



**Anexo XLII al Convenio Marco entre CIEMAT y ENRESA de fecha 2 de junio de 2004
“Caracterización termo-hidro-mecánica y geoquímica de materiales empleados en
almacenamientos de residuos radiactivos”**

ATC: CURVAS DE RETENCIÓN DE MUESTRAS DEL SONDEO SG-125

G. Campos, M.V. Villar

Grupo de Termo-hidro-mecánica y Geoquímica de Materiales Geológicos

Unidad de Geología Ambiental Aplicada

Departamento de Medioambiente

Código: CIEMAT/DMA/2G218/6/18

Revisión: 0

Fecha: Octubre 2018

Nº Adjudicación: 0079000244

Caracterización termo-hidro-mecánica y geoquímica de materiales empleados
en almacenamientos de residuos radiactivos

- ATC: CURVAS DE RETENCIÓN DE MUESTRAS DEL SONDEO SG125 -

Contenido

1	INTRODUCCIÓN	1
2	METODOLOGÍA	2
2.1	MEDIDA DE SUCCIÓN POR MEDIO DE PSICRÓMETROS	2
2.2	CARACTERIZACIÓN BÁSICA	3
2.3	CURVAS DE RETENCIÓN	4
2.4	POROSIMETRÍA POR INTRUSIÓN DE MERCURIO	6
3	RESULTADOS	6
3.1	IDENTIFICACIÓN BÁSICA Y MEDIDA DE SUCCIÓN	6
3.2	CURVAS DE RETENCIÓN	8
3.3	POROSIMETRÍA	15
4	ANÁLISIS DE LAS CURVAS DE RETENCIÓN	19
4.1	CONDICIONES INICIALES	19
4.2	AJUSTE DE LAS CURVAS DE RETENCIÓN	21
4.2.1	Ajuste de las curva de retención del testigo SG125_3	23
4.2.2	Ajuste de las curvas de retención del testigo SG125_T9	26
4.3	RELACIÓN ENTRE LOS VALORES CARACTERÍSTICOS DE LA CURVA DE RETENCIÓN Y LOS RESULTADOS DE LA POROSIMETRÍA	28
5	RESUMEN Y CONCLUSIONES	37
6	REFERENCIAS	40

Caracterización termo-hidro-mecánica y geoquímica de materiales
empleados en almacenamientos de residuos radiactivos
- ATC: CURVAS DE RETENCIÓN DE MUESTRAS DEL SONDEO SG125 -

1 Introducción

Este informe recoge los resultados de los ensayos de determinación de las curvas de retención realizados en muestras de testigos del sondeo SG-125, que fueron tomados entre febrero y marzo de 2016 por Sondeos Peñarroya S.C.A. y recibidos el 31 de marzo de 2016 en CIEMAT. La testificación de este sondeo se puede encontrar en Eptisa-Sondeos Peñarroya-AGS (2016). El trabajo se ha realizado en el marco del proyecto “Caracterización termo-hidro-mecánica y geoquímica de materiales empleados en almacenamientos de residuos radiactivos”, llevado a cabo como una adjudicación dentro del Convenio Marco CIEMAT/ENRESA de 2 de junio de 2004, constituyendo en concreto el Anexo XLII.

La caracterización de los materiales que constituyen el sustrato del ATC se inició en una anterior adjudicación con ENRESA (Anexo XXXVII) y los resultados obtenidos referidos a la caracterización básica y termo-hidro-mecánica (THM) del sustrato geológico se recogieron en los siguientes informes, el segundo de los cuales se refiere específicamente a las curvas de retención de muestras del sondeo SG-10C:

Villar, M.V.; Iglesias, R.J.; Campos, G. & Gutiérrez, C. 2016. ATC: Caracterización básica y termo-hidro-mecánica del sustrato. Informe Final. Informe Técnico CIEMAT/DMA/2G214/3/16. Madrid, 114 pp.

Villar, M.V., Campos, G. 2016. ATC: Caracterización básica y termo-hidro-mecánica del sustrato. Curvas de retención de la formación LBS. Informe Técnico CIEMAT/DMA/2G214/4/16. Madrid, 15 pp.

Este último informe recoge las curvas de retención pertenecientes a la formación Lutitas Superiores de Balanzas (LBS), en sus litotipos LBSmac, LBSmic (aunque la atribución a este litotipo no se confirmó con los resultados de caracterización obtenidos) y LBSlut. Las muestras a las que se refiere el presente informe pertenecen a los litotipos LBSmic y YB-A, este último perteneciente a la formación Yesos de Balanzas, pero corresponde a una pasada lutítica entre los yesos.

Para evaluar la respuesta del suelo frente a los cambios de succión es necesario determinar la curva de retención del suelo. La curva de retención del material representa la evolución de la humedad (o grado de saturación) que experimenta una muestra al ser sometida a trayectorias de aumento o disminución de la succión progresivos, es decir, hidratación o secado.

En este informe en particular se presentan una serie de ensayos en los que el suelo se sometió a desecación mediante el aumento progresivo de la succión. Las variaciones de la succión pueden ser responsables de cambios volumétricos del material por lo que también se estimaron las deformaciones, de las que se dedujo la densidad seca a lo largo del proceso.

La relación succión/humedad depende fundamentalmente de la composición mineralógica del material, del tipo de trayectoria seguida en la modificación de succión –secado o humectación– y del estado tensional. También está condicionada por las condiciones iniciales específicas del material, como son la humedad y la densidad seca.

Con el fin de profundizar sobre el estado inicial del suelo, se llevó a cabo inicialmente la caracterización básica de los testigos SG125TP_3A y SG125TP_9B, de los que se tomaron las muestras para la determinación de las curvas de retención. También se han caracterizado los testigos correspondientes a la misma fase de perforación procedentes de los sondeos SG120, SG121, SG122 y SG127, recibidos en CIEMAT en febrero de 2016 y pertenecientes a las formaciones LBS y YB (SG121). En los testigos utilizados para determinación de la curva de retención se ha realizado además un análisis por medio de porosimetría de intrusión de mercurio.

2 Metodología

2.1 Medida de succión por medio de psicrómetros

A dos profundidades diferentes de los testigos recibidos se calculó la succión a partir de la medida realizada por medio de psicrómetro. Estos sensores miden la humedad relativa (HR) y la temperatura, que pueden convertirse en succión aplicando la ley de Kelvin (Ec. 1).

$$s = -10^{-6} \frac{R \times T}{V_w} \ln\left(\frac{HR}{100}\right) \quad [1]$$

donde R es la constante universal de los gases (8,3143 J/mol·K), T es la temperatura absoluta y V_w es el volumen molar del agua (1,80·10⁻⁵ m³/mol).

La succión total (s , MPa), que es una medida del potencial de agua en el suelo, disminuye a medida que el grado de saturación (o la humedad) aumenta. Los psicrómetros utilizados fueron Wescor Elitech PST-55-30-SF (6 mm de diámetro y 30 mm de longitud) con filtros de acero inoxidable, conectados a un datalogger Elitech PSYPRO. Estos psicrómetros operan en el rango de succión entre 50 kPa y 6200 kPa ($\pm 1\%$ FS). Al tratarse de un material poco plástico, para introducir los sensores en los testigos se hizo un taladro de doble diámetro: la parte más externa con mayor diámetro, coincidente con el del cuerpo del sensor (10 mm), como canal para insertar el sensor y la parte más interna del taladro del mismo diámetro que la cabeza del sensor, donde se produce la medida. De esta manera se aseguró la inmovilización del sensor y que el punto en el que se realizó la medida estuviera alejado de la superficie, lugar donde suelen presentarse alteraciones. Además las muestras se mantuvieron en su embalaje original durante la medida para preservar la humedad propia de la muestra (Figura 1). El tiempo de estabilización de la medida fue de 60 min, y se comprobó que la medida permanecía constante durante las siguientes 24 h.



Figura 1: Medida con psicrómetros de la succión total de testigos

2.2 Caracterización básica

La caracterización básica de los testigos consistió en la determinación a diferentes profundidades de la humedad (w) y densidad seca (ρ_d) iniciales y en la estimación del porcentaje de yeso. Esto último se obtuvo a partir de la diferencia de la pérdida de peso al secar a 60°C y después a 100°C, considerando que toda la diferencia proviene del agua presente en la molécula de yeso, según se describe en Villar et al. (2016). Los fragmentos necesarios para estas determinaciones se obtuvieron mediante corte con sierra de disco de secciones a diferentes profundidades a lo largo del testigo (Figura 2).



Figura 2: Corte de secciones de los testigos con sierra de disco

Por otra parte, en los testigos utilizados para determinar la curva de retención se determinó la densidad de partículas sólidas (ρ_s). Para ello se utilizó muestra homogeneizada proveniente de diferentes profundidades, secada en estufa a 60°C y molida a tamaño menor de 0,4 mm, que se considera representativa del testigo. Para su determinación se siguió la norma UNE 103-302-94.

2.3 Curvas de retención

Para determinar la curva de retención de muestras del ATC se seleccionó la técnica de la transferencia de vapor de agua, que consiste en someter la muestra a una humedad relativa determinada dentro de un recipiente hermético (desecador de vacío) durante el tiempo necesario para garantizar el equilibrio entre la humedad relativa del ambiente y la humedad de la muestra. Este método se basa en que la humedad relativa condiciona la presión de agua y gas en los poros y por tanto la succión total (Ec. 1). Esta humedad puede imponerse mediante disoluciones (de ácido sulfúrico o cualquier otra disolución) de actividad de agua conocida. La actividad del agua, a_w , es la relación entre la presión parcial de vapor de agua, P_v , y la presión parcial de equilibrio del agua pura sobre una superficie plana, P_v^0 . Cuando se llega al equilibrio de ambas fases (vapor y mezcla líquida), la presión parcial de vapor de agua es directamente proporcional a la fracción molar del agua en la fase líquida. Esto implica que cualquier modificación de la concentración en la disolución produce cambios en la actividad del agua. La muestra intercambia agua con la atmósfera hasta que alcanza el equilibrio termodinámico con la presión de vapor de la disolución, por lo que se modifica la succión total. La succión en los poros de la muestra (s , en MPa) se relaciona con la actividad de agua de la disolución ($a_w=HR/100$) mediante la ley de Kelvin (Ec. 1).

Al aplicar una succión total determinada la humedad de la muestra va variando progresivamente. Cuando se llega al equilibrio, los valores de la humedad de la muestra y el de a_w son constantes.

La relación entre la actividad de la disolución (a_w) y el porcentaje en peso de ácido sulfúrico utilizado para prepararla (p) está determinada experimentalmente (Gmitro & Vermeulen 1964). Esta relación depende de la temperatura, por lo que ésta ha de permanecer constante durante los ensayos. Para 20°C la relación puede ajustarse a una ecuación polinómica de cuarto grado:

$$a_w = 7 \cdot 10^{-8} \times p^4 - 6 \cdot 10^{-6} \times p^3 - 0,0001 \times p^2 - 0,0019 \times p + 0,9927 \quad [2]$$

La densidad de la disolución se comprueba antes y después de la estabilización, lo que se realiza con un densímetro. Existe una relación experimental entre la densidad de la disolución, (ρ , g/cm³) y el porcentaje en peso de sulfúrico de la disolución (p , del que depende la actividad, a_w), dependiente de la temperatura (Lide 1995). Para 20°C esta relación se ajusta a una ecuación logarítmica:

$$p = 145,8984 \times \ln(\rho) + 0,9807 \quad [3]$$

Con este método y cambiando las concentraciones del ácido sulfúrico se aplicaron succiones de entre 4 MPa y 69 MPa. Para poder aplicar una succión más baja se utilizó una disolución de cloruro sódico de concentración 171,116 g H₂O / 1 g NaCl, que genera a 20°C una actividad del agua de 0,9967 (Clarke & Glew 1985), correspondiente a una succión total de 0,5 MPa.

Las muestras se tomaron de los testigos SG125TP_3A y SG125TP_9B y se prepararon cortando paralelepípedos regulares por medio de una sierra de disco (Figura 2). Se procuró que las dimensiones de todas ellas fueran similares. A continuación, cada una de las submuestras se pesó y se midieron sus tres dimensiones con un calibre, antes de introducirlas en los desecadores. Como los testigos considerados, tomados por debajo

del nivel freático, estaban previsiblemente saturados (como así lo indicaron las medidas de succión realizadas con psicrómetro), las trayectorias seguidas para determinar la curva de retención fueron de secado.

Con el fin de reducir el tiempo de determinación de la curva de retención se obtuvieron seis submuestras de cada testigo que se colocaron en dos desecadores en grupos de tres (triplicados). En uno de los desecadores se aplicó una succión inicial de 0,5 MPa y en el otro próxima a 8 MPa. De esta manera, la curva de retención se obtuvo a partir de dos grupos de muestras sometidos a dos intervalos de succión diferentes: uno entre 0,5 MPa y 8 MPa y otro entre 8 MPa y 70 MPa, que fue la máxima succión aplicada.

Para el inicio del ensayo el primer paso es introducir una disolución con la densidad deseada en el desecador (Figura 3). El valor de la densidad de la disolución se comprobó mediante densímetro (density meter, DA-110M). Una vez introducidas las submuestras en su desecador correspondiente con la disolución adecuada, se hizo el vacío. Periódicamente se registró la variación de humedad de las muestras mediante pesadas. Una vez alcanzada la estabilización, es decir, cuando las variaciones de humedad fueron inferiores al 0,1%, el proceso se dio por finalizado. Se volvieron a comprobar las dimensiones de las muestras y la disolución del desecador se cambió por una de mayor concentración, generadora de menor HR y por tanto mayor succión total. Al final de cada escalón de succión se volvió a medir la densidad de la disolución, lo que permite determinar la succión total aplicada.



Figura 3: Muestras en desecadores para determinación de la curva de retención

Al alcanzarse la máxima succión prevista, se tomaron los pesos y dimensiones finales de las muestras y éstas se secaron durante 48 h a 60°C para determinar su humedad gravimétrica y después a 110°C durante 24 h para estimar su contenido en yeso. Antes de introducir las muestras en la estufa el volumen de algunas de ellas se determinó por inmersión en mercurio, lo que permitió comprobar la densidad seca que hasta el momento se había estimado a partir de las dimensiones medidas.

2.4 Porosimetría por intrusión de mercurio

La técnica de porosimetría por intrusión de mercurio (MIP, según sus iniciales en inglés) está basada en la penetración controlada del volumen de mercurio en un medio poroso como respuesta a una presión aplicada, y permite determinar la distribución de los tamaños de poros. La técnica MIP registra el volumen de mercurio acumulado en los poros para cada presión aplicada. La ecuación de Washburn vincula la presión aplicada (P_{Hg}) con el diámetro de los poros (D) y está dada por:

$$P_{Hg} = -\frac{4\gamma_{Hg}\cos\theta_{Hg}}{D} \quad [4]$$

donde γ_{Hg} es la tensión superficial de la superficie mercurio-vapor y θ_{Hg} es el ángulo de contacto entre sólido y mercurio. Se ha considerado que la tensión superficial y el ángulo de contacto entre suelo y mercurio son respectivamente 0.485 N/m y 139°.

Para aplicar esta técnica se ha utilizado el dispositivo Micromeritics AutoPore Series IV 9500, en el que tiene lugar un proceso inicial de intrusión, en el que los poros se llenan de mercurio, y otro en el que los poros se vacían, la extrusión. En el primero se eleva secuencialmente la presión hasta llegar a 219 MPa. Una vez alcanzado este límite, se finaliza la intrusión y se empieza la extrusión, para lo que se reduce la presión hasta 0,06 MPa. En la intrusión se genera una curva que relaciona la presión con el volumen introducido debida a 108 variaciones secuenciales de presión. Durante la extrusión se produce otra curva con 53 escalones. La máxima presión aplicada condiciona el tamaño mínimo de poro explorado, que con el equipo utilizado es de 7 nm.

Este método requiere que los poros del material poroso se encuentren vacíos de agua al inyectar mercurio en su interior. Si hubiera algún contenido de agua en los poros, se crearían tensiones en la interface líquido-gas que podrían deformar la estructura original. Por consiguiente, una forma de preservar la red porosa inicial es eliminar el agua libre de los poros. Para ello se recurre a la técnica de liofilización (o secado por sublimación), que debido a su rapidez impide la formación de cristales grandes de hielo que pudieran deformar la estructura. Inicialmente se introdujeron las muestras en el equipo Telstar LioQuest a -50°C durante 3h. Después se pasaron a una cámara de vacío en la que se separa el agua del material mediante sublimación. Las muestras permanecieron en esta cámara durante 22 h a 0,2 mbar y -50°C. Por último, las muestras se calentaron a 30°C durante 3 h. Esta temperatura se mantuvo constante en las etapas posteriores de intrusión y extrusión.

La distribución del tamaño de poros se determinó en submuestras adyacentes a las que se utilizaron para elaborar la curva de retención.

