

5. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

5.1. Protocolo experimental para el seguimiento e inducción de degradación

El estudio experimental para el seguimiento y la inducción de degradación en rocas blandas no responde a un procedimiento establecido, ya que este tipo de estudio está actualmente en fase de desarrollo y concretización. Por ello, en esta tesina, se ha desarrollado un protocolo experimental basado en la realización de determinados experimentos con el fin de inducir a la muestra una cierta degradación, que pueda asimilarse a la sufrida en estado natural, y a su vez obtener ciertos parámetros que permitan realizar un correcto seguimiento de ésta.

En este sentido, el protocolo experimental seguido se basa en una inducción de degradación en las muestras mediante la aplicación de diversas trayectorias de tensiones y de succión. De este modo, podrá valorarse la influencia de dichos factores (los cambios en la tensión aplicada y la variación del contenido de agua presente) en la degradación de la muestra. El conjunto de trayectorias realizadas se muestran en el apartado 5.3. y responden a variaciones cíclicas, tanto de carga-descarga como de humedecimiento-secado.

Para poder llevar a cabo un correcto seguimiento de las alteraciones en las propiedades de la muestra sujeta a dichas trayectorias, se realizan varios experimentos con el fin de determinar las variaciones en las propiedades hidráulicas (mediante la permeabilidad), en la microestructura y en la rigidez. Estos experimentos se realizan antes, durante y después de aplicar las trayectorias a las muestras, de manera que permiten obtener un seguimiento continuo de los cambios experimentados. Los cambios en la microestructura se determinan mediante tres ensayos: el ensayo de porosimetría con intrusión de mercurio (MIP), el ensayo de mineralogía por difracción de rayos X y el ensayo de microscopía electrónica (SEM-ESEM). Las variaciones en la rigidez se obtienen mediante la obtención del módulo de Young.

Las variaciones en las propiedades del material como consecuencia de cambios en la presencia de agua en la muestra están muy controladas por las propiedades características del material. Para un correcto seguimiento de estas propiedades, así como un mayor reconocimiento del material, se han obtenidos las curvas de retención del material a diferentes profundidades.

5.2. Determinación de las propiedades del agua del suelo: Curva de retención

Con el objeto de definir las propiedades del agua en el material se ha obtenido la curva de retención del material de estudio para varias profundidades. El equipo utilizado para la medida de la succión ha sido el WP4. Este equipo permite la medida del potencial del agua de forma rápida a partir de la determinación de la humedad relativa del aire encima de la muestra en una cámara cerrada. En estas condiciones, la humedad relativa es una medida directa del potencial del agua, ya que se cumple la ley psicrométrica:

$$\psi = -\frac{RT}{M_w V_w} \ln\left(\frac{u_v}{u_{v0}}\right)$$

donde R es la constante universal de los gases (8.314472J/mol*K), T la temperatura en grados Kelvin, M_w la masa molecular del agua (18015g/mol), V_w es el inverso de la densidad del agua (0.998Mg/m³ a 20°C), u_v es la presión de vapor controlada por la solución y u_{v0} es la presión de vapor de saturación del solvente, que depende de la temperatura y de la presión de la fase gaseosa. El cociente entre u_v y u_{v0} corresponde al valor de la humedad relativa.

Dado que la succión depende de la temperatura, el equipo realiza un control interno de la ésta, para mantener siempre un equilibrio entre la temperatura interna y la del laboratorio. En la Figura 41 se muestra una fotografía del equipo.



Figura 41: Equipo WP4

La fase de secado de las muestras se ha realizado mediante la exposición de éstas al ambiente del laboratorio en periodos de 10 minutos. Al cumplir este tiempo, las muestras se tapaban y se medía el valor de la succión al cabo de 24 horas, una vez se había alcanzado una condición de equilibrio de la succión dentro de la muestra. La fase de humedecimiento se realizó mediante la exposición paulatina de las muestras al ambiente dentro de un desecador como el que se muestra en la Figura 42.

