

3.- MATERIALES Y MÉTODOS.

3.1.- Materiales.

Se pretende ver en este capítulo las características de todos los materiales que van a ser utilizados para la elaboración de esta Tesis, además de exponer los procedimientos de ensayo y de metodología a seguir, en el comportamiento de los materiales compuestos originados que se proponen.

El desarrollo de estos compuestos viene determinado por la consecución del objetivo de la Tesis, es decir, definir las propiedades mecánicas del mortero aditivado, a base de yeso con vermiculita, estudiar las dosificaciones más adecuadas para optimizar el comportamiento mecánico del compuesto obtenido.

Para conseguir los objetivos propuestos se actuará en los siguientes desarrollos con el fin de obtener el máximo abanico posible de datos para poder contrastarlos:

- Materiales de yeso sin aligerar (Yeso moreno).
- Materiales de yeso aditivados sin aligerar que denominamos INCOFOC.
- Materiales de yeso aligerado
- Materiales de mortero de yeso aligerado y aditivado que denominamos Prosoc.

Dentro de los estudios llevados a cabo, se exponen los propuestos en el fundamento de esta Tesis:

- Estudio del sistema A/Y como referencia.
- Estudio del sistema A/Y aditivado con ácido policarboxílicos que denominados Adifoc.
- Estudio del comportamiento de la vermiculita laminada (VL).
- Estudio del comportamiento de la vermiculita de grano medio (VG).
- Estudio del comportamiento de la vermiculita de grano grueso (VH).
- Estudio del comportamiento de la mezcla de las tres vermiculitas a diferentes proporciones.
- Optimización de la mezcla de vermiculitas para obtener su mejor dosificación de cara a la obtención de un mortero aditivado y adicionado que mejor se comporte ante las

propiedades mecánicas, o al menos, conseguir la estabilidad mecánica suficiente para poder usar como elemento resistente al fuego, como aislante térmico y acústico.

- Estudio de la influencia del agua en el conjunto de la matriz de yeso más vermiculita.

3.1.1.- Fases del sulfato cálcico.

Entre el aljez y la anhidrita natural, que son dos fases estables, y por medio de la calcinación del aljez, se obtienen otros productos con propiedades y estructuras diferentes que se denominan fases del sistema sulfato cálcico.



Fotografía 30: Filón de piedra de yeso.

El sistema $\text{SO}_4\text{Ca} - \text{H}_2\text{O}$, se caracteriza por cinco fases sólidas, cuatro de ellas son resistentes a la temperatura ambiente: sulfato de calcio dihidratado, sulfato de calcio semihidrato (ó hemidrato), anhidrita II y III y anhidrita I.

La quinta fase sólo existe por encima de los 1180°C y no se ha demostrado la posibilidad de producirla de una forma estable a menor temperatura. Sólo las primeras cuatro fases son de interés para la industria de yeso.

El sulfato cálcico dihidrato ($\text{SO}_4\text{Ca} + 2\text{H}_2\text{O}$) es tanto el material inicial antes de la deshidratación, como el producto final después de la rehidratación del producto.

El sulfato cálcico hemidrato ($\text{SO}_4\text{Ca} + \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) aparece en dos formas distintas: alfa y beta, representando dos estados cristalinos. Se diferencian entre ellos, como ya se indicó, por sus características en la aplicación, por sus calores de hidratación y por sus métodos de preparación. El semihidrato α está formado por grandes partículas primarias compactas, bien formadas y transparentes; el semihidrato β se caracteriza por estar formado por partículas secundarias escamosa y rugosas que se agrupan formando cristales muy pequeños.

⁽⁸⁸⁾Lehmann y otros (1973), postularon la existencia de tres estados límites para la anhidrita III (An III), también conocida como anhidrita soluble: An III β , An III' β , y An III α . Los tres estados de la An III, fueron caracterizados por medio de análisis con

rayos X, análisis térmico diferencial, microscopio electrónico de barrido, por escáner, porosimetría mercurica y medidas de la superficie específica. La anhidrita II es la fase que existe en la naturaleza y también la obtenida por la calcinación de un dihidrato y de una anhidrita III a altas temperaturas (⁴Del Río Merino, M. Tesis Doctoral, 1999).

3.1.2. Tipos de yeso utilizados y las relaciones agua/yeso (A/Y).

Se ha utilizado yeso moreno (también denominado yeso negro) para el desarrollo normal de la Tesis. Sus características nominales vienen definidas según el pliego RY-85 con la denominación de YG: Yeso Grueso, siendo las siguientes: Yeso grueso constituido por semihidrato ($\text{SO}_4\text{Ca} - 1/2\text{H}_2\text{O}$), con la posible incorporación de aditivos reguladores del fraguado, con una resistencia mecánica mínima a flexotracción de $1,962 \text{ N/mm}^2$. Se utiliza para pasta de agarre en la ejecución de tabicados, en revestimientos interiores y como conglomerantes auxiliar de obra.

La relación agua/yeso (A/Y) de diseño ha sido de 0,5. Se han utilizado otras relaciones A/Y (hasta un máximo de A/Y 0,9) para observar el comportamiento del material de yeso obtenido.

3.2. Yeso Aligerado.

En este apartado de la Tesis, se estudia, a partir de la teoría de los materiales aligerados, los posibles procesos que se pueden usar para aligerar un yeso, desde el punto de vista teórico, así como los materiales que se utilizaran en el plan de ensayos, para realizar materiales compuestos aligerados.

Se ha optado por el uso de la vermiculita como aligerante por varios motivos:

- Precio.
- Su comportamiento térmico.
- Su comportamiento acústico.
- Su resistencia al fuego.
- Facilidad de adquisición
- Para dar salida al residuo obtenido del proceso de fabricación de la misma.

Habida cuenta de que el producto que se desarrolla pretende aplicarse para la protección de elementos ante los tres efectos mencionados, además de que reutilizamos un residuo industrial sin utilidad (en el caso de la vermiculita laminada).

3.3.- Yeso Moreno.

El aljez y la piedra de anhidrita natural son muy distintos estructuralmente.

Las variedades más importantes de aljez natural son: aljez espatado, también llamado espato de aljez escamoso (selenita), aljez fibroso, alabastro, aljez granular, piedra de aljez (aljez común), aljez compacto, aljez pórfido, aljez de tierras. El aljez puede ser de color blanco puro. Si contiene óxido de hierro, varía de un rojizo a un amarillento. Si la arcilla y/o el betún están presentes, varía del gris al negro. La anhidrita natural muy pura es de un blanco azulado, pero usualmente es gris con un matiz azul.

La anhidrita, siempre cristalina, puede ser espatada (espato de anhidrita) de grano grueso o incluso en forma de barra.

Las vetas blancas que a veces encuentra en la frontera entre el aljez y la anhidrita natural son principalmente glauberita ($\text{SO}_4\text{Ca} + \text{Na}_2\text{SO}_4$) o sal de Glauber ($\text{Na}_2\text{SO}_4 + 10\text{H}_2\text{O}$).

El yeso moreno (yeso negro) se produce en el proceso de fabricación del yeso blanco. Una parte de él se reduce a polvo, mezclándose con las cenizas y subproductos de la combustión, o se trituran juntos, y el producto obtenido tiene color oscuro, por lo que recibe el mismo nombre.

El yeso negro, o también denominado basto o moreno, de molienda grosera se emplea en las obras que hayan de quedar enlucidas y guarnecidos y para abono de las tierras pobres en cal.



Fotografía 31: Yeso blanco y fotografía 32: Yeso moreno listo para su uso en laboratorio. (Fuente: Elaboración propia).

3.4.- Aditivo ADIFOC.

El aditivo ADIFOC es un nuevo producto aditivo para yesos. Tiene un efecto fluidizante y retardador sobre el proceso del fraguado.

Es un aditivo en forma líquida y de tipo orgánico (compuesto por varios ácidos de origen orgánico, del tipo ácidos policarboxílicos)

Es un líquido traslúcido, ligeramente rojizo, si bien el color final puede ser otro.

Tiene una densidad similar a la del agua destilada.

Su pH está en torno a 1,5 (Fuente propia).

Reactividad del producto. Tiene un efecto casi inmediato sobre el fraguado desde el momento que se empieza a amasar la mezcla de agua/yeso moreno y el aditivo.

Con respecto a la vida útil del producto se puede decir que durante los controles que se han hecho a lo largo del proceso de ensayado de esta Tesis, no se ha observado alteración ninguna de las características por las que se ha utilizado el producto.

Propiedades	Descripción
Tipo de aditivo	Mezcla de ácidos orgánicos
Forma	Líquida
Color	Traslúcido - rojizo
pH	≈1,5
Densidad	≈ 1000 gr/litro
Viscosidad a 28 °C	≈ 0,000833 kg/(m*s)
Reactividad	Inmediata
Contenido en sólidos	
Vida en almacén	Aproximadamente 3 años se lleva controlando y no se observa mermas en el comportamiento del producto

Tabla 50: Resumen de las propiedades del aditivo ADIFOC. (Fuente de elaboración propia).

3.5.- El agua.

El agua no se considerada en este caso un elemento que aporte ventajas a priori por su composición intrínseca. Si hay que tener en cuenta la temperatura a la que se aporta, ya que ésta puede tener efecto en la cantidad de sal disuelta que pueda llevar. Tiene influencia en el tiempo de fraguado. Además, a más agua que tengamos en el material de referencia (sulfato de calcio hemihidrato), fijada en humedad relativa y cuanto más agua aportemos al proceso de amasado del mortero, peor será el comportamiento de las propiedades mecánicas del producto obtenido. En nuestro proceso de fabricación, utilizaremos las cantidades de agua necesarias para la ejecución de los ensayos, obtenida directamente de la red de agua potable, para mezclar junto al yeso moreno (en una proporción A/Y de 0,5) y el aditivo. En un

segundo estudio se trata de añadir una cantidad mayor para fluidificar el mortero y favorecer el mezclado con las partículas de vermiculita y yeso.

No obstante en proporciones adecuadas, el agua en el interior de las probetas facilita el asiento y la distribución del mortero sobre los moldes. En nuestro caso, un factor muy a tener en cuenta por la formación de coqueas (burbujas de aire en el interior de las probetas de yeso) y que producirían un efecto engañoso sobre las propiedades mecánicas del mortero a evaluar.

Parámetros	Métodos	RD 140/2003	Resultados	Unidades
Características organolépticas				
Color	A-A-PE-0032 Sonda multiparamétrica	15	< 1,0 ± 18%	Mg/L Pt/Co
Olor	A-A-PE-0014 Dilución	3 a 25°C	1	Ind. de dil.
Sabor	-A-PE-0015 Dilución	3 a 25°C	1	
Turbidez	A-A-PE-0032 Sonda multiparamétrica	5	< 0,20 ± 19%	UNF
Caracteres Físico-Químicos				
Amonio	A-C-PE-0012 Espectrofotometría absorción	0.5	< 0.10 ±15%	mg/L
Carbono orgánico total	A-F-PE-0001 Combustión - IR		1.8 ±15%	mg/L
Cianuros totales	A-F-PE-0057 SFA	50	<5 ±28 %	µg/L
Indice de Langelier	A-F-PE-0044 Cálculo		0,46	-
Bicarbonatos	A-A-PE-0033 Valorador Metrohm		156.0 ±12%	mg/L
Calcio	A-D-PE-0026 Metales ICP-MS		96.4 ±12%	mg/L
Carbonatos	A-A-PE-0033 Valorador Metrohm		< 2.0 ±13%	mg/L
Conductividad a 20°C	A-A-PE-0032 Sonda Multiparametrica	2500	931 ±12%	µS/cm
pH	A-A-PE-0032 Sonda Multiparametrica	6.5-9.5	7.9 ±0.1	U. pH.
Temperatura	A-A-PE-0032 Sonda Multiparametrica		18.7	°C
Cationes mayoritarios				
Sodio	A-D-PE-0026 Metales ICP-MS	200	54.7 ±12%	mg/L
Aniones				
Cloruros	A-BV-PE-0001 HPLC-Conductividad	250	90.0 ±13.0%	mg/L
Fluoruros	A-BV-PE-0001 HPLC-Conductividad	1,5	0.150 ±12.9%	mg/L
Nitratos	A-BV-PE-0001 HPLC-Conductividad	50	2.6 ±13.1%	mg/L
Sulfatos	A-BV-PE-0001 HPLC-Conductividad	250	270.8 ±13.1%	mg/L

Tabla 51: Análisis de agua de la zonas de Orihuela. Fecha de emisión 13/01/2012. (Fuente: Aquagest Levante, S.A.)