3 Resultados

3.1 Identificación básica y medida de succión

La caracterización básica de los testigos consistió, por una parte, en la determinación de la humedad (w) y densidad seca (ρ_d) iniciales a diferentes profundidades y, por otra, en la determinación de la densidad de partículas sólidas (ρ_s) en muestra homogeneizada

proveniente de diferentes profundidades. Estos resultados se presentan en la Tabla I para todos los testigos recibidos en CIEMAT entre febrero y marzo de 2016, junto al litotipo atribuido a cada uno. Se incluye también la estimación del porcentaje de yeso obtenida a partir de la diferencia de la pérdida de peso al secar a 60°C y después a 110°C, considerando que toda la diferencia proviene del agua presente en la molécula de yeso. Así mismo se han incluido en la Tabla las succiones iniciales medidas con psicrómetro mediante el método del doble taladro. El valor mostrado es el promedio de las dos medidas realizadas. Estos valores se representan en la Figura 4 en función de la humedad de las muestras para cada litotipo. Los valores más altos se midieron en las muestras del litotipo LBSlut, que al ser el más plástico es el que puede haber experimentado una mayor descompresión al extraerse los testigos, en los que por tanto se habría inducido una mayor succión matricial.

Las muestras utilizadas para determinar la curva de retención se tomaron de los testigos SG125_T3 y SG125_T9 (también referenciados como SG125_TP3A y SG125_TP9B), correspondientes a los litotipos LBSmic y YB-A (pasada lutítica), respectivamente. La Figura 5 muestra el aspecto típico del litotipo LBSmic. Es de destacar que el testigo T9 presentaba una gran variabilidad, habiéndose determinado a diferentes niveles humedades entre 11,2 y 23,3% y porcentajes en yeso de entre 48 y 69%. La Figura 6 muestra el aspecto de algunos de las secciones cortadas en el testigo SG125_T9, en las que esta variabilidad en el contenido de yeso queda de manifiesto.

Tabla I: Resultados de la caracterización básica de los testigos de sondeo de la Fase 3

Testigo	Litotipo	Profundidad (m)	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Yeso ^a (%)	ρ_s (g/cm ³)	Succión (kPa)
SG120_T3	LBSlut	12,35-12,50	19,9	1,70	95	30	2,69	20
SG120_T7	LBSlut	31,55-31,70	14,2	1,85	92	42	2,58	20
SG121_T2	LBSmac	10,55-10,70	10,6	1,97	89	45	2,64	30
SG121_T8	YB-A	30,85-31,05	29,3	1,45	94	28	2,62	0
SG122_T3	LBSmic	15,35-15,55	10,8	1,94	88	52	2,50	265
SG125_T2	LBSlut	6,10-6,45	20,0	1,69	94	35	2,60	315
SG125_T3	LBSmic	7,92-7,98	14,0	1,90	97	62	2,45	65
SG125_T6	LBSlut	22,30-22,50	14,3	1,87	96	39	2,60	550
SG125_T9	YB-A	32,36-32,40	14,8	1,40	96	61	2,54	35
SG127_T3	LBSlut	13,4-13,6	21,0	1,63	94	43	2,52	0

^a estimado mediante secado en estufa a 60 y 100°C

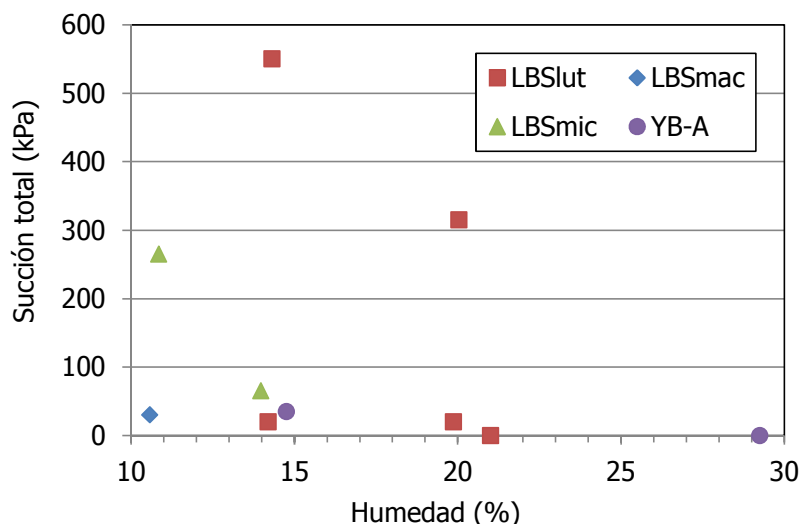


Figura 4: Succión medida con psicrómetros en testigos de los diferentes litotipos



Figura 5: Aspecto de secciones del testigo SG125_T3 (litotipo LBSmic)



Figura 6: Aspecto de secciones del testigo SG125_T9 (litotipo YB-A)

3.2 Curvas de retención

Se han determinado las curvas de retención de los testigos: SG125TP_3A y SG125TP_9B (en adelante SG125_T3 y SG125_T9) utilizando la técnica de transferencia de vapor en desecadores, según el procedimiento descrito en la sección 2.3. Como se indicó anteriormente, de cada uno de los testigos se prepararon seis submuestras con forma de paralelepípedo y tamaño similar entre sí. En concreto las submuestras medían entre 29 y 44 mm de largo, 20 y 24 mm de ancho y 15 y 20 mm de alto. La

Tabla II recoge las características iniciales de todas las submuestras, que se dividieron en grupos de tres dentro de cada testigo.

Tabla II: Características iniciales de las muestras utilizadas para la determinación de curvas de retención

	SG125TP-3A			SG125TP-9B		
Grupo 1						
Referencia	3A	3B	3C	9D	9E	9F
Cotas (m)	7,92 - 7,94	7,94 - 7,96	7,96 - 7,98	32,36 - 32,38	32,38 - 32,40	32,40 - 32,41
w inicial (%)	14,3	14,3	13,2	13,8	12,2	18,2
ρ_d inicial (g/cm ³)	1,76	1,79	1,79	1,77	1,80	1,63
Yeso (%)	56	57	61	n.d.	n.d.	n.d.
Grupo 2						
Referencia	3G	3H	3I	9J	9K	9L
Cotas (m)	7,92 - 7,94	7,94 - 7,96	7,96 - 7,98	32,36 - 32,38	32,38 - 32,40	32,40 - 32,41
w inicial (%)	14,9	14,8	14,5	11,7	11,8	21,5
ρ_d inicial (g/cm ³)	1,78	1,77	1,77	1,78	1,77	1,43
Yeso (%)	60	64	64	48	74	50

Cada grupo se introdujo en un desecador diferente con una disolución de concentración determinada para generar la succión deseada. En concreto el Grupo 1, constituido por las submuestras 3A, 3B y 3C del testigo T3 y las 9D, 9E y 9F del testigo T9, se introdujo en un desecador con una disolución de NaCl generadora de una succión de 0,5 MPa. El Grupo 2, constituido por las submuestras 3G, 3H y 3I del testigo T3 y las 9J, 9K y 9L del testigo T9, se colocó en otro desecador con una disolución de ácido sulfúrico correspondiente a una succión de 8 MPa. En el Grupo 1 se aplicaron cinco escalones de succión entre 0,5 MPa y 8 MPa y en el Grupo 2 diez escalones entre 8 MPa y 70 MPa. Se realizó esta distribución con el fin de acelerar la elaboración de las curvas, ya que ambos grupos fueron estabilizándose a las diferentes succiones simultáneamente. El último escalón del grupo (8 MPa) tuvo el mismo valor que el inicial del Grupo 2, por lo que hay solapamiento entre los resultados de uno y otro grupo.

Estas submuestras se pesaron semanalmente hasta que la humedad alcanzó un valor estable. Una vez estabilizada la humedad de las submuestras se midieron sus dimensiones antes de cambiar la disolución del desecador por otra generadora de mayor succión. De esta manera las muestras se sometieron a trayectorias de secado. Las Figura 7 a Figura 10 muestran a modo de ejemplo la evolución de humedad de las submuestras en algunos escalones de succión. Se aprecia que los tiempos de estabilización fueron diferentes dependiendo del valor de succión. La Figura 7 en concreto muestra la estabilización del Grupo 1 de muestras a la succión más baja, y por tanto supuestamente más próxima a las succiones iniciales reflejadas en la Tabla I. En efecto, los cambios de humedad respecto a este valor inicial fueron pequeños. Se

observa también que tanto en el Grupo 1 (submuestra 9F) como en el 2 (submuestra 9L) una de las muestras correspondientes al testigo SG125_9 tenía humedades iniciales más altas que se mantuvieron durante todo el proceso. Ambas muestras se tomaron a una profundidad de 30,40 cm. Como ya se indicó anteriormente, el testigo SG125_T9 se caracterizaba por su inhomogeneidad, y estas muestras probablemente correspondían a zonas más arcillosas.

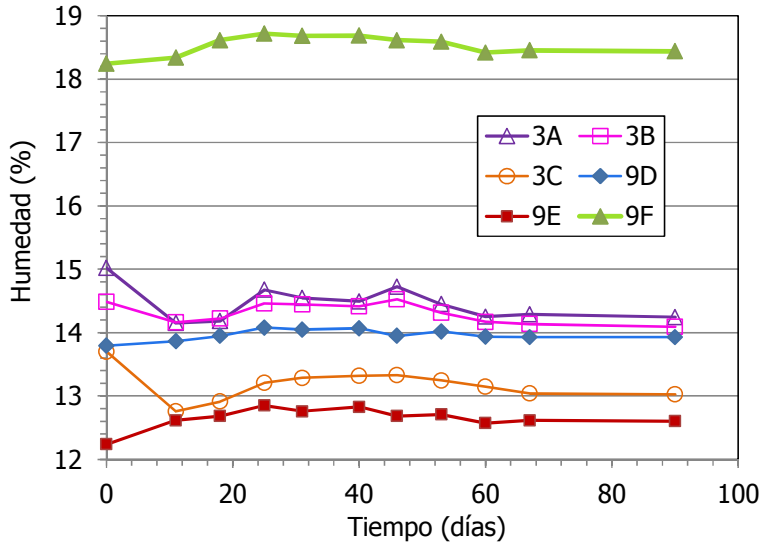


Figura 7: Evolución de la humedad en submuestras del Grupo 1 de los testigos SG125_T3 (3A, 3B, 3C) y SG125_T9 (9D, 9E, 9F) en el primer escalón de succión (0,5 MPa)

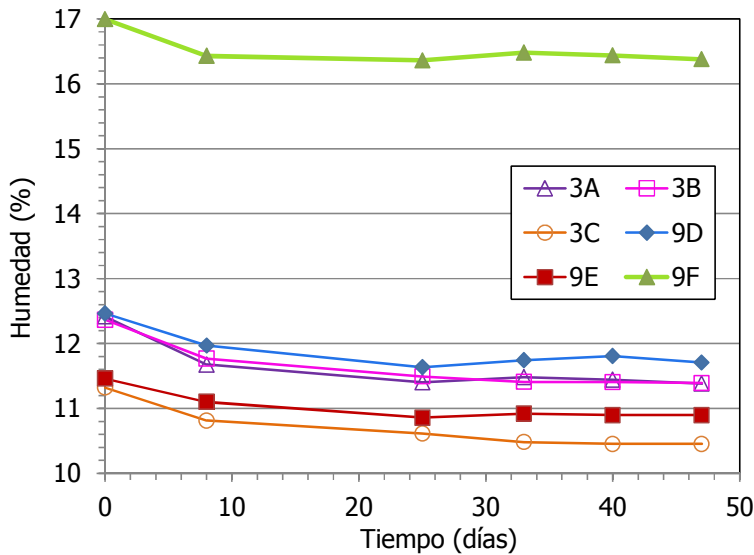


Figura 8: Evolución de la humedad en submuestras del Grupo 1 de los testigos SG125_T3 (3A, 3B, 3C) y SG125_T9 (9D, 9E, 9F) para una succión de 8 MPa

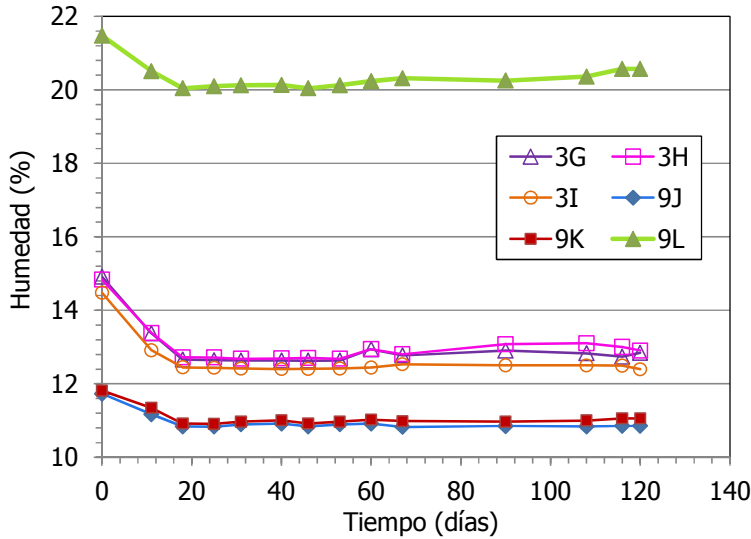


Figura 9: Evolución de la humedad en submuestras del Grupo 2 de los testigos SG125_T3 (3G, 3H, 3I) y SG125_T9 (9J, 9K, 9L) en el primer escalón de succión (8 MPa)

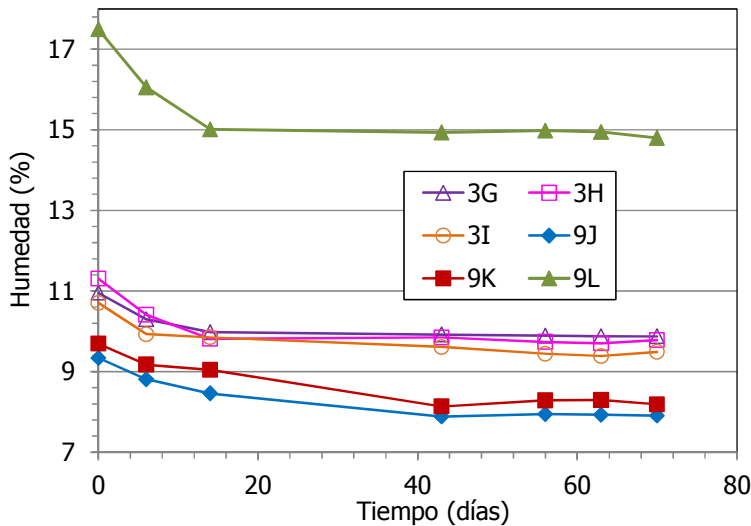


Figura 10: Evolución de la humedad en submuestras del Grupo 2 de los testigos SG125_T3 (3G, 3H, 3I) y SG125_T9 (9J, 9K, 9L) para una succión de 15 MPa

Una vez alcanzado el último valor de succión para cada grupo las muestras se extrajeron del desecador, se midieron, se pesaron y se determinó su volumen mediante inmersión en mercurio. Esto permitió ajustar los volúmenes que se habían determinado al final de cada escalón de succión a partir de las dimensiones de las muestras, ya que éstas no eran perfectamente regulares y las estimaciones intermedias de su volumen, a partir de las dimensiones, eran tan solo estimativas.

Por otra parte, después de secar a 60°C las muestras se secaron también a 110°C para estimar su contenido en yeso, que es el mostrado en la Tabla II. El contenido en yeso en estos testigos era en general muy elevado, por lo que las submuestras eran quebradizas y se deterioraban. Por la falta de consistencia de las muestras y su deterioro durante el proceso no se pudieron aplicar succiones muy elevadas.

La Tabla III muestra las humedades de equilibrio para cada succión obtenidas en los dos grupos de muestras para el testigo SG125_T3, cada grupo constituido por tres submuestras talladas del testigo en posiciones adyacentes, por lo que los valores mostrados para cada escalón de succión son el promedio de tres muestras. La Tabla también incluye en la primera fila un valor de succión inicial del testigo obtenido de las medidas realizadas con psicrómetros, así como la densidad seca y la humedad determinada en muestras próximas a las utilizadas para la curva de retención (Tabla I). Además se presentan el índice de poros (e) y el grado de saturación calculado considerando una densidad seca constante e igual a la obtenida en una posición adyacente del testigo (S_r , Tabla I).

En las Tabla IV y Tabla V se presentan el mismo tipo de resultados para el testigo SG125_T9. En este caso, dada la inhomogeneidad inicial que se ha comentado y que se pone de manifiesto en las figuras mostradas anteriormente, se han dividido los resultados en dos grupos: por un lado los obtenidos para las submuestras 9D, 9E, 9K y 9K (Tabla IV) y por otro los obtenidos para las submuestras 9F y 9L (Tabla V).

