos los componentes de la onda se propagan –conocida como modulación o envolvente de la onda–. La manera de calcularla es mandando una onda a través de la muestra y midiendo el tiempo tomado para atravesarlo. Velocidades más altas indican buena calidad y continuidad del material, mientras que velocidades más lentas pueden indicar un medio más poroso o con muchas grietas. La velocidad de grupo es medida mediante la ecuación:

$$v_g = \frac{d}{t} \tag{4.3}$$

Donde d es la distancia recorrida por la onda y t es el tiempo que tarda la onda en recorrer esta distancia. El tiempo t puede ser detectado automáticamente por la primera desviación de cero o un valor de umbral. Le [103] propone un nuevo punto de referencia que se basa en la energía máxima de la señal analítica asociada de un impulso. La envolvente representa la amplitud instantánea de la señal analítica.

Este método es más consistente que el método de cruce por cero, y es más tolerante al ruido que la primera técnica, por esta razón este es el método que usamos.

4.7. Cálculo de velocidad de fase

4.7.1. Inmersión

En una inspección por transmisión, utilizando transductores de inmersión, la velocidad de fase puede medirse utilizando un pulso suficientemente corto en duración temporal para que el transductor genere un pulso ultrasónico de 1-2 ciclos, de esta manera se puede conseguir una respuesta frecuencial de banda ancha del transductor. Este pulso ultrasónico concentra su máxima energía en la frecuencia de resonancia, esta y el ancho de banda están condicionados por las características que ha dado el fabricante. El pulso propagado que se recibe proporciona la respuesta al impulso del material en inspección, por lo que es posible obtener la diferencia de fase entre este pulso y uno de referencia que es otro pulso emitido de la misma forma pero propagado en agua. Utilizando esta diferencia se determina la velocidad de fase. La expresión para el cálculo de la velocidad es la siguiente [104]

$$V_L = \frac{d}{\frac{\Delta\varphi}{\omega} + \frac{d}{V_w}} \tag{4.4}$$

 $\operatorname{con} \Delta \varphi(\omega) = \varphi_{\omega}(\omega) - \varphi_s(\omega)$ donde φ_{ω} y φ_s es la información de la fase con respecto a la frecuencia del pulso de referencia y del pulso que se propaga por el material, respectivamente. El valor de $\Delta \varphi(\omega)$ es el valor del desfase entre los dos pulsos. Como se sabe, en ocasiones la variación de la velocidad de fase con respecto a la frecuencia en un material heterogéneo puede llegar a ser del orden del uno por ciento lo que exige un mínimo error en la medición de este parámetro.

4.7.2. Contacto

En estas mediciones no se utiliza agua como acoplante, por lo cual, no se puede usar como referencia, nosotros proponemos utilizar la señal de un bloque sin carbonatar para establecer la referencia para obtener la diferencia de fase, de esta manera sabemos que cambios obtenidos son producidos por los cambios en la micro-estructura por la carbonatación de la pasta, de esta manera es posible usar una adaptación de la ecuación 4.4.

4.8. Cálculo de atenuación por pulso de banda ancha

Es una de las técnicas más utilizadas ya que con un único pulso de banda ancha propagado en la pieza a inspeccionar y uno de referencia se puede determinar la atenuación mediante los respectivos espectros de frecuencia recibidos utilizando la ecuación 4.5. Sin embargo, este pulso ultrasónico concentra su máxima energía en la frecuencia de resonancia para la que fue diseñado el transductor y el ancho de banda está condicionado por las características que ha dado el fabricante determinado por las técnicas descritas anteriormente.

$$\alpha(\omega) = -\frac{8.68}{d} \log\left(\frac{A_s}{A_w}\right) \tag{4.5}$$

donde A_s y A_w son las respuestas en frecuencia medidas del pulso que viaja por la probeta y el de referencia, respectivamente.



Figura 4.25: a) Señal propagada en agua, b) señal propagada en pasta de cemento, c) densidad espectral de a) d) densidad espectral de b).

En la Figura 4.25a y 4.25b observamos un pulso propagado en agua y otro propagado en una probeta de pasta de cemento, en la Figura 4.25c y 4.25d la densidad espectral obtenida para el transductor inmerso en agua y para la señal que se transmite en el bloque (Figura 4.25d).

Capítulo $5\,$

Resultados

Este capítulo presenta la síntesis de los resultados analíticos, numéricos y experimentales obtenidos en la investigación realizada a probetas de pasta de cemento, se presentan los resultados para el estudio de fracturas y el análisis de la velocidad de fase y atenuación para determinar el grado de carbonatación en probetas.

5.1. Señales de control simuladas y experimentales

Para comenzar el estudio, es necesario primero conocer el comportamiento del pulso ultrasónico al propagarse en un medio que no presente daño, por lo tanto, se presentan las señales simuladas y experimentales en este tipo de medios.

5.1.1. Señales obtenidas por EFIT

Para especificar las dimensiones del material en estudio se utilizó una imagen cuadrada en blanco y negro de un cierto número de pixeles por lado, de esta manera podemos asignar a cada color las propiedades de un material en particular.

En la Figura 5.1 se muestra un pulso simulado por EFIT (Ver Capítulo 2) propagándose en agua, es decir, en un medio homogéneo sin dispersores, para esta simulación se usaron los parámetros mostrados en la Tabla 5.1, en donde x_res indica la resolución espacial, t_res la temporal, no el número de transductores y sep la separación entre éstos.

5. RESULTADOS

Parámetros simulación		Parámetros mat	Parámetros transductor		
x_res	$0.05 \mathrm{~mm}$	densidad	1000 kg/m^3	tamaño	12.7 mm
t_res	$0.02 \ \mu s$	velocidad longitudinal	$1480 \mathrm{~m/s}$	$\mathrm{no/sep}$	1/0
tiempo	$100 \ \mu s$	velocidad transversal	$0 \mathrm{m/s}$	frecuencia	1 MHz

Tabla 5.1: Parámetros para EFIT de una onda en agua.



Figura 5.1: Frente de onda propagándose en un medio homogéneo.

Se observa en la Figura 5.1 que se mantiene la forma de la onda durante todo el recorrido, esto se debe a que no presenta dispersión por estar propagándose en un medio homogéneo, de la simulación podemos obtener la señal que sería recibida por un transductor receptor como se muestra en la Figura 5.2, con ésta señal se puede calcular la velocidad de grupo, fase o atenuación según se requiera, se observa que el tiempo de respuesta de la señal recibida es corto, de $\simeq 1.01 \mu s$ y se ve que no existen oscilaciones posteriores al arribo del pulso.



Figura 5.2: Señal de la onda en un medio homogéneo.

Para la simulación de un medio heterogéneo los dispersores fueron colocados de manera aleatoria a distintas concentraciones, esto se logró variando la relación de las áreas de los dispersores y la matriz, en la Figura 5.3 se observan ejemplos de dos materiales simulados (phantoms), la Figura 5.3 a simula un medio con 5 % de dispersores y la Figura 5.3 b uno con 40 %.



Figura 5.3: Phantoms simulados de materiales heterogéneos, a)5 % de dispersores y b) 40 %.

Con el fin de simular el frente de onda que se propaga en un medio con las propiedades de la pasta de cemento mediante la técnica EFIT, se usaron los parámetros mostrados en la Tabla 5.2 ya que se quiere simular cemento con huecos llenos de agua.

En la Figura 5.4 se muestra la propagación de una onda en un medio con 5% de dispersores (Figura 5.3a), observamos como la onda presenta ensanchamiento en el frente en comparación con el pulso de la Figura 5.1, esto se debe a la dispersión

5. RESULTADOS

Parámetros simulación		Parámetros materiales			Parámetros transductor	
x_res	$0.05 \mathrm{~mm}$	densidad	3150 kg/m^3	1000 kg/m^3	tamaño	$19 \mathrm{~mm}$
t_res	$0.02 \ \mu s$	velocidad long.	4000	1480	no/sep	1/0
tiempo	$100 \ \mu s$	velocidad trans.	2000	0	frecuencia	1 MHz

Tabla 5.2: Parámetros de la simulación para pasta de cemento con huecos llenos de agua.

experimentada (Ver Capítulo 2).



Figura 5.4: Onda acústica propagándose en un medio con baja porosidad.

Nuevamente, al obtener la señal correspondiente al pulso de la Figura 5.4, observamos en la Figura 5.5 como aumenta el tiempo de respuesta del pulso por la dispersión del medio, ahora el ancho del pulso es $\simeq 1.41 \mu s$ y se observan oscilaciones posteriores al pulso principal debido a que ondas dispersadas llegan un tiempo después.



Figura 5.5: Señal de la onda en un medio con dispersores.

Cabe resaltar que todos los modelos tienen dimensiones de 50 mm x 50 mm, que el transductor fue excitado con una señal sinc y que el estudio se hace en transmisión, es decir, se supone que la señal inicia en un lado del medio simulado y se capturan las señales en el extremo opuesto a donde se generó el pulso inicial mediante un transductor receptor de 19 mm de diámetro.

Mediante el procedimiento descrito, podemos generar distintos escenarios para simular ondas propagándose en probetas de pasta de cemento, como ejemplo en la Figura 5.6 mostramos la señal obtenida para relaciones agua-cemento 0.4, 0.5 y 0.6^1 , de esta manera podemos observar el comportamiento que tendría una señal que se obtuviera experimentalmente.

¹Para calculo de la porosidad ver [105] ecuación 1.6.5.



Figura 5.6: Señales simuladas para relaciones agua cemento 0.4, 0.5 y 0.6.

Se observa que al aumentar la cantidad de dispersores la velocidad de grupo (descrita en el Capítulo 2) disminuye, esto se debe a que el material de menor velocidad comienza a tener mayor contribución en la propagación, además se observa como aumentan las oscilaciones secundarias por el aumento de la dispersión.

5.1.2. Señales experimentales

Por otro lado, como ya se mencionó en el Capítulo 4, se realizaron varios bloques de pasta de cemento con distintas relaciones agua cemento (0.4, 0.5 y 0.6), estos bloques fueron colocados en los dispositivos mostrados en las Figuras 4.16 y 4.23 para capturar señales ultrasónicas con transductores de inmersión y de contacto respectivamente, las señales obtenidas de las tres relaciones para transductores de inmersión se presentan en la Figura 5.7, se observa el ruido por la micro-estructura y las distintas velocidades de grupo que presentan, mostrando velocidad más alta la probeta con relación agua-cemento 0.4 y menor velocidad la probeta con relación 0.6, esto se debe al aumento de poros en la relación más alta.



Figura 5.7: Señales obtenidas de tres probetas de referencia con relación agua-cemento 0.4, 0.5 y 0.6.

Para complementar el estudio de estas probetas sin daños, se calculó la velocidad de grupo de las señales experimentales y simuladas para determinar si el comportamiento es similar entre ellas, como se dijo en el Capítulo 2 esto se logra midiendo el tiempo requerido para que la onda se desplace por todo el ancho de las muestras, se presenta en la Tabla 5.3 las velocidades para cada una de las relaciones, se observa en las señales simuladas que al aumentar los dispersores disminuye la velocidad, este comportamiento es similar al mostrado en las experimentales ya que al aumentar la relación agua cemento aumenta la porosidad, la desviación estándar de las simulaciones es más baja por tener mayor repetibilidad entre las señales.

w/c	Experimental [m/s]	EFIT $[m/s]$		
0.4	$3680{\pm}193$	3640 ± 73		
0.5	$3250{\pm}174$	$3210{\pm}77$		
0.6	$2850{\pm}143$	2820 ± 75		

 Tabla 5.3: Velocidad de grupo experimental y calculada del modelo EFIT.

5.2. Probetas con fractura

Ahora, ya que se observó el comportamiento de señales experimentales y simuladas en probetas de pasta de cemento hidratadas sin cambios en la micro-estructura, se obtuvieron señales de probetas con daño por fractura, el problema general que presentan estas señales es el ruido por la micro-estructura ya que éste puede enmascarar pequeñas fracturas que comprometan la integridad de la pieza, por tal razón es de suma importancia detectar las fracturas a pesar del ruido de fondo, para lo cual se deben acondicionar las señales y, como se mencionó en el Capítulo 3, existen muchos métodos, en este caso se propone hacer un filtrado mediante componentes principales junto con ondeletas y por la técnica de Hilbert-Huang ya que estas técnicas permiten una descomposición de las señales para separar la información de la fractura del ruido de fondo [106].

