



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

CARACTERIZACIÓN Y COMPARACIÓN DE LA DESHIDRATACIÓN DEL YESO (SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO) DE DOS GRADOS DIFERENTES DE PUREZA MEDIANTE UN ANÁLISIS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA) Y DE DENSIDAD (ASTM C 188-95) A NIVEL LABORATORIO

José Pablo Ramos Lemus

Asesorado por la Inga. Adela María Marroquín González

Guatemala, noviembre de 2018

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

CARACTERIZACIÓN Y COMPARACIÓN DE LA DESHIDRATACIÓN DEL YESO (SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO) DE DOS GRADOS DIFERENTES DE PUREZA MEDIANTE UN ANÁLISIS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA) Y DE DENSIDAD (ASTM C 188-95) A NIVEL LABORATORIO

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

JOSÉ PABLO RAMOS LEMUS

ASESORADO POR LA INGA. ADELA MARÍA MARROQUÍN GONZÁLEZ

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2018

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL I	Ing. Angel Roberto Sic García
VOCAL II	Ing. Pablo Christian de León Rodríguez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Oscar Humberto Galicia Nuñez
VOCAL V	Br. Carlos Enrique Gómez Donis
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl de León de Paz
EXAMINADORA	Inga. Adela María Marroquín González
EXAMINADORA	Inga. Cynthia Patricia Ortiz Quiroa
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

CARACTERIZACIÓN Y COMPARACIÓN DE LA DESHIDRATACIÓN DEL YESO (SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO) DE DOS GRADOS DIFERENTES DE PUREZA MEDIANTE UN ANÁLISIS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA) Y DE DENSIDAD (ASTM C 188-95) A NIVEL LABORATORIO

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 1 de junio de 2016.

José Pablo Ramos Lemus

Guatemala, 8 de julio del 2018

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Respetable Ingeniero Wong Davi


Esperando que tenga éxitos en sus actividades laborales, por este medio hago de su conocimiento que, en mi calidad de asesora del trabajo de graduación del estudiante de la carrera de Ingeniería Química **JOSÉ PABLO RAMOS LEMUS** quien se identifica con DPI 2286985450101 y registro académico número **201213209**, he revisado el Informe Final de Trabajo de Graduación, titulado:

CARACTERIZACIÓN Y COMPARACIÓN DE LA DESHIDRATACIÓN DEL YESO (SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO) DE DOS GRADOS DIFERENTES DE PUREZA MEDIANTE UN ANÁLISIS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA) Y DE DENSIDAD (ASTM C 188-95) A NIVEL LABORATORIO

Por lo que considero que el presente informe cumple con los requisitos necesarios para ser presentado ante las autoridades de la Escuela de Ingeniería Química y lo doy **por aprobado**. Dejo a su consideración que el estudiante **RAMOS LEMUS** continúe con los trámites pertinentes para la defensa y aprobación del mismo ante la terna evaluadora y su persona.

Sin otro particular me despido de usted,

Atentamente,


Ingeniera Química Adela María Marroquín González
Asesora de Trabajo de Graduación
Colegiado No. 1446
Adela María Marroquín González
Ingeniera Química Col. No. 1446



USAC
TRICENTENARIA
Universidad de San Carlos de Guatemala

FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Edificio T-5, Ciudad Universitaria, Zona 12, Guatemala, Centroamérica
EIQD-REG-TG-008

Guatemala, 19 de septiembre de 2018.
Ref. EIQ.TG-IF.043.2018.

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Wong:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo **016-2016** le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN
-Modalidad Seminario de Investigación-

Solicitado por el estudiante universitario: **José Pablo Ramos Lemus.**
Identificado con número de carné: **2286 98545 0101.**
Identificado con registro académico: **2012-13209.**
Previo a optar al título de **INGENIERO QUÍMICO.**

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

CARACTERIZACIÓN Y COMPARACIÓN DE LA DESHIDRATACIÓN DEL YESO (SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO) DE DOS GRADOS DIFERENTES DE PUREZA MEDIANTE UN ANÁLISIS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA) Y DE DENSIDAD (ASTM C 188-95) A NIVEL LABORATORIO

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por la Ingeniera Química: **Adela María Marroquín González.**

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑADA A TODOS"

Ing. César Alfonso García Guerra
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo



Asociación Centroamericana de Asesoramiento en Ingeniería de Alimentos y Alimentos



Formando Ingenieros Químicos en Guatemala desde 1939



USAC
TRICENTENARIA
Universidad de San Carlos de Guatemala

FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Edificio T-5, Ciudad Universitaria, Zona 12, Guatemala, Centroamérica
EIQD-REG-SG-004

Ref.EIQ.TG.041.2018

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del (la) estudiante, **JOSÉ PABLO RAMOS LEMUS** titulado: **"CARACTERIZACIÓN Y COMPARACIÓN DE LA DESHIDRATACIÓN DEL YESO (SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO) DE DOS GRADOS DIFERENTES DE PUREZA MEDIANTE UN ANÁLISIS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA) Y DE DENSIDAD (ASTM C 188-95) A NIVEL LABORATORIO"**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Carlos Salvador Wong Davi
Director

Escuela de Ingeniería Química
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
DIRECTOR

Guatemala, noviembre de 2018

Cc: Archivo
CSWD/ale



Los primeros Ingenieros Químicos en Guatemala desde 1939

Universidad de San Carlos
de Guatemala




Facultad de Ingeniería
Decanato

DTG. 519.2018

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: **CARACTERIZACIÓN Y COMPARACIÓN DE LA DESHIDRATACIÓN DEL YESO (SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO) DE DOS GRADOS DIFERENTES DE PUREZA MEDIANTE UN ANÁLISIS DE TERMOGRAVIMETRÍA (TGA) Y DE DENSIDAD (ASTM C 188-95) A NIVEL LABORATORIO**, presentado el estudiante universitario: **José Pablo Ramos Lemus**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
Decano,

Guatemala, noviembre de 2018

/gdech



ACTO QUE DEDICO A:

- Dios** Por cada bendición que me ha proporcionado en el transcurso de mi carrera y porque me permite finalizar esta etapa tan importante en mi vida.
- Mi madre** Alba Luz Lemus Cruz, quien ha sido mi fuerza e inspiración en cada momento. Un gran ejemplo de superación para mí y la responsable de cada uno de mis éxitos.
- Mi padre** Marcial Ramos, por ser mi ángel de la guarda y por siempre estar presente en cada decisión de mi vida.
- Mi hermano** Eduardo Luis Ramos Lemus, por enseñarme con su ejemplo el camino a seguir para ser una mejor persona y estar mejor preparado en la vida.
- Mi gemelo** José Rodrigo Ramos Lemus, por ser la persona que me ha acompañado en todo el transcurso de mi vida, y me ha ayudado en cada una de las decisiones que he tomado en mi vida.