Tabla III: Valores de la curva de retención del testigo SG125_T3 obtenidos mediante transferencia de vapor y error absoluto (E.a.) de las variables (promedios de tres submuestras)

	Succión (MPa)	t (días)	w (%)	E.a. w (%)	ρ_d (g/cm ³)	E.a. ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	E.a. S_r (%)	S_r^a (%)	e (%)
Inicial	0,07 ^b	0	14,0		1,78		90	0	90	0,38
GRUPO 1	0,5	94	13,8	0,7	1,78	0,02	90	2	89	0,38
	3,5	78	13,3	0,7	1,79	0,02	90	2	86	0,37
	4,8	20	12,8	0,7	1,80	0,02	88	2	83	0,36
	6,2	35	12,0	0,6	1,82	0,01	86	3	78	0,35
	8,3	63	11,1	0,5	1,83	0,01	81	2	72	0,34
	GRUPO 2	8,2	149	12,7	0,3	1,81	0,02	87	3	82
10,5		23	12,0	0,2	1,82	0,02	84	2	78	0,35
12,3		49	11,0	0,3	1,83	0,02	79	1	71	0,34
15,4		70	9,7	0,2	1,84	0,02	72	2	63	0,33
17,9		28	8,8	0,2	1,84	0,02	64	2	57	0,34
25,5		56	6,8	0,2	1,84	0,01	50	1	44	0,33
31,3		41	5,9	0,1	1,84	0,02	43	2	38	0,34
39,2		51	4,9	0,1	1,84	0,02	36	2	32	0,33
55,4		47	3,7	0,1	1,84	0,02	27	1	24	0,34
69,1		21	3,1	0,1	1,90	0,02	26	1	20	0,29

^a calculado considerando densidad constante de 1,78 g/cm³; ^b medida con psicrómetro

Tabla IV: Valores de la curva de retención del testigo SG125_T9 obtenidos mediante transferencia de vapor y error absoluto (E.a.) de las variables (promedios de las submuestras 9D y 9E para el Grupo 1 y 9J y 9K para el Grupo 2)

	Succión (MPa)	t (días)	w (%)	E.a. w (%)	ρ_d (g/cm ³)	E.a. ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	E.a. S_r (%)	S_r^a (%)	e (%)
Inicial	0,04 ^b	0	13,0		1,78		78		78	0,42
GRUPO 1	0,5	94	13,3	0,9	1,76	0,02	76	3	80	0,44
	3,5	78	12,8	0,8	1,78	0,002	77	5	77	0,43
	4,8	20	12,5	0,8	1,78	0,01	74	3	75	0,43
	6,2	12	12,0	0,7	1,80	0,01	74	3	72	0,41
	8,3	63	11,3	0,6	1,80	0,01	70	2	68	0,41
GRUPO 2	8,2	149	11,0	0,1	1,77	0,001	64	1	66	0,44
	10,5	23	10,5	0,2	1,77	0,002	62	1	63	0,43
	12,3	49	9,5	0,3	1,78	0,003	60	0	57	0,42
	15,4	70	8,1	0,2	1,78	0,002	48	1	48	0,42
	17,9	28	7,2	0,2	1,78	0,004	43	1	43	0,42
	25,5	56	5,8	0,3	1,79	0,002	35	2	35	0,42
	31,3	41	5,2	0,4	1,79	0,01	31	2	31	0,42
	39,2	51	4,2	0,5	1,79	0,01	25	2	25	0,42
	55,4	47	3,1	0,6	1,79	0,001	18	4	18	0,42
69,1	35	2,6	0,6	1,80	0,005	16	4	15	0,41	

^a calculado considerando densidad constante de 1,78 g/cm³; ^b medida con psicrómetro

Tabla V: Valores de la curva de retención del testigo SG125_T9 obtenidos mediante transferencia de vapor y error absoluto (E.a.) de las variables (submuestra 9F para el Grupo 1 y 9L para el Grupo 2)

	Succión (MPa)	t (días)	w (%)	E.a. w (%)	ρ_d (g/cm ³)	E.a. ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	E.a. S_r (%)	S_r^a (%)	e (%)
Inicial	0,04 ^b	0	18,2		1,63		83		83	0,56
GRUPO 1	0,5	94	18,4	0,1	1,62	0,04	83	3	84	0,56
	3,5	78	18,1	0,1	1,63	0,04	83	3	82	0,56
	4,8	20	17,7	0,1	1,63	0,04	81	3	80	0,55
	6,2	12	17,0	0,1	1,64	0,04	79	3	77	0,54
	8,3	63	16,4	0,1	1,66	0,04	78	3	74	0,53
GRUPO 2	8,2	149	20,6	0,2	1,46	0,04	70	3	93	0,74
	10,5	23	19,7	0,2	1,46	0,04	67	3	89	0,75
	12,3	49	17,5	0,2	1,48	0,04	63	3	79	0,71
	15,4	70	14,8	0,2	1,49	0,04	53	2	67	0,71
	17,9	28	13,8	0,2	1,47	0,04	49	2	63	0,72
	25,5	56	10,7	0,2	1,49	0,04	39	2	49	0,71
	31,3	41	9,2	0,2	1,50	0,04	34	2	42	0,70
	39,2	51	8,0	0,2	1,50	0,04	29	2	36	0,69

^a calculado considerando densidad constante de 1,63 g/cm³; ^b medida con psicrómetro

La Figura 11 muestra la curva de retención del testigo SG125_T3 expresada en términos de humedad gravimétrica (izquierda) y la evolución de la densidad seca durante el proceso de secado (derecha). Como se explicó anteriormente cada punto es el promedio de tres submuestras. En la Figura se ha incluido también el valor de succión medido en el testigo con psicrómetro. Se observa una buena coherencia entre este valor y los obtenidos mediante la técnica de transferencia de vapor de agua en desecadores. También se produce un solape entre los resultados obtenidos para los dos grupos de muestras. Especialmente en los primeros escalones, para succiones por debajo de 20 MPa, se produjo una considerable pérdida de humedad que ocasionó un aumento de la densidad seca. La Figura 12 muestra la curva expresada en función del grado de saturación.

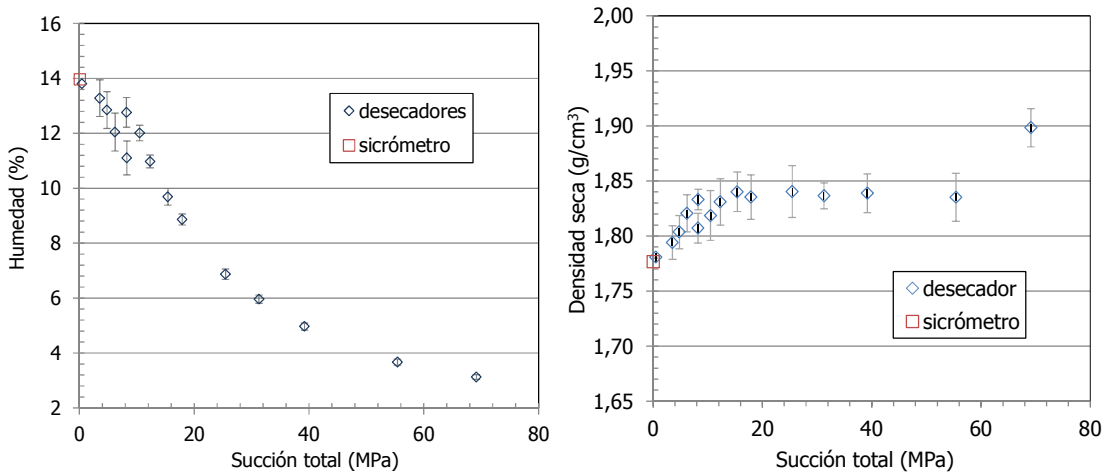


Figura 11: Curva de retención del testigo SG125_T3 (izquierda) y evolución de la densidad seca durante su determinación (derecha)

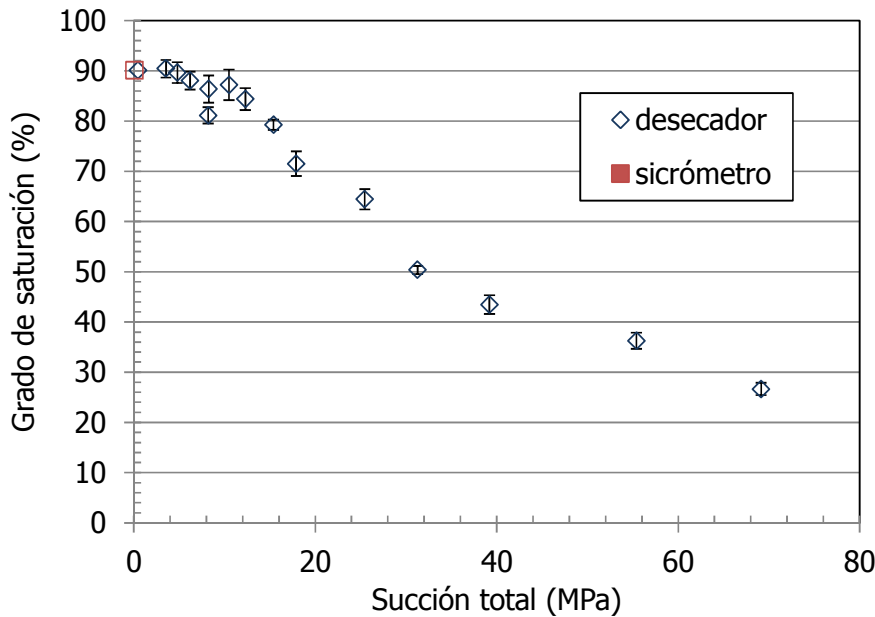


Figura 12: Curva de retención del testigo SG125_T3 expresada en función del grado de saturación

El mismo tipo de resultados se representan en la Figura 13 y Figura 14 para las muestras del testigo T9. En este caso el solape entre los resultado de los dos grupos de muestras es muy bueno para la submuestras 9D, 9E, 9K y 9L (Tabla IV), pero no para los de las submuestras 9F y 9L, especialmente en cuanto a densidad seca.

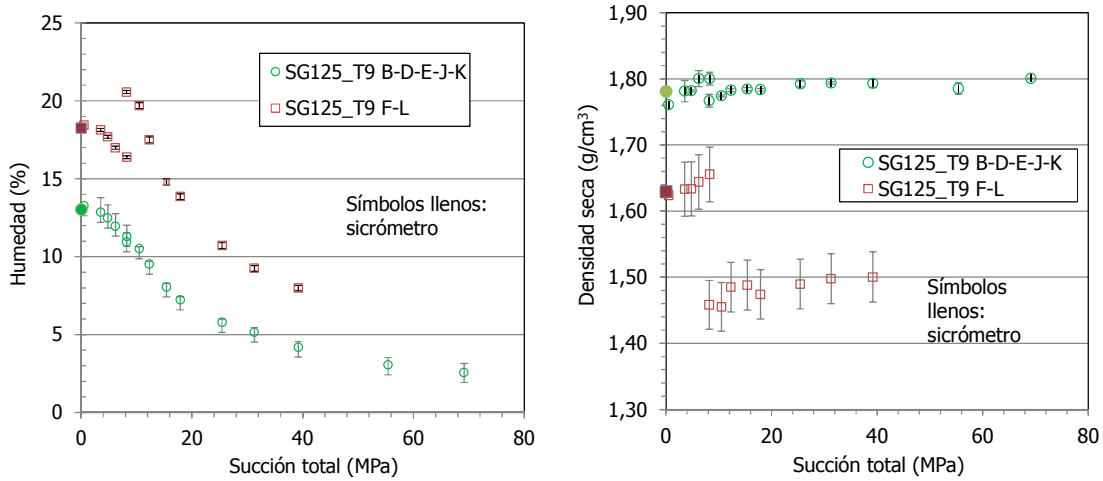


Figura 13: Curva de retención para los dos tipos de muestras del testigo SG125_T9 (izquierda) y evolución de la densidad seca durante su determinación (derecha)

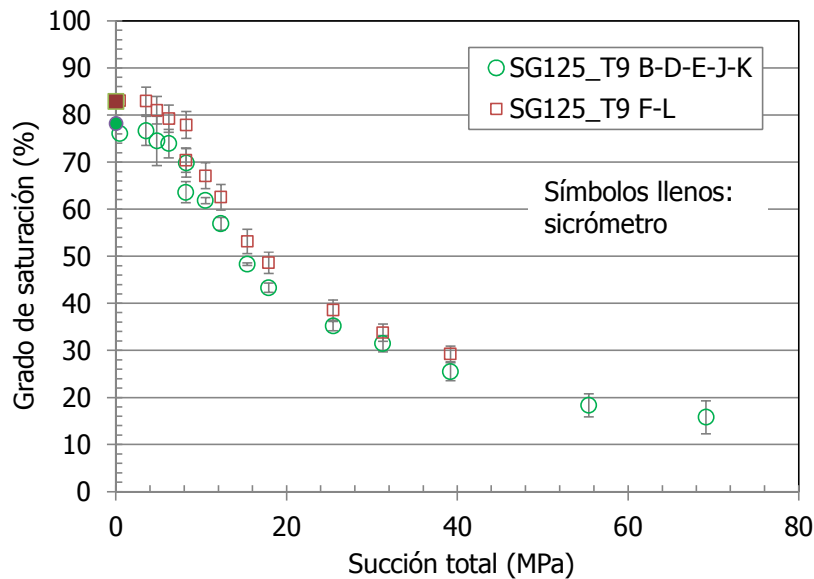


Figura 14: Curva de retención para los dos tipos de muestra del testigo SG125_T9 expresada en función del grado de saturación

3.3 Porosimetría

Se analizaron dos muestras por medio de la técnica MIP pertenecientes a los testigos SG125_T3 y SG125_T9. Se extrajeron de sus respectivos testigos de posiciones cercanas a las submuestras que se emplearon para elaborar las curvas de retención (Tabla II). En la Tabla VI se muestran las condiciones iniciales de estas muestras, que permiten relacionarlas con las muestras utilizadas para determinar la curva de retención del testigo SG125_T3 y con las muestras de mayor humedad del testigo

SG125_T9. Además de estas muestras representativas de las condiciones iniciales, se analizaron también por la técnica MIP algunas submuestras al final de proceso de determinación de la curva de retención, en concreto las submuestras J, K y L del testigo SG125_T9. La Tabla muestra también el índice de poros estimado a partir de la densidad seca de la muestra y de la densidad de partículas sólidas determinada mediante el picnómetro de agua, e_1 , y el índice de poros determinado mediante la técnica MIP, e_{nw} (nw: non-wetting, puesto que el mercurio es un fluido que no “moja” el suelo). Dado que la presión máxima aplicada en la intrusión fue de 219 MPa, el diámetro mínimo estimado por MIP se limita a 7 nm. Por este motivo, el índice de poros e_1 es mayor que el determinado por MIP, e_{nw} . Por tanto, el índice de poros no intruido, definido como la diferencia entre e_1 y e_{nw} , es el índice de poros cuyos diámetros son inferiores a 7 nm o que no están interconectados. En la Tabla VI se puede apreciar que el índice de poros no intruido es mayor conforme aumenta la densidad seca y la succión aplicada.

Tabla VI: Características de submuestras de los testigos SG125_T3 y SG125_T9 analizadas por MIP

Referencia	s (MPa)	Profundidad (m)	ρ_d (g/cm ³)	w inicial (%)	w final (%)	e_1	e_{nw} (MIP)	$e_1 - e_{nw}$
SG125_T3	0,065 ^a	7,97	1,80	14,0		0,36	0,34	0,02
SG125_T9 (mayor humedad)	0,035 ^a	32,31	1,50	16,0		0,69	0,66	0,03
SG125_T9 final (L)	39 ^b	32,41	1,50	18,2	8,0	0,69	0,53	0,16
SG125_T9 final (J)	69 ^b	32,37	1,80	13,8	2,1	0,41	0,07	0,34
SG125_T9 final (K)	69 ^b	32,39	1,80	12,2	3,0	0,41	0,12	0,29

^a medida con psicrómetro en posiciones próximas, ^b última succión aplicada en desecadores

La curva del volumen acumulado frente a la presión de mercurio aplicada durante la intrusión se muestra en la Figura 15. La representación del volumen de mercurio incremental respecto a diámetro medio de los poros se muestra en la Figura 16. Asimismo se representa la frecuencia relativa de tamaños de poros respecto al diámetro medio en la Figura 17. La frecuencia relativa es una de las magnitudes que caracterizan la distribución de tamaños y se determina dividiendo el volumen incremental ocupado por el mercurio en los poros por el volumen total. Con el fin de suavizar las gráficas obtenidas de los resultados originales, se ha empleado el método de Savitzky-Golay (1964). Las gráficas muestran que el tamaño de poros predominante corresponde a los mesoporos y que las muestras sometidas a mayor succión (SG125-9 L, J y K) tienen la menor porosidad, siendo particularmente significativa la disminución de mesoporos.