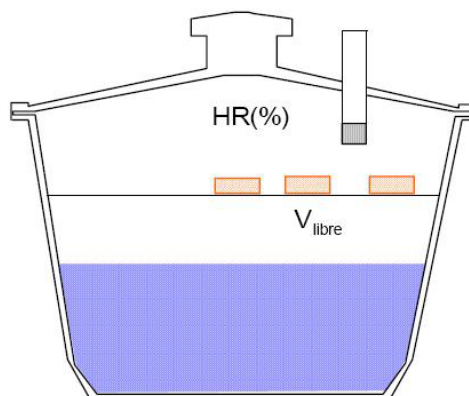
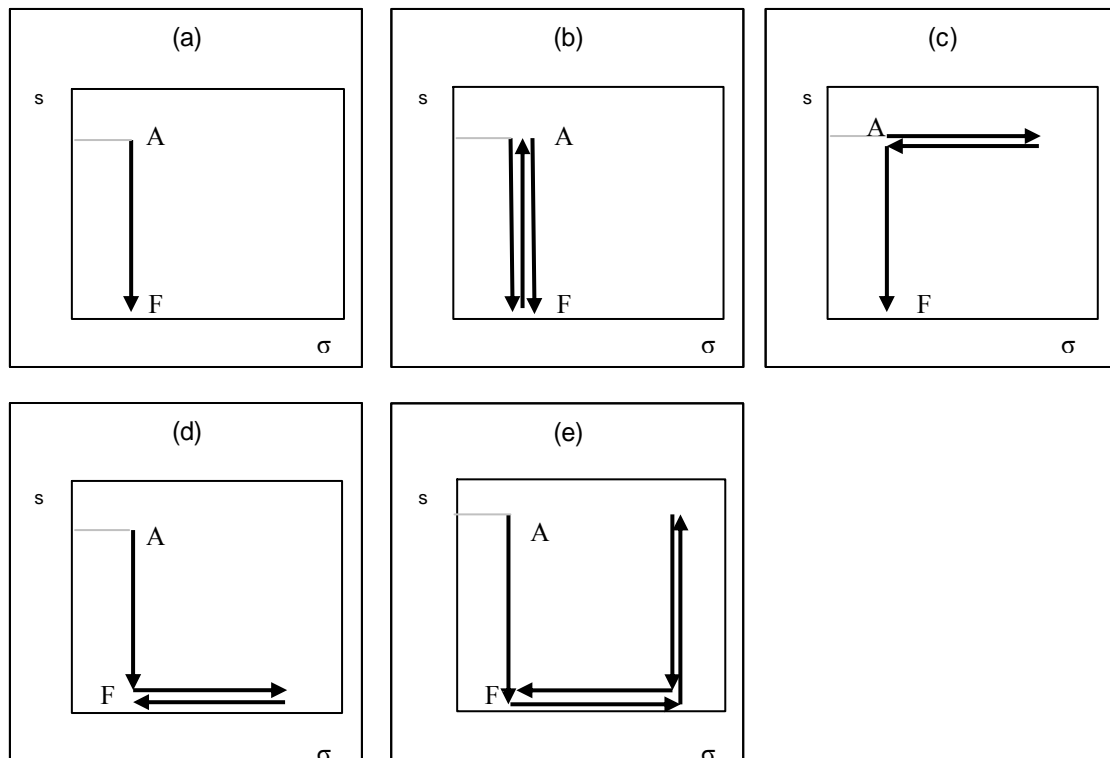


Figura 42: Cámara de humedecimiento

5.3. Inducción de la degradación en condiciones edométricas

El proceso de inducción de degradación sobre las muestras de la argilita procedentes de los sondeos realizados en Castrovido se realizó mediante diferentes ensayos edométricos. Cada uno de ellos está definido por un determinado ciclo de tensiones y succiones aplicado sobre la muestra, que se repiten con el objeto de estudiar su efecto. A partir de ellos, se determina el grado de influencia de cada uno de ellos en la degradación del material.

En la Figura 43 se describen las trayectorias de los cinco ensayos realizados (trayectorias a, b, c, d y e). En cada uno de ellos se definen los cambios de succión y tensión en el espacio s - σ (s : succión; σ : tensión). En todos los casos, se parte de un estado inicial (A) caracterizado por una succión inicial (s_A) y una tensión baja o nula. Este estado A es conocido, y corresponde al de la muestra en su situación inicial. Se finaliza en el punto F, a succión nula (muestra saturada) y una baja o nula tensión de confinamiento.



Figuras 43: Trayectorias de cambio de succión-tensión para la inducción de degradación.

Al final de cada uno de los ensayos, se realizó una nueva caracterización de la muestra para poder observar el efecto de las trayectorias sufridas en las características del material, sobretodo con respecto a su microestructura. De este modo podremos observar el modo en que estos procesos han inducido una posible degradación de la muestra.

Para realizar los ensayos descritos se utiliza un edómetro de succión controlada, que pertenecen al tipo desarrollado por Terzaghi y Casagrande, utilizados normalmente para ensayos de consolidación unidimensional. La muestra de suelo

queda confinada dentro de un anillo rígido, limitado por encima y por debajo por anillos porosos metálicos que permiten el flujo de agua. La presión sobre la muestra se aplica a través de los anillos superiores por medio de un pistón, que es desplazado por una membrana al introducir una determinada presión de aire superiormente. En la Figura 44 se muestra el edómetro con sus diferentes componentes.



Figura 44: Edómetro utilizado.

La muestra del material que se introduce en el anillo del edómetro debe prepararse correctamente, ya que el buen funcionamiento del ensayo depende de ello. La muestra debe introducirse en el anillo del edómetro, cumpliendo con las medidas exactas, de forma que no queden huecos y que el contacto suelo-anillo sea correcto. Este procedimiento debe efectuarse sin modificar la estructura del material. En la Figura 45 se muestra una imagen del proceso de preparación de una de las muestras en el anillo del edómetro.



Figura 45: Imagen del proceso de preparación de la muestra del anillo del edómetro.

5.3.1. Inducción de cambios de humedad relativa (succión) mediante la técnica de equilibrio de vapor

El control de la succión durante la experimentación puede realizarse mediante diferentes técnicas, que se pueden clasificar en dos grupos:

- a) Técnicas que utilizan la transferencia de agua líquida. Dentro de estas técnicas predomina el control con translación de ejes, seguido de los métodos de control con técnica osmótica y la técnica de pulsos de agua. Estas técnicas nos permiten obtener la succión matricial y osmótica.
- b) Técnicas que se basan en la transferencia de vapor de agua. En estos casos, se realiza el control de la humedad relativa de la fase gaseosa del suelo, que se encuentra dentro de un sistema termodinámicamente cerrado, a partir de la cual se puede obtener el valor de la succión total.