Mi familia

Por siempre estar pendientes de mí y por desearme éxitos en cada ámbito de mi vida.

Mis amigos

Porque fueron parte del camino hacia este gran éxito, acompañándome en los momentos difíciles y agradables de la carrera.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad de San Carlos de Guatemala	Por ser una importante influencia en mi carrera, y por convertirse en mí segunda casa en mi etapa universitaria.
Facultad de Ingeniería	Por proporcionarme los recursos necesarios para completar mi carrera universitaria.
Mi asesora	Ingeniera Adela Marroquín, por el tiempo que se tomó en asesorarme y apoyarme en cada etapa de mi tesis
Mi revisor	Ingeniero César García, por su contribución y tiempo dedicado a cada etapa de mi tesis

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTA DE SÍMBOLOS	IX
GLOSARIO	XI
RESUMEN.....	XV
OBJETIVOS.....	XVII
HIPÓTESIS.....	XIX
INTRODUCCIÓN	XXI
1. ANTECEDENTES.....	1
2. MARCO TEÓRICO	5
2.1 Naturaleza del yeso.....	5
2.2 Propiedades del yeso	7
2.2.1 Solubilidad	8
2.2.2 Finura	8
2.2.3 Velocidad de fraguado.....	8
2.2.4 Resistencia mecánica.....	8
2.2.5 Adherencia	9
2.2.6 Corrosión	9
2.2.7 Resistencia al fuego	9
2.2.8 Dureza	9
2.2.9 Densidad	9
2.3 Estructura cristalina del yeso.....	10
2.4 Transformación del yeso en una calcinación.....	12
2.5 Análisis térmico	14

2.6	Termogravimetría (TGA)	14
2.7	Termogramas.....	15
2.8	Difracción de rayos x.....	15
3.	DISEÑO METODOLÓGICO	21
3.1	Variables	21
3.2	Delimitación del campo de estudio.....	21
3.3	Recursos humanos disponibles	21
3.4	Recursos materiales disponibles.....	22
3.5	Técnica cuantitativa	23
3.6	Recolección y ordenamiento de la información.....	24
3.6.1	Ubicación	24
3.6.2	Proceso para recolectar información.....	24
3.6.3	Preparación de cápsulas de porcelana y reactivos para tomar muestras	24
3.6.4	Procedimiento para toma de la muestra.....	24
3.6.5	Manejo de las muestras	25
3.6.6	Identificación y control de muestras	25
3.7	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información	26
3.8	Análisis estadístico.....	26
3.8.1	Análisis de varianza	27
4.	RESULTADOS	29
4.1	Análisis de resultados	47
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	57
	CONCLUSIONES.....	65
	RECOMENDACIONES	69

BIBLIOGRAFÍA..... 71
APÉNDICES 75

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Estructura cristalina del yeso.....	10
2.	7 estructuras cristalinas	12
3.	Difracción teórica del yeso	18
4.	Conversión de bassanita a anhidrita	19
5.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica (TGA cementos progreso)	29
6.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición, repetición número 1	30
7.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 2.....	31
8.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 3.....	32
9.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio ...	33
10.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica (TGA cementos progreso)	34

11.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 1	35
12.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 2	36
13.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 3	37
14.	Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio....	38
15.	Termograma - comparación del comportamiento de la pérdida de peso del yeso grado reactivo y grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica	39
16.	Composición del yeso grado reactivo utilizado en la fase experimental a partir de difracción de rayos x, a temperatura ambiente.....	40
17.	Composición del yeso grado industrial utilizado en la fase experimental a partir de difracción de rayos x, a temperatura ambiente.....	41
18.	Composición del yeso grado reactivo a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900°C.....	42
19.	Composición del yeso grado industrial a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900°C.....	43
20.	Comportamiento de la densidad del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio....	44
21.	Comportamiento de la densidad del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio....	45

22.	Comportamiento de la densidad del yeso grado reactivo y grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica	46
-----	---	----

TABLAS

I.	Formas del sulfato cálcico.....	5
II.	Estados del yeso.....	6
III.	Composición química.....	7
IV.	Densidad del yeso	9
V.	Dimensiones de la celda.....	11
VI.	Variables por utilizar	21
VII.	Equipos por utilizar	22
VIII.	Cristalería por utilizar.....	23
IX.	Ecuaciones para análisis de varianza.....	28
X.	Composición yeso grado reactivo.....	40
XI.	Composición yeso grado industrial a 25°C	41
XII.	Composición del yeso grado reactivo a 900°C	42
XIII.	Composición del yeso grado industrial a 900°C	43
XIV.	Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso de dos grados diferentes de pureza, a 100°C.....	47
XV.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 100°C.....	48
XVI.	Variación de la masa de 3g de muestra calcinada de yeso para dos grados diferentes de pureza, a 300°C.....	49

XVII.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 300°C.....	50
XVIII.	Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso de dos grados diferentes de pureza, a 500°C	51
XIX.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 500°C.....	52
XX.	Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso para dos grados diferentes de pureza, a 700°C	53
XXI.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 700°C.....	54
XXII.	Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso de dos grados diferentes de pureza, a 900°C	55
XXIII.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 900°C.....	56

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
a^*	Define la desviación del punto cromático correspondiente a la luminosidad L^* hacia el rojo + o hacia el verde – (adimensional)
b^*	Define la desviación del punto cromático correspondiente a la luminosidad L^* hacia al azul - o al amarillo + (adimensional)
ρ_A	Densidad absoluta
D_E	Desviación estándar
D_M	Diferencia de masa
L^*	Corresponde a la claridad o luminosidad de la muestra y va de 0 - negro a 100 - blanco (adimensional)
M	Masa
M_R	Masa residual
T	Temperatura

Y_i

Yeso grado industrial

Y_r

Yeso grado reactivo

GLOSARIO

Análisis térmico	El análisis térmico comprende un conjunto de técnicas que analizan el cambio de comportamiento de una muestra, cuando está siendo sometida a un proceso programado de temperatura.
Análisis termogravimétrico	Técnica de análisis térmico que se basa en la medida de la variación de la masa de una muestra cuando se somete a un cambio de temperatura en una atmósfera controlada.
Anhidrita	Compuesto formado por el yeso al perder sus dos moléculas de agua formando el sulfato de calcio.
Arista	Es en geométrica el segmento de recta que limita las caras.
Calcinación	Proceso químico que tiene lugar mediante calentamiento a altas temperaturas y cuya finalidad es la eliminación de los componentes volátiles presentes en una sustancia sólida.
Delicuescencia	Propiedad que presentan algunas sales y óxidos, principalmente de absorber moléculas de vapor de agua del aire húmedo, esto para formar hidratos.