3.6.- Vermiculita.

La vermiculita pertenece a la familia de la mica, y se compone básicamente de silicatos de aluminio, hierro y magnesio. Se caracteriza por su estructura foliada y su presentación en placas cristalinas de color amarillento que pueden medir hasta y más de 228,6mm a lo largo y 152,4mm de grosor. Tiene una presentación brillante en láminas lo que convierte a su superficie en un gran reflector de la radiación solar, lo cual dispersa el calor y aumenta la capacidad de aislamiento térmico en el material. Para su empleo en construcción es necesario someterlas a un proceso físico de expansión consistente en el calentamiento, en el caso de la perlita a unos 1000°C en hornos de procesamiento, una vez triturada. En este proceso el agua se transforma en vapor y se expande en el interior formando microceldas y aumentando 20 veces su volumen (³⁶Euoperlita S.A.).

La vermiculita, al someterla a una temperatura de unos 800°C se expande en una sola dirección en ángulo recto respecto a la línea de la hendidura, en filamentos que tienen un movimiento vermicular, de ahí su nombre. Durante este proceso, su volumen aumenta hasta 16 veces.

La vermiculita, según las distintas granulometrías concede una densidad u otra y sirven de clasificación en su comercialización:

- Vermiculita 1, de granulometría entre 0,5 - 2 mm y densidad entre 100 - 120 kg/m³.
- Vermiculita 2, de granulometría entre 0,5 - 3 mm y densidad entre 85 - 105 kg/m³.
- Vermiculita 3, de granulometría entre 1 - 4 mm y densidad entre 85 - 100 kg/m³.
- Vermiculita 4, de granulometría entre 2 - 6 mm y densidad entre 70 - 80 kg/m³.



Fotografía 33: Diferentes tipos de vermiculitas en función de su granulometría. (Fuente: ³⁶Euoperlita, S.A.)

En los ensayos realizados para la obtención de resultados de la presente Tesis, se han utilizado tres granulometrías diferentes de vermiculita para mezclar con el yeso

moreno y el aditivo. Las tres granulometrías utilizadas se han caracterizado mediante el método de los tamices (ISO 565), denominándolas de la siguiente manera:

- Vermiculita de grano grueso (**VH**). Nos encontramos con un porcentaje de grano que no pasa por el tamiz nº 4 del 30%, y un porcentaje del 1% que pasa por el tamiz nº 0,125.

Tamiz (ISO 565)	VH (% que pasa)	VH (% retenido)	VH (% retenido- acumulado)
31,5	100,00	0,00	0,00
16	100,00	0,00	0,00
8	100,00	0,00	0,00
4	68,83	31,17	31,17
2	22,30	46,53	77,70
1	11,17	11,13	88,83
0,5	6,66	4,50	93,34
0,25	3,75	2,91	96,25
0,125	1,15	2,60	98,85
<0,125	0,00	1,15	-

Tabla 52: Granulometría de Vermiculita de grano grueso (VH), según el ensayo de granulometría de ISO 565. (Fuente: Elaboración Propia).

- Vermiculita de grano medio (**VG**). Nos encontramos con un porcentaje de grano que no pasa por el tamiz nº 2 del 22%, y un porcentaje del 1% que pasa por el tamiz nº 0,125.

Tamiz (ISO 565)	VH (% que pasa)	VH (% retenido)	VH (% retenido- acumulado)
31,5	100,00	0,00	0,00
16	100,00	0,00	0,00
8	100,00	0,00	0,00
4	100,00	0,00	0,00
2	77,66	22,34	22,34
1	19,39	58,27	80,61
0,5	9,98	9,41	90,02
0,25	4,10	5,88	95,90
0,125	1,28	2,82	98,72
<0,125	0,00	1,28	-

Tabla 53: Granulometría de Vermiculita de grano medio (VG), según el ensayo de granulometría de ISO 565. (Fuente: Elaboración Propia).

- Vermiculita de grano fino (**VL**). Nos encontramos con un porcentaje de grano que no pasa por el tamiz nº 1 del 17%, y un porcentaje del 7,7% que pasa por el tamiz nº 0,125.

Tamiz (ISO 565)	VH (% que pasa)	VH (% retenido)	VH (% retenido- acumulado)
31,5	100,00	0,00	0,00
16	100,00	0,00	0,00
8	100,00	0,00	0,00
4	100,00	0,00	0,00
2	100,00	0,00	0,00
1	82,61	17,39	17,39
0,5	41,27	41,34	58,73
0,25	19,77	21,49	80,23
0,125	7,73	12,04	92,27
<0,125	0,00	7,73	-

Tabla 54: Granulometría de Vermiculita de grano fino o Laminada (VL), según el ensayo de granulometría de ISO 565. (Fuente: Elaboración Propia).

Las dos primeras granulometrías (VH y VG) son de amplia difusión en agricultura como sustrato de cultivo para horticultura, y la última granulometría (VL) se obtiene como subproducto (residuo) en la fabricación de la vermiculita exfoliada. Con lo cual nos encontramos ante un producto que es aprovechado para otra actividad distinta a la de su producción, cuando ya iba a ser un problema destinado a ir a vertedero.

La utilización de Vermiculita Laminada en la fabricación de un producto nuevo tiene un efecto medioambiental claramente positivo, muy en concordancia con la tendencia actual de reutilización y de no contaminar el medio donde vivimos.



Fotografía 34 y fotografía 35: Se aprecian las tres granulometrías utilizadas en los ensayos llevados a cabo. (Fuente: Elaboración propia).

3.7.- Maquinaria utilizada.

En este apartado se pretende ver las características de la maquinaria utilizada en la confección de los distintos ensayos que se han llevado a cabo para la elaboración de esta Tesis.

3.7.1.- Máquina universal de ensayos.

Con esta máquina de ensayos se han efectuado las pruebas de dimensionado de las probetas de yeso (EN 325), flexotracción (EN 310) y módulo de elasticidad (EN 310) y densidad (EN 323), de forma automática.



Fotografía 36. Máquina Universal de ensayos (Fuente: IMAL).

Para un mejor funcionamiento de los elementos de la máquina de ensayos, se ha instalado dentro de una habitación, aislada mediante cerramiento de aluminio y cristal, del resto del laboratorio de ensayos, junto con el compresor de trabajo.



Fotografía 37 y Fotografía 38. Detalles de la Máquina Universal de ensayos (Fuente: Elaboración Propia).

3.7.2.- Máquina para compresión.

Esta máquina de compresión ha sido utilizada para realizar los ensayos a compresión, de las distintas series de probetas, llevados a cabo, con el fin de obtener resultados para realizar esta Tesis.



Fotografía 39. Máquina de rotura a compresión para la rotura de probetas de yeso (Fuente: Elaboración Propia).

Ha sido adaptada para trabajar con probetas de yeso, ya que su función era para las probetas de cemento.

3.7.3.- Durómetro escala Shore C

Se ha utilizado un durómetro portátil Baxlo Shore C, calibrado para ejercer la fuerza adecuada que se especifica en las normas DIN 53505, UNE-EN 150868 y ASTM D 2240, para la medida de la dureza Shore C. Posee una sensibilidad de 1 unidad Shore, con una capacidad de 0 a 100 unidades Shore. El pack está compuesto por un durómetro y un calibrador.

Este durómetro se utilizó para determinar la dureza Shore, escala C de probetas y artículos de goma de dureza media. Se usa también para plásticos de dureza media, yesos y escayolas.



Fotografía 40: Durómetro portátil Baxlo Shore C (Fuente Elaboración Propia).

3.7.4.- pHmetro.

El pHmetro utilizado para el ensayo de pH ha sido el Crison GLP 21 de sobremesa, con electrodo de platino y sonda de compensación automática de temperatura.

Tiene una escala de medida de ph desde -2 hasta 16, y un error de $\leq 0,005$. El rango de temperatura va desde -20 hasta 150°C, con un error de medida $\leq 0,2^\circ\text{C}$.



Fotografía 41: pHmetro utilizado en las medidas. (Fuente Elaboración propia).

3.7.5.- Otra maquinaria utilizada.

- **Recipientes para amasado.** Se han utilizado cubos de plástico 12L de capacidad, debido al poco volumen de pasta de yeso a utilizar en cada una de las series sometidas a estudio.



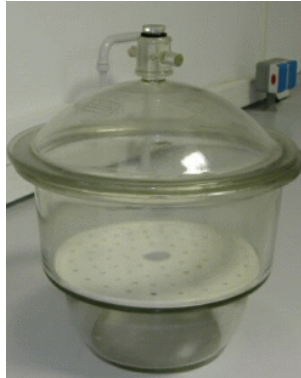
Fotografía 42: Cubo de plástico para amasado. (Fuente:Elaboración propia)

- **Espátulas.** Utilizadas, tanto para el amasado como, para el relleno de los moldes usados a la hora de fabricar las probetas. Las espátulas son las recomendadas por la norma ⁽⁴⁸⁾UNE EN 13279-2.



Fotografía 43: Tipos de espátulas utilizadas. (Fuente: Elaboración propia)

- **Desecador de gel de sílice** (SiO_2). También llamado Silica gel. Se emplea para atemperar las muestras sin que adquieran humedad, después de sacarlas de la estufa.



Fotografía 44: Desecadores de gel de sílice. (Fuente: Elaboración Propia)

- **Estufa de secado**. Se utiliza para secar las muestras a una temperatura determinada.



Fotografía 45: Estufa de secado de las probetas (Fuente: Elaboración Propia).

- **Horno de secado JP SELECTA**. Con temperatura regulable desde 40°C hasta 250°C



Fotografía 46: Horno de secado de probetas JP Selecta (Fuente: Elaboración propia)

- **Tamizadora y cedazos de tamizado (ISO 565)**. Se ha usado para el tamizado de yeso moreno y de las tres vermiculitas, y obtención posterior de su granulometría.



Fotografía 47: Serie de tamices. Fotografía 48: Tamizadora por vibración. (Fuente: Elaboración Propia).

- **Molde caucho** normalizado. Utilizado para el ensayo de Tiempo de Inicio de Fraguado. De geometría troncocónica y con unas dimensiones de 40mm de alto por 65 mm de diámetro superior y 75 mm de diámetro inferior.



Fotografía 49: Molde de caucho utilizado de dimensiones normalizadas. (Fuente: Elaboración Propia).

- **Cronómetro digital**. Para la medición del tiempo transcurrido. Precisión de 0,1 s.

