UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE ARQUITECTURA

***COMPORTAMIENTO TÉRMICO Y MECÁNICO DEL YESO CON
ADICIONES DE AEROGEL DE SÍLICE GRANULADO***

TESIS DOCTORAL

Daniel Sanz Pont

Arquitecto

2016

DEPARTAMENTO DE CONSTRUCCIÓN Y TECNOLOGÍA ARQUITECTÓNICAS
ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE ARQUITECTURA
UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

***COMPORTAMIENTO TÉRMICO Y MECÁNICO DEL YESO CON
ADICIONES DE AEROGEL DE SÍLICE GRANULADO***

TESIS DOCTORAL

Autor

Daniel Sanz Pont

Arquitecto

CODIRECTORES:

David Sanz Arauz

Doctor en Construcción y Tecnología Arquitectónicas

César Bedoya Frutos

Doctor Arquitecto

2016

ÍNDICE

ÍNDICE.....	I
AGRADECIMIENTOS	VII
RESUMEN	IX
ABSTRACT	XIII
1. INTRODUCCIÓN.....	3
1.1. Motivación de la tesis.....	3
1.2. Hipótesis	5
1.3. Objetivos	5
1.3.1. Objetivo principal	5
1.3.2. Objetivos específicos.....	6
1.4. Plan de trabajo.....	6
2. ANTECEDENTES TÉCNICOS	11
2.1. Normativa aplicable a la rehabilitación energética de los edificios	11
2.2. El aislamiento y la conductividad térmica.....	15
2.3. Materiales y su aplicación en construcción	21
2.3.1. Materiales aislantes térmicos.....	21
2.3.2. Requerimientos y propiedades técnicas de los morteros para revestimientos exteriores y enlucidos interiores en edificios antiguos e históricos según RILEM.....	27
2.3.3. El yeso y la anhidrita.....	31
2.4. Nuevos materiales	45
2.4.1. Aerogel de sílice.....	45

2.4.2. Surfactantes.....	61
2.5. Estado de la técnica de los compuestos minerales con aerogel de sílice en el mercado europeo.....	67
2.5.1. Patentes de morteros minerales con aerogel de sílice.....	71
3. ANTECEDENTES CIENTÍFICOS	75
3.1. Estado de la investigación de los compuestos minerales para aislamiento térmico con agregados aislantes	75
3.1.1. Morteros de cal o cemento	75
3.1.1. Morteros de yeso	76
3.2. Estado de la investigación de los compuestos minerales para aislamiento térmico con aerogel de sílice granulado.....	81
4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	91
4.1. Definición del problema científico	91
4.2. Plan experimental	92
4.3. Materiales	97
4.3.1. Sulfato de calcio multifase	97
4.3.2. Aerogel de sílice granulado hidrófugo	98
4.3.3. Surfactante	99
4.3.4. Agua.....	101
4.3.5. Composición y denominación de las muestras de ensayo.....	101
4.4. Métodos	105
4.4.1. Caracterización de los materiales de estudio	106
4.4.1.1. Densidad real por picnómetro de helio	106
4.4.1.2. Superficie específica	106

4.4.1.3. Difracción de rayos X. Método del polvo cristalino	107
4.4.1.4. Difracción de rayos X. Agregados orientados.....	108
4.4.1.5. Análisis térmico / termogravimetría (ATD-TG)	109
4.4.1.6. Contenido sólido y de carbono del surfactante	110
4.4.2. Estudio de la hidratación del yeso en los materiales compuestos	111
4.4.2.1. Determinación de la cantidad de surfactante	111
4.4.2.2. Relación agua/yeso	112
4.4.2.3. Isotherma de adsorción	114
4.4.2.4. Composición volumétrica en estado fresco	115
4.4.2.5. Difracción de rayos X. Método del polvo cristalino	116
4.4.2.6. Microscopía electrónica de barrido con microanálisis.....	116
4.4.2.7. Espectrometría de emisión óptica de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES)	117
4.4.2.8. Calorimetría Isotherma	118
4.4.2.9. Tiempo de fraguado.....	119
4.4.3. Ensayos físicos y mecánicos del mortero endurecido	119
4.4.3.1. Densidad aparente y porosidad accesible al agua	119
4.4.3.2. Composición volumétrica en estado seco	121
4.4.3.3. Ensayos mecánicos: Resistencia a compresión, flexión y dureza superficial	121
4.4.4. Ensayos térmicos del mortero endurecido	123
4.4.4.1. Conductividad térmica.....	123
4.4.5. Simulación de eficiencia energética	124
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	133
5.1. Caracterización de los materiales de estudio.....	133

5.1.1.	Densidad real por picnómetro de helio y superficie específica	133
5.1.2.	Análisis de las fases minerales por DRX	134
5.1.3.	Análisis térmico / termogravimetría por ATD-TG.....	137
5.1.4.	Contenido sólido y de carbono del surfacante	138
5.2.	Estudio de la hidratación del yeso en los materiales compuestos	139
5.2.1.	Adsorción de surfactante en la superficie del conglomerante.....	139
5.2.2.	Absorción de agua del aerogel a partir del índice de escurrimiento	141
5.2.3.	Densidad aparente y composición volumétrica en estado fresco.....	143
5.2.4.	Calor de hidratación y tiempo de fraguado.....	150
5.2.5.	Espectrometría de emisión óptica de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES).....	159
5.2.6.	Análisis de las fases minerales por DRX	163
5.2.7.	Microestructura de los compuestos mediante MEB-EDAX.....	173
5.3.	Efecto de la macroestructura y microestructura en las propiedades físicas (elementales) y mecánicas del material	185
5.3.1.	Composición volumétrica en estado seco.....	185
5.3.2.	Propiedades físicas elementales	189
5.3.3.	Comportamiento mecánico de los compuestos	197
5.4.	Efecto de la macroestructura y microestructura en la conductividad térmica del material	215
5.5.	Correlación entre la resistencia a compresión y la conductividad térmica.....	227
5.6.	Ahorro energético del mortero aislante en un caso de rehabilitación energética ...	233
5.6.1.	Eficiencia energética de la aplicación propuesta.....	234
6.	CONCLUSIONES	247
6.1.	La hidratación de los sulfatos cálcicos y formación de yeso en presencia de aerogel y un surfactante polimérico	247

6.2. Efecto del aerogel en la microestructura y macroestructura de los compuestos.....	248
6.3. Efecto del aerogel sobre las propiedades físicas y mecánicas	250
6.4. Efecto del aerogel sobre la conductividad térmica	251
6.5. Ahorro energético potencial del mortero aislante, en un caso de rehabilitación energética.....	252
FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN	255
CONCLUSIONS.....	257
Calcium sulfate hydration and gypsum formation in presence of aerogel particles and a polymeric surfactant.....	257
Effect of hydrophobic silica aerogel particles in the microstructure and macrostructure of the mineral composites	258
Effect of hydrophobic silica aerogel particles in the physical and mechanical properties of the mineral composites	260
Effect of the hydrophobic silica aerogel particles in the thermal conductivity of the mineral composites	261
Energy savings potential of the insulating composite in a energy rehabilitation case study.....	262
7. BIBLIOGRAFÍA.....	267
8. ANEXOS	285
8.1. Índice de figuras	285
8.2. Índice de tablas.....	295
8.3. Índice de ecuaciones	299

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar quiero expresar mi agradecimiento a mis directores de tesis, David y César, por brindarme su confianza y apoyo científico-técnico y humano durante esta etapa de gran importancia en formación profesional, siendo parte fundamental en el desarrollo de esta tesis doctoral.

Al personal del Laboratorio de Materiales de Construcción de la ETSA-UPM, por contribuir en el aprendizaje del manejo de los equipos experimentales utilizados en este centro, para el desarrollo de mi investigación.

Quiero agradecer también ampliamente al CAI de Técnicas geológicas de la UCM, especialmente a la profesora Dra. Sol López, a quien considero una bellísima persona, brindándome su apoyo en momentos de gran importancia durante el desarrollo de esta tesis, incluso mientras superaba grandes retos personales relacionados con su salud. Sin duda, esta tesis no hubiera sido posible sin su apoyo humano y científico. En este sentido también extendiendo mis agradecimientos a Xabi e Isabel, del mismo centro.

Al grupo de investigación PCBM del Instituto de Materiales de Construcción, de la ETH de Zúrich, especialmente al profesor Dr. Robert J. Flatt y a la Dra. Marta Palacios, por brindarme su apoyo científico-técnico y humano, durante mi estancia de investigación, que fue fundamental para la profundización en la ciencia del material. Hago extensivo este agradecimiento a Andrea, Francesco, Sara, Tim, Ratan, Asel María, Gaby, Heinz, Thibault y en general a todo el grupo por acogerme como un integrante más durante esta etapa, sin duda alguna, una de las que más he disfrutado durante el desarrollo de esta tesis doctoral.

Agradezco también a Javier Lanas (CTH Navarra), a Begoña Lázaro y Juan Ramírez (BASF) por aportar de forma gratuita y desinteresada parte del material utilizado en esta tesis doctoral.

A mis compañeros de doctorado, especialmente a Vicente, de quien aprendí y compartí muy buenos momentos durante esta etapa.

A mis padres y a mi familia, por su apoyo incondicional y por haberme brindado la posibilidad de poder estudiar siempre lo que ha sido de mi interés a lo largo de mi vida.

Por último, mis infinitos agradecimientos a mi esposa Johanna, quien ha estado conmigo apoyándome incondicionalmente siempre, principalmente en los momentos más difíciles, aportándome la fuerza necesaria para poder lograr mis objetivos; sin lugar a dudas, la mejor persona en el mundo para compartir mi vida.

Muchas gracias a todos.

RESUMEN

La presente tesis doctoral aborda el estudio de un nuevo material mineral, compuesto principalmente por una matriz de yeso (proveniente de un conglomerante industrial basado en sulfato de calcio multifase) y partículas de aerogel de sílice hidrófugo mesoporoso, compatibilizadas mediante un surfactante polimérico, debido a su alto carácter hidrófugo. La investigación se centra en conocer los factores que influyen en las propiedades mecánicas y conductividad térmica del material compuesto generado.

Este estudio pretende contribuir al conocimiento sobre el desarrollo de nuevos morteros de elevado aislamiento térmico que puedan ser utilizados en la rehabilitación energética de edificios de viviendas existentes, debido a que estos representan gran parte del consumo energético del parque de viviendas de España, aunque también a nivel internacional.

De los materiales utilizados para desarrollar los morteros estudiados, el yeso, además de ser un material muy abundante, especialmente en España, requiere una menor cantidad de energía para la fabricación de un conglomerante (debido a una menor temperatura de fabricación), en comparación con el cemento o la cal, por lo que presenta una menor huella de carbono que estos últimos. Por otro lado, el aerogel de sílice hidrófugo mesoporoso es, de acuerdo con la documentación disponible, el material que posee actualmente la mayor capacidad de aislamiento térmico en el mercado.

El desarrollo de nuevos morteros minerales con una capacidad de aislamiento térmico mayor que los materiales aislantes utilizados tradicionalmente, tiene una aplicación relevante en los casos de rehabilitación energética de edificios históricos y patrimoniales, en los que se requiere la aplicación del aislamiento por el interior de la fachada, ya que este tipo de soluciones tienen el inconveniente de reducir el espacio habitable de las áreas involucradas, especialmente en zonas climáticas en las que el aislamiento térmico puede suponer un espesor considerable, por lo que es ideal utilizar materiales de altas prestaciones de aislamiento térmico capaces de aportar el mismo nivel de aislamiento (o incluso mayor), pero en un espesor considerablemente menor.

La investigación se desarrolla en tres etapas: bibliográfica, experimental y de simulación. La primera etapa, parte del estudio de la bibliografía existente, relacionada con materiales aislantes, incluyendo soluciones basadas, tanto en morteros aislantes, como en paneles de aislamiento térmico. La segunda, de carácter experimental, se centra en estudiar la influencia de la microestructura y macroestructura, del nuevo material mineral, en las propiedades físicas elementales, mecánicas y conductividad térmica del compuesto. La tercera etapa, mediante una simulación del consumo energético, consiste en cuantificar teóricamente el potencial ahorro energético que puede aportar este material en un caso de rehabilitación energética en particular.

La investigación experimental se centró principalmente en conocer los factores principales que influyen en las propiedades mecánicas y conductividad térmica de los materiales compuestos minerales desarrollados en esta tesis. Para ello, se llevó a cabo una caracterización de los materiales de estudio, así como el desarrollo de distintas muestras de ensayo, de tal forma que se pudo estudiar, tanto la hidratación del yeso en los compuestos, como su posterior microestructura y macroestructura, aspectos fundamentales para el entendimiento de las propiedades mecánicas y conductividad térmica del compuesto aislante. De este modo, se pudieron conocer y cuantificar, los factores que influyen en las propiedades estudiadas, aportando una base de conocimiento y entendimiento de este tipo de compuestos minerales con aerogel de sílice hidrófugo, no existiendo estudios publicados hasta el momento de finalización de esta tesis, con la aproximación al material propuesta en este estudio, ni con yeso (basado en sulfato de calcio multifase), ni con otro tipo de conglomerantes.

Particularmente, se determinó la influencia que tiene la incorporación de partículas de aerogel de sílice hidrófugo, en grandes proporciones en volumen, en un compuesto mineral basado en distintas fases de sulfato de calcio. No obstante, para llevar a cabo las mezclas, fue necesario utilizar un surfactante para compatibilizar este tipo de partículas, con el conglomerante basado en agua. El uso de este tipo de aditivos tiene una influencia, no solo en el aerogel, sino en las propiedades del compuesto en general, dependiendo de su concentración, por lo que se establecieron dos porcentajes de adición: la primera, determinada a partir de la cantidad mínima necesaria para compatibilizar las mezclas (0,1% del agua de amasado), y la segunda, como límite superior, la concentración utilizada habitualmente a nivel industrial para estabilizar burbujas de aire en hormigones espumados (5%).

El surfactante utilizado mostró la capacidad de modificar la superficie del aerogel, cambiando el comportamiento de las partículas frente al agua, permitiendo una invasión parcial de su estructura porosa, por parte del agua de amasado. Este comportamiento supone un aumento muy importante en la relación agua/yeso, afectando el hábito cristalino e influenciando negativamente las propiedades mecánicas de la matriz de yeso, presentando un efecto aún notable a mayor concentración de surfactante (5%).

En cuanto a las propiedades finales alcanzadas, fue posible lograr un compuesto mineral ultraligero (200 kg/m^3), con alrededor de un 60% de aerogel en volumen y de alta capacidad aislante ($0,028 \text{ W/m}\cdot\text{K}$), presentando una conductividad térmica notablemente menor que los morteros aislantes del mercado, e incluso también menor que la de los aislantes tradicionales basado en las lanas minerales o EPS; no obstante, con la limitante de presentar bajas propiedades mecánicas, condicionando su posible aplicación futura.

Entre los factores principales relacionados con las propiedades mecánicas, se encontró que estas dependen exponencialmente del volumen de yeso en el compuesto; no obstante, factores de segundo orden, como el grado de hidratación, o una mejor distribución del conglomerante entre las partículas de aerogel, debido al aumento de la superficie específica del polvo mineral, pueden aumentar las propiedades mecánicas entre el doble y el triple, dependiendo del volumen de aerogel en cuestión. Además, se encontró que el aerogel, en conjunto con el surfactante, es capaz de introducir una gran cantidad de aire ($0,70 \text{ m}^3$ por cada m^3 de aerogel), que unido al agua evaporada (no consumida por el conglomerante durante la hidratación), el volumen de aire total alcanza, generalmente, un 40%, independientemente de la cantidad de aerogel en la mezcla. De este modo, el aire introducido en la matriz desplaza las proporciones en volumen del aerogel y del yeso, disminuyendo, tanto las propiedades mecánicas, como la capacidad aislante de compuesto mineral.

Por otro lado, la conductividad térmica mostró tener una dependencia directa de la contribución de las tres fases principales en el compuesto: yeso, aerogel y aire ocluido. De este modo, se pudo desarrollar un modelo matemático, adaptado de uno existente, capaz de calcular, con bastante precisión, la relación de los tres componentes mencionados, en la conductividad térmica de los compuestos, para el rango de volúmenes y materiales utilizados en esta tesis.

Finalmente, la simulación del consumo energético realizada a una vivienda típica de España, de los años 1900 a 1959 (basada en muros de ladrillo macizo), para las zonas climáticas estudiadas (A, D y E), permitió observar el potencial ahorro energético que puede aportar este material, dependiendo de su espesor, como aislamiento interior de los muros de fachada. Particularmente, para la zona A, se determinó un espesor óptimo de 1 cm, mientras que para la zona D y E, 3,5 y 3,9 cm respectivamente. En este sentido, el nuevo material estudiado es capaz de disminuir, entre un 35% y un 80%, el espesor de la capa aislante, en comparación con paneles de lana de roca o los morteros minerales de mayor capacidad aislante del mercado español respectivamente.

ABSTRACT

The present doctoral thesis studies a new mineral-based composite material, composed by a gypsum matrix (based on an industrial multiphase gypsum binder) and mesoporous hydrophobic silica aerogel particles, compatibilized with a polymeric surfactant due to the high hydrophobic character of the insulating particles.

This study pretends to contribute to the development of new composite insulating materials that could be used in energy renovation of existing dwellings, in order to reduce their high energy consumption, as they represent a great part of the total energy consumed in Spain, but also internationally.

Between the materials used to develop the studied insulating mortars, gypsum, besides being an abundant material, especially in Spain, requires less energy for the manufacture of a mineral binder (due to lower manufacturing temperatures), compared to lime or cement, thus presenting lower carbon footprint. In other hand, the hydrophobic mesoporous silica aerogel, is, according to the existing references, the material with the highest known insulating capacity in the market.

The development of new mineral mortars with higher thermal insulation capacity than traditional insulating materials, presents a relevant application in energy retrofitting of historic and cultural heritage buildings, in which implies that the insulating material should be installed as an internal layer, rather than as an external insulating system. This type of solution involves a reduced internal useful area, especially in climatic zones where the demand for thermal insulation is higher, and so the insulating layer thickness, being idealistic to use materials with very high insulating properties, in order to reach same insulating level (or higher), but in lower thickness than the provided by traditional insulating materials.

This research is developed in three main stages: bibliographic, experimental and simulation. The first stage starts by studying the existing references regarding thermally insulating materials, including existing insulating mortars and insulating panels. The second stage, mainly experimental, is centered in the study of the influence of the microstructure and macrostructure in the physical and mechanical properties, and also in the thermal

conductivity of the new mineral-based material. The third stage, through energy simulation, consists in theoretically quantifying the energy savings potential that can provide this type of insulating material, in a particular energy retrofitting case study.

The experimental research is mainly focused in the study of the factors that influence the mechanical properties and the thermal conductivity of the thermal insulating mineral composites developed in this thesis. For this, the characterization of the studied materials has been performed, as well as the development of several experimental samples, in order to study the hydration of the mineral binder within the composites, but also the final microstructure and macrostructure, fundamental aspects for the understanding of the composite's mechanical and insulating properties. Thus, it was possible to determine and quantify the factors that influence the studied material properties, providing a knowledge base and understanding of mineral composites that comprises mesoporous hydrophobic silica aerogel particles, being the first study up to date regarding the specific approach of the present study, regarding not just multiphase calcium sulfate plaster, but also other mineral binders.

Particularly, the influence of the incorporation of hydrophobic silica aerogel particles, in high volume ratios into a mineral compound, based on different phases of calcium sulfate has been determined. However, to perform mixing, it is necessary to use a surfactant in order to compatibilize these particles with the water-based mineral binder. The use of such additives has an influence, not only in the aerogel, but the overall properties of the compound, so two different surfactant concentrations have been studied: the first, the minimum amount of surfactant (used in this thesis) in order to develop the slurries (0.1% concentration of the mixing water), and the second, as the upper limit, the concentration usually used industrially to stabilize air bubbles in foamed concrete (5%).

One of the side effects of using such additive, was the modification of the aerogel particles, by changing their behavior in respect to water, generating a partial invasion of the aerogel's porous structure, by the mixing water. This behavior produces a very important increase in water/binder ratios, affecting the crystal habit and negatively influencing the mechanical properties of the gypsum matrix. This effect further increased when a higher concentration of surfactant (5%) is used.

Regarding final materials properties, it was possible to achieve an ultra-lightweight mineral composite (200 kg/m^3), with around 60% by volume of aerogel, presenting a very high insulating capacity ($0.028 \text{ W/m}\cdot\text{K}$), a noticeable lower thermal conductivity compared to the insulating mortars and traditional thermal insulating panels on the market, such as mineral wool or EPS; however, the limiting factor for future's material application in buildings, is related to the very low mechanical properties achieved.

Among the main factors related to the mechanical properties, it has been found an exponential correlation to the volume of gypsum in the composite. However, second-order factors such as the degree of hydration, or a better distribution of the binder between the aerogel particles, due to the increased surface area of the mineral powder, can increase the mechanical properties between two to three times, depending aerogel volume involved. In addition, it was found that the aerogel, together with the surfactant, is able to entrain a large amount of air volume (around 0.70 m^3 per m^3 of aerogel), which together with the evaporated water (not consumed by the binder during hydration), can reach generally around 40% of entrained air within the gypsum matrix, regardless of the amount of aerogel in the mixture. Thus, the entrained air into the matrix displaces the volume proportions of the aerogel and gypsum, reducing both mechanical and insulating properties of the mineral composite.

On the other hand, it has been observed a direct contribution of three main phases into the thermal conductivity of the composite: gypsum, aerogel and entrained air. Thus, it was possible to develop a mathematical model (adapted from an existing one), capable of calculating quite accurate the thermal conductivity of such mineral composites, from the ratio these three components and for the range of volumes and materials used in this thesis.

Finally, the energy simulation performed to a typical Spanish dwelling, from the years 1900 to 1959 (mainly constructed with massive clay bricks), within three climatic zones of Spain (A, D and E), showed the energy savings potential that can provide this type of insulating material, depending on the thickness of the applied layer. Particularly, for the climatic A zone, it has been found an optimal layer thickness of 1 cm, while for zone D and E, 3.5 and 3.9 cm respectively. In this manner, the new studied materials is capable of decreasing the thickness of the insulating layer by 35% and 80%, compared with rock wool panels or mineral mortars with the highest insulating performance of the Spanish market respectively.

1. INTRODUCCIÓN

- 1.1. Motivación de la tesis
- 1.2. Hipótesis
- 1.3. Objetivos
- 1.4. Plan de trabajo

1. INTRODUCCIÓN

1.1. MOTIVACIÓN DE LA TESIS

La reducción del consumo energético es una misión a nivel global en la que los edificios tienen un papel fundamental, ya que son responsables del 40% del consumo de energía y del 36% de emisiones de CO₂ de la Unión Europea (UE) (el 75% son viviendas), sin embargo, gran parte del problema proviene de edificios antiguos, que consumen de cinco a ocho veces más que los de obra nueva, siendo los primeros un problema importante, ya que en torno al 35% de los edificios tienen una antigüedad mayor a 50 años; sin embargo, se estima que podría reducirse el consumo de energía y de emisiones de CO₂ totales de la UE, alrededor del 6% y 5% respectivamente, mediante una rehabilitación energética [Comisión Europea, 2015].

En España, un tercio de los edificios dedicados a viviendas tienen una antigüedad mayor a 50 años, a los que si se suman también los construidos antes de la entrada en vigor de la norma NBE-CT-79 (año 1980), y por consiguiente, carentes de aislamiento térmico en la envolvente, el porcentaje asciende al 60%, sumando un total de 5,8 millones de edificios de viviendas con potencial para una rehabilitación energética (Fig. 1.1).

Fig. 1.1. Evolución del parque de viviendas en España clasificadas según “Report on cost optimal calculations and comparison with the current and future energy performance requirements of buildings in Spain [Ministerio de Fomento, 2013]”. Elaboración propia según datos del IDAE [IDAE, 2015].

Las legislaciones y directivas a nivel europeo, de carácter obligatorio, relacionadas con la reducción del consumo energético y gases de efecto invernadero de los edificios, incluidos los existentes, tiene más de una década. En los edificios antiguos, parte fundamental del

problema reside en la envolvente del edificio, responsable de conservar la energía producida en el interior del mismo. La figura 1.2 muestra, tanto de forma esquemática (izquierda), como por imagen obtenida por termografía infrarroja (derecha), la importancia que tiene contar con una envolvente bien aislada térmicamente, mostrando el potencial de reducción de pérdidas de energía por la misma si se realiza una rehabilitación de sus componentes aportándoles aislamiento térmico.

Fig. 1.2. Izquierda: Comparativa de pérdidas de energía por elemento constructivo antes y después de la rehabilitación energética de la envolvente de una vivienda en España (elaboración propia a partir de los datos del IVE [IVE, 2014a]). Derecha: Imagen termográfica de las fachadas de un conjunto de viviendas. Proyecto de rehabilitación energética Passfield Drive, Londres (Bere Arquitectos).

En este contexto, no cabe duda de la importancia que tiene para el sector, desarrollar mediante investigación, nuevos materiales de elevado aislamiento térmico más eficientes, especialmente enfocados a la rehabilitación energética de edificios. Estos materiales deberán ser respetuosos con el medio ambiente, así como compatibles con los sistemas constructivos de los edificios a rehabilitar.

En este sentido, esta tesis doctoral se centra en el estudio de un nuevo material compuesto de yeso y aerogel de sílice granulado, y su potencial ahorro energético, enfocándose en sus propiedades térmicas (aislamiento térmico) y mecánicas, para conocer los factores principales que controlan estas propiedades, de tal forma que, en futuras líneas de investigación, pueda desarrollarse un material idóneo para su uso en edificación, y con ello lograr niveles de aislamiento térmico notablemente superiores a los paneles del mercado para el mismo fin. El aerogel de sílice granulado (proveniente de la industria aeroespacial) es el material conocido con menor conductividad térmica, lo que ha generado un gran interés a nivel mundial en cuanto al desarrollo de nuevos materiales y sistemas constructivos con un aislamiento térmico muy superior a los materiales tradicionalmente utilizados en edificación.

1.2. HIPÓTESIS

Mediante la incorporación de aerogel de sílice granulado hidrófugo en una matriz de yeso (basado en sulfato de calcio multifase) se puede desarrollar un mortero con una capacidad aislante mayor a los materiales aislantes basados en lanas minerales utilizados en la rehabilitación energética de los edificios.

1.3. OBJETIVOS

El objeto de esta tesis doctoral, es investigar acerca de la conductividad térmica y las propiedades mecánicas del aerogel de sílice granulado hidrófugo, incorporado en una matriz de yeso, proveniente un sulfato cálcico multifase. La motivación principal es la de avanzar en el conocimiento actual de materiales compuestos de altas prestaciones de aislamiento térmico basados en conglomerantes minerales, así como su posible contribución al ahorro energético en edificios de viviendas existentes.

1.3.1. OBJETIVO PRINCIPAL

El objetivo principal de esta tesis doctoral, es conocer los factores principales que intervienen en el aislamiento térmico y las propiedades mecánicas, de un material compuesto de una matriz de yeso (basada en sulfato de calcio multifase) y adiciones de partículas de aerogel de sílice hidrófugo, en altas proporciones, para conseguir un material de elevado aislamiento térmico, que pudiera ser aplicado en fachadas de edificios de viviendas existentes (a partir de una futura optimización, interviniendo en los factores establecidos), para reducir las pérdidas de energía a través de las mismas, y por consiguiente, reducir el consumo energético de este tipo de edificios.

Para complementar este objetivo, se valora el potencial ahorro energético, mediante un estudio de simulación, del material aislante mineral objeto de estudio, aplicado teóricamente, como aislamiento por el interior, en la fachada de una vivienda unifamiliar simplificada típica de España, de los años 1900 a 1959, basada en muros de ladrillo macizo.

1.3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para llevar a cabo el estudio propuesto, se incorporará aerogel de sílice granulado hidrófugo a una matriz de yeso, en distintas proporciones en volumen, para conseguir un material compuesto con elevadas prestaciones de aislamiento térmico. Se han planteado los siguientes objetivos específicos:

- Determinar las propiedades físicas elementales, mecánicas, térmicas (conductividad térmica) de un nuevo material basado en sulfato de calcio multifase y adiciones de aerogel de sílice granulado hidrófugo mesoporoso.
- Conocer la macroestructura y microestructura del material compuesto y su influencia en el aislamiento térmico y las propiedades mecánicas del material.
- Evaluar mediante simulación energética, el potencial de ahorro energético del material, aplicado como aislamiento térmico en las fachadas de una vivienda unifamiliar simplificada típica de España, de los años 1900 a 1959 (basada en muros de ladrillo macizo), en relación a tres diferentes zonas climáticas continentales de España (zona A, D y E).

1.4. PLAN DE TRABAJO

La tesis se desarrolla en dos partes: la primera de tipo documental y la segunda de carácter experimental:

1. **Estudio documental** – Desarrollado mediante el estudio de los antecedentes científicos y técnicos del tema, a través del estudio sistematizado de publicaciones de bases de datos científicas (artículos y patentes).

2. **Estudio experimental** – Correspondiendo con los objetivos planteados en la tesis, esta sección se ha dividido en dos bloques: Ensayos de laboratorio y simulación por ordenador.

2.1 Ensayos de laboratorio:

- a) Caracterización de los materiales de estudio: Anhidrita, Aerogel de sílice granulado hidrófugo y un aditivo surfactante basado en un copolímero de Polietilenglicol-Polipropilenglicol-Polietilenglicol. Este último, necesario para compatibilizar las partículas de aerogel (de elevado carácter hidrófugo) con el conglomerante mineral basado en agua.
- b) Ensayos sobre los materiales compuestos: físicos (elementales, mecánicos y conductividad térmica), la interacción del aditivo surfactante con el yeso y el aerogel, la microestructura general y la evolución de las fases del sulfato cálcico; estudiando en una segunda etapa de ensayos, la influencia del tamaño de partícula del conglomerante, en las propiedades del material.

2.2 Simulación del consumo energético:

La evaluación del potencial de ahorro energético del material como aislamiento térmico de fachada, se llevó a cabo mediante simulación por ordenador de una vivienda unifamiliar típica de España, utilizando el software Design Builder, teniendo en cuenta las siguientes variables:

- a) Una vivienda unifamiliar base, representando de forma simplificada, las viviendas de dos niveles basadas en fachadas de muro de ladrillo macizo, construidas en España entre los años 1900 a 1959, de acuerdo con la bibliografía existente.
- b) Aplicación del material aislante seleccionado, a los sistemas constructivos de fachada de la vivienda base, variando el espesor de la capa del material de

aislamiento térmico en función de las exigencias del Documento Básico de Ahorro Energético del Código Técnico de la Edificación del año 2013 (CTE, DH-HE13) para Málaga (Zona A), Madrid (Zona D), y Burgos (Zona E), teniendo en cuenta las siguiente variables:

- a) Requerimientos para la rehabilitación de edificios existentes.
- b) Requerimientos para obra nueva.
- c) La localización de la vivienda en su conjunto (vivienda pareada o exenta), es decir, para cada caso de los anteriores se realizan cuatro distintas simulaciones: el primero, en el caso de viviendas pareadas y flanqueadas a ambos lados por otras viviendas; el segundo y tercer caso, para viviendas pareadas localizadas en esquina (Este y Oeste respectivamente); y el cuarto caso, considerando la vivienda como exenta.

2. ANTECEDENTES TÉCNICOS

- 2.1. Normativa aplicable a la rehabilitación energética de los edificios
- 2.2. El aislamiento y la conductividad térmica
- 2.3. Materiales y su aplicación en construcción
- 2.4. Nuevos materiales
- 2.5. Estado de la técnica de los compuestos minerales con aerogel de sílice en el mercado europeo

2. ANTECEDENTES TÉCNICOS

2.1. NORMATIVA APLICABLE A LA REHABILITACIÓN ENERGÉTICA DE LOS EDIFICIOS

Uno de los primeros antecedentes en relación a la rehabilitación energética de edificios lo podemos encontrar en la Directiva 93/76/CEE, aprobada en septiembre de 1993 por la Comisión Europea, en la que se instaba voluntariamente a sus Estados Miembros a mejorar la eficiencia energética en edificios y reducir las emisiones de gases de efecto invernadero, proponiendo medidas relacionadas con la certificación energética de edificios, el aislamiento térmico de edificios de obra nueva y la inspección periódica de calderas.

Nueve años más tarde, mediante la Directiva 2002/91/CE, la Comunidad Europea (CE) aprobó nuevas medidas para edificios de obra nueva o existentes que sean reformados de manera importante, entrando en vigor en enero de 2003 y obligatorias a partir de enero de 2006, exigiendo unos requisitos mínimos de eficiencia energética, que para ser evaluada, deberá desarrollarse una metodología de cálculo en cada país de la Unión Europea, para finalmente, expedir un certificado de eficiencia energética para todos los edificios construidos, estableciendo el mismo como requisito obligatorio para poder vender o alquilar el inmueble.

Como respuesta a la mencionada Directiva Europea, en España se aprobó en marzo de 2006, mediante el RD 314/2006 (BOE 28/03/2006), el Código Técnico de la Edificación (CTE 2006), con la misión de aumentar las exigencias de eficiencia energética para los edificios de obra nueva, así como en edificios que vayan a ser reformados, matizando que, para estos últimos, su obligatoriedad dependerá de la naturaleza de la intervención o el grado de protección del edificio en cuestión.

Posteriormente, en julio de 2007, mediante el RD 1027/2007 (BOE-A-2007-15820), se aprobó el nuevo Reglamento Instalaciones Térmicas en los Edificios (RITE), derogando y sustituyendo el antiguo RITE aprobado en el RD 1751/1998, con exigencias relacionadas con la mejora del rendimiento energético en los equipos de climatización, una mejor regulación, control y cumplimiento de las condiciones de diseño previstas en los locales climatizados, así como sugerencias relacionadas con la utilización de energías renovables disponibles, como energía solar y biomasa, entre otras.

En marzo de 2010, la Comisión Europea publicó la Estrategia Europa 20/20/20, instando a sus Estados Miembros a adoptar medidas para obtener en el año 2020, un ahorro energético de un 20% con respecto a los niveles de consumo de ese año, un aumento de un 20% la explotación de energías renovables y una reducción de los gases de efecto invernadero un 20% por debajo de los niveles de 1990, entre otras medidas sociales. Posteriormente, en junio del mismo año, la CE publicó una nueva legislación en relación a la mejora del rendimiento energético de los edificios, la Directiva 2010/31/UE, instando a la renovación de la envolvente de edificios existentes o a sus instalaciones térmicas (sistemas de calefacción y refrigeración, etc.), siendo de obligado cumplimiento cuando las reformas del edificio sean superiores al 25% del valor del edificio (excluyendo el valor del terreno) o superiores al 25% de la superficie de la envolvente del edificio y siendo exigible el cumplimiento de unos requisitos mínimos de eficiencia energética, siempre que ello sea técnica, funcional y económicamente viable.

En noviembre del mismo año, la CE solicitó a España, mediante un dictamen motivado, que cumpliera íntegramente los requisitos que exige la Unión Europea, tomando medidas legales un año más tarde, mediante una demanda por incumplir los artículos 3, 7 y 8 de la Directiva 2002/91/UE (artículo 29 de la Directiva 2010/31/UE), alegando la falta de una legislación relacionada con una metodología de cálculo de la eficiencia energética de los edificios y su derivado certificado energético, así como la falta de control de las instalaciones térmicas en edificios existentes, siendo declarado culpable en enero de 2014.

Posteriormente, en 2012, la CE aprobaría la Directiva 2012/27/UE de Eficiencia Energética, con el objetivo de asegurar que los países de la Unión Europea puedan conseguir para el año 2020, las reducciones previstas en cuanto al consumo energético y gases de efecto invernadero, así como la utilización de energías renovables, establecidas en la Estrategia Europa 20/20/20, e incluyendo unas exigencias aún mayores para el año 2020, introduciendo el concepto de “edificios de consumo energético casi nulo” (Nearly Zero-Energy Buildings - NZEBs).

El concepto de edificios de consumo energético casi nulo aún no se ha formulado en la normativa española, sin embargo, se prevé que estará incluido en la tercera revisión del

Código Técnico de la Edificación, prevista su aprobación definitiva en 2019 [Comisión Europea, 2015]. No obstante, la segunda revisión del CTE de 2013, en su DB-HE 2013, define que en caso de reformar edificios existentes en más del 25% de su envolvente, o en caso de que la reforma pueda producir un aumento del consumo energético, deberán cumplirse obligatoriamente determinados niveles de consumo energético máximos según, cada zona climática del país.

Por otra parte, para cumplir con las exigencias de la Comisión Europea, el Consejo de Ministros de España, del 5 de abril de 2013, aprobó dos nuevos reales decretos: el RD 235/2013, con un procedimiento básico para la certificación de eficiencia energética de edificios, y el RD 238/2013, actualizando el Reglamento de Instalaciones Térmicas en los Edificios del RD 1027/2007, exigiendo la revisión periódica de la eficiencia energética de las instalaciones, en intervalos no superiores a cinco años, así como la introducción de programas de ayuda y financiación para la mejora de la eficiencia energética y la utilización de las energías renovables.

El RD 235/2013, en vigor desde el 1 de junio del 2013, exige que para poder ejecutar contratos de compra-venta o arrendamiento, todos los edificios existentes y de obra nueva deberán disponer de un certificado de eficiencia energética. Esta certificación, similar a la de los electrodomésticos y con una validez de diez años, consiste en un proceso elaborado y firmado por un técnico certificador habilitado para ello, en el que se analiza y cuantifica el consumo de energía anual, así como sus emisiones de CO₂, otorgando una calificación energética al inmueble clasificada entre las letras A a la G, describiendo de más a menos, su nivel de eficiencia energética. Finalmente, el informe deberá incluir una serie de medidas de carácter voluntario que puedan mejorar la calificación, en al menos dos niveles o letras.

Recientemente, el Instituto para la Diversificación y Ahorro de la Energía (IDAE) ha publicado un informe con los datos del registro oficial de certificados energéticos de edificios existentes, realizados por las Comunidades Autónomas. El número total de edificios registrados hasta diciembre de 2014 es de 1.010.795 edificios. La figura 2.1 muestra los porcentajes totales según cada nivel de calificación energética, de acuerdo con el informe de enero de 2015 [IDAE, 2015].

Fig. 2.1. Distribución de los niveles de calificación energética de edificios en España [IDAE, 2015]. Elaboración propia.

Podemos observar que los datos del registro oficial muestran que el 85% y 84% de los edificios tienen una calificación E o inferior en cuanto a su consumo energético y emisiones de CO₂ respectivamente. Por otra parte, un proyecto europeo con participación española (y otros 12 países) finalizado en 2014, coordinado por el Instituto de Investigación de Vivienda y Medio Ambiente (IWU), en Darmstadt, Alemania, concluyó que los edificios en España relacionados con la bajas calificaciones energéticas, son los construidos antes de 1979, correspondiendo con la entrada en vigor de la norma NBE-CT-79, pero especialmente los construidos entre 1900 y 1959 [IVE, 2014b].

Los estudios consultados en esta tesis, señalan que para conseguir el mayor impacto en cuanto a la reducción del consumo y emisiones de gases de efecto invernadero, es necesaria la mejora de la envolvente del edificio, constituida principalmente por muros, ventanas, cubiertas y suelos, siendo el aislamiento térmico de muros, según Peacock, la medida de mayor impacto y rentabilidad [Economidou, 2011; El Mundo.es, 2015; Koebel et al., 2012; Peacock, 2010]. Por esta razón, y de acuerdo con el objetivo principal de esta tesis, el estudio del material compuesto propuesto tomará en cuenta únicamente las posibles aplicaciones de aislamiento térmico en muros de fachada, y no en el resto de cerramientos.

2.2. EL AISLAMIENTO Y LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA

Anteriormente se ha definido que la forma más eficiente para reducir el consumo de energía de los edificios existentes se logra rehabilitando su envolvente térmica, mediante la incorporación de aislamiento térmico. Esta propiedad es la capacidad que poseen los materiales de oponerse de forma eficiente al flujo de calor, que ocurre, desde la superficie de mayor temperatura hacia la de menor temperatura del material, siendo considerados materiales aislantes térmicos únicamente los de baja conductividad térmica.

En los elementos constructivos, esta propiedad se representa mediante el coeficiente de transferencia de calor o transmitancia térmica, llamado “transmitancia (U)”, expresado en vatios (W) por metro cuadrado (m^2) por kelvin (K), ($W/m^2 \cdot K$), aunque también se representa únicamente mediante la resistencia térmica (R) del elemento, obtenido mediante el espesor del elemento partido por su conductividad térmica [Neila y Bedoya, 1997].

La transmitancia es inversamente proporcional a la resistencia térmica, que, a su vez, es inversamente proporcional a la magnitud del flujo de calor conducido a través del elemento constructivo para la unidad de espesor del material, siendo el valor R incrementado con el aumento del espesor del mismo; esto quiere decir que a menor U, mayor será la oposición al flujo de calor conducido a través del elemento constructivo [Neila y Bedoya, 1997].

Mientras que la transmitancia es la forma de expresión utilizada en el CTE español, entre otras normativas extranjeras, el Sistema Internacional de Unidades (SI) solo considera la sumatoria de las resistencias térmicas, definiendo un valor R global, que según las expresiones anteriores, representa la inversa de la transmitancia, siendo expresado en ($m^2 \cdot K/W$); en consecuencia, mayor será la oposición al flujo de calor cuanto mayor sea el valor de resistencia térmica (R).

La cantidad de aislamiento térmico necesaria depende del clima del lugar, que está relacionado con la latitud, longitud y altitud del emplazamiento en el que se encuentre el edificio. Por ello, el CTE exige diferentes requisitos en cuanto a los niveles de aislamiento

térmico necesarios para cada cerramiento de la envolvente, relativos a cada una de las seis zonas climáticas establecidas en el DB-HE13 para España.

No obstante, el factor que define el nivel de aislamiento térmico de un material es su capacidad de oponer resistencia a la energía, en forma de calor (W), conducida a través del mismo; la magnitud de la capacidad de conducir calor, se expresa mediante el coeficiente de conductividad térmica (λ), en (W/m·K). Este coeficiente define la cantidad de calor que transcurre en una unidad de tiempo a través de un material de espesor unitario, entre dos caras planoparalelas de superficie considerada infinita, cuando se establece una diferencia de temperatura de un kelvin entre ambas caras [Neila y Bedoya, 1997]. En este sentido, la forma más habitual para medir dicha propiedad se basa en medir el flujo de calor a través del material.

La transferencia de calor en materiales sólidos ocurre mediante tres fenómenos: la conducción a través de su fase sólida (s), la radiación entre las superficies sólidas de sus poros (r) y la conducción de gas a través de sus poros (g), expresado en W/m² [Johansson, 2012]. Sin embargo, en materiales aislantes porosos, de acuerdo con Koebel et al., habría que añadir la contribución de calor por transporte convectivo a través del medio poroso (c) y el transporte radiativo del sólido a través del fluido en la red porosa ($r.gas$), pudiendo definirse la siguiente expresión [Koebel et al., 2012]:

$$q = q_s + q_{r.sol} + q_g + q_c + q_{r.gas} \quad (2.1)$$

De todas estas contribuciones, las relativas al gas y red porosa (tamaño, interconexión y naturaleza de los poros) son de gran relevancia en este tipo de materiales, siendo su restricción, el enfoque de los últimos avances en aislantes térmicos.

En este sentido, en condiciones de estado seco, la conducción dependerá del tipo de gas que se encuentre en el interior de la red porosa, debido a que cada gas tiene una conductividad térmica característica (0,026 W/m·K para el aire), por lo que una forma de

reducir la transferencia de calor, es utilizar, en lugar de aire, un gas de menor conductividad térmica (argón y kriptón), o simplemente vacío, como en el caso de sistemas tecnológicos de acristalamiento de edificios [Johansson, 2012].

Otra forma de reducir la transferencia de calor por convección interna, es mediante la disminución del tamaño del poro, reduciendo el número de colisiones intermoleculares del gas y las paredes de los poros. Este fenómeno es conocido como el “*efecto Knudsen*”, y se expresa mediante la siguiente ecuación [Baetens et al., 2011]:

$$\lambda_g = \frac{\lambda_{g0}}{1 + 2\beta K_n} \quad (2.2)$$

Donde:

$$K_n = \frac{l_{media}}{\delta} \quad (2.3)$$

$$l_{media} = \frac{k_B T}{\sqrt{2} \pi d_g^2 P_g} \quad (2.4)$$

K_n = Número Knudsen

l_{media} = Camino libre de las moléculas de gas (m)

δ = Tamaño del poro (m)

k_B = Constante de Boltzmann ($1,38 \times 10^{-23}$ J/K)

T = Temperatura (K)

d_g = Diámetro medio de las moléculas de gas (m)

P_g = Presión del gas (Pa)

T = Temperatura (K)

λ_{g0} = Conductividad térmica del gas a presión ambiental (W/m·K)

β = Constante que caracteriza la eficiencia de la transferencia de calor entre las moléculas de gas y las paredes del poro (entre 1,5 y 2)

Las moléculas en el fluido transfieren energía cinética entre ellas cuando colisionan, teniendo que desplazarse una distancia en particular para que esto ocurra, considerada por su promedio (l_{media}); esto es conocido como el camino libre de las moléculas, que en el caso del aire es considerado en torno a los 68 nanómetros [Jennings, 1988].

Cuando se reduce el tamaño del poro, disminuye el número de moléculas que pueden colisionar entre ellas antes de encontrarse con las paredes del poro, reduciéndose por tanto la energía transferida. Es por ello que el *efecto Knudsen* aumenta a medida que el tamaño del poro disminuye, consiguiendo una mayor eficiencia una vez que el tamaño del poro es menor que el camino libre de las moléculas, siendo estadísticamente más probable la colisión molécula-poro que molécula-molécula [Bird et al., 2007].

El efecto producido por la disminución del tamaño de los poros y la presión del aire en la conductividad térmica puede observarse en la figura 2.2.

Fig. 2.2. Efecto de la presión atmosférica (de 0,01 a presión ambiental, eje x) y el tamaño de poro (de 10 mm a 10 nm) en la conductividad térmica (eje y) de los materiales. En color negro, la transferencia de calor por la conducción del gas (aire) con respecto a la presión atmosférica y el tamaño de poro; en azul y rojo, el efecto de la presión atmosférica en la λ del XPS y Aerogel de sílice respectivamente. Gráfica adaptada por el doctorando a partir de Koebel et al. y Simmler et al. [Koebel et al., 2012] y [Simmler et al., 2005].

Podemos observar en la gráfica anterior que las curvas sinusoidales de color negro (que representan la conductividad térmica aportada por el gas en la red porosa) se desplazan hacia

la derecha en consecuencia de la disminución del tamaño del poro, mostrando que a presión ambiental (1000 mbar) y partir de una micra (0,001 mm), la conductividad térmica aportada por el gas disminuye. Por otro lado, también se puede observar este efecto comparando la conductividad térmica del poliestireno extruido (XPS), en color azul, con la del aerogel de sílice, en color rojo, cuya diferencia fundamental es el tamaño de poro. Mientras que el XPS posee un tamaño de poro entre diez y cien micras, el del aerogel de sílice es de tan solo veinte nanómetros, logrando una conductividad térmica neta inferior al cincuenta por ciento en comparación con el XPS.

La gráfica también muestra que, si además de disminuir el tamaño del poro, se aportara vacío al material, la disminución en la conductividad final del material sería aún más drástica, como es el caso de los paneles monolíticos de vacío de humo de sílice o aerogel de sílice [Koebel et al., 2012]. Sin embargo, además de su alto coste, estos últimos tienen la desventaja de que el vacío se pierde, ya sea lentamente con el paso del tiempo, o de forma instantánea por el corte o punzonamiento del panel, no admitiendo ajustes en obra, teniendo que ser fabricados a una medida específica [Brunner et al., 2012].

2.3. MATERIALES Y SU APLICACIÓN EN CONSTRUCCIÓN

2.3.1. MATERIALES AISLANTES TÉRMICOS

2.3.1.1. DESCRIPCIÓN GENERAL

En este apartado se realizará una descripción y clasificación de los materiales aislantes térmicos utilizados más habitualmente, así como sus requisitos técnicos fundamentales como materiales de construcción.

La clasificación más habitual de los materiales aislantes térmicos parte de la naturaleza de la composición química de las materias primas utilizadas para su producción. De acuerdo con Gellert, estos materiales se clasifican en dos grupos: inorgánicos o minerales y orgánicos, subdividiéndose estos últimos en: naturales y sintéticos [Gellert, 2010a, b].

En el grupo de materiales inorgánicos o minerales encontramos las lanas minerales y el vidrio celular, mientras que en los orgánicos sintéticos el poliestireno, ya sea extruido (XPS) o expandido (EPS), así como las espumas de poliuretano.

Por otra parte, los productos comerciales para el aislamiento térmico pueden contener una mezcla de materiales de ambos tipos de compuestos, siendo encontrados comúnmente de las siguientes tanto en forma de placas, mantas, paneles flexibles o rígidos, granulados, espumas en spray, etc. De todos ellos, los granulados pueden utilizarse para formar parte de morteros o pastas aislantes y/o de baja densidad, como el material compuesto propuesto en los objetivos de esta tesis.

En la Tabla 2.1 se presenta una comparativa de los materiales anteriormente mencionados en cuando a su densidad (p), conductividad térmica (λ), calor específico (c) y difusividad al vapor de agua (μ), así como la forma en la que se encuentra habitualmente en el mercado, generada a partir de los publicado por Feldman, Gellert y Koebel [Feldman, 2010; Gellert, 2010a, b; Koebel et al., 2012].

Tabla 2.1

Materiales aislantes tradicionales utilizados en edificación.

Material	Forma* P / G / F / Y	C. Térmica λ (W/m·K)	Densidad ρ (kg/m ³)	Calor específico c (J/kg·K)	Difusividad al vapor de agua (μ)
Inorgánicos					
Lana de vidrio	P	0,031 - 0,043	10 - 400	600 - 1000	1 - 4
Lana de roca	P	0,032 - 0,05	10 - 400	600 - 1000	1 - 4
Vidrio celular	P	0,038 - 0,06	100 - 220	800 - 1100	Impermeable
Vidrio espumado	G	0,07 - 0,092	150 - 300	800 - 1000	1 - 5
Perlita expandida	P / G	0,04 - 0,07	90 - 400	1000	3 - 5
Vermiculita exfoliada	P / G	0,06 - 0,07	60 - 180	800 - 1000	3 - 4
Arcilla expandida	G	0,085 - 0,16	260 - 500	1000	2 - 8
Espuma mineral	P	0,045 - 0,065	115 - 390	1000	3 - 20
Orgánicos (Naturales)					
Lana de madera	P / F	0,09 - 0,11	350 - 600	2100	2 - 5
Fibras de madera	P / F	0,04 - 0,055	160 - 250	2100	5 - 10
Corcho	P / G	0,042 - 0,05	100 - 220	1800	5 - 10
Fibras de celulosa	G / F	0,04 - 0,045	35 - 60	2200	1 - 1,5
Cáñamo	P / G / F	0,04 - 0,05	24 - 42	1600	1 - 2
Lana de oveja	P / F	0,04 - 0,045	18 - 30	1700	1 - 5
Algodón	P / F	0,04	20 - 60	1300	1 - 2
Lino	P / F	0,04	20 - 80	1600	1 - 2
Cereal extruido	G	0,05	105 - 115	1950	2 - 3
Caña	P	0,055 - 0,09	120 - 225	1200	2 - 5
Fibras de coco	P / F	0,04 - 0,05	70 - 120	1600	1 - 2
Virutas de madera	G	0,045 - 0,055	70 - 140	2100	1 - 2
Paja	P / F	0,038 - 0,078	90 - 110	n. d.	n. d.
Orgánicos (Sintéticos)					
EPS	P / G	0,029 - 0,055	16 - 80	1500	20 - 100
XPS	P	0,029 - 0,048	16 - 180	1500	80 - 200
PUR	P / Y	0,02 - 0,029	30 - 100	1400 - 1500	40 - 200
PVC	P	0,035 - 0,063	45 - 400	1400 - 1500	7000 - 10000

* P: Panel, G: Granulado o Pellets, F: Fibras, Y: Proyectado

Como se puede observar en la tabla anterior, los materiales con mejores propiedades aislantes son los orgánicos sintéticos, en el siguiente orden: espuma de poliuretano rígida > poliestireno extruido (XPS) > poliestireno expandido (EPS) > espuma de PVC (sin embargo, también son los que oponen mayor resistencia al vapor de agua), es por ello que son los más utilizados globalmente, con una cuota de mercado del 48% (veinte mil millones de dólares), en cuanto a materiales aislantes.

El segundo y tercer escalón lo ocupan las lanas minerales, con el 31% (doce mil millones de dólares) para las lanas de vidrio y 17% (seis mil millones de dólares) para las lanas de roca. No obstante, esta distribución cambia según cada región, ya que en Europa del Oeste, el líder del mercado es la lana de vidrio (40%), seguido del EPS (22%) y la lana de roca (16%), mientras que en Europa del Este, el primer lugar lo ocupa la lana de roca (48%), seguido del EPS (29%) y la lana de vidrio (13%) [Koebel et al., 2012].

2.3.1.2. APLICACIÓN EN MUROS DE FACHADA

De acuerdo con la norma ISO 9774:2004, la aplicación del aislamiento térmico en muros de fachada (hormigón o albañilería, excluyendo construcción de madera y metal) se puede dar de las siguientes formas:

- a) Aislamiento por el exterior recubierto por un revestimiento.
- b) Aislamiento por el interior:
 - Aislamiento autoportante soportando una capa protectora ligera (p. ej. placa de yeso).
 - Aislamiento soportando una capa protectora ligera parcialmente soportada por una subestructura.
 - Aislamiento seguido de una capa protectora autoportante.
- c) Aislamiento en cavidades o cámaras de aire:
 - Aislamiento entre hojas del muro, en cámara ventilada
 - Aislamiento entre hojas del muro, en cámara sin ventilar y revestimiento exterior no estanco.

Generalmente, el *aislamiento por el exterior*, conocido en España como el *Sistema de Aislamiento Térmico por el Exterior (SATE)* es la solución más común, ya que tiene una serie de ventajas frente al aislamiento por el interior, como puede ser, la prevención de condensaciones intersticiales (si se aplica un material aislante con las características higrotérmicas adecuadas), la disminución de puentes térmicos y la posibilidad de utilizar la masa térmica del edificio, sin embargo, también tiene asociados mayores costos de instalación, especialmente cuando se instalan en plantas superiores [Kolaitis et al., 2013]. Adicionalmente, en edificios de patrimonio cultural, en los que la fachada se encuentre protegida, no podrán llevarse a cabo este tipo de intervenciones, por lo que en caso de no tener cámaras de aire, la única solución posible es la aplicación del *aislamiento por el interior*.

Este tipo de aplicación tiene las ventajas de, además de no modificar la fachada, tener menores costos asociados a la instalación, o ser la única solución viable en el caso de edificios de varios niveles en los que existan discrepancias entre los vecinos, no pudiendo llevarse a cabo la rehabilitación por el exterior. Sin embargo, esta solución tiene como desventajas, el aumento de riesgo de humedades y condensaciones intersticiales o la disminución del área útil interior [Kolaitis et al., 2013]. Esto último puede minimizarse utilizando materiales con altas prestaciones de aislamiento térmico, en las que pueda conseguirse el mismo nivel de aislamiento (transmitancia), o incluso mayor, en menor espesor, e instalando una lámina de vapor por la cara del aislamiento que vaya a ser sometida a mayor temperatura.

Por otra parte, los sistemas de aislamiento basado en morteros minerales en forma de pasta, tienen la ventaja de que en edificios históricos son típicas las irregularidades en la geometría del muro, por lo que la instalación de sistemas a base de paneles conllevan siempre dificultades en la ejecución [Guizzardi et al., 2015].

Sin embargo, para ser utilizados en la construcción, los materiales destinados al aislamiento térmico deben cumplir una serie de requisitos fundamentales, incluyendo resistencia mecánica y estabilidad, seguridad de utilización, seguridad en caso de incendio, ahorro de energía y aislamiento térmico, higiene, salud y medio ambiente, sostenibilidad de recursos y protección al ruido. Estos productos están regulados por el Reglamento Europeo de Productos de Construcción [Unión Europea, 2011], (derogando la Directiva 89/106/CEE),

mediante el uso del “*marcado CE*”, en conformidad con las normas nacionales, transpuestas a las normas armonizadas publicadas en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*, o con el documento de idoneidad técnica europeo (cuando no exista ni una norma, o mandato de norma armonizada, o reconocida nacionalmente, o que la Comisión considere que aún no puede elaborarse).

Estos productos están definidos como todos aquellos fabricados para ser incorporados permanentemente a las obras de construcción, incluyendo tanto las de ingeniería civil como las de edificación. Estas especificaciones, descritas en las fichas técnicas de los productos, se obtienen mediante métodos de prueba estandarizados (EN) aprobados por un organismo de normalización reconocido (AENOR en España), basados en resultados de la experiencia y desarrollo tecnológico, mediante el consenso de todas las partes involucradas.

En el caso de los materiales compuestos basados en sulfato cálcico, la norma de referencia es la UNE-EN 13279. Esta norma clasifica como C4, a los yesos con propiedades de aislamiento térmico; no obstante, el único requisito técnico establecido aplicable a este tipo de yesos, es el de tiempo de fraguado (>20 min, debiendo ser especificado por el fabricante si es menor), mientras que para yesos y morteros de construcción (B1 y B2) o yesos y morteros aligerados (B4 y B5), establece una resistencia a flexión y compresión mínima $\geq 1,0$ y $\geq 2,0$ N/mm² respectivamente y una adherencia $\geq 0,1$ N/mm², limitando la especificación sobre dureza superficial ($\geq 2,5$ N/mm²) a yesos de alta dureza (B7).

No obstante, la norma UNE-EN 998, aplicable a morteros para albañilería basados en otros conglomerantes, establece que los morteros para revoco/enlucido para aislamiento térmico en estado endurecido, deberán estar dentro de las categorías CS I (0,4 a 2,5 N/mm²) a CS II (1,5 a 5,0 N/mm²), en relación a su resistencia a compresión a 28 días, la categoría W1 ($c \leq 0,4$ kg/m²·min^{0,5}), en relación a la absorción de agua por capilaridad (c), tener un coeficiente de permeabilidad al vapor de agua (μ) ≤ 15 (contemplando estos dos últimos requisitos únicamente cuando el mortero vaya a ser aplicado por el exterior), una adhesión $\geq$ al valor declarado y forma de rotura (FP), una densidad aparente en seco dentro del intervalo de los valores declarados, una clasificación (T) según su conductividad térmica, especificada dentro de las categorías T1 ($\leq 0,1$ W/m·K) y T2 ($\leq 0,2$ W/m·K), así como declaraciones de reacción al

fuego y durabilidad (evaluada por ensayos de adhesión y permeabilidad al agua después de ciclos de hielo y deshielo).

En España, los SATE o *aislamiento por el exterior*, llevan asociados un documento de idoneidad técnica (DIT), en el que se especifican todas sus propiedades, características constructivas y sus métodos normalizados de ensayos, que incluyen todo lo expuesto anteriormente, así como los métodos y recomendaciones de instalación del sistema. En este tipo de sistemas, la resistencia mecánica, adherencia y durabilidad son cruciales, al estar en contacto directo con el exterior; no obstante, en los *sistemas de aislamiento por el interior*, la adherencia al soporte será importante cuando el material aislante tenga que soportar una capa protectora (placa de yeso) sin ningún tipo de sub-estructura de apoyo, mientras que, cuando la capa protectora del sistema sea autoportante, el comportamiento mecánico tendrá menor relevancia, siendo más similar al caso de relleno de cámaras de aire. Sin embargo, en sistemas de aislamiento por el interior, el comportamiento a la difusividad al vapor de agua tendrá mayor importancia, debido al posible riesgo de generación de humedades y condensaciones intersticiales.