Mediante el uso de la técnica de EFIT, se simularon escenarios de un medio poroso de 50 mm de lado con fracturas de 200, 300, 400, 500 y 600 μ m de ancho y 10 mm de longitud en el centro de éste, de esta manera se podrá observar los cambios en las señales al existir una fractura en el medio. Se utilizaron nuevamente los parámetros mostrados en la Tabla 5.2 además de que se consideró 30 % de porosidad y se usó una frecuencia de 1 MHz. En la Figura 5.8 se muestran todos los escenarios con fracturas simuladas.



Figura 5.8: a) Medio sin fractura, b) fractura de 200 μ m, c) fractura de 300 μ m, d) fractura de 400 μ m, e) fractura de 500 μ m y f) fractura de 600 μ m.

Nuevamente, a partir del pulso propagado obtenemos las señales recibidas por un

5. RESULTADOS

transductor receptor de 19 mm de diámetro. Observamos en la Figura 5.9 señales en donde claramente se aprecia el eco principal y posteriormente oscilaciones procedentes de la micro-estructura y la fractura, en todos los casos no se puede distinguir donde se encuentra la fractura ya que la micro-estructura la enmascara.



Figura 5.9: Señales de fractura en medio poroso obtenidas por EFIT.

Por otro lado, se capturaron señales experimentales para 18 probetas cuadradas de pasta de cemento con relación agua-cemento de 0.5 y de 50 mm de lado preparadas bajo la norma descrita en el Capítulo 4. Tres fueron probetas de control sin fractura, y el resto consistió en cinco juegos de tres muestras, cada juego con fracturas artificiales de anchos 200, 300, 400, 500 y 600 μ m hechas mediante un calibrador de bujías (Figura 4.3). Las señales fueron obtenidas mediante el dispositivo de la Figura 4.16 ya que se requería que las fracturas estuvieran completamente llenas de agua [107], se usaron transductores de inmersión de 1 MHz no enfocados de 19 mm de diámetro, las señales obtenidas se muestran en la Figura 5.10.



Figura 5.10: Señales sin filtrar obtenidas con un transductor de 1 MHz.

Se observa la presencia de un pico presumiblemente procedente de una fractura entre los ecos de las caras de la probeta, sin embargo, al igual que las señales simuladas éste se encuentra inmerso en el ruido generado por la micro-estructura, por tanto, es necesario aplicar algún tipo de filtrado para recuperar la información procedente de la fractura. Al conocer la velocidad de grupo es posible ubicar de donde provienen los ecos observados en las señales, para confirmar la repetibilidad del valor obtenido para la velocidad, se realizaron varias mediciones de transmisión a través de las tres muestras de control. El valor obtenido fue de 2403 \pm 150 m/s para el transductor de 1 MHz. La ubicación de la fractura en cada probeta se determina usando la velocidad obtenida y el tiempo en donde se encuentra el eco proveniente de la fractura.

5.2.1. Filtrado de las señales

Para observar el comportamiento de las técnicas de filtrado propuestas, primero fueron aplicadas a las señales simuladas mostradas en la Figura 5.9. En la Figura 5.11 se muestra el algoritmo utilizado por la técnica de componentes principales y ondeletas explicados en detalle en el Capítulo 3, como se mencionó, el método propuesto consiste en utilizar los componentes principales como un umbral para separar el ruido de la

5. RESULTADOS

micro-estructura ya que mediante ellos podemos seleccionar la información más redundante de todas las señales estudiadas, es decir, la información procedente de la fractura en este caso, para ello, se obtienen los componentes principales de la descomposición wavelet por Daubechies 4 (Ver Capítulo 3), se elimina el primer componente principal de ambas, se sintetiza la señal y para finalizar se vuelven a eliminar el primer componente de las señales sintetizadas, con esto, podemos asegurar que la información de la micro-estructura es completamente eliminada ya que ésta tiene un comportamiento aleatorio con varianza alta, como se observa en la Figura 5.12 es posible detectar el eco procedente de la fractura [108, 107].



Figura 5.11: Algoritmo utilizado para el filtrado compuesto por componentes principales y descomposición wavelet.



Figura 5.12: Señales EFIT simuladas filtradas por componentes principales.

Se puede observar en la Figura 5.12 que la información de la fractura es rescatada y que todo el ruido procedente de la micro-estructura fue eliminado, como se mencionó, se puede obtener la posición de la fractura utilizando la velocidad de grupo como se ve en la Tabla 5.4.

Ahora, aplicando el mismo algoritmo a las señales experimentales obtenemos las señales mostradas en la Figura 5.13, se observa nuevamente que la fractura es fácilmente detectable y que el ruido de la micro-estructura fue completamente eliminado.

5. RESULTADOS



Figura 5.13: Señales experimentales filtradas por componentes principales.

Muestra		EFIT [mm]	Experimental [mm]	
	0.2	$25.6 {\pm} 0.08$	$25.6 {\pm} 0.08$	
	0.3 24.6±0.07		$25.6 {\pm} 0.08$	
	0.4	24.7 ± 0.08	$25.6 {\pm} 0.08$	
	0.5	$24.4 {\pm} 0.09$	$25.6 {\pm} 0.08$	
	0.6	24.5 ± 0.08	$25.6 {\pm} 0.08$	

Tabla 5.4: Posición de las fracturas de las señales simuladas y experimentales.

Por otro lado, como se dijo en el Capítulo 3 la idea principal de la transformada Hilbert-Huang es la descomposición de la señal original en funciones de modo intrínse-

co y de éstas, mediante la transformada de Hilbert, se puede obtener la frecuencia instantánea de cada una, nuevamente, para observar el comportamiento de la transformada primero efectuamos la descomposición en modo empírico de una señal obtenida mediante EFIT, seleccionamos la fractura de 200 μ m por ser en principio la que tendría un eco de menor tamaño y sería más difícil de detectar. En la Figura 5.14 se pueden ver las primeras funciones de modo intrínseco, se observa que en la tercera función (5.14c) se puede distinguir el eco proveniente de la fractura, en las funciones posteriores la información se pierde y presentan oscilaciones más lentas.



Figura 5.14: Funciones de modo intrínseco de la señal artificial de una fractura de $200 \mu m$.

Si ahora obtenemos las frecuencias de cada función, podemos comprobar que el nivel de descomposición que mejor muestra la fractura tiene como frecuencia instantánea la frecuencia del pulso que se propaga en el medio (≈ 1 MHz), la Figura 5.15 muestra las frecuencias para las funciones de la Figura 5.14, aunque en este caso solo se muestra el comportamiento para la fractura de 200 μ s todas las fracturas tuvieron el mismo comportamiento, es decir, la tercera función es la que muestra más claramente el eco de la fractura.



Figura 5.15: Frecuencias instantáneas de las funciones mostradas en Figura 5.14; en a) y
b) se observan componentes de alta frecuencia, en c) el lóbulo máximo en 700 kHz, d) 500
kHz, e)400 kHz y f) 200 kHz.

Al aplicar la técnica a todas las señales de la Figura 5.9 podemos observar en la Figura 5.16 que el pulso proveniente de la fractura simulada es fácilmente distinguible.



Figura 5.16: Fracturas en el medio simulado despues de filtrarla por HHT.

Ahora, para las señales experimentales de la Figura 5.10 se aplica una vez más la técnica, en la Figura 5.17 se muestran, al igual que para la señales simuladas, algunas funciones de modo intrínseco de la señal de la fractura de 200 μ m, se observa nuevamente que en la tercera función se puede distinguir el eco procedente de la fractura (5.17c).

5. RESULTADOS



Figura 5.17: Funciones de modo intrínseco de la fractura de 200 μ m.

Las señales filtradas del conjunto de muestras se representan en la Figura 5.18; éstas señales corresponden a la tercer función de la descomposición. Las señales resultantes conservan un pico aislado en un tiempo t_1 en el rango de 29 a 47 μ s, que corresponde a la posición de fractura. La transformada de Hilbert-Huang se aplicó a todas las señales adquiridas, esto permitió el cálculo de las distancias promedio para cada conjunto de muestras en las mismas condiciones [109]. Los resultados completos se resumen en la Tabla 5.5.

Muestra	Tamaño de fractura [mm]
0.2	$25.6{\pm}0.08$
0.3	$24.6 {\pm} 0.07$
0.4	$24.7{\pm}0.08$
0.5	$24.4{\pm}0.09$
0.6	24.5 ± 0.08

Tabla 5.5: Ubicación y detección de las fracturas en señales experimentales. La velocidad de propagación es $v = 2403 \pm 150$ m/s.



Figura 5.18: Señales filtradas por Hilbert-Huang.

5.3. Velocidad de fase en probetas de control

Como se indicó en un inicio, en este trabajo también se analizará el daño provocado por carbonatación en la micro-estructura de una probeta de cemento, para esto, se analizan los cambios en velocidad de fase y atenuación descritos en el Capítulo 2, en este caso no es viable usar filtrado para el análisis ya que los cambios que nos interesan estudiar son los cambios en la micro-estructura misma.

Una vez más, para entender como se comporta la velocidad de fase en probetas pasta de cemento sin daño, primero se obtuvo para las señales simuladas mediante EFIT mostradas en la Figura 5.19, para la simulación se aplicaran los parámetros mostrados en la Tabla 5.6 variando la porosidad para cada relación agua-cemento y suponiendo que los poros están llenos de aire, para el cálculo se utilizó la ecuación 4.4. Éstas probetas serán de control ya que la micro estructura no ha sido atacada por ningún agente externo y no presentan fracturas.

Parámetros simulación		Parámetros materiales			Parámetros transductor	
x_res	$0.05 \mathrm{~mm}$	densidad	3150 kg/m^3	1.2 kg/m^3	tamaño	$19 \mathrm{~mm}$
t_res	0.02 mus	velocidad long.	4000 m/s	$300 \mathrm{~m/s}$	no/sep	1/0
tiempo	100 mus	velocidad trans.	$2000 \mathrm{~m/s}$	0	frecuencia	$0.5 \mathrm{~MHz}$

Tabla 5.6: Parámetros de la simulación de pasta de cemento.



Figura 5.19: Señales obtenidas mediante EFIT de tres probetas de referencia con relación agua-cemento 0.4, 0.5 y 0.6 para carbonatación.

En la Figura 5.20 observamos las velocidad de fase para señales obtenidas por EFIT de medios con distintas relaciones agua-cemento, se aprecia que el comportamiento es muy similar en todos los casos. En la Figura 5.20a se muestra la señal para un bloque con relación 0.4, se observa que a altas frecuencias la velocidad tiende a 3350 m/s, en la Figura 5.20b se presenta la velocidad para una probeta con relación 0.5, la cual muestra a altas frecuencias una velocidad de 2600 m/s y en la Figura 5.20c se tiene la velocidad para una probeta con relación 0.6 con velocidad a altas frecuencias de 1950 m/s.


Figura 5.20: Velocidad de fase obtenida por EFIT para tres relaciones agua-cemento distintas.

Por otro lado, para comparar con señales experimentales, se prepararon 6 probetas de tres distintas relaciones agua-cemento (0.4, 0.5 y 0.6) también siguiendo la norma descrita en el Capítulo 4, de manera que se tienen 2 probetas de cada relación, esto con el fin de poder eliminar lo más posible el error aleatorio.

En la Figura 5.21 se muestran las señales obtenidas mediante el dispositivo del la Figura 4.23 utilizando transductores de contacto de 500 kHz. Estas señales también serán de referencia para ver los cambios en velocidad de fase cuando las probetas experimentan cambios en la micro-estructura ya que no han sido expuestas a CO_2 , se observa nuevamente que al aumentar la relación agua-cemento la señal se vuelve más lenta y el ruido aumenta por aumentar la porosidad del medio, es decir, la cantidad de dispersores.



Figura 5.21: Señales obtenidas de tres probetas de control con relacion agua-cemento 0.4,0.5 y 0.6.

Al aplicar la ecuación 4.4 a las señales de la Figura 5.21 obtenemos sus respectivas velocidades de fase mostradas en la Figura 5.22, se observa en 5.22a que a bajas frecuencias la velocidad se incrementa rápidamente y tiene un comportamiento casi constante de 3700 m/s a altas frecuencias, en la Figura 5.21b se tiene el mismo comportamiento pero a altas frecuencias llega a 3225 m/s y la Figura 5.21c llega 2840 m/s a altas frecuencias.



Figura 5.22: Velocidad de fase de referencia obtenida para tres relaciones agua-cemento distintas.