Con respecto al primer grupo descrito, la técnica de control de translación de ejes se basa en la hipótesis que, al aplicar un incremento de presión en la fase gaseosa del suelo, se produce un incremento igual de la presión de la fase líquida. Por tanto, se puede medir ésta presión, calculando de forma directa la succión matricial ($s = u_a - u_w$). Ésta técnica funciona correctamente excepto cuando se está cerca de saturación, es decir, para $S_r > 0,95$. Esto se debe a que, en estos casos, no existe una continuidad real de aire dentro de los poros, por lo que no se puede asumir la hipótesis anterior.

Por otro lado, las técnicas de transferencia de vapor se basan en el control de la humedad relativa. Para ello se debe aislar la muestra dentro de un sistema termodinámicamente cerrado, donde se dispone una solución salina (o soluciones ácidas). De este modo, se puede controlar la humedad relativa al conocer las características de dicha solución. Por ejemplo, en procesos de secado, se alcanza un estado de equilibrio con una humedad relativa que viene dada por las características de la solución que se utiliza. En ese instante, la humedad relativa del aire intersticial

del suelo es conocida y es la misma que la de la atmósfera. Por tanto, la succión máxima a la cual se puede llegar depende del tipo de solución que se utilice. La ecuación que relaciona la humedad relativa con la succión total es la ley psicrométrica o ley de Kelvin, que se detalló en el apartado 5.2.

Pequeñas variaciones en la temperatura pueden alterar sensiblemente el valor de la succión obtenida, provocando errores no despreciables. La importancia de la medición correcta de la temperatura recae en el gran peso que tiene ésta en la ley psicrométrica, al ser directamente proporcional a la succión y porque modifica el valor del volumen molecular del agua ($M_w V_w$). Por tanto, se ha valorado que el valor límite de la humedad relativa controlada con fiabilidad es de 0.97, es decir, esta técnica es válida únicamente para succiones mayores a 4MPa. Delage et al (1998) recomendó este grupo de técnicas para valores de succión mayores a 10 MPa.

Este último método permite obtener valores de succión mayores que con los métodos de transferencia de agua líquida, como el control de translación de ejes o el control con técnica osmótica. Esta característica condujo a elegir la técnica de control de humedad relativa para realizar los ensayos que se realizarán en este estudio. El procedimiento que se hará servir será por convección, es decir, forzando el flujo de aire desde la atmósfera con humedad relativa controlada hasta la muestra a través de un circuito cerrado con una bomba que proporciona el caudal adecuado. Este método presenta dificultades cuando se realizan ensayos cerca de saturación, pero permite realizar el ensayo de forma más rápida que mediante difusión. La solución salina que se utilizará en los ensayos será de LiCl, cuyas características son:

T (°C)	A (%)	B (K)	U_v/u_{v0} a 25°C	Ψ (MPa) a 25°C	Solubilidad g/100gH ₂ O a 25°C
20-65	14.53	-75	11	303	86

Figura 46: Tabla características solución salina de LiCl.

Los parámetros A y B son característicos de la solución que se utilizan y permiten obtener el valor de la humedad relativa en función de la temperatura mediante la expresión:

$$u_v / u_{v0} = A \exp(B/T)$$

En nuestro caso, dado que trabajamos dentro del laboratorio de Geotécnia, se puede asumir que nuestras condiciones de trabajo se dan a una temperatura alrededor de los 20°C. En este caso, según la expresión anterior, la humedad relativa de equilibrio que se presentará estará alrededor de un valor del 11%. Además, si se aplica la ley psicrométrica para nuestro caso de estudio (a 20°C) se llega a la siguiente expresión:

$$\Psi = -135 \ln(HR)$$

donde la humedad relativa (HR) se expresa en tanto por uno.

Para realizar los procesos de secado junto con el control de la succión el equipo utilizado forma un circuito que permite la circulación de aire a través de la muestra. El aire es impulsado mediante una bomba, que permite acelerar el proceso de secado de la muestra. El aire impulsado por la bomba pasa a través de un recipiente de vidrio que contiene el litiocloruro, antes de entrar al edómetro que contiene la muestra de suelo. Una vez el aire atraviesa la muestra y sale del edómetro, circula a través de otro recipiente de vidrio que contiene el psicrómetro, que permite la medición de la humedad relativa del aire a la salida de la muestra. El circuito se cierra conectando este último recipiente con la bomba. El esquema del equipo descrito se puede ver a continuación:

