



Received: 26-02-2017
Accepted: 05-03-2017

Filler de grafito reciclado de EDM en pastas de yeso

EDM recycled graphite filler in gypsum pastes

Nelson Flores¹; Mar Barbero²; Rosa Bustamante²

¹Universidad Europea de Canarias, ²Universidad Politécnica de Madrid (gbustamante@ingenieros.com)

Resumen— El grafito puede obtenerse de forma natural o sintética, pero este último se ha utilizado en carreteras debido a su dureza, así como en placas de cerámica fina. Se demuestran las posibilidades de la adición del polvo de grafito isostático procedente del fresado de moldes fabricados por Electroerosión de Penetración (EDM) en compuestos a base de yeso. Para ello se prepararon mezclas de yeso industrial con adiciones en porcentajes diferentes de grafito EDM para evaluar las propiedades físicas y mecánicas, caracterizando previamente ambos materiales. El yeso fue sustituido por grafito en cinco fracciones diferentes, 5, 10, 15, 20 y 25%, en peso, en la preparación de las mezclas. En la designación Y-0.7G-0 y Y-0.6G-0 de las series de probetas prismáticas de 40x40x160mm, la letra Y se refiere al yeso y G significa grafito (G-0 probetas patrón sin grafito), con relaciones agua/yeso (a/y) 0,7 y 0,6. Después del análisis de los resultados obtenidos, se realizó unas nuevas series con la adición de plastificante y también con mayor cantidad de grafito, 25 a 50% en peso y otras relaciones a/y basadas en su trabajabilidad, para verificar la incidencia en la resistencia a flexión y compresión.

Palabras clave— Grafito; yeso; EDM; panel.

Abstract- Graphite can be obtained naturally or synthetically, but the latter has been used on roads because of its hardness, as well as in thin ceramic plates. The possibilities of the addition of the isostatic graphite powder from the milling of molds made by EDM in gypsum-based compounds are demonstrated. For this purpose mixtures of industrial gypsum with additions in different percentages of EDM graphite were prepared to evaluate the physical and mechanical properties, previously characterizing both materials. The gypsum was replaced by graphite in five different fractions, 5, 10, 15, 20 and 25% by weight, in the preparation of the mixtures. In the designation Y-0.7G-0 and Y-0.6G-0 of the series of prismatic specimens of 40x40x160mm, the letter Y refers to gypsum and G stands for graphite (G-0 test specimens without graphite) gypsum (a / y) 0.7 and 0.6. After the analysis of the results obtained, a new series was made with the addition of plasticizer and also with greater amount of graphite, 25 to 50% by weight and other ratios a / y based on their workability, to verify the incidence in the resistance to flexion and compression.

Index Terms— Graphite; gypsum; EDM; panel.

Nelson Flores es dr. Arquitecto por la Universidad Europea de Canarias.
Mar Barbero es Profesora Ayudante en el Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas de la ETS de Arquitectura, Universidad Politécnica de Madrid.
Rosa Bustamante es Profesora Titular en el Departamento de Construcción y Tecnología Arquitectónicas de la ETS de Arquitectura, Universidad Politécnica de Madrid.

I. INTRODUCCIÓN

El grafito presenta entre otras las siguientes propiedades, una alta resistencia al calor y a los productos químicos, un bajo coeficiente de expansión, ligereza y capacidad lubricante. Se ha aplicado en usos especiales, como partes de grafito en componentes de campos semiconductores, electrodos de grafito para electroerosión por penetración o para la energía relacionada con las piezas (Graphite, 2017).

En este estudio se trata del reciclaje y revalorización del polvo producido durante el fresado del molde de grafito isostático por Electroerosión por Penetración (EDM) (Flores, 2016). Este polvo de grafito no ha sido incluido, hasta ahora, en el catálogo de productos reciclados de las normas españolas, ni en el Catálogo Europeo de Residuos y en la Lista de Residuos Peligrosos (European, 2000; Ley 22/2011, 2011). A su vez, produce problemas de almacenamiento, ya que no son aceptados por la industria del reciclaje. Se estima que 700.000 toneladas por año de grafito en varias formas (American, 2017; European, 2017) se consumen en todo el mundo y de ellos, alrededor de 14.600 toneladas se disponen como resultado del proceso productivo.

Cuando los bloques de grafito sintético se muelen, se producen mayores cantidades de residuos, según los resultados estudiados por los fabricantes de EDM (Graphite, 2017). Además, no se han encontrado estudios que se ocupen del reciclaje y la revalorización de este material en la industria de la construcción (CEDEX, 2017).

Actualmente, el grafito puede obtenerse de forma natural o sintética, pero este último se ha utilizado en aplicaciones especiales debido a su consistencia superior y pureza. Puede utilizarse en carreteras debido a su dureza (Jeong & Park, 2003), así como en placas de cerámica fina (Gao & Shao, 2012).

Por otra parte, el yeso es un aglutinante inorgánico con un amplio uso en la industria de la construcción debido a su fácil extracción y a la gran cantidad de canteras en superficie, especialmente en España. Al mismo tiempo, es un material tradicional de acabado, de bajo coste, fácil aplicación y buena apariencia. Es un regulador higrotérmico que contribuye a mejorar las condiciones de vida mediante la reducción de las fluctuaciones de la humedad relativa (Arikan & Sobolev, 2002), con un amplio uso en la producción de elementos prefabricados.

El yeso se compone de sulfato de calcio y puede ser dihidratado, semihidratado o deshidratado. La forma dihidratada se mantiene estable hasta 120°C (Arikan & Sobolev, 2002), cuando empieza a perder el agua de composición, y se convierte en semihidrato. El semihidrato al perder 1/2 molécula de agua a 180°C se convierte en anhidrita. En el yeso sobre todo en los de fabricación artesanal, es común encontrar semihidratos y anhidritas de sulfatos de calcio, porque dentro del horno la temperatura no es totalmente uniforme (Maksoud & Ashour, 1981).

