



Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

*Evaluación del comportamiento de un mortero acumulador de
energía mediante la aditivación con parafina*

Grado en Ingeniería Mecánica

ALUMNO: Carlos Alegre Sacristán

DIRECTORES: Jorge Feijoo Conde
Miguel Ángel Álvarez Feijoo

CURSO ACADÉMICO: 2021-2022

Universida_{de}Vigo



Centro Universitario de la Defensa en la Escuela Naval Militar

TRABAJO FIN DE GRADO

*Evaluación del comportamiento de un mortero acumulador de
energía mediante la aditivación con parafina*

Grado en Ingeniería Mecánica
Intensificación en Tecnología Naval
Cuerpo General

UniversidadeVigo

RESUMEN

La búsqueda de la eficiencia energética y la reducción del consumo energético en todos los campos de la ciencia se ha convertido cada vez más en una de las grandes preocupaciones de la sociedad; más aun con la reciente situación. En la construcción, la mejora del aislamiento térmico en edificaciones de todo tipo es uno de los principales objetivos a cumplir para una construcción sostenible. Es precisamente en este sector donde se están desarrollando principalmente sistemas de almacenamiento de energía para mejorar la eficiencia energética. Entre los materiales empleados para almacenar energía se encuentran los materiales de cambio de fase (PCM), que almacenan energía al cambiar de estado.

En el presente trabajo se pretende analizar el comportamiento energético y mecánico de los morteros de cal aditivados con PCM de naturaleza parafínica, con distintas dosificaciones. Los resultados obtenidos demuestran que la adición de PCM incrementa la capacidad de almacenamiento de energía térmica de este material de construcción (31,43 $\mu\text{Vs/mg}$), al tiempo que lo convierte en un material más duradero frente a las condiciones adversas que se encontrará una vez puesto en servicio.

PALABRAS CLAVE

Mortero de cal, Energía térmica, Material de cambio de fase, Edificación, Eficiencia energética

AGRADECIMIENTOS

A lo largo de estos duros y largos años de formación profesional, militar y personal en la Escuela Naval Militar, han sido numerosas personas las que me han aconsejado y acompañado, con especial agradecimiento a las siguientes:

A mis padres, Rafael y Teresa, por haber confiado siempre en mí y por el apoyo incondicional en cada una de las decisiones que he tomado, no solo a lo largo de mi carrera, sino de mi vida.

A mis hermanos, Álvaro y Miguel, por nuestra estrecha relación y cariño mutuo, fruto de una gran amistad y lealtad.

A mi abuela, Zaida, quien me ha enseñado a valorar las cosas más simples, siendo un pilar fundamental en mi vida.

A Ángela, por acompañarme en este viaje día a día, demostrándome en cada momento su cariño y apoyo desinteresado.

A mis compañeros durante estos cinco años. Agradecer especialmente a Willy, Félix y Charlie. Por haber vivido con ellos todo tipo de experiencias a bordo de esta escuela, compartiendo momentos e ilusiones, de las que estoy seguro que nos reunirán más adelante.

A mis amigos de León, por permanecer a mi lado durante todos estos años a pesar de la distancia.

A mis tutores, Miguel Ángel y Jorge, por enseñarme durante estos años en sus asignaturas y, sobre todo, por guiarme y apoyarme con tanto interés en este trabajo que cierra esta etapa tan importante de mi vida.

Finalmente, agradecer a cada uno de los profesores y personal del Centro Universitario de la Defensa, la ayuda y enseñanza que me han brindado durante estos cinco años.

CONTENIDO

Contenido	1
Índice de Figuras	3
Índice de Gráficos	5
Índice de Tablas.....	7
1 Introducción y objetivos	9
1.1 Introducción al tema.....	9
1.2 Motivación	12
1.3 Objetivos	13
1.4 Orden memoria	13
2 Estado del arte	15
2.1 Almacenamiento de energía térmica.....	15
2.1.1 Generalidades	15
2.1.2 Almacenamiento mediante reacciones termoquímicas (TQS)	16
2.1.3 Almacenamiento en forma de calor sensible (SHS)	16
2.1.4 Almacenamiento en forma de calor latente (LHS)	17
2.2 Materiales de cambio de fase (PCM).....	19
2.2.1 Generalidades	19
2.2.2 Clasificación	19
2.2.3 PCM en edificaciones	22
2.3 Morteros	25
2.3.1 Generalidades	25
2.3.2 Componentes de los morteros.....	25
3 Desarrollo	31
3.1 Materiales.....	31
3.1.1 Morteros.....	31
3.1.2 PCM.....	33
3.2 Metodología Experimental.....	33
3.2.1 Caracterización del mortero de cal	33
3.2.2 Análisis termogravimétrico y calorimetría de barrido diferencial.....	37
3.2.3 Análisis termográfico.....	41
3.2.4 Análisis mediante cámara térmica	43
3.2.5 Ensayos de durabilidad	43
3.2.6 Análisis de la dureza superficial	47

4 Resultados	51
4.1 Caracterización de los morteros de cal	51
4.2 Análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial	54
4.3 Análisis termográfico	60
4.4 Análisis mediante cámara térmica	63
4.5 Ensayos de durabilidad	63
5 Conclusiones y líneas futuras	73
5.1 Conclusiones	73
5.2 Líneas futuras	73
6 Bibliografía.....	75
Anexo I: Manual del Equipo Labsys Evo.....	81
Anexo II: Secuencia de funcionamiento equipo Labsys Evo	83
Anexo III: Errores comunes equipo Labsys Evo.....	86
Anexo IV: Especificaciones técnicas cámara termográfica FLIR i7.....	88
Anexo V: Especificaciones técnicas medidor de dureza PCE-2500	89

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1 Distribución del consumo energético en España y en Europa y su evolución desde el año 1990 al 2011 [3]	11
Figura 1-2 Mejoras de la edificación residencial	11
Figura 1-3 Consumo Energético por vivienda.....	12
Figura 2-1 Tipos de almacenamiento de energía según material [7].....	15
Figura 2-2 Requisitos del medio de almacenamiento	16
Figura 2-3 Relación temperatura – entalpía [11].....	18
Figura 2-4 Materiales PCM según entalpía y temperatura de fusión [11]	19
Figura 2-5 Clasificación PCM [17]	20
Figura 2-6 Parafina de calor latente [20].....	21
Figura 2-7 Aplicaciones en la construcción [7].....	23
Figura 2-8 PCM microencapsulado [30]	24
Figura 2-9 Cápsulas esféricas de acero inoxidable y cilindros [17]	24
Figura 2-10 Ciclo de la cal [32].....	25
Figura 3-1 Cal y Arena de sílice utilizadas	31
Figura 3-2 Tipos de probetas utilizadas	32
Figura 3-3 Material de cambio de fase Rubitherm 35 HC (RT35HC)	33
Figura 3-4 Muestras sometidas al ensayo de capilaridad	36
Figura 3-5 Equipo <i>Labsys Evo 1180</i> [54].....	37
Figura 3-6 Probetas utilizadas para ensayos TG	38
Figura 3-7 Secuencia térmica carbonatación.....	38
Figura 3-8 Ciclo térmico al que se han sometido las probetas en el TG para carbonatación.....	38
Figura 3-9 Secuencia térmica comportamiento térmico.....	39
Figura 3-10 Ciclo térmico al que se han sometido las probetas en el TG para comportamiento térmico	39
Figura 3-11 Polvo obtenido del limado y tamizado de las probetas partidas	39
Figura 3-12 Crisol de ensayo (parte anterior) y crisol de referencia (parte posterior) situados en la caña	40
Figura 3-13 Pérdida de peso en TG [54]	40
Figura 3-14 Ganancia de peso en TG [54]	41
Figura 3-15 Cámara termográfica FLIR i7.....	42
Figura 3-16 Adoquines dispuestos en frente del calentador (con PCM izquierda y sin PCM derecha)	43
Figura 3-17 Paso 3 del ensayo hielo-deshielo	44
Figura 3-18 Paso 4 del ensayo hielo-deshielo	45

Figura 3-19 Pasos 1 y 2 del ensayo choque térmico	46
Figura 3-20 Pasos 1 y 2 de alteración por sales.....	47
Figura 3-21 Desalinización de las muestras	47
Figura 3-22 Instrumento Leeb PCE-2500	48
Figura 3-23 Tensión de la señal de salida [61].....	49
Figura 4-1 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico “blank” de referencia	55
Figura 4-2 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico muestra PCM0	56
Figura 4-3 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico muestra PCM5	57
Figura 4-4 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico muestra PCM10	57
Figura 4-5 Análisis TG-DSC flujo energía muestra PCM5	58
Figura 4-6 Análisis TG-DSC flujo energía muestra PCM10	59
Figura 4-7 Muestras PCM0-17 (izquierda), PCM5-17 (centro) y PCM10-17 (derecha) de mortero tras aplicar fenolftaleína.....	60
Figura 4-8 Muestras PCM0-13 (izquierda), PCM5-14 (centro) y PCM10-13 (derecha) de mortero tras aplicar fenolftaleína.....	60
Figura 4-9 Evolución muestras de análisis termográfico en ambiente frío (PCM10, PCM5, PCM0) en instante inicial (izquierda), transcurridos 10 minutos (centro) y transcurridos 40 minutos (derecha)	62
Figura 4-10 Evolución muestras de análisis termográfico en ambiente caliente (PCM10, PCM5, PCM0) en instante inicial (izquierda), transcurridos 40 minutos (centro) y transcurridos 55 minutos (derecha).....	63
Figura 4-11 Evolución térmica parte anterior bloques (izquierda con PCM y derecha sin PCM) en el tiempo inicial, a los 20 minutos, 40 minutos y 60 minutos	63
Figura 4-12 PCM0-15 y PCM0-16 con grietas tras 5 ciclos de hielo/deshielo.....	65
Figura 4-13 Situación final de las probetas tras 10 ciclos de hielo/deshielo.....	65
Figura 4-14 Situación final de las probetas tras 10 ciclos de choque térmico	66
Figura 4-15 Patrón de rotura en sales solubles por Na ₂ SO ₄ (PCM0, PCM5 y PCM10).....	68
Figura 4-16 Patrón de rotura en sales solubles por NaCl (PCM0-7, PCM5-7 y PCM10-7).....	69
Figura 4-17 Patrón de rotura en sales solubles por agua de mar filtrada (PCM0-10, PCM5-10 y PCM10-12).....	71

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfica 1-1 Contribución de las renovables en la generación eléctrica en España por año [2]	10
Gráfica 4-1 Volumen de poros en según su diámetro	52
Gráfica 4-2 Grado de saturación por capilaridad en función del tiempo	53
Gráfica 4-3 Contenido de agua en función del tiempo	54
Gráfica 4-4 Curva termográfica en ambiente frío. La línea negra representa el baño; la línea continua la temperatura en la parte alta del mortero y la discontinua la temperatura en la parte baja.	61
Gráfica 4-5 Curva termográfica en ambiente caliente. La línea negra representa el baño; la línea continua la temperatura en la parte alta del mortero y la discontinua la temperatura en la parte baja. ..	62
Gráfica 4-6 Evolución pérdidas de masa en ciclos de hielo/deshielo	64
Gráfica 4-7 Evolución promedio de las pérdidas de masa en ciclos de choque térmico (n=2).....	66
Gráfica 4-8 Evolución pérdidas de masa en ciclos de alteración por sales, Na_2SO_4 (n=3).....	67
Gráfica 4-9 Evolución pérdidas de masa en ciclos de alteración por sales (NaCl).....	69
Gráfica 4-10 Evolución pérdidas de masa en ciclos de alteración por sales (agua de mar filtrada) ..	70

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1 Ventajas e inconvenientes de la acumulación térmica por calor latente [6]	18
Tabla 2-2 Comparación PCM orgánicos e inorgánicos [19]	20
Tabla 2-3 Propiedades del mortero de cemento [36].....	28
Tabla 2-4 Clasificación de los áridos [36].....	29
Tabla 3-1 Composición muestras. Referencia: sin PCM; PCM5 y PCM10: con 5% y 10% en peso de PCM, respectivamente.	32
Tabla 3-2 Ensayos en función del tipo de probeta.	32
Tabla 4-1 Principales propiedades de los morteros	51
Tabla 4-2 Volumen intruido (%) por tamaño de poro	52
Tabla 4-3 Dureza de cada muestra y promedio en sulfato de sodio (Na_2SO_4).....	68
Tabla 4-4 Dureza de cada muestra y promedio en cloruro de sodio (NaCl)	70
Tabla 4-5 Dureza de cada muestra y promedio en agua de mar filtrada	71

1 INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1.1 Introducción al tema

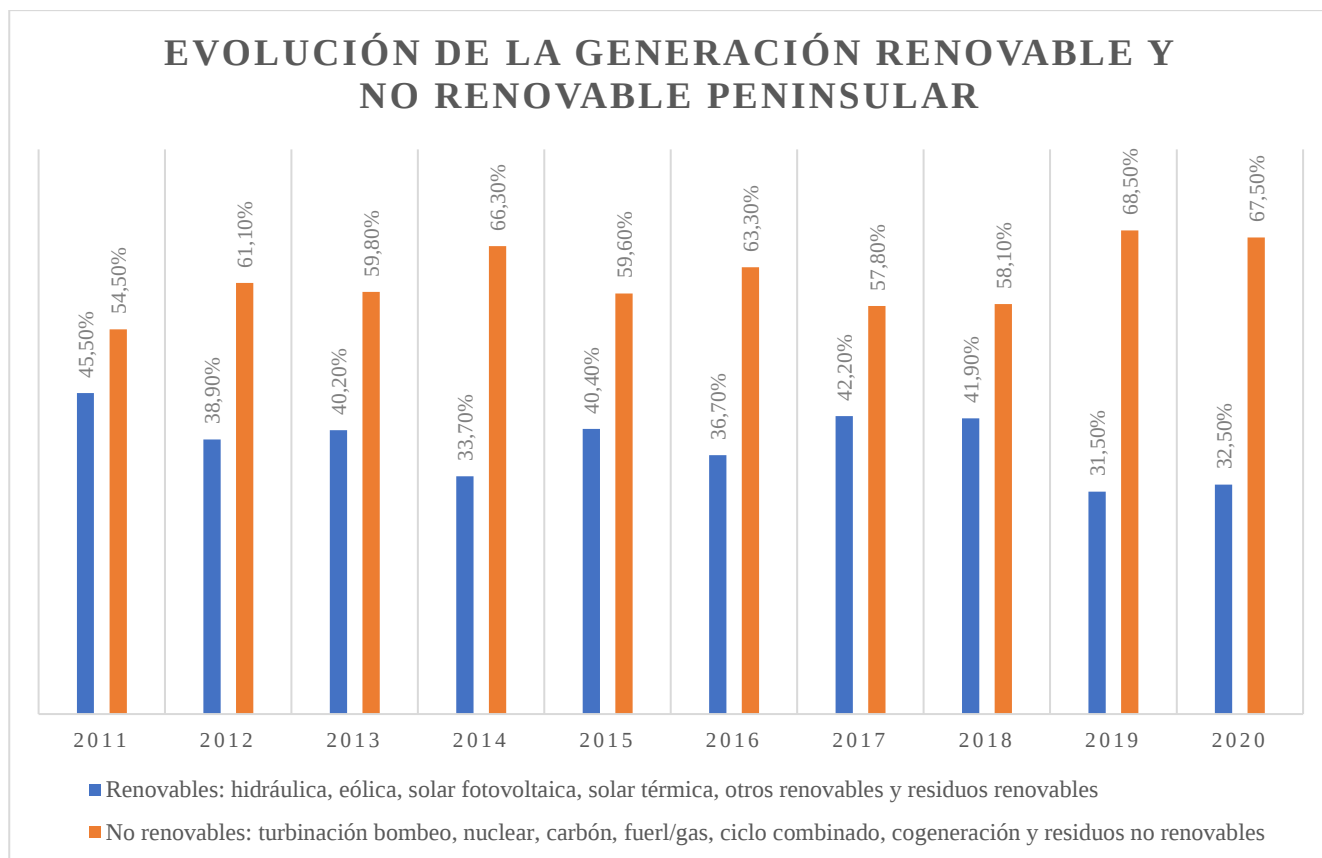
Una de las preocupaciones más atendidas y abordadas en la actualidad es el consumo de energía. Esto se debe al importante valor que cobra tanto económica, social y medioambientalmente, ya sea a nivel individual o de forma colectiva. Individualmente en factores económicos por la reciente subida del coste de la energía, además de la concienciación frente al cambio climático y al ahorro frente a la reciente subida del coste de la energía; y a nivel colectivo (nacional e incluso internacional), con organismos tales como la ONU, que fijan objetivos a corto y a largo plazo con el fin de fomentar el uso de las energías renovables y desarrollar un consumo de energía sostenible.

El eminente consumo de energía en países con un elevado nivel de vida, se debe al alto nivel socioeconómico de su sociedad, a la extensión de su territorio y al gran número de habitantes que posee. Este nivel de vida exige un gran consumo de energía, que obliga a la compra de ésta a entidades de otros países con el fin de suplir sus necesidades en todos los ámbitos. Es el caso de España, que no puede asumir todo el consumo de energía demandado tanto por sus habitantes como por las actividades que caracterizan su actividad económica. Sin embargo, el desarrollo y uso de las energías renovables en nuestro país destaca por ser uno de los servicios más avanzados y potenciados en comparación con el resto de países de la Unión Europea, encontrándose en el segundo puesto en el ranking de mejores países para invertir en energías renovables en 2007, según Ernst & Young [1].

España se caracteriza por tener un sistema de generación mixto, que garantiza el suministro de la energía eléctrica en todo momento. Dentro de este sistema, el peso de las fuentes de energía renovables, como método para la obtención de electricidad, suele oscilar entre el 30 y el 45% (Gráfica 1-1), alcanzando una cuota máxima del 45,5% en 2020 tal y como indica el último informe publicado por Red Eléctrica. Mientras, la participación de la generación no renovable se ha situado en ese año en un valor mínimo del 54,5 % del total peninsular.

El incremento en el peso de las energías renovables se debe a la gran inversión realizada a nivel estatal para incrementar el peso del parque generador de energía eléctrica renovable; llegándose a producir en 2020 un incremento respecto al año 2019 del 7,1% de la potencia instalada eólica, del 34.1% de la solar fotovoltaica y un 4.7% de otras renovables.

Organizaciones de gran importancia, como la Agencia Internacional de la Energía (AIE), prevén y reafirman que el aumento del consumo energético de nuestra sociedad está sobrepasando las posibilidades de recursos naturales y limitaciones a las que se ve estrechamente ligada, según el modelo energético que se está utilizando hoy en día. Dicho modelo se basa en la utilización de los recursos finitos, tales como los combustibles fósiles; dando lugar con esto, a un crecimiento desmesurado del consumo de energía y a un desajuste e insostenibilidad ambiental.



Gráfica 1-1 Contribución de las renovables en la generación eléctrica en España por año [2]

La AIE también prevé que el incremento se prolongue hasta el año 2040, con todas las causas que esto supone; proponiendo medidas enfocadas a la búsqueda de la eficiencia energética en el ámbito de la construcción, con el fin de evitar que continúe este crecimiento desmesurado y paliar los efectos de este ingente consumo. Se engloban dentro del ámbito de la construcción todo tipo de edificaciones, ya sean de tipo urbano o de tipo industrial, siempre que atiendan a las necesidades de cada una de ellas, y reduzcan a su vez el consumo energético.

El sector residencial ocupa uno de los lugares o puestos más altos e importantes respecto a los consumos finales en cuanto a energía se refiere, acaparando en el año 2011 el 19% del consumo final (Gráfica 1-1). Esto surge en gran parte, a consecuencia de la mejora del nivel de vida que se ha ido experimentando a lo largo de los años en nuestra sociedad. Además, se aprecia que el porcentaje de consumo final destinado al sector residencial muestra una tendencia creciente, lo cual puede estar relacionado con un aumento de equipamientos familiares y en consecuencia un aumento de la demanda de mejores requisitos o niveles de comodidad más altos.

Cabe mencionar también el importante descenso de la población respecto al número de viviendas correspondientes a cada familia. Esto significa que en las últimas décadas la población ha experimentado un claro descenso de su ritmo de crecimiento con respecto a generaciones anteriores; con familias compuestas solamente por tres individuos. Por consiguiente, el consumo de energía causado por todas estas viviendas asociadas a cada una de las familias es mucho más elevado.

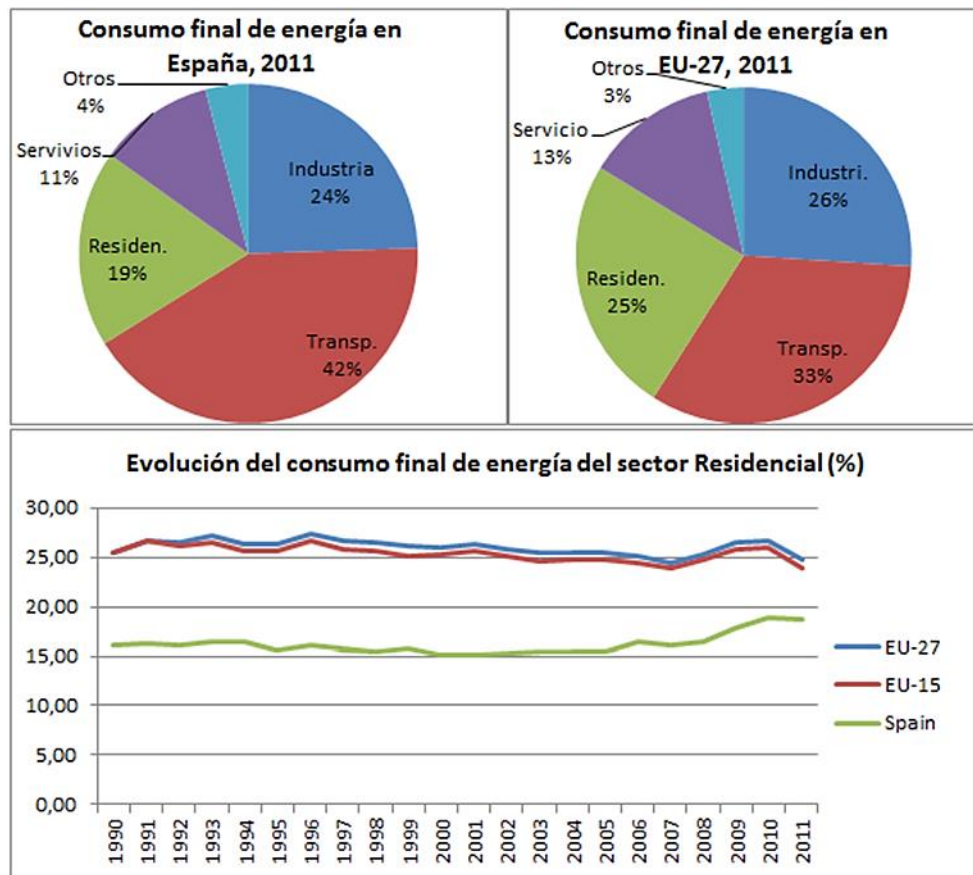


Figura 1-1 Distribución del consumo energético en España y en Europa y su evolución desde el año 1990 al 2011 [3]

En definitiva y a pesar de que el consumo del sector residencial en España está por debajo que la UE (Figura 1-1), es necesario llevar a cabo una política de eficiencia energética, a través de políticas públicas adecuadas. Esta mejora de la eficiencia energética, llevada al ámbito del sector residencial abarca aspectos tales como la mejora y desarrollo del equipamiento de la vivienda o a nivel local en la mejora y avance de la propia edificación. A estas últimas se las puede clasificar o identificar en tres grandes grupos (Figura 1-2).

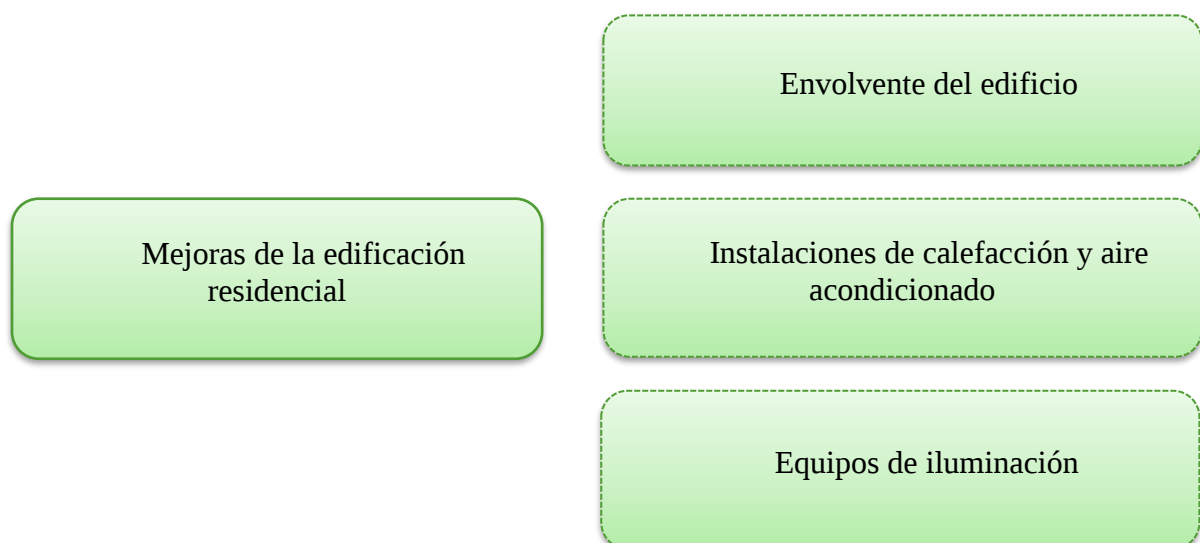


Figura 1-2 Mejoras de la edificación residencial

Respecto a datos concretos sobre los consumos de energía en una vivienda (Figura 1-3), destacar que el uso de la calefacción supone el mayor porcentaje, ocupando aproximadamente el 47%, por encima justo del agua caliente, que ocupa aproximadamente el 20% del consumo total [4].

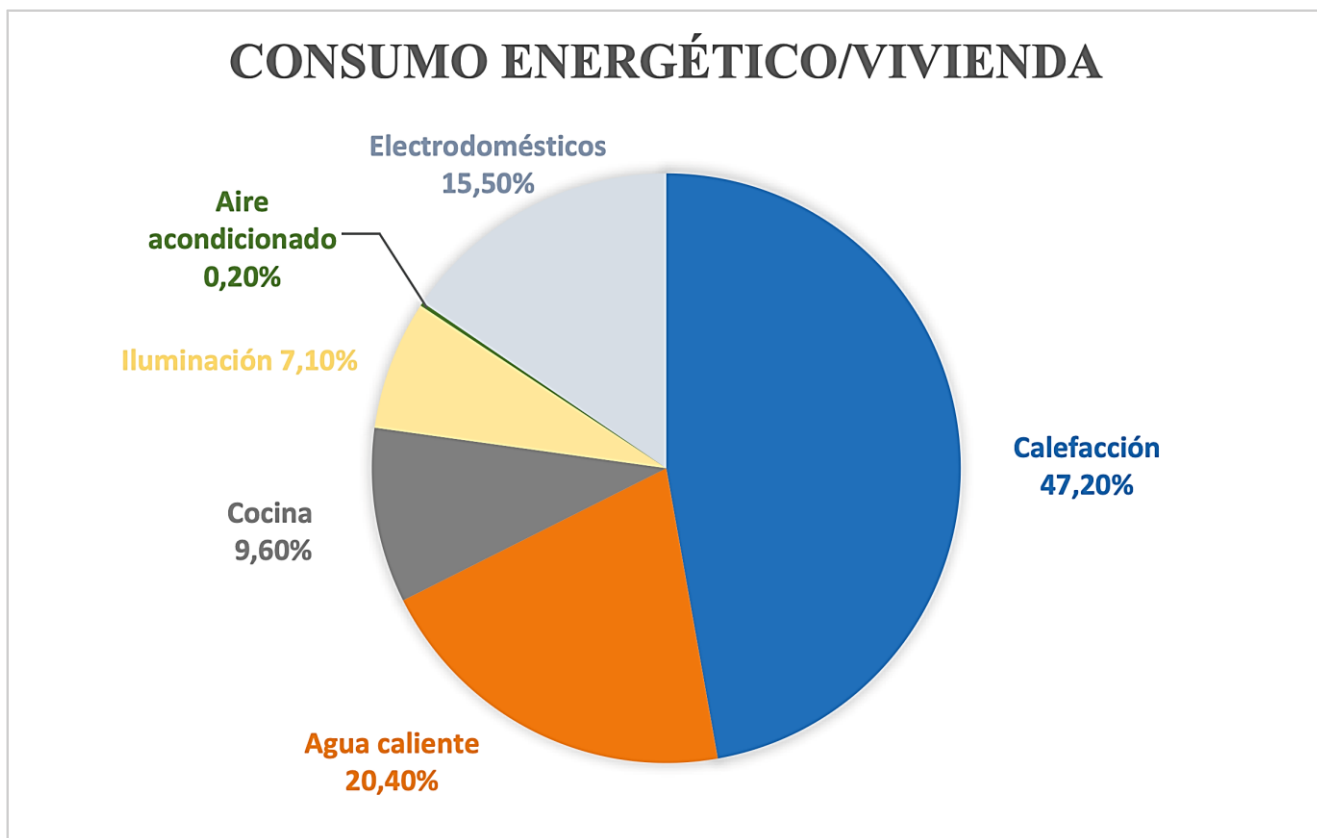


Figura 1-3 Consumo Energético por vivienda

La imposición de una serie de requisitos o normas con el fin de lograr una eficiencia energética en edificios de nueva construcción, o en reformas de los ya existentes; (según el Código Técnico de la Edificación, del nuevo Reglamento de Instalaciones Térmicas en los Edificios y de la Certificación Energética de Edificios); produce un ahorro anual de energía digno de mención. En consecuencia, esto permite mantener al margen otras fuentes de energía, evitando así el malgasto y desperdicio de recursos.

Han sido los elementos de construcción básicos de la envolvente del edificio, así como la cimentación y la estructura, cubiertas y paramentos interiores; los aspectos estudiados en esta búsqueda, que tiene como principal fin lograr una reducción del consumo de energía y una mejora de la eficiencia energética.

Esto engloba aspectos como el dimensionado de los elementos, la modulación de los mismos, los sistemas estructurales, el aislamiento de superficies en contacto con el suelo, el aislamiento de cubiertas y el acondicionamiento pasivo de los edificios. Entre ellos destaca especialmente el uso de los materiales de cambio de fase (Phase Change Materials, PCM). Estos materiales se fundamentan en el uso del propio material para la acumulación de energía térmica que pueden ser implantados en edificios y que constituyen una gran mejora de la eficiencia energética [4].

1.2 Motivación

Uno de los cometidos principales de este trabajo es la búsqueda y estudio del comportamiento de los motores que constituyen las edificaciones de hoy en día, frente a su adaptación por medio de materiales de cambio de fase. El ámbito de la construcción, y más concretamente en la empresa en la que se realiza este proyecto, la Armada, cuenta con numerosas instalaciones cuyos edificios de origen antiguo, han aguantado largas épocas de intenso y continuo uso. Dada esta situación, y con conocimiento

del deterioro que sufren los morteros por la acción de agentes externos, se resalta la gran aportación que pueden hacer este tipo de materiales, al ser añadidos a los morteros. Se pretende estudiar si la utilización de estos elementos de construcción, aditivados con materiales de cambio de fase, son capaces de mejorar la eficiencia energética del edificio y aguantar la acción de los agentes de alteración a los que se verán sometidos una vez puestos en servicio. Es por esto, que la línea de investigación que sigue este trabajo, puede ser de gran aplicación para algunos de los arsenales con los que cuenta esta institución.

1.3 Objetivos

El objetivo general que se persigue con este proyecto es: Comprender como influye la incorporación de materiales parafínicos de cambio de fase en las propiedades físicas y de durabilidad de un mortero de cal, ampliamente empleado en construcciones antiguas.