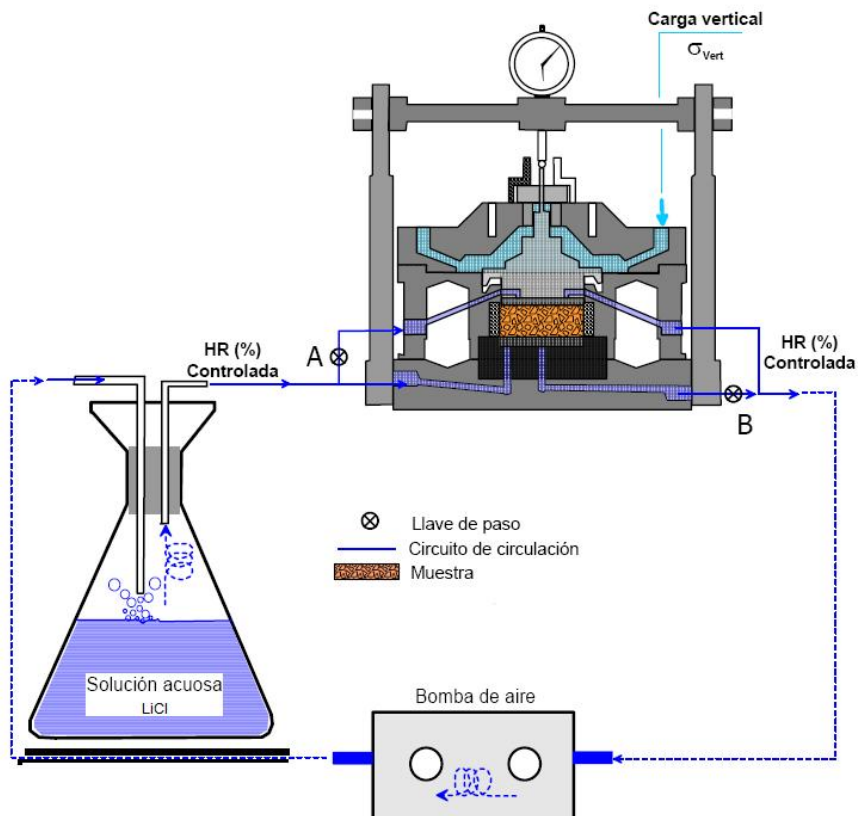


Figura 47: Esquema del equipo para realizar el secado de la muestra.



Figura 48: Imagen del equipo de secado en el laboratorio.

5.3.2. Determinación de la permeabilidad al agua en el equipo edométrico

El ensayo de permeabilidad al agua, junto con el de permeabilidad al aire que se describe más adelante, es uno de los ensayos clave de este estudio, ya que aporta datos relevantes con respecto a la degradación sufrida por el material una vez realizadas las trayectorias de cambios en tensiones y succiones. El valor de la permeabilidad al agua permite tener una idea de las características del material. La comparación entre permeabilidades del mismo material antes y después de sufrir un ciclo de secado-humedecimiento o de carga-descarga, puede mostrar cual ha sido el comportamiento del material frente a este proceso. Las alteraciones en los valores de la permeabilidad representan una posible degradación de la muestra.

La permeabilidad al agua se realizará en condiciones saturadas, lo que asegura que exista un flujo constante del agua a través de la muestra. Bajo estas condiciones, y asumiendo el material homogéneo e isótropo, puede aplicarse la ley de Darcy en medio poroso, que viene descrita por la siguiente expresión:

$$\frac{Q}{S} = -K \frac{\Delta h}{L}$$

donde Q es el caudal que pasa a través de la muestra, S es la sección transversal de la muestra, K es la permeabilidad al agua, Δh es el gradiente de presiones que actúa y L la longitud de la muestra.

El procedimiento consiste en medir el volumen de agua que atraviesa la muestra en condiciones de flujo constante durante un intervalo de tiempo. De este modo se calcula el caudal y, mediante la ley de Darcy, se puede obtener el valor de la permeabilidad al agua. El ensayo se realiza utilizando el mismo equipo del edómetro junto con un medidor de cambio de volumen y una interfase. Este equipo puede verse en la Figura 49 y 50.