Deshidratación	Extracción del agua que contiene una sustancia, un organismo o un tejido orgánico.
Dureza	Propiedad de la capa de un material de resistir la deformación elástica, plástica y destrucción, en presencia de esfuerzos de contacto locales inferidos por otro cuerpo más duro, el cual no sufre deformaciones residuales.
Estructura cristalina	Es la forma de cómo se ordenan y empaquetan los los átomos, moléculas, o iones.
Fraguar	Proceso de endurecimiento y pérdida de plasticidad.
Friabilidad	Características del material que describen resistencia a la ruptura.
Grado reactivo	Sustancias químicas con bajo nivel de impurezas
Grado industrial	Sustancias químicas con alto nivel de impurezas
Higroscópico	Es la capacidad de algunas sustancias de absorber humedad del medio circundante.
Metamorfismo	Transformación sin cambio de estado de la estructura o la composición química de una roca cuando es sometida a cambios de temperatura o presión.

Monoclínico	Es un sistema cristalino que consta de un eje binario, un plano perpendicular a este y un centro de inversión.
Ortorrómbico	Estructura cristalina que tiene en su forma geométrica los tres ángulos rectos, mientras que las tres aristas de dicha celda unidad tiene todas las longitudes diferentes.
Termograma	Es la representación gráfica del comportamiento del estudio que lleva acabo el análisis termogravimétrico de un compuesto.
Yeso	Es una roca llamada piedra de yeso o algez que se encuentra frecuentemente en la naturaleza y está formada por sulfato cálcico dihidratado.

RESUMEN

El siguiente trabajo de investigación tiene como propósito caracterizar y comparar la deshidratación del yeso (Sulfato de calcio dihidratado) grado reactivo y grado industrial. Para ello, se utilizó la técnica de termogravimetría (TGA) y de densidad (ASTM C-188-95) para obtener variaciones de la masa y densidad del yeso conforme se elimina el agua de cristalización.

Como parte del desarrollo de la investigación se generaron termogramas experimentales para el yeso, tanto grado reactivo como grado industrial, con la ayuda de la variación de masa obtenido en la mufla a diferentes temperaturas y con la intención de poder caracterizar el comportamiento de la termogravimetría. Se observó el efecto del contenido del agua en las propiedades fisicoquímicas de los materiales durante la calcinación. Luego, los termogramas obtenidos de forma experimental en el laboratorio se compararon con termogramas obtenidos a partir de un equipo especializado para análisis termogravimétrico. El resultado fue una diferencia alta entre los termogramas del yeso grado reactivo y grado industrial, esto debido a la diferencia de pureza.

Adicional a los termogramas, se realizó un análisis de densidad con el método de Le Chatelier el cual complementó el estudio de la variación de masa para comprender de mejor forma el cambio de la estructura cristalina del yeso conforme iba perdiendo sus moléculas de agua.

Posteriormente, y con la ayuda de los termogramas se realizaron análisis de difracción de rayos X para evaluar la composición y estructura cristalina del yeso conforme iba perdiendo sus moléculas de agua. Con la ayuda de estos análisis se busca una mejor explicación de las causas de la diferencia en los termogramas obtenidos.

Por último, mediante los termogramas desarrollados y el análisis de varianza realizado se llega a la conclusión que el grado de pureza del yeso si influye en la tendencia del análisis termogravimétrico y por ende en sus propiedades.

OBJETIVOS

GENERAL

Caracterizar y comparar la deshidratación del yeso (Sulfato de calcio dihidratado) grado reactivo y grado industrial mediante un análisis de termogravimetría (TGA) y de densidad (ASTM C-188-95).

ESPECÍFICOS

1. Determinar la variación de peso por deshidratación en función del aumento de temperatura para el yeso grado reactivo y grado industrial por medio de un método continuo y otro discontinuo.
2. Determinar la densidad según modificación a la norma ASTM C 188-95 en función del aumento de temperatura para el yeso grado reactivo y grado industrial.
3. Realizar una curva termogravimétrica para el yeso grado reactivo.
4. Realizar una curva termogravimétrica para el yeso grado industrial.
5. Comparar la pérdida de peso teórica del yeso en función del aumento de temperatura con respecto al comportamiento experimental del yeso grado reactivo.

6. Comparar la pérdida de peso teórica del yeso en función del aumento de temperatura con respecto al comportamiento experimental del yeso grado industrial.
7. Comparar mediante un análisis de varianza y el comportamiento de las curvas termogravimétricas, si el grado de pureza del yeso influye en la tendencia del estudio termogravimétrico.
8. Identificar el cambio de estructura interna que presentan el yeso grado reactivo luego de la calcinación, por medio de un análisis de rayos x.
9. Identificar el cambio de estructura interna que presenta el yeso grado industrial luego de la calcinación, por medio de un análisis de rayos x.

HIPÓTESIS

Hipótesis de trabajo

Es posible realizar un análisis de termogravimetría para el yeso tanto grado reactivo como grado industrial con el propósito de observar si existen variaciones en su tendencia de eliminar el agua de cristalización.

Hipótesis estadística

Hipótesis de investigación (Hi)

Existe variación significativa en al menos dos masas encontradas en la caracterización del análisis termogravimétrico del yeso, debido a que poseen diferente grado de pureza (α) o debido a la temperatura de deshidratación (β).

Ha: Al menos una $\mu_{\alpha i} \neq 0$

Ha: Al menos una $\mu_{\beta i} \neq 0$

Hipótesis nula (Ho)

No existe variación significativa en la masa en la caracterización del análisis termogravimétrico del yeso, debido a que poseen diferente grado de pureza (α) o debido a la temperatura de deshidratación (β).

$$H_0 : \mu_{\alpha 1} = \mu_{\alpha 2} = 0$$

$$H_0 : \mu_{\beta 1} = \mu_{\beta 2} = \mu_{\beta 3} = \dots = \mu_{\beta 9} = 0$$

INTRODUCCIÓN

Las propiedades fisicoquímicas de un compuesto dependen, principalmente, del tipo de enlaces que mantienen unidos a los átomos de una molécula. Estos pueden indicar el tipo de estructura y predecir sus propiedades tanto físicas como químicas. Existen compuestos que se pueden obtener de diferentes procedencias y, por lo tanto, difieren en el grado de pureza. Es necesario saber si este grado de pureza afecta a las propiedades fisicoquímicas del compuesto mientras se somete a variaciones de temperatura controlada.

Existen diversos métodos para la determinación de propiedades de un compuesto, uno de ellos es el análisis térmico que tiene como objetivo establecer una relación entre la temperatura y las propiedades físicas del compuesto. Una de las técnicas del análisis térmico es el análisis de termogravimetría que tiene como variable de estudio la variación de masa y densidad de un compuesto mientras se somete a una variación de temperatura controlada.