De las Figuras 5.20 y 5.22 observamos que las velocidades de fase obtenidas de las señales simuladas no reproducen del todo el comportamiento presentado experimentalmente, esto se debe a las simplificaciones hechas en la implementación del modelo EFIT, si ahora comparamos las velocidades experimentales con los modelos analíticos descritos en el Capítulo 2 obtenemos las curvas mostradas en la Figura 5.23, para los modelos se consideraron los parámetros mostrados en la Tabla 5.7 y se tomó inicialmente como tamaño del dispersor 254 μ m y una concentración de dispersores del 20%.

medio	$v_l \; [{\rm m/s}]$	$v_t \; [\mathrm{m/s}]$	Densidad (ρ) [kg/m ³]
Matriz	4000	2300	2400
dispersor agua	1480	0	1000
dispersor aire	300	0	1

Tabla 5.7: Parámetros de entrada de los modelos analíticos.



Figura 5.23: Velocidad de fase experimental y de los modelos analíticos para probetas de

pasta de cemento de referencia.

Al efectuar la comparación podemos determinar la concentración y el tamaño de los dispersores; para el modelo se consideró una matriz de pasta de cemento la cual tenía como dispersores pequeñas esferas de aire, esto se hizo para simular un bloque de cemento completamente fraguado.

En las Figuras 5.23a, 5.23b y 5.23c se muestra que la velocidad de fase obtenida por el modelo de Waterman-Truell (amarillo) y el modelo de Yang-Mal (rojo) predicen resultados muy cercanos a los experimentales, de los modelos se obtiene que la cantidad de dispersores es baja para una relación agua-cemento baja y va en aumento, se observa

que el modelo de Waterman pierde efectividad al elevar el número de dispersores. La Figura 5.23 a muestra las velocidades de fase obtenidas para las probetas con relación agua-cemento 0.4, se observa que para bajas frecuencias la velocidad crece rápidamente y tiende a la velocidad promedio de 3700 m/s, esta velocidad indica que es un cemento de alta calidad y que tiene una resistencia a la compresión mayor a 250 kg/cm²[66]. La Figura 5.23 b muestra la velocidad de fase de las probetas con relación agua/cemento 0.5, en ésta se ve también que la velocidad crece rápidamente a bajas frecuencias para alcanzar una velocidad promedio de 3225 m/s, lo que indica menor resistencia a la compresión. Finalmente en la Figura 5.23 c observamos la velocidad de fase para las probetas con relación agua-cemento 0.6, en este caso se alcanza una velocidad promedio de 2840 m/s. Los resultados corroboran que al aumentar la relación agua-cemento la velocidad de propagación disminuye. En todos los casos el modelo que más se aproxima a los datos experimentales es el modelo dinámico generalizado propuesto por Yang.

5.4. Atenuación en probetas de control

Ahora, para el estudio de la atenuación, la Figura 5.24 muestra la curva obtenida para las señales generadas mediante EFIT al aplicar la ecuación 4.5 a las señales de la Figura 5.19, se puede apreciar nuevamente que las curvas presentan un comportamiento similar entre ellas, la Figura 5.24a presenta la atenuación para relación agua-cemento 0.4 mostrando un máximo a bajas frecuencias y disminuyendo a altas frecuencias, la Figura 5.24b expone la curva para 0.5 teniendo el mismo comportamiento que la relación de 0.4 y finalmente la Figura 5.24c muestra la curva para 0.6, en todos los casos se observa un máximo a bajas frecuencias y luego un comportamiento decreciente.



Figura 5.24: Atenuación obtenida para las señales de EFIT, a) relación agua-cemento 0.4, b) 0.5 y c) 0.6.

La Figura 5.25 muestra la atenuación obtenida experimentalmente aplicando nuevamente la ecuación 4.5 a las señales de la Figura 5.21, la curva experimental se calculo para las 6 probetas de referencia, se muestra también la atenuación obtenida por los modelos analíticos, en amarillo el modelo de Waterman y en rojo el modelo de Yang, como parámetros se utilizaron nuevamente los valores reportados en la Tabla 5.7.



Figura 5.25: Atenuación en probetas de pasta de cemento.

Se observa en la Figura 5.25a la atenuación obtenida para las probetas con relación agua-cemento 0.4, se puede apreciar que el modelo de Yang reproduce de mejor forma la curva, se ve que a frecuencias bajas la atenuación es alta y disminuye rápidamente hasta alcanzar un mínimo a 250 kHz para luego incrementarse lentamente. En la Figura 5.25b se presenta la atenuación obtenida para la relación 0.5, se muestra nuevamente que el modelo de Yang es el que mejor se ajusta a los datos experimentales, se tiene el mismo comportamiento que para la relación 0.4, sin embargo, en este caso, después de alcanzar el mínimo en 250 kHz se incrementa menos la atenuación. Por último, en la Figura 5.25c observamos la atenuación para la relación 0.6 con el mismo comportamiento de los casos anteriores.

Ahora, ya que observamos el comportamiento de velocidad de fase y atenuación cuando no se tiene cambios en la micro-estructura y además comprobamos que los modelos analíticos reproducen de forma correcta el comportamiento experimental podemos analizar los cambios por carbonatación mediante estas curvas.

5.5. Probetas carbonatadas

Además de las fracturas existen otros cambios en la pasta de cemento que pueden comprometer su integridad, la carbonatación descrita en detalle en el Capítulo 1 produce cambios en la matriz de pasta de cemento que dañan los refuerzos metálicos,

para determinar estos cambios existen muchas técnicas como también se mencionó en el Capítulo 1, sin embargo, en este trabajo proponemos analizar los cambios en la velocidad de fase y atenuación para determinar de manera indirecta la carbonatación del cemento.

Como se señaló en el Capítulo 4, para éste estudio se carbonataron 18 probetas de 3 distintas relaciones agua cemento (6 por cada relación) de las cuales, se midió directamente la carbonatación de 3 especímenes los días 1, 7, 14, 28, 56, 120 mediante difracción de rayos X y espectroscopía infrarroja (FTIR) de lo que se obtuvo el índice de carbonatación mostrado en la Figura 5.26 [110], se muestra en 5.26a el área bajo la curva para v_3 ($C = 3^{-2}$) y en 5.26b el área bajo la curva de $v_2 CO_3^{-2}$, se observa que los dos compuestos aumentan al pasar los días en la cámara, con esto, podemos estar seguros de que la carbonatación ocurrió en todas las probetas y por tanto los cambios observados en la velocidad de fase tendrán que ser a causa de ella.



Figura 5.26: Indice de carbonatación, área bajo la curva de a) v_3 ($C = \frac{-2}{3}$) y b) v_2 CO_3^{-2} .

5.5.1. Velocidad de fase de probetas carbonatadas

Los mismos días que se midieron los índices de carbonatación se capturaron señales mediante transductores ultrasónicos de contacto de 500 kHz utilizando el dispositivo descrito en el Capítulo 4 (Figura 4.23). En la Figura 5.27 se muestran las señales experimentales obtenidas de probetas carbonatadas con relación agua/cemento 0.4, se presentan de abajo hacia arriba las señales de los distintos días de carbonatación, se aprecia como al aumentar la carbonatación la señal sufre mayor cambio, aumentando el tiempo de respuesta, disminuyendo su amplitud y disminuyendo la velocidad de grupo como se ve en la Tabla 5.8.



Figura 5.27: Señal de probetas carbonatadas con relación 0.4, a) día inicial, b) día 28, c)día 56 y d)día 120.

La Figura 5.28 muestra las señales experimentales de probetas con relación aguacemento 0.5, se observa un mayor cambio en la amplitud y tiempo de respuesta de las señales, esto curre debido a que al aumentar la relación agua-cemento se hace más poroso el material, esto hace que sea más fácil el ingreso de dióxido de carbono a la matriz de cemento, por lo que la carbonatación es mayor como se ve en la Figura 5.26. Los cambios en las señales se presentan también en la Tabla 5.8.



Figura 5.28: Señal de probetas carbonatadas con relación 0.5, a) día inicial, b) día 28, c)día 56 y d)día 120.

La Figura 5.29 muestra las señales experimentales de probetas con relación aguacemento 0.6, observamos el mayor cambio en estas señales por ser las probetas más porosas y por tanto las más carbonatadas, de esto podemos concluir que son las que más cambios presentan en la micro-estructura.



Figura 5.29: Señal de probetas carbonatadas con relación 0.6, a) día inicial, b) día 28, c)día 56 y d)día 120.

Para condensar todos los cambios observados en las Figuras 5.27, 5.28 y 5.29 se presenta la Tabla 5.8, aquí podemos observar los tiempos de respuesta de los pulsos, la amplitud y la velocidad de grupo calculada, el cambio en la última fila se calculó mediante la ecuación $100 \times (D_{120} - D_1)/D_1$.

	Tiempo de respuesta $[\mu s]$		Amplitud del pulso [V]			Velocidad de grupo [m/s]			
Días	Relaciones agua-cemento								
	0.4	0.5	0.6	0.4	0.5	0.6	0.4	0.5	0.6
1	$3.66 {\pm} 0.19$	$3.84{\pm}0.19$	$3.96{\pm}0.2$	$1.34{\pm}0.07$	$1.36 {\pm} 0.07$	$1.37 {\pm} 0.07$	$3350{\pm}168$	$2890{\pm}145$	$2750{\pm}165$
28	$5.26 {\pm} 0.24$	7.34±0.38	7.85±0.41	1.25 ± 0.06	$1.32{\pm}0.07$	$1.08 {\pm} 0.06$	3200±167	2870±149	2700±168
56	$5.76 {\pm} 0.31$	$8.01 {\pm} 0.44$	8.84±0.48	$1.12{\pm}0.06$	$1.08 {\pm} 0.06$	$0.77 {\pm} 0.05$	2985 ± 161	2750 ± 149	$2650{\pm}170$
120	$6.34{\pm}0.38$	$10.36 {\pm} 0.6$	10.42 ± 0.6	$0.94{\pm}0.05$	$0.92{\pm}0.05$	$0.69 {\pm} 0.04$	2980±173	$2680{\pm}161$	2460 ± 172
Cambio	73%	169%	164%	30%	32%	50%	11 %	7.2%	10.5%

Tabla 5.8: Parámetros de la onda obtenidos a lo largo del tiempo de carbonatación

Por otro lado, el estudio de la dispersión en las señales producida por los materiales heterogéneos aporta información directa de la micro-estructura y por tanto, mediante su análisis se pueden establecer métodos y técnicas para la caracterización de los parámetros del medio.

El cálculo de la velocidad de fase para las señales presentadas en las Figuras 5.27 a 5.29 permite obtener la dispersión de cada señal, la cual, sabemos que debe ser producida exclusivamente por la carbonatación del medio ya que la diferencia de fase que requiere el cálculo (ecuación 4.4) se determina utilizando la fase de una señal de control.

La Figura 5.30 muestra las velocidades de fase obtenida para la relación 0.4 para el día 1, 14, 28, 56 y 120, se observa que a bajas frecuencias todas las señales presentan un máximo y posteriormente, conforme aumentan los días de carbonatación la velocidad de fase va aumentando.



Figura 5.30: Cambios en la velocidad de fase por la carbonatación para probetas con relación 0.4.

La Figura 5.31 muestra las velocidades de fase para la probetas de 0.5 y en la Figura 5.32 las velocidades para la relación 0.6, observamos que se presenta el mismo comportamiento aumentando la velocidad la velocidad de fase conforme aumenta la carbonatación de las probetas.



Figura 5.31: Cambios en la velocidad de fase por la carbonatación para probetas con relación 0.5.



Figura 5.32: Cambios en la velocidad de fase por la carbonatación para probetas con relación 0.6.

Observamos en las Figuras 5.30, 5.31 y 5.32 que la velocidad de fase aumenta en mayor medida para las probetas con relación agua-cemento mayor, esto lo podemos observar más claramente en la Figura 5.33, en donde se muestra la velocidad calculada para una frecuencia de las curvas de las Figuras anteriores, se presentan también las pendientes para cada relación, la Figura 5.33a tiene pendiente de 0.85 m/s/días, la 5.33b tiene 1.04 m/s/días y la 5.33c 1.7 m/s/días, lo que indica mayor cambio en la velocidad con forme pasan los días [111].



Figura 5.33: Velocidad de fase contra tiempo de carbonatación.