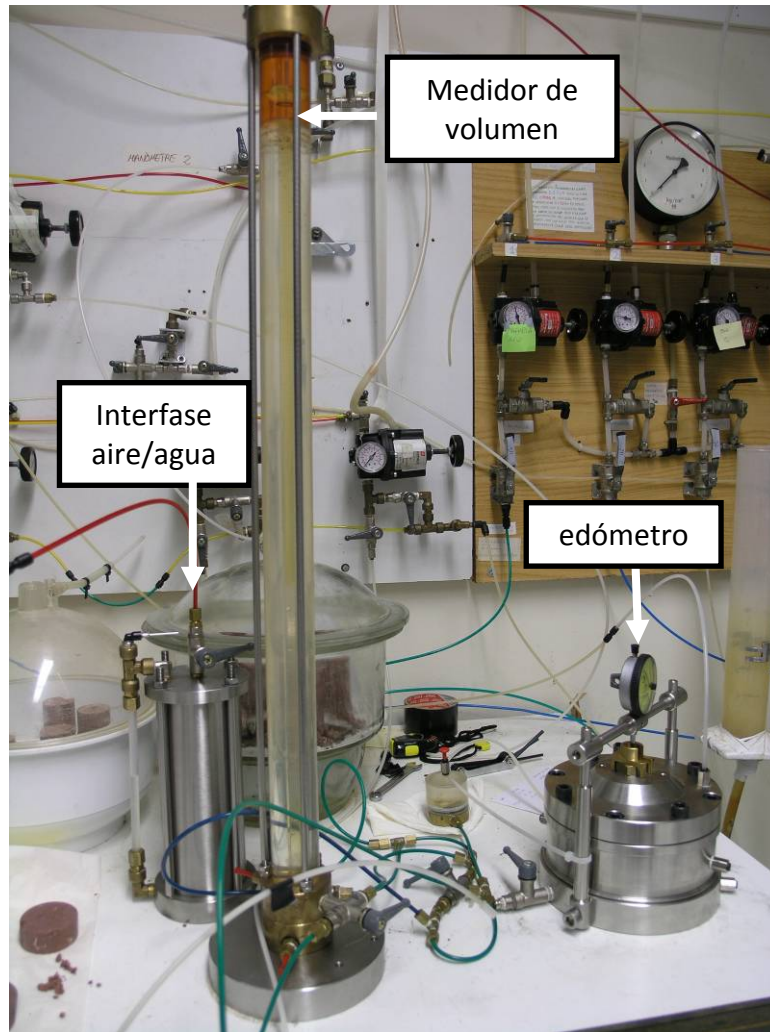


Figura 49: Edómetro junto con medidor de cambio de volumen e interfase



Figura 50: Interfase

La presión de agua que se aplica para realizar la saturación de la muestra se realiza mediante una interfase. La interfase consiste en una cámara cilíndrica de acero inoxidable que, al introducirle una presión de aire superiormente, transfiere al agua de su interior la misma presión, que será la que entre dentro del edómetro. El medidor de cambio de volumen consiste en un tubo cilíndrico dentro del cual se encuentra otro tubo de diámetro menor, que dispone de marcas de volumen. Ambos tubos se encuentran llenos de agua y en la zona superior se coloca aceite. Al abrir las válvulas de entrada de agua del edómetro, el nivel de aceite disminuye y se mide el volumen de agua que ha salido del medidor y que, por tanto, ha entrado en la muestra.

Para poder asegurar que, al someter a la muestra a procesos de humedecimiento y secado, ésta siga manteniendo contacto con las paredes del edómetro, se ha de aplicar una cierta tensión. Esta tensión no será muy alta, para poder asimilar que no afecta demasiado al comportamiento del material, pero la suficiente para asegurar dicho contacto. El procedimiento será aplicar al edómetro una tensión superior mediante presión de aire de 100KPa y una presión de cola inferior de 50KPa. Por tanto, la tensión efectiva a la que se ve sometida la muestra en este estado es de 50KPa.

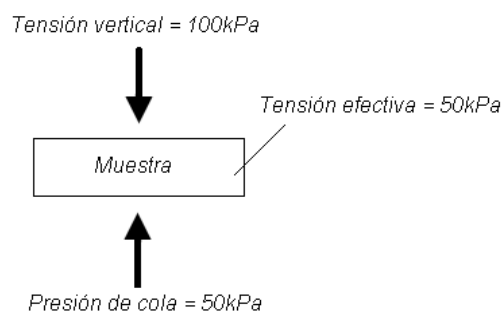


Figura 51: Esquema presiones actuantes en el edómetro en condiciones de humedecimiento-secado.

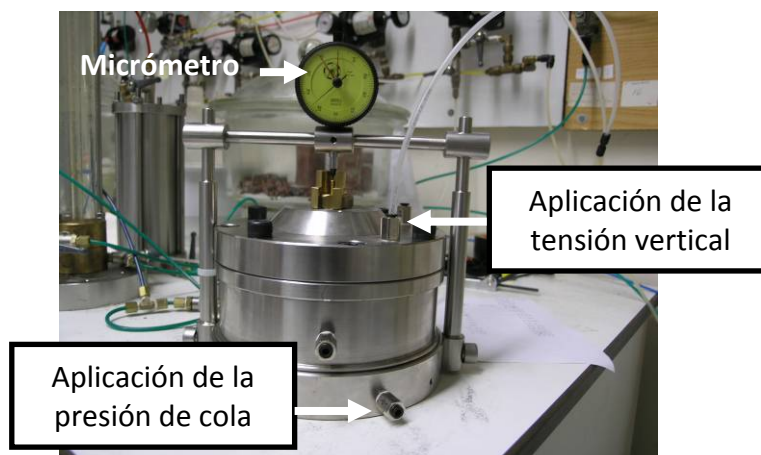


Figura 52: Edómetro utilizado, indicando aplicación de la tensión vertical y la presión de cola.

En estas condiciones, se conecta el medidor de cambio de volumen al edómetro, de manera que permita medir el volumen de agua que entra dentro de la muestra. Una vez la muestra está saturada, se está en condiciones de régimen permanente de agua a través de la muestra, por lo que el agua que entra en la muestra es igual a la que sale. Por tanto, al medir con el medidor de cambio de volumen el agua que entra en la muestra, se está midiendo aquella que a su vez la atraviesa. De este modo se puede calcular mediante Darcy la permeabilidad de la muestra. Para verificar que la medida es correcta, se tomaran algunas medidas de la permeabilidad a partir directamente del peso de agua extraído.

5.3.3. Determinación de la permeabilidad al aire en el equipo edométrico

La determinación de la permeabilidad al aire es una buena opción para hallar a permeabilidad del material en condiciones no saturadas. Al igual que la medida de la permeabilidad al agua en condiciones saturadas, la permeabilidad al aire es de gran importancia en nuestro estudio ya que permite obtener uno de los parámetros que nos muestra y describe la posible degradación del material. La comparación entre permeabilidades antes y después de las trayectorias en tensiones y succiones es un factor claro que muestra la degradación sufrida por el material.