Existen además numerosos estudios de adiciones al yeso

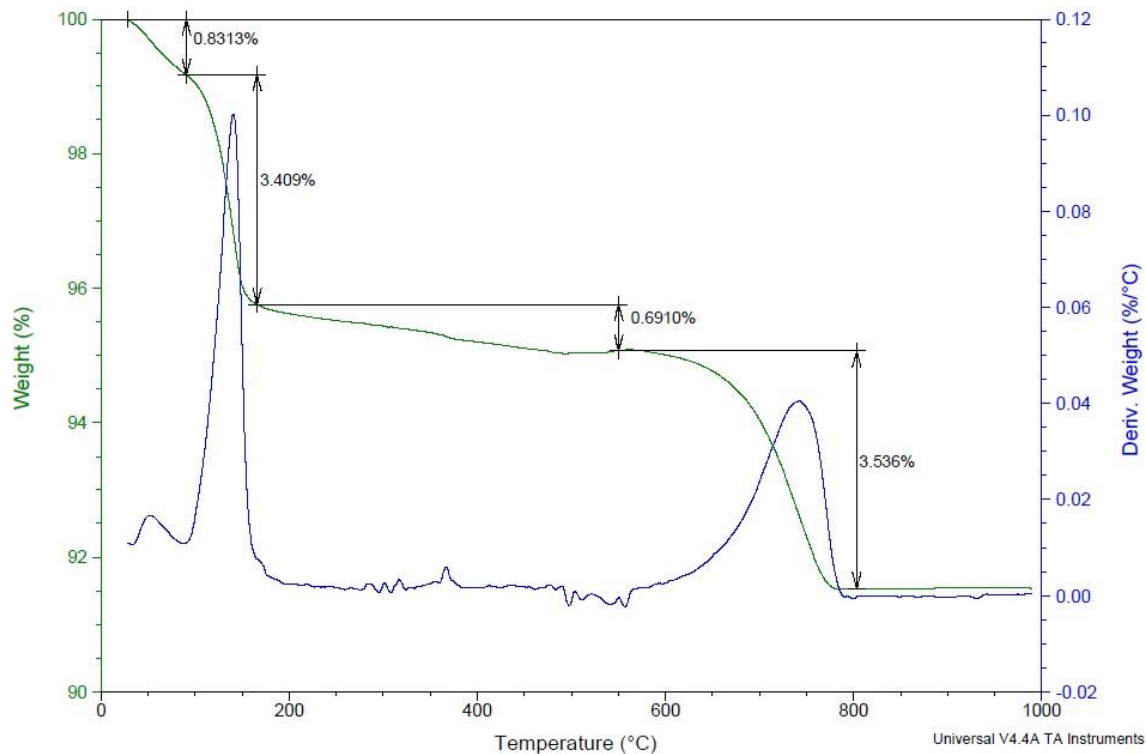


Fig. 1. Análisis del yeso por Calorimetría y Termogravimetría (DSC/TGA).

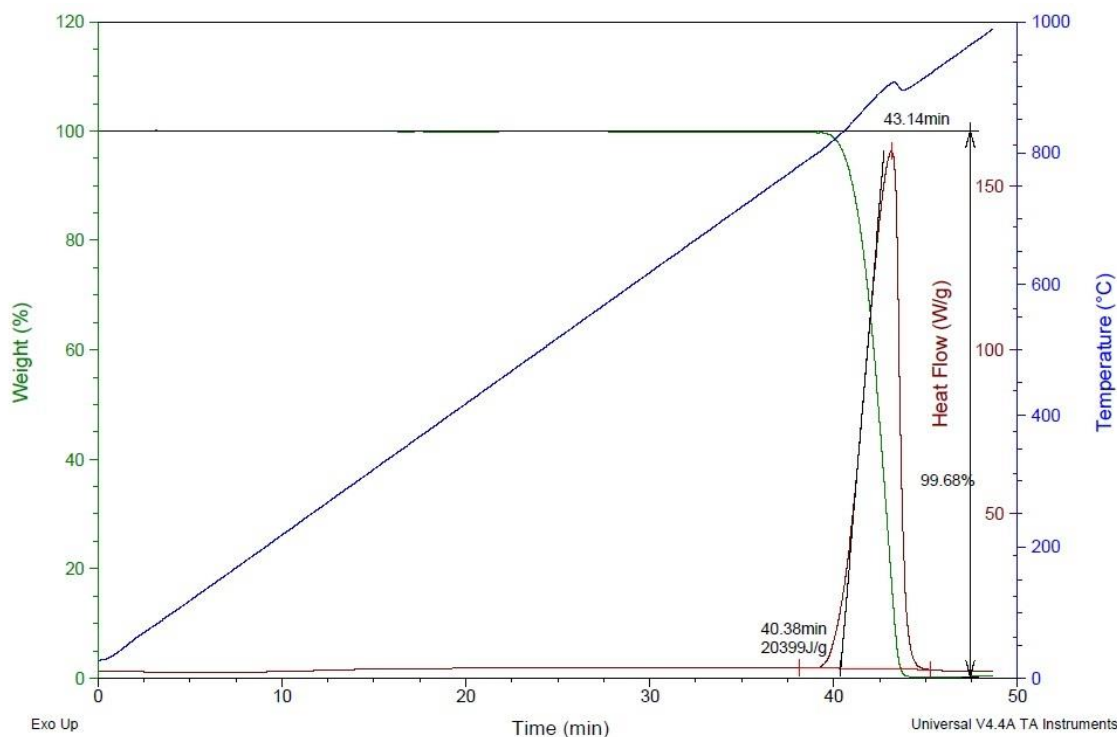


Fig. 2. Análisis del grafito por Calorimetría y Termogravimetría (DSC/TGA).

para aumentar sus propiedades mecánicas. Algunas de ellas son reductoras de agua que inciden en el aumento de su resistencia (Gao & Shao, 2012). Solamente las adiciones del polvo de las chimeneas de los hornos altos y los nanotubos presentan una mejora en la resistencia a compresión de las pastas de yeso (Yakovlev et al., 2014).

II. DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

El objetivo de este trabajo de investigación es ofrecer nuevas posibilidades para la producción industrial de pastas de yeso mediante la adición de grafito EDM para mejorar las propiedades mecánicas.

A. Materiales

El yeso industrial seleccionado es ampliamente utilizado en la construcción, Proyal Max (Placo de Saint Gobain YP/M) (EN 13279-1, 2009). Sus principales propiedades son: tamaño de partícula 0-1,5 mm, índice de pureza >70%, dureza Shore C 65, resistencia a compresión 2 N/mm². Se caracterizó por el Análisis de Calorimetría y Termogravimetría (DSC/TGA) (Fig. 1), demostrando la presencia de sulfatos de calcio, portlandita y calcita, coherente con un pH 12 obtenido y una densidad aparente de 760 kg/m³.

Las propiedades del grafito EDM antes de la molienda fueron proporcionadas por el fabricante IBIDEN y se resumen a continuación: densidad aparente 1900 kg/m³, resistencia a flexión 98 MPa, resistencia a compresión 176 MPa, expansión térmica 6.5x10⁻⁶/C°, módulo de elasticidad 14,7 GPa, dureza

Shore C 75, contenido de cenizas 200 ppm, y una tasa de porosidad de 9%. Después de molido el bloque, se determinó una densidad del polvo de grafito en masa de 0,44 kg/m³.

Para caracterizar el nuevo relleno de grafito se realizaron varias pruebas:

- Un análisis DSC/TGA (Fig. 2);
- Una distribución del tamaño de partícula por difracción láser en seco con un analizador de Malvern Instruments Mastersizer 2006 (Fig. 3). Como puede observarse, el tamaño de partícula principal varía de 1-10 μm. Un segundo pico se observa en la gráfica, de 35-150 μm, por la aglomeración de partículas que se encuentra comúnmente en el proceso en seco. Esta aglomeración de partículas también se pudo observar en las imágenes de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).
- Un análisis para determinar el área de la superficie específica (BET) del grafito y la microporosidad (Fig. 4). Siendo el área del polvo de grafito de 26,3078±0,2622 m²/g.
- Un análisis MEB de la forma del polvo de grafito (Fig. 5). Son partículas irregulares que tienden a ser principalmente escamosas. Se puede observar la aglomeración probablemente causada por fuerzas electrostáticas.

Además, un plastificante de mortero Sikanol-M, fabricado por Sika Construction Products, densidad 1,05 g/cm³, ensayado conforme a la ASTM C 457-71 y EN 934-3.