Para alcanzar este objetivo general se establecen como objetivos específicos los siguientes:

- Confección de bloques de mortero de geometría específica, con y sin PCM (con distintos grados de aditivación).
- Análisis de propiedades físicas relacionadas con la porosidad abierta.
- Análisis de propiedades mecánicas.
- Análisis del comportamiento de los morteros frente a oscilaciones en la temperatura ambiente.
- Durabilidad de los morteros frente a la acción de agentes de alteración externos, como las sales solubles, ciclos-térmicos y hielo-deshielo.

1.4 Orden memoria

Será aquí donde se haga una breve esquematización de la estructura que va a seguir este trabajo, en la que se tratan de forma resumida los temas a desarrollar en cada apartado:

- Introducción y objetivos: se tratará en un primer comienzo la introducción del proyecto a realizar, donde mediante una breve contextualización en la sociedad actual y la importancia de su repercusión, se encaminará el comienzo del mismo. Además, se expondrán los objetivos principales a cumplir y una breve explicación de lo que ha motivado la elaboración del trabajo.
- Estado del arte: Este segundo capítulo irá enfocado a la descripción del principal elemento utilizado en el proyecto, el mortero, además de sus características y tipos y también incluirá el estudio y análisis de los aditivos utilizados, es decir, de los materiales de naturaleza parafínica y de su característica principal como es el almacenamiento de energía, aparte de su comportamiento al añadirlos a los elementos primeramente mencionados.
- Desarrollo: En este apartado se explicará de forma inicial los tipos de mortero utilizado, además de las características del material de cambio de fase elegido para los ensayos. También se procederá a explicar cada uno de los métodos experimentales y explicaciones teóricas de los ensayos que se han realizado.
- Resultados: Capítulo que recoge todos los análisis y explicaciones pertinentes a los distintos ensayos realizados y explicados en el apartado anterior. Se expondrán e interpretarán todos los detalles de los diagramas y estudios elaborados.
- Conclusiones y líneas futuras: Se determinarán los resultados obtenidos en ideas y puntos principales a alcanzar, y que sean de interés para estudios y proyectos futuros. Se reflejarán las distintas ideas de innovación que hayan sido planteadas durante este trabajo.
- Bibliografía: Apartado donde se expondrán todos los documentos, informes, trabajos y tesis referenciadas en la memoria y sobre los que se ha apoyado.
- Anexos: documentos ampliatorios y detallados de temas y resultados que están implicados en el trabajo.

2 ESTADO DEL ARTE

2.1 Almacenamiento de energía térmica

2.1.1 Generalidades

Tal y como se está viendo afectada actualmente la sociedad por el encarecimiento de la energía y la dependencia de los combustibles fósiles tradicionales en la parte de generación (cuya fuente de origen en muchos casos se encuentran en manos de países no del todo democráticos), junto con la creciente demanda energética que exige la sociedad, es fundamental, y así lo recoge la ONU en el objetivo 7 de su agenda de desarrollo sostenible, la búsqueda de sistemas de producción y otras fuentes energéticas que garanticen el suministro y reduzcan la emisión de contaminantes, en definitiva, mejorar la eficiencia energética[5]. En este proyecto, se analizará una de esas variantes o sistemas alternativos, basado en el almacenamiento de energía térmica.

Los sistemas de almacenamiento de energía (SAE) son utilizados más frecuentemente en procesos industriales y de edificación, donde la demanda energética es dinámica y puede verse afectada por fluctuaciones periódicas [6]. La utilización de estos sistemas SAE, es una opción favorable para mitigar el margen que existe entre la demanda y el suministro energético, al hacer uso del calor excedente.



Figura 2-1 Tipos de almacenamiento de energía según material [7]

La utilización de este tipo de materiales nos aporta características tan particulares como el almacenamiento de energía. Dota de una serie de beneficios a las estructuras y a otros materiales a los que se añaden, como por ejemplo: disminuye el consumo energético y los costes de otros sistemas de producción de energía, así como mejorar la capacidad de almacenar esa energía procedente de diferentes fuentes [8].

En cuanto a las formas de almacenamiento de energía térmica (TES), se identifican tres (Figura 2-1): en forma de calor latente (LHS), por medio de las reacciones termoquímicas (TQS) o en forma de calor sensible (SHS).

2.1.2 Almacenamiento mediante reacciones termoquímicas (TQS)

Este sistema o forma de almacenamiento de energía térmica se basa en el aprovechamiento del calor como fuente de energía principal, concretamente de la energía solar. Todo con el objetivo de producir así una serie de reacciones químicas de naturaleza tanto endotérmica como exotérmica, y a su vez reversibles. Esta última, es una condición indispensable en este sistema, logrando tres procesos o etapas fundamentales [9].

- **Carga:** Proceso que pertenece a las TQS, por el que mediante una reacción endotérmica se usa la energía absorbida para la disociación del material inicial.
- **Almacenamiento:** Proceso perteneciente a las TQS, por el que son almacenados los productos de dicha reacción a condiciones ambientales de forma que no existan pérdidas.
- **Descarga:** En esta etapa del proceso total de las TQS y como última de todas ellas, se lleva a cabo la liberación de la energía mediante la reacción exotérmica originada.

2.1.3 Almacenamiento en forma de calor sensible (SHS)

En este tipo de sistemas se lleva a cabo una variación de temperatura, partiendo de un medio en estado sólido o líquido, para almacenar la energía térmica. Toda ella dependerá del cambio de temperatura, del calor específico del medio en el que se esté tratando y la masa que posea el medio de almacenamiento.

Será precisamente en este tipo de procesos para el almacenamiento de energía térmica donde todo el calor almacenado será directamente proporcional al calor específico, la densidad, el volumen y a la variación de temperatura del material de almacenamiento [10].

Deben existir una serie de parámetros y condiciones a cumplir por el medio de almacenamiento que han de analizarse y comprobarse para cumplir uno de los objetivos principales, la demanda energética. Éstos quedan reflejados en la Figura 2-2.



Figura 2-2 Requisitos del medio de almacenamiento

2.1.3.1 Almacenamiento SHS mediante líquido

La búsqueda de un líquido que presente la mayoría de las características fundamentales en cuanto a disponibilidad en el medioambiente, el carácter económico que afecta claramente a su adquisición, y un calor específico elevado en comparación a otros materiales, se hace efectivo con la utilización del agua como medio de almacenamiento de energía térmica. Sin embargo, su uso presenta el inconveniente de la corrosión frente a determinados materiales.

Aparte de la utilización de otros líquidos o sustancias para esta función, y de la dependencia del lugar donde se esté llevando este estudio, este medio está siendo utilizado de forma recurrente en muchos países para las distintas funciones elementales en el caso de las viviendas. Es el caso de otras sustancias excepcionales, como las sales fundidas, que tienen como principal característica, su posible utilización y manejo en rangos de temperatura que pueden llegar a rondar los 300°C [11].

2.1.3.2 Almacenamiento SHS mediante sólido

A diferencia del método descrito anteriormente, en este caso el material empleado para el almacenamiento de energía se encuentra en estado sólido. Esto aporta una serie de ventajas, tales como su coste por unidad de energía almacenada, pero también algún que otro inconveniente, como su menor capacidad de almacenamiento [12].

La metodología llevada a cabo en este proceso, y en concreto, en este método, es su funcionamiento. Éste se basa en el paso de un fluido a través de un material o medio sólido, almacenando en el medio sólido la energía transferida por el líquido.

2.1.4 Almacenamiento en forma de calor latente (LHS)

Como introducción a este método, se define el calor latente como la cantidad de calor que una sustancia o material necesita para su paso de estado sólido a estado líquido, o para su paso de estado líquido a estado gaseoso. De esta forma se produce una alteración o modificación de su estructura molecular. Por ello, sabiendo que cada material necesita de una determinada temperatura para esa cantidad de calor, la energía que queda almacenada en el material cuya estructura molecular, su estado de hidratación o su fase han sido modificados, se define como calor latente [13].

La ecuación que obedece el comportamiento o liberación de energía se define como:

$$Q = m \cdot \Delta h_f$$

Donde se establece que el calor liberado o almacenado Q es directamente proporcional al producto de la masa m por la entalpía o calor latente del cambio de fase Δh_f en cualquiera de los estados posibles (Figura 2-3).

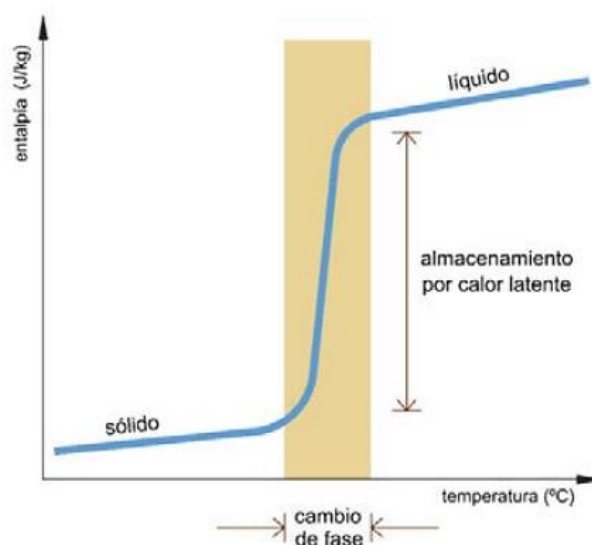


Figura 2-3 Relación temperatura – entalpía [11]

Este sistema presenta una serie de ventajas y desventajas (Tabla 2-1), que varían en función de la modificación de uno de estos tres parámetros: Estructura molecular, estado de hidratación o fase.

Ventajas	Desventajas
Mayor densidad de Almacenamiento	Baja conductividad térmica
Reducción de pérdidas energéticas debido a variaciones de T^a	Mayores tiempos de carga y descarga
Capacidad de selección de la T^a de trabajo	Limitación de cantidad de energía a extraer
Cambios de estado a T^a constante	
Energía acumulada superior en este sistema	

Tabla 2-1 Ventajas e inconvenientes de la acumulación térmica por calor latente [6]

Los 3 posibles cambios de fase existentes son: Sólido-sólido, sólido-líquido y líquido-gas. La última fase (líquido-gas) es el que presenta mayor densidad energética y ocasiona una variación del volumen de material que supone ser inútil para el almacenamiento térmico latente en el ámbito de la edificación. En contraposición, el primer proceso se caracteriza por un elevado calor latente y no acarrea problemas de control de presión por aumento de volumen, haciendo que sea la opción para el almacenamiento de energía por calor latente más utilizada [14].

Para que un sólido pase a líquido, tiene que adquirir una determinada energía que le permita superar las fuerzas de cohesión a las que está sujeto. A esta energía se le denomina calor latente de fusión y hace referencia a la entalpía o diferencia de energía térmica entre las fases [6].

En cuanto a la energía térmica, se ha de definir como la energía de vibración, medida mediante la temperatura, que originan las distintas fuerzas de cohesión causadas por la cercanía de los átomos que las forman. En el estado sólido, las moléculas vibran entorno a posiciones fijas de equilibrio, a diferencia del estado líquido, donde estas han de mantenerse entre esos lugares de equilibrio [6].

Este tipo de almacenamiento hace uso de la entalpía presente en el cambio de fase durante la alteración molecular del material, y hace que la temperatura se mantenga constante con el

almacenamiento de energía. Esto dota de una gran utilidad a estos materiales y permite su utilización frecuente en varias áreas del sector industrial. En el almacenamiento y transporte de energía térmica, la refrigeración y transporte de productos alimentarios, farmacéuticos o médicos, la protección térmica de diferentes componentes y circuitos de carácter electrónico, la climatización pasiva, la industria textil y en el aislamiento de edificaciones de construcción bioclimática.

2.2 Materiales de cambio de fase (PCM)

2.2.1 Generalidades

Actualmente existen gran cantidad de materiales con la capacidad de almacenar energía en las diferentes formas que se han descrito con anterioridad, ya sea por calor latente, calor sensible o mediante reacciones termoquímicas.

Fue alrededor de la década de los años 70, cuando se generó una conciencia de búsqueda de materiales de origen natural, con el fin de aprovechar la energía y para lograr así, un aumento de la eficiencia energética. Estos materiales tienen multitud de aplicaciones en las edificaciones, dependiendo de las necesidades de cada una. Entre algunos de los usos de los PCM se encuentran [15]:

- Proporcionar refrigeración urbana, con temperaturas de transición más bajas que las ambientales.
- Amortiguar las oscilaciones térmicas en los diferentes edificios, con temperaturas de transición muy cercanas a las ambientales.
- Almacenar la energía térmica solar para usos en cortos periodos de tiempo o estacionales, con temperaturas de transición más altas que las ambientales.

De forma que se puede establecer una clasificación de los distintos materiales de cambio de fase en función de esa temperatura, con el fin de medir la capacidad de cada uno de ellos para almacenar energía por calor latente (Figura 2-4).

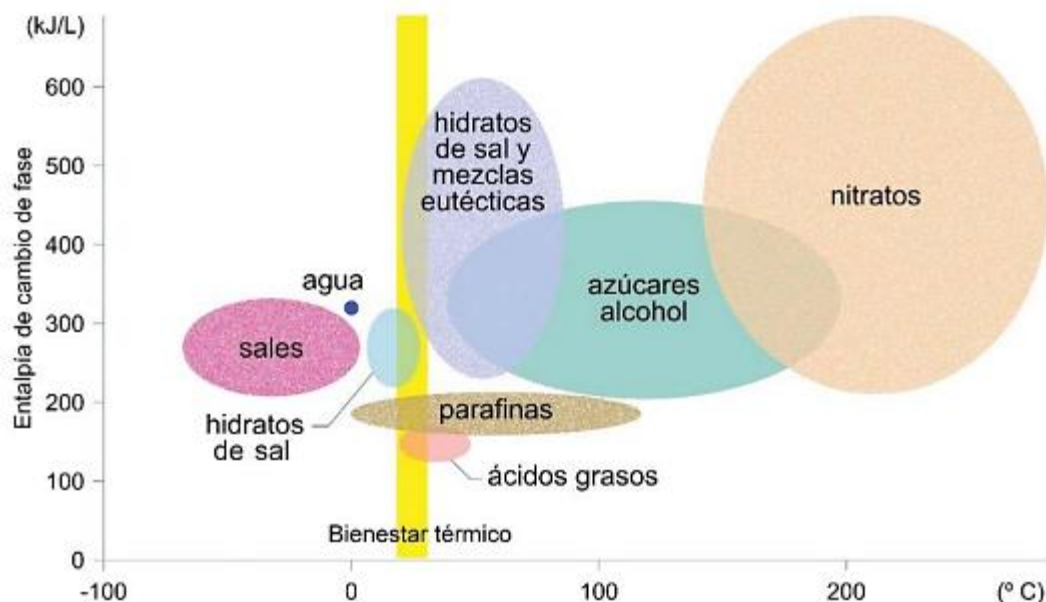


Figura 2-4 Materiales PCM según entalpía y temperatura de fusión [11]

2.2.2 Clasificación

Atendiendo a su origen, estos materiales pueden clasificarse en tres tipos: PCM orgánicos, PCM inorgánicos y mezclas eutécticas (Figura 2-5) [16].

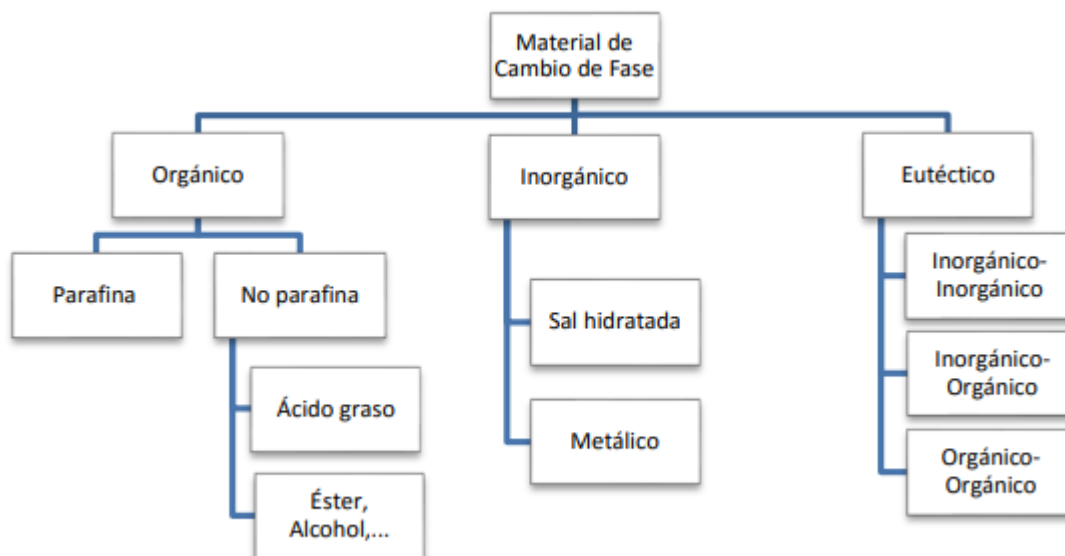


Figura 2-5 Clasificación PCM [17]

2.2.2.1 Orgánicos

Los PCM orgánicos presentan unas particularidades que los convierten en materiales muy útiles para el almacenamiento de calor latente (Tabla 2-2), y sobre todo en su aplicación en elementos pertenecientes a la construcción. Especialmente, sustancias como las ceras, grasas y sus ésteres, son recomendados como acumuladores [18].

Orgánicos	Inorgánicos
Estabilidad térmica y química	Elevada conductividad térmica
No corrosivos	No inflamables
No sufren subenfriamiento	T ^a de cambio de fase definida
No necesitan agente nucleador para solidificar	Densidad almacenamiento térmico elevada
Fáciles de usar	Generalmente de bajo coste económico
Reciclables y ecológicamente inocuos	Reciclables y biodegradables

Tabla 2-2 Comparación PCM orgánicos e inorgánicos [19]

La mayoría de los inconvenientes que presentan estos materiales han sido erradicados o alterados con el fin de mejorar sus cualidades. Como el envejecimiento por oxidación de los PCM, que puede solucionarse usando el oxidante adecuado, y otra serie de defectos de menor índole como las reacciones con productos encargados de la hidratación del hormigón, el hidróxido de calcio, o los cambios de olor y volumen apreciables.

Parafinas

Estas sustancias están compuestas por cadenas directas de hidrocarburos, principalmente por un alcano sólido refinado (Figura 2-6). Su punto de fusión está estrechamente relacionado con el número de átomos de carbono que se encuentren dentro de la estructura del propio material. De forma general se establece que, a mayor longitud de la cadena de hidrocarburo, más elevada será la temperatura de fusión de calor.



Figura 2-6 Parafina de calor latente [20]

Están formadas por dos grados o rangos de enfriamiento:

- Rango estrecho para breve periodo de tiempo.
- Rango extenso para amplio periodo de tiempo.

Ambos, se deducen como la transición a amorfo-sólido, y de este último a cristalino-sólido, respectivamente. Será durante cada una de estas transiciones cuando se almacene en la sustancia parte del calor latente total de fusión. Es muy importante conocer la diferencia entre el rango de temperatura de congelación medido experimentalmente y el teórico, debido a su aplicación en los sistemas de almacenamiento de calor latente [21].

Las parafinas al alcanzar su punto de fusión, sufren una alteración en su estructura cristalina en forma de aguja, volviéndose maleables y de textura suave. Sin embargo, cuando la temperatura del material se encuentra por debajo de la temperatura de fusión, se produce una alteración en su estructura de forma que se vuelve dura y frágil, con cristales de forma discal.

En cuanto a las aplicaciones que pueden darse a la parafina se encuentra en sistemas comunes de las viviendas y otras edificaciones, tales como los sistemas de calefacción y refrigeración pasiva, donde se aplican más comúnmente las parafinas comerciales y las ceras de parafina, ya que, como se ha explicado anteriormente, su temperatura de fusión lo permite.

Ácidos grasos

Son aquellas sustancias que son derivadas de varios productos, entre los que se encuentran tanto de origen vegetal como animal. En cuanto a su situación química, son estables con una determinada longitud de la molécula, que afecta en gran medida y directamente, a su temperatura de fusión. Son el caso de los ácidos palmíticos, cápricos, caprílicos y el ácido láurico. A lo largo de la historia se han ido haciendo reformas y modificando sus propiedades químicas de manera que se vayan superando las limitaciones que se van presentando, como la capacidad de producir ácidos grasos con temperaturas de cambio de fase entre el 6°C y los 70°C [22].

De forma general, poseen unas propiedades térmicas, en cuanto a puntos de fusión y congelación, que, junto al amplio rango de temperatura de refrigeración adecuado, no permiten que se produzca subenfriamiento en la mayoría de los casos. Es por ello que su uso principal está enfocado a su instalación en interiores. Pese a sus características favorables, su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica por calor latente no se ha llevado a cabo, ya que el coste económico que suponen es elevado. Hoy en día, algunas de las limitaciones que presentaban estos materiales han sido solventadas [23].

Actualmente son los bio-PCM, los más utilizados de este grupo de PCM orgánicos, y poseen una densidad de almacenamiento equivalente a la de las parafinas, siendo hidrocarburos hidrogenados

químicamente estables, de fácil biodegradación y menos inflamables. Se obtienen de la misma forma que otros ácidos grasos del mismo tipo; a partir de grasas animales y vegetales, que pueden deducirse de otros productos procedentes de la industria agrícola, de los alimentos o de productores de biocombustibles [24].

2.2.2.2 Inorgánicos

Sales hidratadas

Están formadas principalmente, y como bien indica su nombre, por sales que presentan en su composición moléculas de agua, de forma que cuando tiene lugar la cristalización, la sal inorgánica se fusiona con las moléculas de agua en una matriz cristalina. En cuanto a sus características, destacar su bajo coste y su capacidad para almacenar calor, en comparación con otros materiales, lo que las hace óptimas y eficientes para su empleo en sistemas de almacenamiento de energía solar. Su alta densidad, es beneficiosa para su aplicación en tareas de la construcción, refrigeración pasiva y activa, en elementos de pared y aires acondicionados.

A pesar de los aspectos favorables mencionados, estos materiales presentan algunos inconvenientes, que han requerido de su investigación y especial atención hacia la mejora o eliminación de estos defectos, como la corrosión, la inestabilidad, la tendencia al subenfriamiento o la dificultad de resolidificación.

Se suelen aditivar para la mejora de sus propiedades y de su rendimiento, como la realización del cambio de fase a temperatura constante y la repetición del ciclo o del proceso durante largos periodos de tiempo sin alterar así su estructura física o química. El sulfato de sodio ha sido la sal más utilizada [25].

Metales

Están formados por metales puros y aleaciones. Debido a su peso, no pueden ser utilizados para las mismas funciones que los PCM habituales. Sin embargo, es una ventaja para aquellas que necesitan de materiales con alta densidad, ya que presentan un elevado calor de fusión por unidad de volumen y elevadas conductividades [26].

2.2.2.3 Mezclas Eutécticas

Un material eutéctico es una combinación de carácter estable de dos o más materiales de cambio de fase donde cada uno de ellos se funde y solidifica de forma adecuada. Este tipo de materiales presentan una alta estabilidad en estado líquido, una temperatura de fusión muy precisa y algunas mezclas poseen una capacidad de almacenamiento de energía térmica mayor que las parafinas y las sales hidratadas. Además, pueden ser fáciles de aplicar en superficies de naturaleza porosa [27].

2.2.3 PCM en edificaciones

Existen dos formas principales de aplicar los materiales de cambio de fase en el ámbito de la edificación:

- Activa: Se aditiva los PCM en elementos activos de la construcción, es decir, los que tienen la necesidad de obtener energía para su funcionamiento, tales como los sistemas de aire acondicionado o calefacción, los tanques de almacenamiento de agua caliente, placas solares, entre otros. En todos ellos, la energía térmica se almacena de una forma totalmente independiente a la edificación. Los sistemas de acumulación de energía térmica por calor latente o TES, usan esa energía a demanda o en búsqueda de un equilibrio energético entre lo requerido en el edificio y el suministro.
- Pasiva: Se produce en elementos pasivos de la construcción, definidos por su principal objetivo, conseguir un acondicionamiento y confort óptimo sin que exista consumo energético de una fuente externa. De esta forma, la energía térmica es almacenada y se libera

de manera automática cuando la temperatura del interior o exterior no es equivalente a la temperatura umbral o punto de fusión del material de cambio de fase. Este puede ser aplicado en muros o paredes que estén compuestos por materiales diferentes. Y es por ellos y su capacidad para acumular y liberar calor a temperatura constante, por lo que se pueden reducir las amplias variaciones de temperatura y obtener así una estabilidad y eficiencia energética [28].

2.2.3.1 PCM en materiales de construcción

Con el objetivo de mejorar el confort térmico en los edificios, se puede almacenar energía en las paredes, techo y suelo de los edificios, añadiendo a todos estos, materiales de cambio de fase (Figura 2-7). La incorporación de los últimos a los materiales de construcción se puede realizar de diferentes formas.

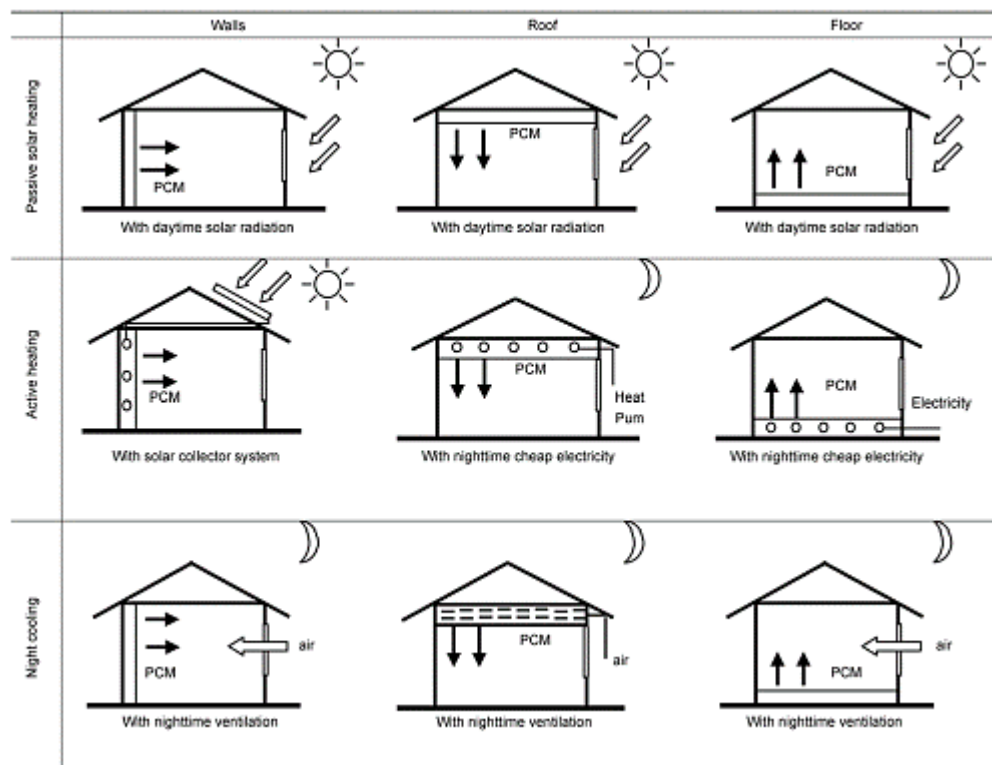


Figura 2-7 Aplicaciones en la construcción [7]

Aplicación Directa

En este método, los PCM en estado líquido o en granos sólidos, son añadidos de forma directa a los materiales de construcción como un elemento a mayores en su fase de producción de materiales, como es el ejemplo de la fabricación de placas de yeso o el hormigón.

La resistencia que presentan estos materiales, se verá influida en función de las composiciones, de forma que, como ocurre con la resistencia de las placas de yeso, ésta no disminuye de forma considerable si poseen menos del 20% del peso de material de cambio de fase.

Encapsulado

La aplicación de los materiales de cambio de fase en los materiales de construcción, y en concreto los de tipo sólido-líquido, ha supuesto una serie de factores desfavorables que han llevado a la utilización de los soportes o encapsulación. Es por ello que el encapsulado de estos materiales ha sido durante años objeto de estudio e investigación, obteniéndose así dos métodos principales [29]:

- **Microencapsulado:** Se trata de un proceso físico-químico que se ocupa de envolver partículas de pequeño tamaño en estado sólido o líquido con una cápsula sólida (Figura 2-8). Esta cápsula posee un tamaño de entre $1\mu\text{m}$ y $100\mu\text{m}$ y generalmente es un polímero de forma esférica. Entre sus funciones básicas se encuentran, evitar las pérdidas de material, problemas de estabilidad estructural y problemas estéticos, decoloración y difícil adherencia de pinturas. También son capaces de no producir corrosión, separar el PCM con el medio y el material, permitir un óptimo flujo de energía térmica y proporcionar estabilidad estructural y hacer más fácil su utilización y fijación.

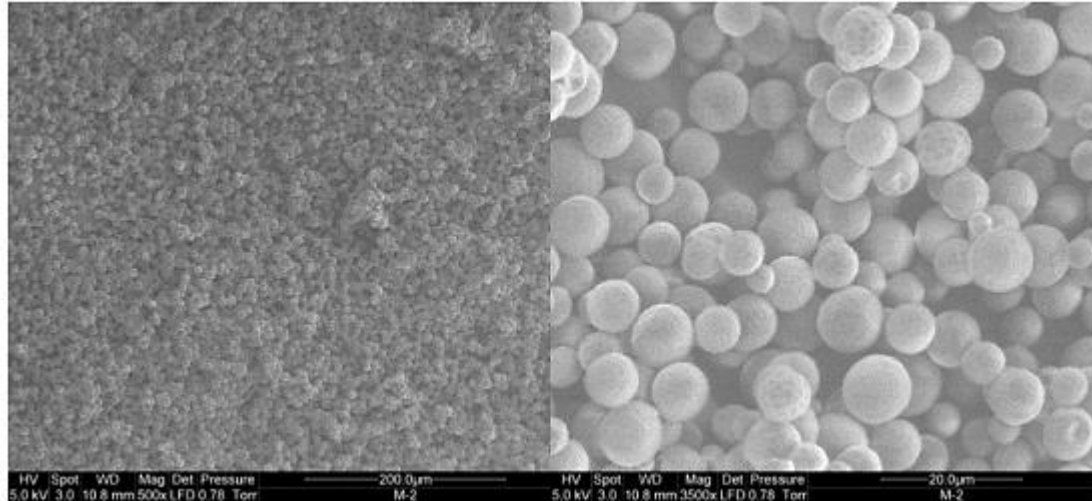


Figura 2-8 PCM microencapsulado [30]

- **Macroencapsulado:** Consiste en el empaquetamiento del PCM mediante elementos de diferentes formas, tales como tubos, esferas, paneles y demás recipientes que serán añadidos a los materiales de construcción (Figura 2-9). Estos pueden ser de diferentes colores y son capaces de regular las temperatura [30].



Figura 2-9 Cápsulas esféricas de acero inoxidable y cilindros [17]

Inmersión

Consiste en un método que fue diseñado principalmente para aquellos materiales de estructura porosa, como los ladrillos, las placas de yeso y los bloques de hormigón. Estos se sumergen en el PCM fundido, en estado líquido, y lo absorben de forma que va rellenando los poros del material por capilaridad. Una vez finalizado esta fase de relleno, el material se deja enfriar hasta que el PCM se solidifica.

Este es un proceso que se ve afectado por diferentes factores, como la temperatura de fusión, la viscosidad del material y el tamaño de los poros. La estructura que presenta algunos de estos materiales hace que los materiales de cambio de fase puedan ser obturados por el material principal

a causa de la tensión superficial existente. Sin embargo, materiales de cambio de fase como los ácidos grasos, es necesaria su encapsulación y protección para evadir las posibles fugas [17].

2.3 Morteros

2.3.1 Generalidades

Hoy en día los morteros de cemento han sustituido a los morteros de carácter tradicional, haciendo que la cal pase a ocupar un plano secundario y por tanto los conocimientos y aplicaciones sobre la misma.

El mortero se define como una masa o mezcla de aglomerante inorgánico, como pueden ser la cal, el cemento o el yeso, con arena y agua en diferentes proporciones. Éste presenta diversos usos, puede ser utilizado como elemento de unión de diferentes materiales de construcción como bloques, ladrillos o piedras, o también para el enlucido de paredes interiores o fachadas exteriores [31]. Todo ello es posible gracias a sus buenas propiedades, tales como la durabilidad, seguridad en su empleo y sobre todo, la amplia resistencia que tienen tanto a compresión como al fuego, siempre y cuando sus propiedades mecánicas, químicas y físicas no se vean alteradas por la aditivación de algún otro material.