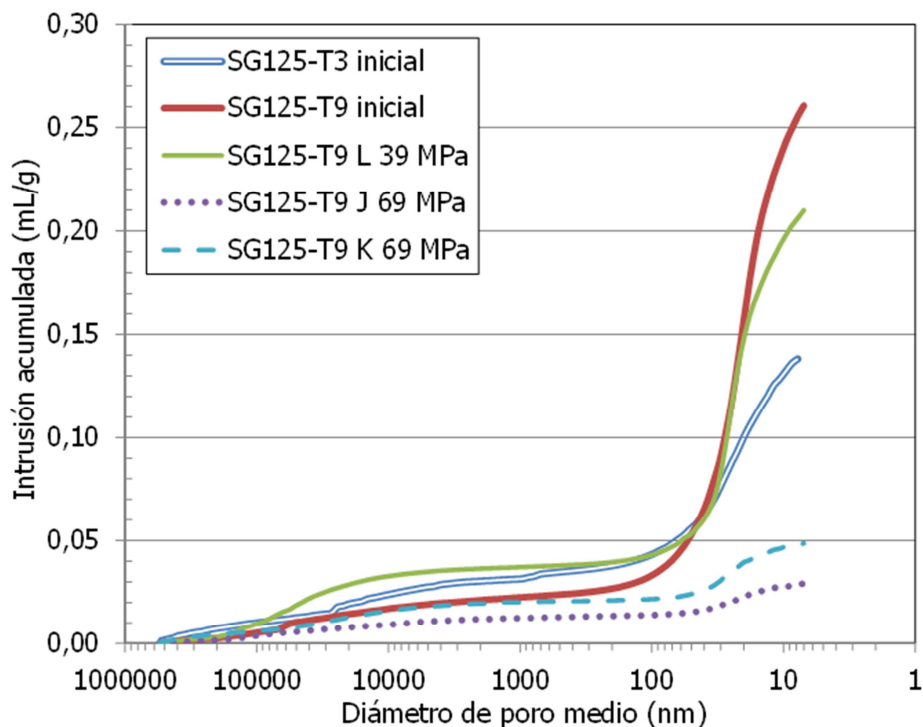


Figura 15: Volumen de mercurio acumulado durante la intrusión

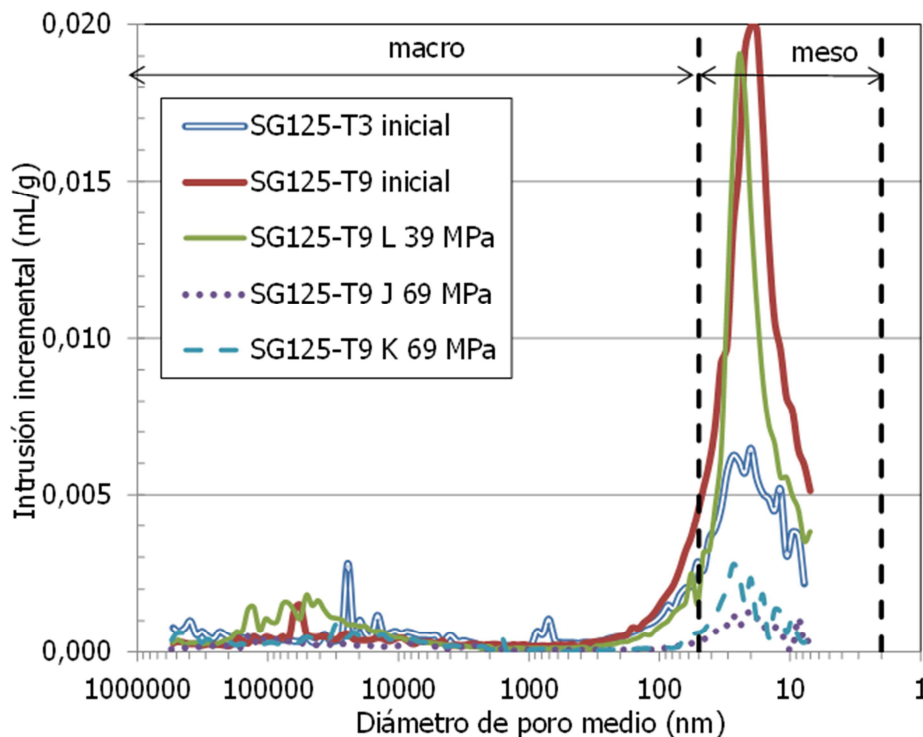


Figura 16: Volumen de mercurio incremental durante la intrusión

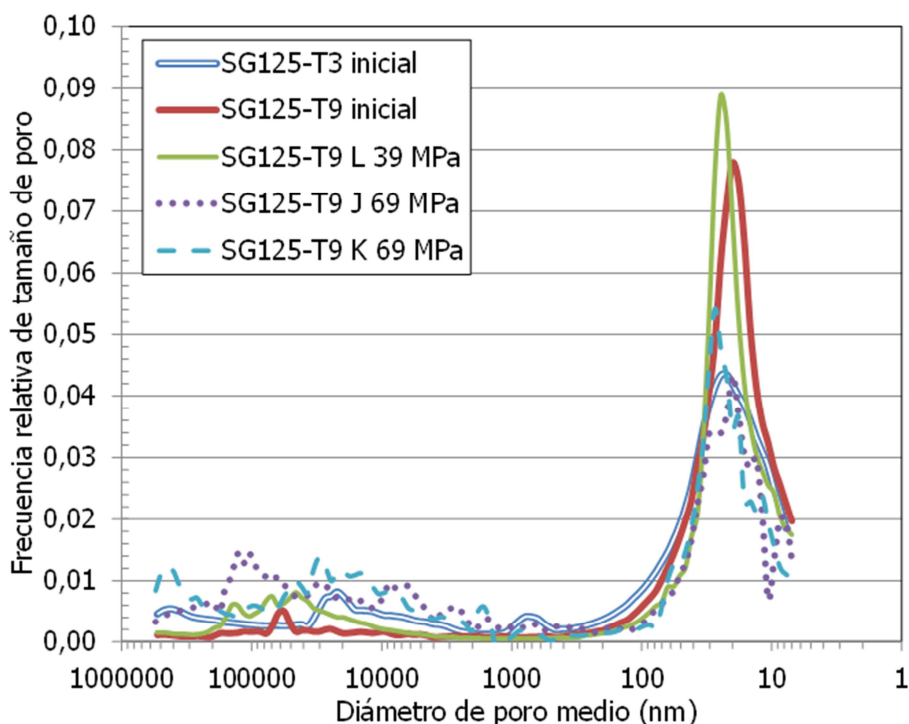


Figura 17: Frecuencia relativa de la distribución del tamaño de poros obtenida por MIP

La distribución porosimétrica obtenida por MIP se muestra en la Tabla VII, en la que los poros se clasifican según la clasificación de Sing et al. (1987) en macroporos (diámetros superiores a 50 nm), mesoporos (diámetros en el intervalo 7-50 nm) y microporos (diámetros inferiores a 7 nm). Debido a las limitaciones del porosímetro, el tamaño mínimo explorado es 7 nm, por lo que la separación entre meso y microporos la consideramos *sensu lato* en 7 nm, aunque estrictamente y según la clasificación citada los microporos son aquellos menores de 2 nm. En la Tabla se indica el índice de poros correspondiente a cada tamaño y su tamaño modal.

Tabla VII: Resultados de submuestras de los testigos SG125_T3 y SG125_T9 analizadas por MIP

Referencia	e intruido (%)	e macro (D>50 nm)	Moda macro (nm)	e meso (7-50) nm	Moda meso (nm)	e micro (D<7 nm)
SG125_T3	93	0,124	22011	0,215	18,0	0,024
SG125_T9 (mayor humedad)	95	0,131	56377	0,530	20,0	0,032
SG125_T9 final (L)	77	0,134	50780	0,399	24,6	0,160
SG125_T9 final (J)	18	0,038	116248	0,036	20,0	0,339
SG125_T9 final (K)	30	0,061	30136	0,063	27,4	0,290

Estos resultados se muestran en la Figura 18, en la que se observa que conforme crece la succión el índice de poros correspondiente a los microporos aumenta (aunque puede tratarse también de poros no conectados). Sin embargo, el valor del índice de poros correspondiente a los macroporos y mesoporos se mantiene constante (alrededor de 0,15 para los macroporos y 0,56 para los mesoporos) al aumentar la

succión hasta 39 MPa y después se reduce cuando se acerca a 69 MPa. Sin embargo, no se observan variaciones significativas en el diámetro modal en función de la succión (Figura 19).

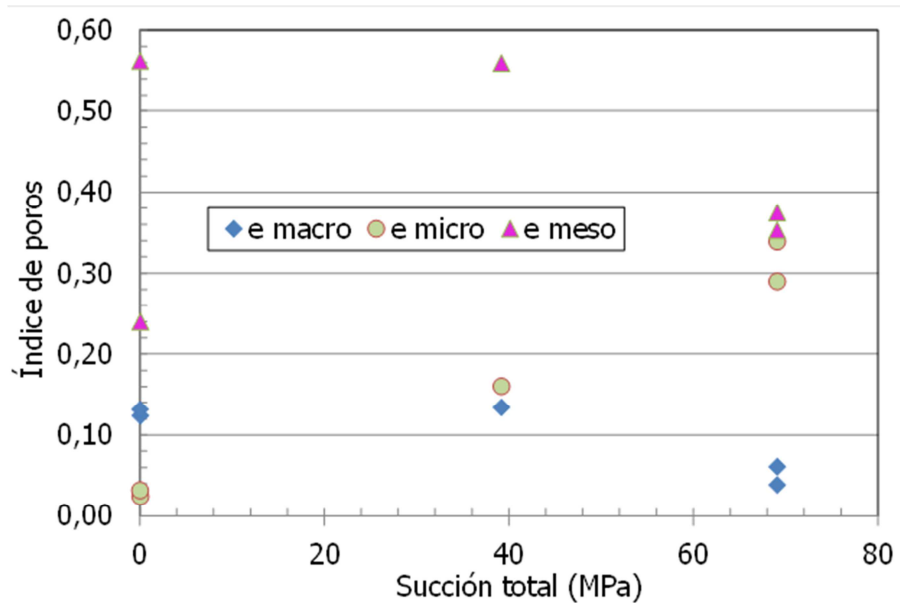


Figura 18: Índice de poros obtenido por MIP frente a la succión de la muestra

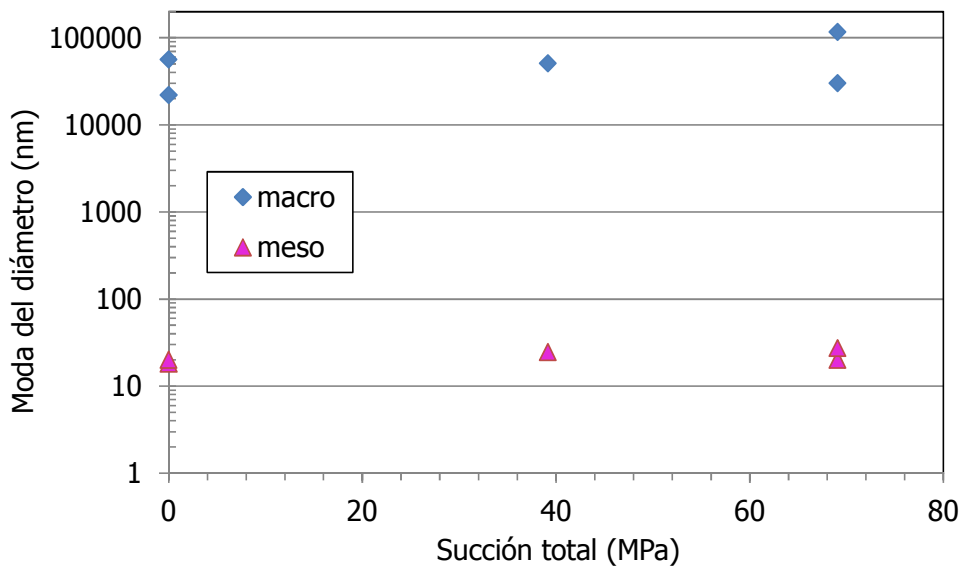


Figura 19: Moda de macroporos y mesoporos frente a la succión de la muestra

4 Análisis de las curvas de retención

4.1 Condiciones iniciales

Como se indica en la Tabla II, la distancia entre las submuestras del mismo testigo era muy pequeña, por lo que se consideró que la humedad correspondiente a un escalón determinado de succión era el promedio de los valores de humedad medidos en las

tres submuestras. Esta hipótesis es válida siempre que las condiciones iniciales de las muestras analizadas fueran las mismas. En principio, los parámetros que influyen en las condiciones iniciales son: la humedad inicial, densidad seca inicial y el porcentaje de contenido en yeso, que también se muestran en la Tabla I.

El análisis de la variación de la variable humedad inicial ayuda a discriminar cuáles de las submuestras perteneciente al mismo testigo se encontraban en el mismo estado inicial. Con el fin de comparar las humedades iniciales de cada submuestra, se presentan en la Figura 20 y Figura 21 la humedad inicial por submuestra, el valor medio de la humedad inicial obtenido de las seis de cada testigo y el error porcentual absoluto (ϵ). Esta última magnitud cuantifica la desviación de la humedad determinada en cada submuestra w_i respecto al valor medio \bar{w} y se define como

$$\epsilon = 100 \frac{|w_i - \bar{w}|}{\bar{w}} \quad [5]$$

En la Figura 20 se observa que para el testigo SG125_T3 el error porcentual no superaba, en ningún caso, el 10% y los valores medidos de humedad eran muy similares entre sí. Todo ello sugiere que las condiciones iniciales de las submuestras se pueden considerar semejantes y que por tanto es razonable considerar sus valores promedio.

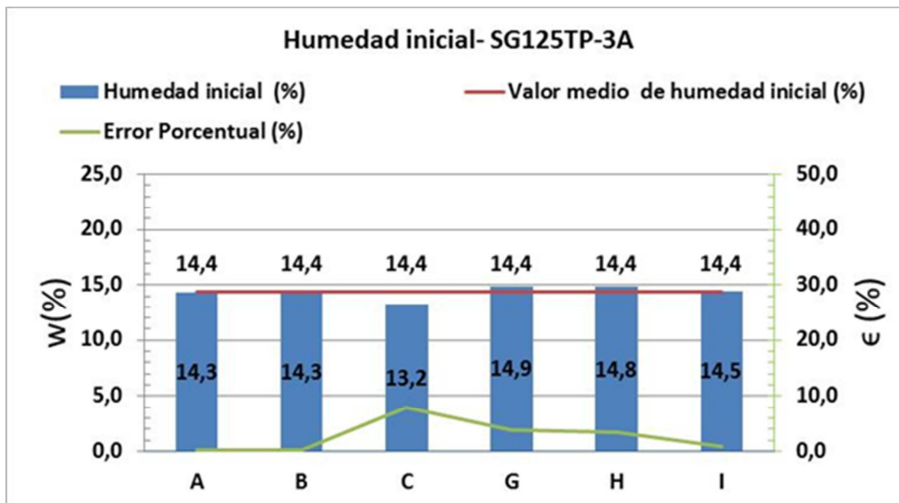


Figura 20: Valores de humedad inicial de las submuestras del testigo SG125_T3

Sin embargo, en la Figura 21, que representa los resultados de las submuestras del testigo SG125_T9, se puede apreciar que los errores porcentuales son elevados y superiores a 10%. Por consiguiente, las condiciones iniciales del conjunto no eran iguales entre sí. De hecho las humedades iniciales de 9F y 9L eran próximas a 20% mientras que para el resto de las submuestras los valores eran cercanos a 12%. Esta diferencia inicial se mantuvo además a lo largo de los diferentes escalones de succión aplicados (Figura 7 a Figura 10). Por tanto se puede distinguir dos tipos de muestra, uno formado por las submuestras 9D, 9E, 9J y 9K y otro compuesto por 9F y 9L. En cada uno de los tipos se ha considerado que las condiciones iniciales son semejantes entre sí y que por tanto, la humedad correspondiente a cada escalón de succión es el promedio de los valores de humedad medidos en las submuestras de los dos tipos por

separado, y de esta manera se han obtenido dos curvas de retención diferentes para este testigo.

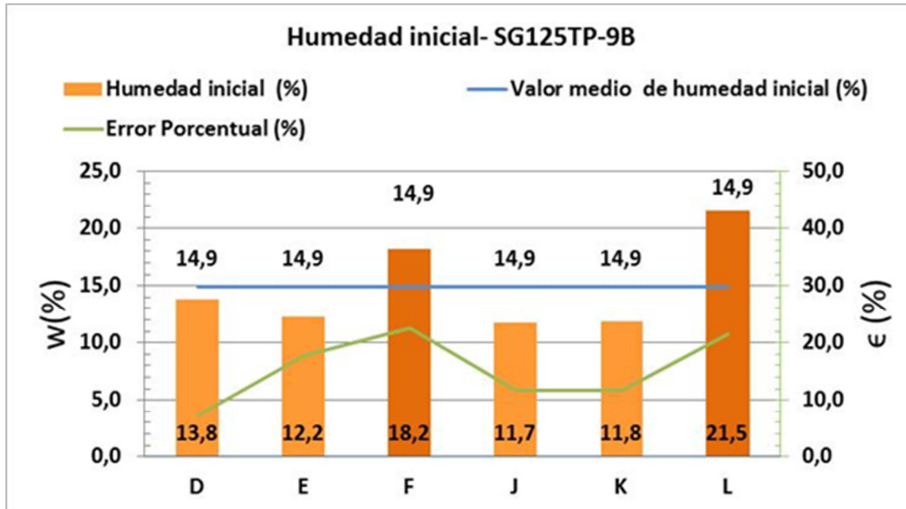


Figura 21: Valores de humedad inicial de las submuestras del testigo SG125_T9

Respecto a la densidad seca, se observa que los valores de las submuestras de SG125_T3 son similares entre sí y su valor medio es de 1,8 g/cm³. Asimismo, los valores de densidad seca son semejantes en el conjunto de muestras 9D, 9E, 9J y 9K y más bajas para las muestras 9F y 9L, como cabe esperar por su mayor humedad.

Respecto al contenido de yeso, los valores de las submuestras pertenecientes al testigo SG125_T3 eran alrededor de 60%. Sin embargo, en el testigo SG125_T9, aunque el promedio del contenido en yeso también estaba en torno a este valor (Tabla I), las submuestras utilizadas para la curva de retención presentaban contenidos diferentes entre sí (sólo determinados en tres de las submuestras), con una de las submuestras (9K) presentando un contenido de yeso particularmente alto.