- **Moldes de silicona**. Utilizados para la fabricación de las probetas según las dimensiones aportadas en la norma UNE EN 13279-2. La silicona es especial, anti-retracción para que se deforme lo menos posible con el uso y no se falseen los datos.



Fotografía 50 y Fotografía 51: Moldes de silicona. (Fuente: Elaboración propia. 2010)

- **Calibre** (Mitutoyo 150 mm). Para medir dimensiones de probetas y longitud de la galleta de pasta. Calibre de precisión 0,1 mm



Fotografía 52: Calibre de precisión. (Fuente: Elaboración propia, 2010)

- **Báscula**. Utilizada para el pesaje del yeso moreno a utilizar. Con precisión de 0,01 gr



Fotografía 53: Báscula. (Fuente: Elaboración propia, 2010)

- **Sierra de cinta**. Para el corte de las probetas de yeso a dimensiones de 40 x 40 x 40 mm para el ensayo a Compresión.



Fotografía 54: Sierra de cinta. (Fuente: Elaboración propia, 2010)

- **Regla metálica**. Para eliminar el sobrante de pasta de yeso de los moldes.

3.8.- Metodología de trabajo

Al no tener muchas referencias sobre trabajos realizados con yeso moreno aditivado y vermiculita, se ha planteado la siguiente metodología de trabajo partiendo desde el principio, utilizando el yeso blanco (YB) como referencia de partida, ya que sobre este material si existen más estudios, si bien el yeso blanco no es objeto de este trabajo.

3.8.1.-Proceso de fabricación de probetas de yeso en laboratorio.

Se utiliza para toda la parte experimental, según la Norma ⁽⁴⁸⁾UNE-EN 13279-2, moldes de dimensiones 40 x 40 x 160 mm. Estos moldes se rellenan con la mezcla correspondiente de yeso, aditivo, adiciones y agua.

La mezcla se realiza, en general, incorporando en primer lugar el agua necesaria en un recipiente de amasado. En segundo lugar, la dosificación de aditivo es añadida al agua y se agita, y después el yeso, previamente pesado. Posteriormente se adiciona vermiculita cuando esta sea necesaria, dependiendo del ensayo. Después toda la mezcla se amasa manualmente con ligereza y se vierte sobre los moldes intentando evitar que se produzcan burbujas de aire.

Nos inclinamos por el amasado manual , en vez de con batidora, debido a que con el amasado con máquina se desperdiciaba mucho material para la poca cantidad que se necesita por serie realizada, y se daba el caso de que al utilizar vermiculita podría romper el grano produciendo más cantidad de granos de calibre inferior, falseando los resultados.



Fotografía 55 y Fotografía 56: Amasado a máquina y amasado manual. (Fuente: Elaboración propia. 2010)

Una vez se ha vertido la pasta de yeso en los moldes, se sacude diez veces sobre la mesa para eliminar las burbujas de aire y que se rellenen las esquinas. En ocasiones cuando la pasta, debido a la adición que se le incorpora, se encuentra poco fluida, se hace necesario, también, la vibración de la misma para asegurarnos el

relleno total de la probeta y evitar coqueras. La aparición de coqueras hace que se deseche el ensayo.



Fotografía 57: Coquera (Burbuja de aire junto a la pared del molde). Fotografía 41: Burbuja de aire dentro de la probeta. Defecto en la fabricación de las probetas de yeso. (Fuente: Elaboración Propia)

Una vez realizada esta operación, se elimina la pasta sobrante mediante un movimiento de sierra por encima del molde con una regla, y se alisa la probeta sin ejercer presión sobre la pasta de yeso.

El desmoldado se realiza a las 24 horas después del enmoldado, siempre y cuando el mortero haya adquirido la resistencia suficiente para ser manejada sin riesgo de daño. Inmediatamente después del desmoldado, las probetas son identificadas, según ensayo correspondiente, con rotulador de tinta indeleble.



Fotografía 59: Probeta de yeso con aditivo recién desmoldada. (Fuente: Elaboración Propia).

Las probetas así confeccionadas se introducen en estufa con atmósfera de laboratorio de ensayo de $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ y una Humedad Relativa (HR) del $50\pm 5\%$ durante un periodo de 7 días. Pasado este tiempo, son colocadas las probetas en el horno de secado a temperatura de $40\pm 2^{\circ}\text{C}$. Del horno de se sacan y se atemperan en desecador de gel de sílice, para después pesarla en la báscula. Esta operación se realiza las veces necesarias hasta que se consiguen una masa constante. Una vez

obtenida la masa constante se vuelve a atemperar en el desecador de gel de sílice a temperatura de laboratorio de ensayo y se someten a los ensayos previstos.

El amasado de las probetas se realiza de forma manual, y finaliza cuando no quedan grumos de yeso en la pasta.

Para la realización de las probetas se ha seguido el siguiente plan experimental:

1°.- Determinación del compuesto propuesto.

- Elección de la relación A/Y mínima para el amasado que nos permita la trabajabilidad del producto.
- Yeso aditivado a distintas dosis y sin adiciones de vermiculita de ningún tipo.
- Yeso con la dosis óptima de aditivo y con adición a diferentes dosis de cada tipo de vermiculita.
- Yeso con la dosis fijada de aditivo y mezcla física de las tres vermiculitas en la dosis obtenida.

2°.- Caracterización de los materiales compuesto elaborados.

3°.- Estudio estadístico de las características de los productos propuestos obtenidos.

3.8.1.1.- Elección de la relación A/Y mínima para el amasado que nos permita la trabajabilidad del producto.

Se ha utilizado para los primeros tanteos, yeso blanco para tener una referencia de test, y también yeso moreno, aunque la práctica totalidad de las probetas se ha confeccionado con yeso moreno, que es finalidad de esta Tesis.

Partiendo de los datos de la documentación obtenida con yeso blanco, se hacen distintos ensayos con diferente relación de A/Y, para analizar el comportamiento de los productos obtenidos y conocer cual es la cantidad máxima y mínima de agua con la que podemos trabajar.

Se confeccionan varias series de probetas de yeso blanco y yeso moreno sin adiciones y aditivados en ambos casos, con distintas relaciones A/Y, para que sirvan de punto de partida a los estudios comparativos de los materiales compuestos que se analizarán posteriormente como establece el Pliego RY 85.

Las relaciones A/Y estudiadas fueron las que se detallan en la Tabla 55.

A/Y
0,5
0,6
0,7
0,8
0,9

Tabla 55: Relaciones agua/yeso blanco analizadas en su comportamiento como material trabajable. (Fuente: Elaboración Propia)

3.8.1.2.- Yeso aditivado a distintas dosis y sin adiciones de vermiculita de ningún tipo.

Una relación A/Y de 0,5 conlleva la utilización de poca cantidad de agua en el amasado, lo que implica un aumento en la velocidad de fraguado de la pasta de yeso y un endurecimiento casi instantáneo, con el problema que lleva consigo la falta de trabajabilidad del producto.

Con la adición del aditivo Adifoc se pretende analizar la aportación de nuevas propiedades en el producto resultante.

Las distintas dosificaciones de aditivo a utilizar se muestran en la siguiente tabla, y son referidas al volumen de agua utilizado.

ADIFOC (‰)
1
3
6
10

Tabla 56: Dosificaciones de aditivo (ADIFOC) utilizadas en los ensayos (Fuente: Elaboración Propia)

Se realizan tres probetas por cada serie, y de cada serie se realizan tres repeticiones resultando un total de nueve probetas fabricadas para cada ensayo realizado:



Fotografía 59: Probeta de yeso moreno aditivado. (Fuente: Elaboración Propia).

En el estudio experimental de esta Tesis, se ha centrado, además y al margen del ensayo previo con yeso blanco, el yeso moreno procedente de un sólo proveedor, de manera, que sólo se caracterizó el yeso una vez.

Por otra parte, siempre se han utilizado las mismas máquinas de ensayo para evitar los errores propios procedentes de la utilización de diferentes máquinas para un mismo ensayo.

Cada serie consta de un número de tres probetas. Sobre las series, se realizan ensayos de resistencia mecánica (flexión y compresión), Dureza Shore C, Módulo de elasticidad y registro de pesos, y características longitudinales para su caracterización (Densidad).

3.8.1.3.- Yeso con la dosis óptima de aditivo y con adición de Vermiculita Laminada (VL) a diferentes dosis.

Las dosificaciones de las diferentes vermiculitas utilizadas en los ensayos para analizar el comportamiento de los productos resultantes se detallan en la siguiente tabla:

% Vermiculita Laminada (VL)	% Vermiculita Grano Medio (VG)	% Vermiculita Grano Grueso (VH)
0	0	0
10	10	10
20	20	20
30	30	30
50	50	50
70	70	70

Tabla 57: Porcentajes de vermiculita añadida en los diferentes ensayos. (Fuente: Elaboración Propia)

Se realizan probetas con la adición de Vermiculita Laminada (VL) en diferentes porcentajes, variando desde el 0 hasta el 70 % en volumen como se aprecia en la Tabla 58. El porcentaje de adiciones de vermiculitas va aumentando hasta que las probetas dejan de ser trabajables y tienden a deshacerse, lo que provoca una difícil caracterización mecánica. En la Fotografía 60 se aprecia cómo se distribuye de la vermiculita en el interior de la probeta.



Fotografía 60: Probeta de yeso moreno aditivada y con vermiculita laminada. (Fuente: Elaboración Propia)

Adición de Vermiculita Laminada (VL)	
Porcentaje de Volumen	Gramos de VL
10	14,7
20	30,7
30	48,1
50	88,2
70	137,0

Tabla 58: Adiciones de Vermiculita Laminada (Fuente: Elaboración Propia).

3.8.1.4.- Yeso con la dosis óptima de aditivo y con adición de Vermiculita de Grano Medio (VG) a diferentes dosis.

Se realizan probetas con la adición de Vermiculita de Grano Medio (VG) en diferentes porcentajes, variando desde el 0 hasta el 70 % en volumen, como se aprecia en la Tabla 59. En la Fotografía 61 se observa la distribución de la vermiculita en el interior de la probeta.



Fotografía 61: Probeta aditivada y con vermiculita de grano medio. (Fuente: Elaboración Propia).

Adición de Vermiculita Laminada (VG)	
Porcentaje de Volumen	Gramos de VG
10	9,4
20	19,7
30	30,9
50	56,5
70	87,8

Tabla 59: Adiciones de Vermiculita de Grano Medio. (Fuente: Elaboración Propia)

3.8.1.5.- Yeso con la dosis óptima de aditivo y con adición de Vermiculita de Grano Grueso (VH) a diferentes dosis.

Se realizan probetas con la adición de Vermiculita de Grano Grueso (VH) en diferentes porcentajes, variando desde el 0 hasta el 70 % en volumen, como se aprecia en la Tabla 60. En la Fotografía 62 se aprecia la distribución de la vermiculita en el interior de la vermiculita.



Fotografía 62: Probeta aditivada y con vermiculita de grano grueso. (Fuente: Elaboración Propia)

Adición de Vermiculita Laminada (VH)	
Porcentaje de Volumen	Gramos de VH
10	8,7
20	18,1
30	28,4
50	52,0
70	80,7

Tabla 60: Adiciones de Vermiculita de Grano Grueso. (Fuente: Elaboración Propia)

3.8.1.6.- Yeso con la dosis óptima de aditivo y con adición de la mezcla óptima de las tres versiculitas.