2.3.2 Componentes de los morteros

2.3.2.1 Aglomerantes

Constituyen uno de los elementos principales de los morteros y tienen como función primaria la unión correcta de los diferentes elementos estructurales de los que está formado una edificación o construcción. Todo ello con la condición indispensable de estar formados por partículas finas, y en comparación con el resto de elementos, ser más reactivos químicamente. Entre los más frecuentes en el ámbito de la construcción se presentan los siguientes.

Cal

Este elemento ha sido el más utilizado en cuanto a la fabricación de morteros tradicionales se refiere, al actuar como endurecedor. Según la norma UNE 80-501-93, incluye las formas tanto físicas como químicas de distintas variedades que pueden encontrarse en los óxidos e hidróxidos de calcio y magnesio. La cal se extrae de la cantera, y hasta que es utilizada, sufre una serie de procesos denominados “Ciclo de la cal” (Figura 2-10). Durante este proceso se lleva a cabo una calcinación de la propia piedra caliza con el objetivo de obtener así la cal viva; para posteriormente realizar su apagado con un fluido como es el agua, para obtener en este caso la cal apagada. Al entrar en contacto con el dióxido de carbono procedente de la atmósfera, reacciona dando lugar a la calcita [31].

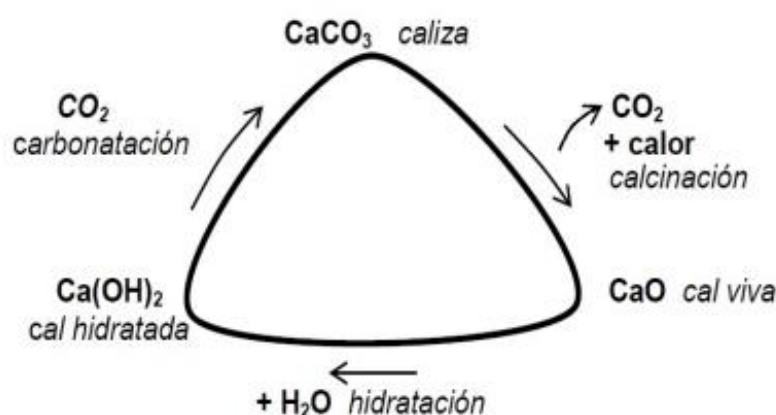
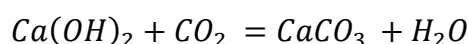
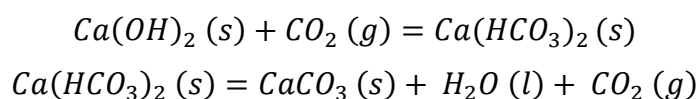


Figura 2-10 Ciclo de la cal [32]

Unos de los procesos que tienen lugar en el conformado de los morteros de cal es la carbonatación. La función principal de ésta es el fraguado del mortero, lo cual engloba la fase de endurecimiento lento por secado y la reacción irreversible que se lleva a cabo con la atmósfera. El dióxido de carbono presente en ella, provoca una reacción con el hidróxido de calcio de la mezcla para dar lugar al carbonato cálcico, lo que implica la formación gradual de cambios en la microestructura del mortero. Dependiendo del nivel o grado de cristalinidad de ese carbonato, se pueden distinguir tres clases de modificaciones cristalinas distintas, siendo la calcita la más estable, y luego las restantes fases metaestables como son la vaterita y el aragonito [33].

Sin embargo, de forma experimental mediante varios análisis y mediciones se ha podido comprobar que la reacción ocurre muy lentamente en ausencia de agua. Es por ello que, en presencia de esta, la disolución de las partículas de hidróxido cálcico es mucho más fácil. Da lugar a una solución saturada y una pasta capaz de absorber moléculas de dióxido de carbono para formar carbonato cálcico [34].



Existen factores presentes en el medio que pueden afectar a este proceso de carbonatación. Es el ejemplo de la permeabilidad del medio, como característica del entorno que afecta de manera directa en la fase de intercambio de vapor de agua y dióxido de carbono. Se estaría ve claramente favorecida en el caso de la existencia de una elevada permeabilidad, puesto que la formación de carbonato cálcico se incrementa en volumen entorno al 35% en el caso del hidróxido calcio y en un 44% en el caso del hidróxido magnésico. De esta forma los poros se amoldan entre sí y se observa una clara tendencia del mortero a reducir su propia permeabilidad convirtiéndolo en un proceso autolimitante.

Existen además otros factores que afectan directamente sobre los materiales, y, por tanto, influyen también al proceso. Es el caso del espesor del material, por el que la carbonatación se lleva a cabo desde el exterior hacia el interior del mortero a través de los poros; y de la estructura porosa del material, ya que el dióxido de carbono se extiende por medio de los poros haciendo que exista una circulación de aire. Se deduce así la alta relación existente entre una alta porosidad y un consecuente enriquecimiento concreto de hidróxido de calcio [35].

Para concluir, es de mención la existencia de un parámetro utilizado para la medición del proceso de carbonatación o indicación de equilibrio con la atmósfera de la solución de carbonato cálcico, la variación del pH. Con esta propiedad se puede comprobar el grado de carbonatación, ya que el pH es utilizado para el análisis de la alcalinidad o capacidad para reducir ácidos de forma que, a mayor pH, mayor será la alcalinidad.

Se obtienen mediante este proceso, los morteros de cal en sus diferentes variantes y en función de los componentes de la misma se pueden distinguir algunos de los principales tipos.

- *Mortero de cal aérea*

Este tipo de cal es el material dentro de los aglomerantes, que está formado principalmente por óxido o hidróxido de calcio, aunque también puede estar incluido el magnesio, y el cual, tiene como característica peculiar la de endurecerse una vez ha sido amasado con agua y expuesto al aire por medio de la acción del anhídrido carbónico. Es obtenido mediante calizas de carácter muy puro y el endurecimiento anteriormente mencionado ocurre de forma extremadamente lenta produciéndose una reducción de volumen de gran calibre en los morteros que han sido elaborados con este material [36].

Son clasificados según la norma UNE 80-501-93, y son categorizados en función de su composición química y de su contenido en agua.

Atendiendo a la composición química se pueden encontrar 2 tipos de cal destacables:

- Cal grasa, que se define como la cal aérea compuesta como máximo por un 5% de óxido de magnesio. La caliza empleada ha de ser muy pura y entre sus principales aplicaciones se encuentran los blanqueos y acabados.
- Cal dolomítica o magra (cal gris). A diferencia de la anterior posee más de un 5% de óxido de magnesio sobre muestra calcinada, y el sumatorio de óxidos de calcio y de magnesio ronda el 60% como máximo. Como principales aplicaciones tienen los trabajos toscos y su uso en morteros de asentamiento de fábricas.

Atendiendo al contenido de agua se distinguen otros dos tipos:

- Cal en polvo, que se caracteriza por ser cal apagada donde el agua que ha sido añadida durante la hidratación de la misma, consta de un carácter esencial para la formación de hidróxido aportando un aspecto en forma de polvo.
- Cal en pasta, también cal apagada que ha sido mezclada durante su fase de hidratación con un exceso de agua respecto a la cantidad necesaria para la formación del hidróxido. Se puede obtener de dos modos, el primero mediante el apagado de la cal viva y un exceso de agua, y el restante, como una mezcla de cal anteriormente apagada y agua. Esta aporta un aspecto pastoso, haciendo mención a su nombre.

▪ *Mortero de cal hidráulica*

Este material es un tipo de aglomerante en forma de polvo y está compuesto por suficiente cantidad de agua. Se obtiene a partir de la calcinación de calizas a temperaturas muy elevadas que rondan los 1300°C y que contienen una serie de impurezas (sobre el 20%), o también mediante la mezcla de arcillas y caliza pura molida. Se someten a elevadas temperaturas llegando a alcanzar casi la fusión, para dar lugar al óxido cálcico indispensable para su hidratación y que, a su vez, se originen una determinada cantidad de silicatos de calcio deshidratado que aportan a sus compuestos cualidades hidráulicas. Este tipo de cal en morteros, tras ser amasadas con agua, se endurecen en el aire y agua, obteniendo así dos clases bien diferenciadas [32].

- La cal hidráulica de bajo porcentaje en magnesia, cuyo contenido de óxido magnésico sobre la muestra calcinada no sobrepasa el 5%.
- La cal hidráulica de alto porcentaje en magnesia, cuyo contenido de óxido magnésico sobre la muestra calcinada es mayor del 5%.

En cuanto a los procesos físico-químicos que tienen lugar en la cal hidráulica, no difieren de los ya citados anteriormente en los morteros de cal aérea. Concluyendo que en este proceso es deseable e incluso indispensable la existencia de aire, a expensas de una correcta hidratación para este conglomerante en particular [37].

Yeso

El yeso es un aglomerante que ha sido utilizado desde hace ya mucho tiempo atrás, debido a su capacidad para aguantar menor temperatura antes de su calcinamiento, mucha menos que la de otros aglomerantes. Procede del sulfato cálcico hidratado o piedra de yeso cocida, que era molida y finalmente mezclada con agua para dar lugar a una piedra de yeso. A este proceso, al igual que se contempla con la cal, se le conoce como ciclo del yeso. Antiguamente era utilizado en revestimientos de paramentos, así como en la fabricación de morteros de construcción.

En cuanto a las propiedades más destacables del yeso se encuentra que es un buen aislante térmico y acústico, presenta una buena adherencia a distintos tipos de soportes, es capaz de soportar temperaturas muy altas sin que sus características se vean alteradas, aunque no es buen resistente ante agentes atmosféricos diversos, causa de su elevada solubilidad. Por ello no es utilizado en exteriores.

Sobre su clasificación se pueden encontrar diferentes tipos de yeso en función de su temperatura de cocción y en función de su finalidad.

Cemento

Este tipo de aglomerante, al igual que sus anteriores, ha sido utilizado durante siglos e incluso desde las antiguas Grecia y Roma. Hoy en día se define como una mezcla obtenida a partir de caliza y arcillas calcinadas a altas temperaturas, convirtiéndose así en cal viva, y que, ligada químicamente con la arcilla, es denominado Clinker (principal componente del cemento). Este, se obtiene del tratamiento de una mezcla en forma de polvo y aditivada que se conoce como crudo, en un horno a elevadas temperaturas (Tabla 2-3).

Entre los principales elementos del cemento se encuentran el componente calcáreo o principal, que es empleado debido a su alto porcentaje en crudo, en rocas carbonáticas con una alta riqueza, alrededor del 75%. El corrector o compuestos secundarios, los cuales constan de un bajo porcentaje del crudo, y que proporcionan una serie de componentes químicos adicionales esenciales para la obtención de crudo de una calidad aceptable. Por último, yeso y anhidrita, que constituyen el regulador de fraguado [33], [38].

Sobre los tipos de cementos a mencionar, se encuentran el cemento Portland blanco, el cemento de albañilería, cementos aluminosos, cementos puzolánicos y por último los cementos resistentes a sulfatos.

Ventajas	Inconvenientes
Elevada resistencia mecánica y módulo elástico	Contienen sales solubles e iones libres
Elevada dureza	Tiempo, al no poder ser utilizado al momento de su construcción
Baja porosidad	Alta densidad y conductividad térmica. Humedades de condensación
Fraguado rápido	Elevada dilatación térmica

Tabla 2-3 Propiedades del mortero de cemento [36]

2.3.2.2 Áridos

Los áridos son los materiales inorgánicos utilizados para la fabricación o preparación de elementos como morteros u hormigón y se definen como el material pétreo natural o manipulado procedente de las canteras [39]. Tienen la misma transcendencia a nivel estructural que los aglomerantes y tienen como objetivo principal la estabilización del volumen, el relleno y el decremento de la retracción durante su fase de secado. También son capaces de proporcionar textura y color, además de ser duros, consistentes en el tiempo y no contienen impurezas que puedan perjudicar o dañar la estabilidad del mortero. Los áridos han de ser resistentes en cuanto a la parte física y químicamente inertes. La norma UNE 83-800-94 define a estos materiales como granulares que contribuyen al endurecimiento del mortero de forma activa [40].

Características texturales y composición

- **Granulometría:** Propiedad muy importante, ya que los áridos están clasificados o seriados en función del tamaño (Tabla 2-4). Esta clasificación se fundamenta con el objetivo de reducir los huecos y favorecer así, el empaquetamiento de las partículas y la acción de unir a los granos más finos con los más gruesos. En cuanto a los morteros tradicionales, gozaban de buenas propiedades resistentes a esfuerzos mecánicos y de durabilidad, debido a la gradación de tamaño del árido. En el caso del uso de granos finos, ha de tenerse en cuenta la reducción

de forma considerable de la permeabilidad del mortero y de la resistencia, y, por tanto, un aumento del riesgo de aparición de posibles fisuras.

Tipo de árido	Dimensiones (mm)
Morro	80-150
Grava gruesa	50-80
Grava media	40-60
Grava menuda	30-50
Gravilla	20-30
Garbancillo	5-20
Arena gruesa	2-5
Arena fina	0.05-2
Polvo	0.01-0.05

Tabla 2-4 Clasificación de los áridos [36]

- **Tamaño:** Este variará dependiendo del objetivo o función final que tenga el mortero. Los de tipo machaqueo son adquiridos por medio de plantas de clasificación y machaqueo que cuentan con molinos, norias de lavado y cintas destinadas al transporte y distribución del material en función de la granulometría.
- **Porosidad:** Característica que afecta considerablemente en el caso de los morteros ligeros, ya que el árido empleado tendrá una porosidad alta.
- **Forma y superficie:** En este tipo de materiales se pueden apreciar 6 tipos diferentes de superficies: lisa, vítrea, granuda, cristalina, cavernosa, y porosa. Las formas más adecuadas son las rugosas y de carácter angular que permitan la adhesión con la pasta.
- **Composición en minerales y química:** Todos y cada uno de los componentes de los áridos son determinantes para establecer una correcta durabilidad y calidad de los morteros, ya que pueden causarles imperfecciones. Entre los principales tipos de árido, atendiendo a su composición química, se encuentra, el árido silíceo, formado por arenas graníticas de cuarzo y de uso muy tradicional debido a la abundancia de la sílice en rocas, además de su dureza y resistencia química. También está el árido carbonatado, formado por calizas, dolomías y material fósil, que al igual que el caso anterior, ha tenido un uso muy tradicional, pero que proporciona una mejor resistencia mecánica a los morteros. Y por último agregados mixtos, que son la resultante de la mezcla de los 2 tipos descritos anteriormente. existen otra serie de minerales que pueden formar parte de la composición de la arcilla, tales como los óxidos de hierro, los sulfuros, los sulfatos o los compuestos de magnesio, que pueden aportar resistencia frente a ácidos.
- **Adherencia pasta-árido:** Las uniones entre estos dos materiales se verán alteradas y modificadas en gran medida, debido a la naturaleza, forma, textura y composición química del árido, y esto es debido a las uniones que tienen lugar en el proceso de carbonatación de los morteros.
- **Resistencia mecánica:** Esta dependerá de la resistencia del propio árido y de la resistencia de las uniones pasta-árido.
- **Durabilidad:** La reacción o comportamiento de los áridos a los ensayos de envejecimiento acelerado tal y como son el hielo-deshielo, la humedad-sequedad y los ciclos de choque térmico a una temperatura determinada, depende en gran medida del tamaño del árido, y

también pero en menor medida, de la textura porosa, la permeabilidad y de la resistencia a la tracción [36].

2.3.2.3 Agua

Es el último componente de los morteros y clave para su elaboración. El agua debe estar libre de partículas contaminantes y ser analizada previamente a su utilización, además de estar sujeta a una serie de determinados parámetros que ha de cumplir. Estos parámetros son: la acidez, el contenido de sustancias disueltas, el contenido en cloruros, sulfatos, hidratos de carbono y aceites y grasas.

2.3.2.4 Aditivos

En conocimiento de la norma UNE-83-200-84, los aditivos son definidos como las sustancias que producen la alteración deseada de algunas de las propiedades o comportamiento de los morteros, el hormigón o pasta en estado fresco o endurecido, a los que se han añadido. Al igual que muchos de los componentes de los morteros, los aditivos también vienen utilizándose desde hace ya épocas. Pero es en la época romana, donde se les concede o atribuye la propiedad de endurecerse cuando entran en contacto con el agua, o en presencia de humedad, además de incrementar su capacidad de resistencia a esfuerzos mecánicos mejorando su durabilidad. Hoy en día los aditivos son utilizados para mejorar de manera considerable todos los factores a petición del cliente, para la obtención del producto deseado.

En cuanto a los tipos de aditivos, existen tres grandes familias bien diferenciadas por su procedencia:

- Los aditivos inertes o no activos, que proporcionan una serie de propiedades y características particulares, como son la plasticidad, la adherencia y muchas otras sin afectar a otras cualidades del objeto, como el fraguado.
- Los aditivos activos, que son determinados materiales de origen natural o artificial que proporcionan una serie de propiedades hidráulicas, a la hora de endurecerse en presencia de humedad o cuando entran en contacto con el agua, y características puzolánicas, como consecuencia de la capacidad para establecer un determinado nivel de hidróxido cálcico a la temperatura común en presencia de agua y dando lugar a productos sólidos y con gran resistencia a esfuerzos mecánicos [36], [41].
- Los aditivos sintéticos fabricados por el ser humano, o de origen natural pero modificados por los mismos, como es el caso de las resinas.

3 DESARROLLO

3.1 Materiales

3.1.1 Morteros

Para la realización de las muestras, se ha empleado como matriz un mortero de cal, en concreto, de cal hidratada, la cual cuenta con una gran disponibilidad y ventajas a la hora de ser aplicada a este tipo de ensayos, como se puede ver en otros trabajos con el mismo objetivo o metodología. Este, está formado fundamentalmente por la cal hidratada como aglomerante, el árido y el agua, en el caso de los morteros convencionales (Sección 2.3.2).

Sobre el aglomerante utilizado, hidróxido de calcio CL-90-S (Figura 3-1), como aglutinante, compuesto por un alto contenido en óxido de calcio (90%) y óxido de magnesio, ha sido uno de los elementos principales para la fabricación de los morteros de cal y uno de los más utilizados en las actividades de la construcción. Como siguiente elemento, se ha hecho uso de la arcilla o arena de sílice, además del uso del agua para realizar la mezcla de todos los componentes.

Se han fabricado nueve muestras de diferentes tipos de morteros, en función del del % de material de cambio de fase. Dichas muestras, fueron realizadas en diversos moldes, en función del ensayo que se iba a realizar. Además, se hicieron más de las necesarias, por si surgían problemas con la rotura u otros ensayos.



Figura 3-1 Cal y Arena de sílice utilizadas

Para su elaboración, se realizó el pesado de la cal hidratada en polvo y se añadió la cantidad de agua necesaria para la obtención de una masa lo suficientemente homogénea. De manera proporcional a las cantidades anteriores, se añadieron, en función de las muestras, los porcentajes correspondientes de

material de cambio de fase, comentados más adelante, aparte de la muestra de referencia sin PCM (Tabla 3-1). Tras elaborar la mezcla anterior, y para facilitar la mezcla con el árido, éste se añade después siguiendo la relación de 3:1 respecto a la cal utilizada. Por último, se reparten las mezclas elaboradas por los distintos moldes.

	%PCM	Arena	Cal	Agua
Referencia	-	3Kg	1Kg	720g
PCM5	86g	3Kg	1Kg	735,48g
PCM10	172g	3Kg	1Kg	750,96

Tabla 3-1 Composición muestras. Referencia: sin PCM; PCM5 y PCM10: con 5% y 10% en peso de PCM, respectivamente.

Sobre las dimensiones de las distintas probetas elaboradas, se han elaborado muestras cubicas a partir de moldes de 5 cm de lado y muestras cónicas, a partir de moldes de 6,3 cm de diámetro.



Figura 3-2 Tipos de probetas utilizadas

Debido al encogimiento que se produce durante el proceso de endurecimiento y a las irregularidades superficiales de las muestras (Figura 3-2), se tomaron nuevamente las medidas de los morteros con pie de rey para obtener así una mayor precisión.

Su empleo en función del experimento, queda reflejado en la Tabla 3-2.

Tipo ensayo	Cónicas(Ø4,5xØ6,3x9x1cm)	Cúbicas(4,7x4,7cm)
TGA-DSC	Sí	
Cámara Térmica	Sí	
Porosidad		Sí
Hielo-deshielo	Sí	
Choque Térmico	Sí	
Alteración por sales		Sí
Resistencia mecánica		Sí

Tabla 3-2 Ensayos en función del tipo de probeta.

3.1.2 PCM

De entre los tipos de materiales de cambio de fase disponibles en los laboratorios del Centro Universitario de la Defensa, el criterio de selección sobre todos ellos, fue el que tuviera unas características óptimas, en concreto, una T^a de cambio de estado en un rango que fuera útil en el ámbito de la construcción.

Siguiendo esta premisa, en este proyecto se seleccionó el Rubitherm 35 (Figura 3-3), el cual se caracteriza por ser de origen orgánico y parafínico, y seleccionado según una serie de características notables frente a otros tipos de materiales de cambio de fase. En concreto, consta con un punto de fusión de entre 34-36°C, una capacidad calorífica de 240KJ/Kg y una densidad de 0,88Kg/l.

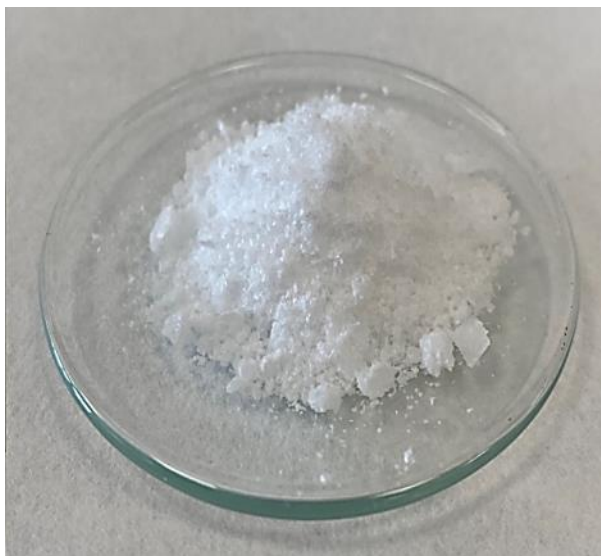


Figura 3-3 Material de cambio de fase Rubitherm 35 HC (RT35HC)

Sobre el PCM utilizado en las muestras de cada uno de los ensayos, de las seis muestras de cada uno de ellos, tres de ellas no irán aditivadas con material de cambio de fase (denominadas como referencias), otras tres llevarán en su composición un 5% en peso con respecto al aglutinante, y las tres restantes un 10%. El empleo de diferentes dosificaciones de PCM se realiza con el objeto de estudiar cómo influye la cantidad de PCM añadida en las propiedades de los morteros y también en sus respuestas frente a diferentes condiciones ambientales que se puedan encontrar una vez puestos en servicio.

3.2 Metodología Experimental

3.2.1 Caracterización del mortero de cal

Por medio de diferentes ensayos normalizados se pretenden determinar aquellas características principales de los morteros que van a tener una influencia directa en su comportamiento y en su durabilidad, tales como:

Porosidad accesible al agua

Según el ensayo de la norma UNE-EN 1936:2007: “Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación de la densidad real y aparente y de la porosidad abierta y total”. Con este método se pretende obtener información sobre el volumen de poros con un tamaño superior a 0,1µm, conectados entre sí y con el exterior. Este parámetro muestra que, a mayor porosidad accesible, mayor será la posibilidad por parte de los agentes externos de introducirse en el interior del material y alterarlo.

Para este ensayo se han empleado 6 muestras con forma cúbica por cada tipo de mortero y fueron secadas en la estufa a (70±5) °C hasta que la masa (M_d) fuera constante. Los pasos a seguir fueron los siguientes:

1. Se pesan las probetas (m_d) y se colocan en el recipiente de vacío. Mediante el compresor se reduce la presión hasta $(2,0 \pm 0,7)$ KPa que equivale a (15 ± 5) mm Hg y se mantiene la presión constante durante 2 horas.
2. Introducir agua a (20 ± 5) °C en el recipiente.
3. Cuando las probetas estén sumergidas, se restablece la presión atmosférica durante 5h.
4. Se pesan las probetas bajo el agua (m_h) y se seca rápidamente con un trapo húmedo. Se determina la masa (m_s) de la probeta saturada debajo del agua.

Siguiendo la norma UNE-EN 1015-10:2007 [42] se determina la densidad aparente mediante la ecuación siguiente:

$$D_B = \frac{M_d}{V_B}$$

Se define como el cociente entre el peso de la muestra una vez secada M_d , y el volumen aparente V_B .

Para calcular la porosidad abierta ρ_o (%), se utiliza la siguiente ecuación:

$$\rho_o = \frac{m_s - m_d}{m_s - m_h} \times 100$$

Donde, m_s es el peso de la probeta saturada, m_d es el peso de la probeta seca y m_h es la masa de la probeta sumergida.

Porosidad accesible al mercurio, distribución porosimétrica y tortuosidad

Esta propiedad se mide por medio de la técnica de porosimetría de intrusión de mercurio o MIT, y con ella se obtiene la densidad, la distribución y el volumen de poros que contiene la muestra. Su funcionamiento está basado en la relación entre el tamaño de los poros y la presión aplicada cuando se introduce el mercurio (Hg) en su interior.

El instrumento utilizado ha sido el porosímetro Micrometrics (Auto Pore IV 9500), que trabaja sobre muestras de volumen equivalente a 1cm^3 . Éste, consta de dos rangos de presiones, uno de baja presión (14 y 200 KPa) y otro de alta presión (0,20 a 225 MPa), para una medición de poros de un diámetro comprendido entre $360\mu\text{m}$ y $3,8\text{ nm}$ [43].

Este ensayo consiste en el aumento de forma progresiva de la presión, partiendo del vacío. A medida que aumenta la presión, el equipo registra el volumen de mercurio introducido en el sólido. Mediante la ecuación de washburn se halla el radio del poro, correspondiente con el volumen de mercurio que ha sido introducido a esa presión. De forma que la presión necesaria para que el mercurio penetre en los poros es inversamente proporcional a su apertura.

La caracterización de la porosidad a través de este método, nos ofrecerá unos datos con los que se podrá calcular la distribución de cada mortero y la tortuosidad de la red porosa.

La tortuosidad, es una medida de la complejidad geométrica de un medio poroso. Es una tasa que caracteriza la difusión de fluidos a través de una estructura porosa [34], [44].

$$\tau = \frac{V_i}{V_i - V_e}$$

Siendo V_i el volumen total de mercurio introducido en ml/g y V_e el volumen de mercurio retirado en ml/g .

Porosidad capilar

El siguiente ensayo sigue la norma UNE-EN 1925:1999: “Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación del coeficiente de absorción de agua por capilaridad” [45]. Se pretende verificar que el volumen de poros que presenta un material, sobre todo los utilizados en el ámbito de la construcción, es determinante a la hora de analizar el movimiento de agua de carácter ascendente. Éste tiene lugar en el interior de dichos materiales como es el caso de los cimientos o fachadas de los edificios.

Esta es una cualidad que se debe principalmente al efecto de la succión, y es fundamental en este tipo de materiales y en el uso que se les da, puesto que el ascenso de otros agentes que pueden ser de carácter destructivo puede producirse de forma similar, dañando su estructura. Cuando se habla de capilaridad, esta se refiere al incremento o decremento de líquido que tiene lugar en el interior de los poros del material que está levemente sumergido. Otra de las características que influyen en este fenómeno, es el tamaño de los poros, ya que este se produce en aquellos que tienen entre $0.1\mu\text{m}$ y $100\mu\text{m}$ de diámetro[46].

Se establece, por tanto, que a mayor volumen de poros de diámetro más reducido, mayor será la fuerza de succión en el interior del material, y en relación, la altura del frente capilar será también más elevada.

En cuanto al ensayo realizado en este trabajo, se han sumergido diferentes probetas, con distintos porcentajes de material de cambio de fase en su composición, sobre una fina rejilla para facilitar el máximo contacto, en una bandeja cubierta por una ligera capa de agua. Esta capa tiene que alcanzar aproximadamente 3mm de cada una de las muestras, y mediante una medición en determinados periodos de tiempo, se concluyen las curvas de capilaridad que se mostrarán en los resultados, teniendo en cuenta la velocidad de absorción.

Las probetas utilizadas, son dos sin PCM, dos con 5% de PCM y 2 con 10% PCM, siendo las marcadas por el prefijo 5 las del segundo tipo, y las marcadas por el prefijo 10 las del tercero (Figura 3-4).

En cuanto al proceso que se ha llevado a cabo, siguiendo los pasos establecidos en la norma UNE-EN 1015-18:2003, y consta de los siguientes pasos:

1. Limado de la superficie de la muestra sobre la que se va a apoyar en la bandeja
2. Secado de las muestras en la estufa a 75°C , hasta alcanzar peso constante.
3. Verter sobre la bandeja una capa de agua.
4. Colocar las muestras sobre la bandeja y ajustar el nivel de agua hasta que cubran aproximadamente 3mm de su superficie inferior.
5. Inmediatamente iniciar un temporizador y anotar el peso de cada una de las muestras de forma rápida y precisa, usando la balanza de precisión, en los tiempos de medición marcados por la norma.
6. Colocar de forma instantánea la muestra de vuelta en la bandeja y repetir a partir del paso anterior.

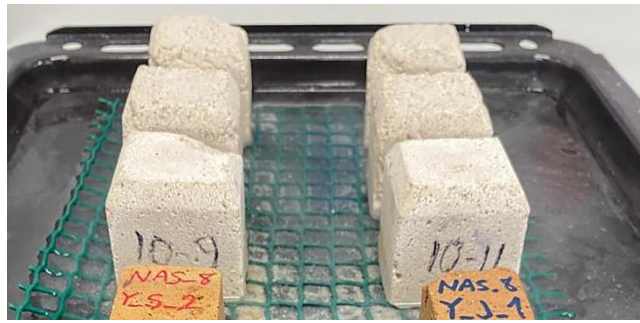


Figura 3-4 Muestras sometidas al ensayo de capilaridad

Ultrasonidos y anisotropía

En cuanto al método por ultrasonidos, se basa en la utilización de ondas ultrasónicas con una frecuencia determinada, con el fin de ver como se propagan a través de los diferentes materiales, en todos sus estados. Se trata de un END, o técnica de ensayo no destructivo, que permite conocer el interior del material, según las trayectorias de propagación que han seguido las ondas a lo largo del tiempo. Éstas, dependen de las discontinuidades que presente el objeto o material a tratar.

La norma utilizada ha sido la UNE-EN 14579:2005: “Métodos de ensayo para piedra natural: Determinación de la velocidad de propagación del sonido” [47]. La frecuencia utilizada en este ensayo fue concretamente la asociada a los transductores de 1MHz y 11,82 mm de diámetro, y se trata de medir y posteriormente analizar, el tiempo que tardan esas ondas en viajar desde el elemento que emite hasta el receptor [48]. Al igual que con los demás tipos de ensayo, y causa de las composiciones y estructuras, minerales y poros que tienen las muestras, influyen en cada una de las mediciones a realizar. Esto es, porque esa transmisión de ondas ultrasónicas se produce a una determinada velocidad, que viene alterada por todos los factores citados anteriormente. Se puede concluir, que a mayor porosidad en la estructura de un material, menor será la velocidad de propagación, en oposición a los materiales de estructuras menos porosas, que en cuyo caso, esta aumentará de manera exponencial [49].

Conociendo los distintos parámetros y leyes que afectan a las ondas acústicas, como el medio por el que viajan, la reflexión, la atenuación, el tiempo de tránsito y la frecuencia, pueden relacionarse directamente con las variaciones que sufren las muestras en cuanto a sus propiedades físicas, su dureza, su estructura o el grano del material [50].