4.2 Ajuste de las curvas de retención

Las curvas de retención expresadas como grado de saturación frente a succión total (Figura 12 y Figura 14) se ajustaron a algunos de los modelos paramétricos más comunes, para lo que se utilizó el programa de análisis SWRC FIT versión 3, que permite aproximar las curvas a seis modelos (Seki 2007). Después de realizar estas seis aproximaciones para cada curva, se seleccionaron para presentar en este informe el ajuste correspondiente al modelo de van Genuchten (1980), por ser el más frecuentemente utilizado, y el modelo que presentaba el ajuste óptimo para cada curva. Una vez realizado el ajuste de cada modelo, el programa estima tanto los parámetros característicos como el coeficiente de determinación múltiple R^2 y el criterio de información de Akaike AIC. Ambos coeficientes cuantifican la validez del ajuste. Se consideró ajuste óptimo aquél con el R^2 lo más próximo a 1 y el valor de AIC negativo y menor respecto al resto.

Para realizar el ajuste al modelo de van Genuchten se ha utilizado la siguiente ecuación:

$$S_r = S_{lr} + (S_{ls} - S_{lr}) \left[\frac{1}{1 + \left(\frac{s}{P}\right)^{1-\lambda}} \right]^\lambda \quad [6]$$

Donde S_r es el grado de saturación, S_{lr} es el grado de saturación residual, S_{ls} es el grado de saturación máximo, s es la succión, P es un parámetro del material estrechamente vinculado con el valor de entrada de aire (en MPa) y λ es un parámetro que controla la forma de la curva de retención ($0 < \lambda < 1$). La succión en esta ecuación viene dada por la diferencia $P_g - P_l$, siendo P_g la presión de gas en los poros del material, en este caso vapor de agua, y P_l la presión del líquido, en este caso agua, en los poros. Por tanto se refiere a la succión matricial, aunque como en este trabajo se han utilizado succiones totales, los ajustes se han realizado considerando el valor absoluto de la succión total. Los modelos paramétricos de las curvas de retención consideran como variable independiente el valor absoluto de la succión, s , y en este informe también se tiene en cuenta esta suposición.

Por otra parte, la mayoría de los modelos paramétricos, incluido el de van Genuchten, determinan la función dS_r/ds , denominada water capacity function (WCF), que viene dada por la expresión:

$$WCF = \frac{dS_r}{ds} = - \left(\frac{\lambda}{1-\lambda} \right) \frac{(S_{ls} - S_{lr})}{P} \left[1 - S_e^{\frac{1}{\lambda}} \right]^\lambda S_e^{\frac{1}{\lambda}} \quad [7]$$

donde

$$S_e = \frac{S_r - S_{lr}}{S_{ls} - S_{lr}} \quad [8]$$

siendo S_e el grado de saturación efectivo S_e ($0 \leq S_e \leq 1$) que específicamente en el modelo de van Genuchten se define como

$$S_e = \left[\frac{1}{1 + (s/P)^{1-\lambda}} \right]^\lambda \quad [9]$$

La función WCF indica la capacidad de transferir agua al exterior. En cambio, la retención del agua, magnitud que se analiza en este informe, es la resistencia del suelo a desprenderse del agua. Ambas magnitudes son opuestas entre sí. Por tanto, el estudio de la función WCF en los diferentes rangos de succión nos aporta información sobre la capacidad de retención del suelo. La función WCF es en realidad la derivada de S_r , como s siempre se considera positiva (s es el valor absoluto de la succión) en los diferentes modelos paramétricos, la función S_r frente a s es decreciente y así su derivada (la función WCF) es una función negativa.

Kosugi et al. (2002) deducen de la Ec. 6 el punto de inflexión de la curva de retención, S_r frente a succión, y este punto coincide justamente con el mínimo de dS_r/ds y viene dado en el plano (s, S_r) por las coordenadas:

$$s_i = \lambda^{1-\lambda} P \quad [10]$$

$$S_{ri} = S_{lr} + (S_{ls} - S_{lr}) \left[\frac{1}{1+\lambda} \right]^\lambda \quad [11]$$

El subíndice *i* se refiere al punto de inflexión de la curva S_r frente a la succión. Se sustituye la Ec. 10 en la Ec. 7 y se deduce que la función WCF en el punto de inflexión se expresa como:

$$WCF_i = -\left(\frac{\lambda}{1-\lambda}\right)\frac{(S_{Is}-S_{Ir})}{P}\left[1 - \left[\frac{1}{1+\lambda}\right]\right]^\lambda \left[\frac{1}{1+\lambda}\right] \quad [12]$$

Otro parámetro característico de la curva de retención es el valor de la succión a partir del cual el aire empieza a entrar en el macroporo, conocido como valor de entrada de aire, s_{ea} . En general, la curva de retención se suele simplificar de la siguiente forma: la región de saturación que se representa en el plano (s, S_r) como una recta horizontal, $S_r=S_{Is}$, y la curva en la zona intermedia de desaturación se identifica con una recta cuya pendiente es WCF_i y que pasa por el punto de inflexión (s_i, S_{ri}). Previamente se calculan s_i, S_{ri} y WCF_i con las anteriores expresiones y con estos valores se determinan las dos rectas. El punto con variable independiente s_{ea} marca el cambio de la zona de saturación a la intermedia por lo que coincide con el punto de intersección de las rectas anteriores (Kosugi et al. 2002).

Finalmente, puesto que el programa SWRC FIT sólo calcula los parámetros característicos de cada modelo pero no estima las desviaciones de dichos parámetros, se utilizó el programa Origin Pro 8 para calcular dichas desviaciones, para lo que se realizó de nuevo el ajuste a los datos experimentales utilizando los parámetros determinados por SWRC FIT.

4.2.1 Ajuste de las curva de retención del testigo SG125_3

Los valores incluidos en la Tabla III se muestran en la Figura 22 junto al ajuste al modelo de van Genuchten (Ec. 6).

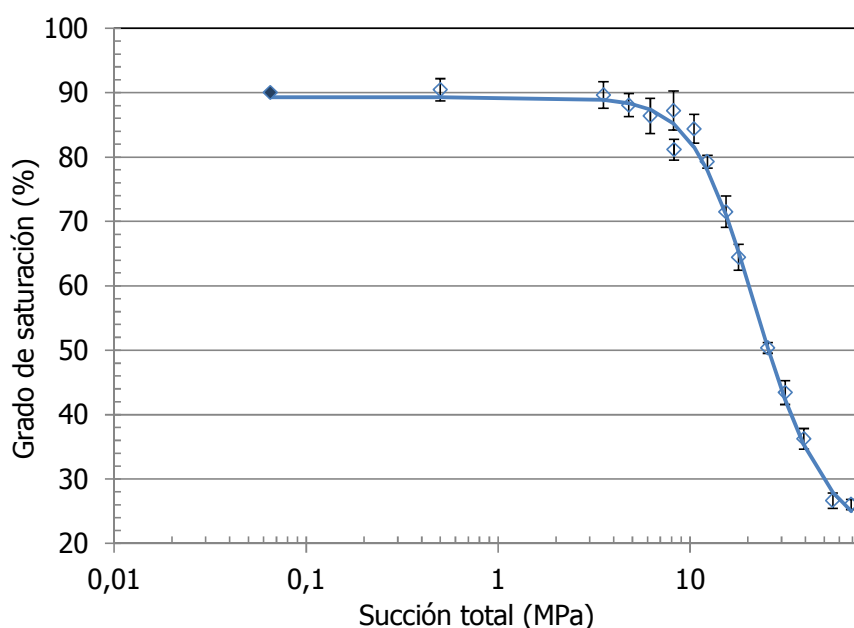


Figura 22: Curva de retención de SG125_T3 y ajuste según el modelo de van Genuchten

La Figura 23 representa el cambio de WCF (Ec. 7) con la succión. En este caso en el que se analiza un ciclo de desecación esta derivada señala la rapidez con la que se pierde el contenido de agua en los poros del suelo. En la zona de saturación y residual el decrecimiento del contenido de volumen de agua es casi nulo conforme aumenta s . Por tanto, dS_r/ds (WCF) es próxima a cero y la retención es máxima. En la zona intermedia de desaturación se incrementa la pérdida de agua y dS_r/ds presenta una disminución y una fuerte caída, que se identifica con el mínimo de dS_r/ds . Es decir, en toda esta zona la retención de agua es muy pequeña.

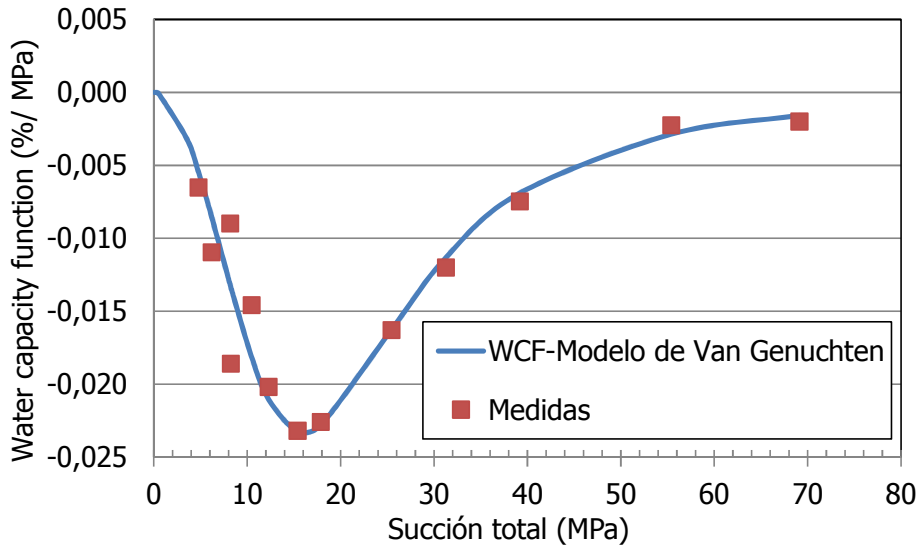


Figura 23: Water capacity function (dS_r/ds) de los resultados experimentales de SG125_T3 y ajuste al modelo de van Genuchten

En las siguientes tablas se muestra la estimación de los parámetros característicos del ajuste según el modelo de van Genuchten y los valores de característicos de las curvas retención s_i , s_{ea} , WCF_i y S_{ri} .

Tabla VIII: Parámetros del ajuste de la curva de retención del testigo SG125_T3 al modelo de van Genuchten y valores característicos de la curva de retención ($R^2=0,9959$ y $AKI=-117,9$)

λ	P (MPa)	S_{lr} (%)	S_{ls} (%)	s_i (MPa)	S_{ri} (%)	WCF_i (%/MPa)	s_{ea} (MPa)
0,65±0,03	18,6±0,6	19±3	89±1	16±1	70±2	-2,4±0,4	8±4

Por otra parte, tras analizar los resultados con el programa SWRC FIT, resultó que el modelo más apropiado era el Durner (1994), según el cual el grado de saturación frente a la succión se ajusta a la siguiente ecuación:

$$S_r = S_{lr} + (S_{ls} - S_{lr}) \left\{ b_1 \left(\frac{1}{1+(A_1 s)^{N_1}} \right)^{1-\frac{1}{N_1}} + (1 - b_1) \left(\frac{1}{1+(A_2 s)^{N_2}} \right)^{1-\frac{1}{N_2}} \right\} \quad [13]$$

Este modelo se aplica a suelos con alto contenido de limos y arcillas. Dichos suelos tienen asociados una distribución de tamaños de poros bimodal. El valor de b_1 es el peso en la distribución al primer modo mientras que $1-b_1$ es el peso del segundo

modo. Si se compara la ecuación anterior con la Ec. 6, se puede observar que la Ec. 13 es el resultado de sumar dos subcurvas de modelo de van Genuchten: una con los parámetros característicos A_1 y N_1 y otra que tiene asociados A_2 y N_2 .

La Tabla IX muestra el valor de la estimación de cada parámetro del modelo de Durner con su desviación. Sólo fue posible realizar de nuevo el ajuste según el modelo de Durner mediante el programa Origin Pro 8 si los parámetros N_1 y b_1 se mantenían fijos, por lo que no se da su desviación. La Figura 24 muestra los datos experimentales y la curva ajustada, junto con la correspondiente al modelo de van Genuchten (Figura 22).

Tabla IX: Parámetros del ajuste de la curva de retención del testigo SG125_T3 al modelo de Durner ($R^2=0,9970$ y $AKI=-116,2$)

A_1 (MPa ⁻¹)	A_2 (MPa ⁻¹)	N_1	N_2	b_1	S_{lr} (%)	S_{ls} (%)
0,21±0,04	0,051±0,002	12,711 ^a	3,2±0,2	0,0499 ^a	22±2	90±1

^a parámetro fijo

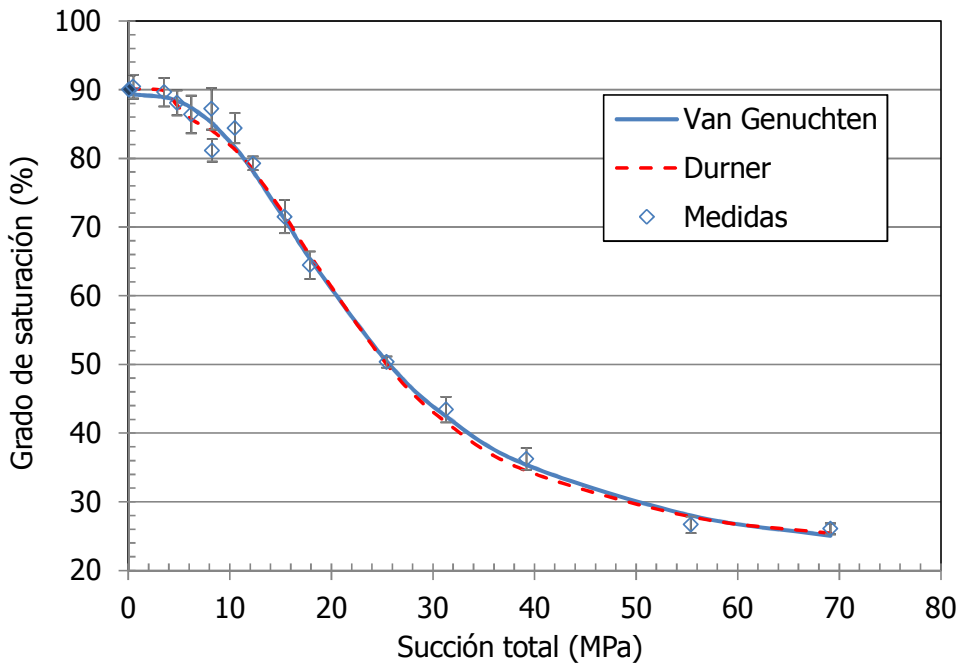


Figura 24: Curva de retención de SG125_T3 y ajustes según los modelos de Durner y van Genuchten

Se observa que la curva del ajuste según el modelo de Durner tiene una ondulación cuando la succión es menor de 8 MPa. Precisamente en esta zona las desviaciones de la curva conforme al modelo de Durner respecto a los valores experimentales son menores que las de la curva del modelo de van Genuchten. Por otra parte, una diferencia entre ambos modelos es el número de modos. La distribución de tamaños de poros asociados al suelo según el modelo de van Genuchten tiene un único modo, mientras que la distribución conforme al modelo de Durner asume dos modos de tamaños asociados a dos succiones para las que el drenaje es máximo. Por esta razón, la curva de retención conforme al modelo de Durner a succiones inferiores a 9 MPa disminuye porque en ese momento actúa el punto de inflexión del modo asociado a succiones más bajas y luego sube y sigue con un perfil semejante a la curva de van

Genuchten. A succiones entre 10 MPa y 30 MPa se encuentra el segundo punto de inflexión y el modelo de van Genuchten también permite estimarlo. Los modos de la distribución de tamaños de poros se señalarán en el apartado 4.3.

4.2.2 Ajuste de las curvas de retención del testigo SG125_T9

Como se indicó, se han determinado dos curvas de retención diferentes para las muestras del testigo SG125_T9, una de ellas a partir de los resultados de las submuestras 9D, 9E, 9J y 9K (menor humedad inicial) y la otra a partir de las submuestras 9F y 9L (mayor humedad inicial).

Los resultados de la aproximación al modelo de van Genuchten se muestran en la Tabla X y Tabla XI para los dos tipos de muestra y las curvas ajustadas se muestran junto a los resultados experimentales en la Figura 25. La Figura 26 muestra la función de capacidad de agua para los dos tipos de muestras obtenida según se ha descrito previamente.