La humedad proveniente de la lluvia en combinación con el viento es una de las mayores causas de daño en las fachadas de los edificios [Blocken et al., 2013; Kubilay et al., 2014a, b], lo que ha derivado en numerosos estudios experimentales para evaluar el comportamiento higrotérmico en este tipo de condiciones [Burch et al., 1989; Burch et al., 1991; Kohonen, 1985; Svendsen, 1955], incluida la monitorización de edificios [Abuku et al., 2009; Künzle, 1998; Sass y Viles, 2010] o experimentos de laboratorio con muros de gran escala [Bitsuamlak et al., 2009; Johansson et al., 2013].

También se han llevado a cabo estudios para investigar el comportamiento higrotérmico de muros de albañilería con aislamiento térmico por el interior [Mensinga et al., 2010; Straube y Schumacher, 2007], y en presencia o no de barrera de vapor [Carmeliet y Derome, 2012; Derome y Saneinejad, 2010], concluyendo que el gradiente de temperatura genera la humedad; sin embargo, la resistencia al vapor de agua del material aislante y/o acabado interior genera la acumulación de la misma, no permitiendo un secado adecuado, siendo la solución más habitual, la de la colocación de una barrera de vapor [Pavlík y Černý,

2009]. No obstante, también es recomendable la utilización de materiales aislantes con una adecuada permeabilidad al vapor de agua, dependiendo de cada caso en particular [Pavlík y Černý, 2008; Pavlík et al., 2005].

2.3.2. REQUERIMIENTOS Y PROPIEDADES TÉCNICAS DE LOS MORTEROS PARA REVESTIMIENTOS EXTERIORES Y ENLUCIDOS INTERIORES EN EDIFICIOS ANTIGUOS E HISTÓRICOS SEGÚN RILEM

Los organismos internacionales de normalización suelen basar las normativas en recomendaciones técnicas existentes, como es el caso de las más de ciento sesenta elaboradas por *La Unión Internacional de Laboratorios y Expertos en Materiales de Construcción, Sistemas y Estructuras (RILEM)*, fundada en 1947 y presente actualmente en setenta países (con más de mil doscientos expertos), con objetivos como el de promover la construcción sostenible y segura, con mejores prestaciones y menores costes, estimular nuevas líneas de investigación y sus aplicaciones, promoviendo la excelencia en la construcción y favorecer el acceso al conocimiento avanzado a escala internacional.

De las recomendaciones técnicas de RILEM (RTR), podemos destacar la *RILEM TC 203-RHM: Morteros de reparación para albañilería histórica*, descrita por Hughes, enfocada en los requerimientos para el diseño de morteros de reparación, clasificados según su función [Hughes, 2012]:

- *Mortero de asiento*, adhesión y soporte de carga para pavimentos
- *Mortero de juntas* para impedir el paso del agua o con fines estéticos
- *Revestimiento exterior* para impedir el paso del agua o con fines estéticos
- *Enlucido interior* con fines estéticos o decorativos
- *Mortero de reparación* para reemplazar secciones de elementos de albañilería
- *Grout o lechada* para relleno de cavidades en elementos de albañilería para mejorar su comportamiento como elemento monolítico

- *Mortero de nivelación* de solados
- *Mortero de relleno* en masa entre muros, hojas del muro o elementos de albañilería

Una vez clasificados los morteros de reparación según su función, define los siguientes conglomerantes: cal aérea, cal hidráulica, cal con materiales puzolánicos, cemento de silicato cálcico, sulfato cálcico y arcillas.

En cuanto a los morteros basados en sulfato cálcico señala que, a pesar de poseer buenas propiedades mecánicas, no se les considera resistentes al agua en su forma pura; sin embargo, hace referencia a su utilización en un gran número de edificios históricos, en decoración interior, como morteros de asiento e incluso como revestimiento exterior de fachadas.

Posteriormente, establece los requerimientos técnicos para los morteros, con el fin asegurar la compatibilidad entre el sustrato y el mortero de reparación en relación a las propiedades de material endurecido, asegurando la durabilidad en combinación con los requerimientos estructurales y medioambientales, así como las propiedades del sustrato. La Tabla 2.2 muestra los morteros basados en cal aérea, silicato cálcico y sulfato cálcico, para su aplicación en interior y exterior:

Tabla 2.2
Requerimientos y propiedades técnicas de los materiales para revestimientos exteriores (E) y enlucidos interiores (I).

Propiedad	Requerimiento (importancia) (E) / (I)	Cal aérea	Silicato cálcico	Sulfato cálcico
Adhesión al sustrato (unión)	3 / 3	3	6	5
Resistencia (compresión, flexión, tensión y superficial)	1^a / 1^a	2	6	4
Deformabilidad y elasticidad (Módulo E)	2 / 1	1	6	4
Protección a la intemperie				
Resistencia al agua	3 / 1	3	6	2
Resistencia a ciclos de hielo-deshielo	3 / 0	2	6	1
Dilatación térmica	3 / 3	1	1	1
Transmisión de vapor de agua	3 / 3	5	3	3
Comportamiento al agua/secado	3 / 2	-	-	-
Estético	3 / 3	(Según especificaciones)		
0 = No es importante 3 = muy importante ^a Menor al sustrato		1 = Valor bajo 6 (valor alto)		

En la tabla anterior podemos observar que tanto para aplicaciones como revestimiento exterior como para enlucido interior, la adhesión al sustrato es muy importante; sin embargo, en menor medida el resto de sus propiedades mecánicas, señalando que estas últimas deberán ser menores al sustrato. No obstante, para revestimientos exteriores, señala como muy importante la protección a la intemperie, mientras que para enlucidos interiores, tanto la resistencia al agua como a ciclos de hielo-deshielo, no tendrá tanta importancia, al estar protegidos por el cerramiento de fachada. En ambos casos, la transmisión al vapor de agua será muy importante, así como la dilatación térmica, su comportamiento al mojado/secado y la estética del acabado final. No obstante, *RILEM TC 203-RHM* no establece requisitos para los morteros de relleno en masa, pudiendo ser una opción a tener en cuenta como posible aplicación del mortero aislante propuesto en los objetivos de esta tesis, en la que habría que considerar la difusividad al vapor de agua y el posible riesgo de humedades y condensaciones intersticiales, como se ha mencionado en el apartado anterior.

En cuando a los conglomerantes, destacar que el sulfato de calcio aporta valores medios-altos y altos en lo relativo a las propiedades mecánicas, sin embargo, valores medios para la transmisión al vapor de agua y valores bajos para la dilatación térmica y resistencia a ciclos de hielo/deshielo, propiedades a tener en cuenta para valorar, en un futuro, la posible forma de aplicación del mortero aislante propuesto inicialmente.

2.3.3. EL YESO Y LA ANHIDRITA

El yeso como material de construcción, inventado probablemente en el período preneolítico [Sanz-Arauz, 2009], es uno de los conglomerantes minerales más antiguos utilizados en la construcción. Diversos autores han documentado su aplicación tanto en muros, como en suelos y techos en Çatal Hüyük (7000 a.C.), en la antigua Anatolia (Turquía) [Gárate y Rojas, 1999]; en suelos en la ciudad cananea de Jericó, Cisjordania (6900 a.C.) [Gaspar, 1993], e incluso como revocos y enlucidos en Mesopotamia e Irán (5000 a.C.), así como en elementos de decoración en Egipto (2000 a.C.) [Davey, 1961], donde también se encontraron evidencias de fabricación de yeso a alta temperatura (con restos de anhídrita en su formulación), siendo utilizado en juntas de bloques de piedra maciza en el Templo de Amón, en Karnak (Egipto) [Gárate y Rojas, 1999].

Es evidente que la fabricación y utilización del yeso como material de construcción a lo largo de la historia, tanto en culturas antiguas, edad media, como hasta la época actual (incluida su amplia utilización en España), documentada ampliamente por Sanz-Arauz, se deba en buena parte a la amplia disponibilidad, tanto del aljez (materia prima para la fabricación de yeso) como de la anhídrita en la corteza terrestre. Particularmente España cuenta con una superficie total aproximada de depósitos de yeso de unos 35.500 km² [Riba y Macaur] (7,2% de la superficie del país), no obstante el global de superficie de los distintos estratos de yeso representa un 58,2% de la superficie total de España, constituyendo la considerada “*España yesífera*” [Sanz-Arauz, 2009].

Otro factor que probablemente haya contribuido a la extensa utilización del yeso o *sulfato cálcico dihidratado* ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) como material de construcción, se deba a su facilidad de producción, ya que para su fabricación, no son necesarias altas temperaturas, comenzando el proceso de deshidratación del yeso o aljez con el aumento de temperatura por debajo del punto de ebullición del agua (alrededor de los 80°C), pudiendo conseguirse la primera fase subhidratada (*semihidrato*). A partir de la molienda de este producto, se puede formular muy fácilmente un conglomerante en forma de pasta mediante la mezcla con agua, que endurece e hidrata rápidamente, formando yeso nuevamente.

El factor relacionado con la temperatura de producción, tiene gran relevancia hoy en día, donde se busca reducir la huella de carbono generada por la fabricación de conglomerantes minerales, como en el caso del cemento u hormigón [Flatt et al., 2012], siendo el yeso un material de bajo impacto en este sentido.

2.3.3.1. LAS FASES DEL SISTEMA SULFATO CÁLCICO - AGUA

Los procesos de deshidratación e hidratación, constituyen el sistema sulfato cálcico – agua, pudiéndose formar, a partir del primer proceso y a distintos niveles de temperatura, hasta cinco fases principales (Tabla 2.3): sulfato cálcico dihidratado, sulfato cálcico semihidratado, anhidrita III, anhidrita II y anhidrita I [Wirsching, 2000].

Las primeras cuatro fases existen a temperatura ambiente, aunque solo el dihidrato es estable, mientras que la última fase solo existe por encima de 1180°C, pasando a Anhidrita II al enfriarse [Gruver, 1951], por lo que carece de interés industrial.

Tabla 2.3
Fases y propiedades del sistema sulfato cálcico – agua

Características	Yeso (Dihidrato)	Semihidrato		Anhidrita III			Anhidrita II			Anhidrita I
Fórmula	$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	$\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$		CaSO_4			CaSO_4			CaSO_4
Masa molecular	172,17	145,15		136,14			136,14			136,14
Agua de cristalización (% peso)	20,92	6,21		0,00			0,00			0,00
Estabilidad termodinámica (°C)	< 40	metaestable		metaestable			40 - 1180			>1180
Formas o etapas	-	α	β	α -AIII	β -AIII	β -AIII'	AII-s	AII-u	AII-E	α -AI
Producción										
Temperatura (°C)	< 40	80-180	120-180	110	290	290	300-500	500-700	>700	>1180*
Atmósfera		agua/vapor	aire seco	vacío	vacío	aire seco				
Densidad real (g/cm³)	2,31	2,76	2,63		2,58		2,95			n. d.
Solubilidad a 20 °C:										
g CaSO_4 / 100g de agua	0,21	0,67	0,88	hidrata a semihidrato			0,27			-
Organización cristalina	monoclínico	monoclínico	trigonal	hexagonal			ortorrómbica			cúbica
Espaciado (nm)										
<i>a</i>	0,57	1,20		1,20			0,70			n. d.
<i>b</i>	1,52	0,69		0,70			0,70			n. d.
<i>c</i>	0,65	1,27		0,63			0,62			n. d.

* No producida comercialmente

La tabla anterior muestra en primera instancia, que la diferencia principal entre las cinco fases parte del contenido de agua de las mismas, obtenido a partir de la temperatura (y atmósfera) de producción.

Es importante señalar que se pueden solapar distintas fases dependiendo la temperatura, lo que dificulta, tanto en laboratorio como en los procesos industriales, la obtención de fases puras, como puede observarse en otros estudios a escala de laboratorio [Ballirano y Melis, 2009; Seufert et al., 2009]. Los últimos autores mencionados mostraron las fases que pueden obtenerse a distintas temperaturas, entre 85 y 550°C, mediante difracción de rayos X con refinamiento Rietveld. Sus resultados mostraron que a 85°C, alrededor del 95% del producto obtenido fue semihidrato, mientras que el resto fue anhidrita III, en porcentajes mínimos, y anhidrita II, en porcentajes rondando el 5%. En cuanto a temperaturas entre 120 y 250°C, el producto más abundante que obtuvieron fue anhidrita III (85% y 70% respectivamente), con distintas proporciones de semihidrato y anhidrita II; mientras que a una temperatura de 380°C, el 80% del producto obtenido fue anhidrita II, con alrededor de un 17% de anhidrita III y un 3% de semihidrato. Finalmente, a 550°C, el producto obtenido fue anhidrita II en su totalidad. No obstante, señalaron que como era de esperar, todo el contenido de anhidrita III se hidrató rápidamente a semihidrato.

A nivel molecular, todas las fases mencionadas consisten en cadenas de iones de Ca^{2+} y SO_4^{2-} que se organizan de forma alternada (Fig. 2.3) [Wirsching, 2000]. Esta organización coincide con las propuestas recientemente por otros autores [Mishra, 2012].

Fig. 2.3. Estructura molecular de los sulfatos cálcicos: dihidrato o yeso, semihidrato y anhidrita. Vista en la dirección del eje c . Dihidrato [Schofield et al., 1996]; semihidrato [Ballirano et al., 2001]; anhidrita hexagonal [Bezou et al., 1995]; anhidrita ortorrómbica [Hohne, 1962]. Imágenes generadas por el doctorando a partir de archivos de información cristalográfica (CIF) del American Mineralogist Crystal Structure Database.

De acuerdo con Singh y Middendorf, los cristales de yeso (Fig. 2.4) tienen una estructura laminar que consiste en capas de iones de sulfato cálcico ($\text{Ca}^{2+}/\text{SO}_4^{2-}$) paralelas al plano (010), unidas por interacciones iónicas, formando una sección paralela al plano cristalográfico (010). Estas secciones están separadas por capas de agua, generando una hendidura perfecta a lo largo de las mismas, paralelas al plano (010) [Singh y Middendorf, 2007].

Fig. 2.4. Morfología del cristal de yeso (010), (120), (011) y ($11\bar{1}$) observada habitualmente [Singh y Middendorf, 2007].

Durante la síntesis del *semihidrato*, se forma una estructura de túneles con canales de aproximadamente $4\text{\AA}$ de diámetro, organizados en dirección del eje c (Fig. 2.3), paralelos a las cadenas de CaSO_4 [Freyer y Voigt, 2003], debido a la evaporación del agua laminar localizada en el dihidrato.

Las dos formas de semihidrato mostradas en la tabla Tabla 2.3 (α y β) se diferencian por su reactividad al agua, así como por la resistencia de los productos hidratados. El semihidrato β , con mayor superficie específica, requiere más cantidad de agua que el semihidrato α para obtener pastas de consistencias similares [Singh y Middendorf, 2007]; no obstante, si son mezclados con la misma relación agua/conglomerante, los semihidratos α formarán yesos de considerablemente mayor resistencia mecánica [Satava, 1970].

En el caso de la *anhidrita*, dependiendo de la temperatura y condiciones ambientales, puede formarse anhidrita soluble (AIII), anhidrita insoluble (AII) y anhidrita de alta temperatura (AI). Ni la anhidrita III, ni la anhidrita I existen en la naturaleza como mineral, debido a que son metaestables, mientras que la anhidrita II puede encontrarse como mineral con el nombre de anhidrita, siendo muy común en distintos estratos de la superficie terrestre.

La **anhidrita III** o anhidrita gamma (A_γ) se obtiene a partir de los 150-200°C, ya sea del semihidrato, o bien directamente del yeso (en régimen de presiones de vapor muy bajas) [Murat, 1977], mediante la evaporación del agua alojada en los canales de este último, reordenándose la estructura molecular, contrayéndose ligeramente, generando una simetría hexagonal muy similar a la del semihidrato [Sanz-Arauz, 2009] (como puede observarse en la figura 2.3, mostrada anteriormente). Posee una pequeña cantidad de agua variable (ε), por lo que su fórmula química es $\text{CaSO}_4 \cdot \varepsilon \text{H}_2\text{O}$. Es metaestable, por lo que se hidrata rápidamente a semihidrato, a partir del vapor ambiental. Dependiendo de su textura y comportamiento, se han descrito hasta tres estados: anhidrita III beta (AIII_β), anhidrita III prima beta (AIII'_β) y anhidrita III alfa (A_α).

La **anhidrita II** de laboratorio, de simetría ortorrómbica coincide en organización cristalina con la anhidrita natural [Sanz-Arauz, 2009]. Esta fase exhibe la mayor densidad de empaquetamiento molecular, por lo que posee la mayor resistencia mecánica y densidad de todos los sulfatos; no obstante, la falta de canales libres genera una lenta reactividad con el agua [Wirsching, 2000]. Se han descrito tres poliformos debido a su comportamiento de rehidratación, correspondientes a rangos específicos de temperatura de obtención para cada uno de ellos:

AII-s (Anhidrita ligeramente soluble): Se produce entre 300 y 500°C; su rehidratación es rápida comparada con el resto de las anhidritas II.

AII-u (Anhidrita insoluble): Se produce entre 500 y 700°C; su hidratación es lenta.

AII-E (Anhidrita disociada parcialmente): Se produce por encima de los 700°C; su rehidratación es intermedia entre las dos anteriores. Se le conoce también con el nombre de *Estrichgips* o anhidrita para pavimentos.

Es importante mencionar que, aunque la rehidratación de los sulfatos cálcicos produce yeso nuevamente, la densidad aparente del yeso rehidratado será notablemente menor que la de la roca de yeso o aljez. Mientras que para esta última es de alrededor de 2300 kg/m³, la de los yesos provenientes de los sulfatos de calcio deshidratados estará entre 500 y 1500 kg/m³ [Wirsching, 2000].

2.3.3.2. LA REHIDRATACIÓN DE LOS SULFATOS DE CALCIO

El *mecanismo de hidratación* de los sulfatos de calcio está descrito en la *Teoría del crecimiento cristalino* de Le Châtelier (en la que muchos investigadores coinciden [Fujii y Kondo, 1986; Ridge et al., 1972; Schiller, 1974; Sh. Mikhail y Malek, 1971; Singh y Middendorf, 2007; Solberg y Hansen, 2001; Vellmer et al., 2006]).

De acuerdo con esta teoría, el fraguado se produce en tres fases, siendo el *período de inducción* la primera de ellas. Este primer proceso inicia cuando la fase subhidratada (o deshidratada) entra en contacto con el agua de amasado, en la que parte del sólido se disuelve rápidamente saturando la solución con iones de calcio (Ca^{2+}) y sulfato (SO_4^{2-}), y por tanto sobresaturada con respecto al dihidrato (como se ha mostrado en la Tabla 2.3, el semihidrato tiene una solubilidad de tres a cuatro veces la del dihidrato; no obstante, la solubilidad de la anhidrita es apenas ligeramente mayor a la del dihidrato).

Una vez conseguida la sobresaturación, se genera la precipitación de dihidrato, formando núcleos de cristalización, pudiendo generarse de forma espontánea (nucleación homogénea), sobre impurezas, o sobre las superficies de las fases iniciales no disueltas completamente (nucleación heterogénea). Estos núcleos generarán posteriormente el crecimiento cristalino y el proceso finalizará con el inicio de fraguado; no obstante, para que ocurra la cristalización, los núcleos de cristalización deben tener un tamaño de radio crítico (r_c), que estará relacionado con el nivel de sobresaturación. Según Henisch, esta relación se describe analíticamente de la siguiente manera [Henisch, 1970]:

$$r_c = \frac{2\sigma v}{kT \log S} \quad (2.5)$$

r_c = Radio crítico del embrión de nucleación

σ = Energía de la superficie por unidad de superficie

v = Volumen molecular

k = Constante de Boltzmann

T = Temperatura en kelvin

S = Supersaturación

La ecuación anterior describe que, a medida que aumenta la sobresaturación, el tamaño del radio crítico para iniciar la cristalización disminuye, por lo que el tamaño del radio crítico necesario es inversamente proporcional a la sobresaturación, sin embargo, también describe que el proceso de cristalización dependerá de la temperatura, la superficie específica, la relación agua/yeso, el tipo de sulfato de calcio, etc. [Singh y Middendorf, 2007].

La segunda fase está relacionada con el **crecimiento cristalino**, en la que continúa ocurriendo paralelamente la disolución de los sulfatos anhidros o subhidratados, que alimentan el crecimiento de los cristales a través de la fase acuosa [Ridge et al., 1972].

Los cristales, generalmente en forma de terrazas escalonadas, crecen mediante la incorporación de núcleos de cristalización en la red de átomos en las superficies de los escalones, en las llamadas posiciones de rincón (kink sites), por lo que los escalones avanzan en capas predominantemente paralelas a los planos (101) y (001); es por ello que estos puntos son considerados los de mayor actividad en cuanto al crecimiento cristalino del yeso [Singh y Middendorf, 2007]. Este proceso ha sido confirmado experimentalmente por Bosbach [Bosbach et al., 1996]. El crecimiento cristalino del yeso se da en forma de placas o agujas, siendo característico para esta etapa, un aumento significativo de la temperatura, perceptible al contacto con el material durante su manipulación [Sanz-Arauz, 2009].

Finalmente, la tercera etapa del proceso de fraguado ocurre cuando el crecimiento cristalino produce contacto entre los cristales, generando la reticulación del sistema cristalino, a partir del cual aumentan las propiedades mecánicas hasta conseguir la resistencia final [Sanz-Arauz, 2009].

Según Wirsching, las etapas de hidratación, fraguado y endurecido de los sulfatos cálcicos pueden resumirse de la siguiente forma [Wirsching, 2000]:

Fig. 2.5. Etapas de hidratación, fraguado y endurecido de los sulfatos cálcicos [Wirsching, 2000]. Imagen traducida y adaptada por el doctorando.

Estos procesos son los de mayor aceptación para el semihidrato; no obstante, Sievert et al. profundizan en el mecanismo de hidratación de la anhidrita a yeso mediante experimentos en un molino de bolas [Sievert et al., 2005]. Los autores señalan que, al igual que para el semihidrato, la secuencia inicia cuando la fase deshidratada entra en contacto con el agua de amasado, en la que parte de ella se disuelve, saturando la solución con respecto a iones de calcio (Ca^{2+}) y sulfato (SO_4^{2-}); posteriormente, estos iones hidratados se adsorben rápidamente en la superficie de las partículas de anhidrita, generando una nueva capa que aumenta su espesor paulatinamente, y por lo tanto, aumentando la superficie de las partículas. El aumento del espesor de la capa ocurre hasta que se generan grietas, provocando que las moléculas de agua penetren hasta entrar en contacto con la anhidrita interior, para repetir de nuevo el proceso; no obstante, la hidratación de la anhidrita restante ocurre cada vez con mayor dificultad, debido al aumento continuo del espesor de la capa de yeso formado en la superficie. Los autores señalan que este proceso se ve acelerado considerablemente durante sus experimentos por la acción del molino de bolas. Este mecanismo puede verse ilustrado en la figura 2.6:

Fig. 2.6. Mecanismo de hidratación de la anhidrita [Sievert et al., 2005]. Imagen traducida y redibujada por el doctorando.

Existe otra teoría acerca de la hidratación de los sulfatos de calcio llamada *Teoría coloidal*, que está basada en los mecanismos de endurecimiento del cemento, y que es similar a la propuesta por Sievert, con la diferencia fundamental de que en la teoría mencionada se

propone la existencia de un gel que forma las nuevas fases hidratadas; no obstante, según Wirshing, la existencia de este gel no ha sido demostrada experimentalmente [Sievert et al., 2005; Wirsching, 2000].

Kelley et al. realizaron estudios sobre las propiedades termodinámicas del sistema sulfato cálcico – agua, midiendo el calor que ocurre durante cada cambio de fase, tanto en la deshidratación (Tabla 2.4), como en la rehidratación (Tabla 2.5) [Kelley et al., 1941]:

Tabla 2.4
Calor de deshidratación

Cambio de fase	Calor de deshidratación J/mol
$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \beta\text{-CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O} + 1,5 \text{H}_2\text{O}$	86.700
$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \alpha\text{-CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O} + 1,5 \text{H}_2\text{O}$	84.600
$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \beta\text{-CaSO}_4 \text{ III} + 2 \text{H}_2\text{O}$	121.800
$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \alpha\text{-CaSO}_4 \text{ III} + 2 \text{H}_2\text{O}$	117.400
$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \text{ II} + 2 \text{H}_2\text{O}$	108.600

Tabla 2.5
Calor de rehidratación

Cambio de fase	Calor de rehidratación J/mol
$\beta\text{-CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O} + 1,5 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	19.300 $\pm$ 85
$\alpha\text{-CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O} + 1,5 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	17.200 $\pm$ 85
$\beta\text{-CaSO}_4 \text{ III} + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	30.200 $\pm$ 85
$\alpha\text{-CaSO}_4 \text{ III} + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	25.700 $\pm$ 85
$\text{CaSO}_4 \text{ II} + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	16.900 $\pm$ 85

De acuerdo con Murat et al., las propiedades finales del yeso dependen en gran medida de la macroestructura del yeso fraguado, proveniente de los procesos de hidratación en los que se producen las transformaciones de las fases de sulfato cálcico, por lo que para valorar correctamente las propiedades mecánicas y térmicas del material, se monitorizará la hidratación del conglomerante mineral en la etapa experimental de esta tesis [Murat et al., 1975].

2.3.3.3. EL SULFATO DE CALCIO MULTIFASE

El conglomerante seleccionado para formar la matriz mineral del material compuesto propuesto en los objetivos iniciales consiste en un sulfato de calcio multifase. Este tipo de materiales pueden fabricarse, tanto en hornos industriales, como artesanales.

El horno industrial (horno parrilla móvil tipo KNAUF), de fuego directo para la fabricación de anhidrita y yeso multifase, opera a temperaturas entre 300-700°C. Para este tipo de hornos, se prepara el aljez en cuatro diferentes granulometrías (4-11, 11-25, 25-40 y 40-60 mm), siendo depositadas en capas (d) según el tamaño, de menor (capa inferior) a mayor (capa superior), en la rejilla transportadora (a), cuya velocidad es de 20-35 m/h y temperatura de 270°C, a través de las tolvas de alimentación (b). En esta rejilla se genera un gradiente de temperatura, de la capa superior (700°C) a la capa inferior (300°C), debido al contacto con el calor generado en la cámara de combustión (e), transportado por los ventiladores (g) a través de la campana de calcinación (c), para finalmente llegar al descargador (f). La eficiencia térmica de este tipo de hornos es la más elevada y son capaces de producir hasta dos millones de Tm/año. Por otra parte, debido a que el yeso no se mezcla durante la calcinación, se generan cantidades mínimas de polvo, no requiriendo su posterior recolección (Fig. 2.7).

a) Rejilla transportadora; b) Tolvas de alimentación; c) Campana de calcinación; d) Capas de yeso; e) Cámara de combustión; f) Descargador; g) Ventilador de enfriamiento y extracción de gases

Fig. 2.7. Horno parrilla móvil para la producción de anhidrita y yeso multifase [Wirsching, 2000]. Imagen adaptada por el doctorando.

El producto final generado por el horno rejilla Knauf, es una mezcla de tres fases de sulfato cálcico (Fig. 2.8).

Fig. 2.8. Diagrama de composición de yeso según su fase. Punto P: Composición del sulfato cálcico multifase: 27% (β -semihidrato), 15% (anhidrita III) y 58% (anhidrita II) [Wirsching, 2000]. Imagen adaptada por el doctorando.

Como se puede observar en la figura anterior, la anhidrita II por sí sola es de fraguado lento; sin embargo, a medida que es mezclada con semihidrato, su velocidad de fraguado aumenta.

Por otro lado, la fabricación de yeso artesanal es muy escasa actualmente. En España el único horno tradicional abovedado en el que se fabrica yeso tradicional comercialmente se encuentra en Albarracín, Teruel [Sanz-Arauz y Villanueva, 2004]. Este tipo de hornos, considerados como construcciones auxiliares creadas de forma colectiva y anónima, se ubican generalmente cerca de las canteras de los pueblos, donde puedan tener buena accesibilidad, utilizando las laderas del terreno para aprovechar la inercia térmica y tener mayor control del viento [Sanz-Arauz, 2009]. En este tipo de hornos, la calcinación dura aproximadamente día y medio con aporte constante de combustible (Fig. 2.9). El rango de temperaturas en el interior del horno oscila entre los 200 y 1000°C, por lo que el producto se caracteriza por contener distintas fases de sulfato cálcico.

Fig. 2.9. Horno de yeso artesanal de Albarracín en proceso de cocción [Sanz-Arauz, 2009].

El yeso multifase producido en este tipo de hornos, está compuesto principalmente por distintas fases de anhidrita e impurezas, siendo algunas activas y otras inertes, por lo que requieren una baja relación agua/yeso para el amasado. El yeso hidratado a partir de este conglomerante se caracteriza por tener una hidratación lenta, baja porosidad, y bajas resistencias mecánicas iniciales [Sanz-Arauz, 2009]; no obstante, éstas aumentan con el paso del tiempo [Middendorf, 2002].

La baja porosidad, y por lo tanto, mejor comportamiento hídrico de este tipo de yesos, ha permitido su utilización incluso en ambientes exteriores, como es el caso de las fachadas de yeso tradicional al exterior del pueblo de Albarracín.

Los efectos provocados por la exposición a la intemperie de este tipo de yesos ya fueron estudiados anteriormente por Middendorf. En su investigación, relacionada a ensayos experimentales de morteros con alto contenido de anhidrita en su formulación, utilizados para juntas de muros exteriores de piedra en edificios religiosos en Alemania, el autor señala que este tipo de morteros tienen mayor densidad, mayores resistencias mecánicas, menor porosidad y mayor tamaño de grano a nivel microestructural que los yesos producidos industrialmente a partir de semihidrato β , debido a los procesos de recristalización ocurridos por el contacto con la intemperie a largo plazo [Middendorf, 2002].

Por otra parte, Abenza-Ruiz y La Spina et al. también han documentado y estudiado recientemente la aplicación de este tipo de yesos como revestimientos exteriores en la ciudad de Cuenca y Valencia respectivamente [Abenza-Ruiz, 2009; La Spina et al., 2013]. Estos interesantes estudios, principalmente los llevados a cabo por Sanz-Arauz [Sanz-Arauz, 2009], han sido la fuente de motivación para la selección del material conglomerante de la presente tesis; no obstante, debido a la escasa y poco controlada fabricación de este tipo de yesos, en comparación con yesos industriales, se ha optado por buscar un material, a ser posible similar, pero de fabricación industrial que aporte mayor control y homogeneidad a su producción.

La ventaja del yeso multifase industrial en comparación con el artesanal, es que es capaz de obtener su máxima resistencia mecánica en períodos de tiempo similares a los de los yesos industriales basados en semihidrato β (7 días), no obstante, al no contener fases inertes,

los sulfatos de calcio multifase industriales requieren más agua de amasado, por lo que su porosidad es mayor y su resistencia al agua ligeramente inferior.

A continuación, se expone la composición (Tabla 2.6) y propiedades (Tabla 2.7) de la escayola y los sulfatos de calcio multifase.

Tabla 2.6

Composición de fases (%) sin tener en cuenta impurezas. Escayola y sulfato cálcico multifase [Sanz-Arauz, 2009; Wirsching, 2000]

Fase	Plaster of Paris (escayola)	Sulfato cálcico multifase (industrial)
Dihidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$)	0	0
Semihidrato β ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$)	75	27
Anhidrita III- β (CaSO_4)	20	15
Anhidrita II (CaSO_4)*	5	58

*Consiste en una mezcla de AII-s, AII-u y AII-E

Puede observarse en la tabla anterior que, mientras que la escayola consiste en un 95% semihidrato (debido a que la anhidrita III no es estable y rápidamente se hidratará a semihidrato), el sulfato de calcio multifase consiste en un 58% anhidrita y un 42% semihidrato (considerando la anhidrita III como semihidrato). A continuación se muestra una comparativa de las propiedades de ambos productos, así como la del semihidrato β .

Tabla 2.7

Propiedades características de la escayola, el semihidrato β y el sulfato cálcico multifase [Sanz-Arauz, 2009; Wirsching, 2000].

Producto	Modo de producción	g pasta/ 100 g agua	A:Y	Fraguado (min)		Resistencia estado endurecido (N/mm ²)			Densidad (kg/m ³)*
				I	F	Flex.	Comp.	Dureza	
Semihidrato β	Horno rotatorio	137	0,73	13	28	4,8	11,2	19,1	1069
Semihidrato β (escayola)	Marmita	156	0,64	9	22	5,2	14,0	26,8	1133
Sulfato de calcio multifase	Horno rejilla	167	0,60	6	35	5,1	15,5	25,9	1225
Sulfato de calcio multifase	Horno artesanal	200	0,50	-	-	1,2 -3,1	2,5 – 6,3	-	1320 - 1380

*Densidad aparente en estado endurecido

Como se observa en la tabla anterior, la resistencia a compresión del yeso a partir de sulfato de calcio multifase industrial es superior a las obtenidas con semihidratos, incluida la escayola; no obstante, en cuanto a la resistencia a flexión y dureza superficial, la escayola

presenta valores ligeramente mayores. Por otra parte, la relación agua/yeso necesaria en el caso del sulfato de calcio multifase es menor a la de los otros dos sulfatos cálcicos. Por otra parte, el rango de resistencias mecánicas y densidades del sulfato de calcio multifase artesanal corresponde al establecido en los estudios de Sanz-Arauz, con yesos rojos y blancos, y curados en ambiente de laboratorio y bajo lámina de agua, correspondiendo los valores altos de las propiedades mencionadas, a este último tratamiento [Sanz-Arauz, 2009].

En cuanto al reducido tiempo de fraguado e hidratación del sulfato de calcio multifase, Yang y Qian muestran que se debe a la presencia del semihidrato, que debido a su mayor solubilidad, provee suficientes iones de calcio (Ca^{2+}) y sulfato (SO_4^{2-}) a la solución para ambos sulfatos cálcicos, provocando la rápida sobresaturación y por lo tanto, generando rápidamente los núcleos de cristalización para la formación e hidratación del yeso en 7 días, aportando un efecto de activación a la anhidrita (de acuerdo con la figura 2.8) [Yang y Qian, 2011]. Estos autores desarrollaron mezclas de anhidrita obtenida a 500°C , incorporando semihidrato β en varias proporciones (15%-30%), observando cómo este efecto se incrementa a medida que se aumenta la proporción de semihidrato a la formulación del conglomerante.

Es importante mencionar que los conglomerantes a base de sulfato de calcio, tienen la limitación de que si se utilizan para recubrir elementos o estructuras de hormigón, pueden generar un riesgo de desprendimiento del revestimiento, debido a que la disolución de sulfato cálcico en el cemento puede causar etringita [La Spina et al., 2013]. Esta reacción ocurre debido al contenido de aluminato cálcico del cemento, que reacciona con el sulfato cálcico del yeso, generando cristales muy expansivos localizados principalmente en la interfaz de ambos materiales, pudiendo afectar la adherencia entre ellos; no obstante, este riesgo está asociado a hormigones de relativa porosidad y en presencia de humedad, por lo que el riesgo es mayor durante la aplicación del yeso (estado fresco).

2.4. NUEVOS MATERIALES

2.4.1. AEROGEL DE SÍLICE

El aerogel es un sólido mesoporoso (poros de 2 a 50 nm de diámetro) ultraligero semitransparente, derivado de un gel, en el que la fase líquida ha sido reemplazada por un gas durante la síntesis química, cuya estructura interna está compuesta de una red de partículas esféricas nanométricas (2-5 nm) interconectadas entre sí, generando una red de poro abierto, exhibiendo porosidades típicas de 90 a 99,8%.

Los aerogeles pueden ser fabricados a partir sustancias de diversa naturaleza: sílice, óxidos metálicos, polímeros orgánicos y biológicos, carbono, metales, entre otros. De todos ellos, el aerogel de sílice es el que se caracteriza por tener la menor conductividad térmica, por lo que es el material en el que se centra esta tesis doctoral para la obtención del compuesto mineral aislante térmico.

El aerogel de sílice (Fig. 2.10) fue inventado alrededor del año 1930 por el científico e ingeniero químico americano Samuel Stephens Kistler. A pesar de no ser un material nuevo propiamente dicho, ha sido un material sumamente desconocido para la población en general, tan solo utilizado de forma limitada a nivel científico a partir del año 1980, y en la industria aeroespacial a partir del año 1997, como aislamiento térmico de las naves espaciales de la NASA; sin embargo, la utilización del aerogel para desarrollar sistemas constructivos con aislamiento térmico para la edificación es muy novedosa y limitada tan solo a la última década.

Fig. 2.10. Aerogel monolítico retro iluminado. Fotografía del Instituto de Física de Materiales Aeroespaciales (DLR.de).

En su primera publicación, Kistler exponía el descubrimiento de un procedimiento capaz de reemplazar la fase líquida de un gel por un gas, evitando la contracción o colapso de la estructura sólida. El experimento consistió en colocar el gel en un autoclave, aumentando la temperatura por encima del punto crítico del líquido, y por tanto comportándose como un gas, permitiendo su migración. El sólido obtenido presentó una densidad aparente de 20 kg/m^3 [Kistler, 1931].

Después del éxito en su experimento, Kistler desarrolló geles con otras sustancias, logrando fabricar aerogeles de aluminio, hierro, tungsteno, estaño, níquel, celulosa, nitrocelulosa, gelatina y agar [Kistler, 1932]. Posteriormente, descubrió las extraordinarias propiedades aislantes térmicas del aerogel de sílice [Kistler y Caldwell, 1934].

Teichner et al. descubrieron un nuevo método para la preparación de aerogeles de sílice, aluminio, titanio, zirconio, magnesio y mezclas entre ellos; éste consistió en la hidrolización de un alcoholato, disuelto en alcohol, a temperatura ambiente, evacuado posteriormente en autoclave. El método en cuestión no requiere la purificación del óxido de metal como sus predecesores [Teichner et al., 1976].

Woignier y Phalippou fueron los primeros en lograr medir la densidad real de los aerogeles de sílice (conocida como *skeletal density*) mediante picnómetro de helio, encontrando que esta varía según la concentración de la fuente de sílice (silicato de metilo – TMOS), pH, y el tratamiento térmico densificador [Woignier y Phalippou, 1987].

Esta técnica para medir la densidad real es especialmente relevante, ya que es la utilizada en esta tesis, siendo una de las técnicas más precisas para este tipo de ensayos, ya que funciona con un gas inerte e ideal, no reactivo con la superficie de las partículas sólidas. Esto se debe, según Hersh, a que los átomos de helio son esféricos, con un diámetro de partícula entre 0,2 - 0,23 nm por lo que, de acuerdo con Krevelen, pueden penetrar en poros de tamaño inferior a 0,3 nm, lo que los hace ideales para medir la densidad real del aerogel de sílice [Hersh, 1961; Krevelen, 1961]. Por otra parte, según Franklin, la capacidad de adsorción de los átomos de helio en la superficie de los sólidos es prácticamente nula, debido a que estos no presentan fuerzas de Van der Waals [Franklin, 1949].

Por otro lado, Pekala y Kong fabricaron aerogeles a partir de resorcinol formaldehído, y sus derivados carbonizados. Los aerogeles carbonizados mostraron propiedades mecánicas superiores a los aerogeles sin este tratamiento [Pekala y Kong, 1989].

Tillotson y Hrubesh desarrollaron un método para producir aerogeles de sílice ultraligeros (densidad de $3 - 80 \text{ kg/m}^3$), enfocados en la detección de partículas cargadas de gran cantidad de energía. El método propuesto divide la preparación del sol-gel en dos pasos, permitiendo desarrollar aerogeles de estructura de cadena similar a la de los polímeros, con diámetro de cadena de 2-3 nanómetros y longitud en torno a los 15 nanómetros, mejorando la transmitancia del material en el espectro visible [Tillotson y Hrubesh, 1992]. Estos mismos autores desarrollarían posteriormente el método de dos pasos para la preparación del sol-gel, a partir de óxido de lantánido y sílice [Tillotson et al., 1994].

Smith et al. lograron preparar aerogeles a presión ambiente, controlando la presión capilar y resistencia de la matriz de gel, empleando una serie de modificaciones químicas y de envejecimiento de los poros, provocando contracciones mínimas durante el secado rápido a presión ambiente. La densidad lograda con este proceso es de 150 a 300 kg/m^3 , y un tamaño de poro menor a 100 nanómetros, además de tener la gran ventaja de ser hidrófugos [Smith et al., 1992].

Mayer et al. desarrollaron lo que denominaron “aerocapacitor”, utilizando aerogeles de carbono como electrodos. Este condensador eléctrico de doble capa electroquímica, alta densidad de potencia y energía, permite que la energía almacenada sea liberada muy rápidamente, logrando como resultado, mayores densidades de potencia [Mayer et al., 1993].

Gash et al. perfeccionaron la fabricación del sol-gel de aerogeles de óxidos metálicos utilizando precursores inorgánicos a partir de sales sulfato de cromo (III), logrando desarrollar aerogeles monolíticos microporosos, de forma más directa, versátil y económica [Gash et al., 2001].

Leventis et al. inventaron los aerogeles-X de sílice, caracterizados por tener propiedades mecánicas superiores, con un factor de resistencia mecánica superior a cien, comparado con los aerogeles de sílice desarrollados anteriormente. La invención consistió en lograr la unión de las cadenas de nanopartículas (crosslinking) mediante diisocianato de hexametileno. Este tipo de aerogel monolítico presenta menor higroscopicidad, y su estructura interna no colapsa en contacto con líquidos, como en es el caso de los aerogeles de sílice monolíticos. Gracias a su invención, Leventis recibió la medalla al logro científico excepcional de la NASA, así como el premio Nano 50 Award de 2005 y 2007 [Leventis et al., 2002].

Mohanan et al. desarrollaron semiconductores a partir de aerogeles de calcogenuro [Mohanan et al., 2005]. Por otra parte, Tappan et al. fabricaron aerogeles metálicos ultraligeros monolíticos a partir de hierro, cobalto, cobre y plata [Tappan et al., 2006]. Mientras tanto, Bryning et al. crearon aerogeles a partir de nanotubos de carbono, mediante secado supercrítico y secado mediante congelación, presentando una alta conductividad eléctrica y alta capacidad autoportante (soportando su peso más de ocho mil veces), pudiendo ser aplicados para el desarrollo de sensores, electrodos y dispositivos termoelectricos [Bryning et al., 2007]. Leventis et al. también lograron aerogeles metálicos a partir de hierro [Leventis et al., 2009].

Recientemente Wong et al. fabricaron aerogeles de sílice monolíticos e hidrófugos, logrando elevar la resistencia a compresión de 0,5 a 4,2 MPa, mediante la modificación de la densidad de 50 a 320 kg/m³; no obstante, elevando la conductividad térmica de 0,0135 a 0,0245 W/m·K [Wong et al., 2014]. Por otra parte, Zhao et al. desarrollaron aerogeles a partir de una suspensión acuosa de nanofibras de celulosa, mediante liofilización (secado por congelación), logrando un material a partir de materias primas renovables, presentando una conductividad térmica $\leq 0,02$ W/m·K [Zhao et al., 2015].

2.4.1.1. PROCESO DE FABRICACIÓN

La síntesis química del aerogel se desarrolla principalmente en tres etapas: formación del sol-gel, envejecimiento y secado del solvente [Yu et al., 2010].

Fig. 2.11. Proceso típico de preparación del aerogel mediante los procesos de sol-gel y secado [Yu et al., 2010]. Imagen adaptada por el doctorando.

El proceso de **formación del sol-gel** se realiza a partir de un sol (sistema coloidal de partículas de diámetro entre 1-1000 nanómetros dispersas en un líquido), mediante hidrólisis y condensación de alcoholatos basados en compuestos metálicos o semimetálicos, en los que el líquido consiste principalmente en agua y/o alcohol. En el caso de los aerogeles de sílice se utiliza un alcoholato de silicio.

Según, Yu et al. el proceso de hidrólisis consiste en la sustitución de moléculas de H_2O por grupos $-OH$, con pérdida de protones y reacciones de condensación gradual, hasta conseguir una red continua tridimensional en la que los poros se encuentran rellenos de las moléculas del solvente. El precursor utilizado comúnmente para aerogeles de sílice es el ortosilicato de tetraetilo (TEOS), en presencia de agua y catalizadores, formando una red tridimensional de enlaces de siloxanos ($Si-O-Si$) [Yu et al., 2010].

Durante el **envejecimiento** del gel (*aging*), esta red aumenta su interconexión, formando los llamados aquageles, hidrogeles o alcogeles.

El proceso de **secado del solvente** es la parte de mayor importancia que define el producto final. Cuando la fase líquida se reemplaza por aire sin alterar considerablemente la estructura de la red sólida, se obtiene el aerogel (o cryogel, si el secado se obtiene mediante liofilización), mientras que cuando el secado va acompañado de una gran retracción y destrucción de la red sólida (comportamiento típico a partir del secado convencional por el aumento de temperatura o disminución de la presión), el producto es conocido como xerogel.

La fabricación del aerogel requiere un secado eficiente y muy complejo, en el que están relacionadas la tensión superficial, capilaridad y difusividad del solvente y su interacción con la red sólida, definida por el tamaño, forma y material de sus poros.

Según Yu et al., cuando la fase líquida se evapora, la tensión superficial mantiene las moléculas del líquido juntas, generando una adhesión del líquido en las superficies de los poros; mientras que cuando existen diferentes tamaños de poro, los de mayor volumen retienen moléculas del solvente con mayor dificultad que los de menor volumen, debido al menor potencial capilar en igualdad de condiciones de presión. A medida que el líquido abandona la estructura sólida porosa, el potencial capilar y el estrés generado en las superficies de los poros cambia, por lo que los poros de menor tamaño se vuelven más frágiles, ocasionando daño estructural; esto se debe, según el autor, a que el potencial capilar está inversamente relacionado con el radio del poro (Fig. 2.12) [Yu et al., 2010].

Fig. 2.12. Evaporación del solvente en poros de distinto tamaño, ocasionando daño estructural [Yu et al., 2010]. Imagen traducida por el doctorando.

Yu et al. también señalan que el secado dinámico afecta el grado de retracción. Una evaporación más rápida del solvente en la superficie interior de los poros, ocasionará un mayor gradiente de presión, generando la rotura de la estructura sólida muy fácilmente. Por lo tanto, la retracción del gel durante la evaporación es causada por las fuerzas capilares que actúan en la superficie sólida porosa; no obstante el autor añade que durante este proceso, ocurren también cambios a nivel molecular, como en el caso del aerogel de sílice, en el que las superficies de los poros son cubiertas por grupos $-OH$, después de la síntesis química, por lo que la proximidad de los grupos $Si-OH$ puede ocasionar una interacción formando puentes de siloxanos durante el secado, rigidizando la red porosa y reduciendo el tamaño de los poros. Cuando el estrés generado en la red sólida es mayor al que esta puede soportar, la estructura colapsa generando una importante retracción del material [Yu et al., 2010].

Existen principalmente tres técnicas de secado que permiten la formación del aerogel: el secado supercrítico, el secado por congelación (lío-filización) y el secado a presión ambiente mediante la modificación de la superficie del gel, previa al secado.

El *secado supercrítico* es un método muy eficiente para la producción de aerogel, existiendo dos variantes: secado supercrítico a alta temperatura (HTSCD) y secado supercrítico a baja temperatura (LTSCD).

La técnica HTSCD fue la utilizada originalmente por Kistler en los años 30s cuando descubrió el aerogel, y debido a su eficiencia, se sigue utilizando actualmente (Fig. 2.13). Según Yu et al., el principio de secado consiste en elevar la temperatura y presión, mediante un autoclave, hasta el punto crítico en el que la densidad del solvente en estado líquido iguala a la de su estado gaseoso; en estas condiciones de secado, no existe una interfaz entre el líquido y el gas, permitiendo el secado homogéneo del solvente, evitando cambios de presión y estrés significativos en la red sólida. Posteriormente, se ventila la cámara del autoclave lentamente, manteniendo la temperatura constante hasta conseguir presión ambiental. Finalmente, se disminuye la temperatura hasta las condiciones de laboratorio, consiguiendo así un aerogel monolítico [Yu et al., 2010].

Fig. 2.13. Proceso de fabricación del Aerogel monolítico. Imagen adaptada de Aerogel.org.

Es importante señalar que el estado supercrítico de la mayoría de los alcoholes y acetonas se encuentran en temperaturas alrededor de los 250°C y presión entre 5 y 8 MPa, lo que puede ocasionar reacciones químicas indeseadas, generando cambios en la red sólida, provocando retracción [Yu et al., 2010]. Debido a este efecto, otros autores han estudiado el efecto del pH en la formulación del aerogel de sílice, logrando aerogeles de 3 kg/m³ de densidad [Kocon et al., 1998]. Por otra parte, Poco et al. y Scherer et al., señalan que una

mayor rapidez en el proceso de secado supercrítico puede también minimizar las reacciones químicas relacionadas con los cambios de temperatura y presión [Poco et al., 1996; Scherer et al., 2002].

La técnica de secado supercrítico a baja temperatura (LTSCD), también en autoclave, incluye el empleo de dióxido de carbono para la extracción del solvente ([Sui et al., 2004; Tang y Wang, 2005]), con la ventaja de que el proceso ocurre a 40°C y 100 bar de presión, coincidiendo con el punto crítico del dióxido de carbono, que es bombeado a la cámara del autoclave, llevando a cabo posteriormente el intercambio del solvente por presión, para finalmente ventilar la cámara; no obstante, es necesario repetir este proceso varias veces hasta lograr secar completamente la estructura sólida y obtener el aerogel monolítico [Yu et al., 2010].

Por otra parte, el método por *liofilización*, consiste en congelar rápidamente el solvente líquido para luego conseguir su sublimación a presión reducida, produciendo los llamados cryogeles; no obstante, este método requiere que la red porosa haya sido reforzada durante el proceso de envejecimiento, y que el solvente tenga una temperatura de sublimación baja. Este método ha sido utilizado con éxito por otros autores para la preparación de aerogeles (cryogeles) de carbono y dióxido de titanio [Babić et al., 2004; Mukai et al., 2004; Xu y Yang, 2003; Yamamoto et al., 2002].

El método por *secado a presión ambiente (APD)* es el método más económico para la producción a gran escala de aerogeles, lo que ha generado gran atención por parte de la industria. Para ello se lleva a cabo la modificación de la superficie de la red porosa, previo al secado, aportándole mayor resistencia a la red sólida. Según Soleimani Dorcheh y Abbasi, es necesario medir el ángulo de contacto del solvente y la superficie de los poros para poder determinar el tipo de modificación química necesaria para minimizar la tensión capilar durante el secado [Soleimani Dorcheh y Abbasi, 2008]. Para ello se utiliza un agente de sililación (trimetilclorosilano – CTMS, hexametildisilazano – HMDS, entre otros), que modifica los grupos de silanol, generando grupos hidrófugos en la superficie de los poros (Si-O-R) (Fig. 2.14).

Fig. 2.14. Proceso de sililación del aerogel [Yu et al., 2010]. Imagen traducida por el doctorando.

Este método provoca la retracción del material; no obstante, según Lee et al., mediante sililación, el material es capaz de recuperar su estado original, por medio del efecto de recuperación elástica (*spring back*, Fig. 2.15) [Lee et al., 2002]. Por otra parte, Schwertfeger publicó un método económico utilizando una solución de silicato de sodio (*waterglass* o vidrio soluble), utilizando una mezcla de HMDS y CTMS como agente de sililación y secado a presión ambiental. No obstante, con esta técnica de secado solo es posible obtener aerogel granulado y rara vez monolitos de dimensiones reducidas [Schwertfeger et al., 1998].

Fig. 2.15. Proceso de recuperación elástica [Schwertfeger et al., 1998]. Imagen traducida por el doctorando.

Este método de fabricación y secado es el utilizado por el fabricante Cabot Corp. para la producción de los gránulos de aerogel utilizados en esta tesis (Figura 2.16 y 2.17).

Fig. 2.16. Proceso de fabricación del Aerogel granulado. Fotografía traducida por el doctorando a partir de Cabot.org.

Fig. 2.17. Aerogel granulado. Fotografía obtenida de Cabot.org

2.4.1.2. PROPIEDADES DEL AEROGEL DE SÍLICE Y APLICACIONES EN LA EDIFICACIÓN

El aerogel de sílice es un sólido con una estructura porosa, en la que el aire puede llegar a ocupar el 99% del volumen. La fase sólida está constituida por partículas de sílice de entre 2-5 nanómetros, mientras que el diámetro medio de los poros de los aerogeles actuales suele rondar los veinte nanómetros (Fig. 2.18).

Fig. 2.18. Microestructura del aerogel de sílice [Yun et al., 2014]. Micrografías: a) obtenida por MEB, b) obtenida por MET.

La densidad del aerogel de sílice puede ser de 1,9 a 650 kg/m³, según el método de fabricación, y dependiendo de ella será la conductividad térmica resultante del material (Fig. 2.19); sin embargo, como se ha descrito anteriormente en la sección sobre la conductividad térmica, el tamaño del poro, mediante el efecto Knudsen, influirá de forma muy importante en esta propiedad.

Fig. 2.19. Aporte de conducción de calor del sólido y gas y radiación de ambos en la conductividad del aerogel con respecto a la densidad aparente del material [Yu et al., 2010]. Imagen adaptada y traducida por el doctorando.

Como se puede observar en la figura anterior, la conductividad térmica del aerogel de sílice está relacionada con la densidad aparente, no obstante, esta relación no es lineal. Como se ha descrito anteriormente en la sección sobre la conductividad térmica, habrá una contribución a esta propiedad por parte de la fase gaseosa, la fase sólida y la radiación de ambas fases. En la figura anterior se puede observar que, para aerogeles de sílice, el aumento de la densidad incrementa la contribución de la fase sólida, sin embargo, disminuye la contribución de la fase gaseosa y la radiación de ambas fases. La conductividad térmica del aerogel de sílice se encuentra típicamente entre 0,013 – 0,03 W/m·K, no obstante, como se observa en la figura anterior (línea azul discontinua), la densidad aparente óptima para conseguir el máximo aislamiento térmico se encuentra alrededor de 155 kg/m³.

El aerogel granulado utilizado en esta tesis, tiene una densidad aparente de ~155 kg/m³, cuyo volumen está constituido aproximadamente por un 90% de aire, con tamaño medio de sus poros en torno a los 20 nm, por lo que su conductividad térmica es la menor que un aerogel a presión y temperatura ambiente puede conseguir (0,013 W/m·K). Por otra parte el calibre de los gránulos está entre 10 micras, hasta 1,2 mm, con una superficie específica de 600 – 800 m²/g, presentando además una alta hidrofobicidad (ángulo de contacto >160°). Su comportamiento a las altas temperaturas es igualmente excelente, ya que es un material incombustible, por lo que no genera humo, aunque pierde sus propiedades hidrófugas en torno a los 395°C [Liu et al., 2009].

Además de sus excelentes propiedades de aislamiento térmico, los aerogeles de sílice son también considerados excelentes *aislantes acústicos*, ya que debido a su alta porosidad y morfología de su red porosa, la energía acústica transferida en su interior se pierde

parcialmente, reduciendo la velocidad y amplitud de la onda acústica hasta los 100 m/s [Yu et al., 2010].

Por otra parte, en cuanto a las **propiedades ópticas** de los aerogeles de sílice, estos pueden ser entre transparentes y translúcidos, dependiendo de su estructura interna. Según Yu et al., la red porosa de los aerogeles de sílice de microestructura ordenada tiene unidades estructurales menores que la longitud de onda del espectro de luz visible, por lo que deberían ser transparentes; no obstante, según Tajiri y Igarashi y De Leo et al., debido a la naturaleza amorfa de parte de esta estructura, la luz visible se dispersa, generando el efecto conocido como dispersión Rayleigh (*Rayleigh scattering*), reduciendo su transparencia y por tanto generando un material translúcido [De Leo et al., 2001; Tajiri y Igarashi, 1998; Yu et al., 2010].

La **aplicación** del aerogel ha estado relacionada siempre con la industria aeroespacial. El aerogel de sílice ha sido utilizado por la NASA para el aislamiento térmico de sus naves espaciales: Sojourner en 1997 y Mars Rovers en 2004; no obstante, el organismo espacial también ha utilizado grandes monolitos de aerogel para atrapar y recuperar polvo cósmico y partículas del espacio exterior (Stardust 1999 a 2006) [Koebel et al., 2012].

Otras aplicaciones del aerogel de sílice granulado, de tipo medioambiental, están relacionadas con su carácter altamente hidrófugo, y por lo tanto lipofílico, así como su alta porosidad, siendo utilizados para la limpieza de aguas contaminadas por aceite o petróleo [Wang et al., 2012; Wang et al., 2010].

En cuanto a su **aplicación en edificación**, la de mayor frecuencia es la relacionada con elementos de ventana. De acuerdo con Koebel et al., esta forma de aplicación fue iniciada originalmente por Airglass A.B. en Suecia, en la década de los 80, llevando a cabo investigación para desarrollar aerogeles de sílice transparentes que pudieran ser utilizados para fabricar ventanas con elevado aislamiento térmico. Gracias a la financiación de la Comisión Europea, la empresa Airglass A.B., bajo el proyecto HILIT, logró producir aerogeles monolíticos con un índice de transparencia del 90%, y una conductividad térmica de 0,017 W/m·K [Koebel et al., 2012]. Ya en el año 2001, la empresa DTU (Dinamarca) desarrolló la ventana HILIT (Fig. 2.20), aplicando vacío en la cámara donde se encuentra el aerogel, logrando una conductividad térmica de 0,011 W/m·K, y un índice de transparencia del 75%, para el elemento de ventana final [Schultz et al., 2005].

Fig. 2.20. Ventana HILIT (2001), DTU (Dinamarca). Valor U: $0,74 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ (1,5 cm) [Koebel et al., 2012].

Posteriormente, otras empresas han desarrollado ventanas translúcidas más económicas, a partir de aerogel de sílice granulado, fabricado en todos los casos por la primera y mayor empresa de fabricación a nivel mundial de este tipo de aerogeles (Cabot.org).

La empresa suiza Scobalit, fue pionera en fabricar paneles translúcidos para elementos de ventana o techo, mediante su producto Scobatherm, que consiste en paneles de fibra de vidrio reforzados con resina de poliéster, rellenos en su interior con aerogel de sílice granulado, consiguiendo una U de $0,48 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ en 5 cm (conductividad térmica de $0,026 \text{ W/m}\cdot\text{K}$). Uno de los primeros usos de estos paneles en edificación se puede encontrar en la escuela “Buchwiesen”, en Zúrich, Suiza, en la techumbre instalada en el año 2003, diseñada por los arquitectos Amsler [Koebel et al., 2012].

Otra empresa, la americana Kalwall, desarrolló en el año 2002, un sistema similar, formando un sistema estructural de fachada. La figura 2.21, muestra el sistema estructural Kalwall, con propiedades de aislamiento térmico, capaz de obtener una transmitancia de $0,30 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ en 7 centímetros, el equivalente a una conductividad térmica de $0,022 \text{ W/m}\cdot\text{K}$.

Fig. 2.21. Sistema estructural Kalwall (2002): Kalwall (EUA). U : $0,30 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ (7 cm). Imagen de Kalwall.com.

La alta eficiencia en cuanto al aislamiento térmico de estos productos han generado que otras empresas hayan desarrollado sistemas similares a nivel mundial. La empresa Pilkington, de Reino Unido, sacó al mercado en el año 2004, otro sistema estructural de fachada, a partir de elementos monolíticos de vidrio templado rellenos de aerogel del sílice granulado (Fig. 2.22). Este sistema de fachada es capaz de obtener una transmitancia de $0,97 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ en 3,7 centímetros (conductividad térmica de $0,045 \text{ W/m}\cdot\text{K}$).

Fig. 2.22. Sistema estructural de fachada Profilit (2004): Pilkington (Reino Unido). Transmitancia: $0,97 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ (2,5 cm).