Respecto a la anisotropía, se trata de la propiedad que posee un material para variar sus cualidades o características, como pueden ser las mecánicas en cuanto a elasticidad, o su temperatura y conductividad, según la forma, modo o dirección en la que estén siendo analizadas. Esta, por consiguiente, está relacionada con la heterogeneidad de los materiales, de forma que influye en ensayos como este, donde están estrechamente relacionados con la porosidad capilar. Se realizó un estudio de la anisotropía midiendo las velocidades en cada dirección ortogonal y para su cálculo se dispone de dos ecuaciones, donde una mide el índice de anisotropía total (dM%) y otra la anisotropía relativa (dm%) [51], [52].

$$dM\% = \left(1 - \left(\frac{2V_{Pmin}}{V_{Pmax} + V_{Pmedia}} \right) \right) \times 100$$

$$dm\% = \left(2x \left(\frac{V_{Pmax} - V_{Pmedia}}{V_{Pmax} + V_{Pmedia}} \right) \right) \times 100$$

Donde V_{Pmax} es la máxima velocidad de las ondas, V_{Pmedia} es la velocidad media y V_{Pmin} es la velocidad mínima.

3.2.2 Análisis termogravimétrico y calorimetría de barrido diferencial

El análisis termogravimétrico (ThermoGravimetry Analysis, TGA) y la calorimetría de barrido diferencial (Differential Scanning Calorimetry, DSC) tratan del análisis de la variación de la masa de la muestra a estudiar, en un periodo de tiempo determinado, y con unas secuencias de temperatura determinadas. Especialmente, este tipo de análisis se ha utilizado para la medición y estudio de las distintas reacciones primarias de descomposición que tienen lugar en materiales sólidos y líquidos. Es el caso de los procesos adsorción y desorción, así como de las reacciones de descomposición presentes en un ambiente de gas inerte o acompañado de oxígeno [28]. Con este método, y tal y como se explicará más adelante en el funcionamiento del equipo, se pretende medir y posteriormente analizar la variación tanto de temperatura, como de masa y flujo de calor de la muestra que se introduzca en él.

En este ensayo se trabajará con el equipo *Labsys Evo 1180* (Figura 3-5), que dispone de una balanza, y un horno en el que tienen lugar las diferentes secuencias de temperatura preprogramadas. Este equipo puede alcanzar los 1180°C. Para la primera tarea de medir los distintos factores citados, se utilizará un primer programa “Acquisition”, donde se tendrán que programar, según han sido descritas, las distintas secuencias de temperatura que quieran que experimente la muestra de mortero introducida, con sus correspondientes velocidades de calentamiento y enfriamiento, así como la refrigeración y los distintos gases de arrastre seleccionados para los ensayos correspondientes. Y para el procesamiento y evaluación de estos procesos llevados a cabo en el anterior programa, se utilizará el software “Processing”, con el que se podrán entender y sacar las conclusiones necesarias de los distintos procesos y secuencias programadas para las distintas muestras de morteros.



Figura 3-5 Equipo Labsys Evo 1180 [54]

Teniendo en cuenta los 3 tipos de probetas mostradas a continuación, se harán los ensayos correspondientes a sus respectivas composiciones en material de cambio de fase, teniendo la número 17 un 0% de PCM, la 5-17 un 5% y la 10-17 un 10%, como muestra la Figura 3-6.



Figura 3-6 Probetas utilizadas para ensayos TG

En cuanto a los ciclos de temperatura a seguir, estos fueron establecidos en función de su cometido:

- Enfocados a medir el grado de carbonatación de cada una de las muestras (Figura 3-7 y Figura 3-8).

Zone Duration							
#		Initial T (°C)	Final T (°C)	S.r. (K/min)	Time (s)	Valves	TG Tare
1		30	30	0	300		☒
2		30	800	3	15400		☒
3		800	800	0	300		☒
4		800	30	10	4620		☒

Figura 3-7 Secuencia térmica carbonatación

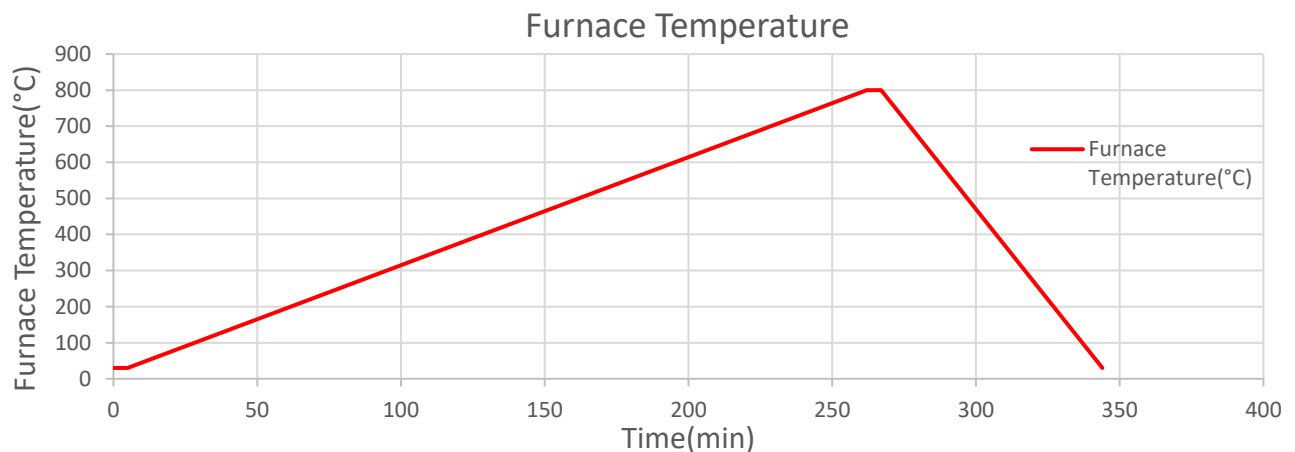


Figura 3-8 Ciclo térmico al que se han sometido las probetas en el TG para carbonatación

De este, destacar la existencia de una temperatura inicial y una final, que puede ser establecida de forma manual, de manera que se puede insertar el tiempo en el que se pretende alcanzar la temperatura final, o bien se puede añadir el flujo de calor. En nuestro caso, constará de una primera etapa en la que se mantendrá a temperatura de 30°C durante un periodo de 300 segundos, para posteriormente elevarla mediante un flujo de calor de 3°C/min hasta alcanzar una temperatura de 800°C, donde se mantendrá durante otros 300 segundos. Finalmente, descenderá a ritmo de 10°C/min para volver a la temperatura inicial.

Una vez pesado y tarado el crisol de alúmina, y depositada una cantidad de 36mg por cada probeta en él, se procedería a iniciar el proceso (Figura 3-12). Es necesaria la correcta limpieza del crisol, entre los distintos ensayos, con ácido clorhídrico (HCl) al 7% y posteriormente con agua más su respectivo ciclo de secado a 100°C para no obtener resultados erróneos.



Figura 3-12 Crisol de ensayo (parte anterior) y crisol de referencia (parte posterior) situados en la caña

Una vez se ha realizado el experimento y visualizado el termograma que ha quedado registrado, se requiere la utilización de la temperatura como la variable en función, sobre la que se represente la gráfica. La razón de ello, es situar mejor las temperaturas de transformación del producto.

Existen dos tipos principales de variación del peso que pueden ser identificados en un termograma TG:

- Pérdida de peso (Figura 3-13), la cual está asociada a diferentes transformaciones, como la deshidratación, la deshidroxilación o la pirolisis, entre otras, siendo esta, la más frecuente.

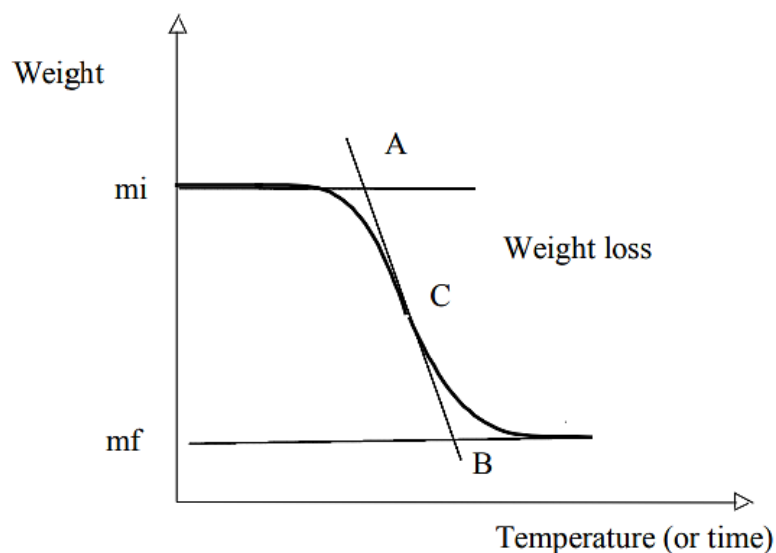


Figura 3-13 Pérdida de peso en TG [54]

- Ganancia de peso (Figura 3-14), asociada a reacciones como la oxidación, la corrosión o la adsorción en general.

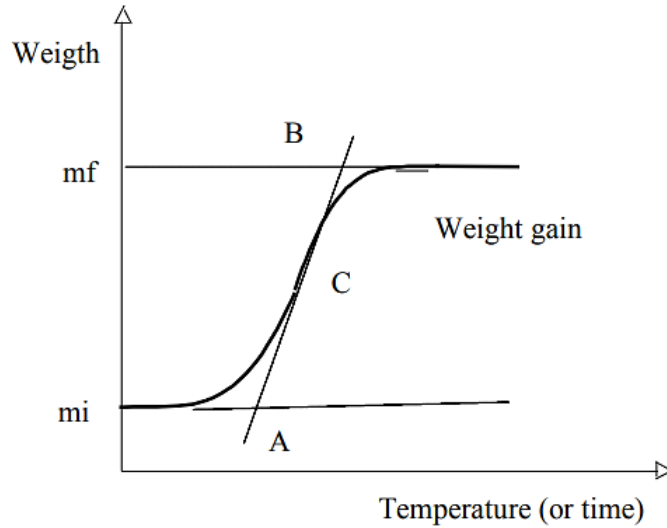


Figura 3-14 Ganancia de peso en TG [54]

De forma convencional, las pérdidas de peso se asocian a un carácter descendente y las ganancias de peso se asocian a un carácter ascendente.

Para analizar el proceso o grado de carbonatación que tiene lugar en este ensayo, son necesarias las siguientes ecuaciones [55]:

$$C_{libre} = \frac{WL_{Ca(OH)_2} \times MM_{Ca(OH)_2}}{MM_{H_2O}}$$

$$C_{carbonatacion} = \frac{WL_{CO_2} \times MM_{CaCO_3}}{MM_{CO_2}}$$

$$C_{carbonatacion\ formada} = (C_{carbonatacion} - xC_{cal\ inicial})$$

$$C_{carbonatacion\ consumida} = \left(\frac{C_{carbonatacion\ formada}}{C_{cal\ inicial}} \right)$$

En ellas se distingue el primer y principal elemento C , que se refiere al contenido, C_{libre} que hace mención a la portlandita que no reacciona, $C_{carbonatacion}$ sobre la cantidad de portlandita consumida en las reacciones de carbonatación, $C_{cal\ inicial}$ sobre el contenido inicial y MM es la masa molar [54].

Una vez introducido el crisol y los diferentes parámetros del proceso, así como la secuencia térmica correspondiente, se ejecutaría el programa “Acquisition” y se obtendría la gráfica resultante. En ella se expondrían los datos sobre el TG (mg), la temperatura del crisol (°C), y el flujo de calor (μV) que se produce durante el ciclo completo en función del tiempo (h).

3.2.3 Análisis termográfico

Este ensayo trata de la medición de la capacidad de los diferentes morteros, con sus distintas composiciones en material de cambio de fase, para el almacenamiento de calor y su reacción en distintos ambientes. Además de medir la cantidad de radiación infrarroja que es capaz de emitir una muestra. En concreto, en este trabajo se tratarán dos tipos: Ambiente de calor frente al frío o temperaturas más bajas y el ambiente frío frente al calor o temperaturas más altas.

Uno de los factores más importantes para que se lleve a cabo la emisión de radiación por un cuerpo, es que supere el denominado cero absoluto (0 K). Uno de los cometidos de estas pruebas en cuanto a metodología se refiere, es el análisis de las diferentes muestras, haciendo uso de la cámara térmica FLIR i7, y la posterior obtención de las curvas termográficas [56].

La cámara térmica FLIR i7 (Figura 3-15), cuenta con las herramientas fundamentales de uso, como son Flir Tools+ y Flir Report Studio. Con ellas se realizaron las medidas y se extrajeron los valores de temperatura de las muestras y del ambiente en el que se encontraban. Estas medidas fueron tomadas a una distancia de 2cm y 5cm desde la base. Además, la cámara térmica cuenta con ajustes para las escalas de temperatura y enfoque (Anexo IV: Especificaciones técnicas cámara termográfica FLIR i7).



Figura 3-15 Cámara termográfica FLIR i7

Al igual que en los demás experimentos, se utilizaron 3 de las probetas de forma cilíndrica construidas, cada una de las cuales tenía un porcentaje distinto de material de cambio de fase en su composición. Después se analizaron cada uno de los datos que fueron recogidos, además de ser comparados entre ellos gracias a la cámara.

En cuanto a los dos ambientes en los que se realizó el ensayo, se establecen los siguientes:

- *Ensayo de calentamiento*
 1. Se introducen las probetas en el frigorífico, para que su temperatura llegue a -17°C .
 2. Se llena parcialmente un recipiente de agua, previamente calentada hasta 35°C .
 3. Las distintas muestras son colocadas en el recipiente, encima de una rejilla, para absorber el agua caliente.
 4. Medir la temperatura de cada muestra y su evolución con la cámara en periodos de tiempo de 10 minutos.
 5. Analizar los resultados obtenidos.
- *Ensayo de enfriamiento*
 1. Se introducen las probetas en la estufa, para que su temperatura llegue a los 60°C .
 2. Se llena parcialmente un recipiente de agua, previamente enfriada hasta 12°C .
 3. Las distintas muestras son colocadas en el recipiente, encima de una rejilla, para absorber el agua fría.
 4. Medir la temperatura de cada muestra y su evolución con la cámara en periodos de tiempo de 10 minutos.
 5. Analizar los resultados obtenidos.

3.2.4 *Análisis mediante cámara térmica*

La capacidad de almacenamiento de energía térmica es la principal cualidad que poseen los materiales de cambio de fase. Concretamente, el PCM utilizado en este trabajo es capaz de realizar este fenómeno cuando se produce su cambio de estado a 35°C.

El objetivo de este ensayo es la evaluación de la transferencia de PCM del mortero a la roca, haciendo que aguante más la temperatura. Esta transferencia sería producida por capilaridad en el momento en el que el PCM pasa a estado líquido. Para ello, en este ensayo se ha dispuesto de 4 adoquines de granito obtenidos gracias al departamento de mantenimiento de la Escuela Naval Militar. Al mismo tiempo, se han realizado dos tipos de mortero, uno con PCM aditivado al 10% y otro sin PCM con las mismas proporciones, y se han realizado dos muestras o bloques (Figura 3-16). La primera formada por dos adoquines dispuestos uno encima de otro con el mortero sin PCM entre ellos (4cm de espesor) y la otra formada por los otros dos adoquines colocados de la misma forma, pero entre ellos se ha situado el mortero con PCM (4cm de espesor).



Figura 3-16 Adoquines dispuestos en frente del calentador (con PCM izquierda y sin PCM derecha)

El experimento sigue los siguientes pasos:

1. Se utiliza un calentador para elevar la temperatura de los dos bloques de adoquines hasta alcanzar 80°C. El calentador está situado a 30cm de los bloques.
2. Llevar un seguimiento de la temperatura de ambos bloques cada 20 minutos hasta que se estabilice.

Para el control de la temperatura se ha utilizado la cámara FLIR i7 (Figura 3-15) y su software, además de las herramientas Flir Tools+ y Flir Report Studio para la interpretación y análisis de los resultados

3.2.5 *Ensayos de durabilidad*

Este tipo de ensayos han ido dirigidos al estudio de los morteros frente a agentes externos (alteración por sales), a cambios bruscos de temperatura (choque térmico) y a ciclos de hielo y deshielo.

Todos ellos han sido estudiados de forma similar, realizándose un seguimiento de la pérdida de masa de cada una de las muestras a medida que se llevaban a cabo los ciclos. Las probetas eran pesadas cuando transcurrían 2 o 5 ciclos, dependiendo del ensayo. Pero antes se introducían todas en una estufa ventilada a una temperatura de 75°C durante al menos 24h para conseguir el peso seco.

También se ha llevado un control de la estructura externa de cada una de las probetas mediante fotografías, para el estudio de su evolución al cabo de los ciclos.

Hielo-deshielo

En este tipo de ensayo se pretende medir la resistencia que tienen las distintas muestras a los ciclos de hielo y deshielo que se llevan a cabo. En los ciclos que se realizan, se van midiendo las variaciones de peso entre ellos, para poder analizar las pérdidas de material. Estas alteraciones en la masa de las muestras y estas pérdidas se deben, fundamentalmente, a los cambios bruscos de temperatura que se producen en cada una de las muestras. Éstas pasan de estar sumergidas en agua, a un estado completamente sólido al ser introducidas en el congelador, donde el agua que han absorbido debido a su porosidad, se congela.

Para este ensayo se siguió una modificación de la norma UNE-EN 12371:2011: “Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación de la resistencia a la helacidad” [57]. Se han utilizado 2 muestras cónicas por tipo de mortero. El objetivo es el análisis de todas ellas, y su reacción a las mismas pruebas, teniendo en cuenta sus diferentes composiciones en material de cambio de fase. Este proceso se caracteriza por los siguientes pasos:

1. Introducir cada una de las muestras en el desecador, que tiene que estar lleno de agua hasta una altura suficiente para que cubra todas las muestras. Cerrar el desecador y conectarlo a una bomba de vacío.
2. Encender la bomba, abrir la llave de paso y comprobar que se realiza vacío en el interior del recipiente mediante el manómetro que lleva incorporado. El valor de este irá incrementándose de manera progresiva hasta alcanzar 80 KPa, y, en caso contrario, comprobar la estanqueidad del recipiente de vacío y la llave de paso.
3. Mantener la saturación durante 2 horas (Figura 3-17).
4. Sacar las muestras del recipiente de vacío e introducirlas en el congelador durante 8 horas a una temperatura de -27°C (Figura 3-18).
5. Sumergir las muestras en un recipiente con agua a temperatura ambiente de entre $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$ para su descongelación, durante un periodo de tiempo de 4 horas. Repetir el proceso.



Figura 3-17 Paso 3 del ensayo hielo-deshielo



Figura 3-18 Paso 4 del ensayo hielo-deshielo

Cada dos ciclos realizados de este ensayo, es necesario el secado de todas las muestras en la estufa, a 75°C, para poder realizar la medición de su masa en la balanza de precisión de manera correcta y que el agua absorbida en cada uno de los pasos pueda evaporarse.

Choque térmico

Al igual que el ensayo anterior, este también trata de medir y analizar la variación de masa y las pérdidas que sufren las distintas muestras frente a los cambios bruscos de temperatura que tienen lugar en este proceso. En este caso, no se trata de un proceso con muy bajas temperaturas, sino que, en oposición, se analizará el comportamiento y la sensibilidad de cada una de las muestras al pasar de temperaturas muy elevadas cuando son introducidas en la estufa, a temperaturas notoriamente más bajas, siendo sumergidas en agua a temperatura ambiente (20 ± 5).

Para este ensayo se han utilizado dos probetas cónicas por tipo de mortero. El objetivo es el análisis de todas ellas, y su reacción a las mismas pruebas, teniendo en cuenta sus diferentes composiciones en material de cambio de fase, además de analizar si los cambios de fase del PCM, de sólido a líquido, pueden generar tensiones internas contra las paredes de los poros de los morteros y llegar a romperlos. Este proceso se realizó siguiendo la norma UNE-EN 14066:2014: “Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación de la resistencia al envejecimiento por choque térmico” y se caracteriza por los siguientes pasos [58]:

1. Introducir todas las muestras en la estufa a una temperatura de 75°C durante 9 horas.
2. Sumergirlas en un recipiente con agua a temperatura ambiente de (20 ± 5) °C durante un intervalo de tiempo de 6 horas (Figura 3-19).
3. Repetir el proceso

Del mismo modo que en el ensayo de hielo-deshielo, cada dos ciclos se han de introducir todas las probetas en la estufa a 75°C durante 24h, para posteriormente medir su peso en la balanza de precisión de la manera más óptima posible, habiéndose evaporado el agua de su interior.



Figura 3-19 Pasos 1 y 2 del ensayo choque térmico

Alteración por sales

La medida de la resistencia física y química que poseen los morteros a distintas sales, ha sido evaluada y analizada mediante este ensayo. Estas sales de carácter soluble, y de distinta naturaleza, son absorbidas por los morteros en los distintos recipientes en los que se encuentran depositadas. Estas sales son absorbidas por los morteros hasta el interior de sus poros, donde cristalizan. Causan variaciones en la masa de las muestras que se podrán observar a lo largo del desarrollo de cada ciclo.

Para la realización de este ensayo se ha seguido la norma UNE-EN 12370:2020: “Métodos de ensayo para piedra natural. Determinación de la resistencia a la cristalización de las sales” [59]. Las sales utilizadas han sido las siguientes disoluciones:

- Sulfato de sodio (Na_2SO_4) al 14% en peso.
- Cloruro de sodio (NaCl) al 20% en peso.
- Agua de mar filtrada previamente (Cl^- (1.94), SO_4^{2-} (0.27), Na^+ (1.1), Mg^{2+} (0.13), Ca^{2+} (0.04), K^+ (0.04))

Para cada uno de los ensayos de contaminación se emplearon 3 muestras cúbicas por cada tipo de mortero.

En cuanto a los ciclos que se llevan a cabo, constan de los siguientes pasos:

1. Cubrir cada recipiente, donde se vayan a depositar las muestras, con una ligera capa de la disolución correspondiente, sobre aproximadamente 3 mm de cada una de ellas y situarlas encima de la rejilla.
2. Una vez cubiertas parcialmente, mantener esta fase durante 2h (Figura 3-20).
3. Introducir todas ellas de forma delicada en la estufa para la fase de secado, a una temperatura de 75°C, un tiempo de 2h.
4. Enfriarlas a temperatura ambiente durante 1 hora.



Figura 3-20 Pasos 1 y 2 de alteración por sales

Es destacable comentar el uso de una fina rejilla en cada uno de los recipientes para facilitar así el máximo contacto entre la parte inferior de las muestras y cada una de las disoluciones, con el fin de que el proceso de absorción se haga de la forma más óptima posible.

En este ensayo, y una vez descrito el ciclo que sigue, cada 5 de ellos se realizará una medida de su peso en la balanza de precisión, para controlar la variación de su masa. Para ello, es indispensable la liberación de cada una de las muestras, de los restos de disolución que hayan quedado tanto en su interior como en su exterior. Son sometidas a un proceso de desalinización, sumergiéndolas en agua desionizada durante 24h y con renovación de esta (Figura 3-21). Además de limpiarlas con la misma por la parte exterior y ser introducidas en la estufa a 75°C para una correcta evaporación del agua absorbida. Tras 48 horas de secado, se procede a realizar el pesado de todas ellas.

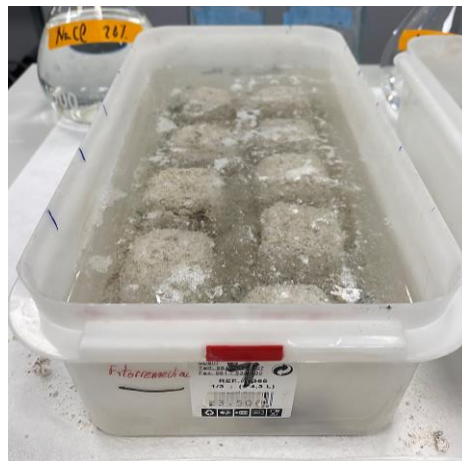


Figura 3-21 Desalinización de las muestras

3.2.6 Análisis de la dureza superficial

La dureza se define como la capacidad que tienen los materiales a resistir la fractura frente al choque de una carga, normalmente sobre la superficie de estos [60]. El instrumento para la medida de esta cualidad, será el Leeb PCE-2500 (Figura 3-22), en versión portátil y de fácil manejo, gracias a su reducido tamaño. Además, cuenta con un avanzado mecanismo de carga y disparo, y una memoria interna para 4000 valores.



Figura 3-22 Instrumento Leeb PCE-2500

El principio que rige este tipo de medidas se denomina *Equotip (Energy Quotient and Tip)*. Este medidor viene definido por la relación entre la velocidad de un elemento o cuerpo percutor, respecto a 1000 veces su velocidad de percusión. Se obtiene que, ante una mayor dureza superficial del material, esta se corresponde con una velocidad de rebote más elevada. Es por lo que, para un determinado grupo de materiales, la dureza Leeb concreta una relación directa con sus condiciones de dureza. El elemento percutor, se compone de un carburo de naturaleza metálica, que impacta con la superficie de la pieza y rebota. Tanto el rebote como la velocidad de impacto son medidas a 1 mm de la pieza, de forma que el imán Hill que está incorporado produce una tensión directamente proporcional a la velocidad a la que se realiza el impacto (Figura 3-23). Los valores de dureza Leeb vienen dados por la siguiente ecuación:

$$HL = 1000 \left(\frac{V_b}{V_a} \right)$$

Siendo:

- HL: Dureza Leeb.
- V_b : Tensión durante el rebote del elemento percutor.
- V_a : Tensión durante el momento del impacto del elemento percutor.

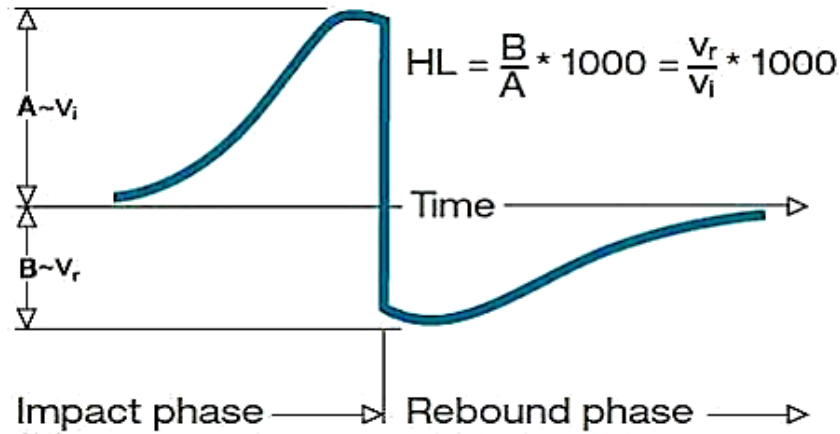


Figura 3-23 Tensión de la señal de salida [61]

El valor de la dureza resultante de Equotip puede predecirse si se mide la resistencia de compresión uniaxial (UCS), que viene determinada por la fuerza de la muestra. Se entiende la UCS como el esfuerzo de compresión axial máximo que puede llegar a tolerar una muestra de forma cilíndrica recta de material antes de su fractura [62]. Se relacionan las medidas de dureza superficial en escala Leeb con el UCS mediante la siguiente ecuación de Aoki [63]:

$$UCS (MPa) = 0,079e^{-0,039n}L_s^{1,1}$$

Donde n hace referencia a la porosidad accesible al mercurio (%) y L_s al valor de la dureza de Equotip.

Las muestras utilizadas para este ensayo, han sido las mismas que las utilizadas para el ensayo de durabilidad mediante la alteración por sales.

4 RESULTADOS

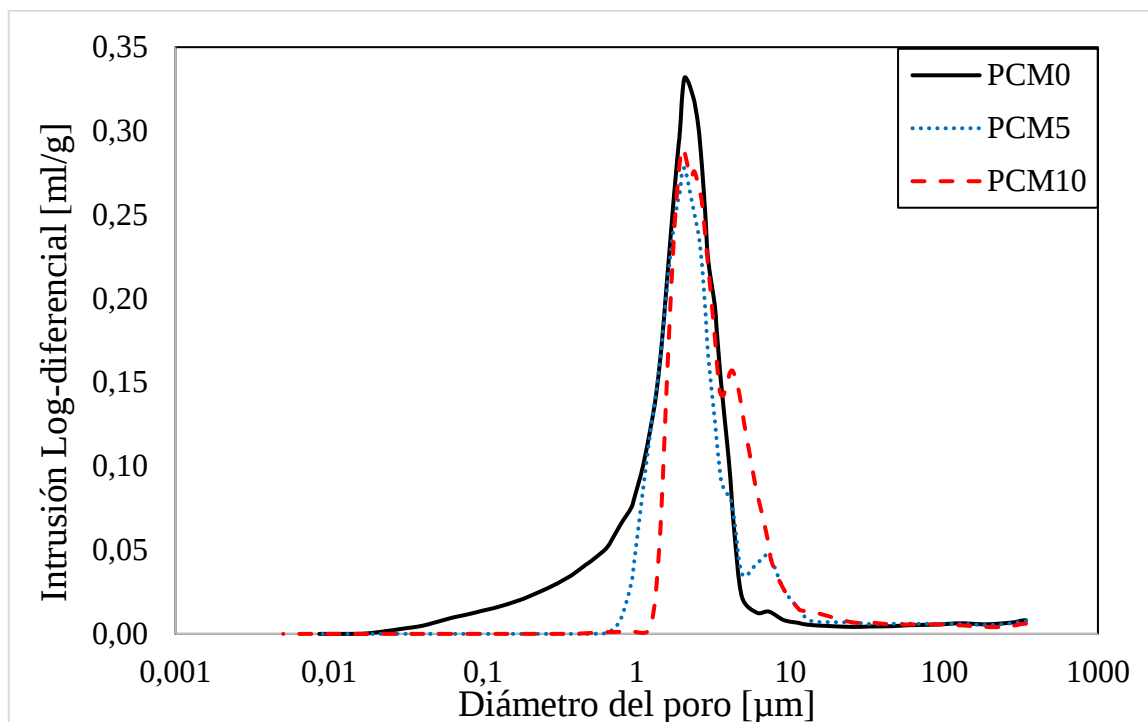
4.1 Caracterización de los morteros de cal

La Tabla 4-1 muestra las propiedades físicas y mecánicas asociadas a los tres tipos de morteros evaluados. Atendiendo a estos datos se aprecia que el mortero PCM0 presenta una mayor porosidad accesible al agua que las muestras de mortero con PCM. En este sentido, se observa que a mayor contenido de PCM añadido a la mezcla, menor es la porosidad del mortero, lo cual podría indicar que las partículas de PCM tienden a rellenar parte de los poros.

Propiedades	PCM0	PCM5	PCM10
Porosidad accesible al H ₂ O (%)	37,06±0,31	35,31±0,16	33,97±0,27
Porosidad accesible al Hg (%)	30,10	22,93	21,84
Porosidad capilar (%)	28,28±1,00	28,56±0,22	28,06±0,32
Coefficiente capilar (g cm ² / min ^{0.5})	0,2597	0,2603	0,2550
Tortuosidad	1,35	1,34	1,73
Velocidad Transmisión Ultrasonidos (m/s)	1154±20	1123±80	1159±20
Grado de anisotropía dM (%)	3,10±33,47	1,80±10,83	3,01±21,85
Densidad aparente (Kg/m ³)	1645,13±8,12	1632,08±5,55	1607,05±8,22
Dureza superficial al impacto (HLD)	201,72±3,58	201,26±2,72	211,63±5,38
Resistencia a compresión (MPa)	6,39±0.09	6,82±0,09	7,59±0,21

Tabla 4-1 Principales propiedades de los morteros

Una misma tendencia se aprecia cuando se analiza la porosidad accesible al mercurio (Tabla 4-1), volviendo a ser el mortero de referencia (PCM0) el que presenta el mayor porcentaje, 30% aproximadamente, llegando a superar casi en un 8% a la que presentan los morteros aditivados con un 10% de PCM. En este caso las distribuciones porosimétricas obtenidas confirman que las partículas de PCM tienden a rellenar los poros pequeños, ocasionando una desaparición de este volumen de poros en la estructura del mortero (Gráfica 4-1). Además, se aprecia que al añadir PCM a la mezcla aparecen poros grandes de los que el mortero PCM0 carece. Esto nuevamente vuelve a indicar que el PCM rellena parcialmente poros que anteriormente eran más grandes y no se podían detectar con el porosímetro.