Tabla X: Parámetros del ajuste de la curva de retención del testigo SG125_T9 (menor humedad) al modelo de van Genuchten y valores característicos de la curva de retención ($R^2=0,9954$ y $AKI=-118,5$)

λ	P (MPa)	S_{lr} (%)	S_{ls} (%)	s_i (MPa)	S_{ri} (%)	WCF_i (%/MPa)	s_{ea} (MPa)
0,55±0,04	12,5±0,7	8±4	78±1	9,5±1,0	63±3	-2,5±0,6	3,5 ±3,8

Tabla XI: Parámetros del ajuste de la curva de retención del testigo SG125_T9 (mayor humedad) al modelo de van Genuchten y valores característicos de la curva de retención ($R^2=0,9971$ y $AKI=-110,6$)

λ	P (MPa)	S_{lr} (%)	S_{ls} (%)	s_i (MPa)	S_{ri} (%)	WCF_i (%/MPa)	s_{ea} (MPa)
0,68±0,04	12,6±0,5	23±4	83±1	11,3±0,5	66±2	-3±1	5,2±3,7

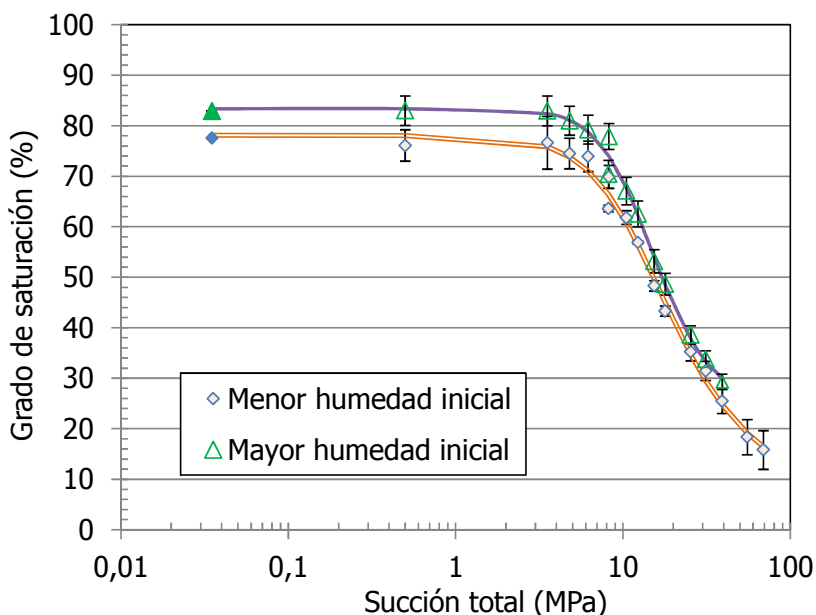


Figura 25: Curvas de retención de SG125_T9 y ajuste según el modelo de van Genuchten

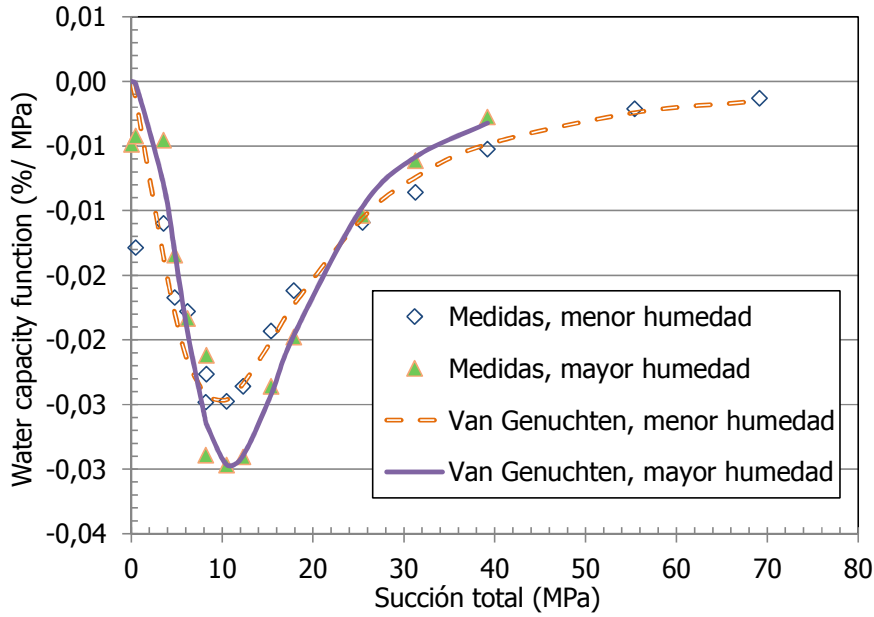


Figura 26: Water capacity function (dS_r/ds) de los dos tipos de muestra en SG125_T9 y ajuste al modelo de van Genuchten

Por otra parte, el ajuste óptimo para la curva de las muestras de menor humedad inicial correspondió también al modelo de van Genuchten que se acaba de mostrar, mientras que para las muestras de mayor humedad (9L, 9F) el ajuste óptimo correspondió al modelo de Fredlund & Xing (1994):

$$S_r = S_{lr} + (S_{ls} - S_{lr}) \left[\frac{1}{\ln(e + (\frac{s}{s_i})^N)} \right]^M \tag{14}$$

donde *M* regula la inclinación de la curva en el rango de succiones elevadas, *N* gradúa la forma de la curva cuando la succión se aproxima a *s_{ea}* y *s_i* coincide con el valor de la succión asociada al punto de inflexión de la curva de retención.

En este ajuste la función WCF en el punto de inflexión se expresa como:

$$WCF_i = - \left(\frac{N \cdot M}{e+1} \right) \frac{(S_{ls} - S_{lr})}{(\ln(e+1))^{M+1}} \tag{15}$$

Los parámetros de estos ajustes se muestran en la Tabla XII y la curva ajustada junto con los resultados experimentales se muestra en la Figura 27.

Tabla XII: Parámetros del ajuste de la curva de retención del testigo SG125_T9 (mayor humedad) al modelo de Fredlund & Xing (*R*²=0,9978 y AKI=-112,0)

<i>s_i</i> (MPa)	<i>M</i>	<i>N</i>	<i>S_r</i> (%)	<i>S_{ls}</i> (%)	WCF _{<i>i</i>} (%/MPa)	<i>S_{ri}</i> (%)	<i>s_{ea}</i>
10,2±0,2	0,72 ^a	3,1±0,2	9·10 ^{-3 a}	83±1	-3	69	5,3

^a parámetro fijo

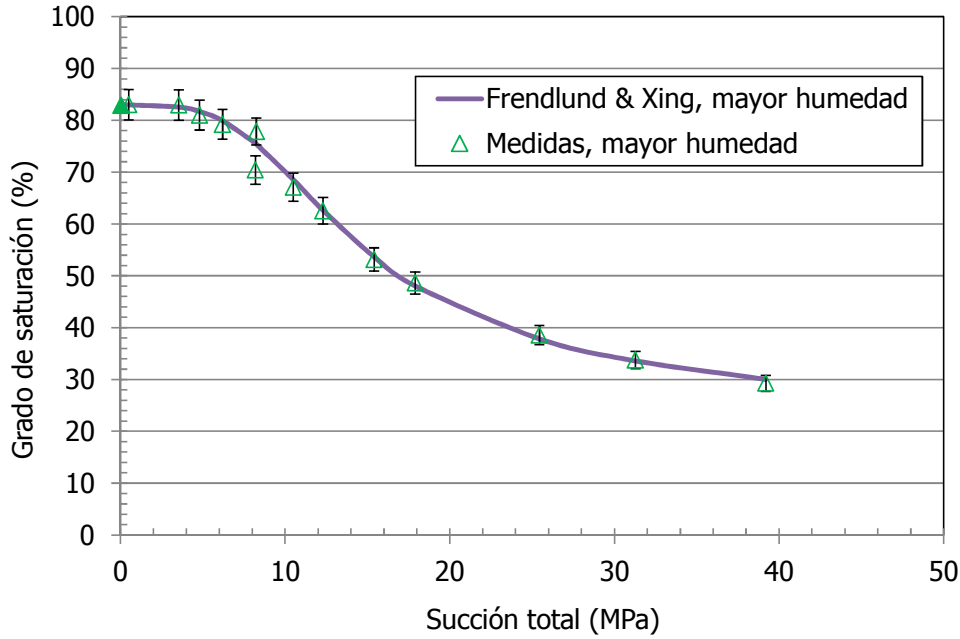


Figura 27: Curvas de retención de SG125_T9 (mayor humedad) y ajuste al modelo de Fredlund y Xing (1994)

Si se comparan las dos aproximaciones determinadas de la curva de retención del testigo SG125_T9 (mayor humedad), se puede apreciar que el valor de s_i es menor en el caso de modelo de Fredlund y Xing. En cambio, los valores de succión en la entrada de aire en los dos modelos son próximos entre sí. La mayor diferencia entre los dos modelos se encuentra en el valor del grado de saturación residual, S_{ir} . En el modelo de Fredlund y Xing, el resultado de S_{ir} es cercano a cero. Esto implica que no habría volumen ocupado por el agua a succiones muy elevadas.

4.3 Relación entre los valores característicos de la curva de retención y los resultados de la porosimetría

En este apartado se realiza inicialmente un análisis adicional de los resultados de los ensayos de porosimetría descritos en el apartado 3.3 para las muestras de los testigos SG125_T3 inicial y SG125_T9 inicial (mayor humedad) y posteriormente se relacionan dichos resultados con los valores característicos del ajuste de las curvas de retención según el modelo de van Genuchten y con las funciones de distribución de tamaños asociadas a dicho modelo.

En la técnica MIP se registra el volumen de mercurio introducido al variar progresivamente la presión durante la intrusión. En cada variación se pasa de una presión P_j a otra mayor P_{j+1} , es decir, el intervalo de presiones es $P_j < P_{Hg} \leq P_{j+1}$. La ecuación de Washburn (Ec. 4) permite transformar este intervalo de presiones en otro de diámetros, $D_{j+1} \leq D < D_j$, cuyo valor representativo es el valor medio \bar{D}_j .

La frecuencia relativa de tamaños Fr_j asociada al intervalo $D_{j+1} \leq D < D_j$ se calcula dividiendo el incremento de volumen de mercurio introducido al pasar de P_j a P_{j+1} entre el volumen total inyectado de mercurio. La densidad por intervalo resulta de

dividir la frecuencia relativa Fr_j por el ancho del intervalo, $[D_{j+1}, D_j]$ o longitud entre D_{j+1}, D_j .

El histograma de frecuencia relativa de las muestras SG125_T3 inicial y SG125_T9 inicial (mayor humedad) se representa en la Figura 28 y el de la densidad en la Figura 29. El histograma de frecuencia relativa de la muestra SG125_T3 muestra un máximo local de gran altura alrededor de 22 nm mientras el histograma de frecuencia de la muestra SG125_T9 (mayor humedad) tiene dos máximos de menor altura en la misma zona, en torno a 22 nm.

El histograma de frecuencia relativa de la Figura 28 es multimodal por lo que se han determinados los modos asociados al histograma de la frecuencia relativa de tamaños por medio del programa Origin Pro 8. Se ha empleado una función que detecta los picos que actúan como máximos locales en la señal original. Para poder identificar cuáles son los máximos locales predominantes, se ha calculado el cociente entre la altura asociada a cada pico Fr_j y la altura máxima de todos ellos, $Fr_j/Fr_{máx}$. Se ha considerado un modo aquél cuyo valor cumple que $Fr_j/Fr_{máx} \geq 0,1$. En la Tabla XIII y Tabla XIV se muestran los diámetros medios modales \bar{D}_j y los intervalos a los que pertenecen. En dichas tablas también se indica la succión media \bar{s} asociada a \bar{D}_j . Posteriormente se describirá cómo se estima el valor de \bar{s} .

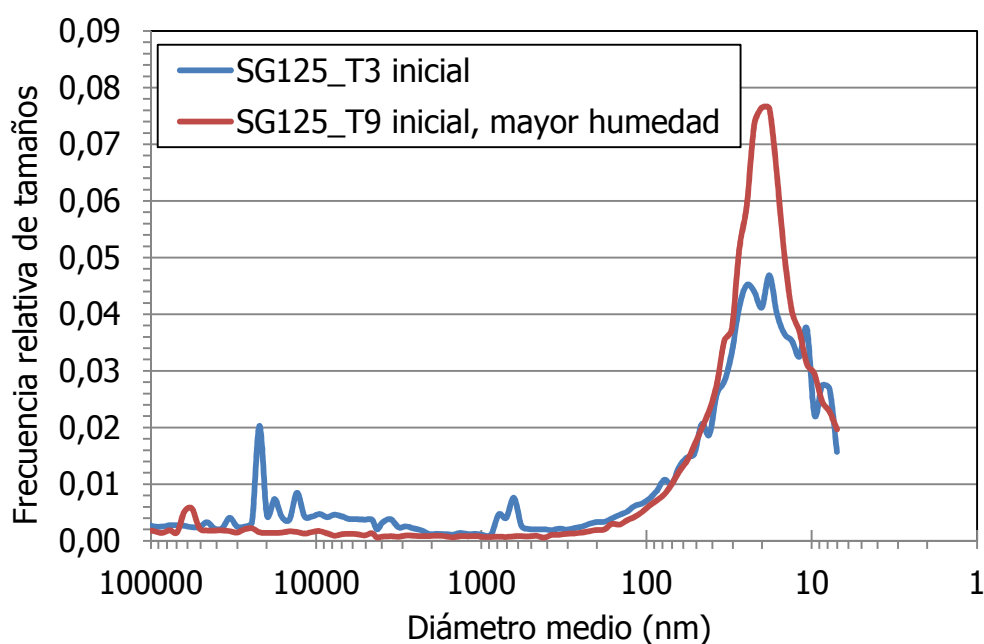


Figura 28: Frecuencia relativa frente al diámetro medio obtenidos por MIP en las muestras SG125_T3 inicial y SG125_T9 inicial (mayor humedad)

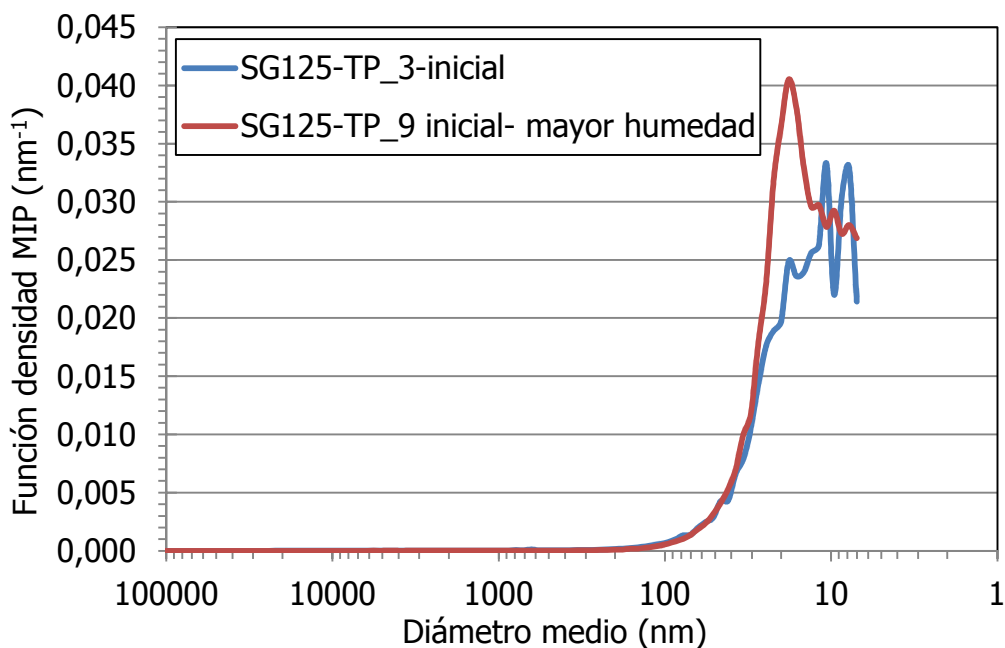


Figura 29: Función densidad frente al diámetro medio obtenidos por MIP en las muestras SG125_T3 inicial y SG125_T9 inicial (mayor humedad)

Tabla XIII: Modos del histograma de frecuencia relativa de tamaños obtenidos por MIP en la muestra SG125_T3 inicial

Fr_j/Fr_{max}	Límite inferior (nm)	$\leq \bar{D}_j < (nm)$	Límite superior (nm)	\bar{s} (MPa)
0,6	8,2	$\leq 8,7 <$	9,1	33,6
0,8	10,1	$\leq 10,7 <$	11,2	27,2
1,0	17,1	$\leq 18,0 <$	19,0	16,1
1,0	23,4	$\leq 24,7 <$	26,0	11,8
0,4	43,8	$\leq 46,2 <$	48,6	6,3
0,2	73,9	$\leq 77,9 <$	82,0	3,7
0,2	601,1	$\leq 634,2 <$	667,3	0,46
0,2	13739,3	$\leq 13039,4 <$	15250,7	0,0223
0,1	16918,1	$\leq 17850,8 <$	18783,5	0,0163
0,4	20861,0	$\leq 22010,7 <$	23160,4	0,0132
0,1	333045,7	$\leq 353088,6 <$	373131,5	0,0008
0,1	450066,5	$\leq 482914,4 <$	515762,4	0,0006

Tabla XIV: Modos del histograma de frecuencia relativa de tamaños obtenidos por MIP de la muestra SG125_T9 inicial (mayor humedad)

Fr_j/Fr_{max}	Límite inferior (nm)	$\leq \bar{D}_j < (nm)$	Límite superior (nm)	\bar{s} (MPa)
0,3	7,4	$\leq 7,8 <$	8,2	37,3
0,4	10,1	$\leq 10,7 <$	11,2	27,2
0,6	12,5	$\leq 13,2 <$	13,9	22,1
1,0	21,1	$\leq 22,2 <$	23,4	13,1
0,6	28,8	$\leq 30,4 <$	32,0	9,6
0,4	35,6	$\leq 37,5 <$	39,5	7,7
0,3	48,6	$\leq 51,3 <$	43,8	5,7
0,1	66,6	$\leq 70,2 <$	73,9	4,1

Por otra parte, al ajustar las curvas de retención al modelo de van Genuchten (Ec. 6) se estiman los parámetros P (vinculado con el valor de entrada de aire a partir del que se empieza a desaturar el suelo, s_{ea}) y la succión en el punto de inflexión, s_i (Ec. 10), para la que se produce la mayor pérdida volumétrica de agua. Puede considerarse que la succión y el diámetro de poro durante el proceso de extracción de agua en una trayectoria de desecación tienen una relación análoga a la que la ecuación de Washburn establece entre presión de inyección y diámetro (Romero 1999):

$$s = \frac{4\gamma_w \cos \theta_w}{D} \tag{16}$$

donde γ_w y θ_w son la tensión superficial de la superficie agua-vapor y el ángulo de contacto entre suelo y agua, respectivamente. Por tanto podría establecerse esta relación entre presión de inyección de mercurio (P_{Hg} , Ec. 4) y succión (s , Ec. 16):

$$P_{Hg} = \frac{\gamma_w \cos \theta_w}{\gamma_{Hg} \cos \theta_{Hg}} \cdot s \tag{17}$$

Considerando un valor de 1 para $\cos \theta_w$, de 0,0727 N/m para γ_w y los valores indicados para estos parámetros en el apartado 2.4 para la intrusión de mercurio, se llega a la siguiente relación, que permite pasar de la presión de intrusión de mercurio P_{Hg} empleada en la técnica MIP a la succión s con la que se extrae el agua en el poro en las curvas de retención:

$$s \simeq 0,1985 P_{Hg} \tag{18}$$

Esta aproximación es válida siempre que el volumen y el diámetro equivalente de los poros se mantengan constantes ante cualquier variación de la presión y que los poros tengan forma cilíndrica en ambos procesos, tanto en la intrusión de Hg como en la extracción de agua durante la desecación.