Como ya vimos, el modelo de Yang [63] descrito en el Capítulo 2 predice muy bien el comportamiento de la velocidad de fase aun cuando aumenta el número de dispersores, por lo tanto, aplicando este modelo se obtuvieron las curvas teóricas mostradas en la Figura 5.34, se ve nuevamente que el modelo reproduce adecuadamente el comportamiento de las curvas experimentales que se muestran en las Figura 5.30, 5.31 y 5.32 ya que se aprecia el aumento de la velocidad de fase al aumentar la carbonatación, para el modelo se uso la velocidad de propagación de una onda en cemento para la matriz y para los dispersores se tomó la velocidad de propagación en cristales de calcita de 1660 m/s [112].



 ${\bf Figura \ 5.34:} {\rm Cambios\ en\ la\ velocidad\ de\ fase\ por\ la\ carbonatación\ obtenidas\ por\ el\ modelo}$

de Yang.

Podemos también estudiar la carbonatación obteniendo la velocidad de fase de las señales simuladas por EFIT, aumentando la cantidad de dispersores y utilizando los datos de la Tabla 5.9, al ocurrir la carbonatación los poros que antes estaban llenos de aire ahora son ocupados por los cristales de calcita (Figura 5.35).

Parámet	ros simulación	Parán	Parámetros transductor			
x_res	$0.05 \mathrm{~mm}$	0.05 mm densidad		2700 kg/m^3	tamaño	19 mm
t_res	$0.02~\mu { m s}$	velocidad long.	4000 m/s	$1660 \mathrm{~m/s}$	no/sep	1/0
tiempo	$100 \ \mu s$	velocidad trans.	$2000 \mathrm{~m/s}$	$880 \mathrm{~m/s}$	frecuencia	$0.5 \mathrm{~MHz}$

Tabla 5.9: Parámetros de la simulación de pasta de cemento carbonatada.



Figura 5.35: Onda acústica propagándose en un medio con alta porosidad.

Comparando la Figura 5.4 con la Figura 5.35 es claro que la señal cambia por la presencia de los dispersores, podemos observar que al incrementar el número de estos la onda tiene mayor dispersión por la interacción con ellos, por lo mismo, el pulso es mucho más ancho, esto se puede comprobar en la Figura 5.36 en donde la señal tiene un tiempo de respuesta de $\simeq 14.1~\mu s$



Figura 5.36: Señal simulada por EFIT de una onda en un medio con alta porosidad.

La velocidad de fase obtenida para la señal de la simulación por EFIT de la Figura 5.36 se muestra en la Figura 5.37, observamos que para muchos dispersores la técnica EFIT tiene problemas para simular la velocidad de fase ya que la curva no es tan parecida a las obtenidas mediante el modelo analítico, sin embargo, presenta el mismo comportamiento en cuanto al incremento en la velocidad.





5.5.2. Atenuación de probetas carbonatadas

Podemos calcular de manera experimental la atenuación que se presenta en las probetas carbonatadas y por otro lado mediante el modelo de Yang, se muestra en la Figura 5.38 la atenuación obtenida para las tres relaciones en el día 120, se observa que la curva es creciente en comparación con la curva mostrada en la Figura 5.25, esto indica aumento en la atenuación por el cambio en la micro-estructura, a pesar de que la porosidad disminuye, se tienen pérdidas de energía por la interacción con los cristales de calcita.



Figura 5.38: Cambios en la atenuación por la carbonatación.

Cabe señalar que no fue posible obtener la atenuación para las señales obtenidas por EFIT.

Para complementar el estudio de las probetas carbonatadas, podemos analizar directamente los cambios en las señales mostradas en las Figuras 5.27, 5.28 y 5.29, para esto, se obtuvo el cambio en la correlación entre la señal de control y las señales a distintos tiempos así como el cambio en la velocidad de grupo.

5.5.3. Análisis de la correlación

Para cuantificar el cambio en las señales cuando el grado de carbonatación aumenta se utilizó el coeficiente de correlación de Pearson, este coeficiente es una medida de la correlación lineal entre dos variables X, en este caso el control y Y, en este caso las señales de los especímenes carbonatados, dando un valor entre +1 y -1.

El cambio de la señal por el proceso de carbonatación se puede observar mediante la correlación de la señal de la muestra de control no carbonatada con las de las muestras carbonatadas en diferentes días como se muestra en la Figura 5.39.



Figura 5.39: Correlación de señales durante la carbonatación y ajuste de mínimos cua-

drados, a) relación agua-cemento 0.4, b) 0.5 y c) 0.6.

En la Figura 5.39 se puede observar cómo disminuye la correlación de las señales al aumentar el grado de carbonatación, esto es por el cambio experimentado por la onda al pasar a través de un medio cada vez más dispersivo, es decir, cuando el medio es más poroso.

5.5.4. Análisis de velocidad de grupo

Por otro lado, como se mencionó en el Capítulo 2, la velocidad de grupo se calcula midiendo el tiempo que le lleva a la envolvente propagarse por el material en estudio.

Relación agua-cemento	Pendiente [m/s/día]
0.4	-11
0.5	-26
0.6	-31

Tabla 5.10: Cambio de la velocidad de grupo para las diferentes relaciones agua-cemento.

La Figura 5.40 muestra que para todas las relaciones la velocidad del grupo disminuye con el aumento de la carbonatación. Se observó que cuando se incrementa la relación agua-cemento los cambios en velocidad son mayores (Tabla 5.10), esto indica una mayor penetración del dióxido de carbono y por lo tanto un cambio mayor en la micro-estructura en las muestras más porosas.



Figura 5.40: Cambios en la velocidad del grupo por el proceso de carbonatación en los especímenes, a) relación 0.4, b) 0.5 y c) 0.6.

Otra forma de estudiar la dispersión de la señal provocada por la carbonatación es mediante un análisis tiempo-frecuencia.

5.5.5. Descomposición tiempo-frecuencia

Se realizó un escalograma utilizando distintas ondeletas (Ver Capítulo 3), obteniendo mejores resultados con la ondeleta Mexican Hat. La Figura 5.41 muestra las descomposiciones para las tres relaciones agua-cemento estudiadas cuando no se tiene carbonatación, se observa en los tres casos que la señal presenta poca dispersión y concentra su energía alrededor de la frecuencia propia del transductor.



Figura 5.41: Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas sin carbonatación.

La Figura 5.42 muestra los espectrogramas de la probeta con relación agua-cemento 0.4 para distintos días de carbonatación, se observa como la señal presenta componentes de menor frecuencia aumentando este comportamiento conforme aumenta la carbonatación, el pulso se hace más ancho y, finalmente en el último día, se observan componentes de muy baja frecuencia en tiempos posteriores al pulso principal, esto indica que la dispersión de la señal es mayor por los cambios en la micro-estructura.



Figura 5.42: Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas carbonatadas con relación 0.4.

La Figura 5.43 muestra ahora el escalograma para la probeta con relación 0.5, se observa un mayor corrimiento hacia las bajas frecuencias, esto indica una mayor dispersión que la mostrada por la probeta 0.4, esto se debe como ya se mencionó a que esta relación es más porosa, por lo que permite mayor ingreso de CO_2 a la estructura interna provocando más cambios a la micro-estructura por la presencia de cristales y disminución de la porosidad.



Figura 5.43: Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas carbonatadas con relación 0.5.

Finalmente la Figura 5.44 presenta el escalograma para la relación 0.6, aquí se observa como se esperaba un corrimiento a bajas frecuencias aun más marcado e incremento del ancho del pulso mayor al mostrado en las figuras anteriores, esto ayuda a comprobar el incremento de la dispersión en las probetas de pasta de cemento por el proceso de carbonatación ya que la micro estructura cambia por la creación de cristales de calcita y la pérdida de CH y CSH.



Figura 5.44: Análisis tiempo frecuencia de las señales de las probetas carbonatadas con relación 0.6.

Como una forma de resumir los cambios observados en los escalogramas de las Figuras 5.42, 5.43 y 5.44 se presenta en la Tabla 5.11 el incremento del tiempo de respuesta, se observa en todos los casos que el pulso se hace más ancho con forme aumenta la carbonatación, se presenta también el corrimiento a bajas frecuencias y la dispersión de todas las señales.

Días -	Rango de frecuencias [kHz]			Tiempo de respuesta $[\mu s]$			
	Relación 0.4	Relación 0.5	Relación 0.6	Relación 0.4	Relación 0.5	Relación 0.6	
1	≈480-320	≈480-320	≈480-300	≈ 3.6	≈3.7	≈4	
28	≈480-250	≈480-200	≈480-100	≈5.3	≈7.4	≈7.8	
56	≈470-160	≈470-100	≈470-50	≈5.7	≈7.9	≈8.8	
120	≈460-70	≈460-10	≈460-10	≈6.4	≈10.4	≈10.5	

 Tabla 5.11: Tabla de cambios en la frecuencia y anchos de pulsos.

Capítulo6

Conclusiones

En los últimos años, la caracterización de materiales heterogéneos mediante ultrasonido ha demostrado ser una técnica dentro de los ensayos no destructivos muy prometedora (Capítulo 1). No obstante, debido a la complejidad que muestran dichos materiales, es necesario entender los mecanismos que intervienen en la propagación de las ondas ultrasónicas cuando se transmiten a través de este tipo de materiales (Capítulo 2) así como establecer con gran precisión las técnicas de adquisición de señales (Capítulo 4).

En este trabajo analizamos la propagación de ondas ultrasónicas en materiales heterogéneos de forma experimental y mediante simulaciones. Se observó que para realizar cualquier tipo de prueba experimental es necesario tener absoluto control de las muestras estudiadas, de esta manera, al medir las variables de interés sólo dependan de parámetros controlados. Por esta razón fue necesario investigar y aplicar la norma para la manufactura del objeto a estudiar. La norma ASTM E1065-08 establece la metodología con que se deben realizar las muestras, en este caso, probetas de concreto con distintas relaciones agua-cemento (Figuras 4.3 y 4.5). Adicionalmente se vio que es necesario tener control sobre los instrumentos de medición para entender que es lo que se esta midiendo, saber como realizar las pruebas y para conocer alguna característica específica de una muestra, por esta razón fue necesario caracterizar los transductores que se utilizaron para realizar las mediciones, al igual que en el caso de las muestras también existen normas internacionales, la norma ASTMC305-99 establece como determinar diversas características de los transductores ultrasónicos, tales como tiempo de respuesta (Figura 4.7) y ancho de banda del espectro de frecuencias (Figura 4.6). Se observó que los transductores deben tener una separación mínima con la muestra de aproximadamente 4 cm como se observa en las Figuras 4.20, 4.21 y 4.22, con esto, se asegura tener buena amplitud de la señal sin tener artefactos provocados por los lóbulos laterales del transductor. La selección del tipo de señal con que se excita un transductor depende de la aplicación. Se determinó que los pulsos más adecuados para excitar los transductores para el estudio de bloques de concreto son el pulso cuadrado negativo

(Figura 4.11) y la señal sinc a la frecuencia del transductor (Figura 4.10 y 4.13) debido a que presentan un tiempo de respuesta corto y un ancho de banda pequeño, este tipo de respuesta permitió realizar mediciones más precisas en estos medios, ya que la dispersión en la señal no afecta tanto.

En cuanto a las simulaciones se pudo observar que la técnica EFIT es una herramienta que permite estudiar de muy buena forma la propagación de una onda en distintos tipos de materiales, en la Figura 5.1 se presenta un medio homogéneo y en la Figura 5.4 un medio con poros saturados de agua, la Figura 5.9 muestra que es posible simular fracturas de distintos tamaños mediante esta técnica, el modelo presentó limitaciones por las simplificaciones realizadas, por ejemplo, no fue posible calcular la atenuación de una onda propagada en un medio heterogéneo y la curva de la velocidad de fase calculada para este medio no fue similar a la obtenida experimentalmente, sin embargo en la mayoría de los casos las limitantes no afectaron el estudio.

Por otro lado, cuando se tiene daños por fractura en la pasta de cemento se vio que es más fácil realizar las detecciones cuando se tiene la fractura más cerca del transductor receptor (Figura 4.22), sin embargo, en la mayoría de los casos es necesario realizar un filtrado para recuperar la información (Figuras 5.9 y 5.10), se observó que las técnicas propuestas tienen un buen desempeño en todos los casos, el método de componentes principales y ondeletas recuperó la información y fue posible determinar la ubicación de la fractura, se observa que la amplitud del eco recibido es proporcional al tamaño de la fractura (Figuras 5.12 y 5.13), en el caso de la transformada Hilbert-Huang también se pudo recuperar la información de la ubicación de la fractura, sin embargo la amplitud del eco no presenta un comportamiento constante (Figuras 5.16 y 5.18). Como se ve, las dos técnicas presentan pros y contras ya que la técnica que usa los componentes principales permite inferir el tamaño de la fractura pero es más compleja de implementar, por otro lado, la transformada de Hilbert-Huang es más fácil de implementar pero no permite establecer una relación con el tamaño de la fractura, dado esto, el uso de una u otra técnica dependerá de la aplicación que se tenga.