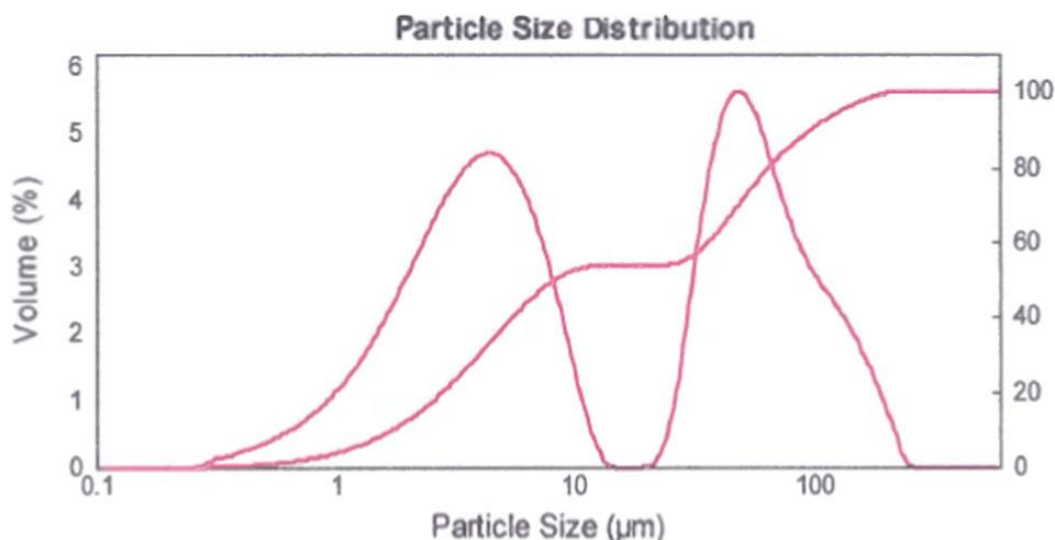


Fig. 3. Volumen de partículas volumen acumulativo vs. tamaño de partículas del grafito EDM por difracción láser en seco.

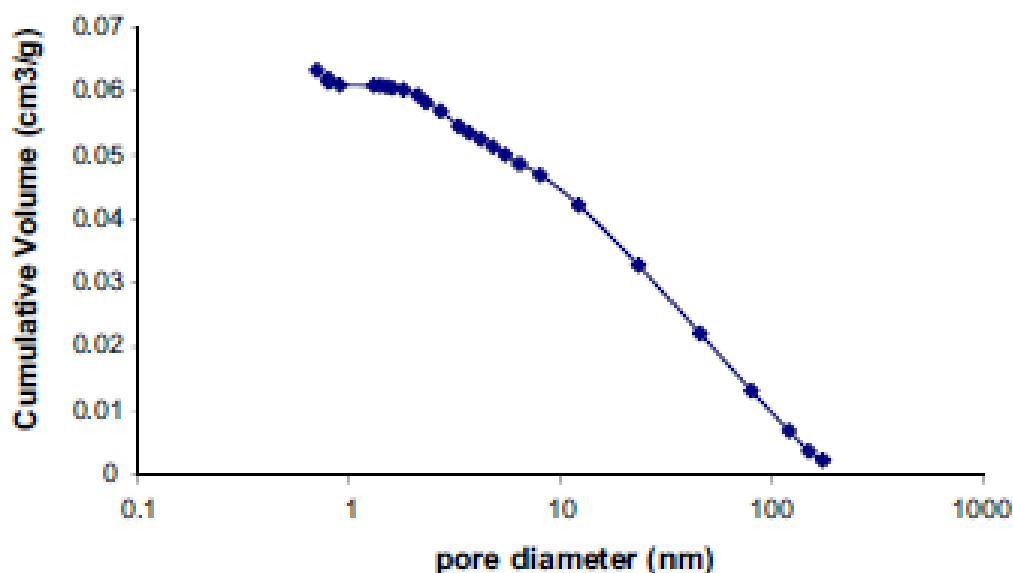


Fig. 4. Volumen acumulativo vs. diámetro del poro de grafito EDM.

B. Proporciones de las mezclas

Se realizaron tres mezclas de referencia sin grafito: una serie con una relación 0,74 agua/yeso (a/y) y otra con una relación 0,60 a/y. Dado el aumento en la mezcla de partículas pequeñas, se llevó a cabo una tercera serie, con una adición de 5% de plastificante en base a estudios previos (Sanz, 2009), para mejorar la trabajabilidad en masa debido al incremento del grafito. En esta última mezcla, con 0,6 a/y para reducir al mínimo la cantidad de agua y evitar los problemas de porosidad que produce un exceso de agua en el proceso de endurecimiento del yeso (Sanz, 2009).

El yeso fue sustituido en peso por grafito en cinco fracciones diferentes, 5, 10, 15, 20 y 25%. A fin de distinguir

las series de referencia fueron designadas Y-0,7G-0, Y-0,6G-0, YP-0,6G-0, en las que la letra Y se refiere al yeso, G al grafito acompañada del porcentaje de grafito que varía de 0 a 25%, y P al plastificante. Después del análisis de los resultados obtenidos con las tres series mencionadas anteriormente, se preparó una nueva serie con mayor cantidad de grafito y relación a/y basada en su trabajabilidad. Estas nuevas series fueron realizadas para estudiar las posibilidades de aumentar la sustitución del grafito en los compuestos, y mejorar la resistencia mecánica. Se fijó la consistencia en el intervalo de 16 a 20 cm de diámetro de asentamiento, y el grafito en polvo se aumentó hasta 50% sustituyendo al yeso. Las diferentes proporciones utilizadas en las muestras se

TABLA I
PROPIEDADES EN ESTADO FRESCO DE LAS MEZCLAS

Muestra	Yeso (kg/m ³)	Grafito (kg/m ³)	Agua (kg/m ³)	Plastificante (kg/m ³)	Relación a/y	Consistencia ϕ asentamiento (cm)	Fraguado inicial Vicat (min)	Fraguado final Vicat (min)
Y-0,7 G-0	1200	-	888	-	0,74	21,5	186	510
Y-0,7 G-5	1140	60	844	-	0,74	19,3	198	330
Y-0,7 G-10	1080	120	799	-	0,74	15,9	132	246
Y-0,7 G-15	1020	180	755	-	0,74	10,5	150	210
Y-0,7 G-20	960	240	710	-	0,74	9,8	84	144
Y-0,7 G-25	900	300	666	-	0,74	9,5	72	126
Y-0,6 G-0	1200	-	720	-	0,6	17,2	174	336
Y-0,6 G-5	1140	60	684	-	0,6	15,3	144	252
Y-0,6 G-10	1080	120	648	-	0,6	12,0	126	228
Y-0,6 G-15	1020	180	612	-	0,6	11,3	69	192
Y-0,6 G-20	960	240	576	-	0,6	10,8	72	150
Y-0,6 G-25	900	300	540	-	0,6	9,7	36	132
YP-0,6 G-0	1200	-	648	72	0,6	17,2	249	390
YP-0,6 G-5	1140	60	616	68	0,6	15,6	216	318
YP-0,6 G-10	1080	120	583	65	0,6	13,25	210	300
YP-0,6 G-15	1020	180	551	61	0,6	12,2	174	270
YP-0,6 G-20	960	240	518	58	0,6	10,1	126	246
YP-0,6 G-25	900	300	486	54	0,6	10,0	66	180
Y-0,8 G-25	900	300	720	-	0,8	15,2	-	-
Y-0,9 G-35	780	420	717,6	-	0,9	18,2	-	-
Y-1,0 G-40	720	480	720	-	1,00	18,6	-	-
Y-1,10 G-50	600	600	660	-	1,10	18,0	-	-

muestran en la Tabla 1.