Por otra parte, la empresa alemana Okalux, también desarrolló un sistema de ventana a base de doble vidrio templado, con cámara rellena de aerogel. Esta ventana, comercializada en el mercado europeo desde el año 2009 bajo el nombre de Okagel, aporta una transmitancia de $0,3 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ en 6 centímetros (equivalente a una conductividad térmica de $0,019 \text{ W/m}\cdot\text{K}$).

Recientemente, en el año 2013, en el Departamento de Construcción y Tecnologías Arquitectónicas de la Escuela de Arquitectura de la UPM, Madrid, se leyó una tesis doctoral en la que se exponía el desarrollo de un panel aislante térmico translúcido de forma libre, capaz de conseguir una transmitancia de $0,5 \text{ W/m}^2\cdot\text{K}$ en 2,5 cm (conductividad térmica de $0,014 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) [Alonso, 2013].

Existe también en el mercado una manta a base de fibras y aerogel, comercializada bajo el nombre Spaceloft, por la empresa americana Aspen Aerogels, y otra similar de la empresa germano-estadounidense Cabor-Corp, la ThermalWrap; sin embargo, la primera es

más aislante, aportando una conductividad térmica de $0,014 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, frente a los $0,023 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ de su competidor.

La manta Spaceloft ha sido utilizada recientemente por la empresa suiza Röfix (grupo Fixit, 2008), para desarrollar un sistema de aislamiento térmico por el exterior, el SATE AeroCalce (Fig. 2.23), enfocado a la rehabilitación de edificios.

Fig. 2.23. Izquierda: Manta Spaceloft, de Aspen Aerogels. Derecha: SATE Aerocalce, de Röfix.

El aerogel granulado ha sido utilizado como relleno de cámaras de aire en rehabilitación de edificios (Suiza, año 2009) [Koebel et al., 2012], así como para la formulación de morteros aislantes; estos últimos muy recientemente. Uno de los primeros, del año 2012, fue desarrollado por el Instituto Suizo Federal para la Ciencia de Materiales (EMPA) [Stahl et al., 2012], en conjunto con el grupo empresarial suizo Fixit. El mortero para revestimientos y enlucidos (Fig. 2.24), contiene, según sus desarrolladores, un 80% de aerogel en volumen, y está formulado con conglomerantes a base de cal y un 5% de cemento blanco. Se aplica proyectado, mediante maquinaria industrial convencional para este fin, aportando una conductividad térmica de $0,028 \text{ W/m}\cdot\text{K}$. La empresa señala que su revestimiento puede instalarse en capas de entre 6 y 8 centímetros, pudiendo alcanzar hasta los 15 centímetros en total.

Fig. 2.24. Revestimiento Fixit 222 Aerogel (2012), del grupo empresarial suizo Fixit group.

Recientemente, la empresa francesa Parexlanko [Ibrahim et al., 2014b], desarrolló un mortero similar, pero basado en xerogel y cemento, consiguiendo una conductividad térmica similar a la del producto de Fixit $0,027 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una resistencia a compresión $<0,08 \text{ N/mm}^2$, (la resistencia del producto de Fixit no la aporta el fabricante, aunque en la publicación científica señalan que son bastante débiles, requiriendo refuerzo mecánico).

2.4.2. SURFACTANTES

Debido al carácter altamente hidrófugo de las partículas de aerogel de sílice utilizadas para la formulación del mortero aislante térmico propuesto en los objetivos de esta tesis, es necesario incluir un aditivo capaz de compatibilizar dicha repulsión con el yeso amasado en agua. Este aditivo deberá estar compuesto principalmente por un surfactante.

El término surfactante proviene del anglicismo *surfactant*, que abrevia **surface active agent** (agente activo de superficie) [Rosen y Kunjappu, 2012], y se refiere a compuestos moleculares anfifílicos (Fig. 2.25), del griego *anfi* (doble) y *filos* (afinidad o atracción), es decir, que contienen en su estructura molecular un grupo hidrófilo, o afín al agua, y un grupo hidrófobo, repelente al agua (generalmente afín a lípidos, aunque existen excepciones). El grupo hidrófilo o polar, suele ser voluminoso y compacto, por lo que se le denomina grupo de cabeza, mientras que la parte hidrófoba o apolar (o de polaridad débil), suele ser alargada, formada típicamente por una cadena carbonatada denominada grupo de cola. No obstante, la estructura de los surfactantes puede contener varios grupos hidrófilos e hidrófobos [Kosswig, 1994].

Fig. 2.25. Estructura molecular del sulfonato de alquilbenceno. Imagen basada en la de Kosswig [Kosswig, 1994].

Los surfactantes se clasifican según la carga eléctrica del grupo de cabeza: aniónicos, catiónicos, no iónicos, anfotéricos y cataniónicos [Rodríguez, 2009]. Según Griffin, los surfactantes no iónicos se pueden clasificar dependiendo del balance que existe entre el grupo hidrófilo y el lipofílico, denominado HLB (*Hydrophilic-Lipophilic Balance*), a partir del cálculo de la masa molecular de cada grupo, pudiendo predominar un grupo u otro, aportándole el carácter final, ya sea de mayor hidrofiliadad (valores HLB altos, entre 10 y 18) o mayor lipofiliadad (valores HLB bajos, de 1-9) [Griffin, 1946, 1955]. Davies sugirió posteriormente

un método para calcular el HLB, tomando en cuenta la fuerza o debilidad del grupo hidrófilo [Davies, 1957].

Los surfactantes son comúnmente conocidos como tensoactivos, ya que tienen habitualmente la capacidad de modificar la tensión superficial de las moléculas de los líquidos a los que se les pone en contacto; sin embargo, no todos los compuestos anfifílicos tienen esta capacidad; no obstante, todas las moléculas tensoactivas son anfifílicas [Kosswig, 1994].

Cuando se añade una molécula anfifílica al agua, el grupo hidrófobo de la misma será repelido hacia la superficie [Eastoe y Dalton, 2000]; no obstante, cuando se añade en una concentración específica (conocida como concentración crítica micelar - CMC), que depende de la naturaleza de cada compuesto molecular, las moléculas se agrupan formando micelas, minimizando las fuerzas repulsivas entre las moléculas del surfactante y el solvente, mediante la orientación del grupo apolar al interior de la micela, en el caso del agua, o en sentido contrario si el solvente es una fase grasa (Fig. 2.26). Este proceso tiene un equilibrio dinámico, por lo que los monómeros en la disolución se intercambian constantemente con las moléculas que se encuentran en las micelas [Rodríguez, 2009].

Cuando el solvente se encuentre constituido por solo una fase (acuosa o grasa), los grupos de moléculas del surfactante podrán estabilizar burbujas de aire en su interior, mientras que cuando el solvente esté formado por una fase polar y otra apolar, estos grupos podrán contener una de ellas, dejando la otra al exterior de los mismos, pudiendo estabilizar mezclas que típicamente serían inmiscibles entre sí (Fig. 2.26) [Cui et al., 2010; Eastoe y Dalton, 2000; Schulman y Cockbain, 1940].

Fig. 2.26. Organización de las moléculas del surfactante en una solución acuosa, así como un lípido y una burbuja de aire estabilizados en la solución. Imagen del doctorando a partir de lo publicado por varios autores [Cui et al., 2010; Eastoe y Dalton, 2000; Schulman y Cockbain, 1940].

De acuerdo con Rodríguez, los surfactantes con propiedades tensoactivas, potencian la humectación y adherencia de la fase acuosa sobre la superficie de un sólido de distinta polaridad mediante la modificación de la tensión superficial, por lo que también son utilizados para solubilizar o estabilizar componentes insolubles en agua, introduciéndolos en el interior de las micelas [Rodríguez, 2009].

Copolímero de óxidos de etileno/propileno

El surfactante utilizado en esta tesis es de la clase general de copolímeros conocidos como poloxámeros. Este compuesto consiste en un copolímero de óxido de etileno/óxido de propileno, un surfactante no iónico sintético formado a partir de dos bloques de poli (óxido de etileno) (PEO) en los extremos de la molécula y un bloque central de poli (óxido de propileno) (PPO), (PEO-PPO-PEO) representado por la siguiente fórmula química.

Fig. 2.27. Fórmula química del copolímero de óxido de etileno/propileno. Bloque (a): PEO; Bloque (b): PPO.
Imagen del doctorando a partir de lo publicado por Patel [Patel et al., 2009]

Según Patel, todos los poloxameros tienen una estructura química similar, pero con distinto peso molecular y composición de sus bloques PEO y PPO. Los bloques PEO se caracterizan por ser los grupos hidrófilos, mientras que el bloque PPO, el grupo hidrófugo. El HLB final dependerá de la proporción del peso molecular entre ambos grupos, existiendo poloxameros prácticamente para cualquier HLB, y con pesos moleculares totales bajos, intermedios y altos [Patel et al., 2009].

2.4.2.1. APLICACIONES EN MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN

El uso más generalizado de los surfactantes podemos encontrarlo en la fabricación de detergentes, siendo su componente principal, ya que al modificar la tensión interfacial del sustrato y la suciedad, son capaces de movilizar las partículas no deseadas fuera del sustrato [Drachev et al., 1994; Prieto et al., 1996; Verma y Kumar, 1998]. Por otro lado, dependiendo del HLB del surfactante utilizado, facilitan la formación de espuma [Hédreul y Frens, 2001].

En materiales de construcción, los tipos de surfactantes utilizados comúnmente en la industria del cemento, son los llamados dispersantes, fluidificantes o superfluidificantes. Este tipo de compuestos se utilizan principalmente para mejorar la trabajabilidad de cementos y hormigones, mediante la reducción de las fuerzas de atracción entre las partículas del conglomerante, evitando su aglomeración [Flatt y Schober, 2012; Palacios et al., 2012; Palacios et al., 2009]. Este efecto ocurre a partir de la adsorción de las moléculas del dispersante en la superficie de las partículas del cemento, generando repulsión esteárica, posiblemente complementada por una contribución electrostática [Flatt et al., 2000]. La eficiencia del sistema dependerá de la efectividad con la que las moléculas del superfluidificante logren ser adsorbidas en la superficie del conglomerante, que estará relacionada con la estructura molecular del polímero [Flatt, 1999].

Los dispersantes también han sido utilizados para la fabricación de yeso con fibras para mejorar las propiedades mecánicas del compuesto, mediante la cohesión entre el sulfato cálcico y el material de refuerzo [García-Santos, 1988].

Otra aplicación de los surfactantes en los materiales de construcción la encontramos en los agente aireantes (*air-entraining agents*), para la formulación de hormigones y yesos de alta porosidad.

Yang et al. estudiaron el sistema de generación de burbujas, así como su estabilidad en hormigones, analizando las propiedades del hormigón en estado fresco y endurecido, a partir de un surfactante basado en saponina triterpenoide [Yang et al., 2000].

Ouyang et al. desarrollaron morteros ligeros a partir de la introducción de aire mediante la utilización de una combinación al 50% en peso de dos surfactantes sintéticos: dodecil sulfato de sodio y éter de nonilfenol polietilenglicol, estudiando la fluidez de las mezclas, los procesos de hidratación, así como la distribución de los poros en el mortero endurecido [Ouyang et al., 2008].

Mydin y Wang formularon hormigones ligeros con densidades de 650 a 1000 kg/m³, a diferentes temperaturas hasta los 90°C, utilizando Noraite PA-1, un surfactante obtenido a partir de fuentes naturales [Mydin y Wang, 2012].

Wei et al. llevaron a cabo un estudio experimental, complementado con simulación por ordenador, acerca de las propiedades aislantes de hormigones y morteros de densidades entre 300 y 1700 kg/m³, introduciendo burbujas de diámetro entre 0,1-1 milímetros, a partir de una disolución acuosa con una concentración del 5% (típica de la industria según los autores) de un surfactante comercial basado en proteínas, generando las burbujas con un compresor de aire [Wei et al., 2013].

Du y Folliard estudiaron la mejora de la durabilidad de cementos y hormigones porosos a ciclos de hielo y deshielo mediante la introducción de burbujas de aire, a partir de surfactantes a base de oleato de sodio y lauril sulfato de sodio [Du y Folliard, 2005].

Çolak desarrolló un yeso de baja densidad a partir de surfactantes de lauril sulfato de sodio y etoxilato de nonilfenol y retardantes como el ácido cítrico, estudiando diferentes métodos para la formación de burbujas [Çolak, 2000].

La bibliografía acerca de la formulación de pastas con aerogel de sílice a partir de conglomerantes minerales es muy escasa. Kim et al. estudiaron un pretratamiento de las partículas de aerogel mediante metanol, para posteriormente desarrollar pastas de cemento aislantes, consiguiendo disminuir la conductividad térmica hasta un 75%, comparado con el cemento referencia, sin adiciones [Kim et al., 2013].

El resto de la información bibliográfica se encuentra principalmente en patentes, pudiendo destacar las de Menashi, Bauer y Doshi [Bauer y Doshi, 2010; Doshi et al., 2011; Menashi et al., 2008]. En ellas los inventores señalan la importancia de utilizar un surfactante para la formulación de compuestos de aerogel de sílice hidrófugo con conglomerantes minerales, describiendo que las partículas hidrófugas de aerogeles pueden hidrofilizarse parcialmente mediante el uso de surfactantes, siendo capaces de formar una película en la superficie de los gránulos, actuando como interfaz (Fig. 2.28).

Fig. 2.28. Representación esquemática de la compatibilización del aerogel hidrófugo con agua.
Imagen del doctorando a partir de la publicada por Menashi et al. [Menashi et al., 2008].

No obstante, los inventores apuntan que el surfactante utilizado generará la introducción parcial de agua al interior de las partículas, que dependerá de la cantidad de aditivo añadido. El surfactante utilizado es un copolímero de óxidos de etileno/propileno, del cual se basa principalmente esta tesis, no obstante, con ciertas diferencias en la proporción de sus grupos hidrófilos e hidrófugos, en parte debido a que el aditivo específico utilizado en la patente solo es distribuido en el continente americano.

2.5. ESTADO DE LA TÉCNICA DE LOS COMPUESTOS MINERALES CON AEROGEL DE SÍLICE EN EL MERCADO EUROPEO

En el mercado europeo podemos encontrar gran cantidad de morteros aislantes; de todos ellos, existen únicamente dos morteros que incorporan *aerogel de sílice granulado* en su composición: el *Fixit 222 Aerogel* (el primero en salir al mercado) y el *Hagatherm Aerogel*, muy similar al anterior; ambos del mercado suizo.

El *Fixit 222 Aerogel*, comercializado por la empresa Fixit (también en Austria y Alemania), es el más aislante de todo el mercado europeo. Consiste en un mortero de cal hidráulica y un 5% de cemento blanco, aerogel de sílice granulado hidrófugo, aditivos y fibras de refuerzo mecánico; no obstante, el fabricante no aporta datos sobre sus resistencias mecánicas, aunque señala que puede aplicarse en un espesor de hasta 150 mm, a partir de dos capas de 75 mm.

Por su parte, el *Hagatherm Aerogel*, de la empresa Haga, también basado en cal hidráulica y aditivos, (y sin propiedades mecánicas declaradas), puede aplicarse en un espesor de 120 mm, a partir de dos capas de 60 mm según el fabricante.

El resto de los morteros aislantes térmicos del mercado utilizan conglomerantes hidráulicos, principalmente cal hidráulica y cemento y contienen diferentes tipos de agregados aislantes, como puede ser perlita, piedra pómez, corcho, arcillas, diatomeas, vidrio expandido, EPS, entre otros, pudiendo ser instalados la mayoría de ellos, en un espesor total de entre 40 a 120 mm, en dos o tres aplicaciones.

Es importante señalar que los fabricantes no siempre aportan las propiedades mecánicas, a excepción de la resistencia a compresión, no obstante, siempre aportan los datos de conductividad térmica.

A continuación se presenta una gráfica comparativa (Fig. 2.29) de la conductividad térmica de los morteros aislantes del mercado europeo consultados, clasificados por países.

Fig. 2.29. Conductividad térmica (*milivatios/m·K*) de los morteros aislantes del mercado europeo. Imagen del doctorando.

La figura anterior muestra en naranja, los morteros aislantes térmicos fabricados y/o distribuidos en España, mientras que en marrón se muestran los que se comercializan tanto en España, como en otros países de la Unión Europea. Se puede observar que los más aislantes del mercado son los formulados con aerogel de sílice granulado (en azul), que son fabricados y comercializados en Suiza, aunque el grupo empresarial *Fixit* ya los distribuye e instala en Alemania y Austria.

A continuación se presenta una tabla resumen de las propiedades de los morteros aislantes del mercado europeo presentados anteriormente, agrupados a partir de sus materias primas.

Tabla 2.8

Propiedades de algunos de los morteros aislantes térmicos del mercado europeo por materias primas

Material compuesto	C. Térmica λ (W/m·K)	Densidad ρ (kg/m ³)	R. Compresión N/mm ²	C. Abs. Agua (kg/(m ² · min ^{0.5}))	Difusividad al v. de agua (μ)
Cal hidráulica / agregados ligeros	0,152	600	1,5	0,4	15
Cal hidráulica / EPS	0,042 - 0,05	150 - 200	0,35 - 0,5	0,2 - 0,4	5
Cal hidráulica / perlita + vermic. + esferas de vidrio	0,065 - 0,068	376 - 455	0,7 - 4,3	0,15 - 0,2	7,5 - 8,5
Cal hidráulica / piedra pómez + perlita + aireantes	0,065	350	4	< 0,4	4,2
Cal hidráulica + arcilla / corcho + diatomeas	0,045 - 0,08	360 - 460	2,7 - 3,1	0,35	4
Conglomerantes hidráulicos / perlita	0,15 - 0,21	370 - 600	3 - 5,2	0,28	9,6 - 15
Conglomerantes hidráulicos / vidrio celular	0,086 - 0,087	410 - 700	1,5 - 3,2	> 0,4	10 - 15
Conglomerantes hidráulicos / EPS	0,043 - 0,176	110 - 815	0,53 - 4	0,2 - 1,37	4,5 - 12
Conglomerantes hidráulicos / agregados ligeros	0,06 - 0,18	420 - 700	0,05 - 5	0,4	-
Conglomerantes hidráulicos de silicatos / ag. ligeros	0,09	600	1,5	0,4	8
Conglomerantes hidráulicos / aerogel de sílice	0,028 - 0,029	220	-	0,4	4 - 6
Cemento / agregados ligeros	0,05	700	1,2	-	5 - 15
Cemento / vidrio celular	0,086	410	2,6	-	10
Cemento / EPS	0,062 - 0,074	250 - 300	0,83 - 1,48	-	10 - 12

En términos generales, las propiedades aislantes de los morteros que contienen aerogel de sílice son superiores al resto, mientras que la densidad es de las menores, tan solo superados por los formulados con alto contenido de poliestireno expandido. No obstante, no es posible comparar las resistencias mecánicas de los morteros de aerogel, debido a que los fabricantes no aportan datos sobre estas propiedades.

El comportamiento al agua de los morteros con aerogel cumple con la normativa de revestimientos exteriores a base de conglomerantes de cal o cemento (UNE EN-998), con un valor de 0,4 kg/(m² · min^{0.5}), mientras que el coeficiente de difusividad al vapor de agua es de los menores, lo que significa una baja resistencia al paso del vapor a través del material, siendo una propiedad típica del aerogel de sílice granulado utilizado en esta tesis. Esta propiedad es beneficiosa cuando se utiliza como aislamiento por el exterior, ya que permite “respirar” al edificio; no obstante, utilizada por el interior puede generar riesgo de condensaciones intersticiales, siendo necesario utilizar una barrera de vapor por la cara interna del material.

2.5.1. PATENTES DE MORTEROS MINERALES CON AEROGEL DE SÍLICE

En cuanto al estudio de patentes, se expondrán únicamente las relacionadas con morteros minerales que contengan aerogel, destacando las siguientes:

Mielke y von Dungen de la empresa *BASF*, formularon un material compuesto de una densidad aparente comprendida entre 100 y 400 kg/m³, a partir de partículas de aerogel de sílice, de diámetro entre 1 μ m – 8 mm, y un conglomerante orgánico o inorgánico que contenga filosilicatos o arcillas minerales y cuya mezcla sea vaciada en un molde [Mielke y von Dungen, 1997].

Frank et al. de la empresa *Hoesch*, patentaron un material compuesto de aerogel de sílice granulado, con una composición de aerogel en volumen entre un 10-95% y al menos un conglomerante inorgánico (semihidrato alfa, microcemento o arcillas), así como el proceso para su preparación y su utilización [Frank et al., 2000].

Bauer y Doshi patentaron a título propio, composiciones de aerogel de sílice, así como métodos para su obtención y utilización, combinando aerogel de sílice granulado hidrófugo, un surfactante, conglomerantes minerales y otros ingredientes como aditivos o fibras, pudiendo ser utilizados para revestimientos o materiales rígidos autoportantes [Bauer y Doshi, 2010].

Kirkegaard patentó a título propio, un material multicapa que consiste en un núcleo de hormigón, pudiendo ser aislante (con adiciones de EPS, poliuretano, polipropileno espumado, entre otros) o de alta resistencia, recubierto de una cinta de aerogel mesoporoso [Kirkegaard, 2011].

Achard et al. de la empresa *Parexlanko*, patentaron un material compuesto mineral para revestimientos aislantes a base de conglomerantes hidráulicos (cemento), partículas de xerogel de sílice hidrófugo y aditivos, siendo aplicado a edificios mediante spray [Achard et al., 2011].

Pasquero y Da Silva de la empresa *Saint-Gobain Isover*, patentaron un material destinado a aislamiento térmico, mezclado a partir de los siguientes materiales: partículas de aerogel de sílice, un ligante orgánico, un conglomerante mineral y una espuma proveniente de una solución acuosa [Pasquero y Da Silva, 2012].

Samanta y Francis de la empresa *Georgia-Pacific Gypsum Llc*, patentaron una placa de yeso a partir de escayola, aerogel de sílice granulado y un surfactante, para la mejora del aislamiento térmico, reducción de peso y mejora de la protección al fuego [Samanta y Francis, 2013].

Baghban del Departamento de Ingeniería Civil y Transporte de la Universidad de Ciencia y Tecnología de Noruega, patentaron un material de construcción compuesto de un 15-80% en peso de aerogel granulado hidrófugo con respecto a un conglomerante a base de óxido de magnesio crudo y una sal alcalina de fosfato, así como aditivos surfactantes y adiciones de fibras sintéticas [Baghban, 2013].

Shah et al. de la empresa *Shawcor Ltd*, patentaron un hormigón a base de conglomerantes de cemento Portland, aluminato cálcico, esferas de vidrio huecas, vidrio expandido, aerogel de sílice granulado, fibras de vidrio, un geopolímero y aditivos aireantes y surfactantes [Shah et al., 2013].

Stahl et al. del Instituto Suizo Federal para la Ciencia de Materiales (EMPA), en colaboración con el grupo empresarial suizo *Fixit*, patentaron un material para revestimientos aislantes, con aerogel de sílice granulado hidrófugo, entre 60-90% en volumen, un conglomerante mineral, entre 0,5-30% en volumen, adiciones de porosidad abierta (porosidad entre 10-90%) y baja solubilidad en agua, entre 0,2-20% del volumen del compuesto, fibras para el refuerzo mecánico ($\leq 5\%$) y hasta un 5% de aditivos para el procesamiento y compatibilización de las mezclas, incluido un surfactante. El material propuesto consiste en una mezcla seca de todos sus componentes, que al mezclarse con agua puede aplicarse mediante un dispositivo que aplique presión (proyectado) sin afectar a las propiedades aislantes del aerogel (su estructura porosa) [Stahl et al., 2014].

3. ANTECEDENTES CIENTÍFICOS

- 3.1 Estado de la investigación de los compuestos minerales para aislamiento térmico con agregados aislantes.
- 3.2 Estado de la investigación de los compuestos minerales para aislamiento térmico con aerogel de sílice granulado.

3. ANTECEDENTES CIENTÍFICOS

3.1. ESTADO DE LA INVESTIGACIÓN DE LOS COMPUESTOS MINERALES PARA AISLAMIENTO TÉRMICO CON AGREGADOS AISLANTES

3.1.1. MORTEROS DE CAL O CEMENTO

Existe una gran cantidad de morteros minerales diseñados para obtener determinadas propiedades térmicas, como es el caso de los yesos con parafinas de cambio de fase (PCM) [García-Santos et al., 2012; Oliver-Ramírez et al., 2011; Oliver, 2009; Oliver et al., 2010; Rodríguez-Ubinas et al., 2013], o morteros de cemento con PCM [Zetola Vargas et al., 2013; Zetola Vargas, 2013]; no obstante, la presente tesis se centra solo en los diseñados para la mejora del aislamiento térmico.

Entre las publicaciones consultadas relacionadas con morteros de cal o cemento con propiedades de aislamiento térmico, podemos destacar las siguientes:

Barbero (Tesis Doctoral-UPM) expone la formulación de un mortero de cal con diatomeas calcinadas destinado a la aplicación como revestimiento aislante térmico, consiguiendo una conductividad térmica de $0,072 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, para una densidad aparente de 750 kg/m^3 , un coeficiente de difusividad al vapor de agua (μ) de 9 y una resistencia a compresión de $0,83 \text{ N/mm}^2$ [Barbero-Barrera et al., 2014; Barbero Barrera, 2012].

Sengul et al. desarrolló un mortero a base de cemento, arena y perlita expandida, logrando una conductividad térmica de $0,13 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, para una densidad aparente de 392 kg/m^3 y una resistencia a compresión de $0,1 \text{ N/mm}^2$ [Sengul et al., 2011].

Vale et al. compararon distintos morteros aislantes del mercado basados en distintos conglomerantes y adiciones, con otros de formulaciones propias: un mortero industrial a base de cal, cemento, y adiciones de EPS, con las siguientes propiedades: conductividad térmica de $0,06 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, resistencia a compresión de $0,36 \text{ N/mm}^2$, densidad de 237 kg/m^3 y coeficiente de absorción de agua de $0,92 \text{ kg/m}^2\cdot\text{min}^{0.5}$ [Vale et al., 2014].

El siguiente compuesto industrial fue un mortero a base de cemento y corcho, con una conductividad térmica de $0,23 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, una resistencia a compresión de $4,44 \text{ N/mm}^2$, una densidad de 863 kg/m^3 y un coeficiente de absorción de agua de $0,13 \text{ kg/m}^2\cdot\text{min}^{0.5}$. Los morteros de formulación propia fueron: un cemento con EPS, con una conductividad térmica de $0,28 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, una resistencia a compresión de $2,3 \text{ N/mm}^2$, una densidad aparente de 683 kg/m^3 y un coeficiente de absorción de agua de $0,23 \text{ kg/m}^2\cdot\text{min}^{0.5}$.

El siguiente consistió en cemento y corcho, consiguiendo una conductividad térmica de $0,27 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, una resistencia a compresión de $2,08 \text{ N/mm}^2$, una densidad aparente de 855 kg/m^3 y un coeficiente de absorción de agua de $0,64 \text{ kg/m}^2\cdot\text{min}^{0.5}$.

Por último presentaron las propiedades de un mortero a base de cal hidráulica, corcho y diatomeas, con una conductividad térmica de $0,14 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, una resistencia a compresión de $2,1 \text{ N/mm}^2$, una densidad de 642 kg/m^3 y un coeficiente de absorción de agua de $0,67 \text{ kg/m}^2\cdot\text{min}^{0.5}$.

Meyer (Tesis Doctoral-ETH) desarrolló morteros de cemento ultraporosos incrementando la porosidad gradualmente, consiguiendo una conductividad térmica mínima de $0,098 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, con una resistencia a compresión de $0,68 \text{ N/mm}^2$, para una densidad aparente de 267 kg/m^3 [Meyer, 2009].

Pinilla Melo (Tesis Doctoral-UPM) formuló y caracterizó un cemento celular con el que consiguió una conductividad térmica de $0,071 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, con densidad aparente de 400 kg/m^3 [Pinilla Melo, 2013].

3.1.1. MORTEROS DE YESO

En cuanto a los morteros aislantes térmicos formulados con yeso podemos destacar:

Merino (Tesis Doctoral-UPM) elaboró paneles prefabricados de escayola, corcho, fibras de vidrio E y aditivos, consiguiendo una conductividad térmica de $0,13 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una resistencia a compresión de $1,6 \text{ N/mm}^2$, para una densidad aparente de 400 kg/m^3 . Por otra parte, junto con Hernandez-Olivares et al. y con mezclas similares, consiguieron una

conductividad térmica de $0,125 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una resistencia a compresión de $2,26 \text{ N/mm}^2$, para una densidad aparente de 578 kg/m^3 [Hernández-Olivares et al., 1999; Merino, 1999].

Mayor Lobo et al. desarrollaron mezclas a partir de escayola y caucho, logrando una conductividad térmica de $0,11 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una resistencia a compresión de $1,73 \text{ N/mm}^2$, para una densidad aparente de 985 kg/m^3 [Mayor Lobo et al., 2008].

Por otra parte, Herrero et al. fabricaron muestras similares a las de Mayor Lobo et al., presentando una conductividad térmica de $0,14 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una resistencia a compresión de $0,55 \text{ N/mm}^2$, para una densidad aparente de 654 kg/m^3 [Herrero et al., 2013].

Jiménez Rivero et al. consiguieron mediante mezclas de escayola E-35 y adiciones de residuos de caucho del 7,5% en relación al peso del conglomerante, una resistencia a compresión de $1,04 \text{ N/mm}^2$, para una densidad de 560 kg/m^3 [Jiménez Rivero et al., 2014].

González Madariaga fabricó placas de escayola con residuos de poliestireno expandido (EPS), que mostraron una conductividad térmica de $0,065 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ para una densidad aparente de 193 kg/m^3 [González Madariaga, 2008].

Por su parte, García-Santos formuló un compuesto de escayola, fibras de polipropileno y perlas de EPS, logrando una resistencia a compresión y flexotracción de $2,47 \text{ N/mm}^2$ y $2,89 \text{ N/mm}^2$ respectivamente, para una densidad aparente de 560 kg/m^3 , mediante la adición de un 2% en peso de EPS y un 2% de fibras, con respecto al conglomerante [García-Santos, 2009]. Este material estaría basado en otros desarrollados por el mismo autor previamente (Tesis Doctoral-UPM) [García-Santos, 1988].

Posteriormente, San-Antonio González et al. desarrollaron mezclas similares a las de García-Santos, con escayola, fibras sintéticas, partículas de EPS y aditivos fluidificantes, consiguiendo una densidad aparente de 450 kg/m^3 para una resistencia a compresión de $0,74 \text{ N/mm}^2$ [San-Antonio González et al., 2014].

Yu y Brouwers incorporaron esferas de vidrio huecas a una matriz de semihidrato β a partir de fosfoyeso, y aditivos superfluidificantes, generando una mezcla autonivelante a partir

de la optimización de la distribución de las partículas de vidrio, presentando una conductividad térmica de $0,19 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ para una densidad aparente de 820 kg/m^3 y una resistencia a compresión de 9 N/mm^2 [Yu y Brouwers, 2012].

Çolak formuló yesos ligeros celulares mediante espuma generada por un surfactante, logrando una densidad aparente de 658 kg/m^3 y una resistencia a compresión de $0,41 \text{ N/mm}^2$ [Çolak, 2000].

Posteriormente, Skujans et al. fabricaron un yeso celular similar, logrando disminuir la conductividad térmica del yeso mediante otros aditivos aireantes (surfactantes) hasta $0,07 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, presentando una densidad aparente de 200 kg/m^3 [Skujans et al., 2007].

Vimmrová et al. desarrollaron un material compuesto mediante una matriz de yeso celular y adiciones de perlita expandida, logrando una conductividad térmica de $0,12 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una resistencia a compresión de $2,00 \text{ N/mm}^2$ para una densidad aparente de 547 kg/m^3 [Vimmrová et al., 2011].

A continuación se presenta una tabla resumen de los morteros aislantes anteriores.

Tabla 3.1
Morteros aislantes térmicos a partir de publicaciones científicas

Material compuesto	C. Térmica λ (W/m·K)	Densidad ρ (kg/m ³)	R. Compresión N/mm ²
Morteros de cal o cemento			
Cal Hidráulica / corcho / diatomeas	0,14	642	2,1
Cal (mortero) / diatomeas	0,072	750	0,83
Cemento + cal / EPS	0,06	237	0,36
Cemento / EPS	0,28	683	2,3
Cemento / corcho	0,23 – 0,27	855 - 863	2,1 – 4,4
Cemento + arena / perlita expandida	0,13	392	0,1
Cemento celular	0,07 – 0,098	267 - 400	0,68
Morteros de yeso			
Yeso (escayola) / corcho/ fibras de vidrio E	0,125 - 0,13	400 - 578	1,6 – 2,26
Yeso (escayola) / caucho	0,11 – 0,14	654 - 985	1,04 - 1,73
Yeso (escayola) / EPS / fibras sintéticas	-	450 - 560	0,74 – 2,47
Yeso (SH _β) / EPS	0,065	193	-
Yeso (SH _β) / esferas de vidrio huecas / superfluidificante	0,19	820	9
Yeso celular	0,07 – 0,25	200 - 658	<0,01 – 1,7

* (G) = Granulado; (P) = Polvo

En términos generales, las propiedades térmicas y mecánicas están relacionadas con la densidad del compuesto; no obstante, como se puede observar en la tabla anterior, dependiendo de la microestructura del conjunto, esta relación puede cambiar drásticamente. En cualquier caso, los resultados muestran que la mayor disminución de la conductividad térmica se puede lograr mediante la incorporación de aerogel de sílice mesoporoso en la matriz del conglomerante, como se mostrará a continuación.

3.2. ESTADO DE LA INVESTIGACIÓN DE LOS COMPUESTOS MINERALES PARA AISLAMIENTO TÉRMICO CON AEROGEL DE SÍLICE GRANULADO

Las publicaciones relacionadas con compuestos minerales con aerogel de sílice son muy escasas, por lo que se presentan las encontradas hasta la fecha de esta tesis:

La primera publicación fue realizada por Serhat-Başpınar y Kahraman. En sus estudios, los autores estudiaron el efecto en las propiedades físicas (incluyendo densidad aparente, resistencia a compresión y flexión, módulo de elasticidad dinámico, conductividad térmica, absorción de agua y porosidad aparente) derivadas de la incorporación de aerogel de sílice granulado macroporoso, sintetizado en su laboratorio, en una matriz de yeso (derivado de semihidrato β), siendo hasta la fecha, la única publicación científica en la que se exponen y analizan compuestos de aerogel y yeso [Serhat-Başpınar y Kahraman, 2011].

Por otro lado, estudiaron los cambios de volumen en las muestras de estudio, derivados del aumento de la temperatura hasta los 700°C. También analizaron la interfaz del yeso y el aerogel, así como la morfología cristalina del sulfato de calcio dihidratado, mediante Microscopía Electrónica de Barrido.

Para ello, los autores llevaron a cabo compuestos con una adición en peso del 5%, 10% y 15% de aerogel en relación al peso del conglomerante. Como era de esperar, los autores observaron que la incorporación de aerogel de sílice en la matriz de yeso disminuye la densidad del compuesto (en su caso hasta los desde 1310 a 890 kg/m³), así como también la conductividad térmica (desde 0,31 a 0,16 W/m·K) y las resistencias mecánicas (desde 3,21 hasta 2,38 N/mm², para la resistencia a compresión, y desde 2,51 hasta 1,14 N/mm², para resistencia a flexión); todas estas propiedades comparando la mezcla referencia, con la de adición del 15% de aerogel.

Además, la porosidad aparente de las muestras disminuyó a medida que se incrementó la cantidad de aerogel, desde 30,1% hasta <21%. Finalmente, los investigadores encontraron que la expansión térmica del compuesto disminuye a medida que se incrementa la proporción

de aerogel en el compuesto, mostrando un mejor comportamiento a altas temperaturas en comparación con la muestra sin aerogel.

Stahl et al. realizaron la segunda publicación relacionada con un mortero de aerogel (la primera con partículas mesoporosas hidrófugas). Los investigadores del EMPA suizo llevaron a cabo mezclas de un mortero de cal hidráulica y un 5% de cemento blanco, con aerogel de sílice granulado (mesoporoso), obteniendo un valor de conductividad térmica de 0,026 W/m·K, para una densidad aparente de 200 kg/m² y un coeficiente de difusividad al vapor (μ) = 4; no obstante no publicaron datos sobre las resistencias mecánicas, aunque mencionaron que se trataba de un material débil [Stahl et al., 2012].

En sus estudios, los autores llevaron a cabo muestras comparativas a partir de otros doce morteros aislantes del mercado, con diferentes tipos de agregados aislantes, principalmente corcho, poliestireno expandido (EPS), perlita, entre otros no especificados por los fabricantes. El compuesto llevado a cabo por los autores obtuvo una conductividad térmica de entre un 60% y un 75% menor que los productos comparados.

Por otra parte, otro de los logros de los autores fue la inclusión de adiciones para evitar la rotura de las partículas de aerogel por la presión ocasionada a partir del proyectado mecánico (objeto de su patente). Por otra parte, también incluyeron aditivos para compatibilizar la mezcla (surfactantes, aunque no lo mencionan por motivos de patente; sin embargo, dicha patente arroja más información al respecto, como se observó en la sección relacionada con patentes, presentada anteriormente).

Finalmente, su material propuesto salió al mercado, y lo comercializa actualmente la empresa Fixit, con una conductividad térmica declarada de 0,028 W/m·K. De acuerdo con los investigadores, este se desarrolló para ser aplicado como mortero aislante térmico para la rehabilitación energética de edificios antiguos e históricos.

Kim et al. desarrollaron un material compuesto mineral a base de cemento y aerogel de sílice hidrófugo (mesoporoso) granulado (0,5 – 2% de adición en peso del conglomerante).

Los autores utilizaron metanol para compatibilizar el aerogel mediante un pretratamiento, de tal manera que las partículas pudiesen ser mezcladas con una pasta de cemento, logrando mezclas estables [Kim et al., 2013].

Además de estudiar las propiedades físicas del material compuesto (mecánicas, térmicas y de absorción de agua), los investigadores llevaron a cabo micrografías mediante Microscopía Electrónica de Barrido, con las que pudieron analizar los cambios microestructurales derivados de la incorporación del aerogel en la matriz del conglomerante.

Por otro lado, también llevaron a cabo un estudio termogravimétrico mediante TGA, para confirmar la estabilidad térmica del aerogel a altas temperaturas. También llevaron a cabo un estudio sobre la estabilidad química del cemento mediante Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR), para estudiar el efecto de incorporar el aerogel de sílice pre-tratado en la matriz de conglomerante.

Finalmente, lograron obtener una conductividad térmica de 0,135 W/m·K, correspondiendo a una resistencia a compresión de 2,5 N/mm². Los investigadores realizaron de forma paralela una mezcla similar pero con puzolana en la formulación del conglomerante cementíceo, obteniendo una conductividad térmica de 0,15 W/m·K y una resistencia a compresión de 5,9 N/mm². En ambos casos, no observaron cambios físico-químicos en el conglomerante, derivados de la incorporación del aerogel de sílice pre-tratado con metanol.

Buratti et al. llevaron a cabo un mortero de cal hidráulica y aerogel de sílice hidrófugo (mesoporoso) granulado, obteniendo una conductividad térmica de 0,045 – 0,050 W/m·K, para una densidad de 275 – 300 kg/m³, aplicado al sustrato mediante spray [Buratti et al., 2014].

Los autores no aportaron datos sobre las resistencias mecánicas, sin embargo, señalaron que estas fueron la limitante para la aplicación de su producto como revestimiento aislante para exteriores, ya que pudieron conseguir conductividades aún menores, pero comprometidas por las resistencias mecánicas requeridas para su aplicación.

Por otro lado, también evaluaron la absorción acústica de sus materiales compuestos, mediante la medición de probetas en un tubo de Kundt, del que concluyeron que la influencia del aerogel en este sentido es moderada, ya que el valor final de absorción acústica dependerá de la superficie de la muestra.

Los investigadores aplicaron su producto como revestimiento interior en un edificio existente, del cual realizaron un estudio mediante una cámara termográfica, mostrando como dicha intervención reduce las pérdidas de energía por la fachada y por lo tanto, disminuyendo el consumo de energía, tanto de calefacción, como de refrigeración.

Finalmente, los autores apuntan que su producto innovador, una vez terminado de desarrollar, podrá ser utilizado tanto para edificios de obra nueva, como para la rehabilitación de edificios existentes.

Khamidi et al. realizaron mezclas de cemento y aerogel de sílice (mesoporoso) en polvo, en cuatro distintas proporciones, de las que analizaron la resistencia a compresión, la conductividad térmica y la porosidad accesible al agua, llevando a cabo experimentos a los 3, 7 y 28 días de curado [Khamidi et al., 2014].

Los autores observaron, como era de esperar, que a medida que se incrementa la proporción de aerogel, la resistencia a compresión disminuye; sin embargo, a diferencia de los estudios llevados a cabo por Serhat-Başpınar y Kahraman, la porosidad accesible aumenta.

Finalmente, los investigadores consiguieron una conductividad térmica de 0,076 W/m·K, una resistencia compresión de 34,8 N/mm² a 28 días y una porosidad accesible de 25,6%, para el caso de la muestra con mayor proporción de aerogel, mientras que la referencia presentó una conductividad térmica de 1,185 W/m·K, una resistencia a compresión de 49,3 N/mm² a los 28 días y una porosidad accesible al agua de 12,8%.

Gao et al. desarrollaron mezclas de cemento, arena, humo de sílice, superfluidificante y aerogel de sílice hidrófugo (mesoporoso) granulado, para las cuales estudiaron la densidad

aparente, las propiedades mecánicas (resistencia a compresión y flexión) la conductividad térmica, así como la microestructura de los compuestos mediante Microscopía Electrónica de Barrido [Gao et al., 2014].

Al igual que el resto de los estudios, a medida que se incrementa la proporción de aerogel, las resistencias mecánicas disminuyen, mientras que la capacidad aislante aumenta. Los autores analizan los cambios en estas propiedades en función de la densidad aparente de los compuestos, para lo que propusieron una ecuación de tipo exponencial.

Señalar que los autores lograron incorporar una cierta cantidad de aerogel sin utilizar un surfactante, mediante mezclado mecánico, agregando muy lentamente las partículas de aerogel (rompiéndolas); sin embargo, las micrografías presentadas revelan un espacio entre las partículas de aerogel y el conglomerante, generando una mala cohesión entre sus componentes. Curiosamente, los autores señalan que no es necesario utilizar un surfactante, contradiciendo directamente en el texto de la publicación, otros estudios publicados anteriormente.

En cuanto a sus resultados, la conductividad térmica mínima que obtuvieron fue de $0,26 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, para una densidad aparente de 1000 kg/m^3 , y una resistencia a compresión de $8,3 \text{ N/mm}^2$, valores que no son difíciles de alcanzar con cualquier compuesto de yeso y agregados aislantes, e incluso sin ellos.

Ibrahim et al. publicaron resultados experimentales a partir de la patente Achard et al., de la empresa Parexlanko, que comprende un material a base de xerogel de sílice granulado, cemento portland y aditivos, señalando que se trata de un mortero aislante térmico para revestimientos exteriores, orientado a la rehabilitación energética, indicando que el producto es compatible con fachadas de mampostería [Achard et al., 2011; Ibrahim et al., 2014a, b; Ibrahim et al., 2014c].

En su investigación, los autores aplicaron el producto en un edificio como revestimiento exterior, comparándolo con otras soluciones como aislamiento por el interior

por medio de paneles, e incluso una similar con aislamiento por el exterior y el interior de la fachada.

En sus resultados, el mortero aislante obteniendo consiguió una conductividad térmica de $0,027 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, y una resistencia a compresión $<0,08 \text{ N/mm}^2$, para una densidad aparente de 200kg/m^3 .

Ng et al. realizaron mezclas similares a las de Gao et al., a las que denominaron “cemento de muy altas prestaciones” (*Ultra High Performance Concrete - UHPC*). Para ello, incorporaron aerogel de sílice granulado hidrófugo en distintas proporciones en una matriz de cemento, humo de sílice, partículas de cuarzo y un aditivo superfluidificante. Señalar que esta investigación se llevó a cabo en el mismo centro que el de Gao et al., por lo que varios autores pertenecen a ambas publicaciones [Ng et al., 2015].

Durante la investigación, y a partir de muestras experimentales, los autores llevaron a cabo estudios sobre las propiedades mecánicas, conductividad térmica y microestructura con Microscopía Electrónica de Barrido, alcanzando una conductividad térmica superior ($0,31 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) a la conseguida en el estudio anterior, para una densidad aparente menor (750 kg/m^3), aunque esta vez, con nulas propiedades mecánicas, de las que no pudieron registrar el valor de la resistencia a compresión por encontrarse fuera del rango de medida del equipo que utilizaron ($<0,2 \text{ N/mm}^2$).

En esta ocasión, los autores tampoco utilizaron un aditivo surfactante, llevando a cabo el mismo procedimiento de mezcla que Gao et al., por lo que al igual en el estudio anterior, las micrografías obtenidas por MEB revelaron un espacio entre las partículas de aerogel y la matriz del conglomerante; sin embargo, a diferencia de su estudio anterior en el que hacían hincapié en no utilizar un surfactante, en esta ocasión los investigadores propusieron en las conclusiones, que sería de gran utilidad incorporar este tipo de aditivos a sus componentes, de tal manera que permita mejorar la cohesión del compuesto mediante el contacto entre las partículas de aerogel y la matriz del conglomerante.

A continuación se presenta una tabla resumen de los morteros aislantes anteriores.

Tabla 3.2

Morteros aislantes térmicos con aerogel a partir de publicaciones científicas

Material compuesto	C. Térmica λ (W/m·K)	Densidad ρ (kg/m ³)	R. Compresión N/mm ²
<i>Morteros de cal</i>			
Cal Hidráulica + cemento / aerogel de sílice mesoporoso (G)*	0,026	200	-
Cal Hidráulica / aerogel de sílice mesoporoso (G)*	0,045 - 0,05	275 - 300	-
<i>Morteros de cemento</i>			
Cemento / aerogel de sílice mesoporoso (G)*	0,135	-	2,5
Cemento / aerogel de sílice mesoporoso (P)*	0,076	-	34,8
Cemento + puzolana / aerogel de sílice mesoporoso (G)*	0,15	-	5,9
Cemento + arena + h. sílice / aerogel de sílice mesoporoso (G)*	0,26 – 0,31	750 - 1000	<0,2 - 8,3
Cemento / aerogel de sílice mesoporoso (G)*	0,027	200	<0,08
<i>Morteros de yeso</i>			
Yeso (SH _β) / aerogel de sílice macroporoso (G)*	0,16	890	2,38

* (G) = Granulado; (P) = Polvo

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

- 4.1 Definición del problema científico
- 4.2 Plan experimental
- 4.3 Materiales
- 4.4 Métodos

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

4.1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA CIENTÍFICO

Como se ha expuesto en el capítulo anterior, existen diferentes líneas de investigación relacionadas con el estudio de morteros aislantes formulados con diferentes conglomerantes y diversas adiciones que disminuyan la conductividad térmica del compuesto, principalmente en forma de partículas.

La presente tesis se centra en incorporar en una matriz de yeso, proveniente de un conglomerante a partir de distintas fases de sulfato cálcico, partículas de aerogel de sílice hidrófugo, compatibilizadas con un aditivo surfactante. Las líneas de investigación relacionadas con conglomerantes minerales y aerogel de sílice hidrófugo son muy recientes, además de estar enfocadas principalmente en mezclas con cemento o cal hidráulica; sin embargo, ninguna de ellas ha abordado el estudio y utilización de un conglomerante a partir de distintas fases de sulfato de calcio, siendo el de esta tesis, el primer estudio en este sentido hasta la fecha (de acuerdo con las publicaciones científicas existentes).

La mayoría de los autores de las publicaciones científicas relacionadas con el desarrollo de morteros aislantes consultadas durante esta tesis, inician su investigación estudiando las propiedades mecánicas, térmicas (principalmente conductividad térmica) y físicas elementales del material, para poder valorar las posibilidades de aplicación del compuesto mineral.

Por otro lado, en los antecedentes técnicos, se señaló la importancia de los procesos de hidratación en la macroestructura y microestructura del final del yeso, teniendo una influencia importante en las propiedades objeto de estudio de esta tesis. Por ello, se monitorizarán también los fenómenos de fraguado del sulfato de calcio.

Este es el enfoque principal de esta tesis; sin embargo, se complementa con una simulación de eficiencia energética, para valorar, de forma teórica, el potencial ahorro energético que podría obtenerse mediante la utilización de este material como aislamiento térmico, a partir de una rehabilitación energética, de una vivienda unifamiliar típica de España, de los años 1900 a 1959, basada en muros de ladrillo macizo.

4.2. PLAN EXPERIMENTAL

Los objetivos de la tesis plantean conocer la influencia de la macroestructura y microestructura del material mineral en la conductividad térmica y en el comportamiento mecánico, derivada de la incorporación de aerogel de sílice granulado en una matriz de yeso, así como evaluar teóricamente el potencial ahorro energético, mediante un estudio de simulación energética. Para poder cumplir con los objetivos, la investigación experimental se ha desarrollado de la siguiente manera:

a) Caracterización de los materiales de estudio

Se ha obtenido la densidad real, mediante picnómetro de helio, del conglomerante y del aerogel, así como la estructura cristalina del conglomerante mediante difracción de rayos-X, obteniendo información cuantitativa y cualitativa de sus impurezas. Se ha obtenido la superficie específica del conglomerante a partir de la distribución del tamaño de partícula.

Por otro lado, se ha observado el efecto que tiene la temperatura en el aerogel de sílice, mediante un análisis térmico diferencial simultáneo con termogravimetría (ATD-TG). Finalmente, del surfactante polimérico, se ha obtenido el contenido sólido y contenido de carbono orgánico, mediante gravimetría y Analizador de Carbono Orgánico Total (TOC Analyzer), respectivamente.

b) Estudio de la hidratación del yeso en los materiales compuestos

Se han realizado probetas experimentales variando el porcentaje de adición de aerogel de sílice con respecto al peso del conglomerante sin hidratar. Se varió el porcentaje de adición de surfactante (disoluciones al 0,1% y 5%) para la formulación de las pastas compatibles con el aerogel de sílice, estudiando el efecto del surfactante en la hidratación, tiempos de fraguado y posteriores propiedades de los compuestos.

La determinación de la relación agua/yeso se llevó a cabo a partir de ensayos de plasticidad, debido a la alta absorción de agua por parte del aerogel modificado por el surfactante, que imposibilitaba fijar dicha relación. Estos ensayos permitieron estudiar la retención de agua por parte de las partículas de aerogel, un aspecto importante para cuantificar correctamente la composición volumétrica en estado fresco de todas las muestras.

Se ha realizado un análisis de la evolución de las fases minerales a los 7 días en todos los compuestos, mediante balanza hidrostática, difracción de rayos-X y Microscopía Electrónica de Barrido con microanálisis (MEB-EDAX).

Se ha cuantificado la cantidad de surfactante que puede ser adsorbida por el conglomerante mineral a partir de la medida de la Isoterma de Adsorción del polímero. Asimismo, se determinó la composición de la fase acuosa mediante espectrometría de emisión óptica de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES), para analizar la concentración de iones de sulfato y calcio en presencia del surfactante. Finalmente, se obtuvo la evolución del calor de hidratación de un compuesto seleccionado, mediante calorimetría isoterma, para estudiar el efecto del surfactante, el aerogel y la alta relación agua/yeso en la reacción exotérmica del conglomerante.

Debido a los resultados obtenidos en estos estudios, se ha incluido un nuevo grupo de probetas con la cantidad de surfactante óptima (disoluciones al 0,1%), optimizando el conglomerante, mediante tamizado a 80 μm , para promover la formación de yeso.

c) *Efecto de la macroestructura y microestructura en las propiedades físicas (elementales) y mecánicas del material*

Se ha estudiado el comportamiento mecánico de los compuestos a partir de los cambios, tanto de la macroestructura como de la microestructura, generados por la

incorporación del aerogel de sílice en distintas proporciones, el aditivo surfactante y determinadas relaciones agua/yeso.

Para ello se ha analizado la macroestructura de los compuestos, mediante el cálculo de la composición volumétrica de todas las muestras, obteniendo la densidad aparente y real de los compuestos, complementados con ensayos físicos elementales como porosidad accesible al agua y el cálculo de la porosidad total. Las propiedades mecánicas se obtuvieron a partir de ensayos en prensas mecánicas y de dureza superficial.

d) Efecto de la macroestructura y microestructura en la conductividad térmica del material

Se ha estudiado la conductividad térmica de los compuestos a partir de los cambios en la macroestructura y microestructura de los mismos, determinada por las proporciones de aerogel de sílice, yeso y surfactante.

La conductividad térmica se ha obtenido mediante la técnica del hilo caliente.

e) Ahorro energético del mortero aislante en un caso de rehabilitación energética

A partir de los resultados obtenidos, se ha seleccionado una formulación óptima y de mayores prestaciones térmicas, proponiendo teóricamente una posible aplicación por el interior, como aislamiento térmico de fachada, realizando posteriormente un análisis de eficiencia energética de un caso práctico.

La simulación energética se llevó a cabo mediante el software Design Builder, estudiando la rehabilitación energética de una vivienda tipo, ubicada en Málaga (Zona A), Madrid (Zona D) y Burgos (Zona E), analizando el porcentaje de ahorro energético aportado por el material aislante de fachada, con dos espesores distintos y en comparación con su estado inicial.

El estudio experimental se ha llevado a cabo en los siguientes centros: el Laboratorio de Materiales de Construcción de la Escuela Técnica Superior de Arquitectura de la Universidad Politécnica de Madrid, el Centro de Apoyo a la Investigación (CAI) de Técnicas geológicas de la Facultad de Ciencias Geológicas de la Universidad Complutense de Madrid, el Instituto Tecnológico de la Construcción Aidico, en Paterna, Valencia, y los laboratorios del Instituto de Materiales de Construcción (IfB) de la Escuela Politécnica Federal de Zúrich (ETH-Zúrich), durante una estancia de investigación internacional.

4.3. MATERIALES

4.3.1. SULFATO DE CALCIO MULTIFASE

La oferta en el mercado español relacionada con conglomerantes de sulfato cálcico multifase es escasa, pudiendo encontrar sólo el comercializado por CTH Navarra (Fig. 4.1 y 4.2), bajo el nombre de Anhidrita II artificial, con las siguientes características:

- Obtenido a partir de la calcinación de yeso natural, a temperaturas entre 300-700°C, en un horno parrilla móvil tipo Knauf, como el presentado en la figura 2.7 (Cap. 2, sección 2.3.3), clasificado Tipo A, según UNE-EN 13279:2009.
- Pureza > 80% y pH > 8,5
- Densidad aparente en polvo: 0,9 g/cm³
- Principio de fraguado: 5-10 minutos
- Reacción al fuego: A1

La figura 4.1 muestra la curva granulométrica del conglomerante mineral.

Fig. 4.1. Granulometría del conglomerante mineral obtenida por el método de los tamices.

La figura 4.2 es una muestra del conglomerante mineral utilizado durante esta tesis.

Fig. 4.2. Muestra del conglomerante mineral. Imagen del doctorando.

4.3.2. AEROGEL DE SÍLICE GRANULADO HIDRÓFUGO

La oferta en el mercado español relacionada con aerogel de sílice granulado es inexistente; no obstante, la oferta internacional es también limitada. El mayor fabricante reconocido internacionalmente es Cabot, con sedes tanto en Estados Unidos como en Alemania, por lo que sus productos son los de mayor utilización globalmente, tanto para productos del mercado, como los relacionados con publicaciones científicas, por lo que para poder contrastar con lo publicado y comercializado actualmente, se optó por utilizar uno de los productos de la empresa mencionada.

Es importante señalar que el fabricante ofrece distintas granulometrías; sin embargo, estudios relacionados con las propiedades térmicas y mecánicas de morteros minerales con adiciones de otro tipo de áridos [Herrero et al., 2013], concluyen que un menor tamaño de los mismos ($<1,0$ mm) proporciona mejores propiedades térmicas y mecánicas, esta últimas también señaladas por Suraneni et al. para otros compuestos minerales [Suraneni et al., 2015]. El producto seleccionado (Cabot aerogel P200, Fig. 4.4) tiene las siguientes características:

- Partículas altamente hidrófugas, incombustibles
- Granulometría: 0,01 – 1,2 mm (Fig. 4.3)
- Porosidad $>90\%$ / Diámetro medio del poro: $\sim 20\text{nm}$
- Densidad aparente de las partículas: $120\text{-}180\text{ kg/m}^3$

- Conductividad térmica (λ): 0,013 W/mK a 21°C.
- Superficie específica: 600-800 m²/g
- Capacidad de absorción de aceite: 5,4-6,5 g/g de aerogel

Fig. 4.3. Granulometría del aerogel de sílice obtenida por el método de los tamices.

Fig. 4.4. Muestra del aerogel de sílice granulado hidrófugo. Imagen del doctorando.

4.3.3. SURFACTANTE

Como se ha mencionado anteriormente en los antecedentes técnicos, los surfactantes hidrofilizan parcialmente las partículas de aerogel de sílice hidrófugas, siendo de gran utilidad para formar compuestos de aerogel de sílice hidrófugo con conglomerantes minerales y agua.

Existen en el mercado infinidad de surfactantes, no obstante, uno de los criterios de selección fue, el de optar por surfactantes no iónicos, para evitar aportar iones ajenos al sistema sulfato cálcico del conglomerante mineral.

Estas características y las de compatibilizar con el aerogel hidrófugo las aportan los surfactantes no iónicos, a partir de copolímeros de óxido de etileno/óxido de propileno (PEO-PPO-PEO), similar al utilizado por otros autores para la formulación de compuestos minerales; no obstante, el utilizado por los investigadores es de fabricación americana, no existiendo una versión exacta en Europa. Por ello, se preseleccionaron dos surfactantes, uno altamente afín al lípido, pero que se pudiese dispersar en soluciones acuosas, como es el PE9200 (balance hidrófilo y lipofílico HLB de 4) y otro opuesto, el PE6800 (HLB de 16), ambos de la empresa BASF.

A partir de ensayos preliminares se seleccionó finalmente el PE9200, debido a que resultó tener mayor compatibilidad con los compuestos minerales propuestos, ya que el PE6800 generaba agrietamiento durante el endurecido de las muestras preliminares, por lo que se descartó su utilización.

Las propiedades del PE9200, aportadas por el fabricante, se presentan a continuación:

- Surfactante no iónico
- Forma física: líquido transparente
- Soluble en agua destilada
- Contenido sólido ~ 100%
- Porcentaje de Polietilenglicol/Polipropilenglicol: 20%/80%
- Masa molar de 3650 g/mol
- Densidad de 1,03 g/cm³
- Tensión superficial de 35 mN/m
- No reacciona con cationes como Ca²⁺ o Mg²⁺

4.3.4. AGUA

Las pastas se realizaron mediante agua destilada a 21°C, para asegurarse de no incorporar posibles contaminantes que pudieran alterar los procesos de hidratación y fraguado, o interactuar con el surfactante utilizado en la formulación.

4.3.5. COMPOSICIÓN Y DENOMINACIÓN DE LAS MUESTRAS DE ENSAYO

Para la matriz general de muestras experimentales, se tuvieron en cuenta 3 variables: contenido de aerogel (adición en porcentaje del peso del conglomerante), concentración de surfactante (en relación al agua de amasado) y conglomerante utilizado.

Tabla 4.1

Matriz general de muestras experimentales

		CaSO ₄ multifase			CaSO ₄ multifase <80μm	
		0	0,1%	5%	0	0,1%
Aerogel	0%	✓	✓	✓	✓	✓
	10%	✗	✓	✓	✗	✓
	20%	✗	✓	✓	✗	✓
	30%	✗	✓	✓	✗	✓
	100%	✗	✓	✓	✗	✓

Variables:	Aerogel	CaSO ₄ multifase	Surfactante
------------	---------	-----------------------------	-------------

A partir de las variables de esta matriz, se elaboró un *grupo principal* de probetas de ensayo, así como *grupos secundarios* de apoyo para analizar la interacción de surfactante con el conglomerante mineral.