Se determinó la velocidad de grupo utilizando la envolvente de la señal analítica, este método demostró ser muy preciso teniendo errores de medición del orden del 5% con respecto a los reportados en la literatura como lo muestra Le [103] en su trabajo. Philippidis [51] muestra que las probetas cilíndricas pueden llegar a tener un efecto de guía de onda, sin embargo nosotros no observamos este efecto debido a las dimensiones usadas en la construcción. En el caso de la carbonatación podemos ver en las Figuras 5.27, 5.28 y 5.29 que disminuye la velocidad de grupo, presentando mayor cambio las probetas con relación agua-cemento 0.6 como se ve en la Figura 5.40, esto se debe a los cambios en la micro-estructura por las pérdidas de CH y CSH.

Para el análisis de carbonatación mediante el calculo de velocidad de fase, se observa que el método propuesto de utilizar una probeta sin carbonatar como referencia para la diferencia de fase de la ecuación 4.4 permitió determinar la dispersión de la señal solo por los cambios en la micro-estructura debido a la carbonatación, sin preocuparnos de la dispersión producida por el material en si. Como se ve en las Figuras 5.30 5.31 y 5.32 en todos los casos la velocidad se incrementó al aumentar la carbonatación, esto se debe a que los poros inicialmente vacíos ahora son ocupados por cristales de calcita, con lo cual podemos ver que el estudio de carbonatación por análisis de velocidad de fase es muy prometedor, ya que refleja los cambios en la micro-estructura.

Pos otro lado, gracias a herramientas de cálculo, se pueden desarrollar y utilizar complejos modelos que permiten realizar una descripción muy completa de la interacción entre la onda que se propaga y las heterogeneidades presentes en los materiales. Especialmente, los modelos de dispersión múltiple ofrecen una adecuada descripción del efecto de dispersión que sufre una onda ultrasónica en términos de su longitud de onda y con el tamaño y la concentración en volumen de las heterogeneidades, permitiendo generar perfiles de velocidad y atenuación dependientes de la frecuencia. Uno de los modelos más utilizados dentro de este campo es el modelo de Waterman-Truell, cuyo principal inconveniente es la pérdida de eficacia en sus predicciones a medida que se incrementa la fracción volumétrica de las inclusiones del material compuesto. Un modelo que es capaz de superar esta limitación, es el denominado Modelo Dinámico Autoconsistente (Figura 5.23 y 5.34), modelo que en este trabajo sólo ha sido formulado para el estudio de materiales bifásicos.

Los escalogramas mostrados permiten observar de forma más clara la dispersión de la señal (Figuras 5.42, 5.43 y 5.44), esto permitió comprobar los cambios en la micro-estructura al aumentar la carbonatación, ya que se ve como se incrementa la dispersión con el tiempo.

Además de esto, se realizaron mediciones de la atenuación de la señal ultrasónica al pasar por el bloque de concreto, se observó que los modelos analíticos pudieron obtener curvas muy similares a las experimentales (Figura 5.24 y 5.38), sin embargo las señales obtenidas mediante EFIT no lograron simular la atenuación de la señal.

Para finalizar se pudo ver que el análisis de correlación (Figura 5.39) también pudo cuantificar los cambios en la señal al presentarse la carbonatación.

Trabajo a futuro

Se debe continuar el trabajo para mejorar la medición de la velocidad de fase para materiales muy dispersivos ya que las señales son ruidosas y complican el calculo de la fase, adicionalmente se debe continuar trabajando para obtener mejores mediciones de la atenuación ya que, a pesar de ser un fenómeno poco estudiado su estudio aporta mucha información sobre las pérdidas de energía por los cambios en la micro-estructura del material.

Se estudiarán los cambios en velocidad de fase y atenuación en probetas con aumento en la porosidad.

Correlacionar la información obtenida experimentalmente con la información de los modelos teóricos de manera más óptima para obtener el tamaño promedio de los poros y la concentración.

Se desarrollarán métodos numéricos que simulen de mejor forma la propagación de la onda para poder estudiar la velocidad de fase y atenuación.

Apéndice A

Modelo dinámico generalizado

autoconsistente (DGAC)

De los potenciales definidos en el capítulo 2, los coeficientes de dispersión, están dados por:

$$u_r = \frac{\partial \phi}{\partial r} + \frac{1}{r} (D_\theta \Psi) \tag{A.1}$$

$$u_{\theta} = \frac{1}{r} \left[\frac{\partial \Phi}{\partial \theta} - \frac{\partial}{\partial \theta} \frac{\partial}{\partial r} (r \Psi) \right]$$
(A.2)

$$\sigma_r = \frac{2\mu}{r^2} \left[r D_\theta \frac{\partial \Psi}{\partial r} - \frac{K^2 r^2}{2} \Phi - D_\theta \Phi - 2r \frac{\partial \Phi}{\partial r} - D_\theta \Psi \right]$$
(A.3)

$$\sigma_{r\theta} = \frac{2\mu}{r^2} \frac{\partial}{\partial \theta} \left[r \frac{\partial \Phi}{\partial r} - \Phi + \left(\frac{K^2 r^2}{2} + 1 \right) \Psi + D_{\theta} \Psi + r \frac{\partial \Psi}{\partial r} \right]$$
(A.4)

Ahora, sustituyendo los potenciales 2.24 y 2.25 en las ecuaciones A.1-A.4 obtenemos

$$u_r = \frac{\partial \Phi}{\partial r} + \frac{1}{r} \left(D_{\theta} \Psi \right)$$
$$= \frac{\partial}{\partial r} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) \left\{ \Phi_0 J_n(kr) + A_n H_n(kr) \right\} P_n$$
$$+ \frac{1}{r} D_{\theta} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) B_n H_n(Kr) \quad (A.5)$$

recordemos que $D_{\theta}P_n = -n(n+1)P_n$ por lo que se tiene

$$u_r^m = \frac{1}{r} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) \left\{ \left[\Phi_0(kr) J'_n(kr) + (kr) H'_n(kr) A_n \right] - n(n+1) H_n(Kr) B_n \right\}$$
(A.6)

$$u_{\theta}^{m} = \frac{1}{r} \left[\frac{\partial \Phi}{\partial \theta} - \frac{\partial}{\partial \theta} \frac{\partial}{\partial r} (r\Psi) \right] = \frac{1}{r} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ \Phi_{0} J_{n}(kr) + H_{n}(kr) A_{n} - \left[(Kr) H_{n}'(Kr) + H_{n}(Kr) \right] B_{n} \right\} \frac{\partial P_{n}}{\partial \theta} \quad (A.7)$$

ahora para la tensión

$$\sigma_{r}^{m} = \frac{2\mu}{r^{2}} \left[rD_{\theta} \frac{\partial \Psi}{\partial r} - \frac{K^{2}r^{2}}{2} \Phi - D_{\theta} \Phi - 2r \frac{\partial \Phi}{\partial r} - D_{\theta} \Psi \right]$$

$$= \frac{2\mu}{r^{2}} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ \Phi_{0} \left[\left(n^{2} + n - \frac{K^{2}r^{2}}{2} \right) J_{n}(kr) + 2(kr) J_{n}'(kr) \right] \right\}$$

$$+ \left[\left(n^{2} + n - \frac{K^{2}r^{2}}{2} \right) H_{n}(kr) + 2(kr) H_{n}'(kr) \right] A_{n} + n(n+1) \left[H_{n}(Kr) - (Kr) H_{n}'(Kr) \right] B_{n} \right\} P_{n}$$
(A.8)

у

$$\sigma_{r\theta}^{m} = \frac{2\mu}{r^{2}} \frac{\partial}{\partial \theta} \left[r \frac{\partial \Phi}{\partial r} - \Phi + \left(\frac{K^{2}r^{2}}{2} + 1 \right) \Psi + D_{\theta}\Psi + r \frac{\partial \Psi}{\partial r} \right]$$
$$= \frac{2\mu}{r^{2}} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ \Phi_{0} \left[(kr) J_{n}'(kr) - J_{n}(kr) \right] + \left[(kr) H_{n}'(kr) - H_{n}(kr) \right] A_{n} + \left[(Kr) H_{n}'(Kr) - \left(n^{2} + n - 1 - \frac{K^{2}r^{2}}{2} \right) H_{n}(Kr) \right] B_{n} \right\} \frac{\partial P_{n}}{\partial \theta} \quad (A.9)$$

para los potenciales en la esfera de radio b se tienen las ondas longitudinales y trasversales transmitidas del material y las ondas dispersadas por la esfera de radio a

$$\Phi_{tr}^{b} = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1)C_{n}J_{n}(k_{1}r)P_{n}(\cos\theta)$$
(A.10)

$$\Phi_s^b = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) E_n H_n(k_1 r) P_n(\cos\theta)$$
(A.11)

las correspondientes ondas trasversales

$$\Psi_{tr}^{b} = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) D_{n} H_{n}(K_{1}r) P_{n}(\cos\theta)$$
(A.12)

$$\Psi_{s}^{b} = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) F_{n} H_{n}(K_{1}r) P_{n}(\cos\theta)$$
(A.13)

 C_n, E_n, D_n, F_n los coeficientes de dispersión, de esto se tiene al igual que el caso anterior los campos totales como:

$$\Phi^b_t = \Phi^b_{tr} + \Phi^b_s \quad y \quad \Psi^b_t = \Psi^b_{tr} + \Psi^b_s$$

análogo al procedimiento anterior para el desplazamiento obtenemos ahora para el dispersor de radio \boldsymbol{b}

$$u_{r}^{b} = \frac{1}{r} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ \left[C_{n}(k_{1}r) J_{n}'(k_{1}r) + (k_{1}r) H_{n}'(k_{1}r) E_{n} \right] - n(n+1) H_{n}(K_{1}r) E_{n} \right\}$$
(A.14)

$$u_{\theta}^{b} = \frac{1}{r} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ C_{n} J_{n}(k_{1}r) + H_{n}(k_{1}r) E_{n} - \left[(K_{1}r) H_{n}'(K_{1}r) + H_{n}(K_{1}r) \right] E_{n} \right\} \frac{\partial P_{n}}{\partial \theta}$$
(A.15)

y para la tensión

$$\sigma_r^b = \frac{2\mu_1}{r^2} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) \left\{ C_n \left[\left(n^2 + n - \frac{K_1^2 r^2}{2} \right) J_n(k_1 r) + 2(k_1 r) J'_n(k_1 r) \right] + \left[\left(n^2 + n - \frac{K_1^2 r^2}{2} \right) H_n(k_1 r) + 2(k_1 r) H'_n(k_1 r) \right] E_n + n(n+1) \left[H_n(K_1 r) - (K_1 r) H'_n(K_1 r) \right] D_n \right\}$$
(A.16)

$$\sigma_{r\theta}^{b} = \frac{2\mu_{1}}{r^{2}} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ C_{n} \left[(k_{1}r) J_{n}'(k_{1}r) - J_{n}(k_{1}r) \right] + \left[(k_{1}r) H_{n}'(k_{1}r) - H_{n}(k_{1}r) \right] E_{n} + \left[(K_{1}r) H_{n}'(K_{1}r) - \left(n^{2} + n - 1 - \frac{K_{1}^{2}r^{2}}{2} \right) H_{n}(K_{1}r) \right] D_{n} \right\} \frac{\partial P_{n}}{\partial \theta} \quad (A.17)$$

finalmente, dentro del dispersor de radio asolo se tienen los potenciales trasmitidos de la esfera de radio b,que son

$$\Phi_{tr}^{a} = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) G_{n} H_{n}(k_{1}r) P_{n}(\cos\theta)$$
(A.18)

$$\Psi_{tr}^{a} = e^{-i\omega t} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) I_{n} H_{n}(K_{1}r) P_{n}(\cos\theta)$$
(A.19)

con ${\cal G}_n$ e ${\cal I}_n$ los coeficientes de dispersión. Los desplazamientos y torsiones quedan de la forma

$$u_r^a = \frac{1}{r} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) \left\{ \left[C_n(k_1 r) J'_n(k_1 r) + (k_1 r) H'_n(k_1 r) E_n \right] - n(n+1) H_n(K_1 r) E_n \right\}$$
(A.20)