Las muestras fueron conformadas para determinar sus propiedades en probetas prismáticas de 4x4x16cm³ y en cúbicas de 4x4x4cm³ para los ensayos a compresión. Además, se fabricaron muestras prismáticas de 10x4x16cm³ para medir el módulo de elasticidad dinámico. Las muestras fueron desmoldadas después de 7 días y se conservaron en condiciones de laboratorio –HR entre 60% y 70% y temperatura entre 20°C y 25°C- para determinar las propiedades físico-mecánicas.

C. Procedimientos de ensayo

La trabajabilidad de las pastas de yeso en estado fresco se determinó en base a la norma EN 13279-2: 2014 (EN, 2014) con un cono de 50 mm de diámetro en la parte superior, en la base de 100 mm y altura de 151 mm. El fraguado inicial y final se midió utilizando el equipo Vicat siguiendo la norma EN 13279-2:2014 (EN, 2014).

La densidad aparente de las muestras se determinó una vez finalizado el tiempo de curado de 28 días. Igualmente, las pruebas mecánicas fueron realizadas después de 28 días, con tres muestras por mezcla. En ambos casos, las muestras se conservaron durante 24 horas en una estufa (modelo CENTERM 150), a 40±2°C, hasta alcanzar una masa constante y obtener el valor de peso seco.

El peso saturado, el peso natural y el peso sumergido también fueron obtenidos para cada serie, a fin de determinar

la densidad aparente, el coeficiente de absorción por inmersión y la porosidad abierta, a través del método de Arquímedes. Estas dos últimas, de acuerdo a las ecuaciones (1) y (2). La absorción por inmersión se midió durante las primeras 24 horas, a 5, 10, 20, 30, 60 y 1440 min, de acuerdo a la EN 13279-2: 2014 (EN, 2014).

$$Ca = [(Psat - Ps) / Ps] 100 \quad (1)$$

$$Pab = [(Psat - Ps) / (Psat - Psum)] 100 \quad (2)$$

Al día siguiente, las muestras fueron sometidas a pruebas mecánicas y físicas en condiciones de laboratorio a 20±2°C y 65±5% de HR. Las medidas de dureza Shore fueron tomadas en la escala A y C según EN 13279-2 (EN, 2014), en un mínimo de diez puntos por cada muestra. La resistencia a flexión y a compresión se determinó siguiendo la norma EN 13279-2, en un mínimo de tres muestras, utilizando el modelo del equipo Autotest-200/10-S.

Se obtuvo la velocidad del pulso ultrasónico con el equipo D1000LF de DRC Srl. en probetas prismáticas secas de 10x4x16cm³, hechas para aumentar la superficie del ensayo, que también se habían conservado durante 24 h en una estufa a 40±2°C. Se determinó el módulo de elasticidad dinámico (MOEdin) según la siguiente ecuación (3):

$$MOEdin = \rho v \quad (3)$$

En donde ρ es la densidad en kg/m³ y v es la velocidad ultrasónica en m/s.

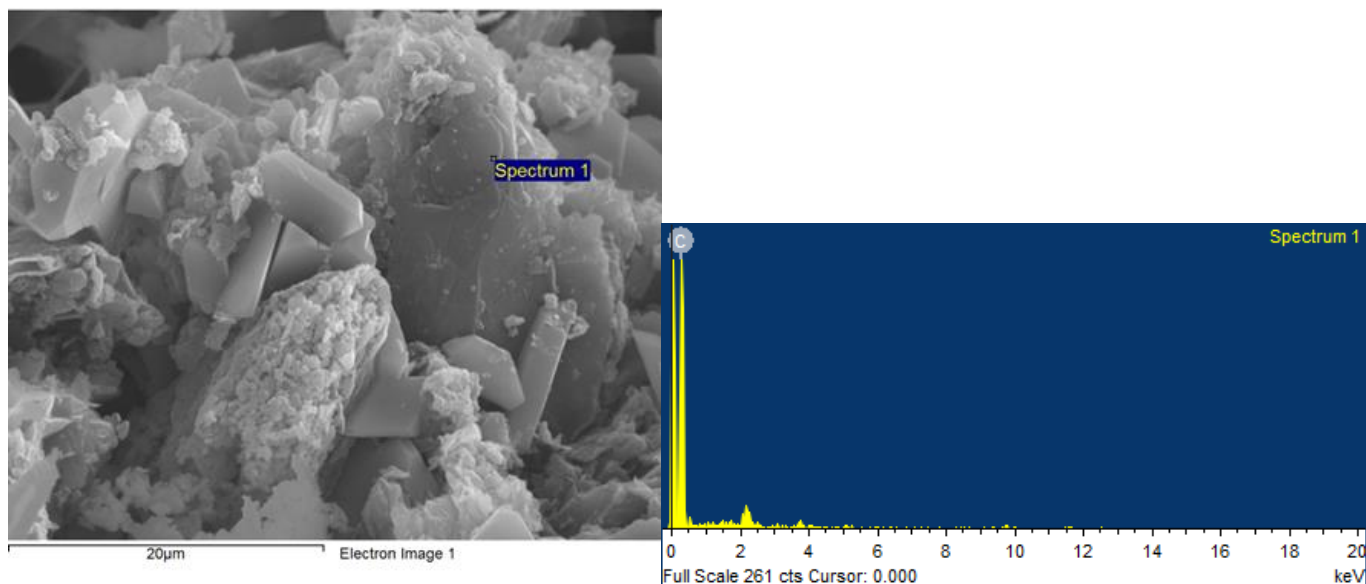


Fig. 5. Imágenes por MEB de la serie Y-0,7G-0,25, y espectro EDX del análisis para distinguir los granos de grafito en la microestructura.

III. RESULTADOS

A. Propiedades de las pastas de yeso-grafito en estado fresco

Como puede verse en la Tabla 1, la trabajabilidad del compuesto se redujo con la adición de grafito. En general, cuanto mayor es el porcentaje de grafito, la trabajabilidad de la mezcla es menor, especialmente en la serie con menor relación a/y. Este comportamiento fue ligeramente mejorado con el plastificante, que también tiene propiedades aireantes. El tiempo de fraguado inicial y el de fraguado final también se presentan en la Tabla 1. Se puede observar que ambos tiempos se reducen con el relleno de grafito. El cual no produjo ningún nuevo compuesto químico, según las imágenes de MEB (Fig. 5).

Sin embargo, el grafito produce un efecto de nucleación en la interfaz y la activación de la cristalización causada. Se puede observar que el tamaño de los cristales de sulfato de calcio en la interfaz grafito/yeso es menor que en la matriz de yeso. Este efecto produce la aceleración del endurecimiento, reduciendo el tiempo de fraguado inicial y el final. Probablemente la superficie de los cristales de yeso reduce el efecto de "acuñado" del agua intermedia, que incide en la resistencia al agua de los materiales de yeso en contacto con el grafito (Gmouh et al., 2003). Este efecto es más claro en las fases en que los granos de grafito aglomerado, forman altas concentraciones, como puede observarse en la Fig. 8.