Se realizan probetas de yeso aditivado a la dosis más adecuada, con la adición de una mezcla de las tres vermiculitas a diferentes dosis (calculadas según el método de Bolomey adaptado por nosotros a la dosificación de vermiculita). Se ha probado con tres resoluciones distintas del mismo método de cálculo.

3.9.- Descripción del trabajo a realizar.

En primer lugar se procede al tamizado, caracterización mediante serie de tamices, de las diferentes vermiculitas que se van a utilizar, para su clasificación según la norma ISO 565, para lo cual se utiliza una tamizadora que trabaja por vibración (Fotografía 49). A continuación se estudiarán las dosificaciones de vermiculita a utilizar en los distintos ensayos a realizar. Todo en función de la dosificación de aditivo a utilizar.

En segundo lugar se procede a la obtención de la cantidad de aditivo Adifoc que mejor comportamiento proporciona a las propiedades mecánicas del mortero de yeso moreno aditivado.

En tercer lugar se amasaron con diferentes dosificaciones y se tomó la opción de usar una relación A/Y de 0,5 para los ensayos principales, aunque también se han utilizado otras relaciones de A/Y superiores para contrastar con nuestros ensayos.

En la Tabla 61 se detalla el desarrollo seguido de las probetas a realizar en esta Tesis.

Material para la fabricación de probetas	A/Y	% de aditivo	Tipo de Vermiculita		
			% de Vermiculita		
			VL	VG	VH
Yeso Moreno	0,5	1			
	0,5	3			
	0,5	6			
	0,5	10			
Yeso Moreno	0,5	3	10		
	0,5	3	20		
	0,5	3	30		
	0,5	3	50		
	0,5	3	70		
	0,5	3		10	
	0,5	3		20	
	0,5	3		30	
	0,5	3		50	
	0,5	3		70	
	0,5	3			10
	0,5	3			20
	0,5	3			30
	0,5	3			50
	0,5	3			70
Yeso Blanco	0,5	-			
	0,6	-			
	0,7	-			
	0,8	-			
	0,9	-			
Yeso Moreno	0,5	3	17,5	24,5	36
	0,5	3	15	27	36
	0,5	3	24	33	21

Tabla 61: Desarrollo de las probetas a fabricar (Fuente: elaboración Propia).

Para la fabricación de las probetas de dimensiones 40 x 40 x 160 mm, y atendiendo a los diferentes ensayos de porcentajes de aditivo y adiciones, se han calculado las siguientes proporciones:

Todas las proporciones han sido mayoradas, manteniendo los porcentajes a utilizar, debido a las mermas que se producen durante la puesta en los molde del mortero.

a) Para el primer tanteo de aditivo a utilizar.

Aditivo al 1‰.

- Peso de Yeso: 1033 gr.
- Peso de Agua: 516 gr.
- Peso de Aditivo: 0,5 gr.

Aditivo al 3‰.

- Peso de Yeso :1032 gr
- Peso de Agua: 516 gr
- Peso de Aditivo: 1,5 gr

Aditivo al 6‰.

- Peso de Yeso: 1031 gr.
- Peso de Agua: 515 gr
- Peso de Aditivo: 3,1 gr.

Aditivo al 10‰.

- Peso de Yeso: 1029 gr.
- Peso de Agua: 514 gr.
- Peso de Aditivo: 5,1 gr.

b) Para Yeso Aditivado y Adicionado de Vermiculita Laminada (VL)

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (10% de vermiculita laminada).*

- Peso de Yeso: 967 gr.
- Peso de Agua: 483 gr.
- Peso de Aditivo: 1,5 gr.
- Peso de Vermiculita Laminada: 14,7 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (20% de vermiculita laminada).*

- Peso de Yeso: 896 gr.
- Peso de Agua: 448 gr.
- Peso de Aditivo: 1,3 gr.
- Peso de Vermiculita Laminada: 30,7 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (30% de vermiculita laminada).*

- Peso de Yeso: 820 gr.
- Peso de Agua: 410 gr.
- Peso de Aditivo: 1,2 gr.
- Peso de Vermiculita Laminada: 48,1 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (50% de vermiculita laminada).*

- Peso de Yeso: 643 gr.
- Peso de Agua: 322 gr.
- Peso de Aditivo: 1,0 gr.
- Peso de Vermiculita Laminada: 88,2 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (70% de vermiculita laminada).*

- Peso de Yeso: 428 gr.
- Peso de Agua: 214 gr.
- Peso de Aditivo: 0,6 gr.
- Peso de Vermiculita Laminada: 137 gr.

c) Para Yeso Aditivado y Adicionado de vermiculita de grano medio (VG)

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (10% de vermiculita grano medio).*

- Peso de Yeso: 967 gr.
- Peso de Agua: 483 gr.

- Peso de Aditivo: 1,5 gr.
- Peso de Vermiculita de grano medio: 9,4 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (20% de vermiculita grano medio).*

- Peso de Yeso: 896 gr.
- Peso de Agua: 448 gr.
- Peso de Aditivo: 1,3 gr.
- Peso de Vermiculita de grano medio: 19,7 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (30% de vermiculita grano medio).*

- Peso de Yeso: 820 gr.
- Peso de Agua: 410 gr.
- Peso de Aditivo: 1,2 gr.
- Peso de Vermiculita de grano medio: 30,9 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (50% de vermiculita grano medio).*

- Peso de Yeso: 643 gr.
- Peso de Agua: 322 gr.
- Peso de Aditivo: 1,0 gr.
- Peso de Vermiculita de grano medio: 56,5 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (70% de vermiculita grano medio).*

- Peso de Yeso: 428 gr.
- Peso de Agua: 214 gr.
- Peso de Aditivo: 0,6 gr.
- Peso de Vermiculita de grano medio: 87,8 gr.

d) Para Yeso Aditivado y Adicionado de vermiculita de grano grueso (VH)

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (10% de vermiculita grano grueso).*

- Peso de Yeso: 967 gr.
- Peso de Agua: 483 gr.
- Peso de Aditivo: 1,5 gr.
- Peso de Vermiculita de grano grueso: 8,7 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (20% de vermiculita grano grueso).*

- Peso de Yeso: 896 gr.
- Peso de Agua: 448 gr.
- Peso de Aditivo: 1,3 gr.
- Peso de Vermiculita de grano grueso: 18,1 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (30% de vermiculita grano grueso).*

- Peso de Yeso: 820 gr.
- Peso de Agua: 410 gr.
- Peso de Aditivo: 1,2 gr.
- Peso de Vermiculita de grano grueso: 28,4 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (50% de vermiculita grano grueso).*

- Peso de Yeso: 643 gr.
- Peso de Agua: 322 gr.
- Peso de Aditivo: 1,0 gr.
- Peso de Vermiculita de grano grueso: 52,0 gr.

- *Para Yeso Aditivado (Aditivo Adifoc al 3‰) y Adicionado (70% de vermiculita grano grueso).*

- Peso de Yeso: 428 gr.
- Peso de Agua: 214 gr.
- Peso de Aditivo: 0,6 gr.
- Peso de Vermiculita de grano grueso: 80,7 gr.

e) Para Yeso Blanco y diferente relación A/Y.

- *Para Yeso Blanco con A/Y 0,5.*

- Peso de Yeso: 872 gr.
- Peso de Agua: 436 gr.

- *Para Yeso Blanco con A/Y 0,6.*

- Peso de Yeso: 817 gr.
- Peso de Agua: 490 gr.

- *Para Yeso Blanco con A/Y 0,7.*

- Peso de Yeso: 769 gr.
- Peso de Agua: 538 gr.

- *Para Yeso Blanco con A/Y 0,8.*

- Peso de Yeso: 726 gr.
- Peso de Agua: 581 gr.

- *Para Yeso Blanco con A/Y 0,9.*

- Peso de Yeso: 688 gr.
- Peso de Agua: 619 gr.

f) Para Yeso Moreno y mezcla de vermiculitas.

- Por el método de Bolomey (Método de los Módulos).

- Peso de Yeso: 657 gr.
- Peso de Agua: 329 gr.
- Peso de Aditivo: 1 gr
- Peso de Vermiculita Laminada: 71,6 gr.
- Peso de Vermiculita Grano Medio: 64,3 gr.
- Peso de Vermiculita Grano Grueso: 86,9 gr.

- Por el método Gráfico.

- Peso de Yeso: 657 gr.
- Peso de Agua: 329 gr.

- Peso de Aditivo: 1 gr
- Peso de Vermiculita Laminada: 98,2 gr
- Peso de Vermiculita Grano Medio: 86,6 gr.
- Peso de Vermiculita Grano Grueso: 50,7 gr.

- Por el tanteo. (Instituto Eduardo Torroja)

- Peso de Yeso: 657 gr.
- Peso de Agua: 329 gr.
- Peso Aditivo: 1 gr.
- Peso de Vermiculita Laminada: 61,4 gr.
- Peso de Vermiculita Grano Medio: 70,9 gr.
- Peso de Vermiculita Grano Grueso: 86,9 gr.

3.10.- Resumen del procedimiento de fabricación.

En este apartado, y muy someramente, vamos a enumerar los puntos a seguir, a título de esquema-resumen, que van a componer nuestra metodología para la fabricación de las probetas de mortero de yeso:

a) Cálculo de las proporciones de cada componente de que va a constar un determinado ensayo, para obtener la dosificación estequiométrica.

b) Recepción y acondicionamiento del yeso a utilizar durante el proceso de un determinado ensayo.

c) Recepción, acondicionamiento y caracterización de las diferentes vermiculitas a utilizar durante el desarrollo de los ensayos de que consta esta Tesis.

d) Mezclado de las proporciones de agua y aditivo y posterior añadidura de la proporción de yeso (con vermiculita cuando el ensayo lo requiera).

e) Amasado manual hasta la desaparición de grumos y actuación sobre el ensayo de tiempo de inicio de fraguado.

f) Introducción del mortero resultante en los moldes correspondientes y posterior eliminación de burbujas de aire para evitar la formación de coqueas en el interior de las probetas.

g) Fraguado y secado, durante el tiempo necesario hasta la finalización del fraguado, en condiciones de laboratorio de ensayo.

h) Desmoldado de las probetas a las 24 horas después de su fabricación e introducción en estufa de secado durante 7 días.

i) Introducción en horno de secado hasta masa constante y control de pesada y mediciones geométricas de las probetas. Primera actuación sobre el ensayo de "Densidad" de las probetas.

j) Rectificación del mortero de yeso sobrante de la cara expuesta de las probetas.

k) Proceso de ensayado de las probetas.

- Ensayo de Dureza escala Shore C.

- Ensayo a flexotracción en máquina universal de ensayos de los diferentes ensayos.

- Rectificación de las probetas hasta medidas de 40 x 40 x 40 mm y posterior pesaje y dimensionado para ensayo a compresión, en prensa hidráulica.

- Cálculo para la obtención de la tracción indirecta de los diferentes ensayos.

l) Obtención de resultado y cálculo de las proporciones óptimas de yeso y vermiculitas para la obtención de un material que mejor se comporte con respecto a las propiedades mecánicas.

3.11.- Ensayos.

Medida de la fluidez de la pasta. (⁴⁸UNE-EN 13279-2). Este método se usa para yesos de construcción y conglomerados a base de yeso para la construcción de consistencia fluida mediante la determinación del diámetro de escurrimiento al levantar un molde (de forma tronco-cónica) con la pasta objeto de estudio, en su interior, según dicta la norma (⁴⁸UNE-EN 13279-2).