$$u_{\theta}^{a} = \frac{1}{r} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ C_{n} J_{n}(k_{1}r) + H_{n}(k_{1}r) E_{n} - \left[(K_{1}r) H_{n}'(K_{1}r) + H_{n}(K_{1}r) \right] E_{n} \right\} \frac{\partial P_{n}}{\partial \theta}$$
(A.21)

$$\sigma_r^a = \frac{2\mu_1}{r^2} \sum_{n=0}^{\infty} i^n (2n+1) \left\{ \Phi_0 \left[\left(n^2 + n - \frac{K_1^2 r^2}{2} \right) J_n(k_1 r) + 2(k_1 r) J'_n(k_1 r) \right] + \left[\left(n^2 + n - \frac{K_1^2 r^2}{2} \right) H_n(k_1 r) + 2(k_1 r) H'_n(k_1 r) \right] A_n + n(n+1) \left[H_n(K_1 r) - (K_1 r) H'_n(K_1 r) \right] B_n \right\}$$
(A.22)

$$\sigma_{r\theta}^{a} = \frac{2\mu_{1}}{r^{2}} \sum_{n=0}^{\infty} i^{n} (2n+1) \left\{ \Phi_{0} \left[(k_{1}r) J_{n}'(k_{1}r) - J_{n}(k_{1}r) \right] + \left[(k_{1}r) H_{n}'(k_{1}r) - H_{n}(k_{1}r) \right] A_{n} + \left[(K_{1}r) H_{n}'(K_{1}r) - \left(n^{2} + n - 1 - \frac{K_{1}^{2}r^{2}}{2} \right) H_{n}(K_{1}r) \right] B_{n} \right\} \frac{\partial P_{n}}{\partial \theta} \quad (A.23)$$

ahora conociendo ya los potenciales en los tres materiales que conforman el modelo se aplican condiciones de continuidad para el desplazamiento y la torsión en r=by en r=a

$$u_r^x(r)|_{r=a,b} = u_r^y(r)|_{r=a,b}$$
(A.24)

$$u_{\theta}^{x}(r)|_{r=a,b} = u_{\theta}^{y}(r)|_{r=a,b}$$
(A.25)

$$\sigma_r^x(r)|_{r=a,b} = \sigma_r^y(r)|_{r=a,b}$$
(A.26)

$$\sigma_{r\theta}^{x}(r)|_{r=a,b} = \sigma_{r\theta}^{y}(r)|_{r=a,b}$$
(A.27)

con x=m,byy=b,a respectivamente, con esto obtenemos el sistema de ecuaciones a resolver para calcular los coeficientes de dispersión 1

$$\begin{bmatrix} P_{m} & -P'_{b} & -P_{b} & 0\\ Q_{m} & -Q'_{b} & -Q_{b} & 0\\ 0 & -P'_{a} & -P_{a} & P_{i}\\ 0 & -Q'_{a} & -Q_{a} & P_{i} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_{n}\\ B_{n}\\ C_{n}\\ D_{n}\\ E_{n}\\ F_{n}\\ G_{n}\\ H_{n} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} P'_{m}\\ \alpha Q'_{m}\\ 0\\ 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -1\\ 0 \end{bmatrix}$$
(A.28)

 con

$$P = \begin{bmatrix} P_{11} & P_{12} \\ P_{21} & P_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} n & \frac{J_n}{H_n} & (x) - x & \frac{J_{n+1}}{H_{n+1}} & (x) & -n(n+1) & \frac{J_n}{H_n} & (y) \\ & J_n & (x) & -(n+1) & \frac{J_n}{H_n} & (y) + y & \frac{J_{n+1}}{H_{n+1}} & (y) \end{bmatrix} \\ Q = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} \\ Q_{21} & Q_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} (n^2 - n - \frac{y^2}{2}) & \frac{J_n}{H_n} & (x) + 2x & \frac{J_{n+1}}{H_{n+1}} & (x) & -n(n+1) \begin{bmatrix} (n-1) & \frac{J_n}{H_n} & (y) - Y & \frac{J_{n+1}}{H_{n+1}} & (y) \end{bmatrix} \\ & (n-1) & \frac{J_n}{H_n} & (x) - x & \frac{J_{n+1}}{H_{n+1}} & (x) & -\left(n^2 - 1 - \frac{y^2}{2}\right) & \frac{J_n}{H_n} & (y) - y & \frac{J_{n+1}}{H_{n+1}} & (y) \end{bmatrix} \end{bmatrix}$$
(A.29)

¹para mayor referencia de como se obtiene el sistema de ecuaciones consultar el artículo de Yang [113].
Apéndice B

Artículos publicados

Applied Acoustics 154 (2019) 129-134

Contents lists available at ScienceDirect

Applied Acoustics

journal homepage: www.elsevier.com/locate/apacoust

Ultrasonic phase velocity of carbonated cement paste probes

A. Villarreal ^{a,*}, M. Cosmes-López ^b, F.M. León-Martínez ^b, F. Castellanos ^b, S.E. Solis-Najera ^a, L. Medina ^a

^a Facultad de Ciencias, Ciudad Universitaria, CD.MX. 04510, Mexico ^b Instituto Politécnico Nacional-CIIDIR Unidad Oaxaca, Oaxaca 71230, Mexico

ARTICLE INFO

Article history: Received 21 November 2018 Received in revised form 4 April 2019 Accepted 7 April 2019 Available online 3 May 2019

Keywords: Ultrasonic phase velocity Carbonation in cement paste

ABSTRACT

The carbonation process in concrete is due to the interaction of the cement paste with atmospheric carbon dioxide modifying the cementitious matrix microstructure and its elastic properties, affecting its durability as a result of formed microcracks and chips within the concrete structure. The effects of this chemical reaction can be monitored using ultrasonic non destructive technique based on the scattering of the incident pulse. Acoustic phase velocity analysis was carried out on acquired signals coming from cement paste specimens of different water-cement ratios, during controlled carbonation process. The results show that the acoustic dispersion increases as a function of CO_2 exposition time, where the microstructure of 0.6 water-cement ratio probes react faster to the carbonation. These results are in accordance with the experimental carbonation index, obtained by the well known Fourier Transform Infrared Spectroscopy technique.

© 2019 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Carbonation of Portland cement-based materials is a natural phenomenon that occurs every day in thousands of cement structures around the world [1]. It is a chemical reaction that takes place between the atmospheric CO₂ with the main hydration products such as calcium hydroxide (C - H) and calcium silicate hydrate (C - S - H) of the Portland cement, where calcium carbonate and silica gel are produced as a consequence of CO₂ atack [2], lowering down the pH which causes a decrement in the alkalinity of the mixture, therefore the protection against corrosion of the reinforced steel is diminished which start the corrosion of the steel, eventually this causes cracking and chipping of the concrete structure. From the chemical point of view the carbonation mechanism is quite well understood considering the interaction of CO₂ with the hydroxides (especially in the cement-based materials [3]). Several investigations revealed that throughout the carbonation process calcium carbonate is formed occupying the pores free space reducing the porosity [4–6].

The usual methods for monitoring concrete carbonation are the colorimetric technique based on phenolphthalein spraying, that indicates the depth of the carbonation in freshly fractured surface, the density profiles by quantifying porosity and water content with Gamma-ray attenuation method. Thermogravimetric analysis

* Corresponding author. E-mail address: alejandro.v@ciencias.unam.mx (A. Villarreal).

https://doi.org/10.1016/j.apacoust.2019.04.011 0003-682X/© 2019 Elsevier Ltd. All rights reserved. quantifies the portlandite and calcium carbonate produced during carbonation of hydrated cement pastes and the X-ray diffraction analysis via Fourier transformation of infrared spectroscopy. That technique involves the interaction of infrared radiation with the concrete material, where absorption of the energy can be related to the presence of specific functional groups in the tested sample [6,7].

Nowdays it is well-established the influence of carbonation on several elastic properties of the cement-based materials such as density, strength, elasticity moduli, among others. Nevertheless a little effort has been done using ultrasound to characterize the elastic properties changes due to carbonation process. However this well known non destructive technique had been successfully used for microstructure analysis in cement paste materials [8,9] and with aggregates [10–12], also for crack assessment [13] and aging monitoring process [14].

The main objectives of this work is to experimentally analyze the phase velocities of several carbonated and non carbonated cement-paste specimens at different water-cement ratios, and to correlate the ultrasonic dispersion of the acquired pulses to the carbonation index given by the spectroscopy analysis.

2. Acoustic propagation

Acoustic propagation in heterogenous materials consists of a multiple conversion modes and scattering of the energy, where the effects of the heterogeneity is represented by phase velocity





Crack Assessment in Cement-based Materials using Ultrasound and T₂ NMR Relaxation Time

A. Villarreal, S.E. Solis-Najera, L. Medina

Abstract—The elastic properties and durability of concrete based structures, directlydepend on the microstructure of the hydrated cement paste. The microstructurevaries with time due to several chemical reactions and mechanical loads, leading to micro fractures, among other effects. For this reason, it is necessaryto develop techniques to locate and measure fractures. Ultrasound hasproven to be a reliable diagnostic tool, so the primary objective of this paperis to propose a composite nondestructive methodology based on NMR relaxometryand through-transmission ultrasound for crack assessment in cementpaste specimens. While the Hilbert-Huang transform of ultrasonic signals areable to locate the defects, the T₂ transverse relaxation time gives the watercontent in the crack. The results show, that the Hilbert-Huang transformenhanced the ultrasonic echoes coming from the fracture allowing to detectand locate fractures with an error of 15%, and the crack size is given by the decay parameter of the relaxation time T_2 , based by exponential fitted theFID signal.

Index Terms—Detection of cracks; Ultrasound; Hilbert-Huang; NMRrelaxometry.

I. INTRODUCTION

The effects of mechanical loading and environmental effects on concretestructures often lead to the development of microcracks, reducing the overallstrength and stiffness of the structures while increasing their permeability aggressive agents such as chloride ions and Carbon dioxide (CO_2). Water carrying aggressive agents can then travel through these small paths toreach the reinforcing steel and cause corrosion [1]. The demand for reliablenondestructive testing (NDT) techniques to investigate the quality of concretein new or existing structures has drastically increased in recent decades.

Ultrasound [2]-[4] and Magnetic Resonance Imaging [5]-[6], among others arepromising NDT techniques. Information regarding the presence of cracksin cement paste specimens can be obtained using through-transmission ultrasound, in which the pulse amplitude and ultrasonic time of flight areimportant parameters that are used to detect and locate defects in the internalmicrostructures of the specimens. Additional information regarding the presence of cracks in cement paste specimens can be obtained using protonNMR relaxometry due to its capability of the detection of evaporablewater in cement-based materials and also for the discrimination of water incracks from water hosted in

A. Villarreal, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México, CD.MX., México.

S.E. Solis-Najera, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México, CD.MX., México.

L. Medina, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México, CD.MX., México.

capillary and gel pores based on the relativelylong spin-lattice relaxation (T_1) and spin-spin relaxation (T_2) times of watercracks. The main contribution of this paper is that we present the location cracks based on Hilbert-Huang decomposition of ultrasonic signals and experimental results of measurements of the T_2 relaxation time and its lineardependence on crack size. Both measurements were performed on 18 whitePortland cement paste specimens with a water-to-cement ratio (w/c) of 0.5by weight.

II. METHODSOF ANALYSIS

A. Throughtransmissionultrasound

The through-transmission ultrasound technique is widely used for thecharacterization and long-term monitoring of material properties. Elasticwave propagation in composite materials consists of a complex mixture ofmultiple mode conversion and multiple scattering, which results in diffusiveenergy transport. An incident acoustic pulse propagating within the materialis scattered by the materials microstructure. The effect of these inhomogeneitiesmanifests itself in the slowing of the propagation and dispersion of the source wave; therefore, the group velocity and the attenuation of incidentacoustic waves are material dependent. The ultrasonic signal also containsinformation regarding flaws or discontinuities in the material.

B. Analysis of ultrasonic signal

The innovative part in the context of acoustic signals is the use of theHilbert-Huang transform(HHT) to improve the detection of the signals obtainedfrom the samples, The HHT is based on a decomposition of the analyzed signal into individual mono-component signals, this transformation is well studied and used in different nonlinear applications, however its use forsignals from concrete specimens have not been shown in the literature.