B. Propiedades físicas del estado endurecido de las pastas

La influencia del grafito sobre las muestras endurecidas es notable, con un aumento de ambos factores cuando se incrementa la fracción de polvo de grafito EDM. Como puede

observarse en la Tabla 2, la densidad aparente y el MOEdin aumentaron con la reducción de la relación a/y, debido al aumento en la compactación como se esperaba.

En cualquier caso, el grafito EDM aumentó la densidad aparente y el MOEdin en todas las series, pero este efecto no fue proporcional. En la serie con una relación de 0,7 a/y, el MOEdin se incrementó en 28% con la sustitución del 25% en peso de grafito. En la serie con 0,60 a/y, se obtuvo el mayor valor del MOEdin con 15% de reemplazo de grafito, y el aumento fue de 52% en la serie Y0.6. El mismo comportamiento se produjo en la densidad aparente, ya que ésta y el MOEdin son proporcionales (Taylor, 1997). La Fig. 7 muestra una relación clara entre el aumento de grafito y el aumento de la densidad aparente, en la serie Y0.7, con un factor R^2 de 0.7433 y una ligera pendiente.

Sin embargo, en la serie Y0.6 la pendiente no es observable y el factor R^2 es demasiado pequeño, lo cual puede haberse producido por la falta de compacidad causada por la baja trabajabilidad de la serie.

El grafito, al igual que otros rellenos (Khalil et al., 2013), reduce la porosidad, ya que compacta la microestructura. El pequeño tamaño de grafito (1-10 μm) es compatible con la microestructura del yeso, ya que el primero presenta una gran superficie de contacto y microporosidad (Fig. 6), así como una buena trabazón con los cristales hidratados de sulfato de calcio (Fig. 5). Además, los cristales de sulfato de calcio en la interfaz grafito/yeso son más pequeños, aumentando la superficie de contacto entre cristales y también la densidad del compuesto.

Como también se puede observar, no se ha encontrado incompatibilidad entre los cristales de sulfato de calcio y los

granos de grafito después de tres meses en contacto. Además, durante el tiempo en que las muestras han sido conservadas, más de un año, no han sufrido cambios en la apariencia o en el volumen.

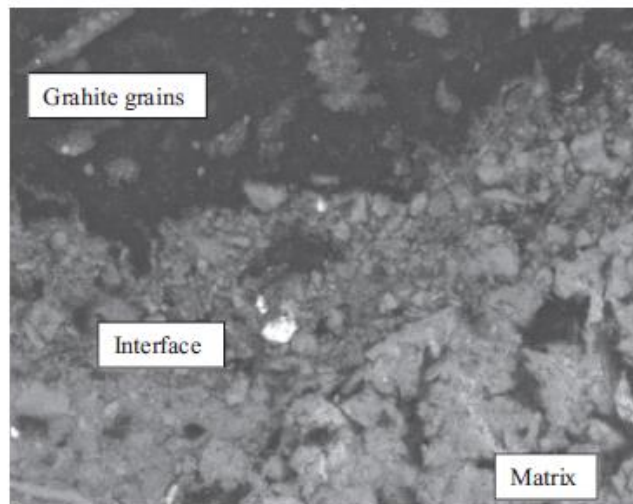


Fig. 6. Imágenes por retrodispersión del espectro de MEB de una sección delgada de la serie Y-0,7G-0,25. La zona negra presenta la composición de grafito; la blanca, la matriz de yeso; la interfaz gris, pequeños granos de sulfato de calcio y polvo de grafito.

Especialmente interesante es la reducción de la porosidad abierta, que se puede observar en la Tabla 2 y como se indicó antes en los resultados del MOE_{in}, que incide en la reducción de la absorción al agua cuando los compuestos de yeso se sumergen en el agua (Sanz, 2009). Esta se puede originar principalmente por la reducción del crecimiento de los poros abiertos y capilares en el endurecimiento de las pastas de yeso con el grafito, como ocurre con otros rellenos en otros conglomerados (Taylor, 1997). Se puede afirmar que el

relleno de grafito reduce la absorción de agua de compuestos a base de yeso más que otras cargas, como gel de sílice o humo de sílice (Khalil et al., 2013) y escorias (Khalil et al., 2014).

La absorción al agua por inmersión de las muestras endurecidas se redujo con el grafito, como puede observarse en la gráfica presentada en la Fig. 8. Por otro lado, la absorción del agua es más baja en las primeras horas. Esta reducción es beneficiosa porque incrementa la durabilidad y el ciclo de vida de las mezclas con yeso y grafito EDM.

C. Propiedades mecánicas de las pastas de yeso endurecidas

La Fig. 9 muestra los valores de los ensayos de dureza A y C de tres series con las adiciones de grafito EDM en peso. La serie con los porcentajes más altos de grafito presentan valores de dureza superficial más alta, lo que implica una mejora de la dureza del yeso. La serie con el índice más alto de dureza Shore se obtuvo en la serie Y-0,6-G-15, con 15% de grafito y un valor de 80 en la escala C, un 38% más alto que en la serie Y-0,6-G-0. Los aumentos de la dureza en las muestras con grafito por otros investigadores, sugieren su aplicación en carreteras (Jeong & Park, 2003). Este hecho es de interés para la industria del yeso, ya que es uno de los conglomerantes más blandos utilizados en la construcción.

La Fig. 10 presenta los resultados de la resistencia a la flexión de las mezclas con diferentes porcentajes de grafito de las series Y0.7 y Y0.6. Una mejora de las resistencias a flexión también se puede apreciar. La reducción de la relación *a/y* también ayuda a aumentar la resistencia como se esperaba. El plastificante ligeramente reduce la resistencia a flexión en la serie con 0,6 *a/y*, pero los resultados fueron también mejores que en las muestras con una relación 0,7 *a/y*. El valor más alto se obtuvo en la serie de muestras denominada Y-0,6-G-15, con una resistencia a flexión de 0,523 MPa, y un

TABLA II
PROPIEDADES FÍSICO-MECÁNICOS DE LOS COMPUESTOS DE YESO-GRAFITO EDM

Probeta	Densidad (kg/m ³)	Porosidad abierta (%)	Coefficiente de absorción 24h (%)	Resistencia a flexión (MPa)	Resistencia a compresión (MPa)	MOE din (GPa)	Dureza Shore C (u)
Y-0,7 G-0	990	40,7	40,8	0,115±0,02	0,49±0,06	0,74	39±4
Y-0,7 G-5	910	46,7	50,8	0,043±0,01	0,22±0,03	0,46	28±4
Y-0,7 G-10	1030	40,7	39,8	0,142±0,04	0,76±0,05	0,73	46±5
Y-0,7 G-15	1080	38,9	36,5	0,156±0,05	1,05±0,03	0,8	52±5
Y-0,7 G-20	1120	37,2	34,1	0,237±0,07	1,35±0,08	0,81	50±6
Y-0,7 G-25	1120	36,9	33,3	0,22±0,05	1,9±0,13	0,95	60±6
Y-0,6 G-0	110	35,6	32,0	0,271±0,05	1,77±0,15	0,82	58±5
Y-0,6 G-5	1130	35,7	31,6	0,308±0,10	1,72±0,18	1,08	63±5
Y-0,6 G-10	1280	30,3	23,7	0,401±0,05	2,59±0,25	1,01	67±6
Y-0,6 G-15	1180	34,4	28,8	0,532±0,10	4,8±0,32	1,25	80±2
Y-0,6 G-20	1060	43,0	25,3	0,364±0,09	2,36±0,16	0,99	72±8
Y-0,6 G-25	1230	35,0	27,3	0,315±0,05	2,76±0,23	1,07	74±2
Y-0,8 G-25	-	-	-	0,18±0,07	1,44±0,41	-	-
Y-0,9 G-35	-	-	-	0,23±0,05	1,63±0,32	-	-
Y-1,0 G-40	-	-	-	0,20±0,04	1,17±0,24	-	-
Y-1,10G-50	-	-	-	0,12±0,06	0,54±0,15	-	-