El *grupo principal* consiste en probetas de 4 x 4 x 16 cm para evaluar las propiedades físicas elementales y las propiedades mecánicas, y probetas de 11 x 5 x 2 cm para evaluar la conductividad térmica. La composición y denominación de las muestras del grupo principal se presenta en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2

Composición y denominación de las muestras de ensayo del grupo principal.

Los componentes son adiciones en porcentaje del peso del conglomerante mineral.

Nombre de la serie	Agua/Yeso (Relación)	Surfactante (% del conglomerante)	Aerogel (% del conglomerante)
Referencia	0,45	-	-
Referencia AT (<80 μ m)	0,45	-	-
A(0)	0,45	0,04	-
A(10)	0,69	0,07	10
A(20)	0,98	0,10	20
A(30)	1,27	0,13	30
A(100)	3,60	0,36	100
B(0)	0,45	2	-
B(10)	0,81	4	10
B(20)	1,20	6	20
B(30)	1,59	8	30
B(100)	4,62	22	100
AT(0)	0,45	0,04	-
AT(10)	0,69	0,07	10
AT(20)	0,98	0,10	20
AT(30)	1,27	0,13	30
AT(100)	3,60	0,36	100

Las series están divididas en subgrupos; A, B y AT. Los subgrupos A y AT se formularon utilizando una disolución de agua destilada y el surfactante descrito anteriormente, con una concentración del 0,1%, mientras el subgrupo B, la concentración del surfactante en la disolución fue del 5%. Por otra parte, los subgrupos A y B se llevaron a cabo con el conglomerante mineral descrito anteriormente, en las condiciones recibidas por el fabricante, mientras que el subgrupo AT se formuló con el mismo conglomerante, pero tamizado a 80 μ m. Finalmente, todos los subgrupos se subdividieron en series incrementando el porcentaje de adición de partículas de aerogel (0, 10, 20, 30 y 100%).

Como se ha expuesto anteriormente, la adición del surfactante para compatibilizar el aerogel de sílice con el conglomerante basado en agua generó que el aerogel absorbiera una cierta cantidad de agua, por lo que la relación agua/yeso no pudo fijarse. No obstante, se fijó

la plasticidad de las muestras a una consistencia de 160 mm, obtenida mediante la mesa de sacudidas.

Por otra parte, las muestras del *grupo secundario*, se dividen en tres subgrupos: *I.A.*, *MEB/ICP* y *C.I.* El primer subgrupo, el *I.A.* (Tabla 4.3), isoterma de adsorción, consiste en mezclas del conglomerante y una disolución de agua desionizada y el surfactante (incrementando la concentración en la solución) con una relación agua/yeso para todas ellas, de 2.

Tabla 4.3

Composición y denominación de las muestras de ensayo del subgrupo isoterma de adsorción (*I.A.*). Los componentes son adiciones en porcentaje del peso del conglomerante mineral.

Nombre de la muestra	Agua/Yeso (Relación)	Surfactante (% del conglomerante)	mg de polímero/g de conglomerante
I.A (0)	2	-	-
I.A (0,25)	2	0,025	0,25
I.A (0,50)	2	0,05	0,50
I.A (0,75)	2	0,076	0,75
I.A (1)	2	0,10	1
I.A (1,5)	2	0,15	1,5
I.A (3)	2	0,30	3
I.A (5)	2	0,50	5
I.A (10)	2	1	10
I.A (15)	2	1,51	15
I.A (20)	2	2,02	20
I.A (25)	2	2,52	25
I.A (30)	2	3,03	30
I.A (35)	2	3,53	35

El segundo subgrupo, el *MEB-ICP* (Tabla 4.4), para ensayos conjuntos de *MEB* e *ICP-OES*, consiste en muestras del conglomerante con un disolución de agua desionizada y surfactante (con la concentración de las series *A(100)* y *AT(100)* de la Tabla 4.2 y la misma relación agua/yeso (3,6), pero sin aerogel de sílice). La fase acuosa se analiza por *ICP-OES* una vez extraída y diluida según el protocolo, mientras que la fase sólida se analiza por Microscopía Electrónica de Barrido a los 7 días. La dilución de la fase acuosa se llevó a cabo

utilizando una solución de HNO_3 al 2% en agua ultra pura, hasta conseguir una concentración de calcio en torno a 25 mg/l, diluyendo entre 20 y 100 veces según la muestra. Esta semicuantificación previa se llevó a cabo utilizando un test de concentración de calcio “Calcium-Test Kit MQuant” de la marca Merck.

Tabla 4.4

Composición y denominación de las muestras del subgrupo MEB-ICP.

Los componentes son adiciones en porcentaje del peso del conglomerante mineral.

Nombre de la muestra	Agua/Yeso (Relación)	Surfactante (% del conglomerante)
MEB-ICP – A (3 min)	3,6	-
MEB-ICP – AT < 80 μ (3 min)	3,6	-
MEB-ICP – A / 0,1% surfactante (3 min)	3,6	0,36
MEB-ICP – AT <80 μ / 0,1% surfactante (3 min)	3,6	0,36
MEB-ICP – A (3 h)	3,6	0,36
MEB-ICP – AT < 80 μ (3 h)	3,6	0,36
MEB-ICP – A / 0,1% surfactante (3 h)	3,6	0,36
MEB-ICP – AT <80 μ / 0,1% surfactante (3 h)	3,6	0,36

El tercer subgrupo, el *C.I.* (Tabla 4.5), para ensayos de Calorimetría Isoterma, consiste en muestras con la misma composición que las del subgrupo anterior, pero sin extraer la fase acuosa, por lo que se colocaron en el calorímetro un vez transcurridos los 3 minutos de amasado. Para este ensayo se incluyeron, como referencia, dos mezclas con la composición del yeso “Referencia” y del yeso “Referencia AT <80 μm ” de la Tabla 4.2.

Tabla 4.5

Composición y denominación de las muestras del subgrupo C.I. (Calorimetría Isoterma).

Los componentes son adiciones en porcentaje del peso del conglomerante mineral.

Nombre de la muestra	Agua/Yeso (Relación)	Surfactante (% del conglomerante)
C.I. – A (1 : 0,45)	0,45	-
C.I. – AT <80 μ (1 : 0,45)	0,45	-
C.I. – A (1 : 3,6)	3,6	-
C.I. – AT <80 μ (1 : 3,6)	3,6	-
C.I. – A (1 : 3,6) / 0,1% surfactante	3,6	0,36
C.I. – AT <80 μ (1 : 3,6) / 0,1% surfactante	3,6	0,36

4.4. MÉTODOS

A continuación se presenta una tabla, a modo de resumen, de los ensayos experimentales llevados a cabo en la tesis doctoral.

Tabla 4.6

Ensayos de la tesis doctoral

Ensayo	Material o grupo de muestras
<i>Caracterización de los materiales de estudio</i>	
Distribución del tamaño de partícula	Sulfato de calcio multifase / Aerogel
Densidad real por picnómetro de helio	Sulfato de calcio multifase / Aerogel
Análisis de fases minerales por DRX	Sulfato de calcio multifase
Análisis cualitativo de filosilicatos por DRX	Sulfato de calcio multifase
Análisis térmico / termogravimetría por ATD-TG	Aerogel
Contenido sólido y de carbono orgánico	Surfactante
<i>Estudio de la hidratación del yeso en los materiales compuestos</i>	
Cantidad de surfactante/relación agua/yeso y trabajabilidad	Grupo principal – series A, B y AT
Isoterma de adsorción	Grupo secundario – subgrupo I. A.
Densidad, composición volumétrica y contenido de aire en estado fresco	Grupo principal – series A, B y AT
Análisis de fases minerales por DRX	Grupo principal – series A, B y AT
Reconocimiento de la morfología y textura cristalina por MEB-EDAX	Grupo principal – series A, B y AT
	Grupo secundario – subgrupo MEB-ICP
Análisis de la concentración de iones de sulfato y calcio por ICP-OES	Grupo secundario – subgrupo MEB-ICP
Análisis del calor de hidratación por Calorimetría Isoterma	Grupo secundario – subgrupo C. I.
Tiempo de fraguado	Grupo principal – series A, B y AT
<i>Ensayos físicos (elementales) y mecánicos</i>	
Densidad aparente en estado endurecido	Grupo principal – series A, B y AT
Porosidad accesible al agua	Grupo principal – series A, B y AT
Composición volumétrica en estado endurecido	Grupo principal – series A, B y AT
Resistencia a compresión	Grupo principal – series A, B y AT
Resistencia a flexión	Grupo principal – series A, B y AT
Dureza superficial Brinell	Grupo principal – series A, B y AT
<i>Ensayos térmicos</i>	
Conductividad térmica	Grupo principal – series A, B y AT

4.4.1. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE ESTUDIO

4.4.1.1. DENSIDAD REAL POR PICNÓMETRO DE HELIO

El equipo utilizado es un Micromeritics AccuPyc II 1340 (Fig. 4.5) de la ETH Zúrich, que consiste en dos cámaras internas, una para la colocación de la muestra, por la cual fluye el gas, y una segunda, a la cual fluye el gas de la primera cámara una vez se alcanza el equilibrio, en la que se calcula el volumen de helio y se resta del volumen de la cámara inicial, obteniendo la densidad real del material sólido. Este equipo utiliza el método ASTM Standard D6226: 2010.

Fig. 4.5. Picnómetro de helio de la ETH-Zúrich utilizado para los ensayos.

4.4.1.2. SUPERFICIE ESPECÍFICA

El método utilizado para medir la superficie específica del conglomerante mineral utilizado en esta tesis, es el basado en la distribución del tamaño de partícula, obtenido mediante el método de tamices, ya que, debido a la ligera variación en el contenido de filosilicatos entre el conglomerante original y el tamizado, el método de adsorción de nitrógeno generó resultados preliminares contradictorios.

La fórmula para el cálculo de la superficie específica fue la siguiente:

$$S = \frac{6}{\rho_r D} \quad (4.1)$$

ρ_r = Densidad real del conglomerante

D = Diámetro de las partículas

A partir de la fórmula anterior, se calculó la superficie específica de cada fracción obtenida por los tamices, calculando finalmente, un valor global, dependiendo de las proporciones cuantificadas

4.4.1.3. DIFRACCIÓN DE RAYOS X. MÉTODO DEL POLVO CRISTALINO

La caracterización de las fases cristalinas del conglomerante se ha llevado a cabo por el método del polvo cristalino, mediante difracción de rayos X (DRX), siguiendo el procedimiento descrito por Sanz-Arauz, que consiste en la obtención de tamaños de grano homogéneos, de un diámetro de partícula inferior a $53 \mu\text{m}$, mediante el molido del material en un mortero de ágata (Fig. 4.6) y posterior tamizado de toda la muestra. Una vez preparada la muestra experimental, se coloca en un portamuestras de aluminio para su posterior análisis [Sanz-Arauz, 2009].

Fig. 4.6. Mortero de ágata utilizado para los ensayos.

Como lo ha descrito Sanz-Arauz, el método consiste en identificar los minerales a partir de su patrón de difracción característico, obtenido a partir de la incidencia de radiación X de longitud de onda corta conocida sobre los cristales de la muestra experimental, así como en la recogida de las intensidades difractadas por sus redes cristalinas; no obstante, esta técnica no es capaz de identificar fases amorfas (como el aerogel de sílice) o de baja cristalinidad, y es imprecisa para identificar fases que se encuentren por debajo del 5% de la composición de la muestra [Sanz-Arauz, 2009].

El equipo utilizado es un difractómetro Bruker D8 Advance (Fig. 4.7) del CAI de Técnicas geológicas de la Universidad Complutense de Madrid; trabaja en geometría Bragg-Bentano, provisto de una fuente de rayos-X con un ánodo de cobre de alta estabilidad y un detector de energía dispersa SOL-X. Las condiciones experimentales fueron: rango de medida de $2-65^\circ$ (2θ), con un escaneado cada segundo y un ángulo para la ranura de divergencia de $0,02^\circ$ (2θ). El software utilizado fue el EVA DIFFRACplus, llevando a cabo la semicuantificación por el método de Chung, a partir de los tres planos cristalográficos (hkl) de mayor intensidad de los componentes más representativos [Chung, 1974a, b].

Fig. 4.7. Equipo de DRX del CAI de Técnicas geológicas de la UCM utilizado para los ensayos.

4.4.1.4. DIFRACCIÓN DE RAYOS X. AGREGADOS ORIENTADOS

El método del polvo cristalino no ofrece fiabilidad para diferenciar entre las impurezas minerales del grupo de los filosilicatos, debido a su estructura laminar, por lo que la identificación de estos minerales presentes en el conglomerante utilizado, se llevó a cabo por

el método de agregados orientados, que consiste en separar las arcillas del conglomerante mineral para su posterior análisis.

Este método, utilizado por Sanz-Arauz, entre otros investigadores, consigue orientar los minerales laminares a partir de un tratamiento térmico a 550 °C durante 2 horas, y un tratamiento de solvatación interlaminar con etilenglicol para observar su diferencia de absorción. Este último tratamiento se lleva a cabo colocando la muestra en una cápsula Petri, sometiéndola a una atmósfera saturada en vapor a una temperatura de 60°C. Finalmente, la identificación se lleva a cabo a partir del comportamiento de los agregados orientados [Sanz-Arauz, 2009].

El protocolo fue el mismo utilizado por Sanz-Arauz, que consiste en el secado de las muestras en una estufa a 50°C durante 24 horas, que posteriormente se muelen y tamizan. El siguiente paso consiste en preparar una suspensión con agua destilada y la muestra a analizar y verterla en tubos de ensayo colocándolos en un baño agitador durante 2 días. A partir de estas soluciones se prepararon los agregados orientados para llevar a cabo los tratamientos mencionados anteriormente. El equipo utilizado fue el mismo que el citado en el apartado anterior, utilizando un intervalo angular barrido de 2-40° (2 θ).

4.4.1.5. ANÁLISIS TÉRMICO / TEMOGRAVIMETRÍA (ATD-TG)

Se ha observado el efecto que tiene la temperatura en el aerogel de sílice, mediante un análisis térmico diferencial simultáneo con termogravimetría (ATD-TG). El análisis termogravimétrico se utiliza habitualmente para calcular el agua molecular de los sulfatos de calcio, con el fin de cuantificar las fases; no obstante, en la presente tesis, ese tipo de cuantificación no pudo llevarse a cabo debido al contenido de agua interlaminar en los filosilicatos, que conlleva una pérdida de peso en rangos de entre temperatura ambiente hasta los 250 °C, de acuerdo con Warne y Blanc et al., solapándose a los de los sulfatos de calcio hidratados y semihidratados, por lo que esta técnica no se utilizó para este fin [Blanc et al., 2013; Warne, 1978].

El análisis térmico simultáneo se llevó a cabo mediante un equipo TA Instruments SDTQ600 (Fig. 4.8), del CAI de Técnicas geológicas de la UCM, utilizando el método de la rampa. Las condiciones experimentales fueron las siguientes: incremento constante de temperatura a 10°C/minuto entre 25 y 750°C. El ambiente de la muestra fue aire, con gas de purga de 200 mL/minuto, en un portamuestras de platino. El software utilizado para el análisis de los datos fue el TA Instruments Universal Analysis 2000.

Fig. 4.8. Equipo ATD - TG del CAI de Técnicas geológicas de la UCM utilizado para el análisis térmico.

4.4.1.6. CONTENIDO SÓLIDO Y DE CARBONO DEL SURFACTANTE

El surfactante se caracterizó midiendo su contenido sólido y su contenido de carbono orgánico. El primero se llevó a cabo mediante la técnica de gravimetría en un equipo KERN MRS 120-3 (Fig. 4.9) del grupo de investigación PCBM del IfB de la ETH Zürich.

Fig. 4.9. Equipo de la ETH Zürich utilizado para la caracterización del contenido sólido del surfactante.

El contenido de carbono orgánico se llevó a cabo mediante la formulación de una disolución homogénea en agua destilada del polímero surfactante de masa conocida, caracterizada posteriormente por un Analizador de Carbono Orgánico Total (TOC Analyzer) SHIMADZU TOC-VCSH/CSN (Fig. 4.10) del mismo centro que el ensayo anterior.

Fig. 4.10. Equipo TOC Analyzer de la ETH Zürich utilizado para obtener el contenido de carbono orgánico del surfactante.

4.4.2. ESTUDIO DE LA HIDRATACIÓN DEL YESO EN LOS MATERIALES COMPUESTOS

4.4.2.1. DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE SURFACTANTE

La cantidad de surfactante utilizada se determinó mediante ensayo y error, variando la concentración del mismo en agua destilada, hasta conseguir visualmente una mezcla homogénea y estable con el aerogel y el conglomerante. La concentración mínima de aditivo en la disolución, para cumplir con este objetivo, determinó la utilizada en la serie A (disolución al 0,1%), mientras que para la serie B, se utilizó una disolución al 5%. Esta concentración (5%), según Wei et al., es típica, a nivel industrial, cuando se utiliza este tipo de aditivos como agentes aireantes en cemento, para estabilizar burbujas de aire en la matriz, siendo también, una de las concentraciones utilizadas por el fabricante, en la ficha técnica, para caracterizar el surfactante [Wei et al., 2013].

La adición de surfactante, en relación al agua de amasado, al igual que en el caso de los hormigones espumados, mantiene constante la tensión superficial de la disolución utilizada para las distintas proporciones de aerogel, mientras que, la concentración al 5%, se utilizó como límite superior, en caso de que las partículas de aerogel se comportaran de forma similar a burbujas de aire.

4.4.2.2. RELACIÓN AGUA/YESO

Debido a la alta absorción de agua por parte del aerogel modificado por el surfactante, no fue posible fijar la relación agua/yeso como una constante, por lo que se fijó la trabajabilidad de las mezclas mediante la mesa de sacudidas (Fig. 4.11).

Fig. 4.11. Mesa de sacudidas del Laboratorio de Materiales de Construcción de la ETSAM, UPM.

El procedimiento utilizado es una adaptación del método manual de la mesa de sacudidas descrito en la norma UNE-EN 13279, Yesos de construcción y conglomerantes a base de yeso para la construcción. Parte 2: Métodos de ensayo:

- a) Se formula una disolución acuosa a partir de agua destilada y surfactante (con la concentración correspondiente a cada serie de ensayo) y se pesa el conglomerante y el aerogel (según cada serie) depositándolos en recipientes separados. Las cantidades se obtienen mediante una balanza electrónica de precisión $\pm 0,01$ g.
- b) Se deposita la disolución en un cuenco de vidrio adecuado para la formulación de pastas de yeso, según la norma citada, con la cantidad correspondiente a cada serie.
- c) Se añade el conglomerante espolvoreándolo en un tiempo de 30 segundos.
- d) Se deja reposar la mezcla durante 60 segundos.
- e) Se revuelve manualmente durante 30 segundos, describiendo 30 movimientos en forma de ocho y se deja reposar la mezcla durante 30 segundos.

- f) Se añade el aerogel y se revuelve durante 30 segundos describiendo 30 movimientos en forma de ocho. De este modo se permite que el conglomerante se hidrate parcialmente antes de añadir el aerogel granulado que absorberá el exceso de agua.
- g) Una vez conseguida la mezcla, se vierte en un molde cónico descrito en la norma en cuestión, colocado en el centro de la placa de cristal de la mesa de sacudidas, enrasándolo con una espátula y retirando el exceso de pasta.
- h) Se levanta verticalmente el cono y se aplican posteriormente 15 golpes verticales, mediante el manubrio de la mesa de sacudidas a una velocidad de un golpe por segundo.
- i) Se mide el diámetro de la galleta en dos direcciones perpendiculares con una precisión de 1 milímetro, repitiendo el ensayo hasta conseguir 160 mm en todas las series (Fig. 4.12).

La mezcla se lleva a cabo con una espátula de silicona (5,1 x 7,9 cm, largo total de 24,2 cm), para evitar la rotura de partículas de aerogel.

Fig. 4.12. Mezcla homogénea de una serie (con conglomerante y aerogel), con el índice de escurrimiento adecuado.

Estos ensayos permitieron estudiar la retención de agua por parte de las partículas de aerogel, analizando el factor común en todas las series, estableciendo una cantidad de agua para el conglomerante (similar a la de la muestra referencia) y el resto para el aerogel.

Una vez obtenidas las relaciones agua/yeso para índices de escurrimiento de 160 mm en todas la series, se llevó a cabo la preparación de las muestras del **grupo principal**, realizando las mezclas con el mismo método descrito anteriormente, hasta el apartado (f), vertiendo posteriormente las pastas en moldes standard de 4 x 4 x 16 cm, confeccionando 6 probetas prismáticas para cada serie, así como en moldes de 11 x 5 x 2 cm, obteniendo dos probetas por cada serie de ensayo. Para todas ellas se calculó la densidad aparente del mortero fresco (partir del peso de la pasta en el molde y su volumen).

4.4.2.3. ISOTERMA DE ADSORCIÓN

Se llevó a cabo un análisis de la cantidad de surfactante que es capaz de adsorber el conglomerante mineral, mediante el método descrito por Palacios et al. Para ello, se desarrolló un **grupo secundario** de muestras experimentales, que consistieron en mezclas del conglomerante, agua y el surfactante (relación agua/yeso de 2), obtenidas por el método descrito anteriormente hasta el inciso f, (sin añadir aerogel en el segundo proceso de mezcla manual de 30 segundos), para un total de 20 mezclas, incrementando la cantidad de surfactante desde 0 mg de polímero/g de conglomerante, hasta 40 mg de polímero/g de conglomerante. Una vez conseguidas las mezclas se colocaron en recipientes en un baño agitador durante 3 horas a 23°C y 200 rpm (Fig. 4.13) [Palacios et al., 2012].

Fig. 4.13. Baño agitador de la ETH Zúrich utilizado para las mezclas.

Posteriormente se llevó a cabo un centrifugado a 10.000 rpm durante 10 minutos para extraer la fase líquida, filtrada mediante un filtro de 0,45 μm , ajustado a una jeringuilla. Finalmente, se analizó el contenido de carbono orgánico no adsorbido por el conglomerante

(restante en la disoluciones extraídas) mediante el Analizador de Carbono Orgánico Total (TOC Analyzer) SHIMADZU TOC-VCSH/CSN de la ETH, mencionado anteriormente.

La cantidad de surfactante adsorbida se determinó a partir de la diferencia entre la cantidad de polímero inicial y la cantidad presente en las soluciones analizadas por TOC. Este método es utilizado típicamente para medir la adsorción de aditivos en sistemas de cemento [Alonso et al., 2013; Bowen et al., 2009; Palacios et al., 2012].

Estos ensayos se llevaron a cabo en los laboratorios del grupo PCBM de la ETH Zúrich, durante la estancia de investigación.

4.4.2.4. COMPOSICIÓN VOLUMÉTRICA EN ESTADO FRESCO

La composición volumétrica y contenido de aire de las mezclas provee información importante acerca de la macroestructura de los compuestos, de gran utilidad para analizar los cambios ocurridos por la incorporación de aerogel de sílice en la matriz del conglomerante.

Estos cálculos se llevaron a cabo mediante el método descrito en la norma ASTM Standard C138/C138M:2014, a partir de las siguientes ecuaciones:

$$D_T = \Sigma (M) / \Sigma (M / D_R) \quad (4.2)$$

$$Aire (\%) = [(D_T - D_A) / D_T] \times 100 \quad (4.3)$$

D_T = Densidad teórica del compuesto a partir de la ecuación anterior

D_A = Densidad aparente del compuesto medida experimentalmente

M = Masa de los componentes en la mezcla según la dosificación

D_R = Densidad real de los componentes en la mezcla

4.4.2.5. DIFRACCIÓN DE RAYOS X. MÉTODO DEL POLVO CRISTALINO

Se ha realizado un análisis de la evolución de las fases minerales a los 7 días, del **grupo principal** de muestras, de todos los compuestos, mediante balanza hidrostática, mortero de ágata, un tamiz de 53 μm y difracción de rayos-X, con el método descrito en el apartado 4.5.1.3.

4.4.2.6. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO CON MICROANÁLISIS

Se ha llevado a cabo un reconocimiento de la morfología y textura cristalina del conglomerante en las muestras fraguadas, así como su interfaz con el aerogel, mediante Microscopía Electrónica de Barrido con microanálisis (MEB-EDAX), a partir de muestras en fractura, metalizadas en oro, similares a las llevadas a cabo por Sanz-Arauz [Sanz-Arauz, 2009].

Se obtuvieron micrografías a 100 y 2000 aumentos mediante electrones secundarios, con una tensión de aceleración de 20KV, utilizando un equipo JEOL JSM-820 con microanálisis (Fig. 4.14) y el software Oxford ISIS-Link, para el tratamiento de las imágenes. Estos ensayos fueron llevados a cabo en el CAI de Técnicas geológicas de la UCM.

Fig. 4.14. Microscopio electrónico de barrido con microanálisis del CAI de Técnicas geológicas de la UCM.

Posteriormente, durante la estancia de investigación mencionada, se llevaron a cabo nuevas micrografías (**grupo secundario**), con las mismas relaciones agua/yeso de las muestras

con mayor contenido de aerogel (100%) de las series A y AT (esta vez sin aerogel), con y sin surfactante, para observar el efecto del agua y el surfactante individualmente en la morfología cristalina del yeso.

La preparación de las muestras se realizó con el método de la norma UNE-EN 13279, extrayendo la solución acuosa mediante centrifugado a 10.000 rpm, a los 3 minutos y a las 3 horas (en baño agitador), de forma similar a lo descrito en el apartado 3.5.2.3. En esta ocasión se desarrollaron muestras experimentales a partir del conglomerante restante de este procedimiento, para posteriormente llevar a cabo nuevas micrografías, con el fin de observar la morfología y textura cristalina.

Estas micrografías se obtuvieron a 2000 aumentos, mediante electrones secundarios y una tensión de aceleración de 20KV, para su correcta comparación con las series con aerogel, permitiendo obtener imágenes de características similares. El equipo utilizado fue un SEM QUANTA 600 FEI del grupo PCBM del IfB de la ETH Zürich (Fig. 4.15).

Fig. 4.15. Microscopio electrónico de barrido del grupo PCBM de la ETH Zürich.

4.4.2.7. ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN ÓPTICA DE PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP-OES)

Los ensayos realizados al grupo de muestras secundarias, mencionadas en el apartado anterior, se complementaron analizando la solución restante (filtrada a $0,45\ \mu\text{m}$), mediante

espectrometría de emisión óptica de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES). De este modo, fue posible cuantificar la concentración de iones de sulfato y calcio, tanto en presencia, como en ausencia del surfactante, de tal modo que se pudo analizar si el surfactante modifica la solubilidad del conglomerante en agua, y por lo tanto, pudiendo alterar el proceso de hidratación de los sulfatos de calcio.

Estos ensayos se llevaron a cabo mediante un equipo iCAP 6000 SERIES de la marca Thermo Scientific del grupo PCBM del IfB de la ETH Zúrich (Fig. 4.16).

Fig. 4.16. ICP-OES del grupo PCBM de la ETH Zúrich.

4.4.2.8. CALORIMETRÍA ISOTERMA

Para complementar los dos ensayos mencionados anteriormente, se analizaron los cambios en la evolución del calor de hidratación del conglomerante mineral durante la hidratación, generados por la alta relación agua/yeso, el surfactante y el tamizado del conglomerante mineral, en las proporciones de adición de aerogel del 100% (series A y AT), llevando a cabo muestras con y sin surfactante. Este estudio complementario se realizó mediante calorimetría isoterma (Fig. 4.17), a partir de *muestras secundarias* de apoyo, desarrolladas con el método descrito en la norma UNE-EN 13279, colocando las muestras a los 3 minutos de mezclado en el calorímetro a 23 °C, sin separar la fase líquida.

Fig. 4.17. Calorímetro isotérmico CALMETRIX I-Cal 8000 del grupo PCBM de la ETH Zúrich.

Los ensayos de calorimetría isoterma se llevaron a cabo mediante un calorímetro CALMETRIX I-Cal 8000 del grupo PCBM de la ETH Zúrich, durante la estancia de investigación.

4.4.2.9. TIEMPO DE FRAGUADO

El tiempo de fraguado de las pastas se determinó mediante el método del cuchillo, según la norma UNE-EN 13279. Estos ensayos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Materiales de Construcción de la ETSAM de la UPM.

4.4.3. ENSAYOS FÍSICOS Y MECÁNICOS DEL MORTERO ENDURECIDO

4.4.3.1. DENSIDAD APARENTE Y POROSIDAD ACCESIBLE AL AGUA

Las propiedades físicas analizadas fueron de utilidad para complementar el análisis de las propiedades mecánicas y térmicas. Por un lado, la densidad aparente es de gran utilidad para valorar los cambios en el material al incorporar aerogel de sílice en la matriz del conglomerante en distintos porcentajes, tanto desde el punto de vista de sus propiedades mecánicas como de sus propiedades térmicas. Por otro lado, la porosidad accesible al agua de los compuestos aporta información útil para valorar el efecto del surfactante, tanto en el aerogel como en la matriz del conglomerante.

Los ensayos de densidad aparente y porosidad accesible al agua fueron realizados por el método descrito por Sanz-Arauz [Sanz-Arauz, 2009], utilizando 3 probetas de 4 x 4 x 16 cm (llevadas a cabo de acuerdo con el apartado 4.5.2.2), mediante una balanza hidrostática electrónica, a la edad de 7 días, utilizando las siguientes ecuaciones citadas por Mayor Lobo y Hernandez Olivares [Mayor Lobo y Hernandez Olivares, 2007]:

$$D_A = \frac{Pd}{P_s - P_{ss}} \times 100 \quad (4.4)$$

$$Abs(\%) = \frac{P_s - Pd}{Pd} \times 100 \quad (4.5)$$

$$POR_{ab} = \frac{P_s - Pd}{Pd - P_{ss}} \times 100 \quad (4.6)$$

D_A = Densidad aparente del compuesto

$Abs(\%)$ = Coeficiente de absorción (%)

POR_{ab} = Porosidad abierta (%)

Pd = Peso desecado (g) en estufa a 45°C

P_s = Peso saturado (g)

P_{ss} = Peso sumergido (g)

El peso seco se obtuvo desecando las probetas a 45°C en una estufa durante 24 horas, hasta conseguir peso constante. El peso saturado se obtuvo mediante la inmersión de las probetas en agua durante 48 horas. El peso sumergido se obtuvo en una balanza hidrostática, a partir de la inmersión de las probetas. El volumen aparente se obtuvo restando el peso saturado al peso sumergido.

4.4.3.2. COMPOSICIÓN VOLUMÉTRICA EN ESTADO SECO

La composición volumétrica y contenido de aire de las mezclas en estado seco, se obtuvieron utilizando los valores de densidad y volumen aparente en estado seco y aplicando la ecuación del apartado 4.5.2.4 y teniendo en cuenta las proporciones de los sulfatos cálcicos obtenidas por DRX, en el apartado 4.5.2.5. A partir de los datos de la composición volumétrica, se obtuvieron los datos relacionados con la porosidad real, tanto de la matriz de yeso, como del total del compuesto, incluyendo la porosidad aportada por el aerogel.

Por otra parte, la interacción del surfactante con los componentes de los compuestos se determinó a partir de la isoterma de adsorción del apartado 4.5.2.3, teniendo en cuenta la capacidad de adsorción de surfactante por parte del conglomerante, para la parte proporcional de la matriz, y considerando que el resto del surfactante no adsorbido por el conglomerante se depositó en el interior de las partículas de aerogel.

4.4.3.3. ENSAYOS MECÁNICOS:

COMPRESIÓN, FLEXIÓN Y DUREZA SUPERFICIAL

La incorporación del un material frágil, como es el aerogel, en la matriz de un conglomerante supone una pérdida en las resistencias mecánicas, que son vitales para la posible aplicación del material; por ello, se ha medido el comportamiento mecánico de los compuestos, a partir de ensayos de rotura a compresión, flexión y dureza superficial. No se llevaron a cabo otro tipo de ensayos mecánicos como adherencia al soporte debido al alcance de la tesis.

La metodología de ensayos mecánicos utilizada es la descrita en la norma UNE-EN 13279, a partir de 3 probetas prismáticas de 4 x 4 x 16 cm confeccionadas de acuerdo con el apartado 4.5.2.2, a la edad de 7 días, desecadas en una estufa a 45°C durante 24 horas. La resistencia a flexión se llevó a cabo en una prensa Microtest modelo EX-F de 10 kN, mientras que la resistencia a compresión se obtuvo en una prensa Mecánica Científica de 2000 kg (Fig.

4.18), a partir de una mitad de cada probeta del ensayo a flexión, comprimiendola hasta su rotura.

Fig. 4.18. Prensa Mecánica Científica de 2000 kg de la ETSAM, UPM.

Los ensayos de dureza Brinell se llevaron a cabo mediante un durómetro Centaur HBY-20-MD marca Ibertest (Fig. 4.19), con la otra mitad de cada probeta restante de los ensayos a flexión, aplicando una carga mediante una bola de acero endurecido de 10 mm de diámetro en las caras laterales (en contacto con el molde) de la muestra de ensayo, de acuerdo con la norma citada anteriormente.

Fig. 4.19. Durómetro Centaur HBY-20-MD de la ETSAM, UPM.

Todos los ensayos mecánicos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Materiales de Construcción de la Escuela Técnica Superior de Arquitectura de la Universidad Politécnica de Madrid.

4.4.4. ENSAYOS TÉRMICOS DEL MORTERO ENDURECIDO

4.4.4.1. CONDUCTIVIDAD TÉRMICA

La conductividad térmica es la propiedad principal de la que depende el nivel de aislamiento térmico, por lo que estudiarla es de uno de los objetivos principales de esta tesis, siendo la única propiedad térmica estudiada.

Para medir la conductividad térmica de las muestras de ensayo, se utilizó un equipo FP2C Neotim, (ASTM 5930-97 standard), del Instituto Tecnológico de la Construcción Aidico, en Paterna, Valencia. Este equipo utiliza el método del “Hilo caliente”, descrito por RILEM [RILEM, 1992]. El rango de medida del equipo se encuentra entre 0,02 y 5 W/m·K.

Para este ensayo se utilizaron dos probetas de 11 x 5 x 2 cm, desarrolladas mediante el método descrito en el apartado 4.5.2.2.

Se llevó a cabo un análisis sobre la influencia que tienen los componentes en volumen en el valor de conductividad térmica final de los compuestos minerales aislantes, a medida que se incrementa el porcentaje de adición de aerogel en la matriz del conglomerante. A partir de los resultados y mediante la modificación de una ecuación existente, se ha propuesto un modelo matemático capaz de predecir la conductividad térmica, a partir de la proporción de los componentes en los compuestos.

4.4.5. SIMULACIÓN DE EFICIENCIA ENERGÉTICA

La presente tesis no pretende abordar estudios exhaustivos sobre la aplicación del material, ya que no es su objetivo principal, debido a la magnitud que supone desarrollarlos; no obstante, es interesante valorar el ahorro energético potencial que puede aportar el material aislante, dependiendo de su espesor.

De acuerdo con las propiedades obtenidas (alta capacidad aislante y baja resistencia mecánica), y debido a la necesidad de establecer una posible configuración del sistema constructivo para llevar a cabo la simulación energética, se ha propuesto teóricamente una posible aplicación como aislamiento por el interior, vaciado entre el muro de fachada y un elemento autoportante basado en placa de yeso laminado, orientado a edificios antiguos cuya fachada se encuentre protegida por su valor histórico, artístico o cultural.

Es de esperar que la solución teórica propuesta, debido a las propiedades intrínsecas del aerogel, así como los resultados de difusividad al vapor publicados por otros autores, en morteros minerales con aerogel, genere un riesgo de condensaciones en su aplicación práctica, por lo que en este sentido, habría que considerar la colocación de una lámina de vapor, entre el mortero aislante y la placa de yeso; no obstante, la aplicación del material queda fuera del alcance de esta tesis.

La simulación energética se llevó a cabo mediante el software Design Builder v.4.2 (octubre 2015), utilizando los datos climáticos del DB-HE-2013, en la que se estudió la rehabilitación energética de una vivienda tipo ubicada, tanto en Málaga (Zona A), Madrid (Zona D) y Burgos (Zona E), analizando el porcentaje de ahorro energético aportado por el material aislante de fachada, con dos espesores distintos y en comparación con su estado inicial.

Finalmente, se ha comparado el espesor necesario para cada nivel de aislamiento, en comparación con algunos productos del mercado: un panel de lana mineral (típico de la rehabilitación energética) y los dos morteros de mayor capacidad aislante del mercado español basados en agregados ligeros.

El método de simulación energética utilizado es el sistema denominado «auto-referente» (opción simplificada) del Real Decreto 47/2007, en el que se compara un edificio base, con otro al que se aplican las mejoras, en este caso, la incorporación de aislamiento térmico en las fachadas. Finalmente se comparan ambos con otro, a partir del edificio base, pero con las características de la envolvente, según el “edificio de referencia” del CTE:

- Misma forma, tamaño, zonificación interior, usos, niveles de iluminación, instalaciones térmicas, etc.
- Mismos sistemas constructivos base, posterior mejora del sistema constructivo del muro de fachada y los sistemas constructivos del “edificio de referencia” del CTE.
- Consideración de las instalaciones térmicas según RITE.
- Condiciones operacionales según el CTE, para uso residencial.
- Estanqueidad del aire: Tasa (renov/h) 0,63
- Sin consideración de puentes térmicos en la envolvente
- Demanda y consumo energéticos de acuerdo con LIDER-CALENER y DB-HE-2013, tomando en cuenta, además del edificio base (Fig. 4.20 – 4.22), dos posibilidades de mejora del aislamiento térmico, variando el espesor del mismo de acuerdo con los requisitos de transmitancia térmica, establecidos en el CTE, de acuerdo con las tres zonas climáticas establecidas para el estudio (zona A, D y E): Nivel de aislamiento 1: edificios existentes y Nivel 2: requerimientos para obra nueva.

Fig. 4.20. Planta baja de la vivienda unifamiliar utilizada para el estudio de simulación energética.
Fuente: Máster MAYAB de la ETSAM, UPM.

Fig. 4.21. Planta primera de la vivienda unifamiliar utilizada para el estudio de simulación energética.
Fuente: Máster MAYAB de la ETSAM, UPM.

Fig. 4.22. Alzados de la vivienda unifamiliar utilizada para el estudio de simulación energética.
Fuente: Máster MAYAB de la ETSAM, UPM.

Los niveles de mejora del aislamiento térmico del edificio base son los exigidos por el DB HE-2013, según la transmitancia de los muros de fachada, para los casos, tanto de edificios existentes a los que se le lleve a cabo una renovación <25% de su envolvente, como los de obra nueva (Tabla 4.7).

Tabla 4.7

Transmitancia de los muros de fachada ($\text{W/m}^2\cdot\text{K}$), según el DB HE-2013, Sección 1 y apéndice E

	Zona climática		
	A (Málaga)	D (Madrid)	E (Burgos)
Renovación de la envolvente <25% de la superficie	1,25	0,60	0,55
Obra nueva	0,50	0,27	0,25

El proyecto de vivienda unifamiliar de dos niveles, objeto de estudio, representa de forma simplificada, las viviendas construidas entre los años 1900 a 1959 con fachada de ladrillo macizo (existiendo otros casos diferentes en cuanto a sus materiales, pero no tenidos en cuenta en este estudio).

Las transmitancias de los cerramientos del edificio base se exponen a continuación, según el proyecto EEI-TABULA del IVE [IVE, 2014a]. La Tabla 4.8, hace referencia al muro de fachada del edificio sin rehabilitar.

Tabla 4.8

Componentes del muro de fachada del edificio base.

MURO DE FACHADA Edificio base (Capas)	Conductividad térmica λ ($\text{W/m}\cdot\text{K}$)	Espesor e (m)	Resistencia térmica ($\text{m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$) $R = e/\lambda$
Capa de aire exterior	-	-	0,040
Enfoscado de cemento	1,130	0,013	0,012
Ladrillo macizo	1,36	0,24	0,176
Enlucido de yeso	0,400	0,013	0,033
Capa de aire interior	-	-	0,130
R TOTAL = ΣR			0,390
			U = 2,561 ($\text{W/m}^2\cdot\text{K}$)

La transmitancia de la cubierta, para la simulación de todos los casos, es la siguiente (Tabla 4.9).

Tabla 4.9

Componentes de la cubierta del edificio base.

CUBIERTA Edificio base (Capas)	Conductividad térmica λ (W/m.K)	Espesor e (m)	Resistencia térmica (m².K/W) $R = e/\lambda$
Capa de aire exterior	-	-	0,040
Teja + cañizo + yeso	2,500	0,15	0,060
Capa de aire interior	-	-	0,100
$R_{TOTAL} = \Sigma R$			0,200
			$U = 5,000$ (W/m².K)

Al igual que la cubierta, la transmitancia del suelo utilizada para la simulación, se mantiene sin cambios en todos los casos (Tabla 4.10).

Tabla 4.10

Componentes del suelo del edificio base.

SUELO Edificio base (Capas)	Conductividad térmica λ (W/m.K)	Espesor e (m)	Resistencia térmica (m².K/W) $R = e/\lambda$
Baldosa cerámica + mortero	0,115	0,15	1,304
$R_{TOTAL} = \Sigma R$			1,514
			$U = 0,660$ (W/m².K)

De igual forma que los dos cerramientos anteriores, se utiliza una transmitancia de ventana sin cambios, en todos los casos de simulación (Tabla 4.11), simplificando las utilizadas en las épocas en cuestión, de acuerdo con la referencia mencionada anteriormente.

Tabla 4.11

Ventanas del edificio base.

VENTANAS Edificio base	
Carpintería de madera (abatible)	$U = 5,000$ (W/m².K)

Una vez establecidos los parámetros del edificio base, se presenta la transmitancia y configuración por capas de los muros de fachada del edificio, incorporando un aislamiento térmico a base de anhidrita y aerogel (desarrollado en esta tesis, con la conductividad térmica que se obtenga posteriormente), según las exigencias establecidas en la Tabla 4.7.

A continuación se presentan las características de simulación del muro de fachada con mejoras (Tabla 4.12).

Tabla 4.12

Componentes del muro de fachada del edificio.

MURO DE FACHADA – ZONA A Exigencias para edificios existentes (Capas)	Conductividad térmica λ (W/m.K)	Espesor e (m)	Resistencia térmica (m ² .K/W) $R = e/\lambda$
Capa de aire exterior	-	-	0,040
Enfoscado de cemento	1,130	0,013	0,012
Ladrillo macizo	1,36	0,24	0,176
Enlucido de yeso	0,400	0,013	0,033
Anhidrita/Aerogel	a determinar	variable	variable
Placa de yeso laminado	0,250	0,013	0,052
Capa de aire interior	-	-	0,130
$R_{TOTAL} = \Sigma R$			0,442 + mortero aerogel
			$U = 2,260$ (W/m².K) – mortero aerogel

Las viviendas unifamiliares, dentro de su conjunto, pueden localizarse de distintas maneras. En el caso de viviendas pareadas, existe el caso de viviendas en cada esquina (Este y Oeste), como viviendas localizadas entre dos viviendas. Por otro lado, también puede darse el caso de viviendas exentas. Por esa razón, se llevaron a cabo simulaciones teniendo en cuenta todas estas variables (Fig. 4.23).

Fig. 4.23. Casos de simulación de la vivienda unifamiliar de acuerdo con su localización en conjunto.

En cuanto a la orientación, solo se llevaron a cabo simulaciones teniendo en cuenta una orientación norte – sur, colocando el acceso de las viviendas en la fachada norte.

Finalmente, en la Tabla 4.13, podemos ver la matriz de casos de simulación energética llevados a cabo en la tesis doctoral, teniendo en cuenta, tanto las zonas climáticas, los distintos niveles de aislamiento térmico y la localización de la vivienda en su conjunto. De este modo se puede tener una aproximación al potencial ahorro energético del material aislante desarrollado en la tesis, para una vivienda típica española construida entre los años 1900 a 1959, con fachada de ladrillo macizo y con orientación norte - sur.

Tabla 4.13

Matriz de casos de simulación del consumo energético de la tesis doctoral

Intervención	Zona A (Málaga)	Zona D (Madrid)	Zona E (Burgos)	TOTAL
Edificio base	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	12
Rehabilitación edificios existentes	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	12
Requerimientos de obra nueva	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	12
Edificio “referencia del CTE”	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	F / E / O / Ex	12
CASOS DE SIMULACIÓN	16	16	16	48

Simbología: (F): Vivienda flanqueada; (E): Viv. esquina este; (O): Viv. esquina oeste; (Ex): Viv. Exenta

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

- 5.1 Caracterización de los materiales de estudio
- 5.2 Estudio de la hidratación del yeso en los materiales compuestos
- 5.3 Efecto de la macroestructura y microestructura en las propiedades físicas (elementales) y mecánicas de los compuestos
- 5.4 Efecto de la macroestructura y microestructura en la conductividad térmica del material
- 5.5 Correlación entre las propiedades físicas (elementales, mecánicas y conductividad térmica)
- 5.6 Ahorro energético del mortero aislante en un caso de rehabilitación energética

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Durante el desarrollo de esta tesis, se ha podido observar que, es posible compatibilizar aerogeles de sílice hidrófugos con conglomerantes minerales hidráulicos, para formar compuestos altamente aislantes, utilizando un aditivo surfactante, capaz de modificar la interacción del aerogel con el agua.

Para entender los factores que controlan la capacidad aislante y el comportamiento mecánico de los compuestos minerales resultantes, se ha llevado a cabo un estudio sistemático utilizando dos distintas dosis de surfactante, variando el contenido de aerogel y su respectiva demanda de agua.

Posteriormente en una segunda etapa, se ha tamizando el conglomerante mineral para aumentar su superficie específica, y por lo tanto, mejorar su hidratación, utilizando la cantidad óptima de surfactante, y con ello, estudiar el efecto en las propiedades del material.

El trabajo experimental se ha iniciado caracterizando los materiales de estudio; posteriormente, se ha llevado a cabo un estudio de la hidratación, del cual se pudo tener, como punto de partida, información sobre los cambios en la macroestructura y microestructura, generados por las variables mencionadas anteriormente, sentando una base de discusión para valorar los posteriores efectos en la conductividad térmica y el comportamiento mecánico del material, generados por la incorporación de aerogel de sílice hidrófugo en una matriz de yeso, a partir de un sulfato de calcio multifase, mediante la utilización de un surfactante.

5.1. CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES DE ESTUDIO

5.1.1. DENSIDAD REAL POR PICNÓMETRO DE HELIO Y SUPERFICIE ESPECÍFICA

La densidad real del conglomerante, en su estado original y tamizado a 80 μm , así como la del aerogel de sílice, se obtuvieron mediante picnómetro de helio; los resultados de la medición llevada a cabo se muestran en la Tabla 5.1. También se presenta la densidad real del

surfactante, citada en la ficha técnica del producto, así como la superficie específica del conglomerante.

Por otra parte, la tabla presenta la densidad aparente de las partículas de aerogel, de acuerdo con los estudios de Neugebauer, a partir del cual se obtuvo el porcentaje de porosidad total [Neugebauer et al., 2014].

Tabla 5.1
Densidad real y superficie específica de los materiales base

Material	Densidad real (g/cm ³)	Densidad de la partícula (g/cm ³)	Porosidad (%)	Superficie específica (cm ² /g)
Sulfato cálcico multifase	2,732	-	-	306,1
Sulfato cálcico multifase < 80µm	2,739	-	-	533,7
Aerogel granulado hidrófugo	1,845	0,155**	91,6	
Surfactante	1,03*	-	-	

* Según ficha técnica, ** Según [Neugebauer et al., 2014].

Esta información fue de vital importancia para analizar los componentes por volumen de todas las muestras, especialmente en relación al aerogel, ya que a partir de la correcta interpretación de la densidad del esqueleto (densidad real), la densidad aparente de la partícula y la porosidad total, fue posible establecer la interacción con los otros componentes del compuesto, y por lo tanto, la macroestructura generada en los mismos.

5.1.2. ANÁLISIS DE LAS FASES MINERALES POR DRX

El análisis de las fases minerales se llevó a cabo a partir de los tres planos cristalográficos (*hkl*) de mayor intensidad de los componentes más representativos, siendo los siguientes:

- a) **Yeso (*hkl*):** ($\bar{1}21$), (020) y ($\bar{1}41$), a una distancia interplanar (*d*) 4,28, 7,60, y 3,06 Å respectivamente.

- b) **Anhidrita (*hkl*):** (020), (102) and (200), a una distancia interplanar (*d*) 3,50, 2,85 y 2,33 Å respectivamente.
- c) **Basanita (*hkl*):** (400), (204) y (200), a una distancia interplanar (*d*) 3,00, 2,80 y 6,01 Å respectivamente
- d) **Cuarzo (*hkl*):** (100), (101) y (110), a una distancia interplanar (*d*) 4,26, 3,34 y 2.46 Å respectivamente.
- e) **Moscovita (*hkl*):** (131), ($\bar{1}$ 11) y (002), a una distancia interplanar (*d*) 2,56, 4,45 y 9.96 Å respectivamente.

Los archivos patrón de difracción del polvo (powder diffraction file – PDF) del Centro Internacional de Datos de Difracción (ICDD), utilizados para la semicuantificación, fueron los siguientes: yeso (01-070-0984), anhidrita (01-072-0503), basanita (00-041-0224), cuarzo (01-079-1910) y moscovita (01-084-1303).

Las figuras 5.1 y 5.2, muestran los difractogramas del sulfato de calcio multifase en su estado original y tamizado a 80 μm respectivamente. La Tabla 5.2 muestra la semicuantificación obtenida para ambos materiales.

Fig. 5.1. Difractograma del sulfato de calcio multifase utilizado en los ensayos.

Fig. 5.2. Difractograma del sulfato de calcio multifase tamizado a 80 µm utilizado en los ensayos.

Tabla 5.2

Semicuantificación de fases por DRX

Material	Anhidrita (%)	Basanita (%)	Cuarzo (%)	Moscovita (%)
Sulfato cálcico multifase	59	32	2	7
Sulfato cálcico multifase <80µm	67	26	1	6

Se puede observar que, la concentración de anhidrita y semihidrato es ligeramente diferente en ambos casos. El conglomerante en su estado original presentó una concentración del 59% de anhidrita (CaSO_4) y un 32% de basanita ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$), mientras que el tamizado a 80 µm, presentó una concentración 67% y 26% respectivamente, por lo tanto, una mayor proporción de la fase anhidra con respecto a la semihidratada.

Por otra parte, el conglomerante original presentó un 9% de impurezas, con un 2% de cuarzo (SiO_2) y un 7% de filosilicatos (representados por el patrón de la moscovita - $\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), mientras que el tamizado a 80 µm, las cantidades fueron 1% y 6% respectivamente, sumando un total de 7% de impurezas.

Por otro lado, el análisis por DRX llevado a cabo a los filosilicatos, a partir del método de los agregados orientados, mostró cuatro distintos tipos de estos: moscovita, esmectita, clorita y sepiolita (Fig. 5.3 y Fig 5.4).

Fig. 5.3. Difractograma de los agregados orientados, a partir de los filosilicatos del conglomerante mineral.

Tanto la moscovita, la esmectita y la clorita se caracterizan por poseer una estructura laminar y alta superficie específica [Schulze, 2002], mientras que la sepiolita presenta una estructura constituida por listones y canales; no es expansiva, es ligera y de alta porosidad, presentando una superficie específica alrededor de 300 m²/g [Singer, 2002]. Por otro lado, la clorita (superficie específica entre 26 y 45 m²/g) [Kohut y Warren, 2002] y especialmente la esmectita (de carácter expansivo y con superficie específica entre 600 – 800 m²/g) [Reid-Soukup y Ulery, 2002], se caracterizan por presentar interacción iónica o intercambio catiónico. Para esta última, varios autores han reportado interacción con cationes de calcio [Chatterjee et al., 2008], así como con surfactantes basados en PEO-PPO-PEO [Montarges et al., 1998], por lo que es de esperar que estas impurezas presenten interacciones con los iones de calcio (Ca²⁺) y el surfactante utilizado en esta tesis.

Fig. 5.4. Esquema de la estructura de los filosilicatos presentes en el conglomerante mineral.

5.1.3. ANÁLISIS TÉRMICO / TERMOGRAVIMETRÍA POR ATD-TG

El análisis térmico del aerogel de sílice (Fig. 5.5), muestra una pérdida de peso del 3,96% entre 370 - 405 °C, y un pico exotérmico alrededor de los 400 °C, correspondiendo con

el agente de sililación (grupos no-polares), responsable del carácter hidrófugo de las partículas, de acuerdo con Liu et al. [Liu et al., 2009].

Fig. 5.5. Análisis térmico y termogravimétrico del aerogel de sílice hidrófugo.

La figura anterior muestra el buen comportamiento del aerogel a altas temperaturas, ya que, a pesar de perder su hidrofobicidad alrededor de los 400 °C, se mantiene estable durante el resto de temperaturas del ensayo.

5.1.4. CONTENIDO SÓLIDO Y DE CARBONO DEL SURFACANTE

El contenido sólido del surfactante, obtenido mediante gravimetría, fue del 99,2%. Por otro lado, se preparó una disolución del 50 ml utilizando agua destilada; la parte proporcional de surfactante fue 0,2512 g, para un total de 49,9873 ml de disolución, por lo tanto, si dividimos la cantidad de surfactante entre el volumen total, tenemos una concentración de 0,00498 g/ml, es decir, una concentración de 4980 ppm. Posteriormente, el resultado obtenido del análisis TOC, para la misma disolución, fue de 2983 ppm, por lo que la proporción de carbono orgánico del surfactante es del 59,9%. Los dos datos obtenidos del surfactante se resumen en la Tabla 5.3.

Tabla 5.3
Caracterización del surfactante utilizado durante la tesis

Cuantificación	(%)
Contenido sólido del surfactante PE9200	99,2
Carbono Orgánico Total del surfactante PE9200	59,9

5.2. ESTUDIO DE LA HIDRATACIÓN DEL YESO EN LOS MATERIALES COMPUESTOS

5.2.1. ADSORCIÓN DE SURFACTANTE EN LA SUPERFICIE DEL CONGLOMERANTE

Teniendo en cuenta el orden en que los componentes se incorporan a la mezcla, se ha considerado que, primero es el conglomerante mineral el que interactúa con el surfactante, por lo que se asume que una parte del polímero es adsorbida inicialmente por las partículas del conglomerante.

Para evaluar esta capacidad, se llevó a cabo un análisis, a partir de las *muestras secundarias I.A.*, compuestas por el conglomerante mineral, agua y el surfactante, incrementando la concentración de este último en la disolución, a partir de la mezcla de los componentes, durante 3 horas. Posteriormente, se analizó la fase acuosa (extraída por centrifugado), mediante un analizador de Carbono Orgánico Total (TOC Analyzer). La cantidad de surfactante que el conglomerante es capaz de adsorber, se muestra en la Tabla 5.4.

Tabla 5.4

Composición y denominación de las muestras de ensayo del subgrupo isoterma de adsorción (I.A).

Nombre de la muestra	mg de polímero/g de conglomerante	Surfactante no adsorbido (ppm de carbono)	mg de polímero adsorbido/g de conglomerante
I.A (0)	-	8	0
I.A (0,25)	0,25	8	0,25
I.A (0,50)	0,50	9	0,50
I.A (0,75)	0,75	9	0,75
I.A (1)	1	9	0,99
I.A (1,5)	1.5	11	1,49
I.A (3)	3	13	2,98
I.A (5)	5	18	4,97
I.A (10)	10	218	9,28
I.A (15)	15	753	12,52
I.A (20)	20	1338	15,42
I.A (25)	25	2068	18,12
I.A (30)	30	3579	18,06
I.A (35)	35	5109	18,01

A continuación se presenta la isoterma de adsorción (Fig. 5.6), para las suspensiones citadas anteriormente. Se puede observar que el plató se consigue a los 18 mg de polímero adsorbido por cada gramo de conglomerante, es decir, 18 mg de polímero, es la cantidad máxima que cada gramo de conglomerante es capaz de adsorber.

Fig. 5.6. Isotherma de adsorción del surfactante y el conglomerante.

La imagen anterior muestra que, la adsorción del surfactante en el conglomerante es lineal y completa hasta concentraciones de 10 mg de surfactante inicial por cada gramo de conglomerante mineral.

A dosis mayores, la fracción de polímero adsorbida disminuye ligeramente, hasta alcanzar el plató de adsorción, de 18 mg de surfactante adsorbido por cada gramo de conglomerante mineral, para una dosis inicial de alrededor de 25 mg de surfactante por cada gramo de conglomerante.

Señalar que esta isoterma de adsorción es relativa al conglomerante específico utilizado en esta tesis, por lo que probablemente las impurezas, principalmente los filosilicatos, tengan una participación importante en la cantidad de surfactante adsorbido, como se mencionó en la caracterización del conglomerante mineral (Sección 5.1.2).

5.2.2. ABSORCIÓN DE AGUA DEL AEROGEL A PARTIR DEL ÍNDICE DE ESCURRIMIENTO

Durante la preparación de las mezclas, los aerogeles mostraron evidencia de una distinta capacidad de absorción de agua, dependiendo de la concentración de surfactante en la solución. En cierta medida, esto pudo ser evaluado mediante el análisis de la cantidad de agua necesaria en cada serie para alcanzar la misma fluidez, medida a partir del índice de escurrimiento, obtenido por la mesa de sacudidas.

Analizando la relación proporcional de los componentes, a medida que aumenta el contenido de aerogel, se considera una relación agua/yeso de 0,40 para el conglomerante, y el agua restante se considera que es absorbida por el aerogel. Esta consideración es soportada por la observación de que en todas las series, la relación agua/aerogel es más o menos constante.

En particular, el grupo de series A y AT, con la misma concentración de surfactante en la solución de mezcla (0,1%), mostraron una constante de 2,9 gramos de agua absorbida por cada gramo de aerogel, entre las series A(10) a (30) y AT(10) a (30), y un incremento de un 10% de agua, para las series A(100) y AT(100).

En cuanto al grupo de series B, con una concentración de surfactante en la disolución de la mezcla del 5%, las series B(10) a B(30) mostraron una constante de 3,7 g de agua absorbida por cada gramo de aerogel, y un incremento del 8% de agua necesaria para las series B(100).

El incremento de agua absorbida por las partículas de aerogel, en las series (100) de todos los grupos de muestras, probablemente se deba a la baja proporción en volumen del conglomerante, requiriendo agua adicional para mantener la misma fluidez, por lo tanto, no se ha considerado que es absorbida por el aerogel.

Por otro lado, se observó que, entre las distintas concentraciones de surfactante utilizadas, esta capacidad cambia, mostrando un 27,6% mayor cantidad de agua absorbida por

el aerogel para la serie B, con una concentración del 5% de surfactante, en comparación con las series A y AT, con una concentración del 0,1%.

El surfactante modifica la superficie del aerogel generando un recubrimiento hidrofílico alrededor del núcleo hidrófugo. Dependiendo de la cantidad de surfactante añadida, la cantidad de agua que se introduce en los gránulos de aerogel varía; no obstante, hay una cantidad mínima de surfactante necesaria para modificar el comportamiento hidrófugo del aerogel, permitiendo formar las pastas. Para el surfactante utilizado en este estudio, esta cantidad se encontró en una concentración del 0,1%, con respecto al agua de amasado.

Notar que, la interacción de las partículas de aerogel con al agua, cambia repentinamente a la concentración de surfactante mencionada, por lo tanto, una menor cantidad de surfactante no proporciona la compatibilidad necesaria para la formación de las pastas. Esto define una cantidad fija de agua y surfactante en relación con la adición de aerogel, a la que se le añade el agua necesaria para el conglomerante.

La relación entre el surfactante y el agua sugiere que, la tensión superficial de la solución acuosa, debe disminuir lo suficiente para ser compatible con las partículas de aerogel hidrófugo, y por lo tanto, poder formar las pastas compuestas con conglomerantes minerales hidráulicos.