C. Hilbert-HuangTransform

The Hilbert-Huang transform [7], developed for a non-linear and non-stationarydata analysis, is an adaptive composite method of the Hilbert spectralanalysis and empirical mode decomposition (EMD). The algorithm is basedon applying the Hilbert transform to small number of intrinsic mode functions(IMFs) highlighting the local characteristics of the data. The EMD canbe defined as dyadic filter bank [8] where the acquired signals are decomposed into data that corresponds of high frequency oscillations (detail), by analyzingtwo consecutive local extrema and finding the maximum value that existbetween them, and its low frequency counterpart. This is an iterative processuntil the slower oscillation in the data has been extracted. Each



Study of micro-cracks in cement-based materials with NMR relaxometry and ultrasound

S. Hernández¹, A. Villareal², S.E. Solis-Najera², O. Marrufo³, A. O. Rodríguez³, F. Castellanos-León¹, P. F. J. Cano-Barrita¹, L. Medina²

¹Instituto Politecnico Nacional-CIIDIR Unidad Oaxaca, Oaxaca 71230, Mexico. ²Facultad de Ciencias, UNAM, Mexico DF 04510, Mexico, ³Departamento Ingeniería Eléctrica, UAM Iztapalapa, Mexico DF 09340, Mexico.

Abstract.- Reinforced concrete structures require regular assessment of their structural integrity. The effects of mechanical loading and environmental effects on concrete structures produce micro-cracks, reducing the overall strength and stiffness while increasing their permeability to aggressive species. Water carrying aggressive species such as chloride ions can then travel through these small channels, reaching the reinforcing steel and causing corrosion. It can also be a starting point for larger cracks. This is particularly important since it may significantly reduce the service life of the structures. In this paper, two nondestructive testing techniques were used for micro-cracking assessment: i) NMR relaxometry and **Through-transmission** ii) ultrasound waves.

I. INTRODUCTION

Modern hydraulic concrete is a mixture of Portland cement, water, aggregates, chemical and mineral admixtures. The strength and permeability of concrete result from the hydration reaction between the cement and water, which mainly produces calcium silicate hydrates and calcium hydroxide [1]. During the service life of reinforced concrete structures, mechanical loading and environmental conditions produce microcracks that may lead to steel reinforcement corrosion or other forms of concrete deterioration.

Nondestructive techniques such as nuclear magnetic resonance (NMR) and ultrasound have been widely used to characterize porous materials and biological tissues.

In this paper, two nondestructive testing techniques were used for micro-cracking assessment: i) NMR relaxometry and ii) Throughtransmission ultrasound. The main goal of this study is to correlate experimental data acquired from Portland cement paste specimens saturated with distilled water to detect micro fractures.

II. Magnetic resonance experiments

Magnetic resonance is a nondestructive technique to measure the signal from hydrogen nuclei in a sample. When the hydrogen nuclei are placed in a static magnetic field B_{0} , they align to the field direction producing their own net longitudinal magnetization.

The NMR method for quantification of water content in a porous media involves the application of radio frequency (RF) pulses to the sample. The RF pulses are emitted the precessing nuclei absorb that energy and subsequently release the absorbed energy when nuclei relax back to their original alignment. This process takes place at a rate determined by the T_1 and T_2 relaxation times, which depend on the chemical characteristics of a sample and on the size of its pores [2]. The amount of water is measured by the area of the maximum peak in the MR signal of the material after it is Fourier-transformed [3].

III. TRANSMISSION ULTRASOUND MESASUREMENTS

The elastic wave propagation in composite materials consists of a complex mixture of multiple mode conversion and multiple scattering which results in a "diffusive" energy transport. The effect of inhomogeneity manifests itself in slowing down the propagation and dispersion of a source wave, and it is represented as change in the phase velocity and attenuation of the incident acoustic waves.

The through-transmission ultrasound technique is widely used to perform characterization and long term monitoring of material properties. The waveform of the signal transmitted through the tested object usually is distorted due to the material characteristics, such as inhomogeneities,

Bibliografía

- [1] Harry FW Taylor. Cement chemistry. Thomas Telford, 1997. 1
- [2] La relación agua-cemento: un frágil equilibrio. http://www.http:// bestsupportunderground.com/relacion-agua-cemento/. Accessed: 2019-06-22. XV, 2
- [3] Jeffrey J Chen, Jeffrey J Thomas, Hal FW Taylor, and Hamlin M Jennings. Solubility and structure of calcium silicate hydrate. *Cement and concrete research*, 34(9):1499–1519, 2004. 2
- [4] Hamlin M Jennings. A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste. *Cement and concrete research*, 30(1):101–116, 2000. 2
- [5] EE Lachowski and Sidney Diamond. Investigation of the composition and morphology of individual particles of portland cement paste: 1. c-s-h gel and calcium hydroxide particles. *Cement and Concrete Research*, 13(2):177–185, 1983. 2
- [6] Andrew J Allen, Jeffrey J Thomas, and Hamlin M Jennings. Composition and density of nanoscale calcium-silicate-hydrate in cement. *Nature materials*, 6(4):311, 2007. 2
- [7] Paul D Tennis and Hamlin M Jennings. A model for two types of calcium silicate hydrate in the microstructure of portland cement pastes. *Cement and concrete* research, 30(6):855–863, 2000. 2
- [8] Olivier Bernard, Franz-Josef Ulm, and Eric Lemarchand. A multiscale micromechanics-hydration model for the early-age elastic properties of cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 33(9):1293–1309, 2003. 2
- [9] P Kumar Mehta and Paulo JM Monteiro. Concrete microstructure, properties and materials, 2017. 2
- [10] Lianxiang Du and Kevin J Folliard. Mechanisms of air entrainment in concrete. Cement and concrete research, 35(8):1463–1471, 2005. 3

- [11] Norbert Delatte. Concrete pavement design, construction, and performance. Crc Press, 2006. 3
- [12] Carlo Pellegrino and Vittorio Gaddo. Mechanical and durability characteristics of concrete containing eaf slag as aggregate. *Cement and Concrete Composites*, 31(9):663–671, 2009. 3
- [13] Koji Otsuka and Hidehumi Date. Fracture process zone in concrete tension specimen. Engineering Fracture Mechanics, 65(2-3):111-131, 2000. 3
- [14] Usando aditivos para mejorar la resistencia química del concreto. http://www. imcyc.com/revista/1999/junio/quimica1.htm. Accessed: 2019-06-22. 3
- [15] Sang Hyun Lee and Han Seung Lee. A study on the ph value changes of blended cement paste according to the carbonation. In *Key Engineering Materials*, volume 385, pages 625–628. Trans Tech Publ, 2008. 4
- [16] AM Neville. Properties of Concrete, Trans. Atlantic Publications, Inc, 2011. 4
- [17] Luca Bertolini, Bernhard Elsener, Pietro Pedeferri, Elena Redaelli, and Rob Polder. Corrosion of steel in concrete, volume 392. Wiley Online Library, 2013.
 4
- [18] Linhua Jiang, Baoyu Lin, and Yuebo Cai. A model for predicting carbonation of high-volume fly ash concrete. *Cement and Concrete Research*, 30(5):699–702, 2000. 4
- [19] Paulo HR Borges, Juliana O Costa, Neil B Milestone, Cyril J Lynsdale, and Roger E Streatfield. Carbonation of ch and c-s-h in composite cement pastes containing high amounts of bfs. *Cement and Concrete Research*, 40(2):284–292, 2010. 4
- [20] Björn Lagerblad. Carbon dioxide uptake during concrete life cycle-state of the art. Swedish Cement and Concrete Research Institute CBI, Stockholm, 2005. 4
- [21] Peter A Claisse, Hanaa I El-Sayad, and Ibrahim G Shaaban. Permeability and pore volume of carbonated concrete. *Materials Journal*, 96(3):378–381, 1999. 5
- [22] J Hola and Krzysztof Schabowicz. State-of-the-art non-destructive methods for diagnostic testing of building structures-anticipated development trends. Archives of civil and mechanical engineering, 10(3):5–18, 2010. 5
- [23] AA Khan. Guide book for the fabrication of non-destructive testing (ndt) test specimen, 2001. 5
- [24] Eduardo Pereira and Marcelo Henrique Farias de Medeiros. Pull off test to evaluate the compressive strength of concrete: an alternative to brazilian standard techniques. *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, 5(6):757–780, 2012. 5

- [25] Destructive testing of welds. http://www.alcotec.com/us/en/education/ knowledge/weldinginspection/Destructive-Testing-of-Welds.cfm. Accessed: 2019-06-22. 5
- [26] ASM Kamal and M Boulfiza. Durability of gfrp rebars in simulated concrete solutions under accelerated aging conditions. *Journal of Composites for Construction*, 15(4):473–481, 2010. 5
- [27] Bharath Akuthota, D Hughes, R Zoughi, John Myers, and A Nanni. Near-field microwave detection of disbond in carbon fiber reinforced polymer composites used for strengthening cement-based structures and disbond repair verification. *Journal of materials in civil engineering*, 16(6):540–546, 2004. 5
- [28] Wael W El-Dakhakhni, Amr A Nassr, and Marwan T Shedid. Detection of ungrouted cells in concrete masonry constructions using a dielectric variation approach. *Journal of engineering mechanics*, 136(4):438–447, 2009. 6
- [29] Bhaskar Sangoju, Ravindra Gettu, BH Bharatkumar, and M Neelamegam. Chloride-induced corrosion of steel in cracked opc and ppc concretes: Experimental study. *Journal of materials in civil engineering*, 23(7):1057–1066, 2011.
- [30] Hyoung-Seok So and Stephen Geoffrey Millard. Assessment of corrosion rate of reinforcing steel in concrete using galvanostatic pulse transient technique. *International Journal of Concrete Structures and Materials*, 1(1):83–88, 2007. 6
- [31] John H Bungey and Michael G Grantham. Testing of concrete in structures. Crc Press, 2014. 6
- [32] LM Del Rio, A Jimenez, F Lopez, FJ Rosa, MM Rufo, and JM Paniagua. Characterization and hardening of concrete with ultrasonic testing. *Ultrasonics*, 42(1):527–530, 2004. 6
- [33] Sandor Popovics, Joseph L Rose, and John S Popovics. The behaviour of ultrasonic pulses in concrete. Cement and Concrete Research, 20(2):259–270, 1990.
 6
- [34] MG Hernández, JJ Anaya, LG Ullate, M Cegarra, and T Sanchez. Application of a micromechanical model of three phases to estimating the porosity of mortar by ultrasound. *Cement and concrete research*, 36(4):617–624, 2006. 6
- [35] Wonsiri Punurai, Jacek Jarzynski, Jianmin Qu, Jin-Yeon Kim, Laurence J Jacobs, and Kimberly E Kurtis. Characterization of multi-scale porosity in cement paste by advanced ultrasonic techniques. *Cement and Concrete Research*, 37(1):38–46, 2007. 6

- [36] Jean-François Chaix, Vincent Garnier, and Gilles Corneloup. Ultrasonic wave propagation in heterogeneous solid media: Theoretical analysis and experimental validation. *Ultrasonics*, 44(2):200–210, 2006. 6
- [37] Tomoki Shiotani and Dimitrios G Aggelis. Wave propagation in cementitious material containing artificial distributed damage. *Materials and Structures*, 42(3):377–384, 2009. 6
- [38] Matias Krauß and Karim Hariri. Determination of initial degree of hydration for improvement of early-age properties of concrete using ultrasonic wave propagation. Cement and Concrete Composites, 28(4):299–306, 2006. 6
- [39] HK Lee, KM Lee, YH Kim, H Yim, and DB Bae. Ultrasonic in-situ monitoring of setting process of high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, 34(4):631–640, 2004. 6
- [40] Nicolas Robeyst, Elke Gruyaert, Christian U Grosse, and Nele De Belie. Monitoring the setting of concrete containing blast-furnace slag by measuring the ultrasonic p-wave velocity. *Cement and Concrete research*, 38(10):1169–1176, 2008. 6
- [41] Seung-Chang Lee. Prediction of concrete strength using artificial neural networks. *Engineering Structures*, 25(7):849–857, 2003.
- [42] I-C Yeh. Modeling of strength of high-performance concrete using artificial neural networks. Cement and Concrete research, 28(12):1797–1808, 1998. 6
- [43] Manish A Kewalramani and Rajiv Gupta. Concrete compressive strength prediction using ultrasonic pulse velocity through artificial neural networks. Automation in Construction, 15(3):374–379, 2006. 6
- [44] K Tharmaratnam and BS Tan. Attenuation of ultrasonic pulse in cement mortar. Cement and Concrete Research, 20(3):335–345, 1990.
- [45] DG Aggelis and TP Philippidis. Ultrasonic wave dispersion and attenuation in fresh mortar. NDT & International, 37(8):617–631, 2004.
- [46] Wonsiri Punurai, Jacek Jarzynski, Jianmin Qu, Kimberly E Kurtis, and Laurence J Jacobs. Characterization of entrained air voids in cement paste with scattered ultrasound. *NDT & E International*, 39(6):514–524, 2006. 6
- [47] Dimitrios G Aggelis, Tomoki Shiotani, Theodore P Philippidis, and Demosthenes Polyzos. Stress wave scattering: friend or enemy of non destructive testing of concrete? *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 2(4):397–408, 2008. 6
- [48] Jens Becker, Laurence J Jacobs, and Jianmin Qu. Characterization of cementbased materials using diffuse ultrasound. *Journal of engineering mechanics*, 129(12):1478–1484, 2003. 6