El equipo necesario para realizar el ensayo se compone de un tanque de inyección de aire, que se une al edómetro mediante tubos. El procedimiento a seguir consiste en inyectar aire a la muestra a una determinada presión, establecida en el tanque al presurizar el aire que contiene. Si el material es permeable al aire, es decir, si el material tiene poros continuos con aire, el aire comprimido circulará a través de la muestra y caerá el valor de su presión hasta situarse cercana a 0. El volumen de aire comprimido es constante dentro del tanque ya que el cambio en el espacio de aire en el manómetro es mucho menor que el volumen total. Si se asume que durante el ensayo, el flujo de aire a través del material es viscoso y no existen pérdidas, y además la presión inicial del aire dentro del tanque es mucho menor que 1 atms, entonces se puede utilizar la fórmula de Yoshimi & Osterberg (1963) para obtener el valor de la permeabilidad al aire. Esta expresión se basa en la ley de flujo de Darcy, particularizada para las condiciones descritas.

$$q_a = -k_a \left(\frac{\nabla u_a}{\rho_a g} + \nabla z \right)$$

donde q_a es el caudal de aire unitario, k_a la permeabilidad al aire, u_a la presión de aire, ρ_a es la densidad del aire ($\rho_a=1205\text{kg/m}^3$), g es la aceleración de la gravedad (9.81m/s^2) y z es la coordenada vertical.

Si además, se asume que el aire del tanque sufre una expansión isotérmica, podemos derivar la expresión anterior, obteniendo la siguiente fórmula para calcular la permeabilidad al aire (Yoshimi & Osterberg 1963):

$$k_a = \frac{Vh\rho_a g}{A\left(u_{atm} + \frac{\bar{u}_t}{2}\right)} \left[\frac{-\ln\left(\frac{u_t}{u_{t0}}\right)}{t - t_0} \right]$$

donde V es el volumen del tanque, h es la altura de la muestra, A es la sección transversal de la muestra, u_{atm} es la presión atmosférica ($u_{atm}=101\text{KPa}$), \bar{u}_t es la presión media durante el ensayo, u_t la presión del tanque en el instante t y u_{t0} la presión del tanque al inicio del ensayo.

El ensayo proporciona los valores de presión en el tanque en función del tiempo. Estos valores son registrados por un programa informático, de forma que los datos de presión en el tanque se registran cada segundo. Representando esta relación, a escala logarítmica en la relación de presiones u_t/u_{t0} , se observa un comportamiento lineal. La pendiente de dicha recta proporciona el valor de la relación entre $\ln(u_t/u_{t0})$ y el tiempo. A partir de este dato se puede obtener el valor de la permeabilidad al aire, ya que el resto de parámetros vienen caracterizados por nuestro material y condiciones del ensayo.

El único parámetro que será necesario calcular es el volumen del tanque. Para ello, se toma como base la ley de los gases ideales:

$$P(t) = \frac{nRT}{V} = \frac{nRT}{V_0 - C * t}$$

donde el volumen se ha descrito como un valor inicial V_0 que sufre una variación caracterizada por la constante C. El valor V_0 corresponde al volumen del tanque que queremos hallar. Si se tiene en cuenta por termodinámica que:

$$P_0V_0 = P(t)V(t)$$

y se iguala esta expresión con la anterior, se obtiene que:

$$P(t) = P_0 \frac{V_0}{V_0 - C * t}$$

El procedimiento a seguir consiste en someter a un proceso de aumento de la presión en el tanque, midiendo la variación del volumen en el tiempo. Representando el volumen del tanque con respecto al tiempo, se puede obtener el valor de la constante C como la pendiente de la recta descrita. Con este dato, se calcula el valor teórico de la presión en función del tiempo a partir de la expresión anterior y compararla con los valores obtenidos en el ensayo. El valor del volumen inicial en el tanque se obtiene por mínimos cuadrados, es decir, como aquel valor que permite ajustar mejor las presiones teóricas a los valores reales obtenidos.

En nuestro caso, el volumen del tanque que se obtiene mediante mínimos cuadrados es de $240353,868 \text{ mm}^3$.

5.4. Evaluación de los cambios en la microestructura del material

5.4.1. Ensayo de porosimetría con intrusión de mercurio MIP

La porosimetría por inyección de mercurio es una técnica indirecta para la caracterización del sistema poroso de los materiales, obteniéndose fundamentalmente a partir de ella la distribución de la porosidad en función del tamaño aparente de acceso a los poros. Se basa en los fenómenos de capilaridad generados por los líquidos que no mojan los sólidos con los que están en contacto. Así, un líquido como el mercurio que no penetra espontáneamente en los conductos capilares, precisa una presión "p" para su introducción, que es inversamente proporcional al radio "r" de los mismos:

$$r = 2 \sigma \cos \alpha / p$$

donde "σ" es la tensión superficial del mercurio y "α" el ángulo de contacto sólido-líquido.

El ensayo de porosimetría consiste en inyectar mercurio a presión y registrar el volumen de mercurio absorbido. Para cada intervalo de presión considerado, el volumen de mercurio absorbido nos indica el volumen de poros de la muestra que tienen un determinado intervalo de tamaño de acceso. Por tanto, permite obtener una distribución de los diferentes tamaños de poros presentes en el material, lo que da una evaluación de la microestructura del material.