Un resultado interesante es que, a pesar de que es necesaria una mayor cantidad de agua, a medida que se incrementa la adición de aerogel, esta cantidad es aparentemente constante con respecto a la cantidad de aerogel añadida, aunque también a la concentración de surfactante en la disolución, aumentando la capacidad de absorción de agua del aerogel, para la concentración de surfactante mayor utilizada en los ensayos (5%).

5.2.3. DENSIDAD APARENTE Y COMPOSICIÓN VOLUMÉTRICA EN ESTADO FRESCO

Durante la preparación de las muestras del *grupo principal*, se midió la densidad en estado fresco, un dato de gran relevancia para poder establecer la proporción en volumen de las muestras de ensayo, así como la cantidad de aire ocluido.

La Tabla 5.5 muestra los datos obtenidos de todos los compuestos, así como la relación agua/yeso y el porcentaje de aerogel, en función del peso del conglomerante para cada caso. Como se mencionó anteriormente, no fue posible fijar la relación agua/yeso, debido a la alta absorción de agua del aerogel, modificado por el surfactante, por lo que se fijó un índice de escurrimiento de 160 mm (obtenido por la mesa de sacudidas) para todos los casos.

Tabla 5.5

Densidad aparente en estado fresco, relación A/Y y porcentaje de aerogel de las muestras del grupo principal.

Nombre de la serie	Agua/Yeso (Relación)	Aerogel (% del conglomerante)	Densidad aparente (kg/m ³)
Referencia	0,45	-	1760
Referencia AT (<80 μ m)	0,45	-	1753
A(0)	0,45	-	1754
A(10)	0,69	10	965
A(20)	0,98	20	750
A(30)	1,27	30	633
A(100)	3,60	100	463
B(0)	0,45	-	1657
B(10)	0,81	10	1045
B(20)	1,20	20	820
B(30)	1,59	30	725
B(100)	4,62	100	555
AT(0)	0,45	-	1738
AT(10)	0,69	10	970
AT(20)	0,98	20	751
AT(30)	1,27	30	648
AT(100)	3,60	100	463

Como era de esperar, la densidad en estado fresco disminuye a medida que se incorpora mayor cantidad de aerogel; sin embargo, las muestras de la serie B, presentaron una densidad aparente ligeramente mayor, debida a la mayor cantidad de agua absorbida por las partículas de aerogel.

La Fig. 5.7 muestra gráficamente la disminución de la densidad aparente en estado fresco, a medida que se incorpora mayor cantidad de aerogel en las distintas series.

Fig. 5.7. Densidad aparente de las muestras en estado fresco, en función del porcentaje de aerogel en volumen.

Se puede observar en la figura anterior que, la disminución de la densidad en estado fresco, es lineal en todos los casos, si se compara con la proporción de aerogel en volumen (presentada posteriormente), con una R^2 de 0,977.

El grupo de series A y AT, con la misma proporción en peso de sus componentes, siguen la misma tendencia; sin embargo, el grupo de series B, presenta una disminución menos pronunciada de esta propiedad, debido a la mayor cantidad de agua en el interior del aerogel.

Las diferencias, en cuanto a la densidad aparente en estado fresco de las muestras, sin aerogel, se deben al contenido de aire introducido durante el amasado y a la cantidad de surfactante.

Por un lado, si comparamos las dos referencias (Tabla 5.5), podemos observar que, el tamizado del conglomerante genera densidades ligeramente menores, es decir, una introducción de aire ligeramente mayor, como analizaremos posteriormente, ocurriendo igualmente en las muestras con la misma cantidad de surfactante A(0) y AT(0) (Fig. 5.8).

Sin embargo, la muestra B(0), presentó un densidad aparente menor a las otras dos muestras mencionadas anteriormente, debido al aumento de la cantidad de surfactante, que como se ha explicado anteriormente, puede generar un efecto espumante.

Fig. 5.8. Densidad aparente de las muestras en estado fresco, en función del porcentaje de pasta de yeso en volumen.

En cuanto a la composición volumétrica de los componentes, si no se lleva a cabo ninguna consideración sobre el agua absorbida por el aerogel, ni el surfactante adsorbido por el conglomerante, la distribución en estado fresco de los componentes por volumen (m^3) en las muestras del *grupo principal* se correspondería con lo presentado a continuación (Tabla 5.6).

Tabla 5.6

Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado fresco para un metro cúbico.

Nombre de la serie	Conglomerante (m ³)	Agua (m ³)	Aerogel (m ³)	Surfactante (m ³)	Aire ocluido (m ³)
Referencia	0,444	0,547	-	-	0,008
Referencia AT (<80 μ m)	0,442	0,546	-	-	0,012
A(0)	0,443	0,545	-	0,0005	0,011
A(10)	0,196	0,369	0,345	0,0004	0,245
A(20)	0,125	0,336	0,442	0,0003	0,295
A(30)	0,091	0,315	0,479	0,0003	0,331
A(100)	0,030	0,296	0,530	0,0003	0,382
B(0)	0,418	0,491	-	0,024	0,067
B(10)	0,203	0,428	0,358	0,021	0,195
B(20)	0,123	0,385	0,434	0,019	0,288
B(30)	0,094	0,387	0,495	0,019	0,289
B(100)	0,031	0,375	0,549	0,019	0,341
AT(0)	0,437	0,539	-	0,0004	0,023
AT(10)	0,196	0,370	0,345	0,0004	0,245
AT(20)	0,125	0,337	0,442	0,0003	0,295
AT(30)	0,091	0,316	0,481	0,0003	0,328
AT(100)	0,030	0,299	0,535	0,0003	0,376

Debido a que existen distintas interacciones entre el aerogel, el agua de amasado, el surfactante y el conglomerante mineral, los datos de la tabla anterior requieren un tratamiento especial, por lo que para determinar la distribución final de los componentes en volumen, es necesario tener en cuenta, tanto la densidad del esqueleto del aerogel (densidad real), la densidad de la partícula, el agua absorbida por las partículas de aerogel y el surfactante adsorbido por el conglomerante mineral (de acuerdo a lo señalado en las secciones anteriores), aportando una base para una consideración más detallada sobre la distribución del agua en las muestras de ensayo.

A partir de lo mencionado anteriormente, se presentan las interacciones consideradas en las muestras de estudio (Tabla 5.7).

Tabla 5.7

Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado fresco para un metro cúbico.

Nombre de la serie	Agua (Conglomerante) (m ³)	Aerogel (Sólido) (m ³)	Aerogel (Agua) (m ³)	Aerogel (Aire) (m ³)	Surfactante (Conglomerante) (m ³)	Surfactante (Aerogel) (m ³)
A(10)	0,214	0,029	0,155	0,160	0,0004	-
A(20)	0,137	0,037	0,199	0,206	0,0003	-
A(30)	0,099	0,040	0,216	0,223	0,0003	-
A(100)	0,058	0,045	0,239	0,246	0,0003	-
B(10)	0,214	0,030	0,206	0,122	0,0100	0,0113
B(20)	0,137	0,037	0,250	0,148	0,0061	0,0131
B(30)	0,099	0,042	0,285	0,169	0,0046	0,0147
B(100)	0,058	0,046	0,316	0,187	0,0015	0,0172
AT(10)	0,214	0,029	0,155	0,161	0,0004	-
AT(20)	0,137	0,037	0,199	0,206	0,0003	-
AT(30)	0,100	0,040	0,217	0,224	0,0003	-
AT(100)	0,058	0,045	0,241	0,249	0,0003	-

Una vez establecida la distribución del agua y el surfactante en las muestras, podemos finalmente determinar los componentes por volumen en estado fresco, como se presenta gráficamente a continuación (Fig. 5.9).

Fig. 5.9. Componentes por volumen en estado fresco.

La figura anterior puntualiza el hecho de que, durante la preparación de las muestras, las partículas de aerogel son capaces, no solo de absorber gran cantidad de agua, sino también de surfactante.

Esta cantidad se ha obtenido considerando que, durante el amasado, la disolución (con surfactante) primero alcanza un equilibrio con el conglomerante mineral, disminuyendo la concentración de surfactante, en relación con los resultados de la isoterma de adsorción, presentados en la Tabla 5.4.

Posteriormente, utilizando la concentración reducida y la cantidad de líquido que invade las partículas de aerogel, podemos calcular la cantidad de surfactante que puede considerarse absorbida en este material.

Lo cuantificado anteriormente proporciona un límite inferior para la cantidad de surfactante absorbida por el aerogel, asumiendo que el surfactante no es desplazado del conglomerante mineral hacia el aerogel, debido a una mayor energía de adsorción de este último.

Como se observa en la figura anterior, la adición de aerogel y surfactante aumenta el contenido de aire en las mezclas. Si analizamos el volumen de aire ocluido en relación con el volumen de aerogel (Fig. 5.10), podemos ver que es más o menos constante, dependiendo de la cantidad de surfactante: 0,7 m³ y 0,6 m³ de aire por cada m³ de aerogel, para la concentración de 0,1% y 5% de surfactante respectivamente; no obstante, el volumen de aire disminuye ligeramente hasta los 0,69 m³ por cada m³ de aerogel para las series AT (tamizada <80 μm), pudiendo ser considerado parte de la desviación de los datos.

Este comportamiento inesperado disminuye la proporción de yeso y de aerogel, comprometiendo las propiedades térmicas y mecánicas, como se describirá posteriormente en los apartados 5.3 y 5.4 de este capítulo.

Fig. 5.10. Volumen de aire ocluido en relación al volumen de aerogel.

Por otra parte, el surfactante también causa un aumento en el contenido de aire en ausencia de aerogel, explicando las diferencias en la densidad aparente en estado fresco mencionadas anteriormente, entre los grupos de series con diferente concentración de surfactante, formando burbujas.

Como se describió en la sección 2.4.2, del capítulo 2 (Antecedentes Técnicos), lo anterior se explica por el hecho de que las moléculas del surfactante tienden a minimizar las interacciones no favorables entre la fase líquida y la cola hidrófuga del surfactante, alineándose para formar una monocapa en la interfase, entre la fase líquida y el aire comprimido. Estas burbujas de aire son estabilizadas en la mezcla por las repulsiones electrostáticas y esteéricas del surfactante.

Según Du y Folliard, la propiedades interfaciales en la superficie de las burbujas están determinadas por las propiedades físico-químicas de surfactante, debido a su naturaleza y concentración en la disolución de amasado, por lo que los resultados presentados en esta tesis, no son necesariamente extrapolables a otro tipo de mezclas y/o surfactantes [Du y Folliard, 2005].

Por otro lado, como se describió en el capítulo 2, la capacidad espumante de los surfactantes ha sido bien establecida y estudiada por otros autores; no obstante, en presencia de partículas de aerogel, no se observaron burbujas estabilizadas (de morfología esférica), como se presentará más adelante en el texto, a pesar de la gran cantidad de aire calculada.

5.2.4. CALOR DE HIDRATACIÓN Y TIEMPO DE FRAGUADO

El tiempo de fraguado de los compuestos minerales (Tabla 5.8), aporta información sobre los procesos de hidratación; no obstante, es interesante complementar esta información mediante la monitorización de la evolución del calor de hidratación (J), así como la evolución del calor de hidratación (W), generada durante la reacción (Tabla 5.9, Fig. 5.11 - 5.12).

Tabla 5.8

Tiempo de fraguado de las muestras experimentales del *grupo principal*.

Nombre de la serie	Inicio de fraguado (min/seg)	Fin de fraguado (min/seg)
Referencia	4 min 55 seg	9 min 10 seg
Referencia AT (<80 μ m)	4 min 30 seg	8 min 20 seg
A(0)	5 min 05 seg	9 min 15 seg
A(10)	5 min 10 seg	9 min 20 seg
A(20)	5 min 05 seg	9 min 10 seg
A(30)	5 min 15 seg	9 min 25 seg
A(100)	6 min 30 seg	12 min 50 seg
B(0)	5 min 15 seg	9 min 20 seg
B(10)	5 min 05 seg	9 min 10 seg
B(20)	5 min 10 seg	9 min 15 seg
B(30)	5 min 20 seg	9 min 30 seg
B(100)	7 min 25 seg	14 min 00 seg
AT(0)	4 min 25 seg	8 min 30 seg
AT(10)	4 min 55 seg	8 min 55 seg
AT(20)	5 min 10 seg	9 min 00 seg
AT(30)	5 min 05 seg	8 min 50 seg
AT(100)	6 min 20 seg	12 min 35 seg

Se puede observar en la tabla anterior que, el tiempo de fraguado de la muestra “Referencia AT”, disminuye ligeramente en comparación con la muestra “Referencia”, ocurriendo de forma similar en la muestra AT(0), en comparación con las A(0) y B(0). Este comportamiento puede explicarse debido al aumento de la superficie específica del conglomerante generada por el tamizado del mismo, que genera mayor superficie de reacción

y por consiguiente, una ligera aceleración del proceso; sin embargo, la presencia de surfactante genera un efecto nulo, o poco apreciable en este sentido, incluso a altas concentraciones, por lo que aparentemente, el uso del mismo no modifica el tiempo de fraguado.

En cuanto a las muestras con aerogel, podemos observar que, en términos generales, el grupo de series AT presentó una ligera aceleración en el tiempo de fraguado, con respecto a las muestras del grupo A, de igual forma que en las muestras sin aerogel de ambos grupos; sin embargo, se puede observar un ligero aumento en el tiempo de fraguado para las muestras del grupo de series B, con respecto a las del grupo A, a diferencia de las muestras sin aerogel de ambos grupos.

La diferencia entre ambos grupos de series reside, además de en la concentración del surfactante, del cual se ha observado que no afecta el tiempo de fraguado, en una distinta cantidad de agua al interior del aerogel, por lo que el aumento en el tiempo de fraguado puede estar relacionado con la relación agua/yeso.

Por otro lado, este efecto también se puede observar entre las muestras de cada grupo, en las que a medida que se aumenta la cantidad de aerogel, se aumenta ligeramente el tiempo de fraguado, siendo más notable el cambio en las muestras A(100), B(100) y AT(100) con respecto al resto, es decir, las de mayor proporción de aerogel.

Para valorar si el efecto es producido por el aumento en la cantidad de agua con respecto al conglomerante, se ha llevado un estudio mediante calorimetría isoterma, a partir del *grupo de muestras secundario C.I.*, las cuales tienen los componentes de las muestras “Referencia” y “Referencia AT”, así como los de las muestras A(100) y AT(100), pero sin aerogel, y finalmente, otras dos muestras similares a las dos últimas mencionadas, pero sin surfactante, de modo que se puede observar el efecto individual de cada componente.

La Tabla 5.9 muestra los resultados del estudio llevado a cabo mediante calorimetría isoterma, normalizados por gramo de conglomerante en todos los casos.

Tabla 5.9

Calor (J/g) y velocidad del calor de hidratación (W/g) de las muestras experimentales del *grupo secundario C.I.*

Nombre de la muestra	Tiempo del máx. (min)	T. del máx. (I. mezcla) (min)	Pico del máx. (W/g CaSO ₄)	Calor de hidratación (120 min) (J/g CaSO ₄)	Calor de hidratación (7 días) (J/g de CaSO ₄)	Calor de hidratación (7 días) (J/mol de CaSO ₄)
C.I. – A (1 : 0,45)	11	15	24,0	40,4	109,3	15228
C.I. – A (1 : 3,6)	27	31	8,9	22,9	135,1	18816
C.I. – A (1 : 3,6) / 0,1%	21	25	9,3	27,5	109,1	15197
C.I. – AT <80 μ (1 : 0,45)	5	9	21,4	63,2	165,3	23026
	21	25	35,8	-	-	-
C.I. – AT <80 μ (1 : 3,6)	18	22	15,1	28,8	143,8	20037
C.I. – AT <80 μ (1 : 3,6) / 0,1%	18	22	19,9	39,9	131,8	18366

Es interesante observar los resultados de la calorimetría isoterma gráficamente. La Fig. 5.11 muestra la velocidad de la evolución del calor de hidratación (W/g) del conglomerante durante parte de este proceso.

Fig. 5.11. Velocidad de la evolución del calor de hidratación (W/g) de las muestras del grupo secundario C.I.

Efectivamente, en la figura anterior se puede observar que, el aumento de la cantidad de agua (muestras con A:Y de 0,45 en comparación con las muestras de A:Y de 3,6), desplaza el pico o punto máximo de la reacción, hacia la derecha de la gráfica, es decir, mostrando un retraso en torno a los 10 minutos, consecuente con el retraso en el tiempo de fraguado observado anteriormente, aunque este último en menor magnitud.

Por otra parte, se puede observar el efecto del tamizado del conglomerante en el proceso de hidratación, mostrando un adelanto del pico de la reacción, con una ligera diferencia entre la muestra A(3,6) y la AT(3,6), similar a la diferencia del tiempo de fraguado del muestras del *grupo principal*. Por otro lado, también se aprecia un aumento en la intensidad del pico de la muestra AT(3,6) en comparación con la A(3,6).

Adicionalmente, se puede observar que el surfactante no modifica el punto máximo, en cuanto al tiempo transcurrido, en las muestras tamizadas AT(3,6) y AT(3,6)/0,1%; no obstante, aumenta su intensidad, por lo tanto, afectando en cierto modo la hidratación del conglomerante, sin modificar el tiempo de fraguado.

Sin embargo, en las muestras sin tamizar, A(3,6) y A(3,6)/0,1%, la intensidad no aumenta y el pico se adelanta ligeramente con el surfactante, aproximándose en tiempo, aunque con menor intensidad, a los alcanzados por las muestras tamizadas.

La figura anterior muestra también que, el pico de la reacción en la muestra “Referencia” es distinto al de la “Referencia AT”, que se divide en dos, siendo desplazado el primero de estos, a la izquierda de la gráfica, por lo tanto, ocurriendo con anterioridad al punto máximo de la otra muestra en cuestión.

Probablemente, el efecto anterior se deba a la reactividad de las dos fases (sulfatos de calcio semihidratado y anhidro) presentes en el conglomerante, que al ser tamizado reaccionan en dos etapas distintas.

Este efecto se puede ver en la figura 5.12, en la que se ha llevado a cabo una reproducción del conglomerante, a partir de anhidrita y semihidrato, ambos tamizados a 80 μm , en las mismas proporciones que el conglomerante tamizado del grupo de muestras AT:

Fig. 5.12. Velocidad de la evolución del calor de hidratación (W/g) de parte del proceso de hidratación del semihidrato, la anhidrita II, la muestra AT(0,45) y una reproducción de esta última, a partir del semihidrato y anhidrita II de la gráfica.

En la figura anterior se puede observar que, la anhidrita II (A:Y 0,45) por separado (línea azul discontinua), presenta una evolución del calor de hidratación en una sola etapa, con una intensidad baja en comparación con el resto de muestras. Por otra parte, el semihidrato (línea negra continua) presenta una pendiente muy pronunciada durante los primeros dos minutos en el calorímetro (del minuto 4 al 6 desde el amasado), mostrando posteriormente un cambio de pendiente hasta alcanzar el punto máximo.

Adicionalmente, el punto de cambio de pendiente del semihidrato, coincide en intensidad con el punto máximo de la primera etapa observada en la muestras AT(0,45) (línea roja continua), aunque con mayor antelación (aproximadamente 2 minutos), mientras que el punto máximo de la anhidrita II (línea azul discontinua), coincide en el tiempo con el de la primera etapa de la anhidrita, aunque con mucha menor intensidad, siendo similares entre ambas, las pendientes ligeramente descendentes posteriores.

Lo anterior sugiere que, en el conglomerante multifase, la fase del semihidrato, en la muestra AT(0,45), reacciona con mayor rapidez, seguida de un período de estabilización de la reacción, establecido por la fase anhidra, probablemente consumiendo parte de la sobresaturación de iones de Ca^{2+} y SO_4^{2-} en la disolución provocada por el semihidrato, para posteriormente, este último continuar disolviéndose, reactivando el proceso, aunque retrasando el punto máximo aproximadamente 10 minutos.

Por otra parte, la muestra en la que se ha reproducido proporcionalmente el conglomerante, en función del semihidrato y anhidrita (línea azul continua), se puede observar que, el punto máximo coincide en tiempo e intensidad con la muestra AT(0,45), mientras el punto máximo de la primera etapa coincide en tiempo, pero con menor intensidad, sugiriendo que probablemente, se trate de una forma alotrópica distinta de anhidrita II (AII-s, AII-u o AII-E) en ambos casos. No obstante, para determinar con mayor exactitud la evolución y el tiempo de hidratación de ambas fases, así como su interacción, sería necesario llevar a cabo otros estudios, quedando fuera del alcance de esta tesis.

Por otra parte, es interesante comparar el punto máximo de la evolución del calor de hidratación de las muestras ensayadas por calorimetría isoterma (*grupo secundario C.I.*) y el tiempo de fraguado de las muestras con las mismas proporciones de agua de amasado, conglomerante y concentración del surfactante, de las muestras del grupo principal, como puede apreciarse gráficamente, a continuación, en la figura 5.13.

Fig. 5.13. Comparación del tiempo de fraguado de las muestras “Referencia”, “Referencia AT”, A(100) y AT(100) del grupo principal, con el pico del proceso de hidratación observado en las muestras de ensayo de calorimetría isoterma con los mismos proporciones de agua, conglomerante y surfactante.

La figura anterior muestra que, el retraso en el tiempo de fraguado de las muestras con mayor cantidad de aerogel, y por lo tanto, con mayor relación agua/yeso, es consistente con el retraso de la reacción ocurrida en el proceso de hidratación, explicando este comportamiento. No obstante, como se observó en las figuras 5.11 y 5.12, el tamizado del

conglomerante, en la muestra “Referencia AT”, que corresponde con la muestra AT(0,45) del *grupo secundario C.I.*, muestra dos etapas en este proceso, ocurriendo la primera de ellas con anterioridad, mientras que, la segunda da ellas con retraso, con respecto a la muestra similar sin tamizar.

En este sentido, se puede observar que el fraguado de la muestra Referencia AT(0,45), se corresponde con el pico máximo de la primera etapa, mostrando que este proceso está gobernado por la reactividad inicial del semihidrato, ocurriendo un retraso en la segunda etapa, en comparación con la muestra similar sin tamizar A(0,45); sin embargo, es interesante señalar que, este comportamiento no se observa en los casos de relación agua/yeso de 3,6, ni en la muestra Referencia A(0,45), en los que, aparentemente, ambas fases reaccionan en una sola etapa.

Otro aspecto que se puede analizar de los ensayos realizados mediante calorimetría isoterma, es la evolución del calor acumulado durante la hidratación. A continuación, se presenta una gráfica de las muestras de la figura 5.11 (*grupo secundario C.I.*) en relación a este proceso (Fig. 5.14).

Fig. 5.14. Evolución del calor de hidratación (J/g) de parte del proceso de hidratación de las muestras del grupo secundario C.I.

En la figura anterior se puede observar que el calor de hidratación, a los 120 minutos, aumenta con el tamizado del conglomerante, en todos los casos. Por otro lado, se observa que, el surfactante aumenta el calor de hidratación para el período de tiempo presentado,

puntualizando que la muestra tamizada AT(3,6)/0,1% (con surfactante), a pesar de presentar un desplazamiento hacia la derecha de la curva presentada (al igual que todas las de relación agua/yeso de 3,6), el calor acumulado a los 120 minutos es muy similar al de la muestra A(0,45), es decir, la referencia sin tamizar.

Sin embargo, es interesante analizar la evolución del calor de hidratación hasta el fin del proceso (7 días), como se presenta a continuación en la figura 5.15.

Fig. 5.15. Calor de hidratación (J/g) a los 120 minutos y 7 días del proceso de hidratación (muestras del grupo secundario C.I.).

La figura anterior muestra que el calor de hidratación acumulado, proporcional a los 120 minutos, es distinto para todas las muestras, así como también el calor acumulado final.

Por un lado, en términos generales, en ambos grupos A y AT, el aumento de la relación agua/yeso disminuye el calor de hidratación proporcional a los 120 minutos; no obstante, la adición de surfactante genera un aumento del calor emitido con respecto a estos últimos; sin embargo, tanto la proporción, como el calor acumulado de las muestras tamizadas (grupo de series AT), son mayores en comparación con los del grupo A, consistente con lo observado en la evolución del calor de hidratación de la figura 5.11, correspondiendo con un mayor grado de hidratación de los sulfatos cálcicos en este grupo, como se expondrá posteriormente; no

obstante, se puede observar que el surfactante disminuye el calor de hidratación final en ambos grupos, pudiendo afectar al grado de hidratación del conglomerante.

Finalmente, si comparamos el calor de hidratación acumulado de las muestras de ensayo con lo publicado por Kelley et al., en las proporciones del semihidrato y anhidrita del conglomerante utilizado en esta tesis (línea roja discontinua), podemos observar que las muestras del grupo A (exceptuando la muestra A(3,6)), presentaron un calor acumulado menor al de la bibliografía, mientras que en los casos de las muestras AT, el calor de hidratación acumulado fue mayor, mostrando la eficiencia del proceso de tamizado para mejorar la reactividad de los sulfatos cálcicos y, como se observará posteriormente, también su grado de hidratación [Kelley et al., 1941].

5.2.5. ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN ÓPTICA DE PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP-OES)

Para complementar el estudio anterior, se ha llevado a cabo un estudio sobre la solubilidad de los sulfatos de calcio en el conglomerante, a partir de muestras con los mismos componentes del estudio anterior, para las muestras de relación agua/yeso de 3,6, extrayendo la disolución a los 3 minutos, en un grupo de muestras, y a las 3 horas en otro grupo (observando la fase sólida por Microscopía Electrónica de Barrido a los 7 días de ambos grupos, como se presentará posteriormente en la tesis), de tal manera que se pueda observar si el surfactante tiene una influencia en la solubilidad de los sulfatos de calcio

La Tabla 5.10 muestra la concentración de los elementos calcio y azufre en las muestras del *grupo secundario MEB-ICP*, tanto a los 3 minutos como a las 3 horas, obtenida por Espectrometría de emisión óptica de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES).

Tabla 5.10

Concentración de los elementos calcio y azufre de las muestras del subgrupo MEB - ICP. La desviación típica se presenta en paréntesis.

Nombre de la muestra	Calcio	Azufre
	(g/100 ml de disolución)	(g/100 ml de disolución)
MEB-ICP – A (3 min)	0,194 (0,002)	0,163 (0,001)
MEB-ICP – AT < 80 μ (3 min)	0,204 (0,001)	0,164 (0,001)
MEB-ICP – A / 0,1% surfactante (3 min)	0,140 (0,0005)	0,121 (0,0005)
MEB-ICP – AT <80 μ / 0,1% surfactante (3 min)	0,214 (0,0005)	0,176 (0,0005)
MEB-ICP – A (3 h)	0,064 (0,0006)	0,060 (0,0002)
MEB-ICP – AT < 80 μ (3 h)	0,065 (0,0002)	0,060 (0,0004)
MEB-ICP – A / 0,1% surfactante (3 h)	0,063 (0,0004)	0,061 (0,0002)
MEB-ICP – AT <80 μ / 0,1% surfactante (3 h)	0,065 (0,0002)	0,060 (0,0002)

Una vez obtenido los resultados del equipo ICP-OES, es necesario estandarizar los datos recabados. Esto se lleva cabo tomando en cuenta el peso molecular de los elementos analizados, así como el de las distintas fases de sulfato cálcico.

Por otra parte, se toma también en cuenta la solubilidad publicada en la bibliografía sobre estas fases (presentada en la Tabla 2.3, sección 2.3.3.1, capítulo 2), así como la concentración en mmol/L correspondiente, para tener una referencia y llevar a cabo la comparación. A continuación se presenta la información mencionada en la Tabla 5.11.

Tabla 5.11

Solubilidad en sobresaturación de calcio y azufre de las muestras del subgrupo MEB - ICP.

	Ca	S	CaSO ₄	CaSO ₄ • 0,5 H ₂ O	CaSO ₄ • 2 H ₂ O
Peso molecular (g/mol)	40,08	32,07	136,14	145,15	172,14
Solubilidad (g/100 ml) a 20°C	-	-	0,27	0,88	0,21
Concentración: mmol/L a 20°C	-	-	19,83	60,63	12,20

Finalmente, se multiplica la concentración de cada elemento obtenida en el ICP-OES, por el peso molecular correspondiente en cada caso. Los resultados de este cálculo, y concentración final en mmol/L, se presentan en la Tabla 5.12.

Tabla 5.12

Concentración de los elementos calcio y azufre de las muestras del subgrupo MEB - ICP.

Nombre de la muestra	Concentración de calcio (mmol/L)	Concentración de azufre (mmol/L)
MEB-ICP – A (3 min)	48,4	50,7
MEB-ICP – AT < 80μ (3 min)	50,8	51,2
MEB-ICP – A / 0,1% surfactante (3 min)	35,0	37,6
MEB-ICP – AT < 80μ / 0,1% surfactante (3 min)	53,3	55,0
MEB-ICP – A (3 h)	15,9	18,8
MEB-ICP – AT < 80μ (3 h)	16,3	18,7
MEB-ICP – A / 0,1% surfactante (3 h)	15,8	19,1
MEB-ICP – AT < 80μ / 0,1% surfactante (3 h)	16,2	18,6

A partir de la tabla anterior, se lleva a cabo una gráfica comparativa, teniendo en cuenta también la solubilidad del semihidrato, la anhidrita y el yeso, de acuerdo con la bibliografía, como se muestra a continuación en la figura 5.16.

Fig. 5.16. Solubilidad del calcio y azufre de las muestras en comparación con yeso, anhidrita y semihidrato.

Podemos observar que, a los 3 minutos, la concentración de iones de Ca^{2+} y SO_4^{2-} en las disoluciones extraídas, es ligeramente inferior a la solubilidad del semihidrato en agua (a 20°C), probablemente debido a la velocidad y simultaneidad en la que ocurren los procesos de disolución y precipitación del dihidrato.

Por otra parte, la representación de la concentración de calcio y azufre muestra una ligera diferencia en la relación estequiométrica (tanto a los 3 minutos, como a las 3 horas), pudiendo estar relacionada a una interacción de iones de Ca^{2+} con los filosilicatos de las muestras, de acuerdo con lo presentado en la caracterización del conglomerante mineral; no obstante, se puede observar que, el surfactante únicamente afecta a la solubilidad de los sulfatos de calcio en la muestra sin tamizar en esta etapa, presentando una concentración de iones claramente inferior en la muestra A/0,1%(s), es decir, la correspondiente con la A(0) del grupo de muestras principal; mientras que la muestra tamizada AT/0,1%(s), correspondiente a la AT(0) del grupo de muestras principal, presentó una concentración ligeramente mayor a las que no contienen surfactante; aunque esta última muestra podría estar dentro del error experimental.

La diferencia entre las muestras A/0,1%(s) y la tamizada AT/0,1%(s), probablemente se deba a la mayor superficie específica de esta última, ya que, de acuerdo a los datos presentados en la isoterma de adsorción (Fig. 5.6), las partículas del conglomerante sin tamizar están parcialmente modificadas debido al surfactante adsorbido, cubriendo parte de su superficie; sin embargo, el aumento de la superficie específica en el conglomerante, a partir

del tamizado, genera que el porcentaje de superficie modificada por el surfactante disminuya, y por lo tanto, haya mayor superficie “limpia” interactuando con la disolución, pudiendo mantener un nivel de solubilidad similar al observado en las muestras sin surfactante.

Por otra parte, se puede observar que, la cantidad de semihidrato en el conglomerante es suficiente para proveer una alta concentración de iones a la disolución, generando un efecto de activación del sulfato anhidro, independientemente de los iones que pueda aportar esta última fase, de un modo similar a lo señalado por Yang y Qian, en su estudio sobre la activación y tiempo de fraguado del fosfoyeso, a partir de la adición de semihidrato, en distintos porcentajes [Yang y Qian, 2011].

Finalmente, podemos observar que, a las 3 horas, ya todo el semihidrato se ha precipitado, por lo que la concentración de iones se corresponde con la solubilidad de la anhidrita, de acuerdo con la bibliografía, llevando a cabo el proceso de disolución de iones e hidratación, de forma más lenta, al estar limitado por la baja solubilidad de la anhidrita, y en todos los casos, no viéndose afectado aparentemente por el surfactante.

5.2.6. ANÁLISIS DE LAS FASES MINERALES POR DRX

Para determinar la hidratación de los sulfatos de calcio en el conglomerante, en función del contenido de aerogel, surfactante y agua, así como el efecto de tamizado, se ha llevado a cabo una semicuantificación, en porcentaje, a partir del análisis de rayos X de las muestras del *grupo principal*, incluyendo todos sus componentes minerales, a la edad de 7 días.

El análisis de las fases minerales, al igual que el realizado al conglomerante sin hidratar, se llevó a cabo a partir de los tres planos cristalográficos (*hkl*) de mayor intensidad de los componentes más representativos, siendo los mismos que los utilizados previamente. Por otra parte, para llevar a cabo una comparación sistemática y comparable, se utilizaron, también, los mismos archivos de patrón de difracción del polvo (powder diffraction file – PDF), del Centro Internacional de Datos de Difracción (ICDD) utilizados para la semicuantificación del conglomerante sin hidratar: yeso (01-070-0984), anhidrita (01-072-0503), basanita (00-041-0224), cuarzo (01-079-1910) y moscovita (01-084-1303).

Inicialmente, se presentarán los difractogramas de las muestras, agrupados por grupos de series, empezando por los de las muestras “Referencia” y “Referencia AT” (Fig. 5.17), solapando con los patrones de referencia mencionados en la sección anteriormente, representado con los siguiente colores: yeso - rojo; anhidrita - verde; semihidrato - cian; cuarzo - azul y moscovita - magenta.

Fig. 5.17. Difractograma de los yesos de las muestras Referencia y Referencia AT.

Se puede observar en la figura anterior que, la intensidad de los picos de la muestra tamizada “Referencia AT”, son mayores que los presentados por la muestra “Referencia”. A continuación, se presentan los difractogramas del grupo de series A (Fig. 5.18).

Fig. 5.18. Difractograma de los yesos de las muestras del grupo de series A.

La figura anterior muestra que, a medida que se aumenta la cantidad de aerogel, se genera una banda entre los 2 - 4° (2θ), que incrementa en intensidad, correspondiendo con el aumento de aerogel, provocando que las intensidades de las fases cristalinas disminuyan en consecuencia. Para poder tener la referencia del aerogel, se llevó a cabo un DRX al mismo, de modo que pueda confirmarse este efecto (Fig. 5.19).

Fig. 5.19. Difractograma del aerogel de sílice granulado hidrófugo utilizado en la tesis.

Efectivamente, el difractograma del aerogel presenta la misma banda observada en las muestras con el conglomerante, mostrando la naturaleza amorfa del material. Una banda similar ha sido observada también por Serhat-Başpınar y Kahraman, pero en relación a un aerogel de sílice macroporoso sintetizado por los autores. [Serhat-Başpınar y Kahraman, 2011]

A continuación, se presentan los difractogramas del grupo de series B (Fig. 5.20).

Fig. 5.20. Difractograma de los yesos de las muestras del grupo de series B.

A continuación, se presentan los difractogramas del grupo de series AT (Fig. 5.21).

Fig. 5.21. Difractograma de los yesos de las muestras del grupo de series AT.

Una vez obtenidos los difractogramas, y comparados con los patrones de las fases cristalinas encontradas en las muestras, se obtiene la semicuantificación, mediante el software EVA DIFFRACplus, llevándola a cabo por el método de Chung, a partir de los tres planos cristalográficos (hkl) de mayor intensidad de los componentes más representativos. [Chung, 1974a, b].

Los resultados obtenidos a partir de la semicuantificación se presentan en la Tabla 5.13.

Tabla 5.13

Semicuantificación (%) de los componentes en las muestras experimentales por DRX a los 7 días.

Nombre de la serie	Yeso (%)	Basanita (%)	Anhidrita (%)	Cuarzo (%)	Filosilicatos (%)
Referencia	76%	2%	6%	5%	11%
Referencia AT (<80 μ m)	89%	1%	3%	1%	6%
A(0)	72%	1%	13%	2%	12%
A(10)	76%	1%	11%	4%	8%
A(20)	77%	1%	8%	3%	11%
A(30)	70%	2%	12%	4%	12%
A(100)	60%	6%	15%	3%	16%
B(0)	75%	1%	14%	2%	8%
B(10)	80%	2%	3%	2%	13%
B(20)	73%	3%	4%	3%	17%
B(30)	70%	4%	6%	3%	17%
B(100)	62%	6%	5%	3%	24%
AT(0)	86%	2%	3%	1%	8%
AT(10)	77%	1%	15%	1%	5%
AT(20)	85%	2%	5%	1%	8%
AT(30)	84%	2%	5%	1%	8%
AT(100)	74%	3%	6%	1%	15%

La tabla anterior muestra la semicuantificación de las fases cristalinas a los 7 días, por medio del análisis de Rayos - X. Como se presenta en la tabla anterior, se ha observado cierta heterogeneidad en las muestras, principalmente ocasionada por los filosilicatos.

Para poder analizar correctamente el grado de hidratación de los sulfatos de calcio en las muestras de estudio, se ha llevado a cabo el análisis tomando en cuenta la proporción de los sulfatos únicamente, a partir de la tabla anterior.

La Tabla 5.14 muestra la semicuantificación de los sulfatos de calcio, en porcentaje, y el grado de hidratación de los mismos (GdH), a partir del análisis de rayos X de las muestras del *grupo principal*, a la edad de 7 días.

Tabla 5.14

Semicuantificación (%) y análisis de grado de hidratación (GdH) de los sulfatos de calcio por DRX a los 7 días.

Nombre de la serie	Yeso (%)	Basanita (%)	Basanita (GdH)	Anhidrita (%)	Anhidrita (GdH)
Referencia	90%	3%	0,91	7%	0,89
Referencia AT (<80 μ m)	96%	1%	0,96	3%	0,96
A(0)	84%	1%	0,97	15%	0,77
A(10)	86%	1%	0,97	13%	0,80
A(20)	89%	2%	0,94	9%	0,86
A(30)	84%	3%	0,91	14%	0,78
A(100)	74%	7%	0,80	19%	0,71
B(0)	83%	1%	0,97	16%	0,75
B(10)	94%	2%	0,94	4%	0,94
B(20)	92%	3%	0,91	5%	0,92
B(30)	88%	5%	0,86	7%	0,89
B(100)	85%	8%	0,77	7%	0,89
AT(0)	94%	2%	0,93	4%	0,94
AT(10)	82%	1%	0,96	16%	0,78
AT(20)	93%	2%	0,93	5%	0,93
AT(30)	92%	2%	0,93	6%	0,92
AT(100)	89%	3%	0,89	8%	0,89

A continuación, se presenta gráficamente el grado de hidratación de los sulfatos de calcio de las muestras Referencia, Referencia AT, A(0), B(0) y AT(0) (Fig. 5.22).

Fig. 5.22. Grado de Hidratación (GdH) de los sulfatos de calcio de las muestras Referencia, Referencia AT, A(0), B(0) y AT(0).

Como se muestra en la figura anterior, después de 7 días, el grado de hidratación del semihidrato y la anhidrita de la muestra Referencia es de 0,91 y 0,89 respectivamente, dejando un 3% de semihidrato y un 7% de anhidrita sin hidratar, con respecto a todos los sulfatos de calcio en la muestra.

Por otro lado, se puede observar que el tamizado aumenta el grado de hidratación del semihidrato y anhidrita (muestra Referencia AT) a 0,96 en ambas fases, reduciendo a tan solo un 1% de semihidrato y un 3% de anhidrita sin hidratar, y por lo tanto, mostrando la efectividad del proceso de tamizado en este sentido. Estos resultados se explican por el aumento de la superficie específica de los sulfatos de calcio, y son consecuentes con lo observado anteriormente en el apartado 6.2.6., en relación a la diferencia en el calor de hidratación, en comparación con la muestra sin tamizar.

En cuanto al surfactante, la figura anterior muestra un aumento en el grado de hidratación del semihidrato, para las muestras A(0) y B(0), en comparación con la Referencia hasta el 0,97, dejando solo un 1% de basanita sin hidratar; no obstante, se observa una leve reducción en el grado de hidratación para esta fase en la muestra AT(0), en comparación con la Referencia AT, con un 0,93, o un 2% sin hidratar, en relación al total de sulfatos de calcio en la muestra.

A diferencia del semihidrato, la anhidrita presenta un comportamiento distinto con el surfactante, disminuyendo de forma más notable en las muestras A(0) y B(0), en comparación con la muestra Referencia, con un GdH de 0,77 y 0,75 respectivamente, correspondiendo con un 15% y 16% de anhidrita restante respectivamente, con respecto al total de los sulfatos en ambas muestras. Sin embargo, este efecto ocurre en menor medida en la muestra AT(0), disminuyendo el grado de hidratación, con respecto a la muestra Referencia AT, a 0,94, correspondiendo con un 4% de anhidrita restante sin hidratar, en relación al total de los sulfatos de calcio en la muestra, es decir, un incremento de una unidad porcentual.

En cuanto a las muestras con aerogel, el grado de hidratación del semihidrato se presenta gráficamente a continuación en la figura 5.23.

Fig. 5.23. Grado de hidratación (GdH) del semihidrato en las muestras con aerogel.

Como se muestra en la figura anterior, después de 7 días, el grado de hidratación del semihidrato desciende de forma generalizada en los tres grupos de series, a medida que se incrementa la cantidad de aerogel; no obstante, la pendiente generada por este descenso es distinta en cada una de ellas.

Particularmente, se puede observar que, el grupo B, con mayor cantidad de surfactante que los otras dos, es la que presenta una disminución más significativa, a medida que se incorpora mayor cantidad de aerogel, presentando un GdH de 0,94 para el 10% de adición, disminuyendo hasta 0,77 para el 100% de adición. Esto es consecuente con lo observado en los estudios por ICP-OES, en cuanto a que el surfactante afecta en mayor proporción al semihidrato que a la anhidrita.

Por otra parte, el grupo A, con un grado de hidratación ligeramente mayor que el grupo B, presenta un GdH de 0,97, para una adición de aerogel del 10%, disminuyendo a medida que aumenta el aerogel, hasta un 0,80 (100% de adición).

Finalmente, el grupo AT, con el conglomerante tamizado, presentó una disminución menos pronunciada en cuanto al grado de hidratación del semihidrato, a medida que se incorpora aerogel, con un GdH de 0,96 para el 10% de adición, disminuyendo paulatinamente hasta 0,89, para la adición del 100% y, por lo tanto, mostrando que el proceso del tamizado mejora el grado de hidratación del semihidrato del conglomerante.

En cuanto al contenido de anhídrita de las muestras experimentales, el grado de hidratación se presenta gráficamente en la figura 5.24.

Fig. 5.24. Grado de hidratación (GdH) de la anhídrita en las muestras con aerogel.

Como se muestra en la figura anterior, después de 7 días, el grado de hidratación de la anhídrita, de forma similar al semihidrato desciende de forma generalizada en los tres grupos, a medida que se incrementa la cantidad de aerogel, aunque en esta ocasión, las muestras con un 10% de aerogel de los grupos de series A y AT, presentaron particularmente un grado de hidratación bajo, en comparación con el resto de las muestras de sus respectivos grupos de series, quedándose fuera de esta tendencia generalizada.

En esta ocasión, el grupo A es la que presenta un menor grado de hidratación de la anhídrita en general. Particularmente, se puede observar un GdH de 0,80 para el 10% de adición, aumentando hasta 0,86 para el 20% de adición, a partir del cual empieza a disminuir hasta 0,71, para un 100% de adición.

Por otra parte, el grupo B, con un grado de hidratación notablemente mayor que la del grupo A, presenta un GdH de 0,94, correspondiendo con una adición de aerogel del 10%, disminuyendo a medida que aumenta el aerogel, hasta un 0,89 (100% de adición).

Como se mencionó anteriormente en el plan experimental, los grupos de series A y B se llevaron a cabo en una primera etapa, y posteriormente, a partir de los resultados observados, se planteó el grupo AT, con la proporción óptima de surfactante, así como un

primer nivel de optimización del conglomerante, mediante el tamizado, pudiendo incluir el factor de la superficie específica en el estudio experimental. Señalar, que uno de los motivos principales para dicha optimización, surgió a raíz de los resultados de este apartado, y su correlación con las propiedades mecánicas, que se presentarán y discutirán, posteriormente, en la tesis.

Finalmente, el grupo AT, con el conglomerante tamizado, presentó un grado de hidratación mayor en términos generales, en comparación con los otros dos grupos (exceptuando la muestra con un 10% de adición), con una disminución menos pronunciada en cuanto al grado de hidratación de la fase anhidra, a medida que se incorpora aerogel.

El GdH de la muestra tamizada con adición del 10% (muestra AT(10)) fue de 0,78, aunque la muestra AT(20), aumentó el GdH hasta 0,93, con un 20% de aerogel. A partir de este punto, la tendencia fue descendente, según se incrementó la cantidad de aerogel, disminuyendo paulatinamente hasta 0,89, para la adición del 100%, y por lo tanto, mostrando que el proceso del tamizado mejora el grado de hidratación en la anhidrita del conglomerante, al igual que para el caso del semihidrato, generando un mejor comportamiento en este sentido, en relación a las muestras con la mínima concentración de surfactante utilizada en este estudio.

El menor grado de hidratación de las muestras A(10) y AT(10), en relación al resto de muestras de cada grupo, puede deberse al error experimental, ya que no se explica particularmente estos dos casos, al observar que de manera generalizada, tanto el semihidrato como la anhidrita, en el resto de las muestras y grupos, la tendencia es siempre descendente.

5.2.7. MICROESTRUCTURA DE LOS COMPUESTOS MEDIANTE MEB-EDAX

Las micrografías obtenidas mediante Microscopía Electrónica de Barrido muestran la microestructura más representativa de cada muestra. Los yesos de las muestras “Referencia”, “Referencia AT”, A(0), B(0) y AT(0), a 100 aumentos (x100), se presentan en la figura 5.25.

Fig. 5.25. Micrografías de los yesos de las muestra “Referencia” (a/b), “Referencia AT” (c), A(0) - (d), B(0) - (e) y AT(0) - (f), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

El yeso “Referencia” presentó unos poros de morfología irregular, de distintos tamaños (Fig. 5.25– a). La muestra “Referencia AT” (Fig. 5.25– c), presentó unos poros de morfología similar al de la muestra “Referencia”, pero con mayor proporción de poros de tamaño reducido y distribuidos de forma más homogénea.

Por otra parte, en cuanto a las muestras con surfactante A(0), B(0) y AT(0), Fig. 5.25, imágenes d, f y e, respectivamente, presentaron una morfología de poro similar que el yeso de sus respectivas referencias, y además con poros de morfología esférica generados por el surfactante, con una concentración claramente mayor, en el caso de la muestra B(0), consistente con el aumento en la cantidad de surfactante, confirmando el efecto espumante del mismo.

Para observar el efecto del surfactante en la morfología cristalina en ausencia de aerogel, se realizaron imágenes a 2000 aumentos (x2000), para las muestras “Referencia”, “Referencia AT”, A(0), B(0) y AT(0) (Fig. 5.26).

Fig. 5.26. Micrografías de los yesos de las muestra “Referencia” (a/b), “Referencia AT” (c), A(0) - (d), B(0) - (e) y AT(0) - (f), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

Las micrografías de la imagen anterior muestran la variación del hábito cristalino en presencia de surfactante. Las muestras “Referencia” (Fig. 5.26, imágenes a y b), así como la “Referencia AT” (Fig. 5.26, imagen c), presentan cristales de morfología tabular, con tamaños entre $1 \times 1 \times 5$ a $2 \times 2 \times 10 \mu\text{m}$; y las muestras A(0), B(0) y AT(0) (Fig. 5.26, imágenes d, e y f respectivamente), presentaron, además, cristales de menor tamaño, de $0,05 \times 0,05 \times 1 \mu\text{m}$, generados por la presencia del surfactante, y por lo tanto, con mayor proporción en la muestra B(0) (Fig. 5.26, imagen e).

Lo observado anteriormente, muestra que, a pesar de la naturaleza no-iónica del surfactante, éste puede generar una modificación de la morfología de crecimiento, especialmente a altas concentraciones, en comparación con las muestras de referencia. Este comportamiento podría explicar la menor resistencia a compresión del grupo B de muestras, con mayor cantidad de surfactante, que el grupo A, con menor cantidad.

A continuación, se presentan las micrografías de las muestras del grupo A, a 100 aumentos (x100), para observar el efecto en la microestructura generado por la incorporación de aerogel de sílice en la matriz del conglomerante (Fig. 5.27).

Fig. 5.27. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo A, A(10) - imagen (a), A(20) - imagen (b), A(30) - imagen (c), y A(100) - imagen (d), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

Las micrografías de la imagen anterior muestran la efectividad del surfactante para anular la repulsión hidrófoba de las partículas de aerogel, ya que, como se observa, existe un contacto directo entre la matriz del conglomerante y las partículas de aerogel a la escala presentada, generando una buena cohesión entre ambos materiales (señalado con un círculo).

Por otra parte, no se observan burbujas de aire (de morfología esférica), generadas por el surfactante, en la matriz de yeso, como en el caso de las muestras sin aerogel, sugiriendo un comportamiento distinto en presencia de aerogel, evitando la estabilización de burbujas de morfología esférica en la matriz.

En la figura 5.28 se presentan las micrografías de las muestras del grupo A, a 2000 aumentos (x2000), para observar las variaciones de la morfología cristalina generadas por la incorporación de aerogel de sílice en la matriz del conglomerante.

Fig. 5.28. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo A, A(10) - imagen (a), A(20) - imagen (b), A(30) - imagen (c), y A(100) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

Las micrografías anteriores muestran cristalización de yeso en la interfase entre el yeso y el aerogel, en todos los casos. No obstante, la morfología cambia en presencia de partículas de aerogel, siendo este efecto más acusado a altas concentraciones (Fig. 5.28, c y d), generando cristales aciculares y planares, con tamaños de hasta $0,5 \times 0,5 \times 20 \mu\text{m}$.

Las imágenes anteriores muestran también una ligera modificación de la morfología cristalina ocasionada por el surfactante; no obstante, como se observará posteriormente, los cristales aciculares y planares están relacionados con la alta relación agua/conglomerante.

Por otra parte, a esta escala (x2000), se observa una alta porosidad entre los cristales, que se incrementa a medida que aumenta la cantidad de aerogel, explicando parcialmente la alta proporción de aire cuantificada anteriormente (Fig. 5.9), por lo que, a pesar de no formar burbujas de aire de morfología esférica, este se deposita entre la matriz del conglomerante. Este comportamiento, genera un escaso entrelazamiento cristalino adicional al provocado por la disminución de espesor de los cristales, por lo que probablemente tenga repercusiones negativas en las propiedades mecánicas, como se discutirá posteriormente.

A continuación, se presentan las micrografías de las muestras del grupo B, a 100 aumentos (x100), para observar el efecto en la microestructura generado por la incorporación de aerogel de sílice en la matriz del conglomerante, así como una alta concentración de surfactante (Fig. 5.29).

Fig. 5.29. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo B, B(10) - imagen (a), B(20) - imagen (b), B(30) - imagen (c), y B(100) - imagen (d), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

Las muestras del grupo B, presentaron una modificación de la superficie de las partículas de aerogel, debido a la alta concentración de surfactante, un comportamiento no observado en los otros grupos de series (A y AT), generando una menor cohesión entre el conglomerante y el aerogel. Este efecto probablemente tenga una relación directa con las peores propiedades mecánicas y térmicas observadas en esta tesis, como se presentará posteriormente.

A continuación, se presentan las micrografías de las muestras del grupo B, a 2000 aumentos (x2000), para observar el efecto en el crecimiento cristalino generado por la incorporación de aerogel de sílice en la matriz del conglomerante y el aumento de surfactante (Fig. 5.30).

Fig. 5.30. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo B, B(10) - imagen (a), B(20) - imagen (b), B(30) - imagen (c), y B(100) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

En cuanto a la morfología cristalina y en presencia de aerogel, las muestras del grupo B son similares a las del grupo A (Fig. 5.28), observándose una tendencia muy similar en cuanto a su hábito cristalino, a medida que aumenta la proporción de aerogel, presentando cristales aciculares con mayor relación longitud/anchura.

Por otra parte, como se observa en la figura 5.31 (a 500 aumentos), a modo de ejemplo, las muestras del grupo B presentaron algunas zonas con baja concentración de cristales de yeso, siendo más evidente a medida que aumenta la proporción de aerogel.

Fig. 5.31. Micrografía de la muestra B(100), a 500 aumentos (x500), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

A continuación, se presentan las micrografías de las muestras del grupo AT, a 100 aumentos (x100), para observar el efecto en la microestructura generado por la incorporación de aerogel de sílice en la matriz del conglomerante tamizado (Fig. 5.32).

Fig. 5.32. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo AT, AT(10) - imagen (a), AT(20) - imagen (b), AT(30) - imagen (c), y AT(100) - imagen (d), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

Las imágenes anteriores son similares a las obtenidas para las muestras del grupo A (Fig. 5.27); no obstante, no se apreciaron zonas sin yeso, presentando una matriz mejor distribuida entre las partículas de aerogel.

A continuación, se presentan las micrografías de las muestras del grupo AT, a 2000 aumentos (x2000), para observar el efecto en el crecimiento cristalino generado por la incorporación de aerogel de sílice en la matriz del conglomerante tamizado (Fig. 5.33).

Fig. 5.33. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo AT, AT(10) - imagen (a), AT(20) - imagen (b), AT(30) - imagen (c), y AT(100) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

En cuanto a la morfología cristalina, las muestras del grupo AT no presentaron diferencias con lo observado en las muestras de los grupos A y B (Fig. 5.28 y Fig. 5.30), presentando una tendencia muy similar en cuanto al cambio en el hábito cristalino, a medida que aumenta la proporción de aerogel, mostrando, al igual que en los otros dos grupos, cristales aciculares cada vez más alargados y con menor sección transversal.

Además de las micrografías de las muestras del *grupo principal*, se llevaron a cabo un *grupo secundario*, proveniente del subgrupo *MEB-ICP*, para determinar los factores que pueden tener una relación con la morfología cristalina observada anteriormente, de tal manera, que se pueda reproducir las condiciones del conglomerante en las mezclas con alta relación agua/yeso y alto contenido de aerogel.

Para hacer este experimento, se llevaron a cabo muestras con las mismas proporciones, en cuanto a sus componentes, que las muestras A(100) y AT(100), pero sin aerogel, de tal manera que se pudiera valorar también el efecto del surfactante en dichas relaciones agua/yeso (3,6), desarrollando muestras con y sin surfactante, separando las variables presentes en las muestras con aerogel.

El principio del experimento reside en que, una vez que el conglomerante entra en contacto con la disolución de amasado, y se mezcla con ella, el aerogel absorbe esta disolución, que, como se pudo observar anteriormente, a partir del análisis por ICP-OES de las mismas, se encuentra sobresaturada en iones de Ca^{2+} y SO_4^{2-} .

No obstante, en las mezclas con aerogel, la matriz de yeso permanece en contacto con el aerogel durante todo el proceso de fraguado, y por lo tanto, de cierta manera con la disolución de amasado, por lo que el experimento se llevó a cabo, separando la fase líquida a los 3 minutos de amasado (Fig. 5.34), en un grupo de muestras, a las 3 horas en otro grupo de muestras (Fig. 5.35), y finalmente en un tercer grupo, sin extraer la fase líquida de la mezcla (Fig. 5.36), dejándola evaporar en ambiente de laboratorio.

Fig. 5.34. Micrografías de los yesos del subgrupo MEB-ICP, A(3 min) - imagen (a), AT(3 min) - imagen (b), A/0,1% (3 min) - imagen (c), y AT/0,1%(3 min) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

En la imagen anterior podemos observar que, hay evidencia de haber comenzado ya la precipitación de yeso en la superficie de los cristales (círculo azul), mostrando una morfología cristalina similar a la observada en las muestras con 10% de adición de aerogel (Fig. 5.28 – a).

No obstante, lo observado en la imagen anterior, sugiere que, aunque el aerogel absorbe el exceso de agua de amasado a los 2 minutos de la mezcla, el agua sigue interactuando con el yeso, participando en todo el proceso de disolución de iones de Ca^{2+} y SO_4^{2-} , así como de nucleación y crecimiento cristalino.

No se observan cambios en la morfología de los cristales de yeso, debido al tamizado del conglomerante; no obstante, se puede observar un ligero aumento en el tamaño de los cristales en presencia del surfactante para este caso en particular (Fig. 5.34, imágenes c y d), en comparación con las muestras sin surfactante (Fig. 5.34, imágenes a y b).

Fig. 5.35. Micrografías de los yesos del subgrupo MEB-ICP, A(3 h) - imagen (a), AT(3 h) - imagen (b), A/0,1% (3 h) - imagen (c), y AT/0,1%(3 h) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

En las micrografías de la imagen anterior se pueden observar unos resultados muy interesantes, mostrando que si se lleva a cabo la extracción de la fase líquida a las 3 horas, la

morfología cristalina se asemeja a las de alta concentración de aerogel, presentando cristales no solo alargados, sino de muy bajo espesor, sugiriendo una modificación del crecimiento cristalino, un comportamiento no observado en los otros 2 casos, de las muestras del grupo secundario, sugiriendo que la interacción del aerogel con el yeso, no solo está relacionada con el efecto que pueda provocar una muy alta relación agua/yeso, sino que también puede estar generando una interacción con los iones de Ca^{2+} y SO_4^{2-} , pudiendo quedarse estos últimos al interior de las partículas de aerogel, y por lo tanto, generando cristales de menor espesor.

No obstante, esta interacción se interrumpe a las 3 horas, en este experimento, llegando a formarse tan solo algunos cristales aciculares y planares ultra finos, como los observados en las muestras con alto contenido de aerogel (Fig. 5.28 – d).

Por otro lado, este estudio complementario, realizado mediante SEM, no muestra una evidencia clara de que el surfactante, en baja concentración, este afectando de manera significativa el proceso de cristalización, en una alta relación agua/yeso, al presentar en todos los casos, cristales de morfología similar.

Finalmente, si se deja evaporar la disolución de forma natural, sin separarla de la fase sólida, en ambiente de laboratorio (21°C y 50% de humedad relativa), se puede observar lo que se muestra en la figura 5.36.

Fig. 5.36. Micrografías de los yesos del subgrupo MEB-ICP, AT (7 D) - imagen (a), AT/0,1% (7 D) - imagen (b), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.

En estas muestras, los cristales de yeso tienen un espesor evidente, a diferencia de lo observado en las micrografías anteriores (Fig. 5.35) y en las muestras con alto contenido de aerogel (Fig. 5.33), sustentando la hipótesis expuesta anteriormente, sobre la interacción de los iones Ca^{2+} y SO_4^{2-} con las partículas de aerogel, ya que aun llevando a cabo mezclas con la misma relación agua/yeso que las muestras con alto contenido de aerogel, AT(100), ya sea con y sin surfactante, los cristales generados son aciculares y planares de tamaño similar a los de estas últimas, pero claramente de mayor espesor.

De esta forma se puede sugerir que, el aerogel afecta al crecimiento cristalino, al promover una interacción inusual entre el agua de amasado, las diferentes fases de sulfato de calcio (semhidrato y anhidrita) y los iones Ca^{2+} y SO_4^{2-} disueltos en la misma, generado principalmente por la alta relación agua/yeso, así como también por la separación localizada de esta disolución, con la pasta del conglomerante.

5.3. EFECTO DE LA MACROESTRUCTURA Y MICROESTRUCTURA EN LAS PROPIEDADES FÍSICAS (ELEMENTALES) Y MECÁNICAS DEL MATERIAL

5.3.1. COMPOSICIÓN VOLUMÉTRICA EN ESTADO SECO

Al igual que las proporciones en volumen del estado fresco, si no se lleva a cabo ninguna consideración sobre el surfactante remanente en el aerogel, la distribución en estado seco de los componentes por volumen (m^3) en las muestras del *grupo principal*, se correspondería con lo presentado a continuación en la Tabla 5.15.