El siguiente trabajo consta del análisis de la procedencia del yeso grado reactivo y grado industrial mediante un análisis de termogravimetría.

La variación de masa de las muestras de yeso, los termogramas obtenidos a partir de estas variaciones de masa, el cambio de densidad obtenido por medio del método de Le Chatelier y la estructura cristalina de las muestras a las diferentes temperaturas de trabajo son los resultados alcanzados en el presente trabajo de graduación.

Con los resultados obtenidos se indicó si, la diferencia en el grado de pureza de los dos tipos de yeso influye significativamente en su conversión a anhidrita en el análisis termogravimétrico. Además, se estudió el comportamiento de las propiedades fisicoquímicas de los materiales a lo largo de la calcinación, a través de la variación de densidad y elaboración de termogramas.

1. ANTECEDENTES

Existen estudios realizados para trabajos de graduación relacionados con el análisis térmico basándose en la técnica del análisis de termogravimetría (TGA) para diferentes materiales.

Entre los estudios encontrados sobre termogravimetría, se encuentra el realizado por el Ing. Marvin Estuardo Samayoa Curiales (2005) sobre el análisis comparativo de la cal proveniente de diferentes lugares de manufactura. En su estudio termogravimétrico sus cambios de temperatura van de temperatura ambiente hasta 950°C, y concluye que la procedencia de las cales produce variaciones significativas en la masa residual durante la reacción de calcinación.¹

Otro estudio sobre análisis de termogravimetría fue realizado por la Inga. Karen Elisa Ochaeta Paz (2004). Analizó las curvas termogravimétricas (640 mm Hg) para el estudio de la calcinación de tres calizas con diferente contenido de magnesio en función de la densidad utilizando el método ASTM C 188-95. Sus cambios de temperatura iban de temperatura ambiente hasta 900°C y llegó a la conclusión, con base en su análisis de varianza, que la diferencia de contenido de magnesio en las muestras analizadas produce variaciones

¹ SAMAYOA, Marvin. *Análisis comparativo de cales hidratadas provenientes de los procesos de manufactura de calizas de alto calcio y de la producción de acetileno mediante el análisis de termogravimetría (TGA)*. P.53-54

significativas en el peso residual de la piedra durante la reacción de calcinación.²

Otro estudio fue realizado por la inga. Claudia Carolina Corzo Dardón (2013) sobre Evaluación de las reacciones de hidratación y puzolánica del cemento portland con incorporación de puzolana natural y cal mediante termogravimetría y microscopía electrónica de barrido. Como resultado obtuvo que en las pastas de monitoreo y en la pasta matriz, se determinó la formación y fijación de hidróxido cálcico mediante análisis termogravimétricos a 3, 7, 14 y 28 días.³

El Ing. Jorque Quiroa (2003) investigó la relación existente entre la densidad de la cal con diferentes grados de conversión a una temperatura de 700 °C. En su estudio concluyó que el grado de calcinación denota un cambio en la densidad aparente de la cal y que el grado de conversión aumenta conforme el tiempo de calcinación.⁴

El ing. Roberto Lainfiesta (2010) llevó a cabo un análisis de termogravimetría de dos caolines, para la obtención de caolín en un rango de 12 temperaturas, desde temperatura ambiente hasta 900°C. En su estudio concluyó que la alteración metamórfica de los caolines produce variaciones significativas en la pérdida de peso y la densidad en un rango de temperaturas

² OCHAETA, Karen. *Análisis de las Curvas Termogravimétricas (640 mm de Hg) para el estudio de la calcinación de tres calizas con diferente contenido de magnesio en función de la densidad utilizando el método ASTM C188-95*. P. 61-62

³ CORZO, Claudia. *Evaluación de las reacciones de hidratación y puzolánica del cemento portland con incorporación de puzolana natural y cal mediante termogravimetría y microscopía electrónica de barrido*. P. 50-54.

⁴ QUIROA, Jorge. *Evaluación del método para la determinación de la densidad aparente de calizas, por medio del matraz de Le Chatelier ASTM C188-95 en base a su grado de conversión a cal viva a una temperatura de 700°C y una presión de 640 mm de Hg*. P. 75-76

de 110 a 900°C y 280 a 773°C respectivamente. Asimismo sus análisis demostraron que en ambos caolines la coordenada L* da como resultado diferencias significativas en un rango de temperaturas de 25 a 573°C, mientras las coordenadas a* y b* muestran diferencias significativas en todo el rango de temperaturas evaluadas.⁵

⁵ LAINFIESTA, Roberto. *Análisis mediante termogravimetría (640 mm de Hg) de dos caolines para la obtención de metacaolín por activación térmica*. P. 45-55

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Naturaleza del yeso

Se conocen tres formas principales del sistema sulfato cálcico – agua, que son:

Tabla I. Formas del sulfato cálcico

Fórmula	Nombre
$CaSO_4 + 2H_2O$	Dihidratado
$CaSO_4 + \frac{1}{2}H_2O$	Hemihidratado
$CaSO_4$	Anhidrita

Fuente: ROLANDO, Esteban. *Estructura del yeso*.

www.yeso.estructura/cristal/anhidrita.pdf. Consulta: octubre 2017.

La roca, llamada piedra de yeso o algez se encuentra frecuentemente en la naturaleza y está formada por sulfato cálcico dihidratado.

Esta roca es la materia prima para la fabricación de yeso, que se obtiene por la deshidratación parcial. Sometida a temperaturas no mayores a 170°C pierde 1½ molécula de agua, formando sulfato cálcico hemihidratado.

Este yeso cocido y pulverizado, amasado con agua se rehidrata, formando de nuevo el dihidrato. Al amasar el yeso con agua, se obtiene una pasta plástica, que endurece rápidamente, proceso este que se llama fraguado.

A temperaturas más elevadas el dihidrato pierde toda el agua, formando la anhidrita soluble que es muy inestable y que pasa fácilmente a hemihidrato al absorber agua de la atmósfera.

Si se eleva más la temperatura se forma la anhidrita insoluble que es estable y no fragua si no se le agregan acelerantes o catalizadores.

A temperaturas mayores, se forman yesos hidráulicos_ que requieren para su uso otros tratamientos.

Se pueden clasificar los sucesivos estados del yeso, según temperaturas crecientes de deshidratación, de la manera siguiente:

Tabla II. **Estados del yeso**

Temperatura	Fórmula	Nombre
Temperatura ambiente	$CaSO_4 + 2H_2O$	Bihidrato o algez
128-180°C	$CaSO_4 + \frac{1}{2}H_2O$	Hemihidratado
180-300°C	$CaSO_4$	Anhidrita soluble α
300-600°C	$CaSO_4$	Anhidrita insoluble β
900-1000°C	$CaSO_4$	Yeso hidráulico
1450°C	$CaSO_4$	Temperatura de fusión

Fuente: ROLANDO, Esteban. *Estructura del yeso*.

www.yeso.estructura/cristal/anhidrita.pdf. Consulta: octubre 2017.