Previamente a la ejecución del ensayo de porosimetría por inyección de mercurio es necesario someter a las muestras a un proceso de "freeze drying". Este proceso (también conocido como la liofilización) es un proceso de deshidratación que permite conservar un material perecedero o hacer el material más conveniente para el transporte. El mecanismo del "freeze drying" se basa en la congelación del material y su posterior reducción de la presión circundante y adición de bastante calor para permitir al agua congelada en el material que sublime directamente de la fase sólida a gas. Este proceso previo de secado es de gran utilidad en el estudio a realizar, ya que permite mantener la estructura del material intacta durante su secado, de manera que la porosimetría no se ve alterada. En la Figura 53 se muestran las muestras utilizadas en la determinación de la porosimetría una vez sometidas a "freeze drying".



Figura 53: Muestras utilizadas en la determinación de la porosimetría.

Asociado a los cambios en la microestructura, a partir de los ensayos de porosimetría puede obtenerse la medida de la superficie específica del material. La variación en la superficie específica está relacionada con una variación en la microestructura de la muestra. En este sentido, una degradación de la muestra que diera lugar a una desestructuración provocaría un aumento en la superficie específica del material, ya que las partículas estarían más disgregadas.

El cálculo de la superficie específica (S_s) puede realizarse mediante la ecuación que se presenta a continuación:

$$dS_s = \frac{4dV}{d} = -\frac{pdV}{\sigma_{Hg} \cos \theta_{nw}} ; \quad S_s = -\frac{1}{\sigma_{Hg} \cos \theta_{nw}} \int_0^{V_{max}} pdV$$

donde σ_{Hg} es la tensión superficial del mercurio, θ_{nw} es el ángulo de contacto entre el mercurio y la pared del poro, p es la presión total aplicada, dV es el incremento de volumen normalizado por el peso seco de la muestra y V_{max} es el volumen máximo introducido normalizado por el peso seco de la muestra.

5.4.2. Ensayo de mineralogía por difracción de rayos-X

Para la determinación de la mineralogía del material se ha utilizado la técnica de difracción de rayos X. Esta técnica consiste en hacer interaccionar un haz de rayos X, de una determinada longitud de onda, con la muestra del material. La difracción de rayos X se basa en la dispersión coherente del haz de rayos X por parte de la materia. De este modo, se pueden identificar diferentes fases cristalinas, ya que todos los compuestos poseen un difractograma característico.

Esta identificación se realiza a modo cualitativo y cuantitativo, puesto que permite conocer las diferentes sustancias presentes en el material, así como su mayor o menor presencia, determinando qué compuestos son los más predominantes. Por tanto, el ensayo de difracción de rayos X nos permite caracterizar la mineralogía característica de la limolita, así como valorar posibles variaciones en la composición debidas a la degradación.

5.4.3. Ensayo de microscopía electrónica (SEM-ESEM)

El ensayo de microscopía electrónica permite obtener información sobre la microestructura del material de tipo cualitativo, que permite comparar y correlacionar los resultados obtenidos en la porosimetría. Este método se basa en interpretar la información que aportan los electrones periféricos del material a estudiar. Existen tres métodos de microscopía electrónica: TEM (Transmission electron microscope), SEM (Scanning electron microscope) y ESEM (Environment scanning electron microscope).

El método TEM permite el estudio de la microestructura a partir de la imagen obtenida al atravesar el material un haz de electrones. Este método requiere que la muestra esté seca, así como un vacío de 10^{-5} Torr, y permite obtener una resolución máxima de 10 Å. Por otro lado, el método SEM trabaja con la imagen proporcionada por la reflexión del haz de electrones sobre la muestra. La muestra se debe recubrir

con una capa fina de oro para evitar que los electrones queden fijados en la superficie y generen cargas electrostáticas superficiales. De igual modo que con el TEM, se requiere que la muestra esté seca y un vacío del mismo orden, pero permite obtener resoluciones de 100 Å.

Ambos métodos (TEM y SEM) requieren que la muestra esté seca. Este aspecto conlleva un gran inconveniente para el estudio de la microestructura, ya que el secado genera una retracción que altera las características naturales de la muestra. Este inconveniente puede minimizarse si se realiza un proceso de freeze drying, comentado en el apartado 5.4.1.

El método ESEM permite evitar el secado de la muestra y trabajar con su contenido de humedad natural. El procedimiento es idéntico al SEM, pero permite operar muy cerca de la presión atmosférica (40 Torr), hecho que conlleva a poder observar las muestras con su humedad natural. La resolución de este método es también de 100 Å.

En el estudio correspondiente a esta tesina es de gran relevancia la inalteración de la microestructura, con el fin de poder realizar comparaciones entre muestras distintas y obtener resultados fiables. Por esta razón, se ha elegido utilizar el método ESEM.

5.5. Evaluación de los cambios en la rigidez: Ensayo de transmisión de onda de compresión Vp (ensayo de ultrasonido- V-Meter)

La medición de la velocidad de onda de compresión (Vp) a través de la muestra se ha realizado mediante el ensayo de ultrasonido-V-meter. Este ensayo consiste en la medición del tiempo de viaje, a través de la muestra, de una onda inferida mediante la aplicación de una señal de ultrasonidos con un equipo. La velocidad de pulsos de ultrasonido a través de un material depende de sus propiedades de densidad y elasticidad, que al mismo tiempo están relacionadas con la calidad y la resistencia del material. Por ello, mediante ultrasonidos es posible obtener información acerca de la uniformidad del suelo o la roca.