Los valores de \bar{s} asociados a los diámetros modales presentados en la Tabla XIII y Tabla XIV son el resultado de sustituir los valores \bar{D}_j en la Ec. 16. De este modo se pueden correlacionar los valores de la succión asociados a los diámetros modales.

En la Tabla XV y Tabla XVI se muestran los valores medios de los parámetros P , s_i y s_{ea} que son resultado del ajuste de las curvas de retención según el modelo de van Genuchten (tomados de la Tabla VIII y Tabla XI) para las muestras SG125_T3 inicial y SG125_T9 inicial (mayor humedad). Con el fin de mostrar que existe relación entre estos valores y los valores de \bar{s} asociados a los diámetros modales de los histogramas de frecuencia relativa mostrados en la Tabla XIII y Tabla XIV y obtenidos mediante la técnica MIP, se han seleccionado aquellas succiones \bar{s} asociadas a los diámetros modales \bar{D}_j , cuyos valores están dentro de los intervalos de P , s_i y s_{ea} .

Se observa que la succión s_i para la que tiene lugar la máxima transferencia de agua, coincide con un máximo local o diámetro modal del histograma de frecuencia relativa en ambas muestras ($Fr_j/Fr_{max}=1$). Los valores \bar{s} asociados a los diámetros modales que se encuentran dentro de los intervalos de s_{ea} y que además tienen frecuencias Fr_j/Fr_{max} más elevadas ($Fr_j/Fr_{max} \geq 0,1$), son aquellos valores más próximos a los límites superiores del intervalo de s_{ea} , es decir, a succiones más cercanas a la zona de desaturación donde hay mayor disminución de agua. Esto ocurre para las dos muestras.

No se ha podido establecer ninguna relación con los valores \bar{s} de SG125_T3 inicial {34, 27} y los de SG125_T9 inicial (mayor humedad) {37, 27, 22} obtenidos por MIP (Tabla XIII y Tabla XIV) y los obtenidos a partir de la curva de retención.

Tabla XV: Comparativa entre los parámetros del ajuste de la curva de retención y las succiones asociadas a los diámetros modales del histograma de frecuencia relativa de la muestra SG125_T3 inicial

Parámetro	Curva de retención		MIP	
	(MPa)	D (nm)	\bar{s} (MPa)	Fr_j/Fr_{max}
P	19±1	16	(^a)	(^a)
s_i	16±1	18	16	1
s_{ea}	8±4	36	{12; 6; 4}	{1; 0,4; 0,2}

(^a) no hay valores coincidentes

Tabla XVI: Comparativa entre los parámetros del ajuste de la curva de retención y las succiones asociadas a los diámetros modales del histograma de frecuencia relativa de la muestra SG125_T9 inicial

Parámetro	Curva de retención		MIP	
	(MPa)	D (nm)	\bar{s} (MPa)	Fr_j/Fr_{max}
P	13±1	23	13	1,0
s_i	11±1	26	10	0,6
s_{ea}	5±4	56	{8; 6; 4}	{0,4; 0,3; 0,1}

Los diferentes modelos que representan la curva de retención como grado de saturación frente a la succión indican que el volumen relativo de poros llenos de agua, definido como S_r/S_s se puede interpretar como una función distribución de los poros

respecto a la variable succión. En el caso particular del modelo de van Genuchten, la función distribución viene dada por (siempre que se trate de succiones capilares):

$$\frac{S_r}{S_{ls}} = \frac{S_{lr}}{S_{ls}} + \frac{(S_{ls} - S_{lr})}{S_{ls}} \left[\frac{1}{1 + \left(\frac{s}{P}\right)^{1-\lambda}} \right]^\lambda \quad [19]$$

La expresión anterior es válida siempre que se cumpla la ley de Washburn, es decir, que se trate de succiones capilares.

A esta función distribución le corresponde una función densidad $f(s)$. El producto $f(s) \cdot ds$ es el volumen relativo de agua que reduce cuando se varía la succión desde s a $s+ds$.

Para el rango $s_{ea} \leq s < s_r$ Fredlund & Xing (1994) señalan esta función como:

$$f(s) = \frac{(S_{ls} - S_{lr})}{P \cdot S_{ls}} \frac{\lambda}{1-\lambda} \frac{\left(\frac{s}{P}\right)^{\frac{\lambda}{1-\lambda}}}{\left(1 + \left(\frac{s}{P}\right)^{\frac{1}{1-\lambda}}\right)^{\lambda+1}} \quad [20]$$

donde s_r es la succión que le corresponde al valor de grado de saturación residual S_{lr} . Por tanto, el volumen de agua que se reduce cuando la succión llega a s_r está dado por:

$$\frac{S_r}{S_{ls}}(s) = \int_s^{s_r} f(s) ds \quad [21]$$

Otra función distribución asociada a la variable diámetro D es el producto $g(D) \cdot dD$, que es el volumen relativo de los poros de agua con diámetro comprendido entre D y $D+dD$, siendo $g(D)$ la función densidad (Fredlund & Xing 1994). Se puede expresar el contenido volumétrico de agua como:

$$\frac{S_r}{S_{ls}}(D) = \int_{D_r}^D g(D) dD \quad [22]$$

Donde D_r es el diámetro mínimo del poro lleno de agua. Se establece como diámetro mínimo ya que es el valor más pequeño en el que se cumple la ley de Washburn. Esta última integral se identifica como la probabilidad de encontrar poros llenos de agua con diámetro dentro del intervalo $[D_r, D]$.

Por tanto, $f(s)$ es la función densidad en el espacio de succiones y $g(D)$ es la función densidad en el espacio de diámetros. La primera representa la probabilidad de encontrar un poro con agua a una succión s y la segunda, con un diámetro D .

A partir de la Ec. 16, se deducen los diámetros asociados a las succiones s_{ea} y s_r , que serían D_{ea} y D_r , respectivamente. Para el diámetro D_{ea} se supone que se alcanza la zona de saturación y se cumple que el grado de saturación S_r se aproxima al grado de saturación máximo S_{lr} .

Al igualar las Ecuaciones 21 y 22, se obtiene la Ec. 23, y de ella la Ec. 24 (Kosugi et al. 2002):

$$\frac{(S_{Is}-S_{Itr})}{S_{Is}} = \int_{S_{ea}}^{S_r} f(s)ds = \int_{D_r}^{D_{ea}} g(D)dD \quad [23]$$

$$g(D) \frac{dD}{ds} = f(s) \quad [24]$$

De la ecuaciones 20 y 24 se deduce la función densidad respecto a la variable D según el modelo de van Genuchten, dada por:

$$g(D) = \frac{(S_{Is}-S_{Itr})}{D \cdot S_{Is}} \frac{\lambda}{1-\lambda} \frac{\left(\frac{D_p}{D}\right)^{\frac{1}{1-\lambda}}}{\left(1+\left(\frac{D_p}{D}\right)^{\frac{1}{1-\lambda}}\right)^{\lambda+1}} \quad [25]$$

donde D_p es el diámetro asociado a P . La expresión es válida en el intervalo $D_r \leq D \leq D_{ea}$.

Por una parte, el máximo de la función $f(s)$ (Ec. 20) está asociado a s_i que es la succión en la que tiene lugar la mayor disminución de agua (Ec. 10). Mediante la Ec. 16 se calcula el diámetro D_i asociado a esta succión y que teóricamente es aquél en el que el grado de interconexión entre los canales que forman la red de poros es muy elevado, lo que permite una mayor transferencia de agua. Por otra parte, la función densidad de distribución de tamaño $g(D)$ (Ec. 25) alcanza su máximo en D_0 (Ec. 29), que a su vez tiene asociada la succión s_0 (Ec. 30).

$$D_0 = \frac{4\gamma_w \cos \theta_w}{P} \left(\frac{2\lambda-1}{2-\lambda}\right)^{1-\lambda} \quad [26]$$

$$s_0 = P \left(\frac{2-\lambda}{2\lambda-1}\right)^{1-\lambda} \quad [27]$$

Estos valores se muestran en la Tabla XVI para las dos muestras analizadas. Se han incluido también los valores de succión deducidos de la Figura 28 (Tabla XIII y Tabla XIV) que se encuentran dentro del intervalo de s_0 . Son precisamente los valores de \bar{s} asociados a los diámetros modales que no se podían relacionar con los intervalos de succiones P , s_i y s_{ea} de la Tabla XV y Tabla XVI. Esto implicaría que en realidad están relacionados con el valor máximo s_0 .

Tabla XVII: Comparativa entre los parámetros del ajuste de la curva de retención y los diámetros modales del histograma de frecuencia relativa

Muestra	Curva de retención		MIP	
	s_0 (MPa)	D_0 (nm)	\bar{s} (MPa)	Fr_i/Fr_{max}
SG125_T3	31±4	8,4	{34; 27}	{0,6; 0,8}
SG125_T9 mayor humedad	21±4	13,8	22	0,6

En la Figura 30 y Figura 31 se representa la función densidad MIP de las muestras SG125_T3 inicial y SG125_T9 inicial (mayor humedad) frente a la función densidad $g(D)$ del ajuste según el modelo de van Genuchten a las curvas de retención de dichos

testigos (Tabla VIII, Tabla XI). Los puntos de la función densidad MIP se asocian a barras horizontales cuya longitud marca el ancho del intervalo $[D_{j+1}, D_j]$.

El límite máximo de la escala horizontal de estas Figuras se ha establecido teniendo en cuenta que el diámetro máximo en el que la función $g(D)$ está definida es D_{ea} (Ec. 25), diámetro correspondiente a la succión s_{ea} . Considerando los intervalos de esta succión mostrados en la Tabla XV y Tabla XVI, se han estimado mediante la Ec. 16 los intervalos equivalentes de diámetros D_{ea} , que son, en nm, $[24, 72]$ y $[29, 210]$ para SG125_T3 y SG125_T9 (mayor humedad), respectivamente. Para diámetros mayores al límite máximo de estos intervalos el cálculo de $g(D)$ no sería válido, ya que la función está definida en el intervalo $D_r \leq D \leq D_{ea}$. Consecuentemente se ha limitado la representación de $g(D)$ a diámetros inferiores a dicho límite.

Las alturas de ambas funciones no son comparables, ya que ambas evalúan fenómenos distintos. La altura de función densidad MIP se identifica con el volumen introducido de mercurio a distintos escalones de presión, mientras que la altura de $g(D)$ señala la variación de volumen de agua dada por S_r/S_{is} en cada cambio de succión. Sin embargo, los diámetros donde ambas funciones presentan grandes variaciones, como los diámetros modales, sí deberían ser comparables, puesto que se considera que el volumen y el diámetro equivalente de los poros se mantienen constantes ante cualquier variación de la presión tanto en la intrusión de mercurio como en la extracción de agua durante la desecación. Por consiguiente, los perfiles de ambas curvas tendrían que ser semejantes.

Para la muestra SG125_T9 (Figura 31) la forma de ambas funciones densidad es similar, pero el máximo de $g(D)$ está desplazado hacia los diámetros menores. Para diámetros mayores a un valor en torno a 70 nm los perfiles de ambas funciones son semejantes. En cambio, para la muestra SG125_T3 (Figura 30) la función $g(D)$ se acopla al perfil a diámetros pequeños, pero no así para tamaños grandes.

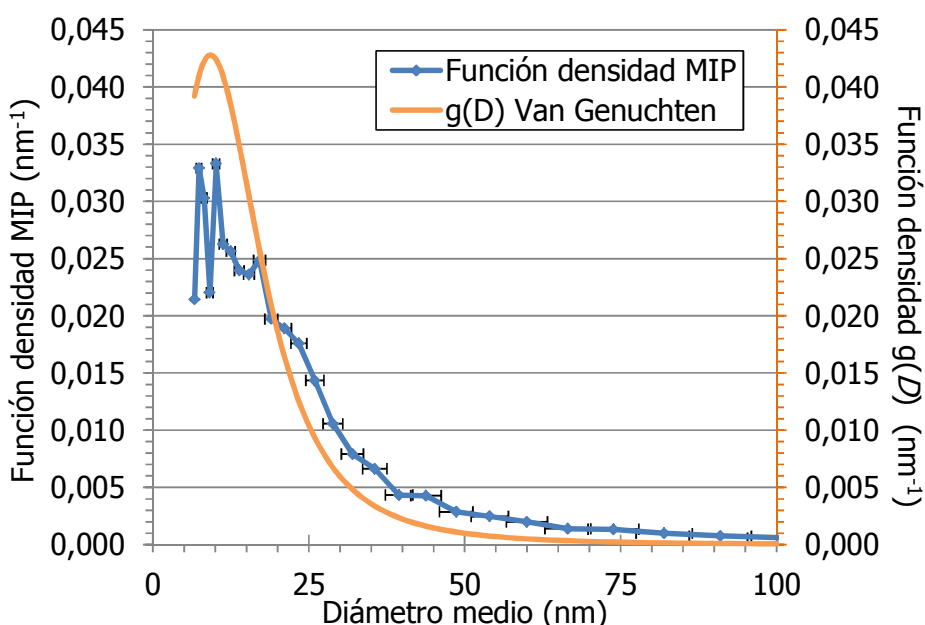


Figura 30: Representación de la función densidad MIP de SG125_T3 inicial y la función densidad $g(D)$ del ajuste según el modelo de van Genuchten

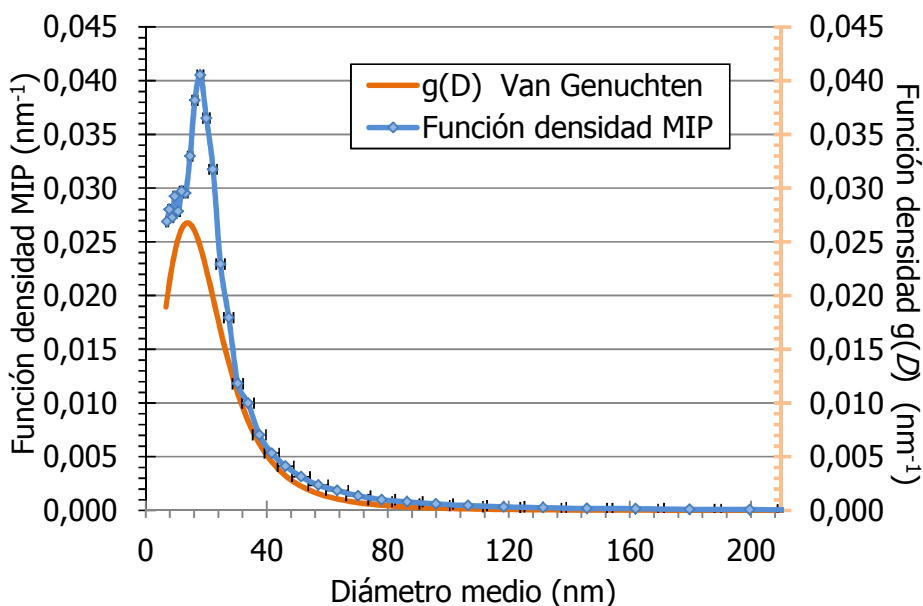


Figura 31: Representación de la función densidad MIP de SG125_T9 inicial (mayor humedad) y la función densidad $g(D)$ del ajuste según el modelo de van Genuchten

Se han calculado los máximos locales del histograma de la función densidad MIP (Figura 29) para ambos testigos y los resultados se muestran en la Tabla XVIII.