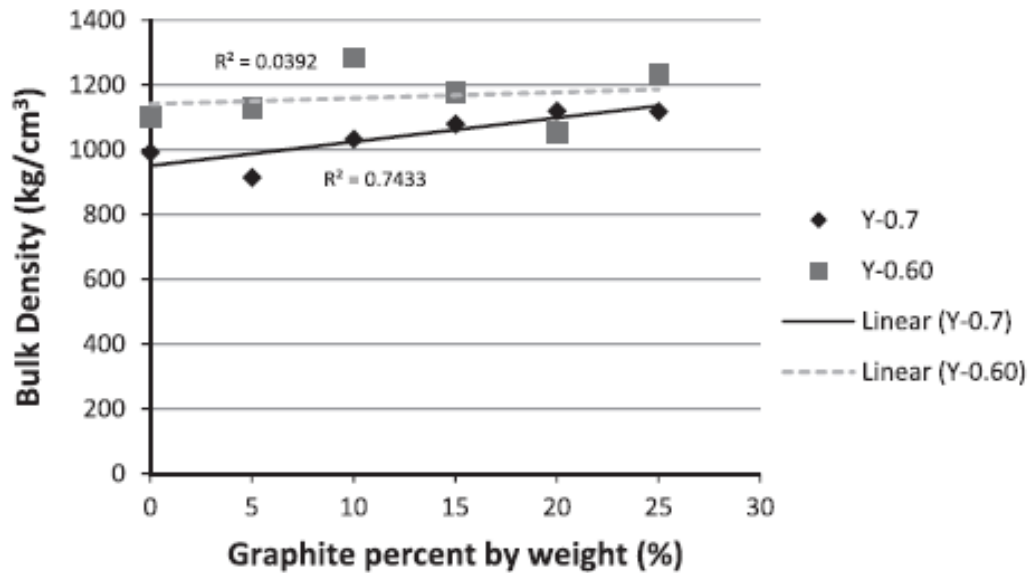


Fig. 7. Relación entre la densidad aparente para pastas de yeso que contienen diferentes proporciones de filler de grafito.

aumento de 96% de resistencia a flexión en comparación con las probetas compuestas por yeso solamente. Las muestras con una relación 0,7 a/y aumentaron su resistencia en relación lineal con el porcentaje de grafito, pero el punto más alto es de la serie con una relación de 0,6 a/y con un 15% de grafito. Con mayores cantidades de grafito se ha producido una reducción en la resistencia a la flexión.

A partir de los resultados obtenidos con las series en las que se mantuvo la consistencia y se aumentó el relleno de grafito,

se ha realizado un aumento de este último (Tabla 2). Esto indica también que la reducción de resistencia en las series Y0.7 y Y0.6 con mayores cantidades de grafito (hasta un 20%) puede ser causada por la pérdida de falta de compacidad, más que por la reducción de la eficacia de relleno del grafito EDM. Se puede observar que un mejor resultado se obtuvo en los compuestos con 35% de grafito en lugar de aquellos con un 25%. Para series con 40 y 50% de grafito, la reducción de la resistencia a flexión es causada por la disminución del yeso en

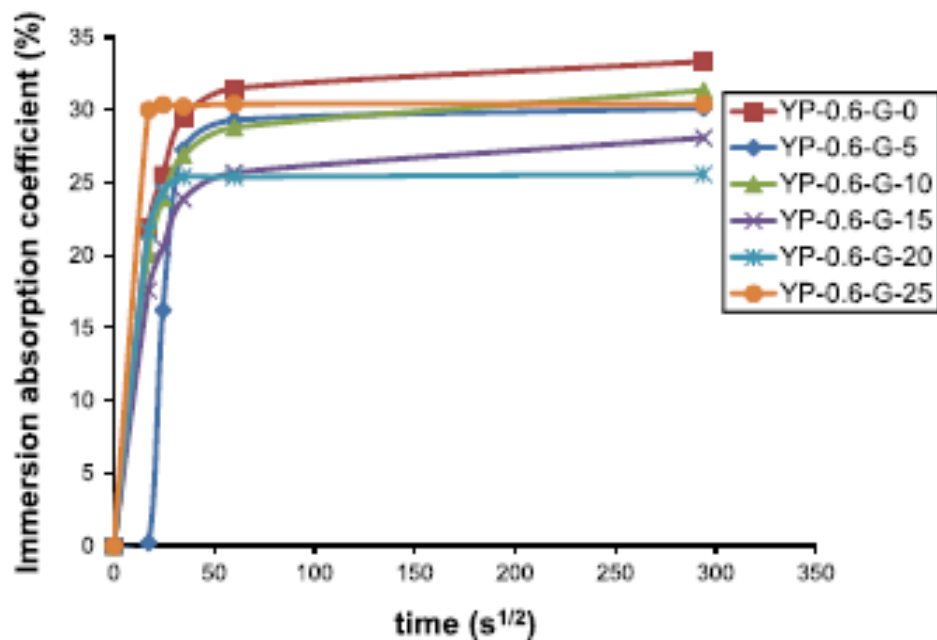


Fig. 8. Coeficiente por inmersión en agua en relación a la raíz cuadrada de tiempo. Resultado para la serie con 0,60 a/y con plastificante.