En nuestro caso, lo que necesitamos no es la relación agua/yeso (R en la norma), sino el agua necesaria para obtener una buena amasabilidad de la pasta de yeso con vermiculita.

Los aparatos a utilizar serían los siguientes:

- Recipiente para amasado de la pasta y espátula.
- Molde de caucho de dimensiones 40 mm de alto por 65 mm de diámetro superior y 75 mm de diámetro inferior.

- Placa plana y lisa y seca.
- Cronómetro.
- Calibre.

Procedimiento de actuación.

- Pesar las cantidades de yeso y vermiculita necesarias para el ensayo y después espolvorear la mezcla sobre el “peso” del agua que se va a utilizar. Este proceso ha de durar unos 30 s. Se ha de puntualizar que ha de ponerse el cronómetro en marcha en el momento que empezamos a verter la mezcla de yeso y vermiculita, sobre el agua.
- Dejamos reposar la mezcla durante 60 s y empezamos a remover manualmente durante otros 30 s (Con 30 movimientos en forma de ocho).
- Volvemos a dejar reposar la mezcla durante 30 s y volvemos a remover manualmente durante otros 30 s (Con 30 movimientos en forma de ocho).
- Colocamos el molde sobre la placa y lo rellenamos con la pasta resultante del amasado.
- Levantamos el molde en posición vertical al cabo de 3 minutos 15 segundos.
- Tras esta operación medimos el diámetro de la galleta formada en 2 posiciones perpendiculares y calculamos la media. Tanteamos la cantidad de agua añadida hasta obtener unas dimensiones entre 150 y 210 mm de la galleta de pasta

Para nuestro ensayo vamos a ver el comportamiento de 3 relaciones A/Y diferentes y observaremos cual es la que más nos conviene para realizar nuestros ensayos.



Fotografía 63: Molde relleno de mortero. (Fuente: Elaboración Propia).

Añadir el agua necesaria (en peso) a la masa de yeso, aditivo y vermiculita hasta obtener una amasabilidad de la pasta óptima. Teniendo en cuenta que partimos de una relación agua/yeso (A/Y) de 0,5, a la cual añadimos la vermiculita.

Para el ensayo vamos a probar el comportamiento de tres relaciones A/Y diferentes, igual a 1,5 a 2,0 y a 2,5 como podemos apreciar en la tabla ().

A/Y de partida	A/Y resultante de añadir vermiculita
0,5	1,5
0,5	2,0
0,5	2,5

Tabla 62: Relaciones A/Y a ensayar (Fuente: Elaboración propia).

Después de amasado el yeso, rellenamos el molde con la masa resultante y acto seguido levantamos el molde, de forma que se produzca una bajada y una deformación del volumen de la pasta, de tal manera que la galleta resultante tras levantar el cono, tenga unas medidas diametrales comprendidas entre 150 y 210 mm

Se han realizado tres galletas con cada una de las relaciones A/Y a ensayar, y tomando las mediciones correspondientes, resultando un total de 9 galletas.

Todos las probetas fabricadas para la elaboración de la presente Tesis Doctoral, han sido sometidos al **ensayo de Dureza Shore C** de acuerdo con el siguiente procedimiento estipulado bajo norma ⁽²⁾UNE-EN 196-1 y ⁽⁴⁸⁾UNE-EN 13279-2, 2006, mediante un durómetro portátil.

El valor de la dureza consistiría en tomar la medida de tres pinchazos en cada una de las dos caras opuestas laterales, de forma que de los seis datos obtenidos se calcula la media, que será el valor final de la probeta.

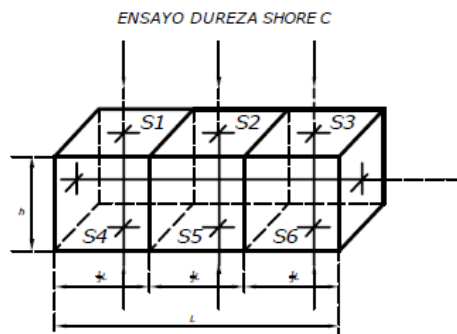


Figura 35: Ensayo normalizado de Dureza Shore C. Croquis de colocación de los pinchazos del durómetro. (UNE-EN-13279-2, 2006) (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

Todos los prefabricados han sido ensayados a **Flexotracción**. Se han llevado a cabo también según las normas ⁽²⁾UNE-EN 196-1 y ⁽⁴⁸⁾UNE-EN 13279-2, 2006, en la máquina universal de ensayos, aplicados a cada probeta, de modo que cada tres probetas ensayadas (rotas) se obtiene un dato mediante la estimación de la media aritmética.

La medida, tanto de probetas, como de rodillos y entre apoyos de los rodillos, vienen fijadas a las representadas, según las normas ⁽²⁾UNE-EN 196-1 y ⁽⁴⁸⁾UNE-EN 13279-2, 2006. Probeta de 160 ± 1 mm, espesor de probetas de $40 \pm 0,2$ mm y entre apoyos de ensayo $100 \pm 0,5$ mm.

Los diámetros de los cilindros de carga y de los de apoyo, están normalizados, y son de $10 \pm 0,5$ mm, tal y como se muestran en la figura ().

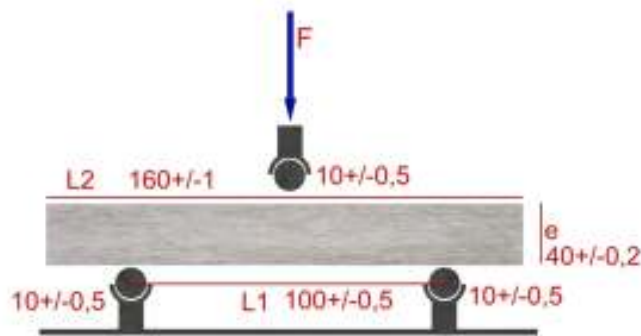


Figura 36: Ensayo normalizado (UNE-EN-13279-2, 2006). Croquis de colocación de rodillos. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

Las probetas se definen con una anchura fija de 40 mm. y una tolerancia de $\pm 0,2$ mm. El largo (L2) ha de tener una longitud de 160 mm. y una tolerancia de ± 1 mm. y el alto o profundidad (e) de 40,1 mm. y una tolerancia de $\pm 0,1$ mm



Fotografía 64: Proceso de ensayo a Flexión en máquina universal de ensayos. (Fuente: Elaboración Propia).

El procedimiento analítico para la determinación de los valores característicos, que necesitamos para clasificar e identificar las propiedades mecánicas que se

exponen en esta Tesis Doctoral, viene sistematizado en el esquema que se presenta a continuación:

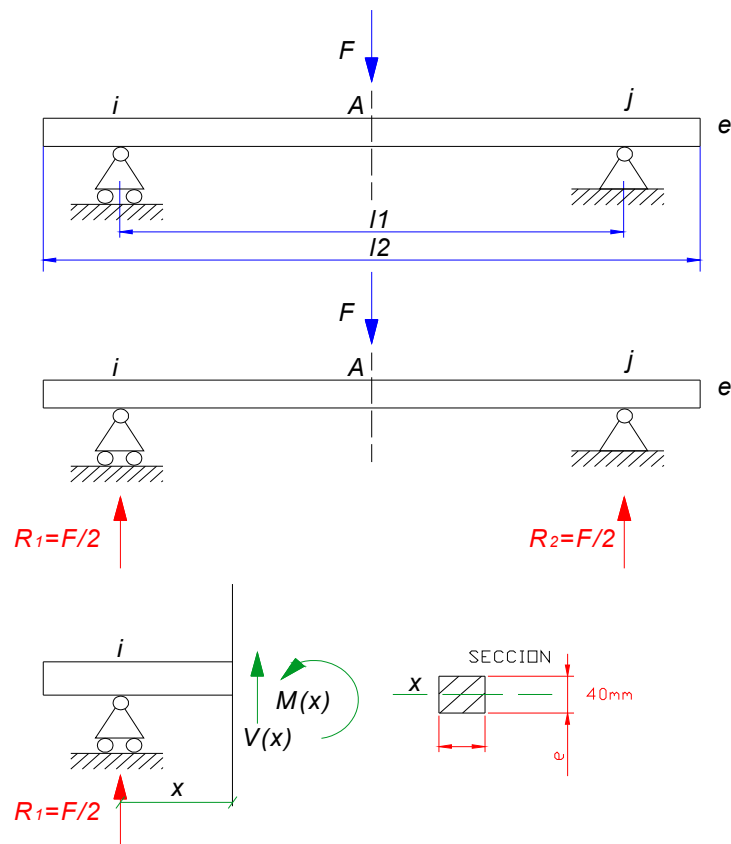


Figura 37: Modelo matemático del ensayo a flexión como viga biapoyada. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

Aplicando las ecuaciones de equilibrio fundamentales de la Resistencia de Materiales y aplicando el método de las secciones, se evalúa la resistencia del material de acuerdo con la carga ejercida F .

$$\sum M_i = 0$$

$$F \cdot \frac{L_1}{2} - R_2 \cdot L_1 = 0$$

$$R_1 = \frac{F}{2}$$

$$R_2 = \frac{F}{2}$$

$$\text{Para } 0 \leq x \leq L_1/2$$

$$\sum M_{K_1} = 0$$

$$-M(x) + \frac{F}{2} \cdot x = 0$$

$$M(x) = \frac{F}{2} \cdot x; \text{ para } x = L_1/2$$

$$M(\text{max}) = \frac{F \cdot L_1}{4}$$

La carga máxima de rotura se identifica claramente en el ensayo ya que corresponde al valor máximo alcanzado. De la misma forma la tensión de rotura irá asociada inevitablemente al valor de la carga máxima de rotura.

Respecto del momento flector, necesitamos conocer el módulo resistente para conocer la tensión que soporta el prefabricado en cada punto de la longitud de la probeta, o incluso la máxima producida en el punto central donde se aplica la carga F.

$$\sigma = f_y = \frac{M(\text{max})}{W}$$

Siendo el módulo resistente respecto de la sección de 40 x 40 mm.

$$W = \frac{I_x}{\frac{y}{2}} = \frac{\frac{b \cdot t^3}{12}}{\frac{t}{2}} = \frac{50 \cdot t^2}{6}$$

Dichos valores de tensión de rotura nos los facilita directamente la máquina de ensayos.

La determinación del módulo de elasticidad E_m en N/mm^2 , no viene recogido en la norma ⁽²⁾UNE EN 196-1, pero es la pendiente del diagrama de tensión-deformación que se efectúa en el ensayo de rotura. Para su evaluación, no se toma el valor total de dicha pendiente, si no que se estima un porcentaje entre los valores iniciales y finales del ensayo. Para este caso, se ha tomado como valor F_1 , el de la carga correspondiente a aproximadamente un 10% del valor de la carga máxima en Newton (N) que corresponde a un valor de a_1 de deformación en mm. F_2 , corresponde a aproximadamente un 40% del valor de la carga máxima y a_2 , es el valor de la deformación en dicho punto. El resto de valores ya han sido definidos.

$$E_m = \frac{[L_1^3 \cdot (F_2 - F_1)]}{[4 \cdot b \cdot t^3 (a_2 - a_1)]}$$

Este valor nos lo aporta directamente la máquina de ensayos.

Se determina también la **densidad de las probetas**. Se ha utilizado un calibre y balanza.

Tras acabar con el ensayo a flexotracción se procede a preparar las probetas para los próximos ensayos a realizar con ellas, como son, en nuestro caso, el de **Densidad** y el de **Compresión** en una máquina para tal fin.