El yeso puro es un mineral blanco, pero debido a impurezas puede tornarse gris, castaño o rosado. Se denomina sulfato de calcio dihidratado y su estructura cristalina está constituida por dos moléculas de agua y por una de sulfato de calcio.

Con composición química:

Tabla III. **Composición química**

Compuesto	Porcentaje
<i>CaO</i>	32,6%
<i>SO₃</i>	46,5%
<i>H₂O</i>	20,9%

Fuente: ROLANDO, Esteban. *Estructura del yeso*.

www.yeso.estructura/cristal/anhidrita.pdf. Consulta: octubre 2017.

Se obtiene directamente de la naturaleza por extracción en forma de roca de yeso (mineral de sulfato de calcio dihidratado) en canteras o minas y se procesa industrialmente con poca alteración. Este proceso consiste en la calcinación térmica del mineral triturado, eliminando total o parcialmente el agua de cristalización químicamente combinada. Al mezclarse con agua forma una pasta que fragua y endurece, reconstituyendo su estado original.

La pureza requerida para obtener un buen yeso aglomerante, debe ser mínima del 90% en sulfato de calcio. Si el yeso contiene anhidritas, se puede admitir un límite mínimo del 80% de pureza. El grado de blancura indica su pureza y de ella depende la calidad de los productos obtenidos a partir del yeso.

2.2 Propiedades del yeso

El yeso tiene varias propiedades que lo caracterizan y que son muy importantes de conocer ya que con base en ellas se conocen sus aplicaciones.

2.2.1 Solubilidad

El yeso es poco soluble en agua dulce, sin embargo, en presencia de sales su grado de solubilidad se incrementa notablemente.

2.2.2 Finura

La finura de molido influye en gran parte en las propiedades que adquiere el yeso al volverlo a hidratar. La posibilidad de uso del yeso para la construcción reside en que al amasarlo con agua, reacciona formando una pasta que endurece constituyendo un conjunto monolítico. Se comprende fácilmente que, cuanto mayor sea el grado de finura del yeso, más completa será la reacción y, consecuentemente, la calidad del producto obtenido.

2.2.3 Velocidad de fraguado

El yeso se caracteriza por fraguar con rapidez, por lo que es recomendable para su uso hidratarlo en pequeñas cantidades.

2.2.4 Resistencia mecánica

Un yeso de alto grado en finura, velocidad de fraguado, concentración de yeso y temperatura del agua y de atmósfera, será también de alta resistencia mecánica.

2.2.5 Adherencia

Disminuye en contacto con el agua, siendo buena en medio seco, tanto con materiales pétreos como metálicos.

2.2.6 Corrosión

Al igual que sucede con la adherencia, en presencia de agua este material reacciona perjudicando.

2.2.7 Resistencia al fuego

Es de destacar su buena resistencia al fuego,

2.2.8 Dureza

2 en la escala de Mohs

2.2.9 Densidad

Tabla IV. Densidad del yeso

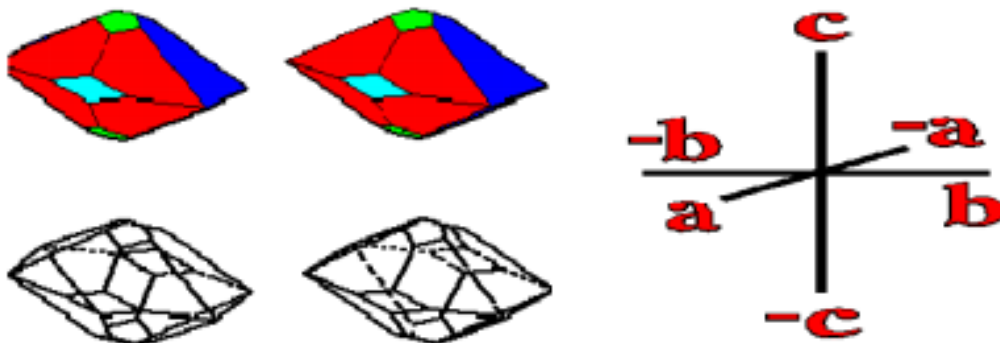
Estado	Densidad (g/ml)
Dihidrato	2,3
Hemihidrato α	2,4
Hemihidrato β	2,5
Anhidrita III α	2,6
Anhidrita III β	2,7

Fuente: OVIEDO, Alejandro. *Estructura cristalina*. www.estructura/cristalina/sólido.pdf. Consulta: octubre 2017.

2.3 Estructura cristalina del yeso

El yeso es un ejemplo de mineral con estructura cristalina monoclinica. Estos minerales tienen tres ejes desiguales, dos de los cuales son perpendiculares al tercero, pero no entre sí. Posee un sistema cristalino monoclinico $2/m$ centrado en las caras.

Figura 1. Estructura cristalina del yeso



Fuente: ROLANDO, Esteban. *Estructura del yeso*.

www.yeso.estructura/cristal/anhidrita.pdf. Consulta: octubre 2017.

La anhidrita cristaliza en el sistema ortorr6mbico (Todos sus 6ngulos igual a 90°), en la clase bipiramidal r6mbica ($2/m 2/m 2/m$ 6 mmm). Su grupo espacial es el Amma, lo que indica que la celda unidad de la anhidrita es centrada en las bases.

Aunque la composici6n qu6mica de los compuestos de sulfato de calcio es relativamente bien conocida, las caracter6sticas f6sicas de estos compuestos recibieron poca atenci6n a pesar de su gran influencia en los procesos de fabricaci6n y usos del producto de yeso. La tabla V ilustra la naturaleza diversa de las caracter6sticas f6sicas de las fases conocidas del sulfato de calcio, tal

como se indica por su modificación cristalina ampliamente variable, estado de agregación y estructura interna.

Cada fase de sulfato de calcio podría existir en varias formas con características físicas muy variables dependiendo del proceso de fabricación. Un buen ejemplo lo proporciona el hemihidrato que puede fabricarse en tres formas diferentes, que incluyen α -hemihidrato, β -hemihidrato y β -hemihidrato envejecido, cada uno con una estructura cristalina característica, área superficial y porosidad. La interacción de los compuestos con las condiciones ambientales depende del carácter de la superficie y la magnitud del área.