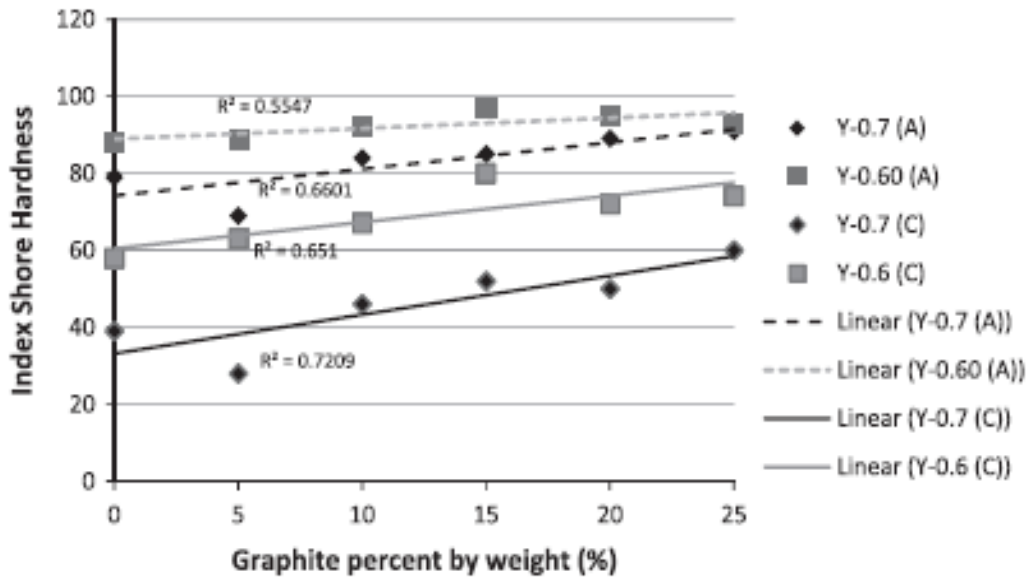


Fig. 9. Dureza superficial Shore A y C para pastas de yeso con diferentes proporciones de rellenos de grafito.

un punto crítico, porque el yeso es el aglutinante que genera la matriz. Este efecto también se produce en la resistencia a compresión como se aprecia en la Tabla 2.

Los resultados de la resistencia a compresión para las series Y0.7 y Y0.6 son comparados en la Fig. 11 con todas las mezclas con diferentes porcentajes de grafito en peso. Las tres series que presentan una mayor resistencia a compresión son las que tienen la adición de grafito EDM. Esta mejora se produce cuando el agua se reduce, pero no con el plastificante. Sin embargo, la serie con plastificante presenta mejores resultados que la serie con una mayor relación a/y. El punto más alto también puede observarse para la serie con una relación de 0,6 a/y con 15% como sucedió con los resultados

de resistencia a flexión. La Fig. 11 presenta la curva lineal que ocurre en la serie con una relación de 0,7 a/y, y con un valor R² de 0,89. La resistencia a compresión aumenta 275% en las series con relaciones a/y 0,7 y 0,6.

En la serie Y-0.6-G-15 se obtiene la mayor resistencia a compresión, valor de 4,8 MPa. En estas muestras, en las mismas condiciones, pero con mayor proporción de grafito, se puede observar una pérdida de resistencia. Puede ser causada por la pérdida de material aglutinante, yeso, y principalmente por la menor consistencia, presentada en Tabla 2 y que se ha comentado anteriormente. Lo cual reduce la trabajabilidad de la masa fresca para rellenar el molde correctamente (Taylor, 1997). En este sentido, estos resultados también se ven

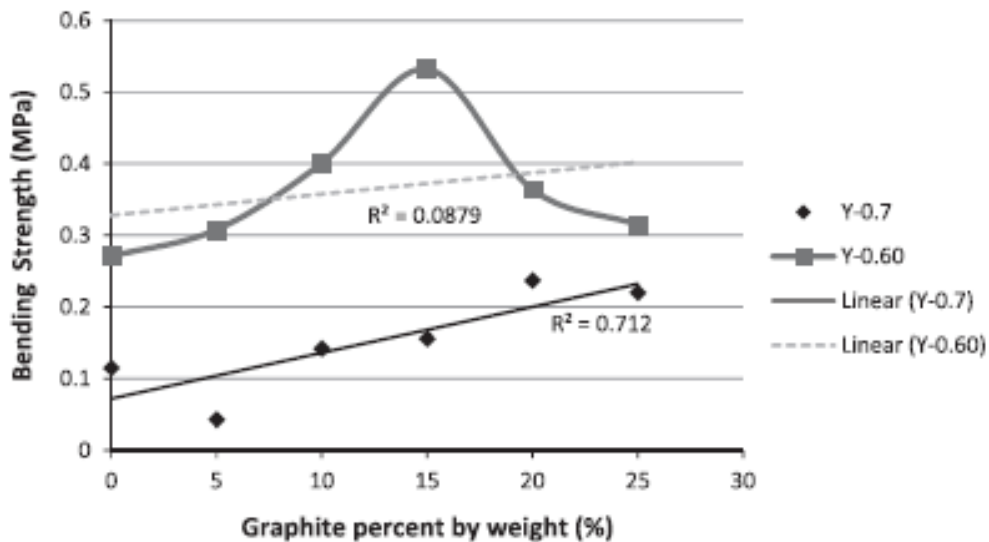


Fig. 10. Resistencia a flexión para pastas de yeso con diferentes proporciones de rellenos de grafito.

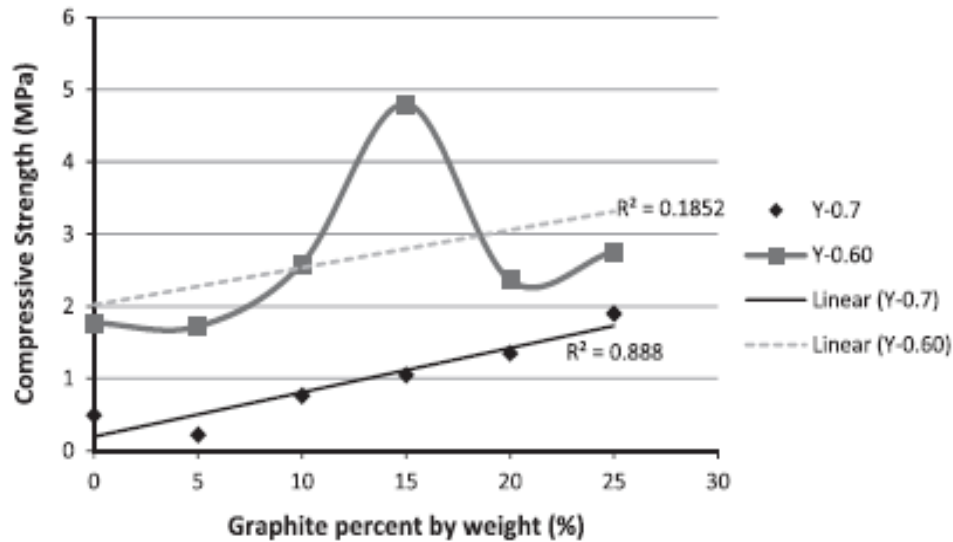


Fig. 11. Resistencia a compresión para pastas de yeso con diferentes proporciones de rellenos de grafito.

confirmados por el aumento de porosidad y menor densidad observadas en la serie con mayor cantidad de grafito que en la serie Y-0.6G-15 (Tabla 2). Estos resultados son similares a los presentados en estudios con otros aglutinantes, tales como cementos con cargas tales como micro o nanosílice (Taylor, 1997). Sin embargo, en el yeso el uso de relleno de grafito EDM en un tamaño de nanoescala, presenta un mejor resultado que con otros rellenos, como el humo de sílice u otros aditivos residuales (cáscara de arroz, escoria de hornos, carbonato de cal, polímero de PVA), presentado en el trabajo de Khalil et al. (Khalil et al., 2013; Khalil et al., 2014). La diferencia con la eficacia de otros materiales de relleno

utilizados en compuestos de yeso puede ser causada también por la reducción del tamaño de los cristales de sulfato de calcio que se observan en la interfaz grafito/yeso. Esta reducción de grano reduce la superficie de contacto entre los cristales de yeso y la superficie del grafito con los rellenos de yeso, incrementando las resistencias mecánicas del compuesto. Cuanto menor sea el tamaño del grano, mayor será la resistencia mecánica de los compuestos de yeso, debido a que existe un mayor enlace entre los granos.