Se cortan las probetas con unas dimensiones de 40 x 40 x 40 mm y se mantienen las condiciones del laboratorio a una humedad relativa de 50±5% y una temperatura de 23 ± 2°C.

El espesor e, se mide en el punto de intersección de las diagonales en las caras opuestas de las probetas, como se muestra en la figura ().

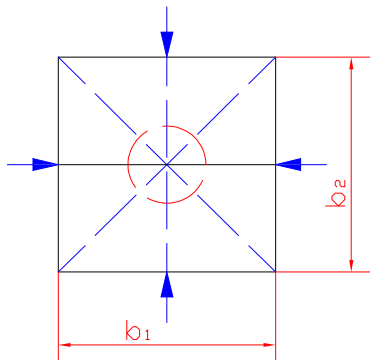


Figura 38: Punto de medida para determinación del espesor.(Fuente: Elaboración Propia, 2010)

Se medirá además del espesor e, los valores de b1 y de b2, tal y como lo indican las flechas en el dibujo en mm y se pesa la probeta siendo m el peso en gr.

La densidad de cada probeta en N/m³, se calcula con la siguiente fórmula:

$$\rho = \frac{m}{b_1 \cdot b_2 \cdot t} \times 10^7$$

La densidad de un tratamiento, será la media aritmética de las densidades de las 9 probetas que lo conforman.

Trascurridas estas operaciones se procede a empezar con el **ensayo a compresión** de las probetas según la norma ⁽⁴⁸⁾UNE - EN 13279-2. Con unas dimensiones de 40 x 40 x 40 mm las probetas son colocadas en la prensa de la máquina de compresión según los ejes X, Y, Z y se procede con la compresión.

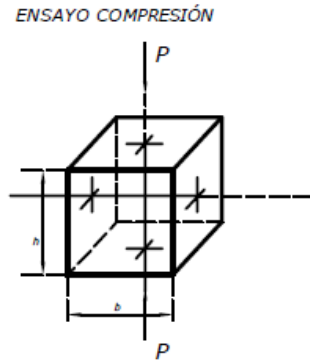


Figura 39: Croquis de distribución de los ejes de una probeta de 40 x 40 x 40 mm para su ensayo a compresión. (UNE-EN-13279-2, 2006). (Fuente: Elaboración Propia., 2010)

Previamente al ensayado ha habido que refrentar las probetas a las dimensiones de 40 x 40 x 40 mm



Fotografía 65: Ensayo de compresión de una probeta en la prensa de la máquina de compresión. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)



Fotografía 66: Estado de las probetas tras ser sometidas al ensayo de compresión. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

Ensayo de Tracción Indirecta.

Con el método de la **tracción directa** ha consistido en conseguir probetas de yeso de 40 mm x 40 mm x 40 mm (según norma UNE-EN 13279-2) en una preparación previa que consiste en:

- Refrentado de probetas para ajuste de dimensiones.
- Tratamiento de las caras a ensayar con cubrimiento de resina epoxi y posterior secado.
- Colocación de chapas calientes, unidas mediante silicona especial, aplicada también en caliente.
- Tracción en máquina de ensayos universales mediante garras de tracción acopladas a las chapas.

Tras ensayar un mínimo de probetas se observan las siguientes condiciones:

- Algunas de las probetas se despegan en el punto de unión de la silicona con la resina epoxi.
- La rotura de algunas caras no es limpia y no ocupa toda la superficie de 40 mm x 40 mm.
- Se produce rotura con despegue.
- Hay que repetir el 40% de las probetas de los ensayos.

Esto se debe a la elevada resistencia a tracción del material ensayado. Habiendo obtenido resultados insuficientes para determinar una correlación entre **tracción directa** y **indirecta**, se opta por aplicar, con datos del ensayo a flexión, un procedimiento para obtener **tracción indirecta** basado en las ecuaciones generadas de la resistencia de materiales y confrontar con los resultados de la tracción directa.

$$\sigma_{\max} = \frac{M}{W}$$

$$W = \frac{I}{y}$$

$$I = \frac{1}{12} b h^3$$

$$y = \frac{h}{2}$$

$$\sigma_{\max} = \frac{6M}{b h^2}$$

σ_1 = Tracción

σ_2 = Compresión

N = Resultante de la tracción normal.

$\Sigma F_m = 0$, componentede tracción

$$N = \frac{1}{2} \frac{h}{2} b \sigma_1$$

$$\sigma_1 = \frac{4 N}{b h}$$

$$\sigma_{\max} = \sigma_1$$

$$\frac{4 N}{b h} = \frac{6 M}{b h^2}$$

$$M = N \frac{2}{3} h$$

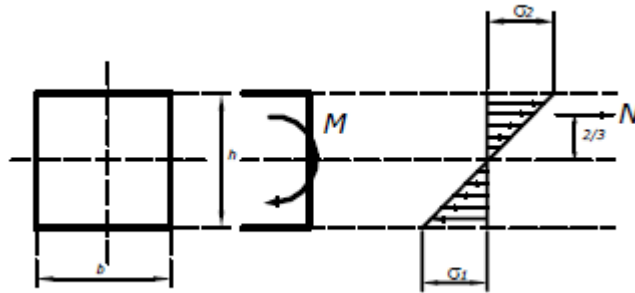


Figura 40: Croquis teórico de la Tracción Indirecta. Ecuaciones generadas de la resistencia de materiales. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

Para el **ensayo de inicio de tiempo de fraguado** se tiene en cuenta el método normalizado del cuchillo según consta en la norma ⁽⁴⁸⁾UNE – EN 13279-2, 2006.

Se mezcla y prepara la pasta de yeso con la cantidad de agua, según el ensayo determinado, para obtener 3 galletas sobre las que se van haciendo cortes. Se alcanza el principio de fraguado (T_i) cuando los labios de la hendidura efectuada en el tiempo (t_1) dejan de acercarse.

La expresión de resultados se da según la siguiente fórmula:

$$T_i = t_1 - t_0$$

Donde T_i es el tiempo de fraguado, en minutos, t_0 , el momento en que se pone el yeso en contacto con el agua, en minutos, t_1 , tiempo en el que los labios de la hendidura realizada sobre el yeso con el cuchillo dejan de acercarse, en minutos.



Fotografía 67: Galleta de pasta de yeso con hendiduras hechas por el Método del cuchillo. (Fuente: Elaboración Propia)

Para el **ensayo de pH** se ha utilizado el método descrito en la norma ⁽⁴⁷⁾UNE–102032:1999.

Se prepara una suspensión de yeso con una relación Agua/Yeso de 2 en peso. La suspensión es agitada durante 3 minutos y se deja reposar durante otros 2 minutos, totalizando 5 minutos.

En nuestros ensayos y debido a la falta de información existente sobre el comportamiento del aditivo ADIFOC, hemos incorporado una modificación en el método, consistente en añadir la concentración de aditivo en cuestión al agua antes de proceder a su mezclado con el yeso.

Trascurrido los 2 minutos de tiempo de reposo se mide el ph sobre el líquido sobrenadante, obteniéndose 3 medidas y calculándose la media aritmética.



Fotografía 68: pHmetro. (Fuente: Elaboración Propia)

Para la medida del ph se ha utilizado un phmetro comercial con electrodo de platino y los valores han sido dados a una temperatura de $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

3.12.- Simplificación del método de Bolomey para su adaptación al uso de diferentes granulometrías de vermiculita en sustitución de áridos. Según Manual y normas del Instituto Eduardo Torroja de la construcción y del cemento. Madrid, 1977.

La idea de esta simplificación del Método de Bolomey, se basa en utilizar la vermiculita como sustituto de los áridos usados con el cemento a la hora de fabricar el hormigón (los áridos son grava, gravín y arena en granulometría descendente, del mismo modo tenemos vermiculita gruesa, media y fina o laminada, el yeso es de uso equivalente al cemento), aprovechando las características que nos brinda el yeso como material aglomerante y obtener un nuevo material compuesto de yeso y una mezcla “idónea” de las tres vermiculitas estudiadas.

El material resultante es sometido a estudio y ensayo en laboratorio, observando las características de su comportamiento y su posible aplicación a nivel industrial.

La decisión de decantarnos por este método de cálculo y no por otro método (Método de Füller, Método de Carlos de la Peña, Método de Faury), se ha debido a que es el que mejor se adapta a nuestros ensayos por tratarse de aplicación a hormigón en masa y morteros, cuando los otros métodos son más generalizados para hormigones.

3.12.1.- Aplicación.

Como se ha indicado método es de aplicación para hormigones en masa y morteros de cemento. Nosotros lo vamos a utilizar para la fabricación de pasta de yeso moreno para su aplicación en prefabricados y/o revestimientos.

3.12.2.- Características del yeso moreno utilizado.

El cemento se caracteriza según su resistencia, la resistencia que se le quiera dar a un hormigón determinado, y para ello se utilizan una serie de formulas en función de unas directrices a seguir. En nuestro caso, el yeso no es un elemento “resistente”, no va a estar sometido a ninguna carga ni tensión.

Se hace un ensayo previo de granulometría de las diferentes vermiculitas utilizadas, mediante una serie de tamices normalizados según la norma ⁽¹²⁴⁾UNE-EN 933-1; 1998.

Luz de los tamices que se han utilizado en los ensayos son los siguientes, expresada en milímetros:

La luz: 16 – 8 – 4 – 2 – 1 – 0,500 – 0,250 – 0,125 – 0,063

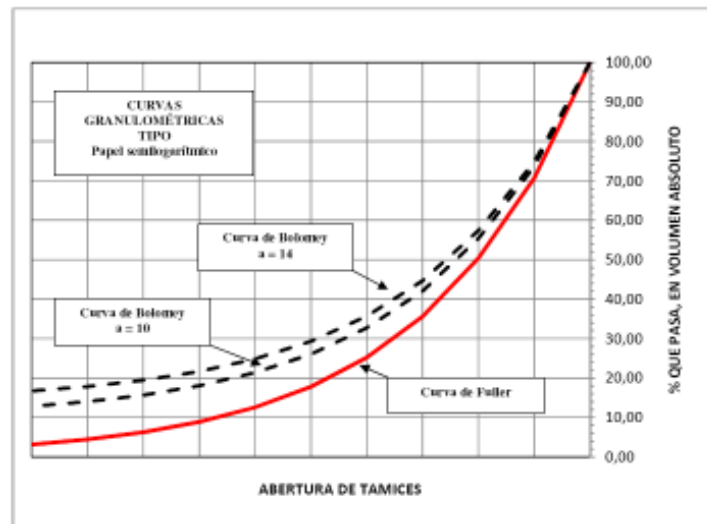


Figura 41: Representación gráfica de las expresiones de Fuller y de Bolomey. (Fuente: Universidad de Alicante, 2009)

Tamaño Máximo del Árido (TMA). En este caso TMV, Tamaño Máximo de Vermiculita. Se utiliza la interpolación logarítmica para la vermiculita de grano más grueso y para la de grano medio, usando la fórmula siguiente:

$$\frac{\text{Log } D - \text{Log } Z}{\text{Log } A - \text{Log } Z} = \frac{90 - y}{100 - y}$$

D = Diámetro del TMV

A = Tamiz por el que pasa el 100% de la Vermiculita.

Z = Tamiz en el que es retenido el 90% de la Vermiculita.

y = Porcentaje de vermiculita que pasa por el Tamiz Z.