Tabla XVIII: Modos del histograma de densidad de tamaños resultados de aplicar MIP

Muestra	Fr_j/Fr_{max}	\bar{D}_j (nm)	\bar{s} (MPa)	s_0 (MPa)	D_0 (nm)
SG125_T3	1,0	10,1≤10,7<11,2	27	31	8,4
	0,8	17,1≤18,0<19,0	16		
SG125_T9 mayor humedad	0,7	9,1≤9,6<10,1	30	21	13,8
	0,7	11,2≤11,9<12,5	25		
	1,0	17,1≤18,0<19,0	16		

Se observa que para la muestra SG125_T3 la succión 27 MPa es próxima a s_0 (31 MPa) y el valor de 16 MPa es igual a \bar{s}_i (Tabla XV). Para la muestra SG125_T9 no hay ningún valor de \bar{s} que se aproxime a la succión donde tiene lugar la mayor reducción de contenido de agua \bar{s}_i (11 MPa, Tabla XVI).

Por otra parte, se ha determinado la media de los valores de \bar{D}_j para la muestra SG125_T9 (9,6; 11,9; 18,0 nm) sin tener en cuenta los alturas de cada pico (Fr_j/Fr_{max}). La media es de 13,2 nm, próxima al valor teórico de D_0 , 13,8 nm. Simms & Yanful (2001) y Zhou et al. (2010) indican que la función densidad es multimodal y el pico más sobresaliente suele ser resultado de la superposición de otros. Las alturas de los picos asociados a los valores de \bar{D}_j 9,6 nm y 11,9 nm son más pequeñas que la altura asociada a 18,0 nm (Figura 31). Esta discrepancia podría explicarse por la existencia de numerosos poros atrapados con una entrada de tamaño menor a su diámetro interno,

el efecto llamado “cuello de botella” (ink-bottle pores). Estos poros sólo se llenan de mercurio para presiones suficientemente grandes como para acceder a diámetros de poro del tamaño del canal de menor diámetro con el que el poro se comunica con el exterior (cuello de botella). Por tanto, sobrepasada esta presión el volumen de mercurio introducido en la muestra es elevado y en el registro de volúmenes de mercurio por diámetro habrá mayor contribución en la zona de los poros con diámetros pequeños aunque en realidad se trata de poros mayores. El exceso de volumen de intrusión debería realmente situarse en la zona de poros con diámetros más grandes, aunque aparezca en la zona de diámetros pequeños. Los resultados indican que el volumen introducido asociado a \overline{D}_j con valor de 18 nm es elevado en la muestra SG125_T9 (mayor humedad) y podría ser consecuencia de este efecto.

5 Resumen y conclusiones

Se ha realizado la caracterización básica de una serie de testigos obtenidos en la Fase 3 de perforación realizada en el ATC de Villar de Cañas, provenientes de los sondeos SG120, SG121, SG122 y SG127. Dicha caracterización ha consistido en la determinación de la densidad seca, humedad, densidad de partículas sólidas, cuantificación aproximada del contenido de yeso y medida de la succión con psicrómetros. Estos resultados se muestran en la Tabla I.

Además, y como objetivo fundamental de este trabajo, se ha determinado la curva de retención en muestras tomadas de los testigos SG125_T3 y SG125_T9, correspondientes a los litotipos LBSmic y YB-A (pasada lutítica), respectivamente. El testigo T9 presentaba una gran variabilidad, y se han distinguido dos tipos de muestras procedentes de él: unas de mayor humedad y menor densidad seca (18%, 1,63 g/cm³), y otras de menor humedad y mayor densidad seca (13%, 1,78 g/cm³). Se ha determinado también la distribución de tamaños de poros de estas muestras mediante porosimetría por intrusión de mercurio (MIP), y los resultados obtenidos se han correlacionado con las curvas de retención.

Para la determinación de las curvas de retención se ha utilizado la técnica de transferencia de vapor, utilizando diferentes disoluciones para aplicar succiones totales en desecadores de vacío. Se han seguido trayectorias de secado a partir de las condiciones iniciales de las muestras, que estaban próximas a saturación. Durante el secado las muestras han sufrido cierta retracción que ha supuesto un aumento de densidad seca que se ha cuantificado. El valor de succión inicial de los testigos obtenido mediante medida con psicrómetro encaja bien en las curvas de retención determinadas en los desecadores.

La distribución del tamaño de poros se determinó para una muestra representativa de las condiciones iniciales del testigo SG125_T3 y otra representativa de las condiciones iniciales de las muestras de mayor humedad del testigo SG125_T9. Además, se analizó la distribución porosimétrica de tres muestras al final del proceso de determinación de la curva de retención, es decir, de tres muestras sometidas a succiones progresivamente mayores (por tanto secadas). En todas ellas el tamaño de poros predominante correspondió al rango de los mesoporos (poros de tamaños entre 50 y 7 nm), con modas iniciales alrededor de 20 nm que aumentaron ligeramente como

consecuencia del secado (a valores de 20-27 nm). Las muestras presentaron también un pequeño porcentaje de macroporos (inferior al 30%) de tamaños entre 20 y 120 μm . El proceso de secado conllevó una disminución de porosidad (como consecuencia del aumento de densidad comentado en el párrafo anterior), fundamentalmente de los mesoporos, aumentando también el porcentaje de poros no intruido.

El objetivo de la determinación de curvas de retención es analizar la capacidad de retención de agua del material. Las curvas de retención obtenidas se han ajustado a la ecuación de van Genuchten, que es la más comúnmente utilizada, y también a otras ecuaciones que se ajustaban mejor a los datos experimentales. En el caso de las muestras del testigo SG125_T3 el mejor ajuste correspondió al modelo de Durner y en el caso de las muestras de mayor humedad del testigo SG125_T9 al modelo de Fredlung & Xing. Estos ajustes identifican los rangos de succión para los que la capacidad de retención de agua varía significativamente y que corresponden probablemente a zonas de la curva en que los procesos de retención de agua son diferentes. Así por ejemplo, la zona de saturación de la curva de retención es aquella en la que el grado de saturación del material (S_r) es similar al grado de saturación máximo (S_{1s}) y corresponde por tanto al rango de succiones para el que tiene lugar la máxima retención y se extiende hasta la succión de entrada de aire, s_{ea} , que corresponde al valor de succión a partir del que el aire comienza a entrar en los macroporos. La curva de retención del testigo SG125_T3 presenta el mayor valor de s_{ea} , 8 MPa, mientras que la curva de retención de las muestras de menor humedad del testigo SG125_T9 tiene asociado el menor s_{ea} , 3,5 MPa. Esto indicaría que las muestras del testigo SG125_T3 permanecerían con un grado de saturación mayor en un rango más amplio de succiones que las del testigo SG125_T9, lo que concuerda bien con las características de mayor plasticidad del litotipo LBSmic respecto al YB-A. Los grados de saturación máximos resultantes de los ajustes son del 90% para el testigo SG125_T3 y en torno a 80% para las muestras del testigo SG125_T9.

Las curvas presentan también un punto de inflexión que es la succión a la que se produce la mayor pérdida de volumen de agua. En el caso de la curva de retención del testigo SG125_T3 la mayor pérdida tiene lugar a 16 MPa de succión. En cambio, en las dos curvas de retención asociadas al testigo SG125_T9 la disminución se sitúa alrededor de 10 MPa. La rapidez con la que se reduce el contenido de agua alrededor del punto (s_i , S_{ii}) es de 3 %/MPa en las dos curvas asociadas al testigo SG125_T9 y ligeramente menor para el SG125_T3 (2%).

Aunque las succiones aplicadas en este trabajo han sido succiones totales, se ha realizado un análisis de las curvas considerando que el proceso de retención de agua ha sido puramente capilar, lo que ha permitido calcular los diámetros de poros llenos de agua asociados a cada succión y también realizar una comparativa entre las curvas de retención y las curvas porosimétricas obtenidas por MIP. El interés de este análisis comparativo radica en que la determinación de las curvas de retención de estos materiales requiere varios meses de ensayo, mientras que el análisis MIP de una muestra se realiza en un solo día, por lo que se considera de gran utilidad poder deducir la curva de retención a partir de la curva porosimétrica. Esta comparativa ha permitido establecer una buena relación entre ambos tipos de curvas en cuanto a los diámetros de poros predominantes en los materiales.

Con anterioridad al trabajo aquí presentado se determinaron las curvas de retención de testigos del sondeo de la fase 2 SG10C (Villar & Campos 2016). La Tabla XIX muestra un resumen de las características de los testigos del ATC de las fases 2 y 3 utilizados para determinar la curva de retención. Las muestras del sondeo SG10C pertenecían a la formación Lutitas Superiores de Balanzas, en concreto a los litotipos LBSlut (SG10C_T16), LBSmac (SG10C_T6 y SG10C_T19) y LBSmic (SG10C_T11), aunque la atribución de esta última no es clara. La Tabla muestra también el parámetro *P* del ajuste de van Genuchten, que está positivamente correlacionado con el contenido de yeso ($R^2=0,86$). Las curvas de retención obtenidas en este trabajo y para las muestras del sondeo SG10C (Villar & Campos 2016) se representan en la Figura 32.

La succión inicial de las muestras del testigo SG10C era mayor, lo que puede deberse a la mayor descompresión experimentada al ser extraídas, dada su mayor humedad y plasticidad. Durante el proceso de secado experimentado por las muestras para determinar la curva de retención, las procedentes del sondeo SG125 se resquebrajaban fácilmente, por lo que su mala consistencia no permitió alcanzar succiones tan elevadas como en el caso de las muestras del sondeo SG10C.

Por otra parte, la curva de retención del testigo SG125_T3, perteneciente al litotipo LBSmic se alinea con las de menor capacidad de retención de las del testigo SG10C, y la curva del testigo SG125_T9, perteneciente al litotipo YB-A de la formación Yesos de Balanzas, es la que muestra menor capacidad de retención. Sin embargo, la curva para las muestras del testigo SG125_T9 de mayor humedad es la de mayor capacidad de retención de todos los testigos ensayados, aunque para succiones mayores de 30 MPa converge con la curva del testigo SG10C-T11. La elevada capacidad de retención del testigo SG10C-T11 se atribuyó a que, a pesar de su elevado contenido de yeso respecto al resto de testigos del sondeo SG10C, el mineral de la arcilla predominante en él es la esmectita. Esta podría ser también la razón de la mayor capacidad de retención de las muestras del testigo SG125_T9 de mayor humedad, ya que debe de tratarse de una pasada lutítica dentro de la formación Yesos del Balanzas en la que el mineral predominante probablemente sea la esmectita.

Tabla XIX: Características de los testigos utilizados para determinación de la curva de retención pertenecientes a la Fase 2 (SG10C, Villar & Campos 2016) y Fase 3 (SG125, este trabajo)

Testigo	Litotipo	w (%)	ρ_d (g/cm ³)	S_r (%)	Yeso ^a (%)	ρ_s (g/cm ³)	Succión ^b (kPa)	<i>P</i> (MPa)
SG10C_T6	LBSmac	18,9	1,69	98	45	2,50	0	11,5±0,8
SG10C_T11	LBSmic?	14,6	1,79	72	51	2,80	135	14,4±1,4
SG10C_T16	LBSlut	15,7	1,84	94	37	2,62	415	8,0±0,4
SG10C_T19	LBSmac	16,1	1,80	84	38	2,74	860	8,8±0,5
SG125_T3	LBSmic	14,0	1,90	97	62	2,45	65	18,6 ±0,6
SG125_T9	YB-A	14,8	1,40	96	61	2,54	35	12,5±0,7 12,6±0,5 ^c

^a estimado mediante secado en estufa a 60 y 100°C; ^b medida con psicrómetro; ^c mayor humedad

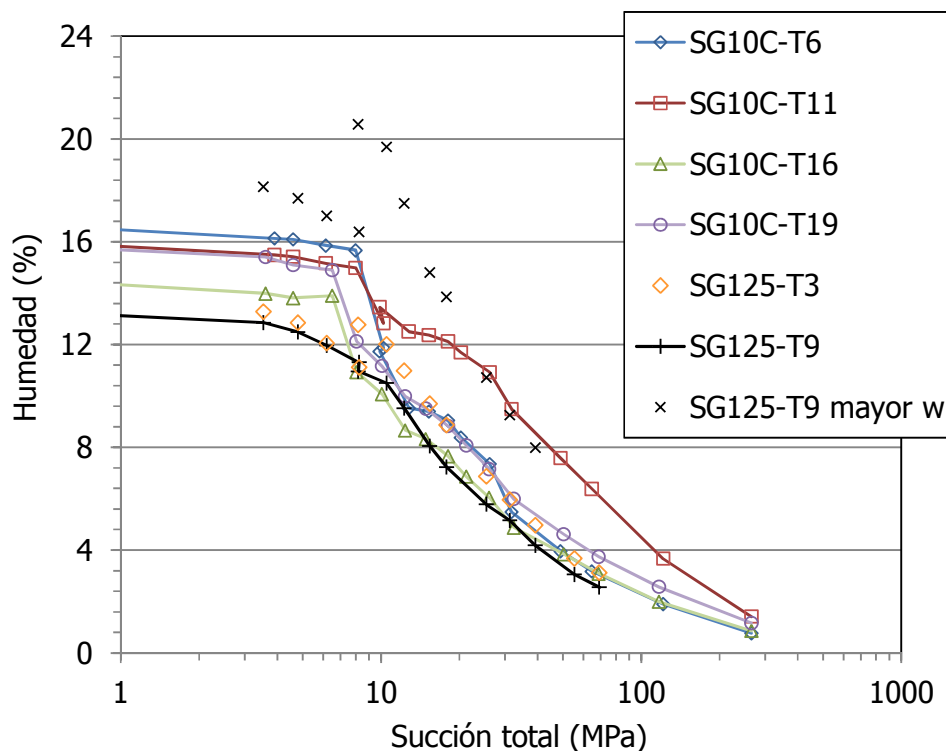


Figura 32: Curvas de retención obtenidas en testigos de los sondeo SG10C (Villar & Campos 2016) y SG125 (este trabajo)

6 Referencias

- Clarke, E.C.W. & Glew, D.N. 1985. Evaluation of the thermodynamic functions for aqueous sodium chloride from equilibrium and calorimetric measurements below 154°C. *J. Phys. Chem. Ref. Data* 14(2): 489-610.
- Durner, W. 1994. Hydraulic conductivity estimation for soils with heterogeneous pore structure. *Water Resour. Res.* 30(2): 211-223.
- Eptisa-Sondeos Peñarroya-AGS. 2016. Caracterización geotécnica dinámica para los estudios de la interacción terreno-estructura de la instalación nuclear en el ATC de Villar de Cañas (Cuenca). REF.: P1513021-EST-GTN-001-Rev. 0.
- Fredlund, D.G., Xing, A. 1994. Equations for the soil-water characteristic curve. *Can.Geotech. J.* 31: 521-532.
- Gmitro, J.I., Vermeulen, T. 1964. Vapour-liquid equilibria for aqueous sulfuric acid. *An I. Ch. E. J.* 10(5): 740-746.
- Kosugi, K., Hopmans, J.W., Dane, J.H. 2002. *Methods of Soil Analysis. Part 4. Physical Methods.* SSSA Book Series, no. 5.
- Lide, D.R. 1995. *CRC Handbook of Chemistry and Physics.* 75th ed. CRC Press.
- Romero, E. 1999. *Characterisation and thermo-hydro-mechanical behaviour of unsaturated Boom-clay: An experimental study.* Ph. D. Thesis, Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona. 405 pp.

- Savitzky, A., Golay, M.J.E. 1964. Smoothing and differentiation of data by simplified least squares procedures. *Analytical Chemistry* 36: 1627-1639.
- Seki, K. 2007. SWRC fit – a nonlinear fitting program with a water retention curve for soils having unimodal and bimodal pore structure. *Hydrol. Earth Syst. Sci. Discuss.* 4: 407–437.
- Simms P.H. & Yanful E. K. 2001. Measurement and estimation of pore shrinkage and pore distribution in a clayey till during soil-water characteristic curve tests. *Can. Geotech. J.* 38 (4): 741-754.
- Sing, K.S.W., Everett, D.H., Haul, R.A.W., Moscou, L., Pierotti, R.A., Rouquérol, J., Siemieniewska, T. 1985. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure & Appl. Chem.* 57(4): 603-619. IUPAC.
- UNE 103-302-94. 1994. Determinación de la densidad relativa de las partículas de un suelo. AENOR. Madrid, 3 pp.
- van Genuchten, M.Th. 1980. A closed-form equation for predicting the hydraulic conductivity of unsaturated soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 44: 892-898.
- Villar, M.V., Campos, G. 2016. ATC: Caracterización básica y termo-hidro-mecánica del sustrato. Curvas de retención de la formación LBS. Informe Técnico CIEMAT/DMA/2G214/4/16. Madrid, 15 pp.
- Villar, M.V., Iglesias, R.J., Campos, G., Gutiérrez, C. 2016. ATC: Caracterización básica y termo-hidro-mecánica del sustrato. Informe Final. Informe Técnico CIEMAT/DMA/2G214/3/16. Madrid, 114 pp.
- Zhou, J., Ye, G., van Breugel, K. 2010. Characterization of pore structure in cement-based materials using pressurization–depressurization cycling mercury intrusion porosimetry (PDC-MIP). *Cement and Concrete Research* 40 (7): 1120-1128.