- [49] DG Philippidis, TP y Aggelis. An acousto-ultrasonic approach for the determination of water-to-cement ratio in concrete. Cement and Concrete Research, 33(4):525–538, 2003. 7
- [50] Rohn Waterman, Peter Cary y Truell. Multiple scattering of waves. Journal of Mathematical Physics, 2(4):512–537, 1961. xv, 7, 15, 17
- [51] TP Philippidis and DG Aggelis. Experimental study of wave dispersion and attenuation in concrete. *Ultrasonics*, 43(7):584–595, 2005. 7, 110
- [52] PA Gaydecki, FM Burdekin, W Damaj, and DG John. The propagation and attenuation of medium-frequency ultrasonic waves in concrete: a signal analytical approach. *Measurement Science and Technology*, 3(1):126, 1992. 7
- [53] Jan Achenbach. Wave propagation in elastic solids, volume 16. Elsevier, 2012.
 13
- [54] Akira Ishimaru. Wave propagation and scattering in random media, volume 2. Academic press New York, 1978. 13, 15
- [55] Warren P Mason. Physical acoustics and the properties of solids. The Journal of the Acoustical Society of America, 28(6):1197–1206, 1956. 15
- [56] Leslie L Foldy. The multiple scattering of waves. i. general theory of isotropic scattering by randomly distributed scatterers. *Physical Review*, 67(3-4):107, 1945. 15, 16
- [57] AM Dainty and MN Toksoz. Elastic wave propagation in a highly scattering medium-a diffusion approach. *Journal of Geophysics Zeitschrift Geophysik*, 43:375–388, 1977. 15
- [58] Ivan Biot, Maurice Anthony y Tolstoy. Acoustics, elasticity, and thermodynamics of porous media: twenty-one papers. Acoustical Society of America, 1992. 16
- [59] Maurice A Biot. Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. i. low-frequency range. The Journal of the acoustical Society of america, 28(2):168–178, 1956. 16
- [60] Maurice A Biot. Theory of propagation of elastic waves in a fluid-saturated porous solid. ii. higher frequency range. the Journal of the Acoustical Society of America, 28(2):179–191, 1956. 16
- [61] Victor Twersky. On scattering of waves by random distributions. ii. two-space scatterer formalism. *Journal of Mathematical Physics*, 3(4):724–734, 1962. 16
- [62] Melvin Lax. Multiple scattering of waves. Reviews of Modern Physics, 23(4):287, 1951.

- [63] Ruey-Bin Yang and Ajit K Mal. Multiple scattering of elastic waves in a fiber-reinforced composite. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 42(12):1945–1968, 1994. xv, 17, 18, 97
- [64] RM Christensen and KH Lo. Solutions for effective shear properties in three phase sphere and cylinder models. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 27(4):315–330, 1979. 17
- [65] Federico J Sabina and JR Willis. A simple self-consistent analysis of wave propagation in particulate composites. Wave motion, 10(2):127–142, 1988. 19
- [66] Miguel Angel Molero Armenta. Caracterización de materiales cementicios mediante la dispersión ultrasónica. PhD thesis, Telecomunicacion, 2009. 19, 88
- [67] Ursula Van Rienen. Numerical methods in computational electrodynamics: linear systems in practical applications, volume 12. Springer Science & Business Media, 2012. 20
- [68] Thomas Weiland. A discretization model for the solution of maxwell's equations for six-component fields. Archiv Elektronik und Uebertragungstechnik, 31:116–120, 1977. 20
- [69] Thomas Weiland. The discretization of maxwell's equations. APhysikalische Blätter, 42:191–201, 1986. 20
- [70] Michael Bartsch, Micha Dehler, Martin Dohlus, Frank Ebeling, Peter Hahne, Reinhard Klatt, Frank Krawczyk, Michaela Marx, Zhang Min, Thomas Pröpper, et al. Solution of maxwell's equations. *Computer Physics Communications*, 73(1-3):22–39, 1992. 20
- [71] Thomas Weiland. Time domain electromagnetic field computation with finite difference methods. International Journal of Numerical Modelling: Electronic Networks, Devices and Fields, 9(4):295–319, 1996. 20
- [72] Kane Yee. Numerical solution of initial boundary value problems involving maxwell's equations in isotropic media. *IEEE Transactions on antennas and propa*gation, 14(3):302–307, 1966. 20
- [73] Peter Peet Silvester and Giuseppe Pelosi. Finite Elements for Wave Electromagnetics: Methods and Techniques. IEEE, 1994. 20
- [74] Dennis M Sullivan. Electromagnetic simulation using the FDTD method. John Wiley & Sons, 2013. 20, 21
- [75] Jean Virieux. P-sv wave propagation in heterogeneous media: Velocity-stress finite-difference method. *Geophysics*, 51(4):889–901, 1986. 21

- [76] Christoph T Schroder and Waymond R Scott. A finite-difference model to study the elastic-wave interactions with buried land mines. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, 38(4):1505–1512, 2000. 21
- [77] Raul Madariaga. Dynamics of an expanding circular fault. Bulletin of the Seismological Society of America, 66(3):639–666, 1976. 21
- [78] Erik H Saenger, Norbert Gold, and Serge A Shapiro. Modeling the propagation of elastic waves using a modified finite-difference grid. Wave motion, 31(1):77–92, 2000. 21
- [79] F Fellinger and KJ Langenberg. Numerical techniques for elastic wave propagation and scattering. *NDT and E International*, 4(29):253, 1996. 21
- [80] P Fellinger, R Marklein, KJ Langenberg, and S Klaholz. Numerical modeling of elastic wave propagation and scattering with efit—elastodynamic finite integration technique. *Wave motion*, 21(1):47–66, 1995. 21
- [81] KJ Langenberg, R Marklein, and K Mayer. Applications to nondestructive testing with ultrasound. Scattering: Scattering and Inverse Scattering in Pure and Applied Science, 1:594–617, 2002. 21
- [82] F Schubert and B Köhler. Modeling of linear and nonlinear elastic wave propagation using finite integration techniques in cartesian and curvilinear coordinates. In Proceedings of EUROMECH-419 Colloquium Elastic Waves in NDT, 2000. 21
- [83] Frank Schubert and Bernd Köhler. Three-dimensional time domain modeling of ultrasonic wave propagation in concrete in explicit consideration of aggregates and porosity. *Journal of computational acoustics*, 9(04):1543–1560, 2001. xv, 23
- [84] Leon Cohen. Time-frequency distributions-a review. Proceedings of the IEEE, 77(7):941–981, 1989. 25
- [85] Ingrid Daubechies, Alex Grossmann, and Yves Meyer. Painless nonorthogonal expansions. Journal of Mathematical Physics, 27(5):1271–1283, 1986. 26
- [86] Stéphane Mallat. A wavelet tour of signal processing. Elsevier, 1999. 26
- [87] Ingrid Daubechies. Orthonormal bases of compactly supported wavelets. Communications on pure and applied mathematics, 41(7):909–996, 1988. 26
- [88] S Addison Paul. The illustrated wavelet transform handbook: introductory theory and applications in science, engineering, medicine and finance. Institute of Physics Publishing, 2002. 27
- [89] Ingrid Daubechies. Ten lectures on wavelets, volume 61. Siam, 1992. 28
- [90] Lokenath Debnath and Piotr Mikusinski. Introduction to Hilbert spaces with applications. Academic press, 2005. 28

- [91] Clemens Valens. A really friendly guide to wavelets. ed. Clemens Valens, 1999.
 28
- [92] Helong Li, Xiaoyan Deng, and Hongliang Dai. Structural damage detection using the combination method of emd and wavelet analysis. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 21(1):298–306, 2007. 30
- [93] Boualem Boashash. Estimating and interpreting the instantaneous frequency of a signal. i. fundamentals. *Proceedings of the IEEE*, 80(4):520–538, 1992. 30, 31
- [94] Norden E Huang, Zheng Shen, Steven R Long, Manli C Wu, Hsing H Shih, Quanan Zheng, Nai-Chyuan Yen, Chi Chao Tung, and Henry H Liu. The empirical mode decomposition and the hilbert spectrum for nonlinear and non-stationary time series analysis. Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 454(1971):903–995, 1998. 31
- [95] S Olhede and AT Walden. The hilbert spectrum via wavelet projections. Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 460(2044):955–975, 2004. 31
- [96] Kang-Ming Chang. Ensemble empirical mode decomposition for high frequency ecg noise reduction. *Biomedizinische Technik/Biomedical Engineering*, 55(4):193– 201, 2010. 32, 33
- [97] Norden Eh Huang. Hilbert-Huang transform and its applications, volume 16. World Scientific, 2014. XV, XV, XV, 33, 34
- [98] Daniel Peña. Análisis multivariante de datos. Mc Graw Hill, 2002. 35
- [99] Bryan FJ Manly and Jorge A Navarro Alberto. *Multivariate statistical methods: a primer*. Chapman and Hall/CRC, 2016. 36
- [100] ASTM Standard. C305. standard practice for mechanical mixing of hydraulic cement pastes and mortars of plastic consistency, 2012. 39
- [101] ASTM ASTM. E1065-08 standard guide for evaluating characteristics of ultrasonic search units. ASTM International, 2008. xv, 43, 44
- [102] Radiated fields of ultrasonic transducers. https://www.nde-ed.org/ EducationResources/CommunityCollege/Ultrasonics/EquipmentTrans/ radiatedfields.htm. Accessed: 2019-06-22. XVI, 55
- [103] Lawrence H Le. An investigation of pulse-timing techniques for broadband ultrasonic velocity determination in cancellous bone: a simulation study. *Physics in medicine and biology*, 43(8):2295, 1998. 60, 110
- [104] Chan Zhang, Lawrence H Le, Rui Zheng, Dean Ta, and Edmond Lou. Measurements of ultrasonic phase velocities and attenuation of slow waves in cellular

aluminum foams as cancellous bone-mimicking phantoms. The Journal of the Acoustical Society of America, 129(5):3317–3326, 2011. 60

- [105] G Fagerlund. Porosity and specific surface of portland cement paste. Report TVBM Div of Building Materials LTH, Lund University, 2006. 67
- [106] Huan Liu, Haobin Dong, Zheng Liu, and Jian Ge. Application of hilbert-huang decomposition to reduce noise and characterize for nmr fid signal of proton precession magnetometer. *Instruments and Experimental Techniques*, 61(1):55–64, 2018. 70
- [107] S Hernández, A Villareal, SE Solis-Najera, O Marrufo, AO Rodríguez, Francisco Castellanos-Leon, PFJ Cano-Barrita, and L Medina. Study of micro-cracks in cement-based materials with nmr relaxometry and ultrasound. In 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, pages 2702–2705. IEEE, 2012. 72, 74
- [108] Mina Aminghafari, Nathalie Cheze, and Jean-Michel Poggi. Multivariate denoising using wavelets and principal component analysis. *Computational Statistics & Data Analysis*, 50(9):2381–2398, 2006. 74
- [109] A Villarreal, SE Solis-Najera, and L Medina. Crack assessment in cement-based materials using ultrasound and t2 nmr relaxation time. World Journal of Research and Review, 5(5), 2017. 80
- [110] Warda Ashraf. Carbonation of cement-based materials: challenges and opportunities. *Construction and Building Materials*, 120:558–570, 2016. 90
- [111] A Villarreal, M Cosmes-López, FM León-Martínez, F Castellanos, SE Solis-Najera, and L Medina. Ultrasonic phase velocity of carbonated cement paste probes. *Applied Acoustics*, 154:129–134, 2019. 96
- [112] Robert W Morton. Sound velocity in carbonate sediments from the whiting basin, puerto rico. *Marine Geology*, 19(1):1–17, 1975. 97
- [113] R-B Yang. A dynamic generalized self-consistent model for wave propagation in particulate composites. *Journal of applied mechanics*, 70(4):575–582, 2003. 119