Tabla 5.15

Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado endurecido para un metro cúbico.

Nombre de la serie	Yeso (m^3)	Aerogel (m^3)	Aire ocluido (m^3)
Referencia	0,633	-	0,367
Referencia AT ($<80\mu\text{m}$)	0,668	-	0,332
A(0)	0,615	-	0,385
A(10)	0,271	0,345	0,384
A(20)	0,176	0,442	0,383
A(30)	0,125	0,479	0,396
A(100)	0,044	0,571	0,385
B(0)	0,602	-	0,393
B(10)	0,298	0,358	0,332
B(20)	0,180	0,434	0,373
B(30)	0,134	0,495	0,356
B(100)	0,050	0,592	0,341
AT(0)	0,649	-	0,350
AT(10)	0,276	0,345	0,379
AT(20)	0,183	0,442	0,375
AT(30)	0,133	0,484	0,382
AT(100)	0,047	0,577	0,375

La distribución en volumen de los componentes de la tabla anterior, se ha llevado a cabo teniendo en cuenta las proporciones en volumen en estado fresco, presentadas anteriormente en la Tabla 5.6 y Tabla 5.7, así como la cantidad de yeso formada, obtenida a partir del grado de hidratación de los sulfatos, mediante difracción de rayos-X.

Posteriormente, se tiene en cuenta la estructura del aerogel, separando, tanto su fracción sólida, su fracción porosa, y finalmente, el volumen invadido por el surfactante restante.

A partir de lo mencionado anteriormente, se presentan las interacciones consideradas en las muestras de estudio (Tabla 5.16).

Tabla 5.16

Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado endurecido para un metro cúbico.

Nombre de la serie	Aerogel (Sólido) (m ³)	Aerogel (Aire) (m ³)	Aerogel (Surfactante) (m ³)
Referencia	-	-	-
Referencia AT (<80 μ m)	-	-	-
A(0)	-	-	-
A(10)	0,0290	0,316	-
A(20)	0,0371	0,405	-
A(30)	0,0403	0,439	-
A(100)	0,0480	0,523	-
B(0)	-	-	-
B(10)	0,0301	0,316	0,0113
B(20)	0,0365	0,405	0,0131
B(30)	0,0416	0,439	0,0147
B(100)	0,0498	0,523	0,0172
AT(0)	-	-	-
AT(10)	0,0290	0,316	-
AT(20)	0,0372	0,405	-
AT(30)	0,0407	0,444	-
AT(100)	0,0486	0,529	-

Una vez establecida la distribución del agua y el surfactante en las muestras, podemos finalmente determinar los componentes por volumen en estado seco, como se presenta gráficamente a continuación (Fig. 5.37).

Fig. 5.37. Componentes por volumen en estado seco.

La imagen anterior muestra que, el volumen de aire en las muestras es aproximadamente del 40%, a excepción de la muestra “Referencia AT” y las muestras del grupo B, con un 35% del volumen aproximadamente.

Las diferencias entre la “Referencia” y la “Referencia AT”, son debido a la mayor cantidad de yeso formado en esta última, en las que, a pesar de tener ligeramente mayor aire ocluido durante el amasado, como se presentó anteriormente en la Tabla 5.16, la formación de yeso contrarresta este efecto.

Por otro lado, de igual forma que las muestras anteriores, el agua de amasado no consumida por el conglomerante en la matriz, es evaporada, aumentando la porosidad total, observando curiosamente que, a medida que se aumenta el volumen de aerogel, y se disminuye la cantidad de agua relativa al conglomerante, la suma total de aire final es similar en todos los casos, debido a que el aire introducido por el aerogel durante el amasado se suma a la porosidad generada por la evaporación del agua, a medida que se incrementa el volumen del mismo y por lo tanto, dando una sumatoria final constante.

Sin embargo, lo anterior ocurre en menor medida en el grupo B, ya que el aire introducido por el aerogel es ligeramente menor, generado por el aumento en la cantidad de surfactante.

5.3.2. PROPIEDADES FÍSICAS ELEMENTALES

La densidad aparente y real, porosidad total y accesible al agua y el módulo de saturación de las muestras del *grupo principal*, se presentan en la Tabla 5.17.

Tabla 5.17

Densidad aparente y real de las muestras en estado endurecido en kilogramos por metro cúbico. En paréntesis, se muestra la desviación típica de los ensayos experimentales (no se obtuvieron para densidad real, porosidad real y módulo de saturación, al ser calculados a partir de la media de otros datos experimentales).

Nombre de la serie	Densidad aparente (kg/m ³)	Densidad real (kg/m ³)	Porosidad total (%)	Porosidad accesible al agua (%)	Módulo de saturación (%)
Referencia	1381 (6)	2147	36,7%	21,4% (0,3%)	58,4%
Referencia AT (<80µm)	1355 (5)	2019	33,2%	26,8%	80,7%
A(0)	1360 (10)	2130	38,5%	25,2% (0,2%)	65,5%
A(10)	677 (6)	2111	70,0%	28,8% (0,7%)	41,2%
A(20)	473 (3)	2065	78,7%	27,7% (0,3%)	35,3%
A(30)	369 (30)	2034	83,4%	26,5% (0,6%)	31,7%
A(100)	196 (10)	1860	90,8%	19,1% (1,8%)	21,0%
B(0)	1297 (16)	2200	39,3%	24,6% (0,2%)	62,6%
B(10)	727 (10)	2209	66,0%	29,0% (0,4%)	44,0%
B(20)	481 (10)	2167	77,1%	34,0% (0,6%)	44,2%
B(30)	393 (20)	2153	80,9%	35,6% (0,2%)	44,0%
B(100)	204 (4)	2054	88,3%	38,7% (4,0%)	43,8%
AT(0)	1349 (3)	2103	35,0%	27,4% (0,6%)	78,1%
AT(10)	691 (1)	2195	69,5%	28,8% (0,6%)	41,5%
AT(20)	483 (5)	2133	78,0%	28,9% (0,4%)	37,0%
AT(30)	374 (2)	2112	82,6%	27,7% (0,1%)	33,6%
AT(100)	199 (7)	2020	90,4%	19,1% (0,5%)	21,2%

Como se observa en tabla anterior, la muestra “Referencia” mostró alrededor de un 2% mayor densidad aparente y un 6% mayor densidad real que la muestra “Referencia AT”, debido a la menor cantidad de aire introducido durante el amasado; no obstante, la disminución en la densidad real, se debe en mayor medida al menor grado de hidratación, ya que, como se presentó en la Tabla 2.3 (capítulo 2), la anhidrita presenta la mayor densidad real

de todos los sulfatos, por lo que una mayor proporción remanente de esta, en el yeso fraguado, tiende a aumentar la densidad real, como se observa en los resultados entre ambas muestras.

En este sentido, la densidad real del resto de muestras no varía de forma importante, ya que la densidad real del aerogel de sílice (1845 kg/m^3) y del yeso (2200 kg/m^3), no presentan una diferencia notable, por lo que es de esperar que todos los datos presenten valores entre el rango establecido por estos dos materiales.

Por otra parte, al haber menor formación de yeso en la muestra “Referencia”, en comparación con la muestra “Referencia AT”, esta presentó un 9,5% mayor porosidad total; sin embargo un 25% menor porosidad accesible, debido a que el tamizado genera un mayor volumen de poros abiertos, al tener un mayor número de partículas para una masa similar a la muestra sin tamizar; por lo tanto, presentando en consecuencia, un módulo de saturación menor en un 38%.

Por otra parte, la muestra B(0), sin aerogel, mostró una densidad aparente menor que la “Referencia”, “Referencia AT”, A(0) y AT(0), debido al efecto espumante del surfactante, observado también entre las muestras A(0) y AT(0), en comparación con sus respectivas referencias.

En cuanto a la densidad aparente del resto de las muestras, podemos observar la tendencia gráficamente a continuación, en la figura 5.38.

Fig. 5.38. Densidad aparente de las muestras en estado seco, en función del volumen de aerogel.

Como era de esperar, la incorporación de aerogel disminuye la densidad aparente del conjunto, ya que introduce gran cantidad de aire, tanto el intrínseco del material, como el aire ocluido durante el amasado.

Por otra parte, la tendencia general de disminución de la densidad, es lineal para todos los casos; no obstante, las muestras del grupo B, con mayor cantidad de surfactante, mostraron un ligero desfase en términos generales, presentando una densidad aparente ligeramente mayor que las observadas en las muestras de los grupos A y AT.

Sin embargo, si analizamos la densidad aparente, desde el punto de vista del volumen de yeso, podemos observar la siguiente correlación (Fig. 5.39).

Fig. 5.39. Densidad aparente de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso.

La gráfica anterior, muestra una interesante correlación lineal, entre el volumen de yeso y la densidad aparente de las muestras, ya que, independientemente del resto de los componentes, esta propiedad aumenta linealmente con el aumento de este volumen, siendo este último, el que gobierna dicha propiedad.

Por otra parte, al contar con una cuantificación de los componentes por volumen de todas las muestras, podemos analizar la densidad aparente de la matriz de yeso, dentro de los compuestos, como se muestra en la figura 5.40.

Fig. 5.40. Representación esquemática de la cuantificación de la densidad aparente de la matriz de yeso de las muestras, en estado seco, en función del volumen de aerogel.

La figura anterior muestra un efecto secundario (y de mayor importancia) de la introducción de aire durante el proceso de amasado, por parte de los gránulos de aerogel, como se presentó en la figura 5.10, que unido al agua evaporada, generó alrededor de un 40% de volumen de aire total en todos los casos, como se observó en la figura 5.37.

Este efecto ha provocado una disminución de la densidad aparente de la matriz (mostrada con el gradiente de colores grises), disminuyendo desde 1354 kg/m³, hasta 220 kg/m³ (alrededor de un 84%), en las muestras del grupo A, a medida que se incrementa el volumen de aerogel, ocurriendo de forma similar en los grupos de series B y AT, aunque con valores ligeramente mayores en el grupo B, debido al menor aire introducido durante el amasado.

Como se analizará posteriormente, el efecto mencionado en el párrafo anterior, fue determinante en las propiedades mecánicas y en la conductividad térmica de los compuestos.

Por otra parte, la diferencia en la cantidad de surfactante, presentó un efecto en la porosidad total y aparente de los compuestos con aerogel, como se muestra gráficamente a continuación (Fig. 5.41).

Fig. 5.41. Porosidad total y aparente de las muestras en estado seco, en función del volumen de aerogel.

Como se observa en la figura anterior, y como era de esperar, la porosidad total aumenta a medida que se incorpora aerogel de sílice en volumen, alcanzando una porosidad en torno al 90% en todos los casos, con una adición del 100% de aerogel en peso; sin embargo, el aumento en la cantidad de surfactante tiene un efecto reductor en esta propiedad, disminuyéndola ligeramente en presencia de aerogel (grupo B).

Por otro lado, el surfactante aumenta la porosidad aparente (accesible al agua) en las muestras sin aerogel, mostrando un aumento en torno al 18% de la muestra A(0), en comparación con la “Referencia”, aunque ligeramente menor (15%) en la muestra B(0), con mayor cantidad de surfactante. No obstante, este efecto fue menor en las muestras tamizadas, con un aumento de tan solo el 2% para la muestra AT(0), en comparación con la “Referencia AT”.

En presencia de un 10% en peso de aerogel (alrededor de un 35% en volumen), el aumento de la porosidad aparente de la muestra A(10), con respecto a la A(0) (sin aerogel, pero con surfactante), fue en torno al 14%, así como del 18% y del 5%, en las muestras B(10) y AT(10) en relación a las muestras B(0) y AT(0) respectivamente. Sin embargo, un incremento mayor, en la cantidad de aerogel, mostró un comportamiento diferente entre los grupos, principalmente el B (con mayor cantidad de surfactante), ya que para este, la

porosidad accesible al agua continua aumentando, mientras que para los otros dos grupos, la tendencia cambia a descendente.

Parte de la porosidad total está relacionada con la estructura del aerogel, no obstante, otra parte importante se encuentra localizada en la matriz del yeso, por lo que el análisis de la porosidad accesible con respecto a la total, puede hacerse gráficamente, como se muestra en la figura 5.42.

Fig. 5.42. Volumen de agua en saturación de las muestras de ensayo, en función del volumen de aerogel.

Es interesante observar en la figura anterior que, la porosidad accesible al agua de los compuestos es, en general, menor que el volumen de aire en la matriz del conglomerante, lo que sugiere que, en los compuestos fraguados, el agua no invade parcialmente el aerogel, como es el caso del estado fresco. Sin embargo, en la muestras B(30) y B(100), este volumen se satura por completo, incluso llegando a invadir parte de la estructura del aerogel, para esta última.

La figura anterior muestra una diferencia entre los grupos A, B y AT. El segundo de ellos (grupo B), con mayor cantidad de surfactante, presenta una mayor capacidad de absorción de agua, como se podría esperar de la modificación del carácter hidrófugo del aerogel, a un comportamiento hidrófilo; no obstante, los grupos A y AT, con la menor cantidad

de surfactante, presentan una disminución de la porosidad accesible al agua, a medida que se aumenta la cantidad de aerogel en volumen.

Lo anterior puede expresarse mediante el módulo de saturación, como se muestra en la figura 5.43.

Fig. 5.43. Módulo de saturación de las muestras en estado seco, en función del volumen de aerogel.

Efectivamente, la imagen anterior muestra una correlación lineal entre, la disminución del módulo de saturación y el incremento de volumen de aerogel, en los grupos A y AT; mientras que, en las muestras del grupo B (con aerogel), el valor se mantiene constante.

El comportamiento observado anteriormente, puede explicarse debido a que, la baja cantidad de surfactante, utilizada para llevar a cabo las muestras del grupo A y AT, podría estar siendo modificada parcialmente, al existir una interacción con las partículas del conglomerante, presentando un efecto menos notable una vez se ha formado el yeso, permitiendo al aerogel, recuperar su naturaleza hidrófuga original; mientras que por el contrario, el grupo B, con una gran cantidad de surfactante interactuando con el aerogel, no puede conseguir este efecto. Por lo tanto, dependiendo de la cantidad de aerogel, se puede lograr una distinta capacidad de absorción de agua en los compuestos.

5.3.3. COMPORTAMIENTO MECÁNICO DE LOS COMPUESTOS

Como se explicó anteriormente, los grupos A y B se llevaron a cabo en una primera etapa de ensayos experimentales, evaluando el efecto del surfactante en las propiedades del material, en los que, a partir del análisis de los resultados obtenidos, se llevó a cabo posteriormente el grupo AT. Para este proceso de análisis, la correcta cuantificación en volumen de los componentes fue un factor determinante, como se observará posteriormente.

Uno de los resultados principales tenidos en cuenta fueron las propiedades mecánicas, en comparación con lo observado, tanto en las micrografías realizadas por MEB, como en el grado de hidratación (GdH), ya que, a pesar de que este último fue superior en todos los casos de las muestras del grupo B, las resistencias mecánicas, a los 7 días, fueron inferiores, como se puede observar, a continuación, en la tabla siguiente (Tabla 5.18).

Tabla 5.18

Propiedades mecánicas de los compuestos a los 7 días. En paréntesis, se muestra la desviación típica.

Nombre de la serie	Resistencia a compresión (N/mm ²)	Resistencia a flexión (N/mm ²)	Dureza Brinell (N/mm ²)
Referencia	19,3 (0,77)	3,53 (0,22)	35,4 (0,46)
Referencia AT (<80 μ m)	20,1 (1,68)	4,90 (0,15)	53,1 (0,59)
A(0)	17,2 (0,19)	5,44 (0,16)	49,0 (0,77)
A(10)	0,82 (0,11)	0,83 (0,10)	3,0 (0,25)
A(20)	0,13 (0,01)	0,31 (0,03)	2,3 (0,35)
A(30)	0,06 (0,004)	0,17 (0,02)	2,1 (0,31)
A(100)	0,013 (0,002)	0,04 (0,001)	-
B(0)	12,6 (0,35)	4,76 (0,49)	33,5 (1,19)
B(10)	0,60 (0,01)	0,79 (0,02)	2,8 (0,66)
B(20)	0,11 (0,04)	0,23 (0,02)	2,1 (0,26)
B(30)	0,05 (0,003)	0,15 (0,01)	-
B(100)	0,008 (0,001)	0,04 (0,001)	-
AT(0)	22,5 (3,68)	5,52 (0,57)	55,4 (0,68)
AT(10)	1,66 (0,22)	1,26 (0,13)	3,5 (0,19)
AT(20)	0,22 (0,005)	0,44 (0,03)	2,4 (0,18)
AT(30)	0,10 (0,003)	0,22 (0,02)	2,1 (0,24)
AT(100)	0,018 (0,002)	0,05 (0,001)	-

A partir de los resultados entre los grupos A y B, se determinó una concentración óptima de surfactante del 0,1% en la disolución, pero estableciendo como siguiente objetivo aumentar el grado de hidratación, especialmente el de la fase anhidra, peor hidratada y con mayor proporción en los sulfatos de calcio del conglomerante, optando por el tamizado del material, que, como se observa en la tabla anterior, aumentó las propiedades mecánicas de las muestras con aerogel entre el doble y el triple, en comparación con los otros dos grupos.

Independientemente del tamizado del conglomerante, la tabla anterior muestra que, en términos generales, las propiedades mecánicas disminuyen a medida que se incrementa la cantidad de aerogel, como era de esperar. No obstante, la alta concentración de surfactante muestra un efecto negativo también en estas propiedades, como se mencionó anteriormente.

En particular, en las muestras con surfactante y sin aerogel, podemos observar que, las muestras A(0) y B(0), mostraron una resistencia a compresión, a los 7 días, alrededor de un 11% y 35% menor, respectivamente, en comparación con el yeso “Referencia”.

Por otro lado, el tamizado del conglomerante generó un aumento, en torno al 5%, en comparación con la “Referencia”, consecuente con el aumento en el grado de hidratación (GdH); mientras que la muestra AT(0), con surfactante, y a diferencia de las homónimas de los otros dos grupos, la resistencia a compresión aumentó en torno a un 18% y un 12%, en comparación con la muestra “Referencia” y “Referencia AT”, respectivamente.

En cuanto a las muestras con aerogel, la muestra A(10) presentó, a los 7 días, un aumento en torno al 37%, en comparación con la muestra B(10), con mayor cantidad de surfactante, mientras que la muestra AT(10), con el mayor aumento en la resistencia a compresión de todas las muestras en general, con respecto a una misma cantidad de aerogel, presentó un valor tres veces mayor (x3,2) en comparación con la B(10), con mayor cantidad de surfactante, y de más del doble (x2,3), en comparación con la muestra sin tamizar A(10).

Por otra parte, en cuanto a las muestras con una adición de aerogel del 100%, la muestra A(100) presentó una resistencia a compresión un 63% mayor que la alcanzada por la muestra B(100) (con mayor cantidad de surfactante), mientras que en la muestra tamizada

AT(100), la resistencia a compresión fue, nuevamente, del triple (x3,1) que en la B(100), y cerca del doble (x1,9) que en la muestra similar sin tamizar A(100).

En términos generales, la diferencia fundamental entre las muestras, a medida que se incorpora mayor cantidad de aerogel, reside en el volumen de yeso, como se observa en la figura 5.44.

Fig. 5.44. Resistencia a compresión de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.

Efectivamente, como se observa en la gráfica anterior, la tendencia descendente, en cuanto a la pérdida de resistencia a compresión, es exponencial, en relación con el volumen de yeso (mostrada linealmente en la gráfica, debido a la escala logarítmica del eje Y), ya que la capacidad de carga del aerogel es prácticamente nula, debido a su alta fragilidad, generada por su bajo porcentaje de masa y sus características microestructurales, siendo el yeso, claramente el responsable de soportar la carga aplicada al material.

Lo observado en la figura anterior muestra el efecto que tiene el aire ocluido en el proceso de mezcla, ya que como se observó en la figura 5.37, desplaza y reduce el volumen del yeso y aerogel, afectando negativamente, en consecuencia, a la capacidad de carga del material. Este efecto negativo, también se observó en la conductividad térmica, como se presentará posteriormente en el siguiente apartado.

Por otra parte, es interesante comparar, como se observa en la figura siguiente, únicamente las muestras con aerogel de los tres grupos (Fig. 5.45).

Fig. 5.45. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.

La imagen anterior muestra un desplazamiento ascendente en el eje Y, de las muestras de los grupos, para volúmenes de yeso similar. En particular, el grupo B presenta una resistencia a compresión menor al resto, seguida del grupo A y posteriormente, el grupo AT.

A pesar de lo anterior, y debido a que la pérdida de resistencia a compresión es exponencial, a medida que disminuye el volumen de yeso, podemos observar que en todos los grupos, la resistencia a compresión para un 100% de adición es de tan solo entre un 1% y un 2%, comparado con la muestras con un 10% de adición, de cada grupo respectivamente. No obstante, como se mencionó anteriormente, existe una diferencia notable entre los grupos, debido a las diferencias microestructurales, como se mostrará a continuación.

Por una parte, el grupo B muestra un efecto negativo, ocasionado por el exceso de surfactante, y una relación agua/yeso un tanto mayor, en el que a pesar de mostrar un mejor grado de hidratación, las resistencias mecánicas son menores. Sin embargo, este efecto no es posible de cuantificar mediante los estudios realizados en esta tesis.

Por otra parte, los grupos A y AT, con la misma cantidad de surfactante, e idénticas proporciones del resto de los componentes, presentaron claramente una diferencia en la

resistencia a compresión, debido al tamizado de conglomerante, mostrando un mejor comportamiento mecánico para esta última.

En este caso, y a diferencia del grupo B, las diferencias microestructurales entre los grupos A y AT son cuantificables, como se muestra gráficamente a continuación (Fig. 5.46).

Fig. 5.46. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función del volumen de yeso multiplicado por el grado de hidratación (GdH), a los 7 días.

Efectivamente, como se muestra en la imagen anterior, si multiplicamos el volumen de yeso de cada muestra, por su grado de hidratación, obtenido por difracción de rayos-X, podemos observar que, todas las muestras se solapan en una misma línea, mostrando una correlación, en este caso potencial (mostrada de forma lineal, debido a la escala logarítmica de ambos ejes), al producto obtenido del cálculo mencionado anteriormente.

El efecto a nivel microestructural, generado por una mejor hidratación del conglomerante, es crucial en la resistencia mecánica del material, siendo, en conjunto con el aire ocluido durante el proceso de mezcla, el factor determinante para las propiedades mecánicas de los compuestos, pudiendo afirmar, en consecuencia, que la resistencia a compresión de los compuestos disminuye, de forma potencial, a medida que disminuye el producto del volumen de yeso, multiplicado por el grado de hidratación del mismo.

La afirmación anterior se pudo comprobar experimentalmente, a partir de ensayos a compresión sobre 3 mitades de probetas del grupo AT, que fueron sumergidas en agua durante

24 horas y secadas posteriormente; un tratamiento que, como se observó en la tesis doctoral de [Sanz-Arauz, 2009], mejora el grado de hidratación.

Los resultados de la resistencia a compresión del grupo AT rehidratada (AT-H), posterior al tratamiento mencionado, se presentan a continuación en la Tabla 5.19.

Tabla 5.19

Resistencia a compresión del grupo AT, tratamiento en agua por 24 horas, y posterior secado (AT-H). En paréntesis, se muestra la desviación típica de los ensayos experimentales.

Nombre de la serie	Volumen de yeso (fracción)	Resistencia a compresión (N/mm ²)	Mejora vs. grupo AT (%)
AT-H(0)	0,659	22,8 (3,68)	1,5%
AT-H(10)	0,291	1,95 (0,11)	17,1%
AT-H(20)	0,187	0,26 (0,007)	17,6%
AT-H(30)	0,136	0,11 (0,002)	8,8%
AT-H(100)	0,049	0,025 (0,003)	38,5%

Como se muestra en la tabla anterior, el tratamiento de rehidratación promueve la formación de yeso, a partir de la anhidrita remanente, de tal modo que mejora la resistencia a compresión entre un 17% y un 39%, dependiendo de la cantidad de sulfato de calcio remanente sin hidratar.

A continuación se puede observar gráficamente este efecto, en comparación con el grupo A y AT.

Fig. 5.47. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel de los grupos A y AT, en comparación con el AT-H.

La gráfica anterior muestra que, en términos generales, la pendiente exponencial (lineal en la imagen por la escala logarítmica en el eje Y) del grupo AT-H, es ligeramente menos pronunciada que las de los grupos A y AT, alcanzando un mayor potencial con los componentes iniciales, en cuanto al grado de hidratación, desplazando los datos de las muestras, hacia arriba en el eje Y.

Por otro lado, este efecto puede observarse también en las tendencias a partir del producto del grado de hidratación (GdH) y el volumen de yeso, como se muestra a continuación, en la figura 5.48.

Fig. 5.48. Resistencia a compresión de las muestras de los grupos A, AT y AT-H, en función del volumen de yeso y el GdH.

La gráfica anterior indica que las muestras sometidas al tratamiento de rehidratación, mejoran la formación final de yeso en la matriz, y se corresponden a la tendencia presentada anteriormente, en relación al producto del grado de hidratación y el volumen de yeso, en relación con la resistencia a compresión, mostrando un desfase ascendente, en ambos ejes, en comparación con las muestras del mismo grupo sin tratamiento.

Los datos presentados en la gráfica anterior, muestran la tendencia generalizada; no obstante, aún es posible encontrar diferencias entre ambos grupos, si se comparan analíticamente, calculando los resultados para un mismo grado de hidratación, como se presenta gráficamente en la siguiente figura (Fig. 5.49).

Fig. 5.49. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel de los grupos A, AT y AT', en función del volumen de yeso por el grado de hidratación.

La grafica anterior muestra que, si se analizan solo las muestras con aerogel de ambos grupos, llevando a cabo una proyección de valores calculados, mediante la ecuación exponencial de la gráfica, del grupo AT, pero con el grado de hidratación del grupo A (representados como grupo AT'), se puede observar un incremento en la resistencia a compresión, en comparación con las muestras del grupo A, en torno al 40%.

La diferencia entre ambos casos reside en el tamaño de partícula del conglomerante, generado por el tamizado del mismo, por lo que si, además del volumen del yeso, y su grado de hidratación, consideramos la superficie específica, podemos observar lo siguiente (Fig. 5.50).

Fig. 5.50. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel de los grupos A y AT', igualando el grado de hidratación, en función del GdH x el volumen de yeso x raíz cúbica de la superficie específica.

La imagen anterior muestra que el factor que potencia la resistencia a compresión, es la diferencia entre la superficie específica del conglomerante entre ambos grupos, mostrando que la resistencia a compresión depende, finalmente, del producto del volumen de yeso, multiplicado por el grado de hidratación por la raíz cúbica de la superficie específica (en los casos estudiados en esta tesis).

Lo anterior probablemente se deba a que los volúmenes de yeso, en las muestras con aerogel, son extremadamente bajos, y por lo tanto, difícilmente distribuibles de forma completamente homogénea entre los gránulos de aerogel, si las partículas del conglomerante presentan un tamaño considerable, de tal manera que, el tamizado del mismo genera una distribución más homogénea de la matriz, como se muestra a continuación en la figura 5.51.

Fig. 5.51. Representación esquemática de la distribución de las partículas del conglomerante y el aerogel durante el amasado.

La imagen anterior muestra que para un volumen similar de conglomerante (calculado mediante un programa de edición de imágenes por ordenador, midiendo el área ocupada por cada componente), el tamizado del material no solo mejora el grado de hidratación, sino que además puede generar una mejor distribución de la matriz durante el amasado, pudiendo cubrir más área, debido a su mayor superficie específica, y por lo tanto, aumentando la cohesión entre los componentes, disminuyendo los posibles defectos en el sistema, potenciando la resistencia mecánica de forma positiva.

No obstante, el efecto observado anteriormente es relativo a los tamaños y distribución del tamaño de las partículas utilizados en esta tesis, para ambos grupos, por lo que no es necesariamente extrapolable en la misma magnitud, si se continúa disminuyendo aún más el tamaño de la partícula, por lo que sería necesario llevar a cabo más ensayos experimentales, quedando fuera del alcance de esta tesis.

Los resultados anteriores, muestran la importancia del análisis de la hidratación y la superficie específica del conglomerante, y por lo tanto, profundizando en la ciencia del material, para entender de forma más adecuada, los factores que influyen en las propiedades de los compuestos, ya que con ello es posible resolver de raíz las limitantes observadas, pudiendo aplicar la solución adecuada en una futura optimización del material.

No obstante, otro posible efecto de segundo orden, que puede estar relacionado con la pérdida de resistencia a compresión generalizada, a medida que aumenta la proporción de aerogel, puede provenir de la cinética de hidratación de los sulfatos de calcio, ya sea en términos de disolución, nucleación y crecimiento cristalino, pudiendo existir un factor cinético escondido detrás de las correlaciones mostradas en las figuras 5.49 y 5.50.

Este posible efecto, cuya cuantificación directa en las propiedades mecánicas está fuera del alcance de esta tesis, debido a la necesidad de tener que llevar a cabo estudios adicionales, puede estar relacionado con la alta relación agua/conglomerante, que como se observó en los ensayos llevados a cabo en las muestras del subgrupo **MEB-ICP** del **grupo secundario**, mediante espectrometría de emisión óptica de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), mantienen la disolución cerca de la sobresaturación de iones de Ca^{2+} y SO_4^{2-} , quedando probablemente disueltos parcialmente en el interior de las partículas de aerogel, y por lo tanto alterando la nucleación, generando cristales de los tipos planar y acicular, de muy bajo espesor, provocando un pobre entrelazamiento cristalino.

El efecto anterior se incrementa a medida que se incorpora mayor cantidad de aerogel en volumen, ya que la relación agua/conglomerante aumenta proporcionalmente con respecto al mismo, siendo más evidente este efecto en las de mayor adición de aerogel (A(100), B(100) y AT(100)).

En este sentido Singh y Middendorf reportaron en sus estudios sobre yesos endurecidos basados en semihidrato, que una reducción en el entrelazamiento cristalino genera una pérdida de resistencia mecánica, no obstante, sus resultados no son extrapolables al presente estudio [Singh y Middendorf, 2007].

Sin embargo, si se comparan los resultados obtenidos en esta tesis, con los obtenidos por otros investigadores como Bauer y Doshi y Doshi et al., con mezclas minerales similares, realizadas con una cantidad de adición de aerogel de sílice hidrófugo mesoporoso similar, observamos que, en las muestras en las que se utilizó un grout adhesivo o cemento, como material de matriz, la resistencia a compresión fue mayor al doble (x2.5), consecuente con una mayor capacidad de carga característica de estos conglomerantes, en comparación con el yeso [Bauer y Doshi, 2010; Doshi et al., 2011].

Por otra parte, como se ha venido describiendo en esta sección, las proporciones en volumen de cada componente, así como sus propiedades mecánicas, tienen su aporte en la resistencia mecánica del compuesto, así como en otras propiedades físicas, por lo que no es de extrañar que es posible encontrar una correlación entre la resistencia a compresión y otras propiedades.

En primer lugar, como ya se presentó anteriormente, en el capítulo 4, la resistencia a compresión muestra una correlación con la densidad aparente de los compuestos, como se puede observar en la figura 5.53.

Fig. 5.52. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función de la densidad aparente, a los 7 días.

La imagen anterior muestra una correlación exponencial entre la resistencia a compresión y la densidad aparente de los compuestos (mostrada de forma lineal, debido a la escala logarítmica del eje Y), prácticamente de forma idéntica que la correlación de la resistencia a compresión y el volumen de yeso, presentada anteriormente en la Fig. 5.44.

Lo anterior se explica debido a que, como se presentó en la Fig. 5.38, la densidad aparente de todos los compuestos se alinean perfectamente con respecto al volumen de yeso, responsable en gran medida de la densidad aparente final de los compuestos, por lo que no es de extrañar lo observado en la figura anterior.

De este modo se puede afirmar que, a medida que la densidad aparente de los compuestos disminuye, ocasionada por el aumento de la proporción de aerogel y aire ocluido, la resistencia a compresión disminuye exponencialmente.

En este sentido, si observamos lo opuesto, es decir, la correlación que existe en la resistencia a compresión y el aumento de la porosidad, ocasionada por el aumento de la cantidad de aerogel y aire ocluido y en consecuencia, una disminución en volumen de yeso, se puede observar lo siguiente (Fig. 5.53):

Fig. 5.53. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función de la porosidad total, a los 7 días.

Efectivamente, la imagen anterior muestra una correlación exponencial (mostrada de forma lineal, debido a la escala logarítmica del eje Y), entre la resistencia a compresión y la porosidad total, siendo un espejo de la correlación anterior, por lo que puede decirse que a medida que la porosidad total aumenta, la resistencia a compresión disminuye exponencialmente.

Por otro lado, si analizamos la resistencia a flexión de los compuestos, podemos observar lo siguiente (Fig. 5.54):

Fig. 5.54. Resistencia a flexión de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.

Como se puede observar en la imagen anterior, al igual que en la resistencia a compresión, hay una correlación exponencial (mostrada de forma lineal, debido a la escala logarítmica del eje Y) entre la resistencia a flexión y el volumen de yeso del compuesto. Sin embargo, la pérdida de resistencia es menos pronunciada que la mostrada en la resistencia a compresión, siendo esta última incluso menor en todos los casos, excepto en la muestra AT(10).

A continuación, en la Fig. 5.55, podemos observar en mayor detalle lo mostrado en la gráfica anterior, excluyendo las muestras sin contenido de aerogel.

Fig. 5.55. Resistencia a flexión de las muestras con aerogel en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.

Al igual que la resistencia a compresión, la imagen anterior muestra un desplazamiento ascendente en el eje Y, de las muestras de los grupos, para volúmenes de yeso similar.

En particular, de igual forma que en la resistencia a compresión, el grupo B presenta la resistencia a flexión menor al resto, seguido del grupo A y posteriormente, el grupo AT. No obstante, en esta ocasión, la diferencia entre ambos grupos es ligeramente inferior.

Podemos observar que, en todos los grupos, la resistencia a flexión, para un 100% de adición, es de en torno al 5% de la alcanzada por las muestras con un 10% de adición, de cada grupo respectivamente, mientras que, como se mencionó anteriormente, esta misma comparativa en la resistencia a compresión, las muestras con adición del 100%, presentaron una resistencia equivalente al 1% y 2% a la alcanzada por las muestras con un 10% de adición.

Lo anterior puede explicarse por el hecho de que los cristales de yeso pierden espesor a medida que se aumenta el contenido de aerogel; no obstante, no pierden longitud, incluso ganándola en ciertos casos, pudiendo generar un efecto similar al de las fibras de refuerzo, y por lo tanto, afectando, en menor medida, la resistencia a flexión, en comparación con la resistencia a compresión.

Como se puede observar en las imágenes anteriores, la correlación entre ambas resistencias presenta una tendencia descendente exponencial, en relación con el volumen de yeso, aunque más pronunciada, en el caso de la resistencia a compresión. Por esta razón, es interesante comparar ambas propiedades, mediante una gráfica.

A continuación, en la figura 5.56, podemos observar la correlación entre la resistencia a flexión y compresión.

Fig. 5.56. Correlación entre la resistencia a compresión y flexión de las muestras en estado seco, a los 7 días.

En la imagen anterior podemos observar que hay una correlación potencial (mostrada de forma lineal, debido a la escala logarítmica en ambos ejes) entre la resistencia a compresión y la resistencia a flexión, que abarca las muestras de todos los grupos de ensayo; un comportamiento esperable, ya que como se observó en las gráficas anteriores, la resistencia a flexión, al igual que la resistencia a compresión, dependen exponencialmente del volumen de yeso en el compuesto.

En cuanto a la dureza superficial, obtenida por un durómetro Brinell, de acuerdo con los datos presentados en la Tabla 5.18 (llevados a cabo a las muestras del *grupo principal*), podemos observar que, el tamizado tiene un efecto muy positivo en esta propiedad, ya que la muestra tamizada “Referencia AT”, presentó una dureza superficial un 50% mayor a la alcanzada por la muestra similar sin tamizar (Referencia).

Por otro lado, se puede observar que el surfactante tiene también un efecto en esta propiedad, aunque diferente dependiendo de su concentración, siendo positivo en dosis bajas y negativo en dosis altas. Particularmente, la muestra A(0) presentó un aumento en la dureza superficial en torno al 38%, en comparación con la muestra “Referencia”, el mayor de los tres casos; mientras que el aumento de la muestra AT(0), en comparación con la “Referencia AT” fue en torno al 4%.

En el caso de la alta concentración de surfactante, y a diferencia de las series A(0) y AT(0), las muestras B(0) mostraron un efecto negativo en esta propiedad, mostrando una reducción alrededor del 5%.

Por otra parte, si analizamos gráficamente la dureza superficial de las muestras, podemos observar la siguiente correlación (Fig. 5.57):

Fig. 5.57. Dureza superficial de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.

Al igual que en las otras propiedades mecánicas, la imagen anterior muestra que la dureza superficial depende exponencialmente del volumen de yeso en los compuestos (mostrado de forma lineal debido a la escala logarítmica del eje Y), aunque en esta ocasión no hay una diferencia notable entre grupos; no obstante, como se puede observar, la correlación se interrumpe en las muestras de un 100% de adición de aerogel, aportando valores nulos, e incluso en la del 30% de adición del grupo B, ya que las muestras de este grupo presentaron una dureza superficial ligeramente menor en todos los casos.

Los anterior se debe a que el recubrimiento de yeso de los gránulos aerogel, no solo tienen un espesor muy bajo, quedando partículas de aerogel prácticamente en la superficie de la muestra, debido al bajo volumen de yeso, sino que además se encuentra debilitado por el contenido de aire ocluido durante el proceso de mezcla, por lo que la matriz de yeso no es capaz de soportar ni tan solo una mínima carga aplicada.

Por otra parte, como era de esperar, existe una correlación entre la dureza superficial y la resistencia a compresión, como se muestra a continuación (Fig. 5.58).

Fig. 5.58. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función de la dureza superficial, a los 7 días.

La imagen anterior, muestra una correlación potencial entre la resistencia a compresión y la dureza superficial, sin distinción entre grupos; un resultado esperable debido a que a medida que se pierde cohesión en la matriz, se pierde resistencia en general, siendo la dureza superficial un test de penetración, presionando la superficie de la muestra con una bola metálica, por lo tanto ejerciendo una fuerza de compresión.

Como se aprecia en los resultados anteriores, el aumento de las propiedades mecánicas conseguido mediante este primer nivel de optimización, a partir de los componentes iniciales, es significativo, por lo que sienta una base sólida para establecer los factores determinantes en las propiedades mecánicas del material compuesto, para llevar a cabo, en líneas futuras de investigación, un diseño y optimización del material, interviniendo en los factores presentados anteriormente, mediante la adición de otros componentes, como se expondrá posteriormente.

5.4. EFECTO DE LA MACROESTRUCTURA Y MICROESTRUCTURA EN LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA DEL MATERIAL

Para medir la conductividad térmica de los compuestos, se desarrollaron dos probetas de 11 x 5 x 2 cm de cada serie y se midió esta propiedad, mediante la técnica del hilo caliente.

A continuación, en la Tabla 5.20, se presenta la conductividad térmica del *grupo de muestras principal*, obtenida experimentalmente.

Tabla 5.20
Conductividad térmica de los compuestos.

Nombre de la serie	Conductividad térmica (W/m•K)
Referencia	0,282 ±0,014
Referencia AT (<80μm)	0,312 ±0,016
A(0)	0,283 ±0,014
A(10)	0,096 ±0,005
A(20)	0,059 ±0,003
A(30)	0,059 ±0,003
A(100)	0,028 ±0,001
B(0)	0,282 ±0,014
B(10)	0,074 ±0,004
B(20)	0,072 ±0,004
B(30)	0,065 ±0,003
B(100)	0,034 ±0,002
AT(0)	0,311 ±0,016
AT(10)	0,097 ±0,005
AT(20)	0,061 ±0,003
AT(30)	0,052 ±0,003
AT(100)	0,029 ±0,001

Como se observa en la tabla anterior, el yeso “Referencia”, el A(0) y el B(0) presentan la misma conductividad térmica, mostrando aparentemente que el surfactante aumenta ligeramente esta propiedad física, ya que contrarresta el efecto ocasionado por un mayor volumen de aire, a medida que se aumenta la cantidad de surfactante; sin embargo, se observa

un aumento de la conductividad térmica de un 10%, debido al tamizado, tanto en la “Referencia AT”, como en la AT(0), consistente con el aumento en volumen del yeso en ambas muestras, y nuevamente, con un efecto similar por parte del surfactante.

Lo anterior también se puede observar en presencia de aerogel, donde, efectivamente, no solo el aerogel tiene una influencia en la conductividad térmica, disminuyéndola a medida que aumenta su proporción en el volumen del material, sino que también el aumento del surfactante influye negativamente, presentando un efecto contrario, al aumentar la conductividad térmica en el grupo B, en comparación con los grupos A y AT.

El efecto negativo del surfactante en la conductividad térmica, podría explicarse mediante la hipótesis de que, el exceso del mismo, en las muestras del grupo B, además de modificar la superficie de las partículas de aerogel, como se observó anteriormente mediante MEB (Fig. 5.29), se introdujo al interior de las mismas, pudiendo estar alterando la mesoestructura del aerogel, interconectando la porosidad interna, generando zonas de mayor continuidad de materia y por lo tanto, aumentando la conducción de calor al interior de las partículas.

A diferencia de las propiedades mecánicas de los compuestos de todos los grupos de series, en las que su magnitud depende esencialmente del volumen de yeso, al ser el único de los componentes capaz de aportar capacidad de carga al material, la conductividad térmica depende tanto del volumen de yeso, como del aerogel y el aire ocluido, ya que cada fase aporta, proporcionalmente a su volumen y respectiva conductividad térmica, la capacidad aislante final de cada compuesto.

Por lo explicado anteriormente, se ha propuesto un modelo matemático, basado en el de Horai, en el que se expone como calcular un material con dos fases distintas, principalmente agua y un mineral, pero en este caso teniendo en cuenta 3 fases, en sus respectivas proporciones, calculado a partir de un procedimiento en dos pasos [Horai, 1971].

El primer paso consiste en calcular la conductividad térmica de la matriz de yeso, considerada como una mezcla de aire (fase A) y yeso (fase B). Posteriormente, el segundo paso consiste en calcular la conductividad térmica del compuesto, considerando una mezcla de aerogel (fase A') y la matriz (fase B'), determinada en el primer paso, utilizando en ambos pasos las mismas reglas de cálculo establecidas por el autor, que consisten en calcular un límite superior (λ_s) y uno inferior (λ_i) de la conductividad térmica, utilizando las siguientes ecuaciones:

$$\text{Modelo A (Límite superior):} \quad \lambda_s = \lambda_B + \phi_A / \left(\frac{1}{\lambda_A - \lambda_B} + \frac{1 - \phi_A}{3\lambda_B} \right) \quad (5.1)$$

$$\text{Modelo B (Límite inferior):} \quad \lambda_i = \lambda_A + (1 - \phi_A) / \left(\frac{1}{\lambda_B - \lambda_A} + \frac{\phi_A}{3\lambda_A} \right) \quad (5.2)$$

$\phi_A =$ Fracción de volumen de la fase A

$\lambda_A = \lambda$ de la fase A

$\lambda_B = \lambda$ de la fase B

Los autores del modelo proponen posteriormente, calcular la media aritmética de λ_s y λ_i para evaluar la conductividad térmica de un material formado por dos fases; no obstante, se ha encontrado que para los materiales compuestos de este estudio, con 3 fases, y llevando a cabo el cálculo a partir de la media geométrica de ambos límites, los resultados del modelo proveen mayor congruencia con los conseguidos experimentalmente.

Por lo explicado anteriormente, la media final de los valores obtenidos en ambos pasos se calcula de la siguiente manera:

Modelo C:
$$\lambda = \sqrt{\lambda_s \lambda_I} \quad (5.3)$$

Los valores de conductividad térmica utilizados para el cálculo se presentan a continuación, en la Tabla 5.21.

Tabla 5.21
Conductividad térmica de las tres fases utilizadas para el cálculo

Material	Conductividad térmica (W/m·K)
Aerogel	0,013*
Conglomerante (fase sólida del yeso)	1,25**
Aire	0,025

* Según [Neugebauer et al., 2014], ** Según [Horai, 1971].

Si tenemos en cuenta las proporciones en volumen de la Tabla 5.15, podemos hacer un cálculo fijando la cantidad de aire ocluido en un 40% en volumen, un valor que se presenta de manera generalizada, aunque con pequeñas variaciones entre series, por lo que resulta muy útil como ejemplo para graficar la tendencia de la conductividad térmica, a medida que se incrementa el porcentaje de aerogel en volumen, como se muestra a continuación.

Para llevar a cabo la gráfica de tendencias, se plantean inicialmente las proporciones en volumen (Tabla 5.22, partiendo del yeso ocupando el 60%, el aire un 40%, y el aerogel 0%, hasta llegar a un 0% de yeso, 40% de aire y 60% de aerogel.

En la Tabla 5.22, se presentan las proporciones en volumen, para el cálculo teórico explicado anteriormente.

Tabla 5.22
Proporciones en volumen para el cálculo teórico de tendencias

Yeso (fase sólida) (Fracción)	Aire (Fracción)	Aerogel (Fracción)
0,60	0,40	0
0,55	0,40	0,05
0,50	0,40	0,10
0,40	0,40	0,20
0,30	0,40	0,30
0,20	0,40	0,40
0,10	0,40	0,50
0,05	0,40	0,55
0	0,40	0,60

Posteriormente, se lleva a cabo el primer paso del modelo, calculando la conductividad térmica de la matriz de yeso, considerada como una mezcla de aire (fase A) y yeso (fase B), por lo que se recalculan los volúmenes, tomando la proporción entre estas fases, a partir de la tabla anterior, de tal forma que la suma de ambas fases sea igual a la unidad, y se aplica, finalmente, a los tres modelos presentados anteriormente (Tabla 5.23).

Tabla 5.23
Cálculo teórico de la conductividad térmica de la matriz de yeso en las muestras, compuesta de yeso y aire.

Yeso (fase sólida) (Fracción)	Aire (Fracción)	Modelo A (W/m•K)	Modelo B (W/m•K)	Modelo C (W/m•K)
0,60	0,40	0,641	0,127	0,285
0,58	0,42	0,615	0,119	0,271
0,56	0,44	0,586	0,111	0,255
0,50	0,50	0,519	0,095	0,222
0,43	0,57	0,437	0,079	0,185
0,33	0,67	0,334	0,062	0,144
0,20	0,80	0,202	0,044	0,094
0,11	0,89	0,121	0,035	0,065
0,00	1,00	0,026	0,026	0,026

Como se observa en la tabla anterior, la conductividad térmica calculada, en el caso de la proporción 60/40, de yeso/aire, es muy similar a la obtenida experimentalmente para el yeso “Referencia”, mientras que a medida que se incrementa la proporción de aire, el valor va disminuyendo hasta alcanzar la conductividad térmica de este último (0,026 W/m•K).

Una vez llevado a cabo el proceso de homogeneización de la matriz en los compuestos, se procede a llevar a cabo el segundo paso (Tabla 5.24), calculando la conductividad térmica del compuesto, considerando una mezcla de aerogel (fase A') y la matriz (fase B'), calculada en el paso anterior.

Esta vez se tienen en cuenta las proporciones en volumen finales de aerogel y yeso, incrementando paulatinamente la primera fase y disminuyendo la segunda proporcionalmente.

Tabla 5.24

Cálculo teórico de la conductividad térmica de los compuestos a partir de aerogel y la matriz calculada.

Matriz de yeso (Fracción)	Aerogel (Fracción)	Modelo A (W/m•K)	Modelo B (W/m•K)	Modelo C (W/m•K)
1,00	0,00	0,285	0,285	0,285
0,95	0,05	0,252	0,197	0,223
0,90	0,10	0,221	0,147	0,181
0,80	0,20	0,166	0,094	0,125
0,70	0,30	0,119	0,065	0,088
0,60	0,40	0,080	0,046	0,061
0,50	0,50	0,047	0,033	0,039
0,45	0,55	0,033	0,027	0,029
0,40	0,60	0,018	0,017	0,017

La tabla anterior muestra unos valores muy próximos a los obtenidos experimentalmente, como se puede observar en la siguiente gráfica (Fig. 5.59).

Fig. 5.59. Conductividad térmica experimental de las muestras, comparada con la tendencia obtenida con el modelo matemático, fijando el volumen de aire al 40% en todos los casos.

Efectivamente, el modelo presentado muestra que la conductividad térmica de los materiales compuestos de este estudio, tienen una relación directa con las proporciones de los componentes en volumen y su respectiva conductividad térmica, en el que el aire tiene un papel fundamental, ya que disminuye la conductividad térmica de la fase sólida; no obstante, limitando, a un 60%, la proporción en volumen del componente de mayor capacidad aislante, es decir, el aerogel, como se muestra en el cambio de tendencia en la gráfica anterior, en ese punto en particular, en el que para continuar disminuyendo la conductividad térmica, es necesario disminuir la cantidad de aire ocluido.

La precisión del modelo puede ser evaluada comparando gráficamente los valores obtenidos experimentalmente, con los obtenidos mediante el modelo, teniendo en cuenta las proporciones en volumen de los componentes obtenidos a partir del cálculo de los mismos, como se presentó en la Tabla 5.15 (Fig. 5.60).

Fig. 5.60. Gráfica de la conductividad térmica mostrando los datos experimentales contra los calculados a partir del modelo presentado anteriormente (ecuaciones 5.1 – 5.3). La línea continua representa los datos obtenidos del modelo propuesto, de acuerdo con las proporciones en volumen de las muestras experimentales.

Como se observa en la figura anterior, el modelo predice, con bastante precisión, todas las mediciones experimentales, sin la necesidad de incluir ningún parámetro de ajuste. Por lo tanto, podemos concluir que el modelo anterior puede ser utilizado de forma fiable para estimar la conductividad térmica de estos compuestos, en los rangos en volumen llevados a cabo en esta tesis.

No obstante, el modelo tiene ciertas limitaciones, particularmente relacionadas con la escala, ya que si se incluye una fase extra en cualquiera de los pasos del proceso de homogeneización, el procedimiento no lleva al mismo resultado; por ello, es crucial llevar a cabo una correcta definición de las 3 fases incluidas en cada etapa del cálculo.

En las muestras llevadas a cabo, el tener en cuenta el aire y el yeso como una primera etapa de cálculo y posteriormente, en una segunda etapa, la proporción de aerogel, a partir del cálculo resultante de la primera, se conduce a resultados satisfactorios. Por lo tanto, existe el riesgo de llevar a cabo una interpretación inadecuada de este modelo, en el caso de ser utilizado para el cálculo de otros sistemas o compuestos de distinta naturaleza.

Por otro lado, como se ha venido describiendo en esta sección, las proporciones en volumen de cada componente, así como sus propiedades térmicas, tienen su aporte en la conductividad térmica del compuesto, así como en otras propiedades físicas, por lo que no es de extrañar que es posible encontrar una correlación entre la conductividad térmica y otras propiedades.

En primer lugar, la conductividad térmica muestra una correlación con la densidad aparente de los compuestos, como se puede observar en la Fig. 5.61.

Fig. 5.61. Conductividad térmica de las muestras comparada con la densidad aparente del mortero seco.

La figura anterior muestra una correlación logarítmica entre la densidad aparente y la conductividad térmica, pudiendo observar claramente que, a medida que la densidad aparente disminuye, también lo hace la conductividad térmica.

No es de extrañar que, como se mostró en la sección anterior, hay una correlación lineal casi perfecta entre el volumen de yeso y la densidad aparente, por lo que es de esperar una correlación muy similar entre la presentada anteriormente, y la que se presenta a continuación (Fig. 5.62), en relación al volumen de yeso y la conductividad térmica.

Fig. 5.62. Conductividad térmica de las muestras en función del volumen de yeso.

Efectivamente, la correlación entre la conductividad térmica y el volumen de yeso es prácticamente idéntica a la que tiene con la densidad aparente, por lo que a medida que se disminuye el volumen de yeso, se aumenta la capacidad aislante, de forma logarítmica.

En segundo lugar, si analizamos la conductividad térmica en función de la porosidad total, se puede observar una clara correlación, como se muestra en la figura 5.63.

Fig. 5.63. Conductividad térmica de las muestras comparada con porosidad total del mortero seco.

Efectivamente, la capacidad aislante del material aumenta exponencialmente, a medida que se aumenta la porosidad, en este caso, tanto la aportada por las partículas de aerogel, a escala nanométrica, como la aportada por el aire ocluido, a una escala mayor. No obstante, como veremos más adelante en el texto, si el aporte de porosidad a la matriz del yeso, fuera exclusivamente a escala nanométrica, el efecto sería mucho más pronunciado.

Finalmente, los resultados experimentales obtenidos en esta tesis, son comparables y consistentes con los obtenidos por otros autores, en los que se ha utilizado aerogel de sílice hidrófugo, con tamaño de poro similar, así como conglomerantes minerales como matriz ligante, como es el caso de cemento, grout y yeso basado en semihidrato [Bauer y Doshi, 2010; Doshi et al., 2011; Frank et al., 2000; Stahl et al., 2012].

No obstante, los compuestos llevados a cabo en otros estudios basados en aerogel macroporoso y semihidrato, presentaron conductividades térmicas superiores a las de esta tesis, mostrando una conductividad térmica de $0,21 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, para una adición de aerogel del 10% en relación al peso del conglomerante, es decir, entre un 100% y un 200% mayores a las del presente estudio.

Estos resultados pueden estar relacionados a que las muestras llevadas a cabo por los autores presentaron una densidad aparente un 30% mayor; no obstante, incluso si comparamos los resultados entre muestras de una densidad similar, las de esta tesis, con aerogel mesoporoso, presentaron una conductividad térmica un 40% menor.

Lo anterior se debe a que, como se explicó en el capítulo de antecedentes, el aerogel mesoporoso es más efectivo en reducir la conductividad térmica que los aerogeles macroporosos, principalmente por el tamaño del poro, en el rango de los 20 nanómetros, que es menor al del camino libre de aire ($\sim 67 \text{ nm}$), generando una red mesoporosa capaz de inhibir la colisión de las moléculas de aire entre sí mismas, eliminando virtualmente la transferencia de calor por convección, un factor añadido al aportado por su baja fracción sólida, la cual, adicionalmente, consta de muchos puntos carentes de interconexiones, lo que obstaculiza la conducción del calor.

5.5. CORRELACIÓN ENTRE LA RESISTENCIA A COMPRESIÓN Y LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA

En esta tesis se ha observado que la mejora del aislamiento térmico de los compuestos minerales en general, y particularmente con yeso y aerogel de sílice, supone un compromiso entre el aumento de la capacidad aislante y una pérdida de resistencia mecánica, a medida que se incorpora mayor cantidad de agregados aislantes, en este caso, partículas milimétricas de aerogel de sílice hidrófugo mesoporoso.

En términos prácticos, para llevar a cabo una optimización en profundidad de los compuestos aislantes propuestos en esta tesis, es de gran utilidad analizar la correlación entre la conductividad térmica y la resistencia mecánica, en este caso, la resistencia a compresión, que según se ha podido observar en este capítulo, tiene una relación directa con el resto de propiedades mecánicas.

Esta relación revela la dificultad de aumentar sustancialmente la resistencia mecánica, fijando una determinada conductividad térmica, como se observa en la siguiente figura (Fig. 5.64).

Fig. 5.64. Valores experimentales de conductividad térmica vs. resistencia a compresión. La línea continua corresponde a una correlación potencial para los puntos en la gráfica. Las líneas discontinuas representan un aumento y disminución de la resistencia a compresión por un factor de 5.

Como se observa en la figura anterior, la escala logarítmica de ambos ejes presenta una correlación potencial entre ambas propiedades. Adicionalmente, se incluyen dos líneas discontinuas representando, respectivamente, una mejora y disminución de la resistencia a compresión por un factor de 5. Lograr esa mejora, sin disminuir la capacidad aislante sería de gran interés para la aplicación del material.

Este efecto se encuentra fuera de la desviación de los datos en la figura 5.64, por lo que como se ha podido observar con el primer nivel de optimización llevado a cabo en esta tesis, los efectos de segundo orden tienen un papel fundamental en este proceso de optimización.

En este capítulo se ha observado que esto puede conseguirse mediante la modificación de la microestructura de los compuestos, aportando, como ejemplo, una mejora en el grado de hidratación del conglomerante, así como una mejor distribución entre los gránulos de aerogel, aspectos de segundo orden en comparación con el factor principal del que dependen las resistencias mecánicas, como lo es el volumen de yeso presente en el compuesto.

Una vez mejorado el grado de hidratación del conglomerante, el siguiente nivel de optimización debería enfocarse en disminuir la cantidad de aire ocluido durante el amasado, ya que afecta negativamente a la resistencia mecánica y proporciona un componente con mayor conductividad térmica que las partículas de aerogel de sílice, ocupando un volumen de alrededor del 40%, como se observó anteriormente. En este sentido, este nivel de optimización podría requerir la adición de aditivos reductores de aire, así como superfluidificantes, ya que, de acuerdo con Flatt y Schober y Hampel et al., estos últimos mejoran la fluidez de la pasta, por lo que además podría reducirse la relación agua/yeso, pudiendo minimizar, en cierta medida, el efecto ocasionado por el exceso de agua en el crecimiento cristalino [Flatt y Schober, 2012; Hampel et al., 2013].

En términos generales, la optimización de las proporciones de los componentes podría incluir dos opciones principalmente; la primera es reemplazar el volumen de aire ocluido por

aerogel, de tal manera que se reduzca la conductividad térmica. Esto no cambiaría la proporción en volumen del yeso, por lo que no mejoraría la resistencia mecánica, de acuerdo a lo observado en esta tesis.

La segunda opción consiste en mejorar la resistencia mecánica, sin afectar la capacidad aislante, por lo que es necesario determinar las proporciones correctas de yeso y aerogel, en detrimento del volumen de aire. Los cambios en la resistencia mecánica se pueden estimar a partir de la ecuación exponencial de la figura siguiente (Fig. 5.65), utilizando una matriz de conglomerante con el mayor grado de hidratación.

Fig. 5.65. Resistencia a compresión de las muestras del grupo AT-H, posterior al tratamiento de rehidratación.

Por otra parte, la conductividad térmica puede ser estimada con el modelo matemático propuesto en esta tesis. No obstante, debido a la limitante del mismo, es necesario realizar el proceso de homogeneización mencionado, y por lo tanto, llevar a cabo el cálculo en dos etapas, como se explicó anteriormente.

En este sentido, la primera etapa de cálculo debe llevarse a cabo reemplazando la conductividad térmica del aire por la del aerogel, para las proporciones en volumen observadas originalmente, correspondientes al yeso y aire ocluido. Posteriormente, en la segunda etapa de cálculo, al igual que se llevó a cabo anteriormente, se incluyen las partículas de aerogel.

Siguiendo con el procedimiento anterior, podemos observar que los cambios propuestos proveerían una mejora substancial, como se puede observar en la siguiente figura (Fig. 5.66).

Fig. 5.66. Valores calculados de conductividad térmica vs. resistencia a compresión. La línea continua corresponde a los valores calculados con un 40% de aire en volumen, a partir de las muestras del grupo AT-H. La línea discontinua en color azul, corresponde al reemplazo del aire por aerogel en volumen (AT-H'). La línea raya-punto-rojo de color rojo corresponde al reemplazo del aerogel por aire ocluido (AT-H'').

La figura anterior muestra que reemplazar el aire ocluido con partículas de aerogel, aportaría mejoras importantes en la capacidad aislante de los compuestos. Fijando el volumen de yeso y, por lo tanto, sin modificar la resistencia mecánica, mejoraría la capacidad aislante, disminuyendo la conductividad térmica alrededor de un 20%, consiguiendo una sumamente baja e interesante conductividad térmica de 0,0236 mW/m·K, para la muestra AT-H'(100), y de 0,0678 mW/m·K para la AT-H'(10).