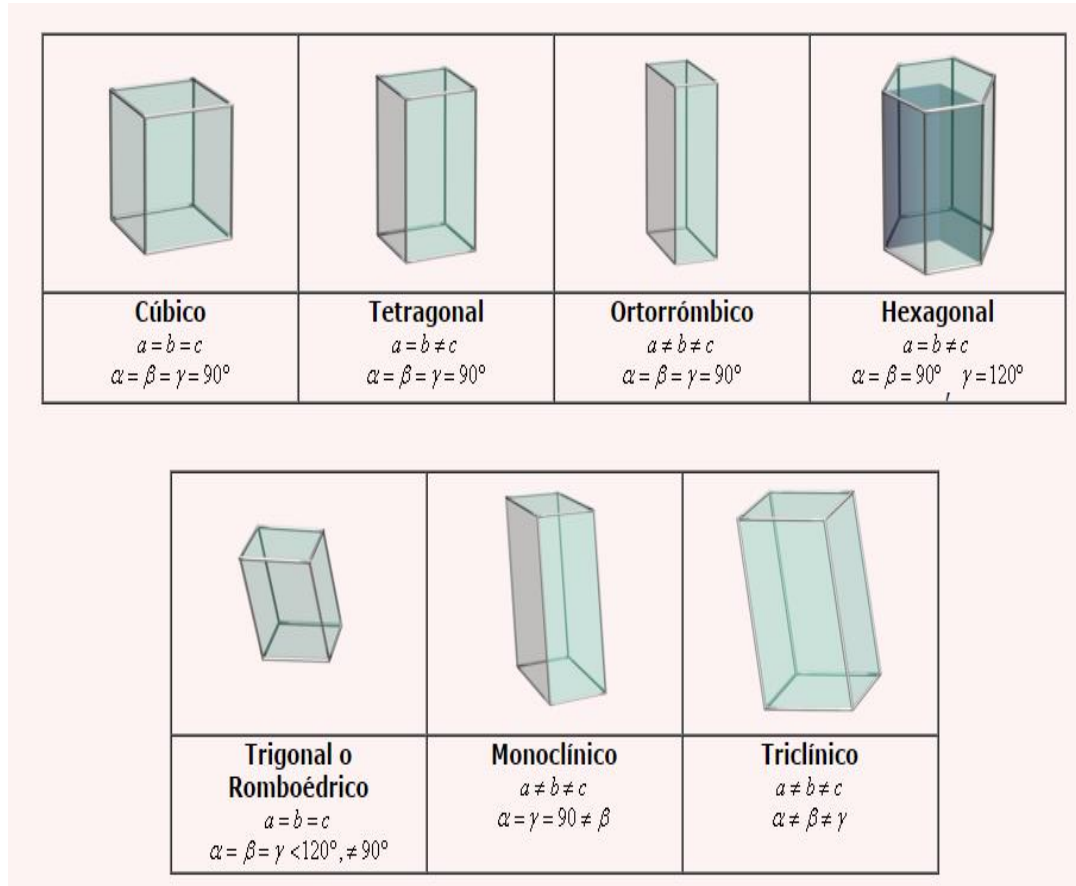
Tabla V. **Dimensiones de la celda**

Composición	Estructura Cristalina
$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	Monoclínica
$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$	Hexagonal
$CaSO_4 III$	Hexagonal
$CaSO_4$	Ortorrónica

Fuente: KUNTZE, Richard. *La química y tecnología del yeso*. Consulta: agosto 2018.

Existen 7 sistemas cristalinos diferentes que puede adoptar un sólido:

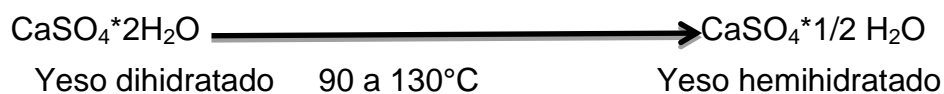
Figura 2. 7 estructuras cristalinas



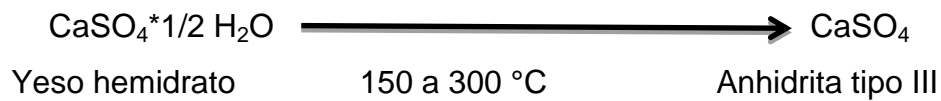
Fuente: OVIEDO, Alejandro. *Estructura cristalina*. www.estructura/cristalina/sólido.pdf. Consulta: octubre 2017.

2.4 Transformación del yeso en una calcinación

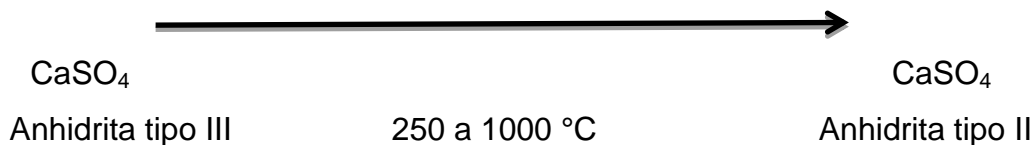
El yeso en su estado natural se encuentra como un sulfato de calcio dihidratado, es decir, tiene dos moléculas de agua de hidratación. En el proceso de calcinación pierde parte de esa agua, dependiendo de la temperatura a que se someta. Idealmente se debe alcanzar la forma de hemidrato, en la cual el yeso ha perdido molécula y media de agua.



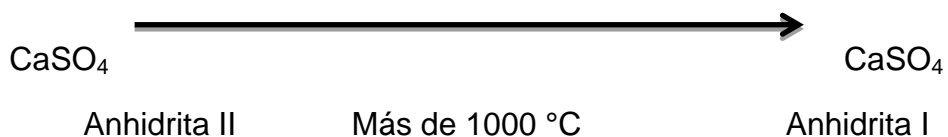
A temperaturas mayores de 130° C el yeso puede continuar perdiendo agua, hasta llegar al estado de anhidrita. Todas las formas de sulfato de calcio dihidratado son termodinámica y cristalográficamente equivalentes, dependiendo únicamente de su pureza. Su forma puede ser de agujas, de conchas o prismática.



Esta anhidrita producida a bajas temperaturas fragua rápidamente y reacciona ávidamente con agua o con la humedad del aire para formar nuevamente un hemidrato. Por esta razón, se recomienda estabilizar el yeso en grandes silos, almacenándolo con una humedad relativa del 80% durante 12 horas. Esta anhidrita tipo III es soluble.



Esta anhidrita tipo II, es relativamente inerte e insoluble. Su reactividad depende de la temperatura y el tiempo de calcinación relacionados con el tamaño de las partículas. La anhidrita tipo II se le conoce como un yeso cocido a muerte.



La anhidrita tipo I producida a altas temperaturas contiene óxido de calcio libre, generado por la descomposición del sulfato de calcio. Esta anhidrita es

soluble y puede fraguar, incluso, bajo el agua. (Tiene propiedades hidráulicas) Las anhidritas producen un conglomerante más denso y con mayor resistencia. Los yesos comerciales, contienen además del hemidrato, cantidades variables de anhidritas y de dihidratos. La presencia de uno u otro, afecta la calidad de los yesos producidos. La variedad del tipo de yeso se puede determinar por análisis térmico diferencial.