Gráfica 4-1 Volumen de poros en según su diámetro

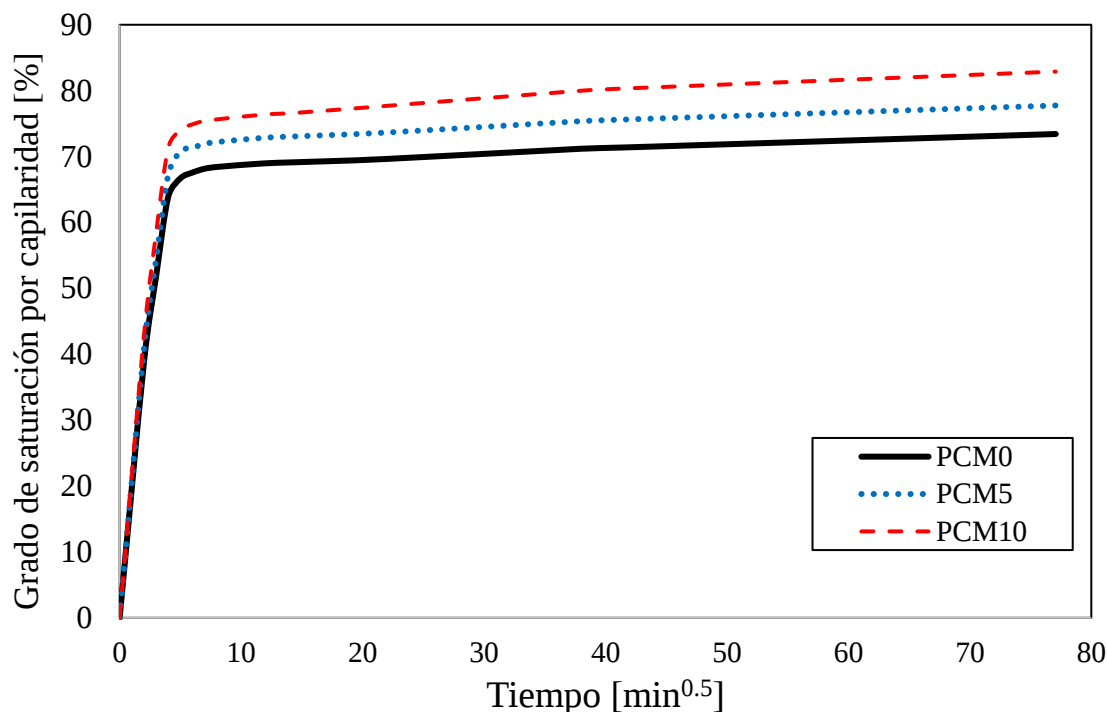
Analizando por familias de poros (Tabla 4-2) se aprecia que aproximadamente el 96% de los poros del mortero PCM0 se encuentran dentro del rango de poros con tamaño de acceso capilar, lo que corresponde con 0,18 ml/g de mercurio intruido, apreciándose un volumen importante del 19% entre 0.1-1 μm . El volumen de poros con tamaño de acceso capilar se ve incrementado en los morteros con PCM: 97,6% para el PCM5 (que corresponde con un volumen intruido de mercurio de 0.13 ml/g) y 98% para el PCM10 (0.14 ml/g). Se aprecia que únicamente el mortero PCM0 presenta poros con tamaño de acceso inferior a 0.1 μm , que corresponde a poros que nos son accesibles al agua.

Volumen intruido por tamaño de poro	PCM0	PCM5	PCM10
<0.01 μm	0,00	0,00	0,00
0.01 – 0.1 μm	2,51	0,00	0,00
0.1 – 1 μm	19,21	1,55	0,30
1-10 μm	73,95	90,71	92,13
10-100 μm	2,69	5,39	5,77
>100 μm	1,84	2,35	1,80

Tabla 4-2 Volumen intruido (%) por tamaño de poro

Con respecto a la capacidad de absorción capilar y a su porosidad se aprecia que:

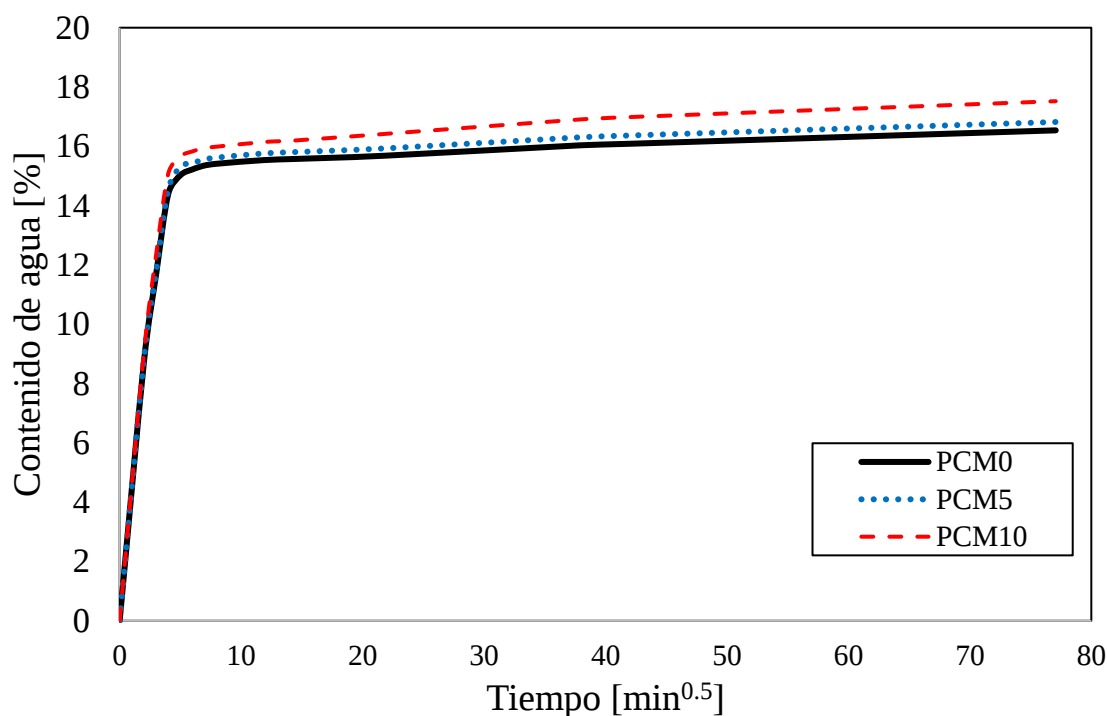
1. Los valores de porosidad capilar y la velocidad con la que los morteros absorben el agua son similares.
2. En todos los casos, pero especialmente en el mortero de referencia, la porosidad capilar dista mucho de la porosidad accesible al agua.



Gráfica 4-2 Grado de saturación por capilaridad en función del tiempo

La Gráfica 4-2 indica que, en el mortero de referencia, PCM0, existen poros mucho más pequeños que los del mortero aditivado con PCM. El grado de saturación de agua al final del ensayo confirma esta hipótesis, ya que en el PCM0 el grado de saturación alcanza el 73,4%, mientras que en el PCM5 y PCM10 los porcentajes alcanzados fueron de 77,8% y 82,9% respectivamente.

Esto guarda relación con el contenido de agua (%) que alberga cada una de las muestras en función del PCM presente en su composición, y en función del tiempo, siguiendo una progresión exponencial. En la Gráfica 4-3 se aprecia cómo el contenido de agua de las muestras aditivadas con PCM, sobre todo las que más porcentaje contienen (PCM10), es más elevado y siguen una trayectoria por encima de las demás muestras.



Gráfica 4-3 Contenido de agua en función del tiempo

Los datos observados de ultrasonidos no son estadísticamente significativos para establecer diferencias entre los tres morteros. Respecto a los parámetros de tortuosidad y anisotropía, empleados en ocasiones como indicadores de la posible durabilidad de los materiales de construcción [[52]], se aprecia a priori, que el mortero PCM5 tendrá un mejor comportamiento frente a la acción de agentes externos.

Los datos de dureza superficial indican que la diferencia observada en los tres tipos de morteros no es estadísticamente significativa. Sin embargo, sí que se aprecia diferencia en la resistencia a compresión, calculada a través de la ecuación de Aoki, donde se aprecia que la mayor reducción en la porosidad, como así ocurre cuando se adiciona una mayor cantidad de PCM, contribuye a que el material presente una mayor resistencia. Este resultado encaja con estudios previos que muestran la relación existente entre esta propiedad mecánica y la presencia de poros que, además de reducir el esqueleto mecánicamente útil del material, actúan como concentradores de tensiones [64]–[66].

4.2 Análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial

Para la obtención de estos resultados y su posterior análisis, además de la posibilidad de evaluar el desarrollo de cada uno de los experimentos en tiempo real mediante el programa “acquisition”, que nos brinda la opción de observar al momento el ensayo, el software del sistema cuenta con el programa “Processing”, con el que tiene la posibilidad de exportar los resultados a una interfaz, donde se pueden identificar mejor las variaciones de masa en función del tiempo que experimentan cada una de las muestras. También, cuenta con herramientas para representar las gráficas ajustando las variables de los distintos ejes y establecer los diferentes parámetros que se prefieren reflejados en ellas, como pueden ser el flujo de calor de la muestra o la temperatura de la misma. Además, ofrece la posibilidad de poder comparar todos ellos con el ensayo realizado con el crisol de alúmina sin muestra de ningún tipo o “blank” (Anexo II: Secuencia de funcionamiento equipo Labsys Evo).

Como ya se ha explicado en el apartado 3.2.2, una vez obtenidos los datos de referencia se somete las muestras a secuencias de temperatura programadas para sobrepasar la temperatura de cambio de fase del PCM. Todo ello con el fin u objetivo de poder estudiar el comportamiento que tienen las muestras, con sus distintas composiciones en este material (0%,5% y 10%) frente a esas temperaturas y observar cómo

trabajan, al igual que podrían hacerlo en un ambiente o entorno de las mismas características, como podría ser la fachada o techo de una edificación, entre otras aplicaciones.

Inicialmente se requiere de la realización de uno de los ensayos con el crisol completamente vacío, tal y como se citaba anteriormente (Anexo II: Secuencia de funcionamiento equipo Labsys Evo) sobre la realización del blanco o “blank”. Esto permite restar el efecto del crisol (recipiente que contiene la muestra) al realizar el análisis. Es decir, se realizan los ensayos con las muestras dentro del crisol y se le resta en el ensayo del blanco para eliminar el efecto del recipiente. Se obtienen por tanto unas gráficas correspondientes a ese ensayo.

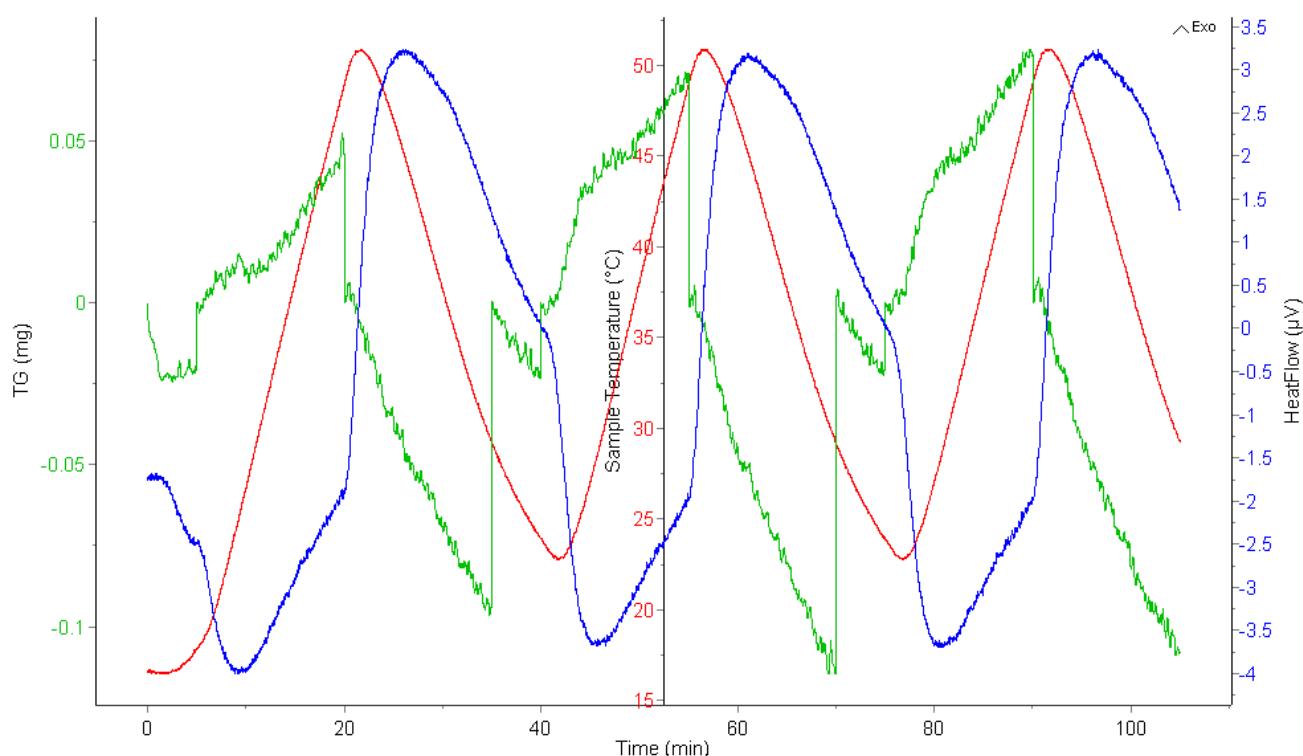


Figura 4-1 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico “blank” de referencia

Sobre la leyenda del gráfico obtenido, (Figura 4-1) se ha de resaltar brevemente los distintos parámetros sobre los que está representada, para una idea más clara de los resultados. Estos son:

- Temperatura de la muestra, definida por un color rojo y acompaña de forma casi simultánea a la temperatura del horno, exceptuando momentos bastante marcados como son el inicio, punto máximo y final del ciclo térmico. Esto se debe a la inercia térmica del crisol, dando la sensación de ir retrasado en el tiempo, con subidas y bajadas de temperaturas graduales a diferencia de la anterior. Ambas están medidas en °C.
- Flujo de calor, que puede ser de carácter positivo o negativo. Este refleja la reacción que está teniendo lugar en el crisol, si es blanco, y en la muestra si existe material en él. Si el flujo de calor, medido en μV , es negativo, se deduce entonces, que la reacción que está teniendo lugar es de naturaleza endotérmica, es decir, que la muestra está almacenando calor, y por consiguiente y en contraposición a esto, si el flujo es positivo, se puede deducir que la reacción es de naturaleza exotérmica y que la muestra está liberando energía térmica. Viene representada por una línea de color azul.
- Variación de masa, definida en mg por una línea de color verde, muestra los cambios de masa que experimentan las muestras en función del tiempo y en función de la temperatura a la que se encuentran, comparándola con la perteneciente al ensayo de referencia.

- El tiempo, que viene representado en horas o minutos, dependiendo del ensayo, debido al ciclo de temperatura a tratar y que se encuentra en el eje de abscisas.

Una vez descritos los distintos datos que se van a poder observar en el programa de análisis de resultados, se pretende evaluar el comportamiento de las diferentes muestras en un periodo determinado y en un cierto rango de temperaturas. Este se encuentra entre los 20°C y los 50°C (temperatura máxima alcanzada en el ciclo) del ciclo de temperatura programado, tal y como se puede ver en la metodología empleada (Figura 3-9). Será en este intervalo, donde se medirá y explicará la variación de masa que experimentan los diferentes materiales.

Se obtienen, por tanto, las siguientes gráficas correspondientes a los ensayos de cada muestra.

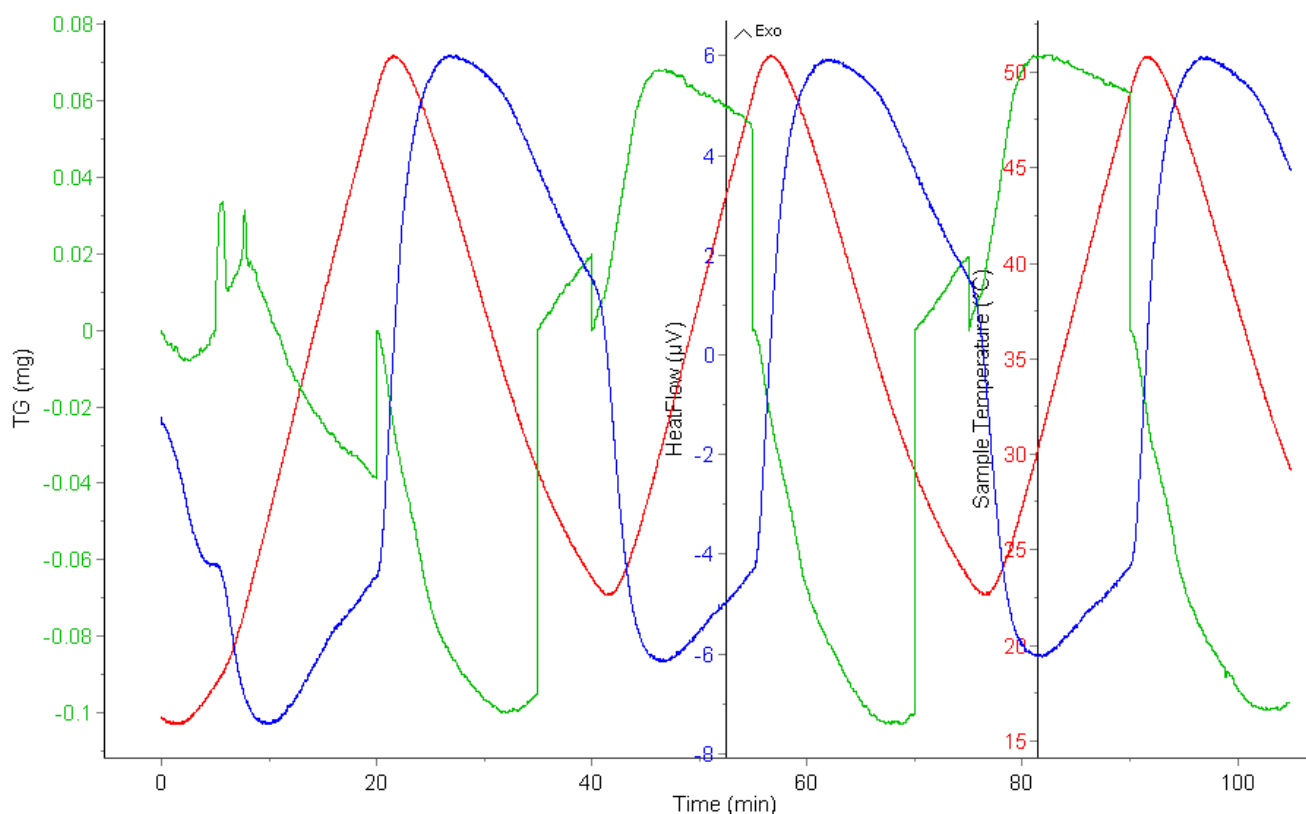


Figura 4-2 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico muestra PCM0

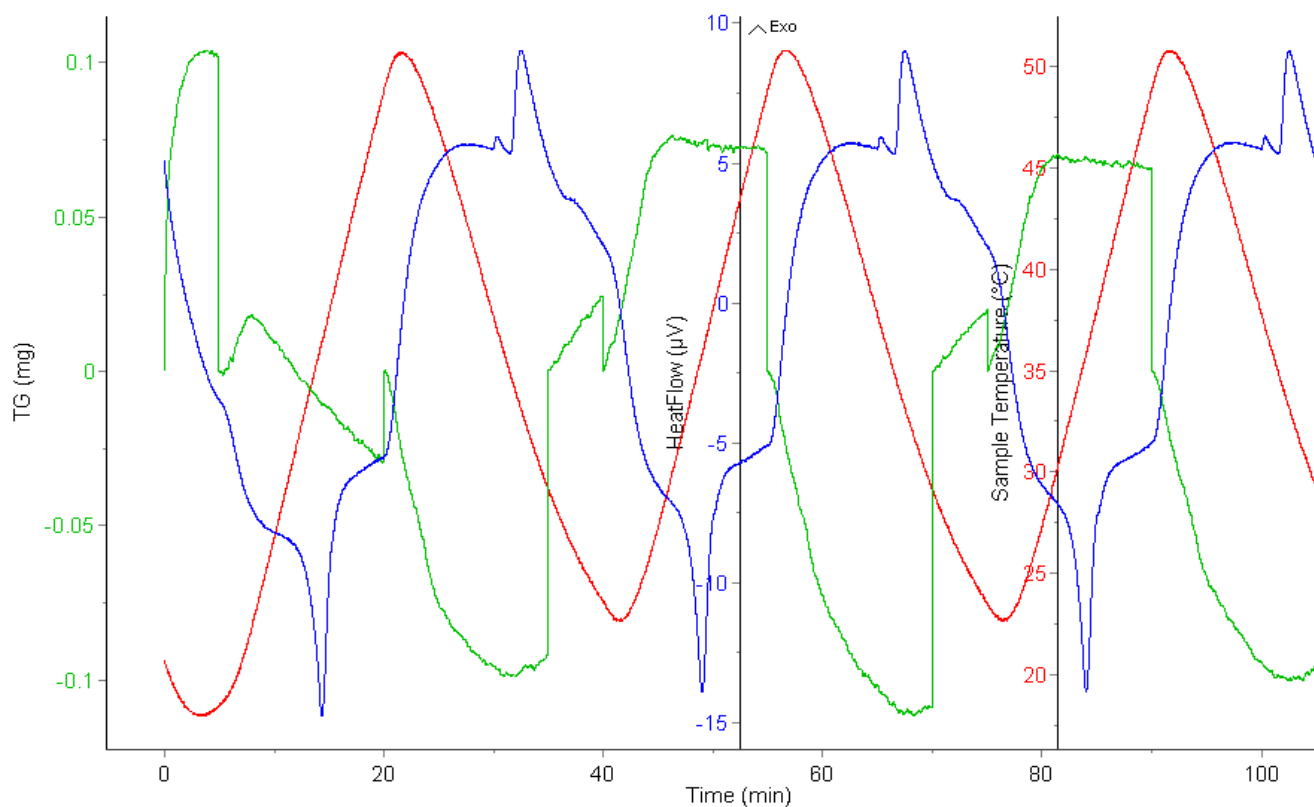


Figura 4-3 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico muestra PCM5

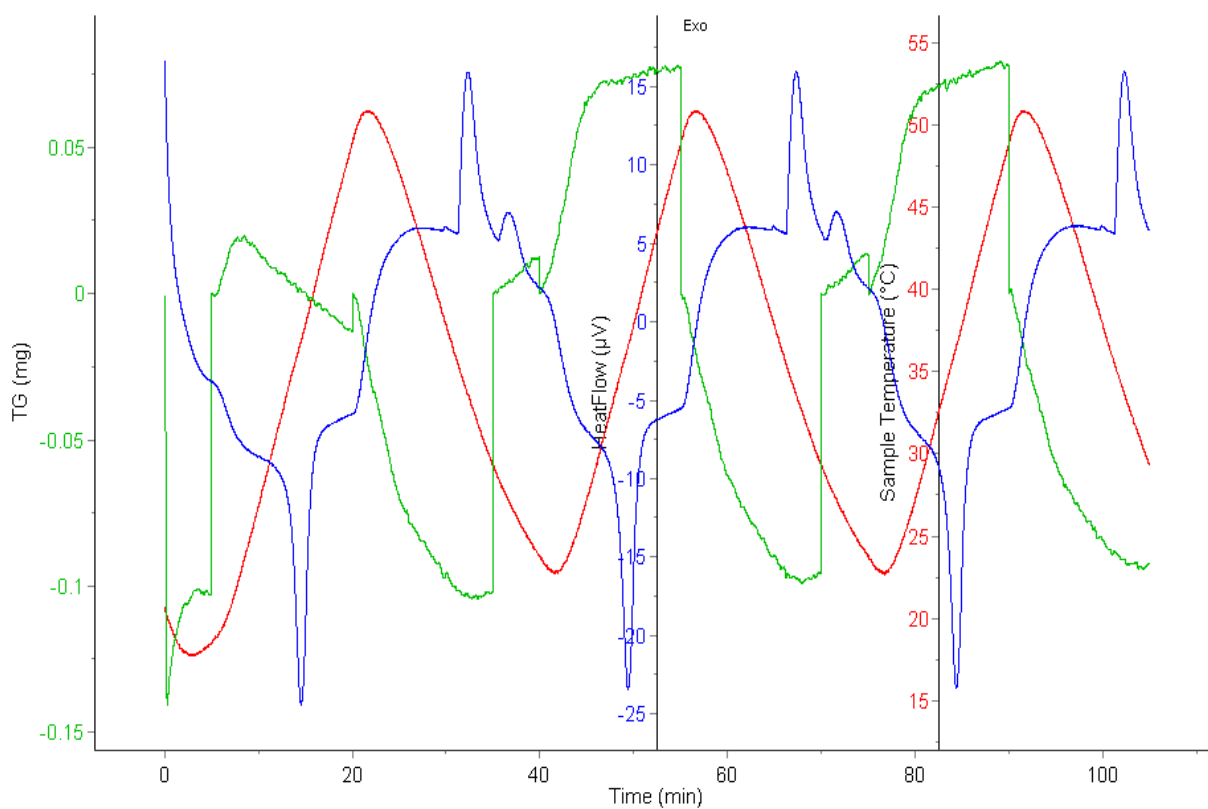


Figura 4-4 Análisis TG-DSC ciclo comportamiento térmico muestra PCM10

En la Figura 4-1, Figura 4-2, Figura 4-3 y la Figura 4-4 se aprecian los análisis TG-DSC realizados del “blank” y de las muestras sin PCM, con 5% y con 10% de PCM respectivamente. Es necesario conocer la importancia del primer ciclo de estabilización, ciclo que es descartado para el análisis de resultados.

El análisis de la muestra sin PCM con el equipo, fue realizado con el fin de tener una referencia que poder comparar con el resto de muestras aditivadas con PCM, y ver así su comportamiento térmico.

La gráfica de la Figura 4-3 y la Figura 4-4 correspondientes a los ensayos de las muestras de 5% y 10% de PCM respectivamente, muestran unos picos en los puntos más cercanos a la temperatura de cambio de estado del PCM utilizado. El área de dichos picos hace referencia a la cantidad de energía que ha sido absorbida o liberada en el cambio de fase, siendo negativa la primera y positiva la segunda. Con estos resultados se han elaborado los diagramas de la Figura 4-5 y la Figura 4-6 y se verifica que el material de cambio de fase, al producirse este fenómeno, almacena energía que luego liberará al reducirse su temperatura.

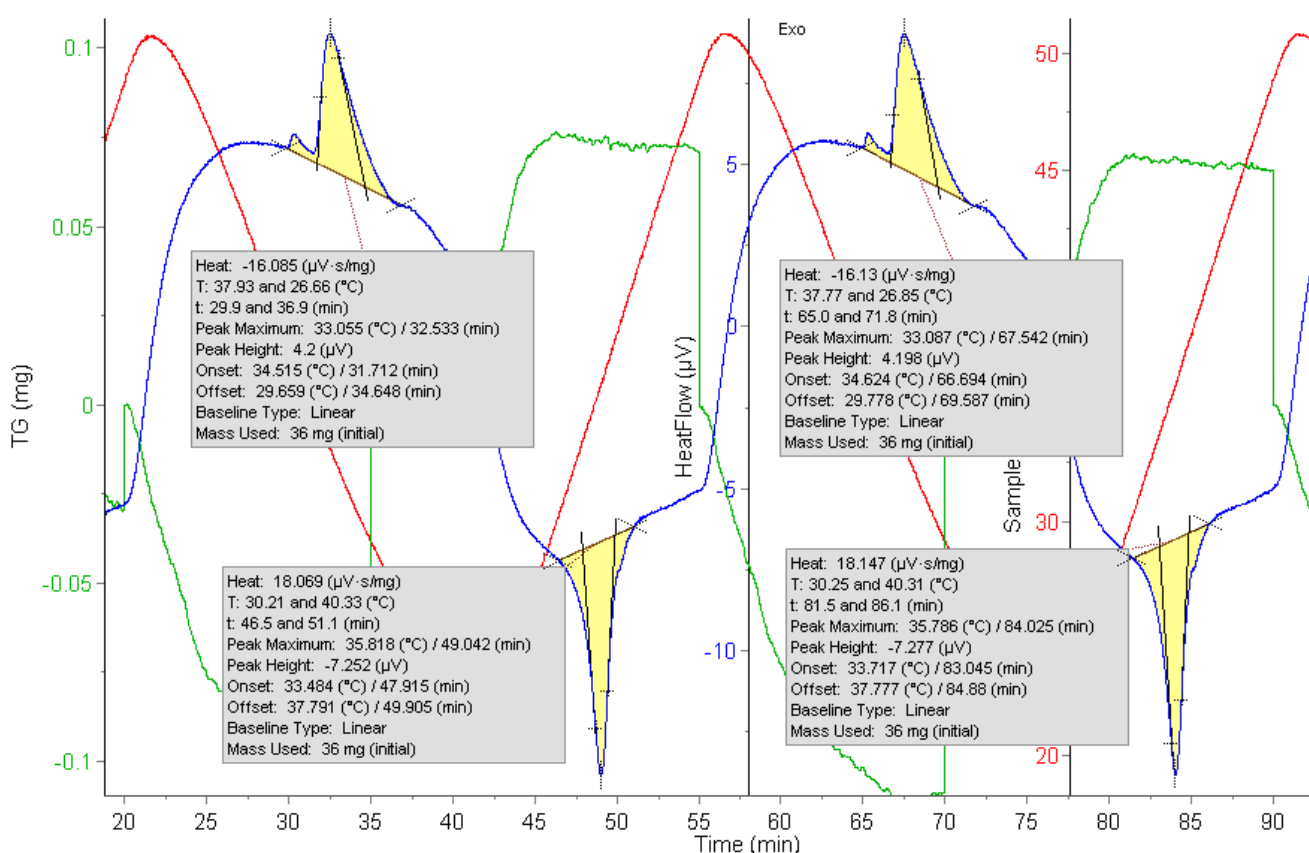


Figura 4-5 Análisis TG-DSC flujo energía muestra PCM5

En la muestra con 5% de PCM de la Figura 4-5 se observa cómo el PCM al llegar a su punto de fusión a los 35°C almacena energía (-16,085 μV*s/mg) que luego libera cuando se enfría (18,069 μV*s/mg), repitiendo el proceso durante los dos ciclos de calentamiento y enfriamiento.

Un proceso equivalente ocurre con la muestra de 10% de PCM de la Figura 4-6, donde se refleja claramente cómo tiene lugar el mismo fenómeno en el PCM a la misma temperatura de 35°C, pero almacenando una cantidad de energía notablemente mayor (-46,787 μV*s/mg) que luego libera (45,552 μV*s/mg) como consecuencia de su enfriamiento, repitiéndose este proceso durante dos ciclos. Esto se debe a la mayor cantidad de PCM que alberga la muestra PCM10 (10%) respecto a la muestra PCM5 (5%).