La base de este método recae en el cálculo de la velocidad longitudinal de los pulsos de onda a través de los sólidos elásticos, que puede definirse a partir de la fórmula que se describe:

$$N = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1 - \mu}{(1 + \mu)(1 - 2\mu)}}$$

donde N es la velocidad, E es el módulo elástico dinámico (para bajas deformaciones), ρ es la densidad y μ es el coeficiente de Poisson. Esta ecuación no depende del tamaño de la muestra. Sin embargo, se debe cumplir que la longitud de la muestra sea mayor que la longitud de onda de los pulsos de vibración.

La velocidad calculada no se ve afectada por la frecuencia de la onda, sino que únicamente depende de las propiedades del material. La frecuencia de onda utilizada en el ensayo es de 50 kHz.

Existen tres métodos de medición, que corresponden a diferentes posiciones del transmisor y el receptor: directo, semidirecto e indirecto o superficial. En la Figura 54 se muestran los métodos de propagación de pulsos ultrasónicos. El método que se ha utilizado ha sido el directo, tal y como se observa en la Figura 55, ya que permite obtener resultados más satisfactorios, ya que la onda es transmitida únicamente en la dirección normal a la superficie de los transductores (transmisor y receptor).

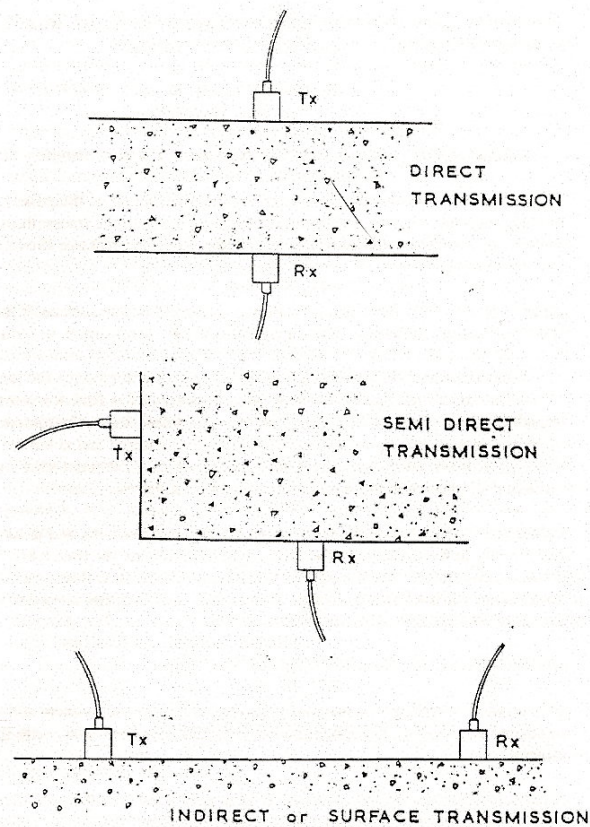


Figura 54: Métodos de propagación de pulsos ultrasónicos.



Figura 55: Disposición de la muestra en equipo de ensayo de transmisión de onda de compresión.

El transmisor emite pulsos de ultrasonidos, que son recibidos por el receptor, que envía la señal al equipo. El instrumento indica el tiempo más pequeño requerido por el pulso desde que es emitido hasta que alcanza el receptor. La velocidad de propagación se obtiene como el cociente entre la longitud recorrida por la onda en la muestra y el tiempo proporcionado por el equipo.



Figura 56: Equipo de ensayo de transmisión de onda de compresión.

5.6. Resumen de este capítulo

Con el objeto de estudiar los efectos sobre el material de una degradación inducida en laboratorio, se establece un protocolo experimental. Este protocolo se basa en un conjunto de ensayos de inducción de la degradación y de parámetros a determinar que permiten el seguimiento de estos procesos de degradación.

La inducción de la degradación se realiza mediante la aplicación de diversas trayectorias de tensión y de succión sobre diferentes muestras en el edómetro. El seguimiento de la alteración sufrida en las muestras bajo estas trayectorias se realiza mediante la determinación de variaciones en las propiedades hidráulicas, en la microestructura y en la rigidez.

5.7. Referencias bibliográficas de este capítulo

- A. Gens & E. Romero (2000). *Ensayos de laboratorio*. Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica, UPC.
- Barrera Bucio, Mauricio (2002). *Estudio experimental del comportamiento hidromecánico de suelos colapsables*. Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica, UPC.
- E. Romero, I.García & E.E. Alonso (2003). *Gas tests on compacted sand-bentonite buffer material. GMT Emplacement Project*. Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica, UPC.
- E. Romero (2001). *Controlled Suction Techniques*. Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica, UPC.
- Y. Yoshimi & J.O. Osterberg (1963). *Compression of partially saturated cohesive soils*. Journal of the soil mechanics and foundations division. Proceedings of the American Society of Civil Engineers.
- J. Suriol. Apuntes y comunicación personal. (06/06/2008)
- J.A. Pineda. *Informe de los ensayos de Castrovido*. Departamento de Ingeniería del Terreno, Cartográfica y Geofísica, UPC. 2008
- Romero (1999). *Characterisation and thermo-hydro-mechanical behaviour of unsaturated Boom clay: an experimental study*. Tesis doctoral. UPC, Barcelona.
- James Instruments Inc. *V-Meter Intruction Manual. Mark II*.