2.5 Análisis térmico

El análisis térmico comprende un conjunto de técnicas que analizan el cambio de comportamiento de una muestra, cuando está siendo sometida a un proceso programado de temperatura en atmósfera controlada: calefacción, enfriamiento o isoterma. El objetivo es establecer una relación entre la temperatura y las propiedades físicas del material. El resultado de estas medidas son las curvas de análisis térmico y las características de estas curvas se relacionan con los eventos térmicos de la muestra.

Existen diferentes técnicas de análisis térmico como: análisis termogravimétrico (TGA), análisis térmico diferencial (DTA), calorimetría de barrido diferencial (DSC), análisis termomecánico (TMA), análisis mecánico-dinámico (DMA) y análisis de producción de gases (EGA).

2.6 Termogravimetría (TGA)

Se basa en la medida de la variación de la masa de una muestra cuando se somete a un cambio de temperatura en una atmósfera controlada. Esta variación puede ser una pérdida o una ganancia de masa. El registro de estos cambios nos dará información sobre si la muestra se descompone o reacciona con otros componentes.

El resultado de un análisis termogravimétrico se suele presentar en forma de gráfica conocida como termograma o curva termogravimétrica.

La termogravimetría tiene diferentes aplicaciones, como estudios de descomposición y estabilidad térmica, estudios composicionales, determinación de purezas, determinación de contenido de humedad y de materia volátil, estudio de gasificación de muestras carbonosas y estudios cinéticos.

2.7 Termogramas

Son representaciones gráficas de los resultados obtenidos en análisis termogravimétrico. Estos resultados, generalmente, son la variación de peso del material analizado en función de la temperatura de reacción o de calentamiento; sin embargo, la simple pérdida o ganancia de peso no proporciona mucha información en cuanto a un posible cambio en las propiedades fisicoquímicas de dicho material. Por lo tanto, es necesario relacionar la temperatura de reacción con una propiedad intrínseca del material, como la densidad. Con un termograma en función de la densidad absoluta o real se espera encontrar zonas de variación más diversas que se puedan relacionar de alguna manera con un cambio en la estructura cristalina del yeso durante el proceso de deshidratación.

2.8 Difracción de rayos x

En noviembre de 1895, William Roentgen, al estudiar la producción de electrones en haces conocidos como rayos catódicos, se dio cuenta de un misterioso tipo de radiación no observada anteriormente. La llamó rayos X y este nombre ha perdurado. Max von Laue demostró en 1912 que estos rayos son, al igual que la luz y las ondas de radio, un tipo de radiación

electromagnética. El descubrimiento de los rayos X, por el cual Roentgen recibió el premio Nobel en 1901, ha tenido repercusiones en muchas áreas del conocimiento.

La Difracción de Rayos X está basada en las interferencias ópticas que se producen cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación. Los Rayos X tienen longitudes de onda de Angstroms, del mismo orden que las distancias interatómicas de los componentes de las redes cristalinas. Al ser irradiados sobre la muestra a analizar, los Rayos X se difractan con ángulos que dependen de las distancias interatómicas.

La difracción de rayos-x es un método de alta tecnología no destructivo para el análisis de una amplia gama de materiales, incluso fluidos, metales, minerales, polímeros, catalizadores, plásticos, productos farmacéuticos, recubrimientos de capa fina, cerámicas y semiconductores. La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra cristalina.

Otras aplicaciones son el análisis cuantitativo de compuestos cristalinos, la determinación de tamaños de cristales, la determinación del coeficiente de dilatación térmica, así como cálculos sobre la simetría del cristal y en especial la asignación de distancias a determinadas familias de planos y la obtención de los parámetros de la red

Existen requisitos que tienen que cumplir las muestras:

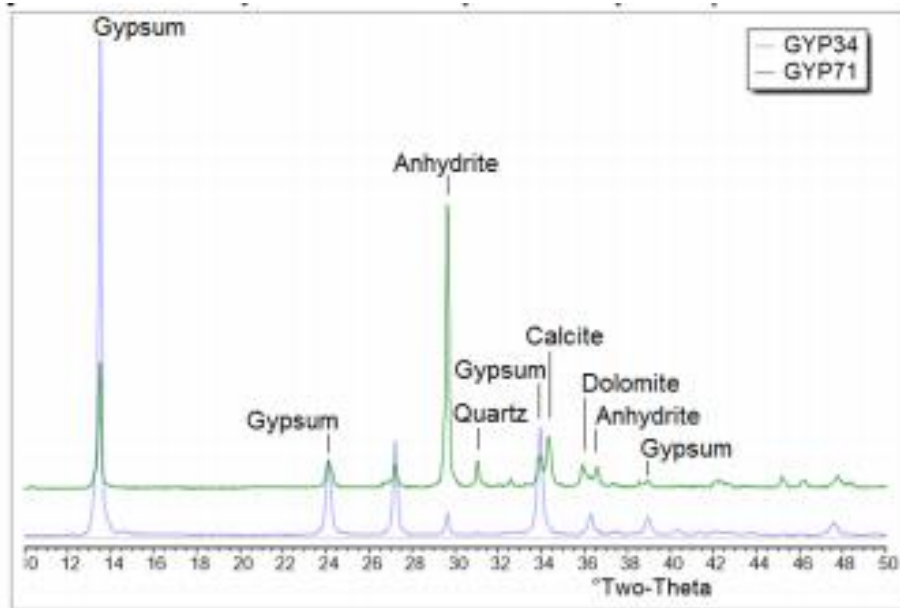
- Las muestras deben entregarse adecuadamente etiquetadas, envasadas y acondicionadas para asegurar su identificación, integridad y conservación durante el transporte y garantizar la seguridad del personal que lo realiza.

- Para un óptimo resultado, la muestra deberá ser una parte representativa y homogénea del conjunto total a analizar.
- Las cantidades de muestra necesarias para el análisis son:
 - Muestra molida: cantidad equivalente al contenido de una cucharilla de café, con 15 micras de tamaño medio de partícula.
 - Muestra no molida: dimensiones compatibles con la porta muestras (4 cm de diámetro y 0,6 cm de altura).

El yeso se utiliza en la producción de cemento como regulador de fraguado. Esta propiedad puede perderse con la deshidratación parcial o total del yeso durante la molienda de cemento por incremento de temperatura. El análisis apropiado de la estabilidad del yeso en el proceso es trascendental para las características del producto final, y puede determinarse por difracción de rayos x usando el espectrómetro ARLTM 9900 X-Ray WorkStationTM de Thermo Scientific.

El yeso natural contiene generalmente las estructuras de sulfato cálcico doblemente hidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y anhidrita (CaSO_4), estabilizadas en el depósito por el tiempo y las condiciones ambientales.