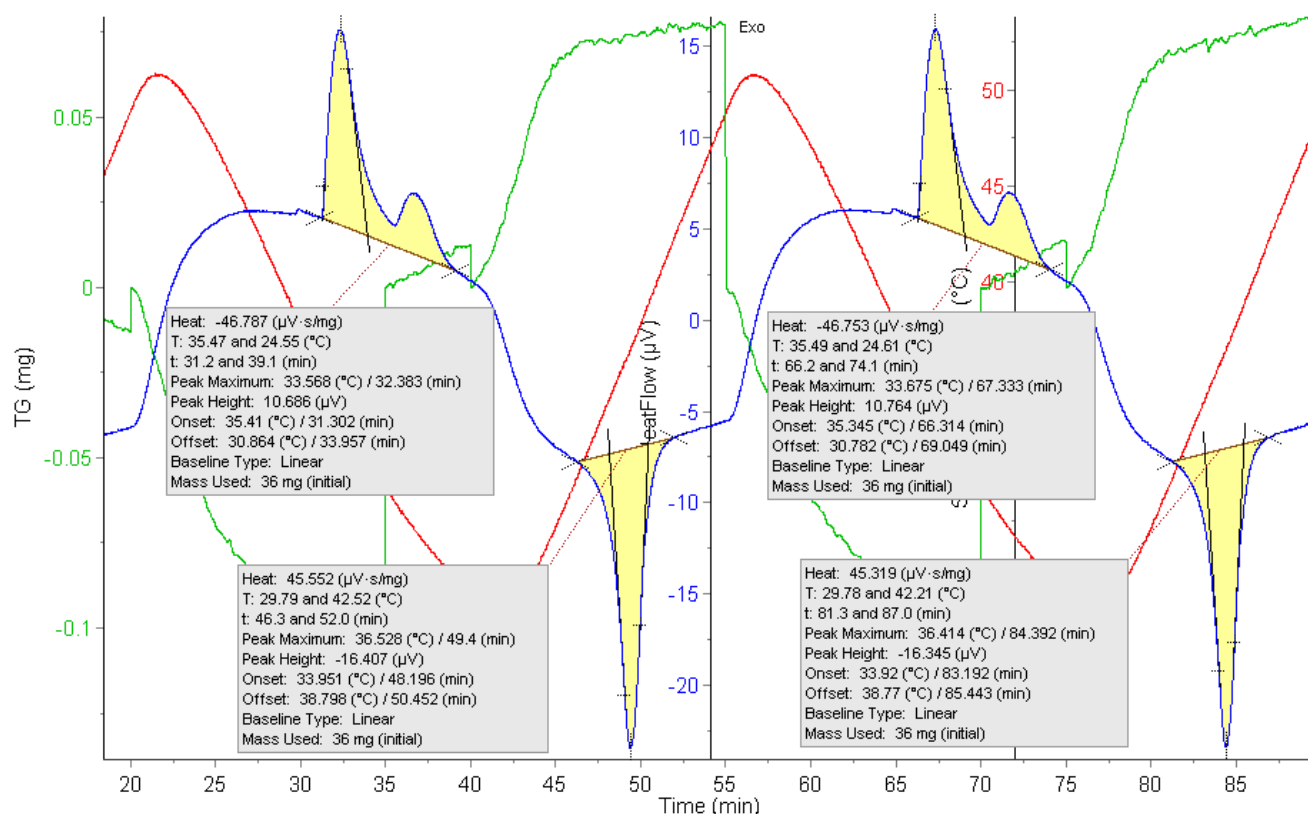


Figura 4-6 Análisis TG-DSC flujo energía muestra PCM10

El otro objetivo de este ensayo, es el análisis del grado de carbonatación mediante una secuencia térmica determinada programada anteriormente tal y cómo se ve en la Figura 3-7 y la Figura 3-8.

El análisis del grado de carbonatación no se ha podido realizar debido a un fallo en la balanza del equipo Labsys Evo (Figura 3-5) y a su calibración, ya que después de los ciclos realizados fueron obtenidos datos no concordantes.

Además de medir la carbonatación de las muestras por el método de análisis termogravimétrico, se ha medido con la ayuda de determinadas sustancias como es el caso de la fenolftaleína. Analizando la Figura 4-7 y la Figura 4-8, se aprecia que, transcurridos 9 meses desde su confección, el mortero de referencia presenta una mayor grado de carbonatación que los morteros aditivados con PCM, esto se debe tal y como apuntan otros estudios [55] a que una mayor porosidad favorece la entrada y circulación, a través de la matriz del mortero, del CO₂ necesario para la carbonatación.

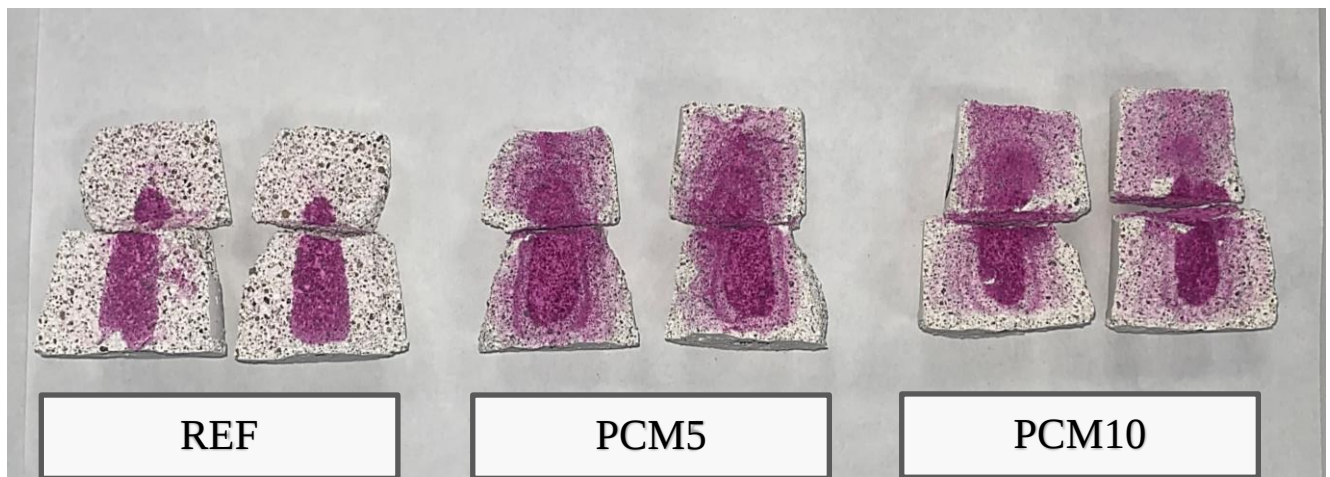


Figura 4-7 Muestras PCM0-17 (izquierda), PCM5-17 (centro) y PCM10-17 (derecha) de mortero tras aplicar fenolftaleína

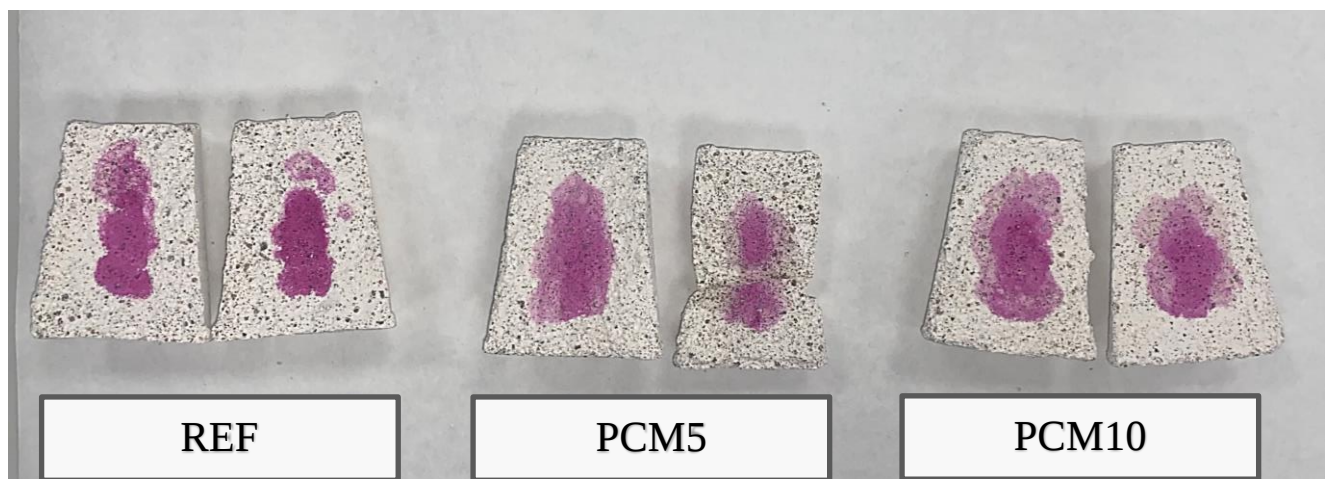


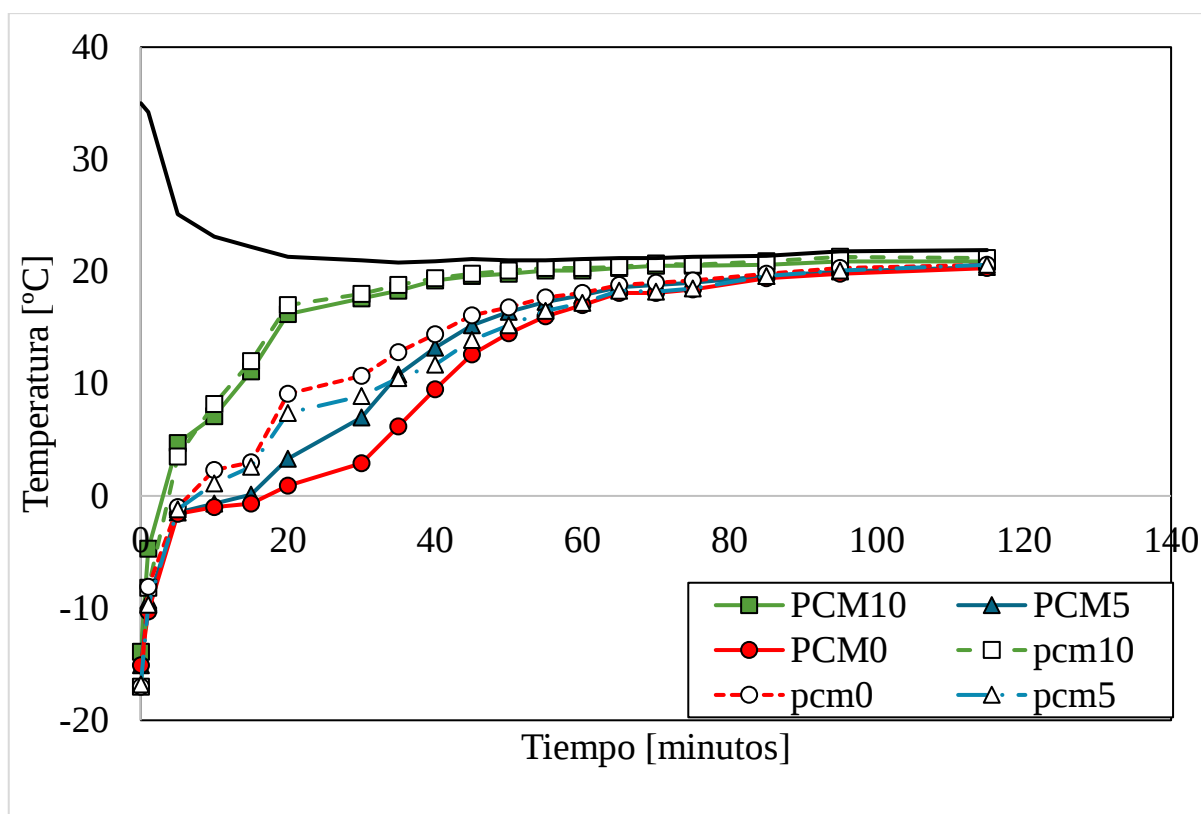
Figura 4-8 Muestras PCM0-13 (izquierda), PCM5-14 (centro) y PCM10-13 (derecha) de mortero tras aplicar fenolftaleína

4.3 Análisis termográfico

El análisis termográfico trata de analizar el efecto del PCM sobre los morteros a los que se ha añadido, midiendo su conductividad térmica. De esta forma se dispusieron las probetas en posición vertical sobre los dos ambientes y se procedió a su estudio.

- Ensayo de calentamiento

La Gráfica 4-4 representa la estabilización de la temperatura de las probetas (congeladas hasta -17°C previamente) y de la capa de agua (calentada a 35°C) hasta su llegada a la temperatura ambiente ($20\pm 5^{\circ}\text{C}$). Los puntos donde se enfocó la cámara térmica y se realizó la medición fueron a 5cm (líneas continuas) y a 2cm de la base (líneas discontinuas), con el objetivo de obtener las curvas termográficas correspondientes.



Gráfica 4-4 Curva termográfica en ambiente frío. La línea negra representa el baño; la línea continua la temperatura en la parte alta del mortero y la discontinua la temperatura en la parte baja.

Tal y como muestra la gráfica anterior y en concordancia con el registro fotográfico de la Figura 4-9, inicialmente las probetas se encuentran a una misma temperatura. Sin embargo, y tras 10 minutos, los datos muestran una diferencia de más de 7°C entre las aditivadas en un 10% de PCM y las otras dos. Las muestras llegan a presentar una diferencia de temperatura entre ellas de 15°C a los 20 minutos.

Comparativamente entre tipos de muestras, se aprecia que las muestras de PCM10 se calientan mucho más rápido que los otros dos tipos de mortero. Esto se debe, teniendo en cuenta que el PCM en estos rangos de temperatura no funciona, a modificaciones causadas en la estructura del material. Como se puede apreciar en la Gráfica 4-2, la adicción de un alto contenido de PCM ocasiona que el grado de saturación por absorción capilar sea mucho más rápido y alto que el obtenido en morteros sin PCM. Es por ello que el mortero PCM10 alcanza mucho más rápido la temperatura del baño, aproximadamente a los 60 minutos.

Los otros dos tipos de mortero presentan un comportamiento similar, produciéndose un calentamiento relativamente más rápido en el mortero PCM5. En estos dos tipos de mortero, PCM0 y PCM5, se aprecia una gran diferencia entre el calentamiento observado en la zona baja de las muestras y la zona alta. El calentamiento más rápido de la zona baja guarda relación con la vía de entrada del agua en el interior de las muestras que se produce por capilaridad.

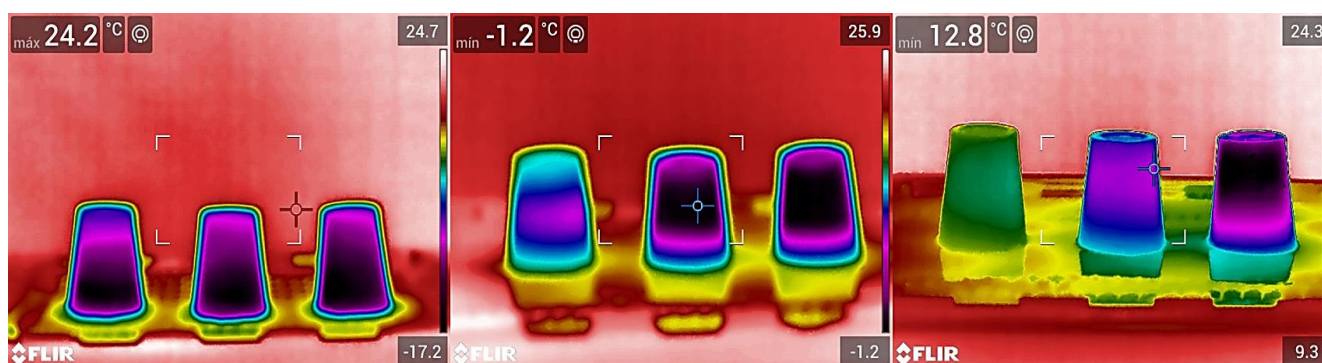
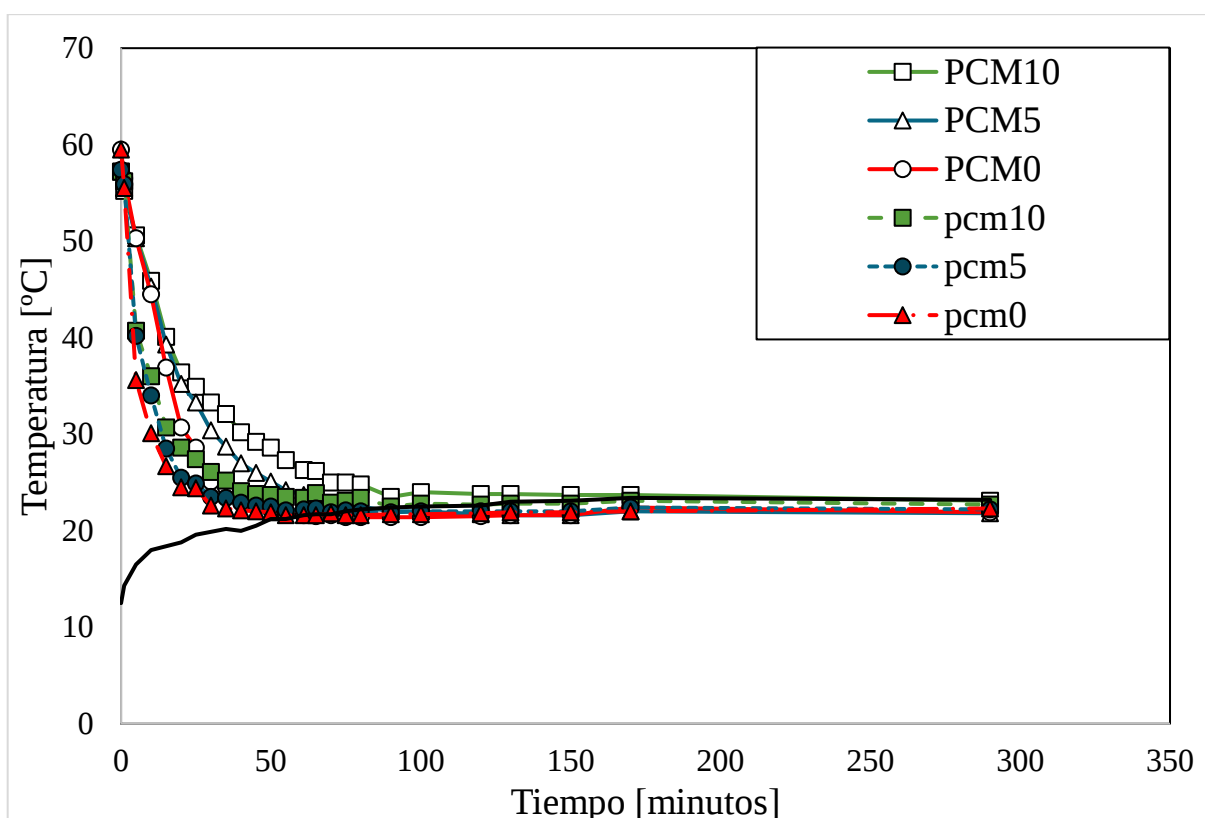


Figura 4-9 Evolución muestras de análisis termográfico en ambiente frío (PCM10, PCM5, PCM0) en instante inicial (izquierda), transcurridos 10 minutos (centro) y transcurridos 40 minutos (derecha)

▪ Ensayo de enfriamiento

Primeramente, las muestras fueron introducidas en una estufa ventilada a 74°C, colocándose sobre una fina capa de agua a 12°C. Una vez dispuestas las probetas, se realizaron medidas cada 10 minutos para establecer un control de su comportamiento.

Todas las muestras parten de una misma temperatura de 60°C y a los 20 minutos se observa que la diferencia de temperatura entre la muestra PCM10 y PCM0 es de 6°C. Se verifica que a mayor proporción de PCM menor es la conductividad, reteniendo la energía térmica durante más tiempo y alcanzando más tarde la temperatura ambiente, tal y como se ve en la Gráfica 4-5.



Gráfica 4-5 Curva termográfica en ambiente caliente. La línea negra representa el baño; la línea continua la temperatura en la parte alta del mortero y la discontinua la temperatura en la parte baja.

El aporte que realiza el material de cambio de fase se realiza en este ambiente, ya que las probetas aditivadas con PCM alcanzan esa temperatura de cambio de estado y van liberando la energía térmica que ha sido almacenada, ejerciendo de barrera térmica y manteniendo la muestra caliente, tal y como quedó demostrado en las gráficas del TG (Figura 4-5 y Figura 4-6). Para apoyar estos

resultados se ha realizado un seguimiento fotográfico, tal y como se aprecia en la Figura 4-10. Se concluye que una mayor cantidad de PCM permite amortiguar de mejor forma los cambios bruscos de temperatura.

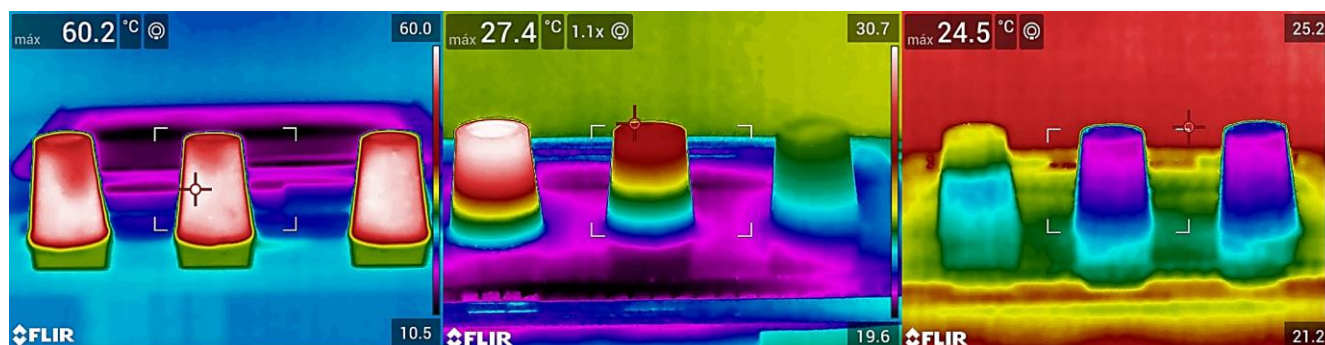


Figura 4-10 Evolución muestras de análisis termográfico en ambiente caliente (PCM10, PCM5, PCM0) en instante inicial (izquierda), transcurridos 40 minutos (centro) y transcurridos 55 minutos (derecha)

4.4 Análisis mediante cámara térmica

Para la realización de este ensayo, se llevó a cabo un registro fotográfico de la parte anterior de los dos bloques. El objetivo era analizar y verificar el efecto o fenómeno de barrera térmica que tiene lugar cuando el material de cambio de fase sufre el cambio de estado. Esto ocurre cuando alcanza su temperatura de fusión y se adopta la condición de un material con poca conductividad térmica.

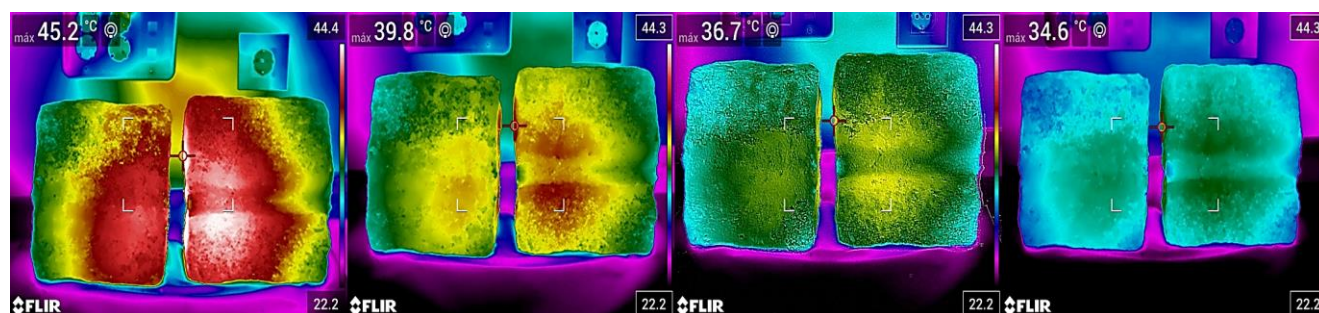


Figura 4-11 Evolución térmica parte anterior bloques (izquierda con PCM y derecha sin PCM) en el tiempo inicial, a los 20 minutos, 40 minutos y 60 minutos

Queda reflejado en la Figura 4-11 cómo el bloque que contiene el mortero con material de cambio de fase en el centro es capaz de retener de forma más rápida la energía térmica transmitida por el calentador. El PCM almacena la energía térmica y hace que no se extienda y se propague por los adoquines a los que está unido. Hace referencia a los elementos del ámbito de la construcción y la edificación, como son las paredes y techos aditivados con PCM, guardando similitud en la forma en la que no deja paso a la energía térmica a traspasar por completo el mortero de un extremo a otro.

Sin embargo, debido a las dimensiones y funcionamiento del calentador utilizado en el ensayo, la superficie calentada no ha sido la misma en ambos bloques. La presencia de frentes de evaporación en los dos casos, sumado al factor anterior, ha hecho que el enfriamiento del bloque menos calentado se produzca con antelación al del otro bloque.

También, la viscosidad que posee el PCM hacia la roca utilizada en este caso, provoca que la influencia que tiene este material sobre los bloques se vea muy reducida.

4.5 Ensayos de durabilidad

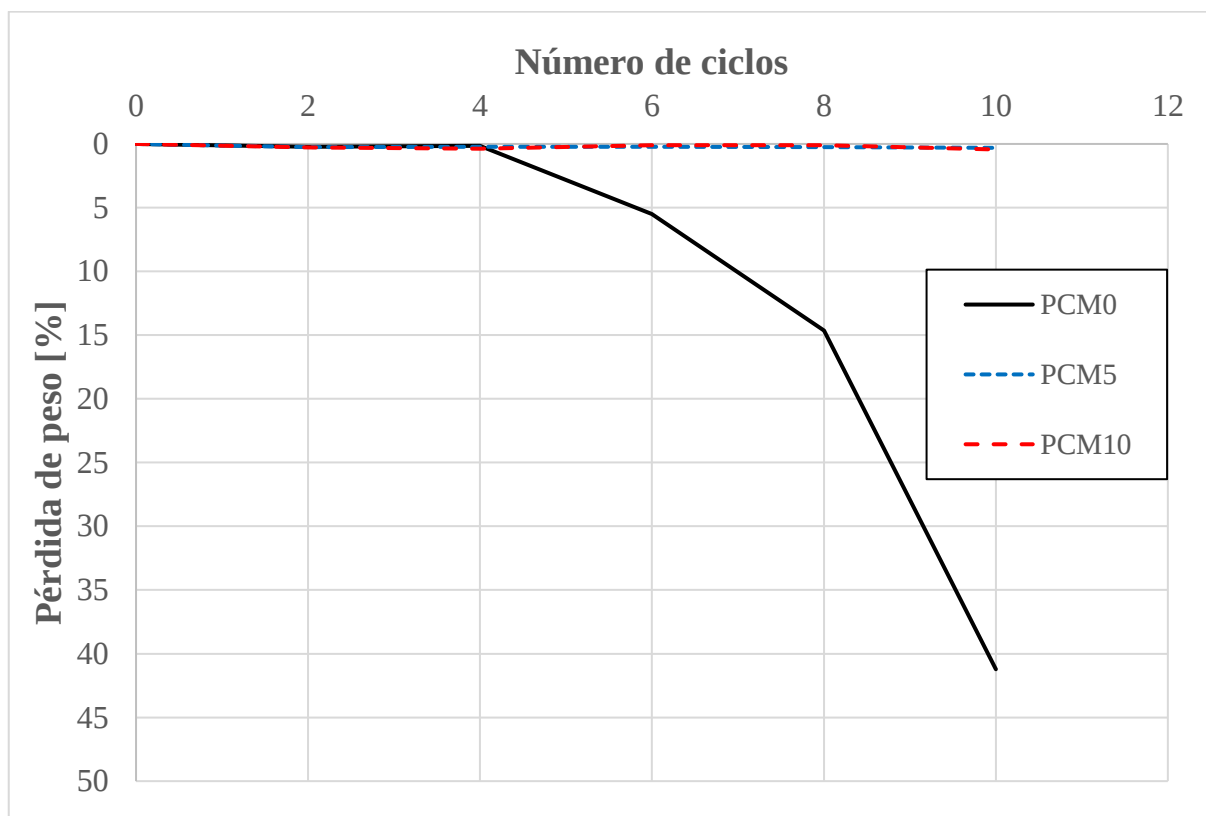
Este tipo de ensayos se centran en observar el comportamiento de los morteros a los que se ha añadido material de cambio de fase de forma no equitativa frente a la exposición de distintos ambientes de temperatura (ciclos de hielo y deshielo y ciclos de choque térmico) y disoluciones (sales solubles), con el

fin de medir su comportamiento frente a agentes agresivos externos similares a los que se encontrarán una vez puestos en servicio.

Para el análisis y evaluación de este comportamiento, se llevó un rastreo de las pérdidas de masa de cada una de las probetas a medida que iban sucediéndose los ciclos de los experimentos. Para ello, fue necesario el secado de todas las probetas en una estufa ventilada a 75°C, 24 horas previas a la medición del peso. Se conseguía así el peso seco de las muestras y podían compararse con los morteros de referencia y entre ellos mismos, obteniendo unos resultados realistas y concordantes. A lo largo de este seguimiento, también se realizaron fotografías de cada una de las probetas en todos los ensayos, para comparar, al igual que con el peso, su variación a lo largo de los ciclos.

Hielo-Deshielo

En este ensayo las muestras empezaron a experimentar grietas a partir de los 5 ciclos, siendo las que no estaban aditivadas con material de cambio de fase, las primeras en hacerlo. Las pérdidas de masa se mantuvieron estables en todas ellas hasta los 5 ciclos, donde las probetas sin PCM incrementaron estas pérdidas de manera considerable a partir de los 6 ciclos.



Gráfica 4-6 Evolución pérdidas de masa en ciclos de hielo/deshielo

Tal y como se ve en la Gráfica 4-6, las muestras aditivadas con PCM en un 5% y 10% no sufrieron apenas pérdidas de masa hasta los últimos 2 ciclos, sin alcanzar el 1% del peso total. Estos resultados parecen indicar que la desaparición de poros pequeños al aditivar el mortero con PCM (Gráfica 4-1) ocasiona que el mortero resista mucho más las presiones internas que el agua congelada puede ocasionar contra las paredes de los poros, ya que tal y como apuntan estudios previos [67], [68], las presiones son mayores cuanto menor es el radio del poro.

En el transcurso de los ciclos se fueron realizando las siguientes anotaciones:

- Se apreciaron ligeras grietas en la parte superior de la muestra PCM0-16 tras 4 ciclos (Figura 4-12).
- Surgen grietas más grandes en la parte superior de la muestra PCM0-15 tras 5 ciclos

- Las grietas siguieron creciendo hasta transcurridos los 6 ciclos.
- Se desprende material de la probeta PCM0-15 a mitad de los 7 ciclos.
- Lo mismo ocurre con la probeta PCM0-16 al finalizar los 7 ciclos.
- Se aprecian pequeñas oquedades en las muestras PCM5-15 y PCM5-16 al cabo de 10 ciclos y las probetas sin PCM se han deformado considerablemente (Figura 4-13).



Figura 4-12 PCM0-15 y PCM0-16 con grietas tras 5 ciclos de hielo/deshielo



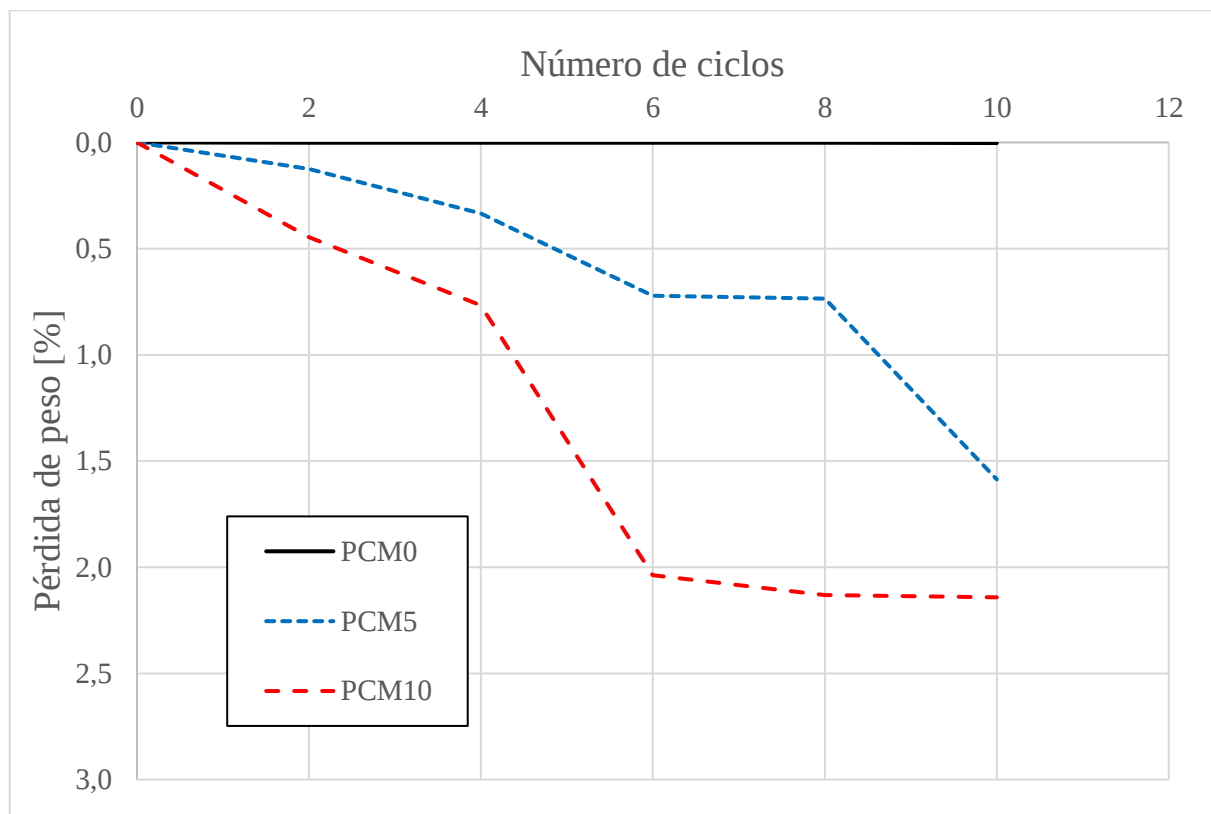
Figura 4-13 Situación final de las probetas tras 10 ciclos de hielo/deshielo

Choque Térmico

En este ensayo las muestras fueron sometidas a cambios bruscos de temperatura con el fin de analizar si los cambios de fase del PCM, de sólido a líquido, podían generar tensiones internas contra las paredes de los poros de los morteros y llegar a romperlos.