Por otro lado, modificando el volumen de yeso y fijando la conductividad térmica original para cada muestra, mejoraría la resistencia a compresión substancialmente: 88% (0,044 N/mm²) y 236% (6,11 N/mm²) para las muestras AT-H'(100) y AT-H'(10) respectivamente.

La figura anterior también muestra lo que ocurriría si se reemplazara todo el volumen de aerogel, con aire ocluido, sin modificar el volumen de yeso, mostrando un aumento en la

conductividad térmica un 56,6% para la muestra AT-H''(10) y un 71,3% para la AT-H''(100) comparada con las muestras correspondientes ATH'(10) y ATH'(100) respectivamente, ilustrando claramente el beneficio de utilizar aerogel de sílice granulado mesoporoso para mejorar la capacidad aislante de los compuestos minerales.

La fracción de yeso, en las figuras anteriores, podría ser optimizada en un mayor grado, aumentando aún más la superficie específica del conglomerante, utilizando un menor tamaño de partícula al utilizado en esta tesis, como en el caso de cementos de alta finura, que como se observó en los resultados presentados, podría potenciar aún más la resistencia mecánica; no obstante, el efecto observado en esta tesis, está relacionado con un cambio específico del tamaño de partícula, por lo que una extrapolación de este resultado podría sobrestimar este efecto, siendo necesario llevar a cabo ensayos experimentales para poder analizar el efecto adecuadamente.

Finalmente, podemos mencionar que los cambios en la morfología podrían también ser beneficiosos, pudiendo mejorar el entrelazamiento cristalino de la matriz y/o entre los gránulos y la matriz; no obstante, este efecto no se ha podido cuantificar, al quedar fuera del alcance de esta tesis.

5.6. AHORRO ENERGÉTICO DEL MORTERO AISLANTE EN UN CASO DE REHABILITACIÓN ENERGÉTICA

Como complemento a la investigación llevada a cabo en esta tesis, se consideró conveniente situarla, al menos teóricamente, en un contexto de aplicación en un caso de rehabilitación energética.

Para ello, se ha llevado a cabo un estudio de simulación del consumo de energía (calefacción, refrigeración y agua caliente sanitaria), de una vivienda unifamiliar simplificada, típica de los años 1900 a 1959 en España. Como caso de estudio, esta vivienda se ha representado principalmente por muros de ladrillo macizo (existiendo otros sistemas constructivos en esa época, no contemplados en esta tesis), además del resto de cerramiento típicos publicados por el IVE [IVE, 2014a]), en relación a este tipo de edificios.

Para aprovechar la alta capacidad aislante de los morteros estudiados en esta tesis, se ha seleccionado la muestra A(100), de menor conductividad térmica (0,028 W/m·K), para llevar a cabo la simulación; no obstante, su baja resistencia mecánica no permite cumplir con las prestaciones mecánicas necesarias exigidas en la norma UNE-EN 998, en relación a los requerimientos mínimos que los morteros aplicados como revestimiento exterior aislante deben cumplir (resistencia a compresión $>0,40 \text{ N/mm}^2$, siendo necesarios además, otros ensayos, como la adherencia al soporte y durabilidad, entre otros), y por lo tanto, limitando su posible aplicación a interiores, concretamente, como se describió en el capítulo 2, sección 2.3.1.2, vertido entre dos elementos, el muro de la vivienda, y un sistema autoportante basado en placa de yeso laminado. A continuación, se presenta una tabla resumen de los espesores de aislamiento térmico utilizados en cada caso de simulación (Tabla 5.25), de acuerdo con las zonas climáticas de estudio.

Tabla 5.25

Resumen de espesores (en milímetros) del aislamiento térmico según cada caso.

Intervención	Zona A (Málaga)	Zona D (Madrid)	Zona E (Burgos)
Edificio base	-	-	-
Rehabilitación edificios existentes	10	35	39
Requerimientos de obra nueva	44	92	100

5.6.1. EFICIENCIA ENERGÉTICA DE LA APLICACIÓN PROPUESTA

Para el edificio base de partida, se consideraron distintos niveles de aislamiento, tanto aislamiento nulo, como 2 posibles espesores del mortero aislante, aplicado por el interior, como se explicó anteriormente, de acuerdo con los requerimientos del CTE para las 3 zonas climáticas estudiadas (zona A, D y E), analizando en todos ellos, el consumo energético anual, a partir de la suma del consumo de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración.

El primer caso de mejora, es relativo al valor U mínimo exigido por el CTE, para actuaciones en las que se modifique menos del 25% de la superficie de la envolvente, mientras que el segundo caso consiste en alcanzar el nivel de aislamiento requerido en muros de fachada por el CTE, para obra nueva.

Finalmente, el tercer caso, responde a los requerimientos del CTE para este tipo de intervenciones, llevando a cabo simulaciones considerando que los cerramientos tuvieran el nivel de aislamiento prepuesto por el “edificio referencia” mencionado en el CTE, ya que el porcentaje de la envolvente que se propone rehabilitar, supera el 25% del total, por lo que el consumo energético del edificio a reformar deberá ser menor que el calculado en este tercer caso.

A continuación se presentan los resultados de la suma del consumo energético de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración, de los casos de simulación llevados a cabo, para cada zona climática (Tabla 5.26, zona A), (Tabla 5.27, zona D) y (Tabla 5.28, zona E).

Tabla 5.26

Consumo energético de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración de los casos de la zona A (kWh/m²/año)

	Zona A (Málaga)					Valor U	Espesor (cm)
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media		
Base	91,89	116,49	114,60	140,73	115,93	2,56	0,0
Rehabilitación	86,29	100,97	99,70	115,60	100,64	1,25	1,0
O. Nueva	82,88	91,15	90,47	99,66	91,04	0,50	4,4
Referencia CTE	38,97	50,64	49,94	63,34	50,72	0,94	2,0

Tabla 5.27

Consumo energético de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración de los casos de la zona D (kWh/m²/año)

Zona D (Madrid)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	184,04	243,28	239,59	303,08	242,50	2,56	0,0
Rehabilitación	161,51	182,71	181,16	204,75	182,53	0,60	3,5
O. Nueva	157,17	170,38	169,48	184,32	170,34	0,27	9,2
Referencia CTE	71,28	92,50	91,16	114,53	92,37	0,66	3,7

Tabla 5.28

Consumo energético de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración de los casos de la zona E (kWh/m²/año)

Zona E (Burgos)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	304,77	411,49	404,65	518,78	409,92	2,56	0,0
Rehabilitación	259,71	293,82	291,34	329,39	293,56	0,54	3,9
O. Nueva	252,61	274,44	272,91	297,42	274,35	0,25	10,0
Referencia CTE	104,69	136,19	134,26	166,28	135,36	0,57	4,6

A continuación se presentan los resultados del consumo energético de los casos de simulación, en función del espesor de aislamiento de aerogel (Fig. 5.67).

Fig. 5.67. Consumo energético anual (calefacción, refrigeración y ACS) según el espesor del aislamiento térmico en fachada. El límite inferior de cada zona climática representa las viviendas flanqueadas por otras viviendas, mientras el límite superior es el consumo de las viviendas exentas. Las zonas con borde discontinuo (CTE), representa el consumo energético de cada zona climática, con los cerramientos del “edificio referencia” propuesto por el CTE, representando los límites de consumo del mismo modo que los demás casos de simulación.

Como se observa en la figura anterior, el mayor porcentaje de reducción del consumo energético se logra con el primer nivel de aislamiento estudiado en todos los casos, siendo menos eficiente un mayor incremento del espesor del aislamiento térmico, para alcanzar el nivel exigido para obra nueva (segundo nivel de aislamiento).

Particularmente, en Málaga (zona A), un centímetro de aislamiento térmico logra disminuir el consumo entre un 6,1% y un 17,9%, para viviendas flanqueadas y exentas respectivamente; mientras que aumentar el aislamiento hasta los 4,4 cm (nivel de obra nueva), es decir, más del triple de espesor, el consumo tan solo disminuye un 3,4% y 11,3% más respectivamente, logrando una reducción total del 9,8% y 29,2% para los casos mencionados.

En cuanto a Madrid (zona D), este primer nivel se alcanza con 3,5 cm de aislamiento, disminuyendo el consumo entre un 12,2% y 32,4% (viviendas flanqueadas y exentas respectivamente), mientras que aumentar el aislamiento hasta 9,2 cm (nivel de obra nueva) tan solo reduce el consumo un 2,4% y 6,7% más respectivamente, es decir, un total de 14,6% y 39,2%.

Por otra parte, el mismo caso de simulación situado en Burgos (zona E), 3,9 cm de aislamiento logran disminuir el consumo un 14,8% y 36,5%, dependiendo de si la vivienda se encuentra flanqueada por otras viviendas o si es exenta, mientras que aumentar el aislamiento hasta 10 cm (nivel de obra nueva) apenas reduce el consumo entre un 2,3% y un 6,2% más, para un total de 17,1% y 42,7% respectivamente.

En consecuencia con lo descrito anteriormente, la imagen anterior también muestra un nivel de consumo aun inferior para el caso de los cerramientos del “edificio referencia” del CTE, en el que se interviene en toda la envolvente, por lo que una vez alcanzado el primer nivel de aislamiento, la reducción del consumo se conseguirá de forma más eficiente, elevando el aislamiento térmico al resto de la envolvente.

Este fenómeno se puede analizar mediante el efecto en la reducción de las pérdidas de energía a través de la envolvente, como se muestra en las siguientes tablas (Tabla 5.29, zona A), (Tabla 5.30, zona D) y (Tabla 5.31, zona E).

Tabla 5.29
Pérdida de energía total de los casos de la zona A (kWh/m²/año)

Zona A (Málaga)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	67,88	92,26	89,04	113,31	90,62	2,56	0,0
Rehabilitación	60,70	76,61	74,87	91,45	75,91	1,25	1,0
O. Nueva	55,80	65,02	64,10	74,18	64,77	0,50	4,4
Referencia CTE	31,37	45,56	43,69	57,35	44,49	0,94	2,0

Tabla 5.30
Pérdida de energía total de los casos de la zona D (kWh/m²/año)

Zona D (Madrid)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	101,61	148,22	148,61	197,67	149,03	2,56	0,0
Rehabilitación	78,89	96,42	96,27	115,62	96,80	0,60	3,5
O. Nueva	74,26	85,10	84,88	97,03	85,32	0,27	9,2
Referencia CTE	32,42	49,79	50,20	68,61	50,26	0,66	3,7

Tabla 5.31
Pérdida de energía total de los casos de la zona E (kWh/m²/año)

Zona E (Burgos)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	221,74	325,71	319,63	429,24	324,08	2,56	0,0
Rehabilitación	175,82	209,56	207,33	244,60	209,33	0,54	3,9
O. Nueva	168,40	189,86	188,46	212,46	189,80	0,25	10,0
Referencia CTE	42,12	73,92	71,73	106,22	73,50	0,57	4,6

Al igual que con los resultados del consumo energético, resulta interesante analizar la pérdida total de energía de los casos de simulación, en función del espesor del aislamiento de aerogel (Fig. 5.68).

Fig. 5.68. Pérdida total de energía por la envolvente, según el espesor del aislamiento térmico en fachada. El límite inferior de cada zona climática representa las viviendas flanqueadas por otras viviendas, mientras el límite superior es el consumo de las viviendas exentas.

La figura anterior muestra el límite de la eficacia del aislamiento por fachada, para reducir la pérdida de energía por la envolvente del edificio, para los casos particulares de simulación analizados.

No obstante, en Málaga (zona A), un centímetro de aislamiento logra reducir la pérdida de energía por la envolvente entre un 10,6% y un 19,3% (vivienda flanqueada y exenta respectivamente), una mayor eficiencia, en caso de la vivienda exenta generada evidentemente por el aumento del porcentaje de superficie intervenido de la envolvente con respecto al total, entre ambos casos. Por otra parte, el aumento a 4,4 cm de aislamiento no logrará igualar el efecto logrado con por el primer centímetro de material, reduciendo las pérdidas hasta un 17,8% y 34,5%, es decir, un 7,2% y un 15,2% más respectivamente (vivienda flanqueada y exenta).

En cuanto a Madrid (zona D), 3,5 centímetros logra disminuir la pérdida total de energía entre un 22,4% y un 41,5%, dependiendo si la vivienda el pareada o exenta, mientras que un aumento hasta 9,2 centímetros tan solo alcanza una reducción total de 26,9% y 50,9% respectivamente, es decir, un 4,6% y 9,4% más que el primer nivel de aislamiento.

Por otra parte, en Burgos (zona E), el primer nivel de aislamiento (3,9 cm) logra disminuir las pérdidas totales entre un 20,7% y un 43% (vivienda flanqueada y exenta

respectivamente), mientras que 10 cm apenas logran disminuir entre un 3,3% y un 7,5% más respectivamente, es decir, un total de 24,1% y 50,5%.

Por otra parte, es interesante analizar únicamente las pérdidas de energía específicas al muro de fachada en cada caso (Tabla 5.32, zona A), (Tabla 5.33, zona D) y (Tabla 5.34, zona E).

Tabla 5.32

Pérdida de energía por muro de los casos de la zona A (kWh/m²/año)

Zona A (Málaga)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	22,72	51,95	48,04	75,95	49,67	2,56	0,0
Rehabilitación	12,34	29,98	27,69	45,42	28,86	1,25	1,0
O. Nueva	5,30	13,55	12,40	21,16	13,10	0,50	4,4
Referencia CTE	11,07	26,08	24,07	38,13	24,84	0,94	2,0

Tabla 5.33

Pérdida de energía por muro de los casos de la zona D (kWh/m²/año)

Zona D (Madrid)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	39,18	88,82	90,54	141,59	90,03	2,56	0,0
Rehabilitación	10,92	26,46	26,74	43,63	26,94	0,60	3,5
O. Nueva	5,10	12,58	12,67	20,98	12,83	0,27	9,2
Referencia CTE	13,08	30,71	31,27	49,58	31,16	0,66	3,7

Tabla 5.34

Pérdida de energía por muro de los casos de la zona E (kWh/m²/año)

Zona E (Burgos)							
	Flanqueada	Esq. Este	Esq. Oeste	Exenta	Media	Valor U	Espesor (cm)
Base	72,20	181,27	174,72	287,43	178,90	2,56	0,0
Rehabilitación	17,06	45,28	43,18	73,88	44,85	0,54	3,9
O. Nueva	7,97	21,46	20,39	35,32	21,28	0,25	10,0
Referencia CTE	20,48	53,17	50,83	85,72	52,55	0,57	4,6

A continuación se presentan los resultados de la pérdida de energía, por muro de fachada, de los casos de simulación, en función del espesor de aislamiento de aerogel (Fig. 5.69).

Fig. 5.69. Pérdida de energía a través de los muros de fachada, según el espesor del aislamiento térmico en fachada. El límite inferior de cada zona climática representa las viviendas flanqueadas por otras viviendas, mientras el límite superior es el consumo de las viviendas exentas.

La figura anterior muestra de forma más directa, la eficacia de los primeros centímetros de aislamiento térmico por fachada, para reducir la pérdida de energía por los muros de la envolvente del edificio, para los casos particulares de simulación analizados.

En Málaga (zona A), un centímetro de aislamiento logra reducir la pérdida de energía por los muros de fachada entre un 45,7% y un 40,2% (vivienda flanqueada y exenta respectivamente), mientras que el aumento a 4,4 cm de aislamiento reduce las pérdidas hasta un 76,7% y 72,1%, es decir, un 31% y un 31,9% más respectivamente (vivienda flanqueada y exenta).

En Madrid (zona D), al igual que en los análisis anteriores, la bajada en cuanto a las pérdidas de energía por los muros de fachada, es aún más pronunciada que en el caso de Málaga, consiguiendo con 3,5 centímetros de aislamiento, reducir las pérdidas entre un 72,1% y un 69,2% (vivienda flanqueada y exenta respectivamente), mientras que un aumento hasta 9,2 cm, tan solo reduce entre un 14,9% y un 16% más, es decir, un total de 87% y 85,2% para viviendas flanqueadas y exentas respectivamente.

Por otro lado, en Burgos (zona E), el porcentaje de reducción de pérdida de energía por los muros de la fachada del edificio, con el primer nivel de aislamiento (3,9 cm) es aún mayor que en el del caso de Madrid, logrando reducir la pérdida entre un 76,4% y un 74,3%, dependiendo si la vivienda es flanqueada por otras viviendas o si es exenta. Por otro lado, continuar aumentando el nivel de aislamiento de fachada para cumplir con los requerimientos de obra nueva (10 cm) presenta la menor eficacia de las tres zonas climáticas, reduciendo las pérdidas por muro de fachada, tan solo entre un 12,6% y un 13,4% más, es decir, un total de 89% y 87,7% (vivienda flanqueada y exenta respectivamente).

Finalmente, podemos observar gráficamente, lo que supondría en cada caso, la reducción del consumo energético, en cuanto a las categorías establecidas por el certificado energético (Fig. 5.70).

Fig. 5.70. Consumo energético y calificación energética según cada intervención, por zonas climáticas. En gris, el edificio base, en azul, con aislamiento de aerogel/yeso, según el primer nivel de aislamiento mencionado anteriormente, y en rojo, el edificio con los cerramientos establecidos en el CTE para el “edificio referencia”.

La imagen anterior muestra para cada caso, lo que supondría el primer nivel de aislamiento, en cuanto al certificado energético. En el caso de Málaga (zona A), se podría disminuir una categoría (F a E), con respecto al consumo energético, con un centímetro de aislamiento de aerogel/yeso, en los muros de fachada, mientras que intervenir el resto de los cerramientos de la envolvente, supondría poder mejorar al menos una categoría más, pudiendo llegar hasta la B, en viviendas flanqueadas (la normativa señala que dicha intervención debería suponer, por lo menos, la reducción de dos niveles en dichas categorías).

En cuanto a Madrid, dependiendo el caso, 3,5 centímetros de aislamiento de aerogel/yeso (muestra A(100)), en los muros de fachada, podría suponer la mejora de dos categorías, de G a E (caso de viviendas exentas, debido al porcentaje de la envolvente intervenida), mientras que en viviendas flanqueadas por otras viviendas, esta mejora por sí sola, no supondría el aumento de categoría. No obstante, la intervención en el resto de cerramientos, podría suponer alcanzar una categoría D o C, en casos de viviendas exentas y flanqueadas respectivamente.

Finalmente, en Burgos, a pesar de la importante reducción del consumo de energía en las viviendas exentas, 3,9 centímetros de aislamiento de aerogel/yeso, no supondría una mejora de categoría; no obstante, en viviendas flanqueadas, esta intervención conseguiría pasar de una categoría G a F. Posteriormente, una mejora del resto de cerramientos, hasta los niveles del “edificio referencia” establecido por el CTE, se podría alcanzar una categoría E y D, para viviendas exentas y flanqueadas respectivamente.

A partir de este punto, sería necesario llevar a cabo un nuevo análisis por cerramientos, para determinar la efectividad de mejora de cada elemento de la envolvente, de forma que se pueda continuar reduciendo el consumo energético, y con ello, poder conseguir una categoría más alta en cuanto al certificado energético.

Lo observado en este apartado, muestra la importancia de analizar el nivel de aislamiento que aporte la mayor eficacia para cada caso en particular, pudiendo considerar la intervención en otros elementos de la envolvente, para lograr un efecto sinérgico conjunto para la reducción del consumo de energía en la vivienda estudiada. No obstante, a pesar de que un mismo nivel de aislamiento térmico puede conseguirse con cualquier material, variando el espesor, en aplicaciones por el interior cobra una gran importancia utilizar materiales de mayor capacidad aislante, para reducir la pérdida de espacio útil que supone colocar el aislamiento, un aspecto fundamental cuando no puede llevarse a cabo una intervención por el exterior del cerramiento, como es el caso de edificios cuya fachada se encuentra protegida debido a su valor patrimonial.

En este sentido, es interesante analizar el espesor requerido por otros materiales, para cumplir con el mismo nivel de aislamiento de fachada en cada zona climática (Fig. 5.71).

Fig. 5.71. Comparativa de espesores para el mismo nivel de aislamiento, con distintos materiales aislantes, por zona climática.

La imagen anterior muestra que, debido a su alta capacidad aislante, el compuesto A(100), de yeso y aerogel, lograría el mismo nivel de aislamiento que otros materiales en menor espesor. Particularmente, si lo comparamos con los morteros de mayor capacidad aislante del mercado español, el Weber Therm Aislone, presentaría alrededor de un 50% más espesor que el mortero con aerogel, mientras que para el Sika ThermoCoat, esta diferencia aumentaría hasta un 78%. Por otro lado, el material más utilizado en este tipo de intervenciones, la lana de roca (con una conductividad térmica en torno a $0,038 \text{ W/m}\cdot\text{K}$), requeriría un 36% mayor espesor.

Estas diferencias podrían aumentarse aún más, en caso de conseguir los valores obtenidos en la proyección de la figura 5.66 (sección 5.5 de este capítulo), es decir, una conductividad térmica en torno a $0,0236 \text{ W/m}\cdot\text{K}$. Esto supondría que con lana de roca, se requeriría un 61% más espesor, para el mismo nivel de aislamiento, mientras que el producto Weber Therm Aislone y el Sika Thermo Coat, un 77% y 111% respectivamente.

Mientras que para una zona climática como la A, estas diferencias podrías ser despreciables, en zonas como la D y E (Madrid y Burgos), esta diferencia podría suponer un aumento de espacio útil más importante.

6. CONCLUSIONES

- 6.1 La hidratación de los sulfatos cálcicos y formación de yeso en presencia de aerogel y un surfactante polimérico
- 6.2 Efecto del aerogel sobre las propiedades físicas y mecánicas
- 6.3 Efecto del aerogel sobre las propiedades térmicas
- 6.4 Efecto del aerogel en la microestructura de los compuestos
- 6.5 Ahorro energético del mortero aislante en rehabilitación energética

6. CONCLUSIONES

6.1. LA HIDRATACIÓN DE LOS SULFATOS CÁLCICOS Y FORMACIÓN DE YESO EN PRESENCIA DE AEROGEL Y UN SURFACTANTE POLIMÉRICO

Como se ha observado en esta tesis, la compatibilización de partículas de aerogel de sílice hidrófugo, con conglomerante minerales hidráulicos, puede lograrse mediante la modificación de la superficie de las mismas, a partir de un surfactante polimérico. Del estudio realizado en relación al proceso de mezcla y posterior hidratación, se concluye lo siguiente:

- 1) La adición del surfactante no iónico PE9200 (copolímeros de óxido de etileno/óxido de propileno (PEO-PPO-PEO)) para compatibilizar partículas de aerogel de sílice hidrófugo con un conglomerante mineral basado en sulfato de calcio multifase, genera que las partículas de aerogel absorban una gran cantidad de agua, siendo necesario aumentar notablemente la relación agua/yeso para poder llevar a cabo las mezclas. Este aumento presenta una correlación con la cantidad de aerogel, dependiendo de la concentración del surfactante en la disolución utilizada para llevar a cabo las mezclas.
- 2) La cantidad de agua absorbida por las partículas de aerogel puede variar, dependiendo de la concentración de surfactante, entre 2,9 (0,1%) y 3,7 (5%) gramos de agua por cada gramo de aerogel añadido a la mezcla.
- 3) El aumento de la relación agua/yeso derivado de la adición de partículas de aerogel, no aumenta el grado de hidratación de las fases de sulfato cálcico del conglomerante, mostrando que la interacción del agua del interior de las partículas de aerogel con el conglomerante, es distinta a que si esta agua fluyera únicamente entre las partículas de este último.
- 4) El aumento en la cantidad de aerogel disminuye el grado de hidratación de la anhidrita y del semihidrato presentes en el conglomerante mineral, en comparación con la referencia, siendo menos notable el efecto en el semihidrato.

- 5) El aumento de la superficie específica del conglomerante, mediante el tamizado del mismo, por debajo de 80 micras, aumenta el grado de hidratación de las fases de sulfato de calcio, alcanzando un GdH mayor a 0,90 para las dos fases de sulfato de calcio presentes en el conglomerante mineral.
- 6) La adición de aerogel de sílice, en conjunto con el surfactante PE9200, incorporan aire ocluido durante el proceso de mezcla. Este volumen de aire corresponde alrededor de 0,70 m³ por cada m³ de aerogel incorporado a la mezcla.
- 7) El tiempo de fraguado aumenta con el incremento de adición de partículas de aerogel de sílice, debido al aumento en la relación agua/yeso.
- 8) La adición de surfactante PE9200 no aumenta el tiempo de fraguado del conglomerante mineral; no obstante, aumenta el calor de hidratación a los 120 minutos, aunque disminuyendo el calor acumulado total a los 7 días.
- 9) La solubilidad del semihidrato disminuye en presencia del surfactante PE9200, en comparación con su solubilidad en agua; no obstante, este efecto no se produce en la anhidrita.

6.2. EFECTO DEL AEROGEL EN LA MICROESTRUCTURA Y MACROESTRUCTURA DE LOS COMPUESTOS

Las propiedades finales de los compuestos dependen del proceso de mezcla, proporción y características de los componentes, así como del posterior grado de hidratación del conglomerante, los cuales en su conjunto generan la microestructura y macroestructura final de los compuestos. En este sentido, de la influencia que tiene la incorporación de partículas de aerogel de sílice en una matriz de yeso, se concluye lo siguiente:

- 1) Las partículas de aerogel de sílice hidrófugo modificado con el surfactante utilizado en esta tesis, modifican el hábito cristalino, generando cristales más finos y alargados, de morfología acicular, además de cristales en forma de placas

irregulares. Este efecto aumenta a medida que se incorpora mayor cantidad de aerogel en volumen y por tanto, también con el aumento de la relación agua/conglomerante.

- 2) El agua depositada al interior de las partículas de aerogel afecta al crecimiento cristalino, generando que los cristales de yeso tengan una menor sección transversal, presentando una disminución del espesor de los mismos.
- 3) La alta relación agua/yeso, en conjunto con la presencia de partículas de aerogel de sílice, genera un pobre entrelazamiento cristalino en la matriz del conglomerante, pudiendo afectar negativamente las propiedades mecánicas del material.
- 4) El aerogel aumenta la porosidad total del material compuesto, ya sea, incorporando aire ocluido durante el proceso de mezcla, como el derivado de la propia mesoestructura de las partículas de aerogel.
- 5) El aire ocluido durante la mezcla, en conjunto con el agua evaporada de la pasta de yeso, generan que en el estado seco, el 40% del volumen de los compuestos sea aire depositado entre la matriz del conglomerante.
- 6) La porosidad accesible al agua de los compuestos, cambia dependiendo la concentración de surfactante y aerogel:
 - a. Una alta concentración de surfactante (5%), sin aerogel, aumenta ligeramente el módulo de saturación, en comparación con la referencia.
 - b. La incorporación de aerogel con una alta concentración de surfactante (5%), disminuye esta capacidad, presentando un valor constante del 44% independientemente de la cantidad de aerogel incorporada.

- c. La concentración mínima requerida de surfactante para llevar a cabo las mezclas (0,1%), en ausencia de aerogel, aumenta el módulo de saturación de forma notable, siendo aún más importante cuando se disminuye el tamaño de partícula del conglomerante
- d. La incorporación de aerogel con una concentración de surfactante del 0,1%, presenta un efecto reductor de esta capacidad, pudiendo disminuir esta capacidad en dos tercios para una adición de aerogel del 100% en peso de conglomerante, en comparación con la referencia.

6.3. EFECTO DEL AEROGEL SOBRE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y MECÁNICAS

Los cambios en la microestructura y macroestructura generados por la incorporación de partículas de aerogel de sílice hidrófugo y el surfactante PE9200 tienen un efecto en las propiedades físicas elementales y mecánicas de los compuestos. En este sentido, se concluye lo siguiente:

- 1) Las propiedades físicas y mecánicas del material dependen principalmente de la proporción en volumen de yeso, que es desplazado, tanto por el aerogel, como por el aire ocluido por el mismo, durante el proceso de mezcla; de este modo, el aire introducido en la matriz disminuye las propiedades mecánicas del compuesto mineral. Este factor se considera de primer orden.
- 2) A medida que se incorpora mayor cantidad de aerogel en la mezcla, la densidad aparente del material disminuye, en línea con el aumento de la porosidad total del compuesto. De esta forma, es posible generar un material ultra ligero, basado en un mortero mineral, con una densidad aparente de alrededor de 200 kg/m³.
- 3) La reducción del grado de hidratación del conglomerante, generado por la incorporación de partículas de aerogel de sílice, afectan negativamente las propiedades mecánicas. Este factor se considera de segundo orden.

- 4) El aumento de la superficie específica de las partículas del conglomerante, a partir del tamizado por debajo de 80 micras, mejora las propiedades mecánicas del compuesto, al aumentar el grado de hidratación de la matriz, presentando una correlación exponencial, entre las propiedades mecánicas y el producto del volumen de yeso multiplicado por su grado de hidratación.
- 5) El efecto generado por el aumento del grado de hidratación, en las propiedades mecánicas, puede ser potenciado en mayor medida, a partir de un tratamiento de inmersión de la probeta en agua durante 24 horas, y posterior secado, a los 7 días de la preparación de las muestras.
- 6) El aumento de la superficie específica también genera una mejor distribución del conglomerante en volumen, potenciando, en mayor medida, las propiedades mecánicas finales del compuesto. Este factor se considera de segundo orden.
- 7) El efecto sinérgico, de estos factores de segundo orden, pueden aumentar las propiedades mecánicas entre el doble y el triple, en comparación con volúmenes de yeso y aerogel similares, en los que no se ha llevado a cabo una modificación de la distribución y tamaño de las partículas del conglomerante.

6.4. EFECTO DEL AEROGEL SOBRE LA CONDUCTIVIDAD TÉRMICA

Los cambios en la microestructura y macroestructura generados por la adición de partículas de aerogel de sílice hidrófugo y el surfactante PE9200 también presentan un efecto en la conductividad térmica de los compuestos. En este sentido, se concluye lo siguiente:

- 1) La conductividad térmica de los compuestos está definida por el aporte en volumen de los tres componentes principales en las muestras: el yeso, el aerogel y el aire ocluido en la matriz del conglomerante, ya que, a diferencia de las propiedades mecánicas, cada componente aporta una parte proporcional a esta propiedad, a partir de la conductividad térmica de cada fase individual.

- 2) La fase de mayor conductividad térmica es el yeso, mientras que tanto el aire ocluido, como el aerogel, tienen un efecto reductor en esta propiedad, siendo las partículas de aerogel, las de mayor efectividad, al poseer una capacidad aislante del doble que la que puede aportar el aire ocluido, generado por su tamaño de poro, en torno a los 20 nm, que anula, en gran medida, la posible contribución del efecto por convección al interior de las partículas de aerogel. De este modo, el aire introducido en la matriz disminuye ligeramente el efecto del aerogel en la mejora de la capacidad aislante del compuesto mineral.
- 3) La adición del 10% en peso de aerogel (35% en volumen), con respecto al conglomerante, puede disminuir la conductividad térmica a un tercio, desde 0,282 hasta 0,096 W/m·K, en comparación con la referencia sin aerogel.
- 4) La adición de un 100% de aerogel (~60% en volumen), en relación al peso del conglomerante, puede disminuir la conductividad térmica un 90% (0,028 W/ m·K), en comparación con la referencia.
- 5) Un exceso de surfactante disminuye ligeramente la capacidad aislante del aerogel.

6.5. AHORRO ENERGÉTICO POTENCIAL DEL MORTERO AISLANTE, EN UN CASO DE REHABILITACIÓN ENERGÉTICA

La incorporación de aislamiento térmico en la fachada de los edificios contribuye a disminuir las pérdidas de energía a través de la envolvente, y por lo tanto, disminuyendo el consumo energético; no obstante, el efecto del espesor de la capa aislante está relacionada con la zona climática en la que esté ubicado el edificio. En este sentido, se puede concluir lo siguiente:

- 1) A medida que se aumenta el espesor de la capa aislante de la fachada, el efecto en el ahorro energético en las viviendas analizadas disminuye, presentando un espesor específico y de alta eficiencia dependiendo cada zona climática.

- 2) En Málaga (zona A), un centímetro de aislamiento térmico logra disminuir el consumo entre un 6,1% y un 17,9%; mientras que 4,4 cm (nivel de obra nueva), el consumo tan solo disminuye entre un 3,4% y 11,3% más, logrando una reducción total entre 9,8% y 29,2%, dependiendo del número de fachadas intervenidas y la disposición del edificio en su conjunto.
- 3) En Madrid (zona D), el nivel óptimo de aislamiento de fachada, sin intervenir el resto de la envolvente, se alcanza con 3,5 cm de mortero aislante, disminuyendo el consumo entre un 12,2% y 32,4%; mientras que 9,2 cm (nivel de obra nueva) tan solo reduce el consumo un 2,4% y 6,7% más respectivamente, es decir, un total de 14,6% y 39,2%. Estos porcentajes dependen, como en el caso anterior, de si la vivienda se encuentra flanqueada por otras viviendas (menor disminución en el consumo) o si se trata de una vivienda exenta.
- 4) En Burgos (zona E), 3,9 cm de aislamiento térmico en la fachada de la vivienda analizada, logran disminuir el consumo un 14,8% y 36,5%, mientras que 10 cm (nivel de obra nueva) apenas reduce el consumo entre un 2,3% y un 6,2% más, para un total de 17,1% y 42,7% respectivamente. Los porcentajes mayores corresponden a viviendas exentas, mientras que los menores, a viviendas flanqueadas.
- 5) Existe un límite en cuanto al efecto de reducción de consumo que puede lograrse mediante la incorporación de aislamiento térmico en las fachadas de las viviendas de dos niveles analizadas, por lo que, únicamente mediante la intervención de la fachada, no es posible reducir el consumo de tal modo que se mejore al calculado con los cerramientos propuestos por el CTE, en su “edificio referencia”.
- 6) Las pérdidas de energía por la fachada de la vivienda analizada, se pueden disminuir entre un 10,6% y un 43%, con el aislamiento óptimo mencionado anteriormente, dependiendo de la zona climática, y la disposición de la vivienda en su conjunto, siendo la zona E, en la que el efecto es mayor.

6.5.1. Ventajas y desventajas frente a los sistemas del mercado

A pesar de que la aproximación de esta tesis no abarca el desarrollo de un producto comercial (para el cual sería necesaria la optimización del material, en base a los factores estudiados en esta tesis, así como ensayos específicos de aplicación del material, dependiendo de su posible ubicación en la fachada (exterior e interior)), es posible comparar la capacidad aislante de los compuestos altamente aislante estudiados, con los productos de aislamiento térmico del mercado utilizados habitualmente:

- 1) Un compuesto mineral, basado en anhidrita y partículas de aerogel, puede alcanzar una capacidad aislante mayor que la conseguida por paneles de lana mineral, EPS en incluso XPS.
 - a. Una lana mineral posee una conductividad térmica un 35% mayor que el mortero con aerogel de mayor capacidad aislante llevado a cabo en esta tesis.
 - b. Los morteros con capacidad aislante de mayores prestaciones térmicas del mercado español presentan una conductividad térmica entre un 50% y un 80% mayor que el mortero de mayor capacidad aislante llevado a cabo en este estudio.
- 2) Debido a la alta capacidad aislante que se puede alcanzar, mediante la incorporación de partículas de aerogel de sílice en una matriz de yeso, es posible lograr la misma transmitancia térmica que los paneles aislantes del mercado, en un espesor inferior.
- 3) La ventaja que ofrece poder lograr el mismo nivel de aislamiento, en un menor espesor, tiene una aplicación para los casos en los que el espacio para el aislamiento térmico este limitado, como es el caso de los edificios cuya fachada se encuentre protegida y por lo tanto, requieran que el aislamiento térmico deba ser

colocado por el interior, pudiendo suponer, en casos determinados, como en zonas climáticas D y E, una reducción importante del espacio habitable.

- 4) La desventaja más clara de este tipo de compuestos, es el alto precio del aerogel; sin embargo, debido al aumento en su aplicación en edificios, así como el continuo avance tecnológico en su producción, se espera una bajada importante en el precio de venta del aerogel en un futuro próximo.
- 5) Otra desventaja son las bajas propiedades mecánicas, que requieren profundas mejoras en el material para superar las limitaciones de aplicación; sin embargo, los productos similares en el mercado (a los que ya se le ha llevado a cabo un proceso de optimización), se han aplicado incluso por el exterior de la fachada del edificio, mediante el uso de una malla de refuerzo y una capa protectora final, de mayor dureza.

FUTURAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

- Mejorar las propiedades del material compuesto mediante aditivos, para adaptarlo a posibles tipos de aplicación como revestimiento exterior e interior de fachada.
- Estudio de la aplicación del material en distintos sustratos, para evaluar su comportamiento como sistema constructivo, así como su método de aplicación (mecánica).
- Análisis de Ciclo de Vida (ACV) del material compuesto optimizado para su aplicación en edificios existentes.
- Desarrollo de materiales compuestos con otros conglomerantes minerales.

CONCLUSIONS

CALCIUM SULFATE HYDRATION AND GYPSUM FORMATION IN PRESENCE OF AEROGEL PARTICLES AND A POLYMERIC SURFACTANT

The study presented in this doctoral thesis shows that is possible to compatibilize hydrophobic silica aerogel particles with water based mineral binders through a surface modification with a polymeric surfactant. From the study regarding the mixture process and the hydration of the mineral binder, the following conclusions are formulated:

- 1) The addition of PE9200 (non-ionic surfactant based on a PEO-PPO-PEO copolymer), for compatibilizing hydrophobic silica aerogel particles with a water-based mineral binder (multiphase calcium sulfate), increases dramatically the water absorption capacity of the aerogel particles, being necessary to increase greatly the water/binder ratio, in order to formulate the slurries properly. It has been found that this increase has two different correlations in respect to the aerogel addition, depending on the surfactant concentration.
- 2) The amount of water that the aerogel particles can absorb, depending on the surfactant concentration, can be between 2.9 and 3.7 grams of water per grams of aerogel (surfactant concentration of 0.1% and 5% respectively).
- 3) The high water/binder ratios generated by the aerogel addition, doesn't increase the degree of hydration of the calcium sulfate phases of the mineral binder, showing that the interaction of the water inside the aerogel particles is different compared to free flowing water, as it doesn't enhance the degree of hydration the mineral binder.
- 4) The increase of aerogel addition reduces the degree of hydration of the anhydrite and the hemihydrate of the mineral binder, with respect to the reference gypsum, being the effect less noticeable in the hemihydrate.
- 5) The increase in the specific surface area of the mineral binder, through sieving below 80 microns, increases the degree of hydration of the calcium sulfate phases, reaching a DoH >0.9 for both anhydrite and hemihydrate phases.

- 6) The addition of silica aerogel particles with the PE9200 surfactant incorporates entrained air during the mixing process, with an around 0.70 m^3 for each m^3 of aerogel in the slurry.
- 7) The setting time increases with the increase of aerogel particles in the mixture due to the increase of the water/binder ratio.
- 8) The addition of PE9200 doesn't affect the setting time of the mineral binder, however, increases the heat of hydration at 120 minutes, but decreasing the accumulated heat at 7 days.
- 9) The solubility of the hemihydrate decreases in presence of the PE9200 surfactant, compared to its solubility in water, however, this effect is not noticeable in the anhydrite.

EFFECT OF HYDROPHOBIC SILICA AEROGEL PARTICLES IN THE MICROSTRUCTURE AND MACROSTRUCTURE OF THE MINERAL COMPOSITES

The final material properties of the mineral composites depends on the mixture process, proportion and characteristics of the components, but also from the degree of hydration of the mineral binder; all together responsible of the final microstructure and macrostructure of the composites. In this sense, from the influence of the incorporation of silica aerogel particles in a gypsum matrix, is conclude the following:

- 1) The modified hydrophobic silica aerogel particles through a surfactant used in this study, modifies the crystal growth, generating thinner and larger needle like, but also irregular plate like gypsum crystal morphologies. This effect increases as the aerogel increases and so the water/binder ratio.
- 2) The water deposited inside the silica aerogel particles affects the crystal growth, decreasing the cross section of the gypsum crystals, presenting reduced thickness.

- 3) The high water/binder ratio and the silica aerogel particles addition generates poor intercrystalline bondings in the binder's matrix, probably affecting negatively the mechanical properties of the composite material.
- 4) The addition of silica aerogel particles increases the total porosity of the composite material in two ways: the first, entraining air during the mixture process, and the second, derived from its own microstructure.
- 5) The air entrained during the mixture process, added to the evaporated water of the slurry, generated that in dry state, the 40% of the volume of the composites materials to be air within the binder matrix.
- 6) The water accessible porosity of the composites depend on the surfactant and aerogel concentration:
 - a. A high surfactant concentration in the mixture's solution (5%), increases slightly the saturation modulus, compared the reference gypsum.
 - b. The incorporation of aerogel particles with a high surfactant concentration (5%), decreases this capacity, presenting a roughly constant value of 44%, independently of the aerogel addition.
 - c. The minimum surfactant concentration required to stabilize the slurries (0.1%), but in absence of aerogel particles, increases the saturation modulus highly noticeably, being even more important with the decrease of the particle size of the mineral binder.
 - d. The incorporation of aerogel with a surfactant concentration in solution of 0.1%, presents a reducing effect in the saturation modulus, decreasing up to around 66% for an aerogel by binder's weight addition of 100%, compared to the reference gypsum.

EFFECT OF HYDROPHOBIC SILICA AEROGEL PARTICLES IN THE PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE MINERAL COMPOSITES

The microstructural and macrostructural changes generated by the addition of hydrophobic silica aerogel particles and the PE9200 surfactant affects the elemental physical and mechanical properties of the mineral composites. In this sense, the following is concluded:

- 1) The physical and mechanical properties mainly depend on the gypsum volume, which is displaced by the aerogel particles, but also by the entrained air, during the mixture process. This is considered as the main first order factor.
- 2) The increase in the aerogel particles addition decreases the bulk density of the composite, in line with the total porosity increase. By this, is possible to generate an ultra-lightweight mineral composite, presenting a dry density around 200 kg/m³.
- 3) The decrease in the degree of hydration of the binder, generated by the addition of silica aerogel particles, affects negatively the mechanical properties. This is considered as a second order factor.
- 4) The increase of the specific surface area of the mineral binder, through sieving below 80 micros, improves the mechanical properties of the composite, by increasing the degree of hydration of the mineral matrix. This effect presents an exponential correlation between the mechanical properties and the product of the gypsum volume by its DoH.
- 5) The effect generated by the increase in the DoH can be potentiated by the immersion of the samples in water for 24 h followed by drying up to constant weight, 7 days after simple preparation.
- 6) The increase of the specific surface area of the mineral binder also generates a better binder distribution in volume, potentiating even more the final mechanical properties. This is considered as a second order factor.

- 7) The synergic effect of the second order factors can increase the mechanical properties from 2 to 3 times, compared to similar samples without the sieving of the mineral binder.

EFFECT OF THE HYDROPHOBIC SILICA AEROGEL PARTICLES IN THE THERMAL CONDUCTIVITY OF THE MINERAL COMPOSITES

The microstructural and macrostructural changes generated by the addition of hydrophobic silica aerogel particles and the PE9200 surfactant also affects the thermal conductivity of the mineral composites. In this sense, the following is concluded:

- 1) The thermal conductivity of the mineral composites is defined by the volume interaction of the three main components in the samples: gypsum, aerogel particles and entrained air, showing that, in difference to the mechanical properties, each component affects proportionally this material property, according to the thermal conductivity of each individual phase.
- 2) The phase with higher thermal conductivity is the binder, while both entrained air and aerogel particles present a reducing effect in this material property, being the aerogel particles the most effective due to a two times higher thermal insulating capacity compared to steady state air, generated by its nanoscale mean pore size (20 nm), which virtually inhibits the convective effect inside of the aerogel particles.
- 3) The addition of 10% by weight of mineral binder of aerogel particles (35% volume), can decrease the thermal conductivity up to one third, compared to the reference gypsum, from 0.282, up to 0.096 W/m·K.
- 4) The addition of 100% by weight of mineral binder of aerogel particles (~60% volume), can decrease the thermal conductivity up to 90%, compared to the reference gypsum, from 0.282, up to 0.028 W/m·K.
- 5) An excess of surfactant can decrease slightly the aerogel insulating capacity.

ENERGY SAVINGS POTENTIAL OF THE INSULATING COMPOSITE IN A ENERGY REHABILITATION CASE STUDY

The increase in the insulating capacity of the building's façade contributes to decrease the energy loss through the building's envelope, and therefore, decreasing the energy consumption; however, the effectiveness of the insulating layer's thickness is related to the climatic zone of the building site. In this sense, the following is concluded:

- 1) As the thickness of the insulating layer of the façade increases, the effect on the energy savings of the dwellings analyzed decreases, showing a specific thickness for the highest efficiency, depending on each climatic zone.
- 2) In Malaga (zone A), one centimeter of insulating layer can decrease the energy consumption between 6.1% and 17.9%; while 4.4 cm (regulation for new buildings), just increases the consumption between 3.4% and 11.3% more, achieving a total of between 9.8% and 29.2%, depending on the number of exposed façades due to adjacent buildings.
- 3) In Madrid (zone D), the optimum thermal insulating level of the façade, without modifying the rest of the building enclosure, is reached with 3.5 cm of the aerogel insulating mortar, decreasing the energy consumption between 12.2% and 32.4%; while 9.2 cm (regulation for new buildings), just decreases between 2.4% and 6.7% more, a total of between 14.6% and 39.2%, depending, as the last case study, if the house is between adjacent houses or if it's an isolated house module, presenting the higher energy consumption decrease for the latter.
- 4) In Burgos (zone E), 3.9 cm of aerogel insulating mortar in the analyzed dwelling's façade, can decrease the energy consumption between 14.8% and 36.5%, while 10 cm (regulation for new buildings) just reduces this between 2.3% and 6.2% more, for a total of 17.1% and 42.7% for adjacent dwelling module and isolated module respectively.

- 5) There is a limit of the energy reduction effect that can be achieved by increasing just the thermal insulating capacity of the façade of the dwelling analyzed, therefore, just the façade refurbishment can't decrease the energy consumption in a way that improves the one using the U values for the corresponding enclosure elements, proposed by the CTE for the defined "reference building".
- 6) The energy loss through the façade of the analyzed dwelling, can be decreased between 10.6% and 43%, with the optimum insulating level mentioned before. This percentage will vary according to the exposed façades of the building (between adjacent building modules or an isolated module respectively).

Advantages and disadvantages compared to the solutions in the market

Although the approach of this thesis does not cover the development of a commercial product (for which the optimization of the material would be necessary, based on the factors studied in this thesis, as well as specific application of the material tests, depending on your possible location in the façade (exterior or interior)), is possible to compare the insulating capacity of the high insulating aerogel mortar of this study with thermally insulating products commonly used market:

- 1) A gypsum/aerogel mineral composite provides better insulating capacity compared to thermal insulating panels made of mineral wool, EPS or XPS.
 - a. A mineral wool has a thermal conductivity 35% higher than the gypsum/aerogel mortar of highest insulating capacity studied in this thesis.
 - b. The insulating mortars with the best insulating properties of the Spanish market, present a thermal conductivity between 50% and 80%, compared to the highest insulating mortar of this thesis.

- 2) Due to the high thermal insulating capacity of the gypsum/aerogel composite of this study, is possible to achieve the same U-value of the insulating panels of the market, but with less thickness.
- 3) The advantage of achieving the same U-value in a thinner layer provides an interesting application when the space is limited, such as buildings whose façade is protected and therefore, the thermal insulation should be placed in the interior side of the wall, which can produce, in certain cases, such as climatic zones D and E, a significant reduction in living space.
- 4) The clearest disadvantage is the high price of the aerogel particles, however, due to the increased use in buildings, and continuous improvements in the production technology, a dramatic price drop is expected in the near future.
- 5) Another disadvantage the low mechanical properties, requiring important material improvements to overcome the application limitations; however, similar products on the market (with an optimization process) are been placed even as exterior insulating renderings, by using mesh reinforcement and a harder exterior

7. BIBLIOGRAFÍA

7. BIBLIOGRAFÍA

- Abenza-Ruiz, B., (2009).** Aplicación del yeso en exteriores: análisis de dosificaciones en laboratorio y estudio de campo en la ciudad de Cuenca. Artículo presentado en Historia de la Construcción, Valencia, 21 - 24 de octubre de 2009.
- Abuku, M., Blocken, B., Roels, S., (2009).** Moisture response of building facades to wind-driven rain: Field measurements compared with numerical simulations. *Journal of Wind Engineering and Industrial Aerodynamics*, Vol. 97, pp. 197-207.
- Achard, P., Rigacci, A., Echantillac, T., Bellet, A., Aulagnier, M., Daubresse, A. (2011).** Insulating Silica Xerogel plaster. WO 2011083174, 14/07/2011.
- Alonso, L. A., (2013).** Sistema de cerramiento transparente de alta eficacia energética y forma libre (F2TE3). Tesis Doctoral, UPM, Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas.
- Alonso, M. M., Palacios, M., Puertas, F., (2013).** Compatibility between polycarboxylate-based admixtures and blended-cement pastes. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 35, pp. 151-162.
- Babić, B., Kaluđerović, B., Vračar, L., Krstajić, N., (2004).** Characterization of carbon cryogel synthesized by sol-gel polycondensation and freeze-drying. *Carbon*, Vol. 42, pp. 2617-2624.
- Baetens, R., Jelle, B. P., Gustavsen, A., (2011).** Aerogel insulation for building applications: A state-of-the-art review. *Energy and Buildings*, Vol. 43, pp. 761-769.
- Baghban, M. H. (2013).** A composition for production of construction materials. WO 2013139961 A1, 26/09/2013.
- Ballirano, P., Maras, A., Meloni, S., Caminiti, R., (2001).** The monoclinic I2 structure of bassanite, calcium sulphate hemihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 0.5 \text{H}_2\text{O}$). *European Journal of Mineralogy*, Vol. 13, pp. 985-993.
- Ballirano, P., Melis, E., (2009).** The thermal behaviour of gamma- CaSO_4 . *Physics and Chemistry of Minerals*, Vol. 36, pp. 319-327.
- Barbero-Barrera, M., García-Santos, A., Neila-González, F., (2014).** Thermal conductivity of lime mortars and calcined diatoms. Parameters influencing their performance and comparison with the traditional lime and mortars containing crushed marble used as renders. *Energy and Buildings*, Vol. 76, pp. 422-428.
- Barbero-Barrera, M. d. M., (2012).** Mejora del comportamiento térmico de los morteros de cal aditivados y su empleo en la rehabilitación de inmuebles = Improvement of thermal behaviour of additived lime mortars and their use in rehabilitation of buildings. Tesis Doctoral, UPM, Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas.
- Bauer, U., Doshi, D. (2010).** Aerogel compositions and methods of making and using them. WO 2010126792 A1, 04/11/2010.
- Bezou, C., Nonat, A., Mutin, J. C., Christensen, A. N., Lehmann, M. S., (1995).** Investigation of the Crystal Structure of γ - CaSO_4 , $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5 \text{H}_2\text{O}$, and $\text{CaSO}_4 \cdot 0.6 \text{H}_2\text{O}$ by Powder Diffraction Methods. *Journal of Solid State Chemistry*, Vol. 117, pp. 165-176.

- Bird, R. B., Stewart, W. E., Lightfoot, E. N., (2007).** Transport Phenomena. Wiley.
- Bitsuamlak, G. T., Gan Chowdhury, A., Sambare, D., (2009).** Application of a full-scale testing facility for assessing wind-driven-rain intrusion. Building and Environment, Vol. 44, pp. 2430-2441.
- Blanc, P., Vieillard, P., Gailhanou, H., Gaboreau, S., (2013).** Chapter 6 - Thermodynamics of Clay Minerals. In. Developments in Clay Science, Vol. 5. Elsevier, pp. 173-210.
- Blocken, B., Derome, D., Carmeliet, J., (2013).** Rainwater runoff from building facades: A review. Building and Environment, Vol. 60, pp. 339-361.
- Bosbach, D., Junta-Rosso, J. L., Becker, U., Hochella, M. F., (1996).** Gypsum growth in the presence of background electrolytes studied by Scanning Force Microscopy. Geochimica et Cosmochimica Acta, Vol. 60, pp. 3295-3304.
- Bowen, P., Houst, Y. F., Palacios, M., Puertas, F., (2009).** Adsorption of superplasticizer admixtures on alkali-activated slag pastes. Cement and Concrete Research, Vol. 39, pp. 670-677.
- Brunner, S., Stahl, T., Ghazi Wakili, K., (2012).** An example of deteriorated vacuum insulation panels in a building façade. Energy and Buildings, Vol. 54, pp. 278-282.
- Bryning, M. B., Milkie, D. E., Islam, M. F., Hough, L. A., Kikkawa, J. M., Yodh, A. G., (2007).** Carbon nanotube aerogels. Advanced Materials, Vol. 19, pp. 661.
- Buratti, C., Moretti, E., Belloni, E., Agosti, F., (2014).** Development of Innovative Aerogel Based Plasters: Preliminary Thermal and Acoustic Performance Evaluation. Sustainability, Vol. 6, pp. 5839-5852.
- Burch, D., Thomas, W., Mathena, L., Licitra, B., Ward, D., (1989).** Transient moisture and heat transfer in multi-layer non-isothermal walls--comparison of predicted and measured results. Thermal performance of the exterior envelopes of buildings IV, pp. 513-531.
- Burch, D. M., Thomas, W. C., Standards, N. I. o., Technology, Energy, U. S. D. o., (1991).** An Analysis of Moisture Accumulation in a Wood Frame Wall Subjected to Winter Climate. National Institute of Standards and Technology.
- Carmeliet, J., Derome, D., (2012).** Temperature driven inward vapor diffusion under constant and cyclic loading in small-scale wall assemblies: Part 1 experimental investigation. Building and Environment, Vol. 48, pp. 48-56.
- Çolak, A., (2000).** Density and strength characteristics of foamed gypsum. Cement and Concrete Composites, Vol. 22, pp. 193-200.
- Comisión Europea (2015).** Energy Efficiency of Buildings. <https://ec.europa.eu/energy/en/topics/energy-efficiency/buildings>.
- Cui, Z.-G., Cui, Y.-Z., Cui, C.-F., Chen, Z., Binks, B., (2010).** Aqueous foams stabilized by in situ surface activation of CaCO₃ nanoparticles via adsorption of anionic surfactant. Langmuir, Vol. 26, pp. 12567-12574.
- Chatterjee, R., Laird, D. A., Thompson, M. L., (2008).** Interactions among K⁺–Ca²⁺ Exchange, Sorption of m-Dinitrobenzene, and Smectite Quasicrystal Dynamics. Environmental Science & Technology, Vol. 42, pp. 9099-9103.

- Chung, F., (1974a).** Quantitative interpretation of X-ray diffraction patterns of mixtures. I. Matrix-flushing method for quantitative multicomponent analysis. *Journal of Applied Crystallography*, Vol. 7, pp. 519-525.
- Chung, F., (1974b).** Quantitative interpretation of X-ray diffraction patterns of mixtures. II. Adiabatic principle of X-ray diffraction analysis of mixtures. *Journal of Applied Crystallography*, Vol. 7, pp. 526-531.
- Davey, N., (1961).** A history of building materials. Phoenix House, London.
- Davies, J.,** A quantitative kinetic theory of emulsion type, I. Physical chemistry of the emulsifying agent. En: *Gas/Liquid and Liquid/Liquid Interface. Proceedings of the International Congress of Surface Activity*, 1957. pp 426-438.
- De Leo, R. et al., (2001).** Chromatic aberration and forward scattering of light in silica aerogel. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, Vol. 457, pp. 52-63.
- Derome, D., Saneinejad, S., (2010).** Inward vapor diffusion due to high temperature gradients in experimentally tested large-scale wall assemblies. *Building and Environment*, Vol. 45, pp. 2790-2797.
- Doshi, D., Miller, T., Chase, J., Norwood, C. (2011).** Aerogel composites and methods for making and using them. US Patent 0206471, 25/08/2011.
- Drachev, G. Y., Semiletova, I., Kovarskii, N. Y., (1994).** Detergency of Nonionic Surfactants in Hydrophobic Washing Compositions. *Colloid Journal*, Vol. 56, pp. 34-35.
- Du, L., Folliard, K. J., (2005).** Mechanisms of air entrainment in concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, pp. 1463-1471.
- Eastoe, J., Dalton, J. S., (2000).** Dynamic surface tension and adsorption mechanisms of surfactants at the air–water interface. *Advances in Colloid and Interface Science*, Vol. 85, pp. 103-144.
- Economidou, M., (2011).** Europe's Buildings under the Microscope.
- El Mundo.es (2015).** La eficiencia energética en la vivienda, tan crucial como ignorada. <http://www.elmundo.es/economia/2015/03/13/5501ede7e2704e78348b4575.html>.
- Estrategia Europa 20/20/20, (2010).** EUROPA 2020. Una Estrategia para un crecimiento inteligente, sostenible e integrador.
- Feldman, D., (2010).** 10 - Polymeric foam materials for insulation in buildings. In: Hall MR (ed). *Materials for Energy Efficiency and Thermal Comfort in Buildings*. Woodhead Publishing, pp. 257-273.
- Flatt, R., Houst, Y., Bowen, P., Hofmann, H., (2000).** Electrosteric Repulsion Induced By Superplasticizers between Cement Particles-An Overlooked Mechanism? *ACI Special Publication*, Vol. 195, pp. 29-42.
- Flatt, R. J., (1999).** Interparticle forces and superplasticizers in cement suspensions. Tesis Doctoral, EPFL, Departamento de Materiales.

- Flatt, R. J., Roussel, N., Cheeseman, C. R., (2012).** Concrete: An eco material that needs to be improved. Journal of the European Ceramic Society, Vol. 32, pp. 2787-2798.
- Flatt, R. J., Schober, I., (2012).** Superplasticizers. In: Roussel N (ed). Understanding the rheology of concrete. Woodhead Publishing, pp. 144-208.
- Frank, D., Zimmermann, A., Stuhler, H. (2000).** Composite material containing aerogel, process for manufacturing the same and the use thereof. US 6080475, 27/06/2000.
- Franklin, R. E., (1949).** A study of the fine structure of carbonaceous solids by measurements of true and apparent densities. Part I. Coals. Transactions of the Faraday society, Vol. 45, pp. 274-286.
- Freyer, D., Voigt, W., (2003).** Crystallization and Phase Stability of CaSO₄ and CaSO₄ – Based Salts. Monatshefte für Chemie, Vol. 134, pp. 693-719.
- Fujii, K., Kondo, W., (1986).** Kinetics of hydration of calcium sulphate hemihydrate. Journal of the Chemical Society, Dalton Transactions, pp. 729-731.
- Gao, T., Jelle, B. P., Gustavsen, A., Jacobsen, S., (2014).** Aerogel-incorporated concrete: An experimental study. Construction and Building Materials, Vol. 52, pp. 130-136.
- Gárate, I., Rojas, I. G., (1999).** Artes de los yesos: yeserías y estucos. Editorial Munilla-Lería.
- García-Santos, A., (2009).** PPF-reinforced, ESP-lightened gypsum plaster. Materiales de Construcción, Vol. 59, pp. 105-124.
- García-Santos, A., (1988).** Comportamiento mecánico de yeso reforzado con polímeros sintéticos. Informes de la Construcción, Vol. 40, pp. 67-89.
- García-Santos, A., Gonzalez, N., Javier, F., Oliver, A., (2012).** Clasificación y selección de materiales de cambio de fase según sus características para su aplicación en sistemas de almacenamiento de energía térmica. Materiales de construcción, Vol. 62, pp. 131-140.
- Gash, A. E., Tillotson, T. M., Satcher Jr, J. H., Hrubesh, L. W., Simpson, R. L., (2001).** New sol-gel synthetic route to transition and main-group metal oxide aerogels using inorganic salt precursors. Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 285, pp. 22-28.
- Gaspar, D.,** Morteros de cal y yeso. Durabilidad y Aplicaciones,. En: III Jornadas sobre conservación y tratamiento de la piedra en monumentos y en la construcción., 1993.
- Gellert, R., (2010a).** 8 - Inorganic mineral materials for insulation in buildings *. In: Hall MR (ed). Materials for Energy Efficiency and Thermal Comfort in Buildings. Woodhead Publishing, pp. 193-228.
- Gellert, R., (2010b).** 9 - Natural fibre and fibre composite materials for insulation in buildings. In: Hall MR (ed). Materials for Energy Efficiency and Thermal Comfort in Buildings. Woodhead Publishing, pp. 229-256.
- González Madariaga, F. J., (2008).** Mezclas de residuos de poliestireno expandido (EPS) conglomerados con yeso o escayola para su uso en la construcción. Informes de la Construcción, Vol. 60, pp. 35-43.
- Griffin, W. C., (1946).** Classification of surface-active agents by" HLB". J Soc Cosmetic Chemists, Vol. 1, pp. 311-326.