La Fig. 12 muestra la relación del MOE_{Edin} y la resistencia a compresión del yeso endurecido. Se puede observar que cuanto mayor es el MOE_{Edin}, mayor es la resistencia a

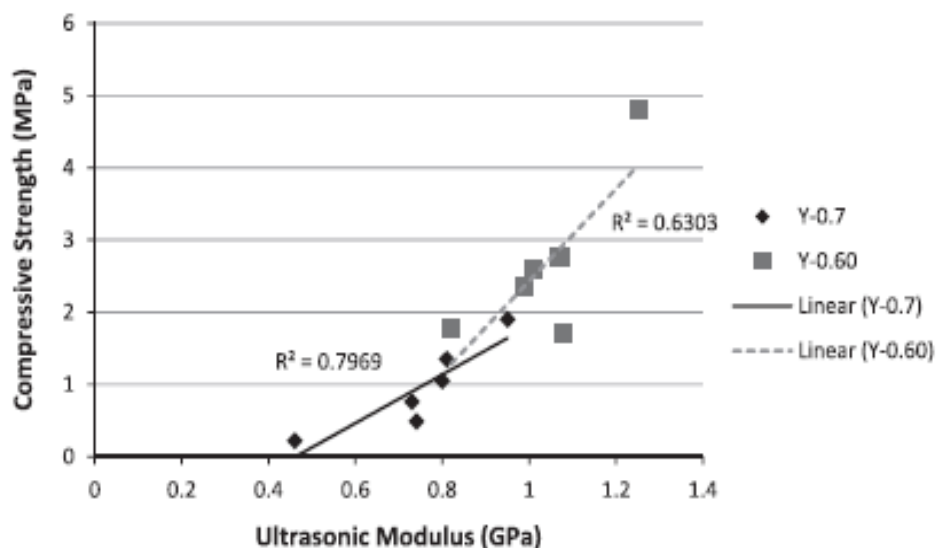


Fig. 12. Resistencia a compresión en relación con el MOE_{Edin} para las diferentes series de pastas de yeso con adición de grafito.

compresión de la serie. Esta relación es más lineal en la serie de 0,7 a/y con un factor R^2 de 0,79. La serie con una relación de 0,6 a/y tiene un factor R^2 de 0,63, y la serie con una relación de 0,6 a/y y plastificante tiene un factor R^2 de 0,47. Los valores del MOE_{din} se relacionan con la densidad de la microestructura obtenida con el relleno de grafito EDM. Más alto el valor del MOE_{din} más densa es la microestructura.

IV. CONCLUSIONES

Se puede concluir que el grafito EDM aumenta la resistencia mecánica en las pastas de yeso hasta 275%, reduce la porosidad y el coeficiente de absorción por inmersión en agua, como se aprecia en los resultados expuestos en la Tabla 2, que inciden en el aumento de la vida útil del compuesto.

Existe una correlación en el aumento de la densidad y el módulo de elasticidad dinámico obtenido en el ensayo a ultrasonidos. El relleno de grafito EDM al 15% presenta los mejores resultados en cuanto a características mecánicas.

Con el fin de contribuir al conocimiento de este material como relleno, se analizó la microestructura de yesos con grafito, mediante Microscopía Electrónica de Barrido y Espectroscopía de Dispersión de Rayos X (MEB/EDX). La adición no sólo tiene un efecto de relleno en la matriz del compuesto, sino también un efecto acelerante y de nucleación mejorando la cohesión de las partículas, densificando la interfaz entre los granos de yeso y grafito, así como reduciendo el tamaño de los cristales formados.

Dados los resultados es aplicable el grafito EDM como relleno, principalmente en paneles de yeso prefabricados y en albañilería seca, para mejorar la resistencia del núcleo y contribuir en la revalorización de este residuo industrial.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la colaboración del personal del Laboratorio de Materiales “Luis de Villanueva” de la Escuela Técnica Superior de Arquitectura de la Universidad Politécnica de Madrid.

REFERENCIAS

- American (2017). The American Carbon Society, <<http://www.europeancarbon.eu>>.
- Arikan, M.; Sobolev, K. (2002). The optimization of a gypsum-based composite material, *Cem. Concr. Res.* 11 (32) 1725–1728.
- CEDEX (2017). Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas (CEDEX).
- EN 13279-1(2009), Yesos de construcción y conglomerantes a base de yeso para la construcción. Parte 1: definiciones y especificaciones.
- EN (2014). EN 13279-2, Yesos de construcción y conglomerantes a base de yeso para la construcción – Parte 2: Métodos de ensayo.
- European (2000). European List of Waste, Commission Decision 2000/532/EC, 3rd May 2000, Off. J. Eur. Commun. L226/4.
- European (2017). European Carbon Association, <<http://www.americancarbonsociety.org>>.
- Flores Medina, N., Barbero-Barrera, M., Bustamante, R., (2016). Improvement of the properties of gypsum-based composites with recycled isostatic graphite powder from the milling production of molds for Electrical Discharge Machining (EDM) used as a new filler, *Construction and Building Materials*, 107, 17–27.
- Gao, L.; Shao, Z.C. (2012). The effects of graphite on ceramic coatings on LY12 aluminium alloys by micro-arc oxidation, *Adv. Mater. Res.* 454, 126–129.
- Gmouh et al., (2003) Changes in plaster microstructure by pre-stressing or by adding gypsum grains: microstructural and mechanical investigations, *Mater. Sci. Eng., A* 352, 325–332.
- Graphite (2017). <www.ibiden.com/product/ceramics/graphite.html>.
- Jeong, M.W.; Park, S.G. (2003). Heat-generating mortar powder using graphite and construction method using the same, Patente número KR2004090006-A.
- Khalil, A.A. et al., (2013). Effect of different forms of silica on the physical and mechanical properties of gypsum plaster composites, *Materiales de Construcción* 63 (312) 529–537.
- Khalil, A.A. et al., (2014). Effect of some waste additives on the physical and mechanical properties of gypsum plaster composites, *Constr. Build. Mater.* 68, 580–586.
- Ley 22/2011, (2011) de 28 de julio, de residuos y suelos contaminados.
- Maksoud, M.A.; Ashour, A. (1981). Heat of hydration as a method for determining the composition of calcined gypsum, *Thermochim. Acta* 3 (46) 303–308.
- Sanz Arauz, D., (2009). Análisis del yeso empleado en revestimientos exteriores mediante técnicas geológicas (tesis doctoral).
- Taylor, H.F.W. (1997). *Cement Chemistry*, second ed., Thomas Telford Ltd.
- Yakovlev, G. et al., (2014). Utilization of blast furnace flue dust while modifying gypsum binders with carbon

nanostructures, in: The 9th International Conference
“ENVIRONMENTAL ENGINEERING”, eISBN 978-
609-457-640-9.



Reconocimiento – NoComercial (by-nc): Se permite la generación de obras derivadas siempre que no se haga un uso comercial. Tampoco se puede utilizar la obra original con finalidades comerciales.