En la Gráfica 4-7 se aprecia que las muestras de PCM0 apenas experimentan pérdida de peso, inferior al 0.5%, que puede estar asociada a la simple manipulación de las muestras durante el ensayo. En los morteros aditivados con PCM, se aprecian pequeñas pérdidas, inferiores al 3% después de 10 ciclos, observándose la aparición de pequeñas oquedades en las muestras al transcurso de los 10 ciclos. Esto se debe a los procesos de fusión-solidificación propios del PCM que ocurren cuando las probetas son sometidas a los ciclos de cambio de estado. La presión de carácter interno que ejerce el PCM sobre las paredes al solidificar produce estas fracturas y oquedades en el material (Figura 4-14).

Analizando los diferentes contenidos de PCM en la muestra, sí que se aprecia una ligera diferencia entre el PCM5 y el PCM10, de manera que la pequeña pérdida detectada es mayor cuanto mayor sea el contenido de PCM introducido en la mezcla. Esto indica que un exceso de PCM, superior al empleado en este estudio, sí que puede ocasionar tensiones internas en el mortero.



Gráfica 4-7 Evolución promedio de las pérdidas de masa en ciclos de choque térmico (n=2)

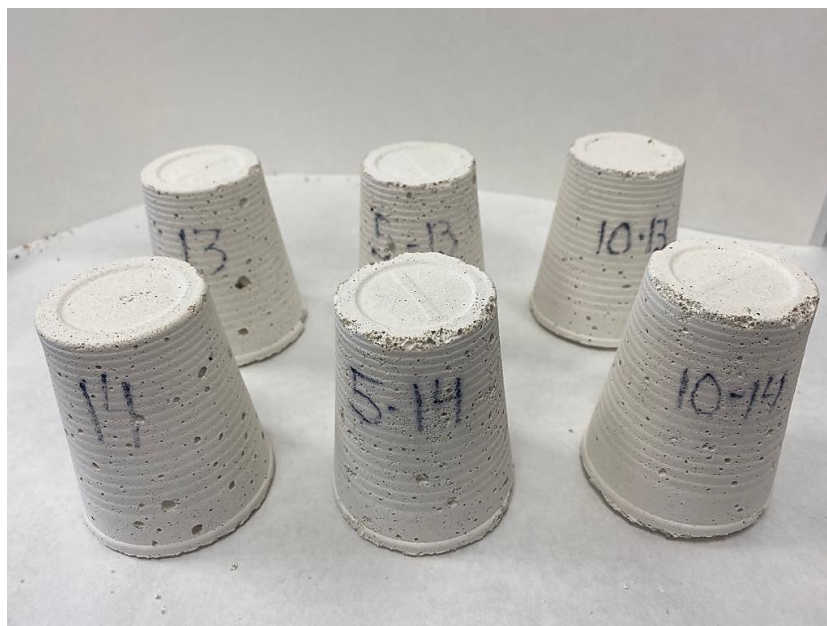
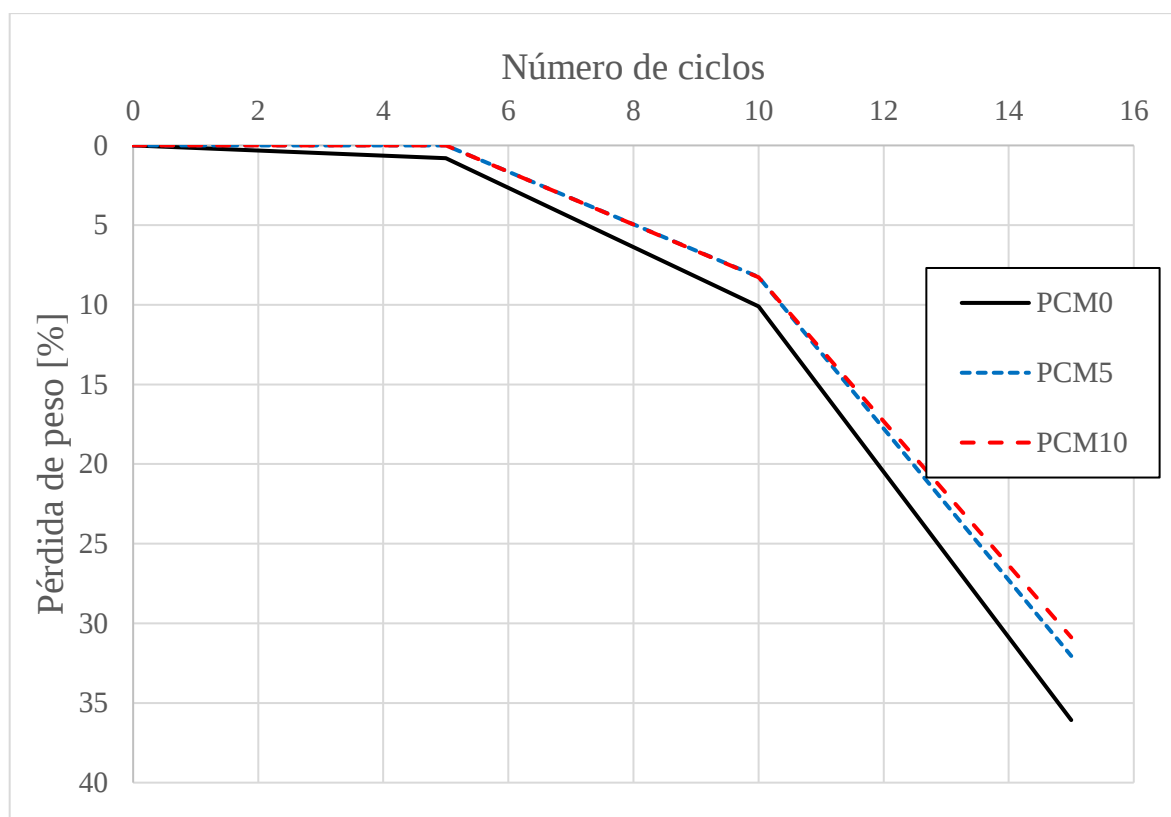


Figura 4-14 Situación final de las probetas tras 10 ciclos de choque térmico

Alteración por sales

Como se observa en la Gráfica 4-8, Gráfica 4-9 y la Gráfica 4-10 se realizó un seguimiento del peso de todas las muestras utilizadas para este ensayo a lo largo de 20 ciclos, tomando mediciones cada 5 ciclos. Se expondrán los resultados de este proceso en función de la sal soluble utilizada en los ciclos.

- **Sulfato de sodio (Na_2SO_4) al 14% en peso:** Con este tipo de sal soluble solo se realizaron 15 ciclos, que fueron registrados en la Gráfica 4-8, debido a la mayor alteración que sufrían los morteros al paso de cada uno de ellos, respecto de otras disoluciones.



Gráfica 4-8 Evolución pérdidas de masa en ciclos de alteración por sales, Na_2SO_4 (n=3)

De los resultados se extrae que las muestras que mejor soportaron la acción de las sales solubles fueron las que estaban aditivadas con PCM, siendo las PCM10 las menos afectadas, y en concreto la muestra PCM10-3 fue la que menos pérdida de material sufrió al cabo de los 15 ciclos. Las muestras con un 5% de PCM experimentaron una pérdida de masa levemente mayor que las de % de PCM, pero con bastante mejoría respecto a las que no tenían PCM en su composición, siendo la muestra PCM-2 la menos afectada y la PCM5-1 la más afectada (Figura 4-15).

Una vez observado en la Gráfica 4-8 que las mayores pérdidas de material fueron experimentadas por el mortero PCM0-4 (60,71%) y que las menores pérdidas fueron del mortero PCM5-2 (26,94%), se concluyen una serie de factores:

1. Ante mayor porosidad capilar del mortero mayores pérdidas y mayor es la porosidad accesible a las disoluciones.
2. Mayor, por tanto, es la cantidad de sales solubles que pueden introducirse en el mortero (en concreto las muestras PCM0 y PCM5).
3. Guarda relación con el tamaño y distribución de los poros.



Figura 4-15 Patrón de rotura en sales solubles por Na_2SO_4 (PCM0, PCM5 y PCM10)

Las sales ejercen una presión mayor al cristalizarse en el interior de los poros de pequeño tamaño, los cuales no están presentes en las probetas de PCM al 10%. Este factor se acentúa cuando la sal a tratar es tan dañina como el del sulfato de sodio (Na_2SO_4), la cual puede llegar a incrementar su volumen un 300% debido a los procesos de hidratación [34], [69].

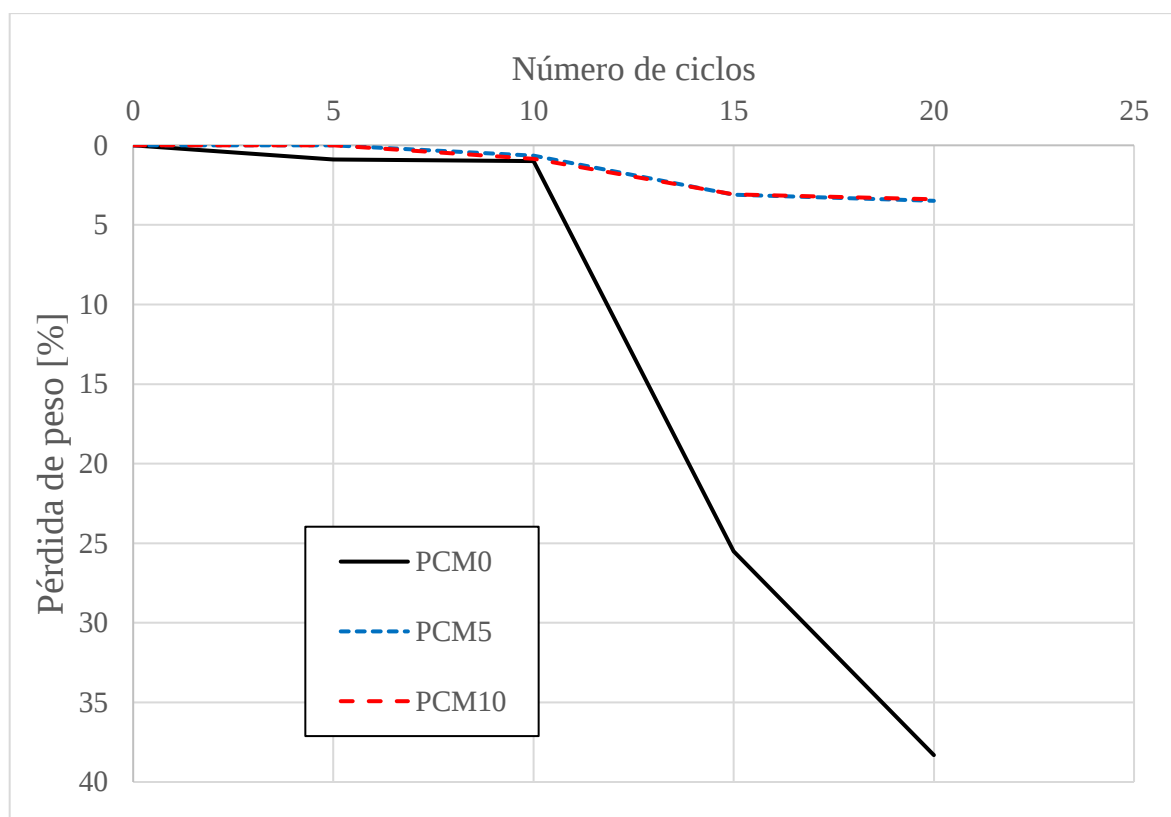
Siguiendo el método de la norma ASTM se expondrán las 10 medidas de la dureza superficial obtenidas de cada una de las muestras al inicio del ensayo y al finalizar los 15 ciclos. Todos los valores asociados a cada una de las tablas están expresados en valores de dureza superficial (HLD).

En la Tabla 4-3 se muestran todas las medidas obtenidas y la media aritmética de todas ellas. En ella se refleja la imprecisión y poca determinación de las medidas obtenidas. Esto se debe a la sensibilidad que presenta el durómetro al no poder tomarse las medidas en una superficie plana, como era el caso inicial.

Dureza inicial								
1	3	4	5-1	5-2	5-4	10-1	10-2	10-3
201,7	203,2	207,1	199,6	199,7	198,4	207,7	207,9	202,6
15 ciclos								
1	3	4	5-1	5-2	5-4	10-1	10-2	10-3
185,4	142	149,2	138,8	150,9	167,9	238	139,5	153

Tabla 4-3 Dureza de cada muestra y promedio en sulfato de sodio (Na_2SO_4)

- Cloruro de sodio (NaCl) al 20% de peso:** Las muestras fueron sometidas a esta disolución durante 20 ciclos y se llevó un control del peso de cada una cuando trascurrían 5 de ellos. De acuerdo a las pérdidas que han tenido lugar en las probetas al realizarse los procesos con esta sal en concreto, se obtiene según la Gráfica 4-9 que las muestras que han expuesto más resistencia y las que menos pérdidas han experimentado son las aditivadas con PCM. Más específicamente, la PCM5-6 y la PCM5-7, suponiendo su pérdida de masa al cabo de 20 ciclos del 2,32% y 2,33% de la masa total respectivamente. De hecho, no han sufrido ninguna variación de su peso hasta una vez transcurridos 5 ciclos. Por el contrario, las muestras que más se han deteriorado en este proceso y que han perdido mayor cantidad de masa han sido las que no tenían PCM en su composición, siendo estas la PCM0-5 (35,86%), la PCM0-6 (39,64%) y la PCM0-7 (24,52%), tal y como se observa en la Gráfica 4-9.



Gráfica 4-9 Evolución pérdidas de masa en ciclos de alteración por sales (NaCl)

Sobre el registro fotográfico de la Figura 4-16 y en concordancia con la Gráfica 4-9 se obtiene un gran deterioro de la parte exterior de las muestras sin PCM y un mayor aguante por parte de las muestras aditivadas con el mismo material.



Figura 4-16 Patrón de rotura en sales solubles por NaCl (PCM0-7, PCM5-7 y PCM10-7)

Este tipo de sal ocasiona un proceso de arenización, o pérdida superficial de los granos minerales, apreciables en la Figura 4-16.

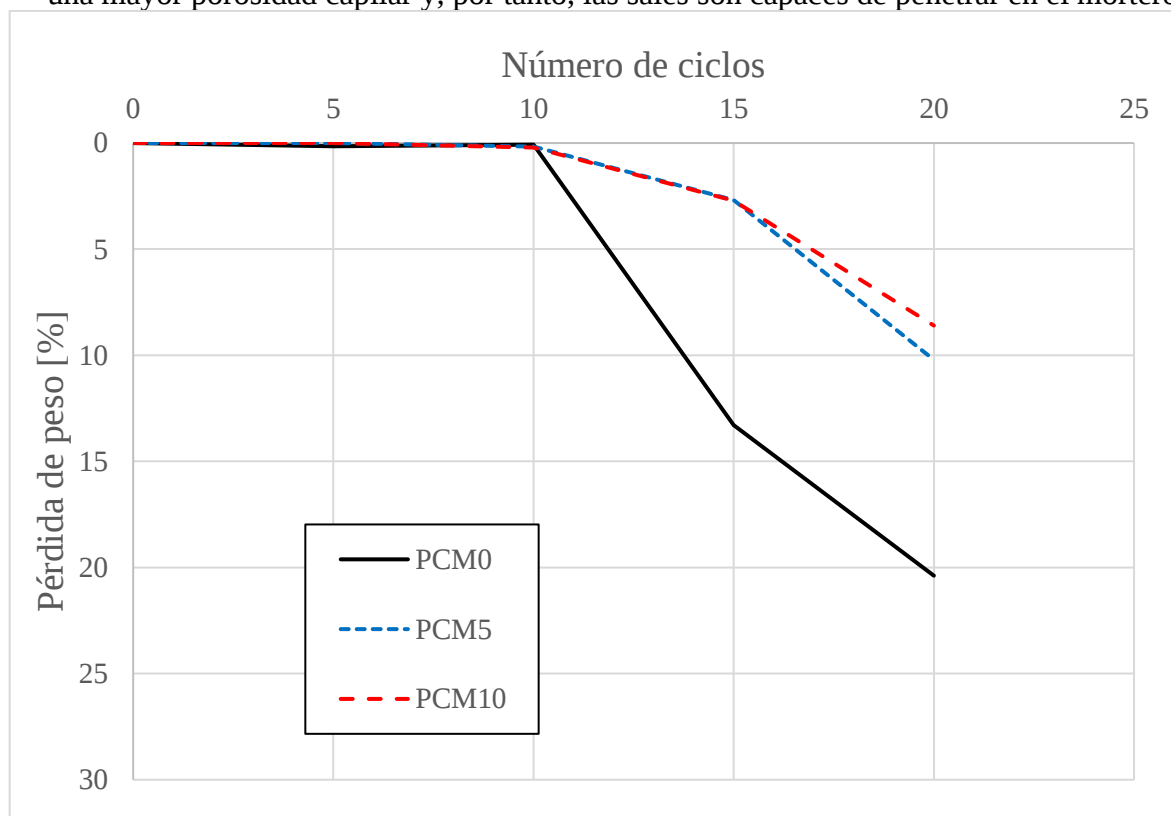
Las muestras con PCM más concretamente las que mayor porcentaje de material de cambio de fase contienen, son las que ofrecen mayor resistencia a este tipo de ensayo. Así se muestra en la Tabla 4-4. Esto no es coherente con la pérdida de material que han experimentado cada una de las muestras debido a los ciclos a los que se han visto sometidas. El incremento de la dureza se puede explicar como una limpieza incompleta de las sales que han ido absorbiendo a lo largo de los ciclos, pese a los procesos de limpieza y secado realizados.

Dureza inicial								
5	6	7	5-5	5-6	5-7	10-4	10-5	10-7
203,2	202	199,8	200,2	199,3	201,8	213,5	212,7	213,6
20 ciclos								
5	6	7	5-5	5-6	5-7	10-4	10-5	10-7
215,5	243	216,8	226,8	212	210,4	262,1	326,1	310,3

Tabla 4-4 Dureza de cada muestra y promedio en cloruro de sodio (NaCl)

- Agua de mar filtrada.): En la Gráfica 4-10 se puede apreciar el seguimiento que se llevó del peso de las diferentes probetas al inicio, tras realizar 5 ciclos, 10 ciclos, 15 ciclos y finalmente 20, así como indicar la pérdida de masa acumulada.

Tal y como muestran los resultados expuestos y registrados, la mayor pérdida de peso la han experimentado aquellas muestras que no fueron aditivadas con PCM, siendo la más perjudicada la muestra PCM0-9 (20,70%). Por otro lado, las probetas no han experimentado ninguna variación de peso durante los primeros 10 ciclos y las que más han aguantado los procesos de cristalización de las sales del agua de mar filtrada han sido las aditivadas con mayor porcentaje de PCM, en concreto la probeta PCM10-8 (5,18%). Esto guarda estrecha relación con la porosidad capilar de los morteros, siendo los más accesibles los que presentan una mayor porosidad capilar y, por tanto, las sales son capaces de penetrar en el mortero.



Gráfica 4-10 Evolución pérdidas de masa en ciclos de alteración por sales (agua de mar filtrada)

Al igual que en el resto de ensayos, se llevó a cabo un registro fotográfico para el análisis de los cambios macroscópicos a lo largo de los ciclos, tal y como se ve en la Figura 4-17.



Figura 4-17 Patrón de rotura en sales solubles por agua de mar filtrada (PCM0-10, PCM5-10 y PCM10-12)

Según las mediciones realizadas se obtiene que la dureza superficial que muestran las distintas probetas frente a la acción de la sal marina al cristalizarse, es la mostrada en la Tabla 4-5.

Al igual que ocurre con la disolución de Cloruro de sodio (NaCl), los datos no son coherentes con la pérdida de material que han experimentado cada una de las muestras debido a los ciclos a los que se han visto sometidas. Del mismo modo, el incremento de la dureza se puede explicar como una limpieza incompleta de las sales que han ido absorbiendo a lo largo de los ciclos, pese a los procesos de limpieza y secado realizados.

Dureza inicial								
8	9	10	5-8	5-9	5-10	10-8	10-10	10-12
205,3	203,9	199,3	206,3	207,6	201,6	218,8	212,8	219,2
20 ciclos								
8	9	10	5-8	5-9	5-10	10-8	10-10	10-12
262,6	227,1	253	248,9	270,2	295,2	252,6	234,8	257,3

Tabla 4-5 Dureza de cada muestra y promedio en agua de mar filtrada

En definitiva, se aprecia que la presencia de poros pequeños en el material afecta de manera negativa en su durabilidad frente a la acción de sales, tal y como se indica en estudios previos [70], [71]. De este modo, las presiones que las sales son capaces de ejercer contra las paredes de los poros son mayores cuanto menor es el tamaño de poro.

5 CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

5.1 Conclusiones

A partir de los ensayos realizados, los resultados obtenidos y los objetivos fijados, se exponen a continuación las principales conclusiones:

- Los análisis termogravimétricos y de infrarrojos demuestran que la incorporación de PCM cumple su función de almacenar y ceder energía térmica ($46,787 \mu V \cdot s/mg$) cuando se somete a su temperatura de cambio de fase, ejerciendo de barrera térmica.
- La adición de PCM al mortero reduce el volumen de poros de menor tamaño, lo que implica una variación en sus propiedades físicas: menor porosidad accesible y en sus propiedades mecánicas: incremento de la resistencia a compresión.
- A mayor contenido de PCM las variaciones tanto en las propiedades físico-mecánicas como térmicas son más acusadas.
- Respecto a los ensayos de durabilidad, se concluye que la adición de material de cambio de fase a morteros supone una mayor resistencia en situaciones de congelación/descongelación del material y cuando son alterados por sales solubles como las utilizadas. A diferencia de las situaciones con cambios bruscos de temperatura, donde los morteros con PCM ofrecen menos resistencia al retener parte de esa energía térmica, como ocurre con los ensayos de choque térmico.

5.2 Líneas futuras

De los resultados obtenidos en este trabajo, surgen varias líneas de investigación:

1. La aplicación de un solo tipo de material de cambio de fase ha hecho que todo el trabajo esté centrado en las características y propiedades asociadas a ese único material. De esta forma, los distintos ensayos han estado limitados a las propiedades de un único material, sin posibilidad de mejora. Sería mediante la combinación de distintos materiales de cambio de fase, cuando se podrían conseguir una serie de características óptimas y que podrían cumplir muchos más requisitos en las diferentes pruebas y aplicaciones a las que son incorporados.
2. La optimización de sistemas de calentamiento en el edificio de investigación del Centro Universitario de la Defensa, para la correcta realización de los experimentos con este tipo de materiales.
3. La calibración de los equipos de análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial para poder obtener resultados coherentes en próximos trabajos y ensayos.
4. Otra posible línea de investigación podría ser el estudio de este tipo de materiales, con estas peculiaridades, en otros ámbitos en los que se pudieran desarrollar y que podrían tener muchas aplicaciones al servicio de muchos sectores. Ejemplo de ello puede ser su

introducción en el sector textil con el fin de aplicar esa acumulación de energía térmica a los materiales utilizados para la elaboración de la ropa.

5. Sobre sus posibles aplicaciones en una institución como la Armada, la introducción de este tipo de materiales sería un gran proyecto a definir y de gran utilidad para aquellos edificios antiguos que se encuentran en los arsenales y cuarteles. Nos encontramos ante una empresa antigua que cuenta con numerosos cuarteles en los sitios más expuestos de todas las costas de España. La acción de diferentes agentes externos, sobre todo de naturaleza marina, hacen que el deterioro que experimentan la mayoría de los edificios sea mayor y que pierdan parcialmente sus propiedades o sean menos eficientes. También tendrían gran aplicación en aquellos lugares donde las temperaturas que se alcanzan son muy elevadas o para compartimentos de barcos, como los pañoles de munición, o situados en tierra, como los polvorines, donde el control de la temperatura es muy estricto por la peligrosidad del material que contienen.

6 BIBLIOGRAFÍA

- [1] M. Á. Caraballo Pou, J. M. García Simón, M. Á. Caraballo Pou, y J. M. García Simón, «Energías renovables y desarrollo económico. Un análisis para España y las grandes economías europeas», *El Trimest. Económico*, Sevilla, 2017.
- [2] I. Capellán-Pérez, Á. Campos-Celador, y J. Terés-Zubiaga, «Renewable Energy Cooperatives as an instrument towards the energy transition in Spain», *Energy Policy*, 2018.
- [3] European Commission. Joint Research Centre. Institute for Energy and Transport., *Energy efficiency status report 2012: electricity consumption and efficiency trends in the EU 27*. LU: Publications Office, 2012. [En línea]. Disponible en: <https://data.europa.eu/doi/10.2788/37564>, [Último acceso: 14 de febrero de 2022].
- [4] R. M. JAVIER FRANCISCO y V. G. ELOY, *Eficiencia energética en edificios. Certificación y auditorías energéticas: certificación y auditorías energéticas*. Editorial Paraninfo, 2006.
- [5] «¿Qué son los ODS u Objetivos de desarrollo sostenible?», *Femcet*, 1 de abril de 2021. [En línea], Available: <https://femcet.com/es/objetivos-de-desarrollo-sostenible-u-ods-que-son-y-agenda-2030/>, [Último acceso: 8 de marzo de 2022].
- [6] D. A. Arranz, «Yeso aditivado con materiales de cambio de fase para su aplicación en rehabilitaciones energéticas en interiores de edificios protegidos», Madrid, 2014.
- [7] V. A. Z. Vargas, «Morteros acumuladores con parafinas microencapsuladas para el aprovechamiento de la energía solar en suelos radiantes», Madrid, 2013.
- [8] «Modelo simplificado de un depósito de almacenamiento con PCM». [En línea]. Available: <https://repositorio.upct.es/handle/10317/9826>, [Último acceso: 8 de febrero de 2022].
- [9] M. Orozco, J. Martínez, A. Chico, y K. Acurio, «Procesado y Caracterización de Nitratos como Materiales de Cambio de Fase para Evaluar su Capacidad de Almacenamiento Energético», *Rev. Téc. Energ.*, 2018.
- [10] I. Dincer, S. Dost, y X. Li, «Performance analyses of sensible heat storage systems for thermal applications», *Int. J. Energy Res.*, 1997.

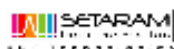
- [11] «Edwin Israel Rodriguez Ubina.pdf». [En línea]. Available en: https://oa.upm.es/40328/1/EDWIN_ISRAEL_RODRIGUEZ_UBINAS.pdf, [Último acceso: 3 de febrero de 2022].
- [12] T. Nomura *et al.*, «Microencapsulated phase change materials with high heat capacity and high cyclic durability for high-temperature thermal energy storage and transportation», *Appl. Energy*, 2017.
- [13] H. Niyas, S. Prasad, y P. Muthukumar, «Performance investigation of a lab-scale latent heat storage prototype – Numerical results», *Energy Convers. Manag.*, 2017.
- [14] T. Nomura, N. Okinaka, y T. Akiyama, «Technology of Latent Heat Storage for High Temperature Application: A Review», *ISIJ Int.*, 2010.
- [15] «Phase Change Material - an overview | ScienceDirect Topics». [En línea]. Available: <https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/phase-change-material>, [Último acceso: 6 de febrero de 2022].
- [16] J. Jaguemont, N. Omar, P. Van den Bossche, y J. Mierlo, «Phase-change materials (PCM) for automotive applications: A review», *Appl. Therm. Eng.*, 2018.
- [17] «Evaluación de impacto ambiental mediante análisis de ciclo de vida (ACV) de la incorporación de materiales de cambio de fase (PCM) en edificación - Repositorio Institucional de Documentos». [En línea]. Available: <https://zaguan.unizar.es/record/48555#>, [Último acceso: 8 de febrero de 2022].
- [18] P. K. S. Rathore y S. K. Shukla, «Enhanced thermophysical properties of organic PCM through shape stabilization for thermal energy storage in buildings: A state of the art review», *Energy Build.*, 2021.
- [19] A. Oliver, F. J. Neila, y A. García-Santos, «Clasificación y selección de materiales de cambio de fase según sus características para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica», *Mater. Constr.*, 2012.
- [20] M. Amorós García, «Análisis de la viabilidad de usar materiales con PCM en edificación», jun. 2011, [En línea]. Available: <https://upcommons.upc.edu/handle/2099.1/13619>, [Último acceso: 8 de febrero de 2022].
- [21] S. R. L. da Cunha y J. L. B. de Aguiar, «Phase change materials and energy efficiency of buildings: A review of knowledge», *J. Energy Storage*, 2020.
- [22] S. S. Magendran *et al.*, «Synthesis of organic phase change materials (PCM) for energy storage applications: A review», *Nano-Struct. Nano-Objects*, 2019.
- [23] F. Souayfane, F. Fardoun, y P.-H. Biwole, «Phase change materials (PCM) for cooling applications in buildings: A review», *Energy Build.*, 2016.
- [24] V. V. Tyagi y D. Buddhi, «PCM thermal storage in buildings: A state of art», *Renew. Sustain. Energy Rev.*, 2007.
- [25] J. Fernández Lladó, «Análisis del comportamiento al fuego de materiales de construcción con adición de pcm», sep. 2012, Accedido: 8 de febrero de 2022. [En línea]. Available: <https://upcommons.upc.edu/handle/2099.1/16954>, [Último acceso: 8 de febrero de 2022].