- Griffin, W. C., (1955).** Calculation of HLB values of non-ionic surfactants. *Am Perfumer Essent Oil Rev*, Vol. 65, pp. 26-29.
- Gruver, R. M., (1951).** Differential Thermal-Analysis Studies of Ceramic Materials: III, Characteristic Heat Effects of Some Sulfates. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 34, pp. 353-357.
- Guizzardi, M., Derome, D., Vonbank, R., Carmeliet, J., (2015).** Hygrothermal behavior of a massive wall with interior insulation during wetting. *Building and Environment*, Vol. 89, pp. 59-71.
- Hampel, C., Zimmermann, J., Müller, M., (2013).** Optimisation of plasticizers for gypsum applications. *Anglais*, pp. 56-61.
- Hédreul, C., Frens, G., (2001).** Foam stability. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol. 186, pp. 73-82.
- Henisch, H. K., (1970).** *Crystal Growth in Gels*. Dover Publications.
- Hernández-Olivares, F., Bollati, M. R., del Rio, M., Parga-Landa, B., (1999).** Development of cork–gypsum composites for building applications. *Construction and Building Materials*, Vol. 13, pp. 179-186.
- Herrero, S., Mayor, P., Hernández-Olivares, F., (2013).** Influence of proportion and particle size gradation of rubber from end-of-life tires on mechanical, thermal and acoustic properties of plaster–rubber mortars. *Materials & Design*, Vol. 47, pp. 633-642.
- Hersh, C., (1961).** *Molecular Sieves*, Reinhold Pub. Corp, New York, pp. 74.
- Hohne, E., (1962).** *Soviet Physics, Crystallography*. vol 7. American Institute of Physics. American Crystallographic Association.
- Horai, K.-i., (1971).** Thermal conductivity of rock-forming minerals. *Journal of Geophysical Research*, Vol. 76, pp. 1278-1308.
- Hughes, J. J., (2012).** RILEM TC 203-RHM: Repair mortars for historic masonry : e of mortar in masonry: An introduction to requirements for the design of repair mortars. *Materials and Structures/Materiaux et Constructions*, Vol. 45, pp. 1287-1294.
- Ibrahim, M., Biwole, P. H., Wurtz, E., Achard, P., (2014a).** Limiting windows offset thermal bridge losses using a new insulating coating. *Applied Energy*, Vol. 123, pp. 220-231.
- Ibrahim, M., Biwole, P. H., Wurtz, E., Achard, P., (2014b).** A study on the thermal performance of exterior walls covered with a recently patented silica-aerogel-based insulating coating. *Building and Environment*, Vol. 81, pp. 112-122.
- Ibrahim, M., Wurtz, E., Biwole, P. H., Achard, P., Sallee, H., (2014c).** Hygrothermal performance of exterior walls covered with aerogel-based insulating rendering. *Energy and Buildings*, Vol. 84, pp. 241-251.
- IDAE, (2015).** Instituto para la Diversificación y Ahorro de la Energía. España.
- IVE, (2014a).** Catálogo de tipología edificatoria residencia en España. Instituto Valenciano de la Edificación.

- IVE, (2014b).** Evaluación energética de los edificios. Proyecto EEI-TABULA, Instituto Valenciano de la Edificación, Noviembre, 2014.
- Jennings, S. G., (1988).** The mean free path in air. *Journal of Aerosol Science*, Vol. 19, pp. 159-166.
- Jiménez Rivero, A., de Guzmán Báez, A., García Navarro, J., (2014).** New composite gypsum plaster – ground waste rubber coming from pipe foam insulation. *Construction and Building Materials*, Vol. 55, pp. 146-152.
- Johansson, P., (2012).** Retrofitting of old Exterior Wall with Vacuum Insulation Panels: Measurements of Thermal Properties, Moisture Performance and Practical Considerations. Tesis de grado, Universidad Tecnológica de Chalmers, Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental.
- Johansson, P., Time, B., Geving, S., Jelle, B. P., Sasic Kalagasidis, A., Hagentoft, C.-E., Rognvik, E.,** Interior insulation retrofit of a brick wall using vacuum insulation panels: design of a laboratory study to determine the hygrothermal effect on existing structure and wooden beam ends. En: *Proceedings of the 12th International Conference on Thermal Performance of the Exterior Envelopes of Whole Buildings*, Clearwater Beach, Florida., 1-5 de Diciembre 2013.
- Kelley, K. K., Anderson, C. T., Southard, J. C., (1941).** Thermodynamic properties of gypsum and its dehydration products. Technical paper / United States Bureau of Mines. U.S. G.P.O., Bureau of Mines, Washington, D.C.
- Khamidi, M. F., Glover, C., Farhan, S. A., Puad, N. H., Nuruddin, M. F., (2014).** Effect of silica aerogel on the thermal conductivity of cement paste for the construction of concrete buildings in sustainable cities. In: Glover C, Farhan SA, Puad NHA, Nuruddin F (eds). WIT Press.
- Kim, S., Seo, J., Cha, J., Kim, S., (2013).** Chemical retreating for gel-typed aerogel and insulation performance of cement containing aerogel. *Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials*, Vol. 40, pp. 501-505.
- Kirkegaard, K. J. S. (2011).** A cement-based material comprising a nano-aerogel insulating tape material. WO 2011079844A, 07/07/2011.
- Kistler, S., (1932).** Coherent expanded-aerogels. *The Journal of Physical Chemistry*, Vol. 36, pp. 52-64.
- Kistler, S., Caldwell, A., (1934).** Thermal conductivity of silica aerogel. *Industrial & Engineering Chemistry*, Vol. 26, pp. 658-662.
- Kistler, S. S., (1931).** Coherent Expanded Aerogels and Jellies. *Nature*, Vol. 127, pp. 741.
- Kocon, L., Despetis, F., Phalippou, J., (1998).** Ultralow density silica aerogels by alcohol supercritical drying. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 225, pp. 96-100.
- Koebel, M., Rigacci, A., Achard, P., (2012).** Aerogel-based thermal superinsulation: An overview. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, Vol. 63, pp. 315-339.
- Kohonen, R., (1985).** Thermal effects of airflows and moisture on exterior wall structures. *Proc of Thermal Performance of the Exterior Envelopes of Buildings III*, pp. 2-5.
- Kohut, C. K., Warren, C. J., (2002).** Chlorites. In: Dixon JB, Schulze DG (eds). *Soil Mineralogy with Environmental Applications*. SSSA Book Series, Vol. 7. Soil Science Society of America, Madison, WI.

- Kolaitis, D. I., Malliotakis, E., Kontogeorgos, D. A., Mandilaras, I., Katsourinis, D. I., Founti, M. A., (2013).** Comparative assessment of internal and external thermal insulation systems for energy efficient retrofitting of residential buildings. *Energy and Buildings*, Vol. 64, pp. 123-131.
- Kosswig, K., (1994).** Surfactants. In. *Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry*.
- Krevelen, D. W., (1961).** Coal--typology, chemistry, physics, constitution. Vol 3. Elsevier Science & Technology.
- Kubilay, A., Derome, D., Blocken, B., Carmeliet, J., (2014a).** High-resolution field measurements of wind-driven rain on an array of low-rise cubic buildings. *Building and Environment*, Vol. 78, pp. 1-13.
- Kubilay, A., Derome, D., Blocken, B., Carmeliet, J., (2014b).** Numerical simulations of wind-driven rain on an array of low-rise cubic buildings and validation by field measurements. *Building and Environment*, Vol. 81, pp. 283-295.
- Künzel, H., (1998).** Effect of interior and exterior insulation on the hygrothermal behaviour of exposed walls. *Mat Struct*, Vol. 31, pp. 99-103.
- La Spina, V., Mileto, C., Vegas, F., (2013).** The historical renderings of Valencia (Spain): An experimental study. *Science and Technology for the Safeguard of Cultural Heritage in the Mediterranean Basin*, Vol. 14, pp. S44-S51.
- Lee, C., Kim, G., Hyun, S., (2002).** Synthesis of silica aerogels from waterglass via new modified ambient drying. *Journal of materials science*, Vol. 37, pp. 2237-2241.
- Leventis, N., Chandrasekaran, N., Sotiriou-Leventis, C., Mumtaz, A., (2009).** Smelting in the age of nano: iron aerogels. *Journal of Materials Chemistry*, Vol. 19, pp. 63-65.
- Leventis, N., Sotiriou-Leventis, C., Zhang, G., Rawashdeh, A.-M. M., (2002).** Nanoengineering strong silica aerogels. *Nano letters*, Vol. 2, pp. 957-960.
- Liu, H., Sha, W., Cooper, A. T., Fan, M., (2009).** Preparation and characterization of a novel silica aerogel as adsorbent for toxic organic compounds. *Interfaces Against Pollution 5th International Conference on Interfaces Against Pollution 2008*, Kyoto, Japan, 1-4 June 2008, Vol. 347, pp. 38-44.
- Mayer, S., Pekala, R., Kaschmitter, J., (1993).** The aerocapacitor: An electrochemical double-layer energy-storage device. *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. 140, pp. 446-451.
- Mayor Lobo, P., Bustamante Montoro, R., Rangel, C., Hernandez Olivares, F.,** Propiedades térmicas, acústicas y mecánicas de placas de morteros de yeso-caucho. En: *II Jornadas de Investigación en Construcción*, Madrid, 22-24 de Mayo de 2008 2008. Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, Madrid.
- Mayor Lobo, P. L., Hernandez Olivares, F., (2007).** Physical and mechanical assesment of water proportion in one-coat renders. Its influence on the pathology of the finished coatings. *Informes de la Construcción*, Vol. 59, pp. 43-53.
- Menashi, J. et al. (2008).** Aerogel Based Composites. US 2008/0287561 A1, 20/11/2008

- Mensinga, P., Straube, J., Schumacher, C.,** Assessing the freeze-thaw resistance of clay brick for interior insulation retrofit projects. En: Proceedings of thermal performance of the exterior envelopes of whole buildings XI, Clearwater Beach, FL, USA, 2010.
- Merino, R., (1999).** Elaboración y aplicaciones constructivas de paneles prefabricados de escayola aligerada y reforzada con fibras de vidrio E y otros aditivos. Tesis Doctoral, UPM, Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas.
- Meyer, D., (2009).** Foamed cement-based materials. Diss., Eidgenössische Technische Hochschule ETH Zürich, Nr. 18701, 2009.
- Middendorf, B., (2002).** Physico-mechanical and microstructural characteristics of historic and restoration mortars based on gypsum: Current knowledge and perspective. Vol. 205.
- Mielke, M., von Dungen, K. H. (1997).** Moldings containing silica aerogel particles and their preparation. US 5656196, 12/08/1997.
- Ministerio_de_Fomento, (2013).** Report on cost optimal calculations and comparison with the current and future energy performance requirements of buigins in Spain.
- Mishra, R. K., (2012).** Simulation of interfaces in construction materials: tricalcium silicate, gypsum, and organic modifiers. Tesis Doctoral, The University of Akron, Departamento de Ingeniería de Polímeros.
- Mohanan, J. L., Arachchige, I. U., Brock, S. L., (2005).** Porous Semiconductor Chalcogenide Aerogels. Science, Vol. 307, pp. 397-400.
- Montarges, E., Moreau, A., Michot, L. J., (1998).** Removing of organic toxicants from water by Al13-pluronic modified clay. Applied Clay Science, Vol. 13, pp. 165-185.
- Mukai, S. R., Nishihara, H., Shichi, S., Tamon, H., (2004).** Preparation of porous TiO₂ cryogel fibers through unidirectional freezing of hydrogel followed by freeze-drying. Chemistry of materials, Vol. 16, pp. 4987-4991.
- Murat, M.,** Sulfates de calcium et matériaux dérivés = Calcium sulfates and derived materials. En: Proceedings of the international R.I.L.E.M. symposium, Saint-Remy-Les-Chevreuse, France, 25-27 de Mayo 1977. R.I.L.E.M.
- Murat, M., Pusztaszeri, L., Gremion, M., (1975).** Corrélations «texture cristalline-propriétés mécaniques» des plâtres durcis. Étude préliminaire. Matériaux et Construction, Vol. 8, pp. 377-385.
- Mydin, M. A. O., Wang, Y. C., (2012).** Mechanical properties of foamed concrete exposed to high temperatures. Construction and Building Materials, Vol. 26, pp. 638-654.
- Neila, F. J., Bedoya, C., (1997).** Técnicas arquitectónicas y constructivas de acondicionamiento ambiental. Munilla-Lería, Madrid.
- Neugebauer, A., Chen, K., Tang, A., Allgeier, A., Glicksman, L. R., Gibson, L. J., (2014).** Thermal conductivity and characterization of compacted, granular silica aerogel. Energy and Buildings, Vol. 79, pp. 47-57.

- Ng, S., Jelle, B. P., Sandberg, L. I. C., Gao, T., Wallevik, Ó. H., (2015).** Experimental investigations of aerogel-incorporated ultra-high performance concrete. *Construction and Building Materials*, Vol. 77, pp. 307-316.
- Oliver-Ramírez, A., García-Santos, A., Neila-González, F., (2011).** Physical and mechanical characterization of gypsum boards containing phase change materials for latent heat storage. *Materiales de Construcción*, Vol. 61, pp. 465-484.
- Oliver-Ramírez, A., (2009).** Integración de materiales de cambio de fase en placas de yeso reforzadas con fibras de polipropileno aplicación a sistemas de refrigeración y calefacción pasivos para almacenamiento de calor latente en edificios. Tesis Doctoral, UPM, Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas.
- Oliver-Ramirez, A., Nelia, F., García-Santos, A., (2010).** Caracterización térmica de placas de yeso con material de cambio de fase incorporado. *Informes de la Construcción*, Vol. 62, pp. 55-66.
- Ouyang, X., Guo, Y., Qiu, X., (2008).** The feasibility of synthetic surfactant as an air entraining agent for the cement matrix. *Construction and Building Materials*, Vol. 22, pp. 1774-1779.
- Palacios, M., Flatt, R. J., Puertas, F., Sanchez-Herencia, A., (2012).** Compatibility between Polycarboxylate and Viscosity-Modifying Admixtures in Cement Pastes. *Special Publication*, Vol. 288, pp. 1-14.
- Palacios, M., Puertas, F., Bowen, P., Houst, Y., (2009).** Effect of PCs superplasticizers on the rheological properties and hydration process of slag-blended cement pastes. *Journal of materials science*, Vol. 44, pp. 2714-2723.
- Pasquero, D., Da Silva, C. (2012).** High-performance thermal insulation materials. US 20120326071, 27/12/2012.
- Patel, H. R., Patel, R. P., Patel, M., (2009).** Poloxamers: A pharmaceutical excipients with therapeutic behaviors. *International Journal of PharmTech Research*, Vol. 1, pp. 299-303.
- Pavlík, Z., Černý, R., (2008).** Experimental assessment of hygrothermal performance of an interior thermal insulation system using a laboratory technique simulating on-site conditions. *Energy and Buildings*, Vol. 40, pp. 673-678.
- Pavlík, Z., Černý, R., (2009).** Hygrothermal performance study of an innovative interior thermal insulation system. *Applied Thermal Engineering*, Vol. 29, pp. 1941-1946.
- Pavlík, Z., Jiříčková, M., Pavlík, J., Černý, R., (2005).** Interior thermal insulation system based on hydrophilic mineral wool. *Journal of Building Physics*, Vol. 29, pp. 21-35.
- Peacock, A., (2010).** 22 - Materials for energy efficiency and thermal comfort in domestic buildings. In: Hall MR (ed). *Materials for Energy Efficiency and Thermal Comfort in Buildings*. Woodhead Publishing, pp. 533-561.
- Pekala, R., Kong, F. M.,** Resorcinol-formaldehyde aerogels and their carbonized derivatives. En: *Abstracts of papers of the American Chemical Society*, 1989. American Chemical Society 1155 16TH ST, NW, Washington, DC 20036, pp 113-Poly.
- Pinilla Melo, J., (2013).** Desarrollo y caracterización de un material celular de alta porosidad con base cementicia activada mediante agentes inorgánicos. Tesis Doctoral, UPM, Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas.

- Poco, J. F., Coronado, P. R., Pekala, R. W., Hrubesh, L. W., (1996).** A Rapid Supercritical Extraction Process for the Production of Silica Aerogels. MRS Online Proceedings Library, Vol. 431, pp. -.
- Prieto, N., Lilienthal, W., Tortorici, P., (1996).** Correlation between spray cleaning detergency and dynamic surface tension of nonionic surfactants. Journal of the American Oil Chemists' Society, Vol. 73, pp. 9-13.
- Reid-Soukup, D. A., Ulery, A. L., (2002).** Smectites. In: Dixon JB, Schulze DG (eds). Soil Mineralogy with Environmental Applications. SSSA Book Series, Vol. 7. Soil Science Society of America, Madison, WI.
- Riba, O., Macaur, F.,** Situación, características y extensión de los terrenos yesíferos en España. En, Madrid, 1962. Servicio Geológico de Obras Públicas.
- Ridge, M. J., King, G. A., Molony, B., (1972).** Reconsideration of a theory of the setting of gypsum plaster. Journal of Applied Chemistry and Biotechnology, Vol. 22, pp. 1065-1075.
- Rodríguez-Ubinas, E., Arranz, B. A., Sánchez, S. V., González, F. J. N., (2013).** Influence of the use of PCM drywall and the fenestration in building retrofitting. Energy and Buildings, Vol. 65, pp. 464-476.
- Rodríguez, M. O., (2009).** Comportamiento reológico de disoluciones acuosas de surfactantes comerciales no iónicos. Tesis Doctoral, Universidad de Granada, Departamento de Ingeniería Química.
- Rosen, M. J., Kunjappu, J. T., (2012).** Surfactants and interfacial phenomena. John Wiley & Sons.
- Samanta, S., Francis, H. (2013).** Low thermal transmission building material. WO 2013043882 A1, 28/03/2013.
- San-Antonio González, A., del Río Merino, M., Martínez Martínez, R., Villoria Sáez, P., (2014).** Properties of Lightweight Plaster Materials Made With Expanded Polystyrene Foam (EPS). In: Linares-Millán C et al. (eds). Construction and Building Research. Springer Netherlands, pp. 413-417.
- Sanz-Arauz, D., (2009).** Análisis del yeso empleado en revestimientos exteriores mediante técnicas geológicas. Tesis Doctoral, UPM, Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas.
- Sanz-Arauz, D., Villanueva, L., (2004).** Albarracín y el yeso rojo. Informes de la Construcción, Vol. 56, pp. 47-52.
- Sass, O., Viles, H. A., (2010).** Wetting and drying of masonry walls: 2D-resistivity monitoring of driving rain experiments on historic stonework in Oxford, UK. Journal of Applied Geophysics, Vol. 70, pp. 72-83.
- Satava, V., (1970).** Sprechsaal Keramik, Glas, Email. Vol. 103, pp. 792-798.
- Scherer, G. W., Gross, J., Hrubesh, L. W., Coronado, P. R., (2002).** Optimization of the rapid supercritical extraction process for aerogels. Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 311, pp. 259-272.

- Schiller, K., (1974).** The course of hydration: Its practical importance and theoretical interpretation. *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology*, Vol. 24, pp. 379-385.
- Schofield, P. F., Knight, K. S., Stretton, I. C., (1996).** Thermal expansion of gypsum investigated by neutron powder diffraction. *American Mineralogist*, Vol. 81, pp. 847-851.
- Schulman, J., Cockbain, E., (1940).** Molecular interactions at oil/water interfaces. Part II. Phase inversion and stability of water in oil emulsions. *Transactions of the Faraday Society*, Vol. 35, pp. 661-668.
- Schultz, J. M., Jensen, K. I., Kristiansen, F. H., (2005).** Super insulating aerogel glazing. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Vol. 89, pp. 275-285.
- Schulze, D. G., (2002).** An Introduction to Soil Mineralogy. In: Dixon JB, Schulze DG (eds). *Soil Mineralogy with Environmental Applications*. SSSA Book Series, Vol. 7. Soil Science Society of America, Madison, WI.
- Schwertfeger, F., Frank, D., Schmidt, M., (1998).** Hydrophobic waterglass based aerogels without solvent exchange or supercritical drying. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 225, pp. 24-29.
- Sengul, O., Azizi, S., Karaosmanoglu, F., Tasdemir, M. A., (2011).** Effect of expanded perlite on the mechanical properties and thermal conductivity of lightweight concrete. *Energy and Buildings*, Vol. 43, pp. 671-676.
- Serhat-Başpınar, M., Kahraman, E., (2011).** Modifications in the properties of gypsum construction element via addition of expanded macroporous silica granules. *Construction and Building Materials*, Vol. 25, pp. 3327-3333.
- Seufert, S., Hesse, C., Goetz-Neunhoeffler, F., Neubauer, J., (2009).** Quantitative determination of anhydrite III from dehydrated gypsum by XRD. *Cement and Concrete Research*, Vol. 39, pp. 936-941.
- Sh. Mikhail, R., Malek, R. I. A., (1971).** Microstructure of hardened gypsum pastes. *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology*, Vol. 21, pp. 277-282.
- Shah, S., Lowrie, A., Alymov, E. (2013).** Thermal insulating concrete composition. WO 2013166603 A1, 14/11/2013.
- Sievert, T., Wolter, A., Singh, N. B., (2005).** Hydration of anhydrite of gypsum ($\text{CaSO}_4\cdot\text{II}$) in a ball mill. *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, pp. 623-630.
- Simmler, H., Kumaran, K., Mukhopadhyaya, P., Buildings, I. E. C. i., Systems, C. S. P. A.-H. P. I., (2005).** Vacuum Insulation Panels: Study on VIP-components and Panels for Service Life Prediction of VIP in Building Applications (Subtask A). IEA/ECBS Annex 39.
- Singer, A., (2002).** Palygorskite and Sepiolite. In: Dixon JB, Schulze DG (eds). *Soil Mineralogy with Environmental Applications*. SSSA Book Series, Vol. 7. Soil Science Society of America, Madison, WI.
- Singh, N. B., Middendorf, B., (2007).** Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, Vol. 53, pp. 57-77.

- Skujans, J., Vulans, A., Iljins, U., Aboltins, A., (2007).** Measurements of heat transfer of multi-layered wall construction with foam gypsum. 8th Conference on Process Integration, Modelling and Optimisation for Energy Saving and Pollution Reduction-PRES'05 8th Conference on Process Integration, Modelling and Optimisation for Energy Saving and Pollution Reduction-PRES'05, Vol. 27, pp. 1219-1224.
- Smith, D. M., Deshpande, R., Brinker, C., (1992).** Preparation of low-density aerogels at ambient pressure for thermal insulation. *Ceram Trans*, Vol. 31, pp. 71-80.
- Solberg, C., Hansen, S., (2001).** Dissolution of $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ and precipitation of $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: A kinetic study by synchrotron X-ray powder diffraction. *Cement and Concrete Research*, Vol. 31, pp. 641-646.
- Soleimani Dorcheh, A., Abbasi, M. H., (2008).** Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 199, pp. 10-26.
- Stahl, T., Brunner, S., Zimmermann, M. (2014).** Thermally insulating aerogel based rendering materials. WO 2014090790 A1, 19/06/2014.
- Stahl, T., Brunner, S., Zimmermann, M., Ghazi Wakili, K., (2012).** Thermo-hygic properties of a newly developed aerogel based insulation rendering for both exterior and interior applications. *Energy and Buildings*, Vol. 44, pp. 114-117.
- Straube, J., Schumacher, C., (2007).** Interior insulation retrofits of load-bearing masonry walls in cold climates. *Journal of Green Building*, Vol. 2, pp. 42-50.
- Sui, R., Rizkalla, A. S., Charpentier, P. A., (2004).** Synthesis and formation of silica aerogel particles by a novel sol-gel route in supercritical carbon dioxide. *The Journal of Physical Chemistry B*, Vol. 108, pp. 11886-11892.
- Suraneni, P., Anleu, P. C. B., Flatt, R. J., (2015).** Factors affecting the strength of structural lightweight aggregate concrete with and without fibers in the 1,200–1,600 kg/m³ density range. *Mat Struct*, pp. 1-12.
- Svendsen, S. D., (1955).** Driving Rain: Experimental Research on the Resistance of External Walls Against Rain Penetration. Norwegian Building Research Institute.
- Tajiri, K., Igarashi, K., (1998).** The effect of the preparation conditions on the optical properties of transparent silica aerogels. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Vol. 54, pp. 189-195.
- Tang, Q., Wang, T., (2005).** Preparation of silica aerogel from rice hull ash by supercritical carbon dioxide drying. *The Journal of Supercritical Fluids*, Vol. 35, pp. 91-94.
- Tappan, B., Huynh, M., Hiskey, M., Chavez, D., Luther, E., Mang, J., Son, S., (2006).** Ultralow-density nanostructured metal foams: combustion synthesis, morphology, and composition. *Journal of the American Chemical Society*, Vol. 128, pp. 6589-6594.
- Teichner, S., Nicolaon, G., Vicarini, M., Gardes, G., (1976).** Inorganic oxide aerogels. *Advances in Colloid and Interface Science*, Vol. 5, pp. 245-273.
- Tillotson, T. M., Hrubesh, L. W., (1992).** Transparent ultralow-density silica aerogels prepared by a two-step sol-gel process. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 145, pp. 44-50.

- Tillotson, T. M., Sunderland, W. E., Thomas, I. M., Hrubesh, L. W., (1994).** Synthesis of lanthanide and lanthanide-silicate aerogels. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, Vol. 1, pp. 241-249.
- Vale, H., Melo, H., Soares, A., Flores, I., Gloria, M., (2014).** Performance of industrial thermal insulating renders. Artículo presentado en 9th International Masonry Conference, Guimaraes, Portugal,
- Vellmer, C., Middendorf, B., Singh, N. B., (2006).** Hydration of α -hemihydrate in the presence of carboxylic acids. *J Therm Anal Calorim*, Vol. 86, pp. 721-726.
- Verma, S., Kumar, V., (1998).** Relationship between oil–water interfacial tension and oily soil removal in mixed surfactant systems. *Journal of colloid and interface science*, Vol. 207, pp. 1-10.
- Vimmrová, A., Keppert, M., Svoboda, L., Černý, R., (2011).** Lightweight gypsum composites: Design strategies for multi-functionality. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 33, pp. 84-89.
- Wang, D., McLaughlin, E., Pfeffer, R., Lin, Y., (2012).** Adsorption of oils from pure liquid and oil–water emulsion on hydrophobic silica aerogels. *Separation and Purification Technology*, Vol. 99, pp. 28-35.
- Wang, D., Silbaugh, T., Pfeffer, R., Lin, Y. S., (2010).** Removal of emulsified oil from water by inverse fluidization of hydrophobic aerogels. *Powder Technology*, Vol. 203, pp. 298-309.
- Warne, S. S. J., (1978).** *Thermal Analysis of Minerals: Dumitru N. Todor.* Abacus Press, Tunbridge Wells, Kent, England 1976, 256 pp., text-figs. 141, £12.50. *Geoderma*, Vol. 21, pp. 245-246.
- Wei, S., Yiqiang, C., Yunsheng, Z., Jones, M. R., (2013).** Characterization and simulation of microstructure and thermal properties of foamed concrete. *Construction and Building Materials*, Vol. 47, pp. 1278-1291.
- Wirsching, F., (2000).** Calcium Sulfate. In: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Woignier, T., Phalippou, J., (1987).** Skeletal density of silica aerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 93, pp. 17-21.
- Wong, J. C. H., Kaymak, H., Brunner, S., Koebel, M. M., (2014).** Mechanical properties of monolithic silica aerogels made from polyethoxydisiloxanes. *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 183, pp. 23-29.
- Xu, J. J., Yang, J., (2003).** Nanostructured amorphous manganese oxide cryogel as a high-rate lithium intercalation host. *Electrochemistry Communications*, Vol. 5, pp. 230-235.
- Yamamoto, T., Sugimoto, T., Suzuki, T., Mukai, S. R., Tamon, H., (2002).** Preparation and characterization of carbon cryogel microspheres. *Carbon*, Vol. 40, pp. 1345-1351.
- Yang, M., Qian, J., (2011).** Activation of anhydrate phosphogypsum by K₂SO₄ and hemihydrate gypsum. *Journal of Wuhan University of Technology-MaterSciEd*, Vol. 26, pp. 1103-1107.
- Yang, Q., Zhu, P., Wu, X., Huang, S., (2000).** Properties of concrete with a new type of saponin air-entraining agent. *Cement and Concrete Research*, Vol. 30, pp. 1313-1317.
- Yu, C. H., Fu, Q. J., Tsang, S. C. E., (2010).** 13 - Aerogel materials for insulation in buildings. In: Hall MR (ed). *Materials for Energy Efficiency and Thermal Comfort in Buildings*. Woodhead Publishing, pp. 319-344.

- Yu, Q. L., Brouwers, H. J. H., (2012).** Development of a self-compacting gypsum-based lightweight composite. *Cement and Concrete Composites*, Vol. 34, pp. 1033-1043.
- Yun, S., Luo, H., Gao, Y., (2014).** Superhydrophobic silica aerogel microspheres from methyltrimethoxysilane: rapid synthesis via ambient pressure drying and excellent absorption properties. *RSC Advances*, Vol. 4, pp. 4535-4542.
- Zetola Vargas, V., Garcia-Santos, A., Neila González, F. J., (2013).** Mortero de Cemento Portland con parafinas microencapsuladas. *Revista de la construcción*, Vol. 12, pp. 75-86.
- Zetola Vargas, V. A., (2013).** Morteros acumuladores con parafinas microencapsuladas para el aprovechamiento de la energía solar en suelos radiantes. Tesis Doctoral, UPM, Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas.
- Zhao, S., Zhang, Z., Sèbe, G., Wu, R., Rivera Virtudazo, R. V., Tingaut, P., Koebel, M. M., (2015).** Multiscale Assembly of Superinsulating Silica Aerogels Within Silylated Nanocellulosic Scaffolds: Improved Mechanical Properties Promoted by Nanoscale Chemical Compatibilization. *Advanced Functional Materials*, Vol. 25, pp. 2326-2334.

NORMAS Y REGULACIONES OFICIALES

- ASTM Standard_C138/C138M, (2014).** Standard Test Method for Density (Unit Weight), Yield, and Air Content (Gravimetric) of Concrete.
- ASTM Standard_D6226, (2010).** Standard Test Method for Open Cell Content of Rigid Cellular Plastics.
- CTE 2006,** Código Técnico de la Edificación. BOE-A-2006-5515.
- Directiva 93/76/CEE,** Consejo de 13 de septiembre de 1993 relativa a la limitación de las emisiones de dióxido de carbono mediante la mejora de la eficacia energética (SAVE). Vol. 50.
- Directiva 2002/91/CE,** Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 2002, relativa a la eficiencia energética de los edificios.
- Directiva 2010/31/UE,** Parlamento Europeo y del Consejo de 19 de mayo de 2010 relativa a la eficiencia energética de los edificios.
- Directiva 2012/27/UE,** Parlamento Europeo y del Consejo, de 25 de octubre de 2012, relativa a la eficiencia energética.
- ISO 9774, (2004).** Thermal insulation for building applications — Guidelines for selecting properties. 1 edn.
- NBE-CT-79,** Real Decreto 2429/1979. Norma Básica de Edificación (NBE-CT-79): Condiciones Térmicas en los Edificios.
- RD 235/2013,** Real Decreto 235/2013, de 5 de abril, por el que se aprueba el procedimiento básico para la certificación de la eficiencia energética de los edificios. BOE-A-2013-3904.

- RD 238/2013**, Real Decreto 238/2013, de 5 de abril, por el que se modifican determinados artículos e instrucciones técnicas del Reglamento de Instalaciones Térmicas en los Edificios, aprobado por Real Decreto 1027/2007, de 20 de julio. BOE-A-2013-9354.
- RD 314/2006**, Real Decreto 314/2006, de 17 de marzo, por el que se aprueba el Código Técnico de la Edificación. BOE-A-2006-5515.
- RD 1027/2007**, Real Decreto 1027/2007, de 20 de julio, por el que se aprueba el Reglamento de Instalaciones Térmicas en los Edificios. BOE-A-2007-15820.
- RD 1751/1998**, Real Decreto 1751/1998, de 31 de julio, por el que se aprueba el Reglamento de Instalaciones Térmicas en los Edificios (RITE) y sus Instrucciones Técnicas Complementarias (ITE) y se crea la Comisión Asesora para las Instalaciones Térmicas de los Edificios. BOE-A-1998-18795.
- RILEM, (1992)**. AAC 11.3. Determination of the thermal conductivity of oven dry AAC (dynamic method).
- UNE-EN 998, (2012)**. Especificaciones de los morteros para albañilería. Estándar Europeo. 2012. AENOR.
- UNE-EN 13279, (2009)**. Yesos de construcción y conglomerantes a base de yeso para la construcción. Estándar Europeo. 2009. AENOR.
- Unión Europea, (2011)**. Reglamento Europeo de Productos de Construcción (UE) Nº 305/2011.

8. ANEXOS

- 8.1 Índice de figuras
- 8.2 Índice de tablas
- 8.3 Índice de ecuaciones

8. ANEXOS

8.1. ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1.1. Evolución del parque de viviendas en España clasificadas según “Report on cost optimal calculations and comparison with the current and future energy performance requirements of buildings in Spain [Ministerio de Fomento, 2013]”. Elaboración propia según datos del IDAE [IDAE, 2015].	3
Fig. 1.2. Izquierda: Comparativa de pérdidas de energía por elemento constructivo antes y después de la rehabilitación energética de la envolvente de una vivienda en España (elaboración propia a partir de los datos del IVE [IVE, 2014a]). Derecha: Imagen termográfica de las fachadas de un conjunto de viviendas. Proyecto de rehabilitación energética Passfield Drive, Londres (Bere Arquitectos).	4
Fig. 2.1. Distribución de los niveles de calificación energética de edificios en España [IDAE, 2015]. Elaboración propia.	14
Fig. 2.2. Efecto de la presión atmosférica (de 0,01 a presión ambiental, eje x) y el tamaño de poro (de 10 mm a 10 nm) en la conductividad térmica (eje y) de los materiales. En color negro, la transferencia de calor por la conducción del gas (aire) con respecto a la presión atmosférica y el tamaño de poro; en azul y rojo, el efecto de la presión atmosférica en la λ del XPS y Aerogel de sílice respectivamente. Gráfica adaptada por el doctorando a partir de Koebel et al. y Simmler et al. [Koebel et al., 2012] y [Simmler et al., 2005].	18
Fig. 2.3. Estructura molecular de los sulfatos cálcicos: dihidrato o yeso, semihidrato y anhidrita. Vista en la dirección del eje c. Dihidrato [Schofield et al., 1996]; semihidrato [Ballirano et al., 2001]; anhidrita hexagonal [Bezou et al., 1995]; anhidrita ortorrómbica [Hohne, 1962]. Imágenes generadas por el doctorando a partir de archivos de información cristalográfica (CIF) del American Mineralogist Crystal Structure Database.	33
Fig. 2.4. Morfología del cristal de yeso (010), (120), (011) y (111) observada habitualmente [Singh y Middendorf, 2007].	34
Fig. 2.5. Etapas de hidratación, fraguado y endurecido de los sulfatos cálcicos [Wirsching, 2000]. Imagen traducida y adaptada por el doctorando.	37

Fig. 2.6. Mecanismo de hidratación de la anhidrita [Sievert et al., 2005]. Imagen traducida y redibujada por el doctorando.	38
Fig. 2.7. Horno parrilla móvil para la producción de anhidrita y yeso multifase [Wirsching, 2000]. Imagen adaptada por el doctorando.	40
Fig. 2.8. Diagrama de composición de yeso según su fase. Punto P: Composición del sulfato cálcico multifase: 27% (b-semihidrato), 15% (anhidrita III) y 58% (anhidrita II) [Wirsching, 2000]. Imagen adaptada por el doctorando.	41
Fig. 2.9. Horno de yeso artesanal de Albarracín en proceso de cocción [Sanz-Arauz, 2009].	41
Fig. 2.10. Aerogel monolítico retro iluminado. Fotografía del Instituto de Física de Materiales Aeroespaciales (DLR.de).	45
Fig. 2.11. Proceso típico de preparación del aerogel mediante los procesos de sol-gel y secado [Yu et al., 2010]. Imagen adaptada por el doctorando.	49
Fig. 2.12. Evaporación del solvente en poros de distinto tamaño, ocasionando daño estructural [Yu et al., 2010]. Imagen traducida por el doctorando.	50
Fig. 2.13. Proceso de fabricación del Aerogel monolítico. Imagen adaptada de Aerogel.org.	51
Fig. 2.14. Proceso de sililación del aerogel [Yu et al., 2010]. Imagen traducida por el doctorando.	53
Fig. 2.15. Proceso de recuperación elástica [Schwertfeger et al., 1998]. Imagen traducida por el doctorando.	53
Fig. 2.16. Proceso de fabricación del Aerogel granulado. Fotografía traducida por el doctorando a partir de Cabot.org.	53
Fig. 2.17. Aerogel granulado. Fotografía obtenida de Cabot.org.	54
Fig. 2.18. Microestructura del aerogel de sílice [Yun et al., 2014]. Micrografías: a) obtenida por MEB, b) obtenida por MET.	54
Fig. 2.19. Aporte de conducción de calor del sólido y gas y radiación de ambos en la conductividad del aerogel con respecto a la densidad aparente del material [Yu et al., 2010]. Imagen adaptada y traducida por el doctorando.	55
Fig. 2.20. Ventana HILIT (2001), DTU (Dinamarca). Valor U: $0,74 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$ (1,5 cm) [Koebel et al., 2012].	57

Fig. 2.21. Sistema estructural Kalwall (2002): Kalwall (EUA). U : 0,30 W/m ² ·K (7 cm). Imagen de Kalwall.com.	58
Fig. 2.22. Sistema estructural de fachada Profilit (2004): Pilkington (Reino Unido). Transmitancia: 0,97 W/m ² ·K (2,5 cm).....	58
Fig. 2.23. Izquierda: Manta Spaceloft, de Aspen Aerogels. Derecha: SATE Aerocalce, de Röfix.	59
Fig. 2.24. Revestimiento Fixit 222 Aerogel (2012), del grupo empresarial suizo Fixit group.	60
Fig. 2.25. Estructura molecular del sulfonato de alquilbenceno. Imagen basada en la de Kosswig [Kosswig, 1994]......	61
Fig. 2.26. Organización de las moléculas del surfactante en una solución acuosa, así como un lípido y una burbuja de aire estabilizados en la solución. Imagen del doctorando a partir de lo publicado por varios autores [Cui et al., 2010; Eastoe y Dalton, 2000; Schulman y Cockbain, 1940]......	62
Fig. 2.27. Fórmula química del copolímero de óxido de etileno/propileno. Bloque (a): PEO; Bloque (b): PPO. Imagen del doctorando a partir de lo publicado por Patel [Patel et al., 2009]......	63
Fig. 2.28. Representación esquemática de la compatibilización del aerogel hidrófugo con agua. Imagen del doctorando a partir de la publicada por Menashi et al. [Menashi et al., 2008].	66
Fig. 2.29. Conductividad térmica (<i>milivatios/m·K</i>) de los morteros aislantes del mercado europeo. Imagen del doctorando.....	68
Fig. 4.1. Granulometría del conglomerante mineral obtenida por el método de los tamices.	97
Fig. 4.2. Muestra del conglomerante mineral. Imagen del doctorando.	98
Fig. 4.3. Granulometría del aerogel de sílice obtenida por el método de los tamices.	99
Fig. 4.4. Muestra del aerogel de sílice granulado hidrófugo. Imagen del doctorando.....	99
Fig. 4.5. Picnómetro de helio de la ETH-Zúrich utilizado para los ensayos.....	106
Fig. 4.6. Mortero de ágata utilizado para los ensayos.	107
Fig. 4.7. Equipo de DRX del CAI de Técnicas geológicas de la UCM utilizado para los ensayos.	108

Fig. 4.8. Equipo ATD - TG del CAI de Técnicas geológicas de la UCM utilizado para el análisis térmico.....	110
Fig. 4.9. Equipo de la ETH Zúrich utilizado para la caracterización del contenido sólido del surfactante.....	110
Fig. 4.10. Equipo TOC Analyzer de la ETH Zúrich utilizado para obtener el contenido de carbono orgánico del surfactante.....	111
Fig. 4.11. Mesa de sacudidas del Laboratorio de Materiales de Construcción de la ETSAM, UPM.	112
Fig. 4.12. Mezcla homogénea de una serie (con conglomerante y aerogel), con el índice de escurrimiento adecuado.....	113
Fig. 4.13. Baño agitador de la ETH Zúrich utilizado para las mezclas.....	114
Fig. 4.14. Microscopio electrónico de barrido con microanálisis del CAI de Técnicas geológicas de la UCM.....	116
Fig. 4.15. Microscopio electrónico de barrido del grupo PCBM de la ETH Zúrich.	117
Fig. 4.16. ICP-OES del grupo PCBM de la ETH Zúrich.....	118
Fig. 4.17. Calorímetro isotérmico CALMETRIX I-Cal 8000 del grupo PCBM de la ETH Zúrich.	119
Fig. 4.18. Prensa Mecánica Científica de 2000 kg de la ETSAM, UPM.....	122
Fig. 4.19. Durómetro Centaur HYB-20-MD de la ETSAM, UPM.	122
Fig. 4.20. Planta baja de la vivienda unifamiliar utilizada para el estudio de simulación energética. Fuente: Máster MAYAB de la ETSAM, UPM.....	126
Fig. 4.21. Planta primera de la vivienda unifamiliar utilizada para el estudio de simulación energética. Fuente: Máster MAYAB de la ETSAM, UPM.	126
Fig. 4.22. Alzados de la vivienda unifamiliar utilizada para el estudio de simulación energética. Fuente: Máster MAYAB de la ETSAM, UPM.....	126
Fig. 4.23. Casos de simulación de la vivienda unifamiliar de acuerdo con su localización en conjunto.....	129

Fig. 5.1. Difractograma del sulfato de calcio multifase utilizado en los ensayos.....	135
Fig. 5.2. Difractograma del sulfato de calcio multifase tamizado a 80 μm utilizado en los ensayos.	136
Fig. 5.3. Difractograma de los agregados orientados, a partir de los filosilicatos del conglomerante mineral.	137
Fig. 5.4. Esquema de la estructura de los filosilicatos presentes en el conglomerante mineral...	137
Fig. 5.5. Análisis térmico y termogravimétrico del aerogel de sílice hidrófugo.....	138
Fig. 5.6. Isoterma de adsorción del surfactante y el conglomerante.....	140
Fig. 5.7. Densidad aparente de las muestras en estado fresco, en función del porcentaje de aerogel en volumen.....	144
Fig. 5.8. Densidad aparente de las muestras en estado fresco, en función del porcentaje de pasta de yeso en volumen.	145
Fig. 5.9. Componentes por volumen en estado fresco.	147
Fig. 5.10. Volumen de aire ocluido en relación al volumen de aerogel.	149
Fig. 5.11. Velocidad de la evolución del calor de hidratación (W/g) de las muestras del grupo secundario C.I.....	152
Fig. 5.12. Velocidad de la evolución del calor de hidratación (W/g) de parte del proceso de hidratación del semihidrato, la anhidrita II, la muestra AT(0,45) y una reproducción de esta última, a partir del semihidrato y anhidrita II de la gráfica.	154
Fig. 5.13. Comparación del tiempo de fraguado de las muestras “Referencia”, “Referencia AT”, A(100) y AT(100) del grupo principal, con el pico del proceso de hidratación observado en las muestras de ensayo de calorimetría isoterma con las mismas proporciones de agua, conglomerante y surfactante.....	155
Fig. 5.14. Evolución del calor de hidratación (J/g) de parte del proceso de hidratación de las muestras del grupo secundario C.I.	156
Fig. 5.15. Calor de hidratación (J/g) a los 120 minutos y 7 días del proceso de hidratación (muestras del grupo secundario C.I.).....	157

Fig. 5.16. Solubilidad del calcio y sulfato de las muestras en comparación con yeso, anhidrita y semihidrato.	161
Fig. 5.17. Difractograma de los yesos de las muestras Referencia y Referencia AT.....	163
Fig. 5.18. Difractograma de los yesos de las muestras del grupo de series A.....	164
Fig. 5.19. Difractograma del aerogel de sílice granulado hidrófugo utilizado en la tesis.....	165
Fig. 5.20. Difractograma de los yesos de las muestras del grupo de series B.....	165
Fig. 5.21. Difractograma de los yesos de las muestras del grupo de series AT.	166
Fig. 5.22. Grado de Hidratación (GdH) de los sulfatos de calcio de las muestras Referencia, Referencia AT, A(0), B(0) y AT(0).	168
Fig. 5.23. Grado de hidratación (GdH) del semihidrato en las muestras con aerogel.	170
Fig. 5.24. Grado de hidratación (GdH) de la anhidrita en las muestras con aerogel.....	171
Fig. 5.25. Micrografías de los yesos de las muestra “Referencia” (a/b), “Referencia AT” (c), A(0) - (d), B(0) - (e) y AT(0) - (f), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.....	173
Fig. 5.26. Micrografías de los yesos de las muestra “Referencia” (a/b), “Referencia AT” (c), A(0) - (d), B(0) - (e) y AT(0) - (f), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.....	174
Fig. 5.27. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo A, A(10) - imagen (a), A(20) - imagen (b), A(30) - imagen (c), y A(100) - imagen (d), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	175
Fig. 5.28. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo A, A(10) - imagen (a), A(20) - imagen (b), A(30) - imagen (c), y A(100) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	176
Fig. 5.29. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo B, B(10) - imagen (a), B(20) - imagen (b), B(30) - imagen (c), y B(100) - imagen (d), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	177
Fig. 5.30. Micrografías de los yesos de las muestra del grupo B, B(10) - imagen (a), B(20) - imagen (b), B(30) - imagen (c), y B(100) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	178

Fig. 5.31. Micrografía de la muestra B(100), a 500 aumentos (x500), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	179
Fig. 5.32. Micrografías de los yesos de la muestra del grupo AT, AT(10) - imagen (a), AT(20) - imagen (b), AT(30) - imagen (c), y AT(100) - imagen (d), a 100 aumentos (x100), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	179
Fig. 5.33. Micrografías de los yesos de la muestra del grupo AT, AT(10) - imagen (a), AT(20) - imagen (b), AT(30) - imagen (c), y AT(100) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	180
Fig. 5.34. Micrografías de los yesos del subgrupo MEB-ICP, A(3 min) - imagen (a), AT(3 min) - imagen (b), A/0,1% (3 min) - imagen (c), y AT/0,1%(3 min) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	181
Fig. 5.35. Micrografías de los yesos del subgrupo MEB-ICP, A(3 h) - imagen (a), AT(3 h) - imagen (b), A/0,1% (3 h) - imagen (c), y AT/0,1%(3 h) - imagen (d), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	182
Fig. 5.36. Micrografías de los yesos del subgrupo MEB-ICP, AT (7 D) - imagen (a), AT/0,1% (7 D) - imagen (b), a 2000 aumentos (x2000), obtenidas en fractura con electrones secundarios.	183
Fig. 5.37. Componentes por volumen en estado seco.	187
Fig. 5.38. Densidad aparente de las muestras en estado seco, en función del volumen de aerogel.	190
Fig. 5.39. Densidad aparente de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso.	191
Fig. 5.40. Representación esquemática de la cuantificación de la densidad aparente de la matriz de yeso de las muestras, en estado seco, en función del volumen de aerogel.	192
Fig. 5.41. Porosidad total y aparente de las muestras en estado seco, en función del volumen de aerogel.	193
Fig. 5.42. Volumen de agua en saturación de las muestras de ensayo, en función del volumen de aerogel.	194
Fig. 5.43. Módulo de saturación de las muestras en estado seco, en función del volumen de aerogel.	195

Fig. 5.44. Resistencia a compresión de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.	199
Fig. 5.45. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.	200
Fig. 5.46. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función del volumen de yeso multiplicado por el grado de hidratación (GdH), a los 7 días.	201
Fig. 5.47. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel de los grupos A y AT, en comparación con el AT-H.	202
Fig. 5.48. Resistencia a compresión de las muestras de los grupos A, AT y AT-H, en función del volumen de yeso y el GdH.	203
Fig. 5.49. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel de los grupos A, AT y AT', en función del volumen de yeso por el grado de hidratación.	204
Fig. 5.50. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel de los grupos A y AT', igualando el grado de hidratación, en función del GdH x el volumen de yeso x raíz cúbica de la superficie específica.	204
Fig. 5.51. Representación esquemática de la distribución de las partículas del conglomerante y el aerogel durante el amasado.	205
Fig. 5.52. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función de la densidad aparente, a los 7 días.	208
Fig. 5.53. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función de la porosidad total, a los 7 días.	209
Fig. 5.54. Resistencia a flexión de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.	209
Fig. 5.55. Resistencia a flexión de las muestras con aerogel en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.	210
Fig. 5.56. Correlación entre la resistencia a compresión y flexión de las muestras en estado seco, a los 7 días.	211
Fig. 5.57. Dureza superficial de las muestras en estado seco, en función del volumen de yeso, a los 7 días.	213

Fig. 5.58. Resistencia a compresión de las muestras con aerogel en estado seco, en función de la dureza superficial, a los 7 días.....	214
Fig. 5.59. Conductividad térmica experimental de las muestras, comparada con la tendencia obtenida con el modelo matemático, fijando el volumen de aire al 40% en todos los casos.	221
Fig. 5.60. Gráfica de la conductividad térmica mostrando los datos experimentales contra los calculados a partir del modelo presentado anteriormente (ecuaciones 5.1 – 5.3). La línea continua representa los datos obtenidos del modelo propuesto, de acuerdo con las proporciones en volumen de las muestras experimentales.....	221
Fig. 5.61. Conductividad térmica de las muestras comparada con la densidad aparente del mortero seco.....	223
Fig. 5.62. Conductividad térmica de las muestras en función del volumen de yeso.....	223
Fig. 5.63. Conductividad térmica de las muestras comparada con porosidad total del mortero seco.	224
Fig. 5.64. Valores experimentales de conductividad térmica vs. resistencia a compresión. La línea continua corresponde a una correlación potencial para los puntos en la gráfica. Las líneas discontinuas representan un aumento y disminución de la resistencia a compresión por un factor de 5.	227
Fig. 5.65. Resistencia a compresión de las muestras del grupo AT-H, posterior al tratamiento de rehidratación.	229
Fig. 5.66. Valores calculados de conductividad térmica vs. resistencia a compresión. La línea continua corresponde a los valores calculados con un 40% de aire en volumen, a partir de las muestras del grupo AT-H. La línea discontinua en color rojo, corresponde al reemplazo del aire por aerogel en volumen (AT-H'). La línea raya-punto-rama corresponde al reemplazo del aerogel por aire ocluido (AT-H'').	230
Fig. 5.67. Consumo energético anual (calefacción, refrigeración y ACS) según el espesor del aislamiento térmico en fachada. El límite inferior de cada zona climática representa las viviendas flanqueadas por otras viviendas, mientras el límite superior es el consumo de las viviendas exentas. Las zonas con borde discontinuo (CTE), representa el consumo energético de cada zona climática, con los cerramientos del “edificio referencia” propuesto por el CTE, representando los límites de consumo del mismo modo que los demás casos de simulación.....	235

- Fig. 5.68.** Pérdida total de energía por la envolvente, según el espesor del aislamiento térmico en fachada. El límite inferior de cada zona climática representa las viviendas flanqueadas por otras viviendas, mientras el límite superior es el consumo de las viviendas exentas.....238
- Fig. 5.69.** Pérdida de energía a través de los muros de fachada, según el espesor del aislamiento térmico en fachada. El límite inferior de cada zona climática representa las viviendas flanqueadas por otras viviendas, mientras el límite superior es el consumo de las viviendas exentas.240
- Fig. 5.70.** Consumo energético y calificación energética según cada intervención, por zonas climáticas. En gris, el edificio base, en azul, con aislamiento de aerogel/yeso, según el primer nivel de aislamiento mencionado anteriormente, y en rojo, el edificio con los cerramientos establecidos en el CTE para el “edificio referencia”.241
- Fig. 5.71.** Comparativa de espesores para el mismo nivel de aislamiento, con distintos materiales aislantes, por zona climática.243

8.2. ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Materiales aislantes tradicionales utilizados en edificación	22
Tabla 2.2 Requerimientos y propiedades técnicas de los materiales para revestimientos exteriores (E) y enlucidos interiores (I)	28
Tabla 2.3 Fases y propiedades del sistema sulfato cálcico – agua.....	32
Tabla 2.4 Calor de deshidratación	39
Tabla 2.5 Calor de rehidratación	39
Tabla 2.6 Composición de fases (%) sin tener en cuenta impurezas. Escayola y sulfato cálcico multifase [Sanz-Arauz, 2009; Wirsching, 2000]	43
Tabla 2.7 Propiedades características de la escayola, el semihidrato b y el sulfato cálcico multifase [Sanz-Arauz, 2009; Wirsching, 2000]	43
Tabla 2.8 Propiedades de algunos de los morteros aislantes térmicos del mercado europeo por materias primas.....	69
 Tabla 3.1 Morteros aislantes térmicos a partir de publicaciones científicas	78
Tabla 3.2 Morteros aislantes térmicos con aerogel a partir de publicaciones científicas	87
 Tabla 4.1 Matriz general de muestras experimentales.....	101
Tabla 4.2 Composición y denominación de las muestras de ensayo del grupo principal.....	102
Tabla 4.3 Composición y denominación de las muestras de ensayo del subgrupo isoterma de adsorción (I.A)	103
Tabla 4.4 Composición y denominación de las muestras del subgrupo MEB-ICP	104
Tabla 4.5 Composición y denominación de las muestras del subgrupo C.I. (Calorimetría Isoterma)	104
Tabla 4.6 Ensayos de la tesis doctoral	105

Tabla 4.7 Transmitancia de los muros de fachada ($\text{W/m}^2 \cdot \text{K}$), según el DB_HE-2013, Sección 1 y apéndice E.....	127
Tabla 4.8 Componentes del muro de fachada del edificio base	127
Tabla 4.9 Componentes de la cubierta del edificio base	128
Tabla 4.10 Componentes del suelo del edificio base.....	128
Tabla 4.11 Ventanas del edificio base.....	128
Tabla 4.12 Componentes del muro de fachada del edificio	129
Tabla 4.13 Matriz de casos de simulación del consumo energético de la tesis doctoral	130
Tabla 5.1 Densidad real y superficie específica de los materiales base	134
Tabla 5.2 Semicuantificación de fases por DRX	136
Tabla 5.3 Caracterización del surfactante utilizado durante la tesis.....	138
Tabla 5.4 Composición y denominación de las muestras de ensayo del subgrupo isoterma de adsorción (I.A).....	139
Tabla 5.5 Densidad aparente en estado fresco, relación A/Y y porcentaje de aerogel de las muestras del grupo principal.....	143
Tabla 5.6 Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado fresco para un metro cúbico	146
Tabla 5.7 Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado fresco para un metro cúbico	147
Tabla 5.8 Tiempo de fraguado de las muestras experimentales del grupo principal.....	150
Tabla 5.9 Calor (J/g) y potencia de hidratación (W/g) de las muestras experimentales del grupo secundario C.I.	152
Tabla 5.10 Concentración de los elementos calcio y azufre de las muestras del subgrupo MEB-ICP	159
Tabla 5.11 Solubilidad en sobresaturación de calcio y azufre de las muestras del subgrupo MEB – ICP	160

Tabla 5.12 Concentración de los elementos calcio y azufre de las muestras del subgrupo MEB – ICP	160
Tabla 5.13 Semicuantificación (%) de los componentes en las muestras experimentales por DRX a los 7 días	167
Tabla 5.14 Semicuantificación (%) y análisis de grado de hidratación (GdH) de los sulfatos de calcio por DRX a los 7 días	168
Tabla 5.15 Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado endurecido para un metro cúbico	185
Tabla 5.16 Composición volumétrica de los componentes de las muestras en estado endurecido para un metro cúbico	186
Tabla 5.17 Densidad aparente y real de las muestras en estado endurecido en kilogramos por metro cúbico	189
Tabla 5.18 Propiedades mecánicas de los compuestos a los 7 días	197
Tabla 5.19 Resistencia a compresión del grupo AT, tratamiento en agua por 24 horas, y posterior secado (AT-H).....	202
Tabla 5.20 Conductividad térmica de los compuestos	215
Tabla 5.21 Conductividad térmica de las tres fases utilizadas para el cálculo	218
Tabla 5.22 Proporciones en volumen para el cálculo teórico de tendencias.....	219
Tabla 5.23 Cálculo teórico de la conductividad térmica de la matriz de yeso en las muestras, compuesta de yeso y aire	219
Tabla 5.24 Cálculo teórico de la conductividad térmica de los compuestos a partir de aerogel y la matriz calculada.....	220
Tabla 5.25 Resumen de espesores (en milímetros) del aislamiento térmico según cada caso .	233
Tabla 5.26 Consumo energético de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración de los casos de la zona A (kWh/m ² /año)	234
Tabla 5.27 Consumo energético de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración de los casos de la zona D (kWh/m ² /año)	235

Tabla 5.28 Consumo energético de calefacción, agua caliente sanitaria y refrigeración de los casos de la zona E (kWh/m ² /año).....	235
Tabla 5.29 Pérdida de energía total de los casos de la zona A (kWh/m ² /año).....	237
Tabla 5.30 Pérdida de energía total de los casos de la zona D (kWh/m ² /año).....	237
Tabla 5.31 Pérdida de energía total de los casos de la zona E (kWh/m ² /año)	237
Tabla 5.32 Pérdida de energía por muro de los casos de la zona A (kWh/m ² /año).....	239
Tabla 5.33 Pérdida de energía por muro de los casos de la zona D (kWh/m ² /año).....	239
Tabla 5.34 Pérdida de energía por muro de los casos de la zona E (kWh/m ² /año)	239

8.3. ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación (2.1) Transferencia de calor en materiales aislantes porosos.....	16
Ecuación (2.2) Efecto Knudsen	17
Ecuación (2.3) Número Knudsen	17
Ecuación (2.4) Camino libre de las moléculas de gas	17
Ecuación (2.5) Radio crítico del embrión de nucleación.....	36
Ecuación (4.1) Superficie específica de las partículas del conglomerante	107
Ecuación (4.2) Densidad teórica de los compuestos.....	115
Ecuación (4.3) Porcentaje de aire ocluido en los compuestos	115
Ecuación (5.1) Modelo matemático para el cálculo de la conductividad térmica de los compuestos aislantes de la tesis doctoral - Modelo A (Límite superior).....	217
Ecuación (5.2) Modelo matemático para el cálculo de la conductividad térmica de los compuestos aislantes de la tesis doctoral - Modelo B (Límite inferior).....	217
Ecuación (5.3) Modelo matemático para el cálculo de la conductividad térmica de los compuestos aislantes de la tesis doctoral - Modelo C (Media geométrica de los modelos A y B)	218