De la cual, se obtiene el tamaño de diámetro del TMV en mm que tiene cada una de las vermiculitas. Para la aplicación de la fórmula se obtiene previamente una caracterización de los tres tipos de vermiculita a utilizar en la dosificación.

3.12.3.- Contenido en agua de la vermiculita.

El método utiliza una tabla en función del TMA y de la geometría del árido a utilizar, haciendo una interpolación logarítmica para la obtención del resultado requerido.

La vermiculita utilizada se aplica prácticamente sin agua, con lo que el aporte húmedo es nulo. Pero en todo caso hay que tener en consideración el poder absorbente que posee la vermiculita frente al agua.

3.12.4.- Relación A/C (Agua/Yeso “A/Y” en nuestro caso).

El método se utiliza para el cálculo de cemento máximo a utilizar para un metro cúbico de mortero.

Calcula, por Resistencia del hormigón, utilizando una fórmula y una tabla de la cual obtiene los parámetros necesarios y de durabilidad del hormigón en un determinado ambiente.

Nosotros no vamos a utilizar ningunas de las anteriores premisas, ya que el yeso no lo vamos a usar como un elemento resistente y siempre se va a utilizar en ambientes de interior y no exteriores (para uso en exteriores, en el caso de mortero puede ser tratado con morteros hidrofugados que detenga o evite la absorción de agua), debido a la higroscopicidad que posé el material de yeso.

En nuestro caso partimos de una relación Agua/Yeso (A/Y) igual a 0,5 en peso, por lo cual ya tenemos los datos necesarios y no nos hace falta el cálculo de los parámetros a Resistencia y Durabilidad que propone el método.

3.12.5.- Curva de referencia.

Como se ha comentado, se opta por la Parábola de Bolomey. La curva que en este método se toma como tipo o modelo para componer los áridos. Viene definida por:

$$y = a + (100 - a) \sqrt{\frac{d}{D}}$$

en la que:

y = Tanto por ciento en volumen elemental que pasa por cada tamiz de abertura *d*.

d = Abertura de cada uno de los tamices de la serie utilizada en milímetros.

D = Tamaño máximo del árido, en milímetros.

A = Parámetro que tiene los valores que se indican en la tabla “Valores de *a*”.

Tipo de árido	Consistencia	“a”
Rodados	Seco-plástica	10
	Blanda	11
	Fluida	12
Machacado	Seco-plástica	12
	Blanda	13
	Fluida	14

Tabla 63: Valores de “a” en la Parábola de Bolomey.

En nuestro caso, el valor del parámetro “a” que vamos a utilizar es de 14, debido a que la vermiculita posé muchas caras y aristas, asemejándose al tipo “Machacado” y el tipo de pasta que queremos a de ser del tipo fluida para un mejor manejo y aplicación.

3.12.6.- Contenido en vermiculita.

La premisa que propone el método con el cálculo de hormigón es que para 1 m³ de hormigón endurecido hacen falta 1025 litros de componentes de hormigón fresco. Nosotros vamos a variar este dato y ajustarlo para yeso, según hemos visto con la teoría del Sol-Gel, viniendo a decir que para 1 m³ de yeso endurecido hacen falta 1077 L semihidrato y agua.

Con 159,767 L de semihidrato y agua se obtienen 148,405 L de dihidrato endurecido, para obtener 1000 L de dihidrato serán necesarios 1077 L de semihidrato y agua.

Quedando las ecuaciones para el cálculo de vermiculita necesaria de la siguiente manera:

$$V_{\text{agua}} = \text{Valor que ya conocemos}$$

$$V_{\text{yeso}} = \text{kg yeso/Pe yeso}$$

$$V_{\text{vermiculita}} = 1077 - V_{\text{agua}} - V_{\text{yeso}}$$

$$V_{\text{vermiculita+yeso}} = V_{\text{vermiculita}} + V_{\text{yeso}}$$

La proporción de yeso sobre el total de vermiculita más yeso sería:

$$P_0 = \frac{V_{\text{yeso}}}{V_{\text{vermiculita}} + \text{yeso}}$$

3.12.7.- Curva granulométrica recomendada.

Después de sustituir los datos de los diferentes tamices en la ecuación de Bolomey, obtenemos los valores que van a conformar la curva de referencia de Bolomey. De estos cálculos vamos a obtener también lo que se llama “Módulo granulométrico”, dato que nos va servir para calcular los porcentajes de las diferentes vermiculitas por el método de los Módulos granulométricos, que apuntaremos más adelante.

3.12.8.- Proporción de áridos.

a) Resolución gráfica, según el método de tanteos y de acuerdo con la gráfica de la figura.

Por este método gráfico lo que se busca es el tamaño de luz de tamiz, que deja pasar la misma cantidad de elementos entre los elementos gruesos y los de tamaño medio, usando las curvas granulométricas de los materiales gruesos y medios, dando un porcentaje (% que pasa) al que llamamos Y_B .

Para la obtención del parámetro Y_A , se hace lo mismo pero con las curvas granulométricas de los elementos medios y los finos. Las ecuaciones a emplear serán:

$$P_1 = Y_A - P_0$$

$$P_2 = Y_B - Y_A$$

$$P_3 = 100 - Y_B$$

Y_A = Porcentaje del sumatorio elementos finos (incluido el yeso)

Y_B = Porcentaje del sumatorio de elementos de tamaño fino y de tamaño medio.

P_0 = Proporción de yeso sobre el total de Vermiculita más yeso.

P_1 = Proporción de elementos fino, descontando la proporción de yeso.

P_2 = Proporción de elementos de tamaño medio, descontando los elementos finos.

P_3 = Proporción de elementos de tamaño grueso, descontando los elementos de tamaño medio y fino.

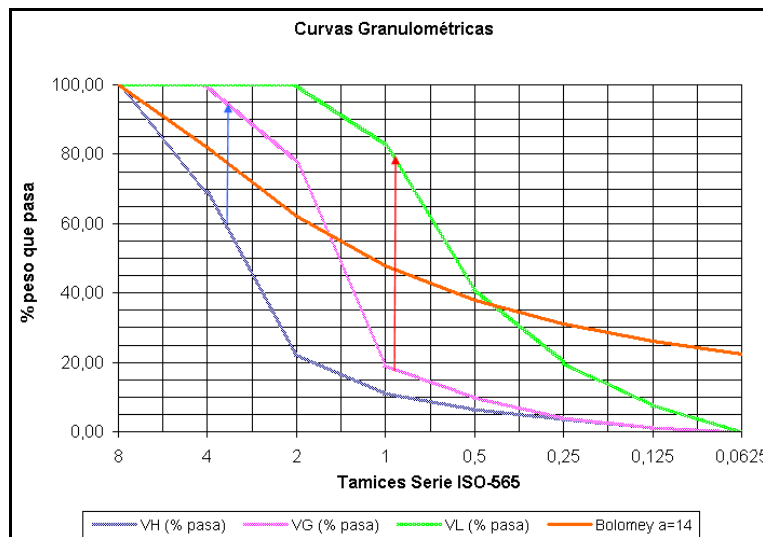


Figura 37: Curvas granulométricas y de Bolomey. (Fuente: Elaboración Propia, 2009).

b) Resolución mediante Módulos granulométricos.

Se llama **módulo granulométrico de un árido** a la suma de los porcentajes retenidos en cada tamiz de la serie, dividida por 100. Este módulo es también conocido como módulo de finura.

Antes de resolver por este método, se han de tener en cuenta una serie de observaciones:

- La cantidad en que debe entrar el yeso en la mezcla se conoce y, por tanto es dato (P_0).
- El módulo de finura del cemento es "cero". Nosotros asimilaremos este mismo valor al yeso.

Si se disponen de tres granulometrías de vermiculita: Fina (VL), Media (VG) y Gruesa (VH) de módulos granulométricos iguales a m_1 , m_2 y m_3 , respectivamente, se escogerán los módulos granulométricos teóricos correspondientes al tamaño máximo de la Vermiculita Media (m_{02}) y de la Vermiculita Gruesa (m_{03}). Los porcentajes P_1 , P_2 , P_3 en que deben mezclarse la Vermiculita Fina, la Vermiculita Media y la Vermiculita Gruesa se obtienen de resolver el sistema:

$$\sum_1^n P_i = 100 \Rightarrow P_0 + P_1 + P_2 + P_3 = 100$$

$$\sum_1^n m_i P_i = M_n 100 \Rightarrow 0 P_0 + m_1 P_1 + m_2 P_2 + m_3 P_3 = M_n 100$$

Para proseguir con la resolución del sistema de ecuaciones, necesitamos otra ecuación. Planteamos una segunda ecuación a través de una segunda curva teórica, por levantamiento de la primera curva teórica de Bolomey.

Partiendo del Tamaño Máximo de Vermiculita (TMV), Vermiculita Media, llevando el dato al 100%, levantamos la segunda curva y calculamos el módulo granulométrico de esta nueva curva (M_{n-1}).

$$\sum_1^{N-1} m_i P_0 = M_{n-1} \left(\sum_1^{n-i} P_i \right)$$

Para este caso se excluye la vermiculita más gruesa (VH), quedando la ecuación de la siguiente manera:

$$P_1 + P_2 = 100 - P_3$$

Quedando el nuevo sistema de ecuaciones a calcular de la siguiente manera:

$$P_0 + P_1 + P_2 + P_3 = 100$$

$$0 P_0 + m_1 P_1 + m_2 P_2 + m_3 P_3 = M_n 100$$

$$0 P_0 + m_1 P_1 + m_2 P_2 = M_{n-1} (100 - P_3)$$

Y obteniéndose, de esta manera, los porcentajes de cada una de las vermiculitas que entran, a formar parte, a la hora de hacer la mezcla que queremos conseguir.

c) Método de tanteo gráfico (Instituto Eduardo Torroja).

Este procedimiento es bastante cómodo y rápido, y con un poco de práctica suelen hacer falta pocos tanteos para lograr que la curva de composición se ajuste lo mejor posible a la curva de referencia.

Para hacer el primer tanteo, los tantos por cien que hay que tomar de cada tamaño de vermiculita están dados por la diferencia entre las ordenadas de la curva de Bolomey correspondientes al mayor tamiz que no deje pasar nada de dicho tamaño, y el más pequeño de los que no retenga ninguna fracción de él.

En nuestro caso, actuamos como indica el procedimiento, haciendo un primer tanteo y observando los resultados, como se aprecia en la tabla número 62 y en la gráfica número 39.

Primer Tanteo		Serie tamices	0,0625	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8
Yeso	22	Yeso	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00
VL	20	VL	0,00	1,55	3,95	8,25	16,52	20,00	20,00	20,00
VG	30	VG	0,00	0,38	1,23	5,82	5,82	23,30	30,00	30,00
VH	28	VH	0,00	0,32	1,05	1,87	0,00	6,24	19,27	28,00
		Total	22	24	28	38	44	72	91	100

Tabla 64: Primer tanteo por el Método de Bolomey, procedimiento de los Tanteos. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

Como se puede apreciar en la Gráfica 39, la cantidad de elementos gruesos no se ajusta bien, por lo que haremos otro tanteo con menor cantidad de vermiculita gruesa (VH).

En el segundo tanteo, se observa que se ajusta más la curva a los elementos gruesos, a cambio de aumentar la cantidad de elementos finos (VL).

Volvemos a intentar ajustar a la curva de referencia mediante un tercer tanteo.