- [26] S. Ushak, A. Gutierrez, H. Galleguillos, A. G. Fernandez, L. F. Cabeza, y M. Grágeda, «Thermophysical characterization of a by-product from the non-metallic industry as inorganic PCM», *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 2015.
- [27] Q. Duan, F. L. Tan, y K. C. Leong, «A numerical study of solidification of n-hexadecane based on the enthalpy formulation», *J. Mater. Process. Technol.*, 2002.
- [28] Y. P. Zhang, K. P. Lin, R. Yang, H. F. Di, y Y. Jiang, «Preparation, thermal performance and application of shape-stabilized PCM in energy efficient buildings», *Energy Build.*, 2006.
- [29] S. Höhlein, A. König-Haagen, y D. Brüggemann, «Macro-Encapsulation of Inorganic Phase-Change Materials (PCM) in Metal Capsules», *Materials*, 2018.
- [30] J. Giro-Paloma, R. Al-Shannaq, A. I. Fernández, y M. M. Farid, «Preparation and Characterization of Microencapsulated Phase Change Materials for Use in Building Applications», *Materials*, 2016.
- [31] L.-C. Calle, «Determinación de la composición de morteros endurecidos de cal, híbridos y de cemento portland», Argentina, 2011.
- [32] V. Pozo y A. Rey, «Utilización de cementos activados alcalinamente para la mejora de las propiedades de morteros Cal-Puzolana», Universidad Politécnica de Valencia, 2016.
- [33] J. Alvarez, A. Martín, y P. García, «Historia de los morteros», *Bol. Inf. Inst. Andal. Patrim. Histórico*, 1995.
- [34] J. Feijoo Conde, R. Amado, «Alteración de las rocas y otros materiales de construcción en los monumentos. Técnicas de conservación», Servizo de Publicacións da Universidade de Vigo, 2016.
- [35] F. Yang, B. Zhang, y Q. Ma, «Study of Sticky Rice–Lime Mortar Technology for the Restoration of Historical Masonry Construction», *Acc. Chem. Res.*, 2010.
- [36] O. Cazalla Vázquez, «Morteros de cal: aplicación en el patrimonio histórico», Universidad de Granada, 2002.
- [37] E. Aggelakopoulou, A. Bakolas, y A. Moropoulou, «Lime putty versus hydrated lime powder: Physicochemical and mechanical characteristics of lime based mortars», *Constr. Build. Mater.*, 2019.
- [38] F. G. Cabrera-Covarrubias, S. P. Arredondo-Rea, J. M. Gómez-Soberón, J. L. Almaral-Sánchez, y R. Corral-Higuera, «Mechanical properties of mortars containing recycled ceramic as a fine aggregate replacement», *Rev. Constr.*, 2015.
- [39] J. L. González, F. H. García, y J. C. Martínez, «LA ARCILLA COMO MATERIAL CERÁMICO. CARACTERÍSTICAS Y COMPORTAMIENTO», *Cuad. Prehist. Arqueol. Univ. Granada*, 1983.
- [40] «Qué son los áridos para la construcción», *Transanc*, 18 de noviembre de 2019.[En línea]. Available: <https://www.transanc.net/aridos2/que-son-los-aridos-para-la-construccion/>, [Último acceso: 4 de febrero de 2022].
- [41] M. J. Ertelt, M. Raith, J. Eisinger, C. U. Grosse, y O. Lieleg, «Bacterial Additives Improve the Water Resistance of Mortar», *ACS Sustain. Chem. Eng.*, 2020.

- [42] «UNE-EN 1936:2007 Métodos de ensayo para piedra natural. Determ...» [En línea]. Available: <https://www.une.org/encuentra-tu-norma/busca-tu-norma/norma?c=N0038621>, [Último acceso: 15 de marzo de 2022].
- [43] J. Feijoo, R. Fort, L. S. Gomez-Villalba, M. E. Rabanal, y L. M. Ottosen, «Electroprecipitation of Magnesium and Calcium Compounds for Weathering Protection of Ornamental Rocks», *Cryst. Growth Des.*, 2020.
- [44] J. Feijoo, L. M. Ottosen, y J. S. Pozo-Antonio, «Influence of the properties of granite and sandstone in the desalination process by electrokinetic technique», *Electrochimica Acta*, 2015.
- [45] «UNE-EN 1925:1999 Métodos de ensayo para piedra natural. Determ...» [En línea]. Available: <https://www.une.org/encuentra-tu-norma/busca-tu-norma/norma/?c=N0010084>, [Último acceso: 15 de marzo de 2022].
- [46] M. J. Mosquera, T. Rivas, B. Prieto, y B. Silva, «Capillary Rise in Granitic Rocks: Interpretation of Kinetics on the Basis of Pore Structure», *J. Colloid Interface Sci.*, 2000.
- [47] «UNE-EN 14579:2005 Métodos de ensayo para piedra natural: Deter...» [En línea]. Available: <https://www.une.org/encuentra-tu-norma/busca-tu-norma/norma/?c=N0034000>, [Último acceso: 15 de marzo de 2022].
- [48] J. Guyader y A. Denis, «Propagation des ondes dans les roches anisotropes sous contrainte évaluation de la qualité des schistes ardoisiers», *Bull. Int. Assoc. Eng. Geol.*, 1986.
- [49] S. M. Monteagudo, M. J. Casati, J. C. Gálvez, J. Kratochvil, y G. Al-Assadi, «Evaluación estructural mediante ultrasonidos del efecto del espesor de la junta de mortero en muros de fábrica de ladrillo cerámico sometidos a esfuerzos de compresión hasta su rotura», Gijón, 2011.
- [50] E. Santos De La Cruz, N. Cancino Vera, J. Yenque Dedios, D. Ramírez Morales, y M. Palomino Pérez, «El ultrasonido y su aplicación», *Ultrasound and Its application*, Lima (Perú), 2011.
- [51] N. Pérez Ema, «Evaluación de los efectos derivados de las intervenciones de restauración realizadas sobre material pétreo :Teatro romano y Casa del Mitreo de Mérida», 2017.
- [52] R. Fort González, M. J. Varas, M. Álvarez de Buergo, y D. M. Freire, «Determination of anisotropy to enhance the durability of natural stone», 2011.
- [53] E. Rodríguez y E. Villegas, «Caracterización de polímeros aplicando el método termogravimétrico», *Métod. Mater.*, 2012.
- [54] «LABSYS evo ATG STA DTA / DSC. par Setaram. Une marque du Groupe KEP Technologies - PDF Free Download». [En línea]. Available: <https://docplayer.fr/90106642-Labsys-evo-atg-sta-dta-dsc-par-setaram-une-marque-du-groupe-kep-technologies.html>, [Último acceso: accedido 6 de marzo de 2022].
- [55] D. Ergenç y R. Fort González, «Accelerating carbonation in lime-based mortar in high CO₂ environments», 2018.
- [56] «FLIR, “Guía sobre termografía para aplicaciones en edificios y energías renovables,”» 2011. [En línea]. Available: http://www.flirmedia.com/MMC/THG/Brochures/T820325/T820325_ES.pdf [Último acceso: 8 de marzo de 2022].

- [57] «UNE-EN 12371:2011 Métodos de ensayo para piedra natural. Deter...» [En línea]. Available: <https://www.une.org/encuentra-tu-norma/busca-tu-norma/norma/?c=N0046626>, [Último acceso: 10 de marzo de 2022].
- [58] «UNE-EN 14066:2014 Métodos de ensayo para piedra natural. Deter...» [En línea]. Available: <https://www.une.org/encuentra-tu-norma/busca-tu-norma/norma/?c=N0052555>, [Último acceso: 10 de marzo de 2022].
- [59] «UNE-EN 12370:2020 Métodos de ensayo para piedra natural. Deter...» [En línea]. Available: <https://www.une.org/encuentra-tu-norma/busca-tu-norma/norma/?c=N0064854>, [Último acceso: 10 de marzo de 2022].
- [60] «La Resistencia al Impacto», 4 de enero de 2017. [En línea]. Available: <https://todoenpolimeros.com/2017/01/04/la-resistencia-al-impacto/>, [Último acceso: 4 de marzo de 2022].
- [61] «manual-PCE-2500-n.pdf». Accedido: 4 de marzo de 2022. [En línea]. Available: <https://www.pce-iberica.es/manuales/manual-PCE-2500-n.pdf>, [Último acceso: 4 de marzo de 2022].
- [62] «uniaxial_compressive_strength». [En línea]. Available: https://glossary.oilfield.slb.com/es/terms/u/uniaxial_compressive_strength, [Último acceso: 9 de marzo de 2022].
- [63] H. Aoki y Y. Matsukura, «Estimating the unconfined compressive strength of intact rocks from Equotip hardness», *Bull. Eng. Geol. Environ.*, 2008.
- [64] J. Feijoo, X. R. Nóvoa, y T. Rivas, «Electrokinetic treatment to increase bearing capacity and durability of a granite», *Mater. Struct.*, 2017.
- [65] G. Dagdelenler, E. A. Sezer, y C. Gokceoglu, «Some non-linear models to predict the weathering degrees of a granitic rock from physical and mechanical parameters», *Expert Syst. Appl.*, 2011.
- [66] «Goodman, R. E. - Introduction to Rock Mechanics, 2nd Edition - Free Download PDF». [En línea]. Available: https://kupdf.net/download/goodman-r-e-introduction-to-rock-mechanics-2nd-edition_5af7fa1be2b6f51a470e637f_pdf [Último acceso: 12 de marzo de 2022].
- [67] «Propiedades de las Rocas». [En línea]. Available: <https://www.ugr.es/~agcasco/personal/restauracion/teoria/TEMA05.htm> [Último acceso: 13 de marzo de 2022].
- [68] H. Zhao, Q. Xiao, D. Huang, y S. Zhang, «Influence of Pore Structure on Compressive Strength of Cement Mortar», *Sci. World J.*, 2014.
- [69] J. F. Conde, «Definición de los protocolos más eficaces para la desalación en granitos ornamentales», Universidad de Vigo, 2016.
- [70] R. M. Espinosa-Marzal y G. W. Scherer, «Advances in Understanding Damage by Salt Crystallization», *Acc. Chem. Res.*, 2010.
- [71] G. W. Scherer, «Stress from crystallization of salt», *Cem. Concr. Res.*, 2004.

ANEXO I: MANUAL DEL EQUIPO LABSYS EVO



Labsys Evo – Putting into service / Applications

6. Technical characteristics

6.1. Labsys™ Evo

- Single-phase mains power supply 230 V $\pm$ 10 % 50/60 HZ
- Total power input 820 VA
- Safety equipment
 - Furnace and sample safety temperatures are software programmable
 - Water circulation safety device
 - Furnace opening safety device: the furnace cannot be opened when the pressure in the analysis chamber is below 680mbar or when the temperature exceeds 70°C
- Gas inlet pressure 3 bars max.
- Water inlet pressure 3 bars max.
- Ambient operating temperature 5°C to 40°C
- Relative humidity Max. 80% for ambient T up to 31°C, then reducing to 50% for T° of 40°C.
- Dimension: LxHxD
 - Work position 530 x 560 x 580 mm
 - High position 530 x 760 x 580 mm
- Weight 55 kg
- Working temperature range
 - LABSYS EVO 1150**
Ambient to 1150°C. (Standard Utilisation)
These values can vary according to the sensors, crucibles, sweeping gas used, therefore it is vital to refer to the manual.
 - LABSYS EVO 1600**
Ambient to 1400°C. (Standard Utilisation)
1600°C (Outstanding Utilisation)
These values can vary according to the sensors, crucibles, sweeping gas used, therefore it is vital to refer to the manual.
- Temperature scanning rate 0.001 to 100°C/min.
Note: there can be a risk of wear during intensive use at scanning rates exceeding 50°C/min.
- Sample volume
 - Alumina crucible : 20, 80, 90 and 440 ml
 - Platinum crucible : 20, 80, 100, 380 and 500 ml
 - Aluminium crucible : 80 and 100 ml



Labsys Evo – Putting into service / Applications

CAUTION Use the apparatus *Labsys[™] Evo* 1600 above the temperature of 1400°C during a long time cause a premature ageing of the furnace and the rods. It is recommended to limit the duration of the isotherm phases above 1400°C to 30 minutes. It is recommended to heat up at more than 2°C/min above 1400°C.

6.2. Nature of the materials in contact with the gases

Gas tubes	PU for Standard version / Stainless steel for Gas panel version
Union	Brass/stainless steel
Analysis chamber	Alumina, Dural,
Sensor (depending on type)	Chromel, Constantan, platinum, alumina, platinel, Alumel
Balance	Dural, Stainless steel, platinum, Teflon,
Crucible	Aluminium, platinum, alumina

6.3. Conformity with standards

- Low tension directive 2006/95/CE
- European Directive 2004/108/CE
- EN61326-1
- EN61326/A1
- EN61326/A2
- EN61010-1 and EN 61010-2-81

ANEXO II: SECUENCIA DE FUNCIONAMIENTO EQUIPO LABSYS EVO

A lo largo de los ensayos de termogravimetría y análisis de barrido diferencial de las distintas muestras empleadas, se han encontrado diferentes características, funciones y peculiaridades de este equipo, que han obligado a la repetición y uso estricto de este equipo. Es por ello, que, en este anexo se pretende explicar de manera concisa y detallada cada uno de los pasos a seguir para la puesta en funcionamiento del mismo, debido a los amplios periodos de tiempo que supone cada proceso, llegando a alcanzar las 6 horas, y que requiere para el análisis de las muestras.

En primer lugar, y una vez encendido, mencionar que el equipo a tratar (Figura 3-5), cuenta con un módulo ascendente y descendente donde se albergan los crisoles. Para poder moverlo, es necesario pulsar el botón situado en el lado izquierdo del equipo, y al mismo instante y sin dejar de pulsar el anterior, pulsar el botón de la parte derecha del equipo, hacia arriba si se quiere que el módulo ascienda, y hacia abajo, si se quiere que el módulo descienda.

En cuanto a las conexiones a realizar por el operador, se han de conectar los siguientes circuitos para el correcto funcionamiento:

- Equipo-PC: mediante la selección de la pestaña “*Connect*”, se procede a la conexión entre el ordenador con los programas “*Acquisition*” y “*Processing*” y el propio equipo, seleccionándolo en la pestaña emergente.
- Circuito de refrigeración: La refrigeración necesaria por este equipo, es de 2l/min, lo que hace que se necesite una toma de agua que refrigere el equipo, ya que este es capaz de alcanzar temperaturas muy elevadas, como 1150°C. Primeramente, se han de conectar el circuito físico, mediante unos tubos de color azul, de la toma a la entrada del equipo para poder permitir el paso del agua. Para ello, se dispone de una llave o válvula de paso en frente de la mesa en la que se encuentra el equipo, la cual tenemos que abrir parcialmente hasta la marca indicada a rotulador, para que el flujo de agua alcance el necesario.
- Gases de barrido: estos, son los utilizados para prevenir de la oxidación de los crisoles, los distintos elementos que componen el equipo y para la creación de una atmósfera determinada que haga que se produzca la reacción deseada. Para ello, se ha de colocar la botella del gas correspondiente en la parte posterior de la mesa para poder conectarla tanto al equipo, como a los caudalímetros, los cuales son unos marcadores de referencia para saber si está circulando verdaderamente por el equipo.

En el caso de que se quieran conectar dos gases de arrastre o barrido, el equipo en su parte anterior, dispone de dos entradas de gas para dos botellas, además de la opción en el sistema de elegir un gas de barrido en cada tramo de la secuencia de temperatura.

También, debemos ajustar la presión en la válvula que está conectada al manómetro de la botella, para el óptimo funcionamiento del sistema y por consecuencia, de los experimentos. Inicialmente, se abre la botella progresivamente, y cuando está abierta del todo, se procede a abrir la válvula hasta que el manómetro marque una presión de trabajo de 1,6Kpa, la cual es la presión adecuada de funcionamiento.

Este paso es muy importante, sobre todo cuando las secuencias de temperatura que se programan para los distintos ensayos a realizar son tan elevadas que llegan a los 800°C, como es el caso de los ensayos realizados en este trabajo.

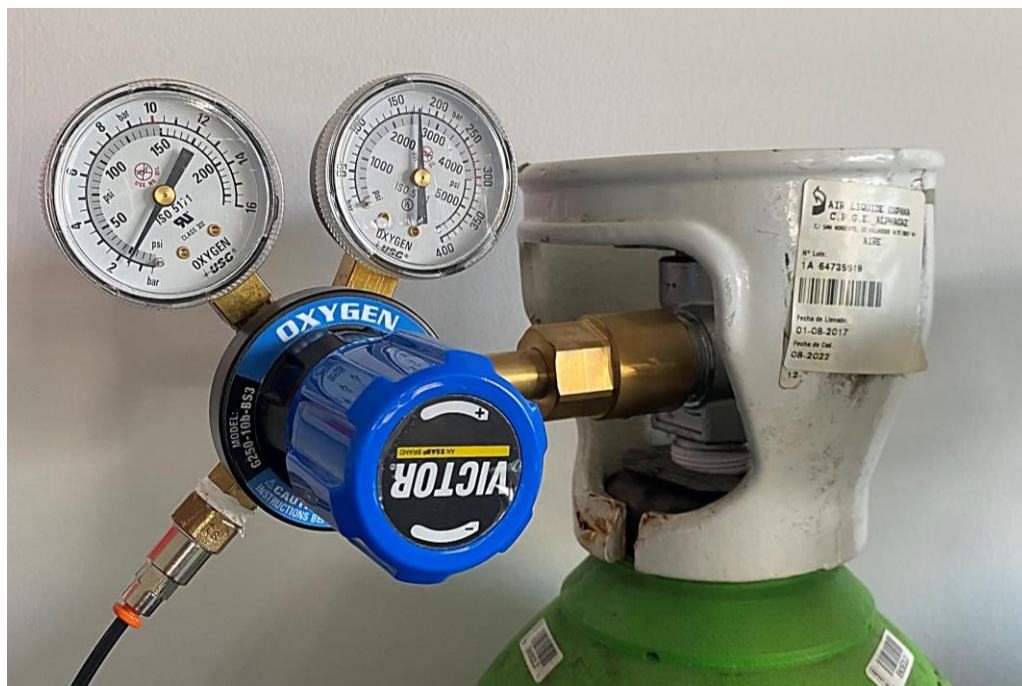


Figura A1-1 Conexión del gas de barrido y presión ajustada

Una vez detalladas las conexiones, es necesario detallar el proceso de realización de los dos tipos de ensayos principales que se pueden hacer con este equipo, en cualquiera de los casos.

Inicialmente es necesario realizar un ensayo en blanco o “*blank*”, en el que se pondría en funcionamiento el módulo (en posición bajada) con los crisoles vacíos para que el sistema tenga un ejemplo o referencia del proceso de forma ideal. Para ello se han de programar los diferentes parámetros de funcionamiento, una vez abierto un nuevo experimento en el programa “*Acquisition*”, siguiendo los siguientes pasos:

1. Dar nombre al experimento, e introducir el peso añadido al crisol, que en este caso es 0mg, ya que está vacío.
2. Elegir en “*crucible*” el tipo de crisol utilizado para el ensayo. En nuestro caso ha sido el crisol de alúmina de 200mg.
3. En la parte “*General*”, seleccionar en “*Experiment Group*”, y de entre todas las opciones del desplegable, elegir “*Blank*”.

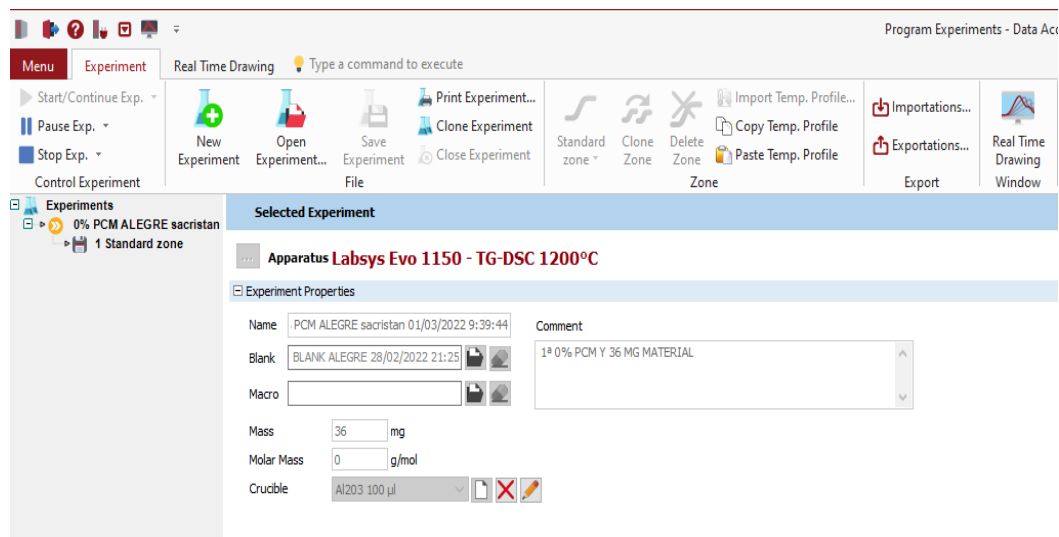


Figura A1-2 Pestaña “*General*” del programa “*acquisition*”

4. En el apartado de la temperatura, seleccionar “*Sample Temperature*”.
5. Seleccionar los gases de barrido y asociarlos a cada una de las dos entradas disponibles en “*Carrier Gas 1*” y “*Carrier Gas 2*”.

Figura A1-3 Pestaña “*Procedure*” del programa “*acquisition*”

6. Programar la secuencia de temperaturas que va a realizar el módulo con los crisoles, seleccionando la pestaña en la parte superior de la pantalla “*Standard zone*”.
7. En ella en la parte derecha se pueden observar dos apartados. Uno hace referencia a las válvulas de los gases de barrido, los cuales, si están en verde, indica que se trata del gas de la entrada 2, y, al contrario, si está en rojo, se trata del gas de barrido de la entrada 1. La otra válvula hace referencia al caudal o flujo de agua, indicando que existe al estar de color verde.
8. Seleccionar la pestaña “*Start/Continue Experiment*” para iniciar el ensayo.

Una vez realizado este ensayo, y para realizar el resto de experimentos, el procedimiento es el mismo, exceptuando, que se ha de elegir el ensayo “*blank*” realizado anteriormente para que el sistema lo tome de referencia y poder compararlos posteriormente. Se hace mediante:

1. Como en estos ensayos introduciremos muestra en el crisol, añadir el peso de esta, que hemos medido en una báscula de precisión previamente.
2. Al hacer el paso anterior, el programa nos permite seleccionar en la pestaña “*Blank*”, situada debajo del nombre del experimento, el ensayo de referencia, y de ahí elegimos de los archivos, el que hemos realizado.
3. Seguir los pasos del ensayo de referencia de aquí en adelante, ya que son idénticos. A excepción de seleccionar en la pestaña “*Experiment Group*” la opción “*Test*”.

Para una rápida y más ágil programación de los ensayos, en cuanto a la elaboración de las secuencias de temperaturas, utilizar la herramienta “*Copy Temp. Profile*” de la parte superior derecha de la pantalla, una vez seleccionadas todas las fases, y de manera similar, seleccionar la pestaña “*Paste Temp. Profile*” en el nuevo ensayo para aquellos que sus perfiles de temperatura son idénticos o muy similares.

ANEXO III: ERRORES COMUNES EQUIPO LABSYS EVO

6. "Saturation signal" error

Errors related to signal saturation are listed above:

MESSAGE
Heatflow 1 saturation
Heatflow 2 saturation

Note If there is saturation of the signal check the connection between the transducer and the controller.

7. "Safety temperature" error

Errors related to safety temperature are listed hereafter:

MESSAGE
Furnace 1 above security temperature
Sample above security temperature
Furnace 2 above security temperature
Aux. Furnace above security temperature

Note These errors correspond with exceeding the safety temperature.

Note Check the safety temperature initialization and the compatibility of the latter with the temperature program.

Note Take into account that the set-point may be exceeded.

Note Should there be poor temperature control the PID actions may also need to be checked.

8. "Fixed temperature" error

Errors related to fixed temperature are listed hereafter:

MESSAGE
Temperature Set above sensor max
Security Set above sensor max

Note These errors may appear at the start of an experiment.

Note Check that the temperature program or the safety temperature does not contain a temperature value greater than one sustained by the temperature transducer.

9. "External safety" error

If external security fails, the following message appears on the screen:

MESSAGE
Check external security

Note This message appears when the external safety fitting cuts in.

Note Check the connection between the controller's power control and the power module. Check that the water electro valves on opened and water flow rate is correct.

10. "Buffer saturation" error

If the acquisition buffer is saturated the following message appears on the screen:

MESSAGE
Acquisition buffer saturation

Note If this message appears switch off the programs within the windows environment operating with the **SETARAM** software.

Note One of the two is monopolizing the Windows resources for too long. This involves losing data from the experiment taking place.

11. "Configuration" error

If the controller is not mapped, the following message appears on the screen:

MESSAGE
Invalid or unknown apparatus

ANEXO IV: ESPECIFICACIONES TÉCNICAS CÁMARA TERMOGRÁFICA FLIR i7

Specifications

Features By Camera	E75	E85	E95
IR Resolution	320 x 240 (76,800 pixels)	384 x 288 (110,592 pixels)	464 x 348 (161,472 pixels)
Object Temperature Range	-20°C to 120°C (-4°F to 248°F) 0°C to 650°C (32°F to 1200°F) Optional 300°C to 1000°C (572°F to 1830°F)	-20°C to 120°C (-4°F to 248°F) 0°C to 650°C (32°F to 1200°F) 300°C to 1200°C (572°F to 2192°F)	-20°C to 120°C (-4°F to 248°F) 0°C to 650°C (32°F to 1200°F) 300°C to 1500°C (572°F to 2732°F)
Time-lapse (Infrared)	No	No	10 sec to 24 hours
Measurement Features by Camera			
Area Measurement Information	No	Yes	Yes
Spotmeter	1 in live mode	3 in live mode	3 in live mode
Area	No	3 in live mode	3 in live mode
Common Features	Exx-Series		
Detector Type and Pitch	Uncooled microbolometer, 17 µm		
Thermal Sensitivity/NETD	< 0.03°C @ 30°C (86°F)		
Spectral Range	7.5 - 14.0 µm		
Image Frequency	30 Hz		
Field of View (FOV)	24° x 18° (17 mm lens), 42° x 32° (10 mm lens), 14° x 10° (29 mm lens)		
F-Number	f/1.3, f/1.1		
Lens Identification	Automatic		
Focus	Continuous, one-shot laser distance meter (LDM), one-shot contrast, manual		
Digital Zoom	1-4x continuous		
Image Presentation and Modes			
Display	4", 640 x 480 optically-bonded PCAP touchscreen, with 400 cd/m² surface brightness		
Digital Camera	5 MP, 53° x 41° FOV		
Color Palettes	Iron, Gray, Rainbow, Arctic, Lava, Rainbow HC		
Image Modes	Infrared, visual, MSX®, Picture-in-Picture		
Picture-in-Picture	Resizable and movable		
MSX®	Embosses visual details on full resolution thermal image		
UltraMax™	Super-resolution process quadruples pixel count, activated in FLIR Tools+		
Measurement and Analysis			
Accuracy	±2°C (±3.6°F) or ±2% of reading for ambient temperature 15°C to 35°C (59°F to 95°F) and object temperature above 0°C (32°F)		
Alarms	Moisture alarm, insulation alarm, measurement alarms		
Color Alarm (Isotherm)	Above/below/interval/condensation/insulation		
Laser Distance Measurement	Yes, on-screen		
Measurement Presets	No measurement, center spot, hot spot, cold spot, User Preset 1, User Preset 2		
Compass, GPS	Yes; automatic GPS image tagging		
METERLINK®	Yes; several readings		
Image Storage			
Storage Media	Removable SD card (8 GB)		
Image File Format	Standard radiometric JPEG, measurement data included		
Video Recording and Streaming			
Radiometric IR Video Recording	Real-time radiometric recording (.csq)		
Non-Radiometric IR or Visual Video	H.264 to memory card		
Radiometric IR Video Streaming	Yes, over UVC or Wi-Fi		
Non-Radiometric IR Video Streaming	H.264 or MPEG-4 over Wi-Fi MJPEG over UVC or Wi-Fi		
Communication Interfaces	USB 2.0, Bluetooth, Wi-Fi		
Video Out	DisplayPort over USB Type-C		
Additional Data			
Battery Type	Li-ion battery, charged in camera or on separate charger		
Battery Operating Time	Approx. 2.5 hours at 25°C (77°F) ambient temperature and typical use		
Operating Temperature Range	-15°C to 50°C (5°F to 122°F)		
Storage Temperature Range	-40°C to 70°C (-40°F to 158°F)		
Shock/Vibration/Encapsulation; Safety	25 g / IEC 60068-2-27, 2 g / IEC 60068-2-6, IP 54 / IEC 60529; EN/UL/CSA/PSE 60950-1		
Weight/Dimensions w/o Lens	1 kg (2.2 lbs), 27.8 x 11.6 x 11.3 cm (11.0 x 4.6 x 4.4 in)		
Box Contents			
Packaging	Infrared camera with lens, battery (2 ea), battery charger with power supply, front lens and light protection, straps (hand and wrist), lanyards, lens caps (front and rear), lens cleaning cloth, 15 W3 A power supply, printed documentation, 8 GB SD card, Torx screwdriver, cables (USB 2.0 A to USB Type-C, USB Type-C to HDMI, USB Type-C to USB Type-C)		

Specifications are subject to change without notice.

For the most up-to-date specs, go to www.support.flir.com

PORTLAND
Corporate Headquarters
FLIR Systems, Inc.
27700 SW Parkway Ave.
Wilsonville, OR 97070
PH: +1 866.477.3687

NASHUA
FLIR Systems, Inc.
9 Townsend West
Nashua, NH 03063
PH: +1 866.477.3687

CANADA
FLIR Systems, Ltd.
920 Sheldon Court
Burlington, ON L7L 5K6
Canada
PH: +1 800.613.0507

LATIN AMERICA
FLIR Systems Brasil
Av. Antonio Bardella,
320 Sorocaba,
SP 18085-852
Brasil
PH: +55 15 3238 7080

CHINA
FLIR Systems Co., Ltd
Rm 1613-16, Tower II
Grand Central Plaza 1
38 Shatin Rural
Committee Rd.
Shatin, New Territories
Hong Kong
PH: +852 2792 8955

BELGIUM
FLIR Systems
Luxemburgstraat 2
2321 Meer
Belgium
PH: +32 (0) 3665 5100

UNITED KINGDOM
FLIR Systems UK
2 Kings Hill Ave., Kings Hill
West Malling, Kent
ME19 4AQ
United Kingdom
PH +44 (0)1732 220 011

www.flir.com
NASDAQ: FLIR

Equipment described herein may require US Government authorization for export purposes. Diversion contrary to US law is prohibited. Imagery for illustration purposes only. Specifications are subject to change without notice. ©2017 FLIR Systems, Inc. All rights reserved. [01/17] 16-1455

ANEXO V: ESPECIFICACIONES TÉCNICAS MEDIDOR DE DUREZA PCE-2500



4. Aplicaciones típicas

- ϕ Máquinas de instalación y partes permanentes de ellas.
- ϕ Moldear superficies.
- ϕ Piezas duras.
- ϕ Análisis de recipientes de presión, set turbo generador, etc.
- ϕ Para elementos resultantes en la línea de producción
- ϕ Obtener datos como los valores originales.
- ϕ Identificación de materiales metálicos que se encuentran en el almacén.

5. Funciones del medidor de dureza PCE-2500

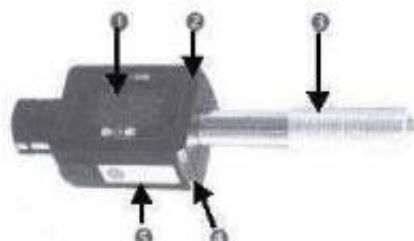
5.1. Especificaciones técnicas

Pantalla: 112x64 LCD
Error de pantalla:
 $\pm 0.5\%$
Repetición del error de pantalla: $\pm 0.8\%$
Memoria: 1250
Batería: 3.7V batería de litio recargable con una duración de más de 16 horas de trabajo continuo
Desconexión automática: después de 2 minutos sin uso
Tamaño: 158x41x26 mm
Peso: 120g

5.2. PCE-2500 Medidor de dureza

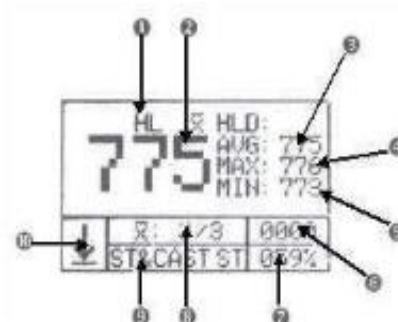
5.2.1 Unidad principal

- 1) pantalla LCD
- 2) puerto USB
- 3) Dispositivo de choque
- 4) placa con el nombre (atrás)
- 5) teclado



5.2.2 Función de pantalla

- 1) Escala de dureza
- 2) Valor de la medición
- 3) Valor medio
- 4) Valor máximo
- 5) Valor mínimo
- 6) Memoria
- 7) Batería
- 8) tiempos de medida / promedio
- 9) Material
- 10) Dirección



5.2.3 Teclado

- 1) ON/OFF/Menú/Esc
- 2) Seleccionar/Mover/Eliminar
- 3) Seleccionar/Set/Cambio de pantalla