Segundo Tanteo		Serie tamices	0,0625	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8
Yeso	22	Yeso	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00
VL	15	VL	0,00	1,16	2,97	6,19	12,39	15,00	15,00	15,00
VG	33	VG	0,00	0,42	1,35	3,29	6,40	25,63	33,00	33,00
VH	30	VH	0,00	0,35	1,13	2,00	3,35	6,69	20,65	30,00
		Total	22	24	27	33	44	69	91	100

Tabla 65: Segundo tanteo por el Método de Bolomey, procedimiento de los Tanteos. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

En el tercer tanteo ajustamos los elementos gruesos, aumentando la cantidad de Vermiculita gruesa (VH) y disminuyendo la cantidad de vermiculita de grano medio (VG), como se puede apreciar en la Tabla 64 y en la Gráfica 39.

Tercer Tanteo		Serie tamices	0,0625	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8
Yeso	22	Yeso	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00	22,00
VL	15	VL	0,00	1,16	2,97	6,19	12,39	15,00	15,00	15,00
VG	27	VG	0,00	0,35	1,11	2,69	5,23	20,97	27,00	27,00
VH	36	VH	0,00	0,41	1,35	2,40	4,02	8,03	24,78	36,00
		Total	22	24	27	33	44	66	89	100

Tabla 66: Tercer tanteo por el Método de Bolomey, procedimiento de los Tanteos. (Fuente: Elaboración Propia, 2010)

En la Gráfica 39 se puede apreciar el resultado del procedimiento de los tanteos según el Método de Bolomey.

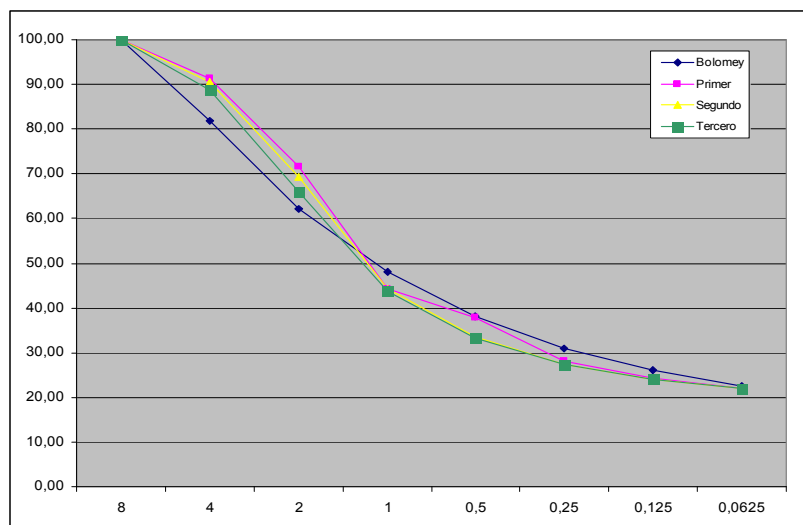


Figura 38: Procedimiento por el método de los tanteos. (Fuente: Elaboración Propia, 2009).

Mediante estas tres resoluciones del mismo método se ha intentado obtener una mezcla física de los tres tipos de vermiculitas estudiadas; la mezcla obtenida es considerada la más “idónea” y ha sido sometida a ensayo y estudiados sus resultados.

3.13.- Tratamiento estadístico.

Un experimento es una prueba o ensayo. Un experimento diseñado es una o varias pruebas en las cuales se cambian las variables de entrada a un proceso, con el objetivo de observar e identificar las causas del cambio en las variables de salida (³⁹Montgomery, D. 1991).

Cuando en un experimento se intenta de extraer información que está fuera del campo de la Física determinista, y en el que nos basamos en un gran número de datos e información que se corresponde con diversos factores y resultados de experimentación pertenecientes a una determinada población, se hace necesario el uso de la Estadística Aplicada a la experimentación.

⁽⁸¹⁾Mendenhall (1991), establece que: la Estadística trata del diseño de experimentos o encuestas mediante muestras para obtener una cantidad determinada de información a un costo mínimo y del uso óptimo de esta información para hacer inferencias con respecto a la población. El objeto de la Estadística es deducir inferencias con respecto a una población a partir de la información de una muestra y proporcionar una media correspondiente para la exactitud de la inferencia.

Al realizar un experimento, aparentemente en condiciones iguales, no siempre se obtienen los mismos resultados. Esto es debido a que existen una serie de condiciones o factores que el investigador no puede controlar. De esta manera se obtienen unos resultados que constituyen la muestra (número limitado de repeticiones realmente obtenidas) de un conjunto mayor denominado población (total de resultados posibles), intentando el experimentador, con ayuda de la Estadística, obtener conclusiones de la población a través de los datos de la muestra.

Esta información referida a la muestra irá por un lado dirigida a la obtención de valores medios de los resultados obtenidos así como de los errores (desviaciones respecto a la media); pero por otro lado, irá encaminada a realizar inferencias sobre si los errores obtenidos son debidos exclusivamente al azar, o por el contrario, pueden tener relación con otros factores diferentes a los que en la experimentación se hayan tenido en cuenta, además de otro tipo de deducciones.

Objetivamente, el proceso de análisis transforma una variable de entrada en una de salida o resultado. Algunas variables son controlables y otras no, en este caso se especifica cuáles son:

- Determinar que variables tienen mayor influencia en la respuesta.
- Determinar el mejor valor de las variables controlables que generan una respuesta óptima.

En cualquier experimento, los resultados y conclusiones dependen de la forma en que los datos han sido recopilados.

Las ciencias empíricas, en general, dependen en gran medida de la demostración de la existencia de efectos a partir del análisis estadístico de datos (⁴⁰Batanero C, 2000).

La estadística se ha convertido en un método efectivo para describir con exactitud los valores de diferentes datos, sirviendo como herramienta para relacionar y analizar dichos datos.

Los diseños de experimentos son modelos estadísticos clásicos cuyo objetivo es averiguar si unos determinados factores influyen en la variable de interés, y si existe influencia de algún factor, tratar de cuantificarla.

La metodología del diseño de experimentos se basa propiamente en la experimentación. Es conocido que si se repite un experimento, en condiciones indistinguibles, los resultados presentan variabilidad, pudiendo ser grande o pequeña.

La variabilidad existente entre las unidades experimentales se denomina error experimental. En el contexto estadístico la palabra error se utiliza en sentido técnico no peyorativo, refiriéndose a variaciones que a menudo son inevitables (⁴¹Box, Hunter & Stuart, 1989).

Los resultados o datos experimentales son necesarios para la estadística pues permiten estimar de un modo adecuado las medias a ensayar y así poder realizar pruebas de significación basadas en el error experimental. Con estas pruebas de significación podremos estimar la probabilidad de que las diferencias encontradas, entre los distintos comportamientos, sean o no debidas al azar.

El análisis de los datos lo hemos separado o dividido en dos fases:

En primer lugar definir el **tamaño del experimento**, definiéndose como el número total de observaciones, réplicas o repeticiones que debemos realizar.

Cochran y Cox (1991), presentaron una fórmula o método para determinar el número de repeticiones (r) con una aproximación o probabilidad dada (β), requerida para obtener un resultado significativo.

Esta expresión es:

$$r \geq 2 \cdot \left(\frac{\sigma}{\delta} \right)^2 \cdot (t_1 + t_2)$$

Siendo:

σ , coeficiente de variación del conjunto de observaciones.

δ , diferencia verdadera entre valores medios que se desea detectar expresada en % de la media general.

t_1 , es el valor de la t de Student para la prueba de significancia.

t_2 , es el valor de la distribución de la t de Student correspondiente a la probabilidad de $2 \cdot (1 - \beta)$, siendo β el poder de la prueba.

Aunque la norma UNE EN 196-1 (2005) fija el número de repeticiones para calcular el número de observaciones que se deben de tomar para poder alcanzar los objetivos del experimento primeramente se realizan mediante tanteo varios ensayos en función de los grados de libertad y las repeticiones, por lo que emplearemos la siguiente ecuación simplificada.

$$r \geq \frac{4 \cdot \sigma^2}{\delta^2}$$

Siendo:

r : número de repeticiones de la muestra.

σ : desviación típica o estándar de los datos de la variable.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Quedando dentro de la seguridad, para $0,90 \leq \beta \leq 0,95$ y $t_1 + t_2 \leq 2$.

δ : máximo erro permitido respecto de la media con una probabilidad del 95% de no ser superado, y que es elegido en función de la naturaleza de las experimentaciones realizadas

La segunda fase ha consistido en realizar la estadística descriptiva de los datos muestrales para cada uno del conjunto de ensayos, así como la relación o correlación entre ellos.

El primer análisis realizado a los resultados obtenidos, aparte de la determinación de los parámetros muestrales descriptivos básicos, tiene relación con el estudio de su mayor o menor ajuste a la curva normal, así como a la detección de aquellos resultados que, por su excesiva desviación de la media, pueden ser considerados como erróneos o atípicos, y por tanto ser descartados del análisis. Para ello se han realizado los diagramas de cajas de los valores medios de cada serie, por grupos, en el que se identifican dichos valores atípicos.

Para detectar el ajuste a normalidad, se ha empleado, por un lado, el método gráfico, muy intuitivo, mediante los diagramas de funciones transformadas Q-Q normales entre variable independiente (factor) y la variable dependiente, para cada serie, así como la superposición de los diagramas de frecuencias con la curva normal. Por otro lado, y con el mismo objetivo, se ha utilizado también la prueba de contraste con el estadístico Z de Kolmogorov-Smirnov (diagrama K-S de normalidad) con una significación del 95%.

Se ha realizado la regresión lineal con su correspondiente coeficiente de correlación R^2 , que nos permite predecir el comportamiento del material en esa zona para cada una de las series.

En la mayor parte de los experimentos se estudian los efectos de una o varias variables independientes, que pueden ser controladas, denominadas *factores*, sobre una o varias respuestas dadas, o variables dependientes. A veces las variaciones en la respuesta pueden deberse a alteraciones desconocidas de otras variables que no estamos controlando, más que al propio carácter aleatorio del experimento. Esta circunstancia es la que se pretende advertir precisamente con el denominado “Análisis de la varianza” (ANOVA).

El análisis de la varianza trata de analizar la variación en un evento, y asignar las partes o componentes de esta variación, a cada uno de los factores o variables independientes que la causan, incluso indagando sobre si existe alguna variable desconocida que pudiera estar “alterando” de alguna manera los resultados del experimento y por tanto estuviese restando aleatoriedad al mismo. Cuando una variable está muy relacionada con la respuesta dada en el experimento, su “porción” de la varianza está muy exagerada.

En nuestro caso, se han utilizado las diferencias de medias con significación mayor del 95% para estudiar si existe realmente causa efecto entre factores y resultados, o si la variabilidad se debe al azar, mediante el tratamiento de ANOVA. Para el caso de que las varianzas entre las series analizadas sean distintas, lo que comprobamos con el estadístico de Levene (con significación del 95%), aplicaremos la prueba robusta de igualdad de medias de Welch, con idéntica significación.

Con el objeto de contrastar diferencias de medias dos a dos entre las distintas series de resultados (al disponer de más de dos series por grupo) se ha empleado el test de *comparaciones múltiples* de Tukey, siempre con significación del 95%. Por su parte, en la identificación de comportamientos semejantes entre los distintos resultados obtenidos se han aplicado los análisis de Tukey y Duncan, de los que podemos extraer diversas conclusiones en función de su adaptación a los factores estudiados.

El software empleado para el tratamiento estadístico ha sido el programa SPSS 17 para Windows, usando manual de ⁽⁸²⁾Camacho, J. (2002).