Figura 3. Difracción teórica del yeso

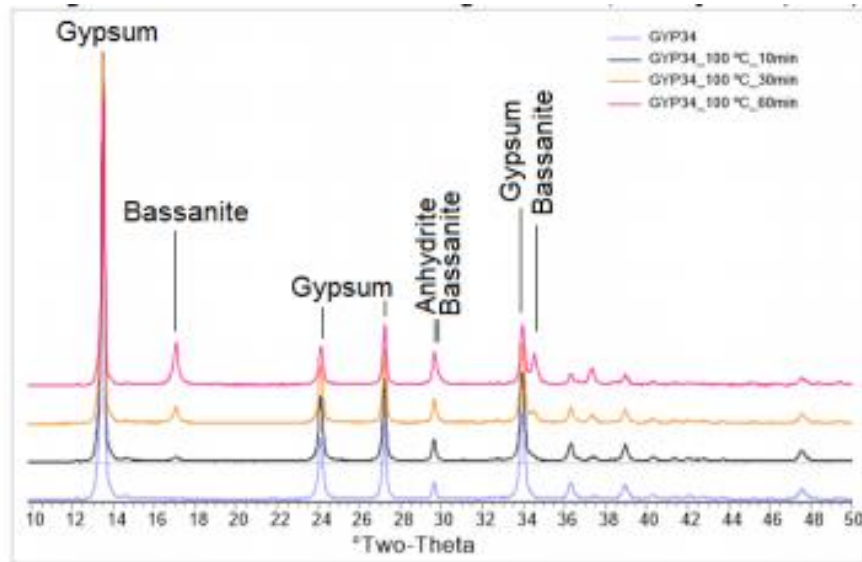


Fuente: elaboración propia.

Durante el proceso de molienda, la temperatura del cemento puede estar entre 40 y 150 °C, y el calor producido puede deshidratar el yeso resultando sucesivamente el hemidrato o basanita ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) y la anhidrita. Esta última fase, así producida, pierde solubilidad a medida que aumenta la temperatura, y la capacidad del yeso para retrasar el fraguado disminuye.

El hemidrato por su parte, presenta alta solubilidad y su propia hidratación puede producir rigidez en la pasta de cemento, resultando un producto con mayor tendencia al falso fraguado y menor resistencia, comparado con un cemento producido en molienda a temperaturas inferiores a 105°C. La siguiente figura ilustra la conversión del yeso (gypsum) a hemidrato (bassanite) en una muestra de yeso natural sometida a 100 °C durante diferentes periodos de tiempo.

Figura 4. **Conversión de bassanita a anhidrita**



Fuente: elaboración propia.

Los contenidos de las fases del yeso se determinan a través del programa para cuantificación con refinamiento Rietveld.

El yeso agrícola es un mineral muy suave compuesto por sulfato de calcio di-hidratado que ha sido utilizado por los agricultores desde hace mucho tiempo. Se aplicó ampliamente como fertilizante en Europa en el siglo XVIII, incluso, los griegos y los romanos lo utilizaron. Más recientemente, el yeso se ha convertido en una enemida del suelo que ha demostrado ser capaz de recuperar suelos degradados y mejorar varias propiedades físicas del suelo. El yeso puro está constituido por 79% de sulfato de calcio y 21% de agua. El sulfato de calcio tiene 23,3% de calcio y 18,6% de azufre, es moderadamente soluble en agua (2,5g/L) . Aproximadamente 200 veces más que la cal agrícola. Esta característica de solubilidad del yeso hace que el calcio sea más móvil que el calcio de la cal y le permite moverse con mayor facilidad en el perfil del suelo.

Las fuentes de yeso para uso agrícola incluyen al yeso extraído de depósitos geológicos, fosfoyeso derivado de la producción húmeda del ácido sulfúrico, reciclado de yeso del colado de varios procesos de fabricación, reciclado de paneles de yeso y de desulfuración de gases de combustión (FGD) de yeso de las centrales eléctricas. Este último por ejemplo representa el 24% del total de yeso en EE.UU. en 2005.

La estructura del suelo se define como la disposición de las partículas minerales primarias y sustancias orgánicas en unidades más grandes conocidas como agregados.

La estructura del suelo influye en una amplia variedad de procesos de este, incluyendo el agua y el transporte de productos químicos, la aireación del suelo y régimen térmico, la erosión por el viento y el agua, la respuesta del suelo a la tensión mecánica, germinación y penetración de raíces. Muchos suelos de regiones semiáridas y regiones húmedas tienen una estructura inestable, esta característica los hace susceptibles a la erosión y sobre todo difícil manejo. Estos suelos se dispersan y forman suspensión estable de partículas en el agua. Como resultado, se desarrolla una estructura más compacta, en particular en la superficie del suelo. La dispersión de las arcillas es causada por la repulsión mutua entre las partículas de arcilla que resulta de la presencia de extensos campos eléctricos negativos que los rodea.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1 Variables

Las variables que se analizarán en el estudio termogravimétrico del yeso son las siguientes:

Tabla VI. **Variables por utilizar**

Variable	Unidad
Masa	g
Densidad	g/ml
Temperatura	°C

Fuente: elaboración propia.

3.2 Delimitación del campo de estudio

El estudio se relaciona con el yeso grado reactivo y grado industrial, llevando a cabo una comparación mediante un análisis de termogravimetría. Desarrolla termogramas para comparar ambos compuestos.

3.3 Recursos humanos disponibles

- Persona encargada del estudio: José Pablo Ramos Lemus, estudiante de Ingeniería Química.
- Asesora: Ingeniera Química, Adela María Marroquín González.

3.4 Recursos materiales disponibles

Los materiales utilizados en la parte experimental de la investigación son los presentados en la siguiente tabla.

Tabla VII. Equipos por utilizar

Equipo	Medición de masa	Medición de tiempo	Calentamiento	Medición de volumen	Equipo auxiliar
Balanza analítica Rad Wag. Max. 750g. d=0.001g					
Mufla marca Fisher Scientific.					
Cronómetro					
Horno de vacío marca VWR Pmax:30 In Hg Vac.					

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Cristalería por utilizar**

Equipo	Medición de masa	Medición de tiempo	Calentamiento	Medición de volumen	Equipo auxiliar
Cápsulas de porcelana					
Matraz de Le Chatelier					
Vidrio de reloj					
Espátula					
Desecador					

Fuente: elaboración propia.

Reactivos

- 500 g de sulfato de calcio dihidratado grado reactivo
- 500 g de sulfato de calcio dihidratado grado industrial
- Querosina libre de agua

3.5 Técnica cuantitativa

El análisis de termogravimetría del yeso es una técnica totalmente cuantitativa ya que el muestreo se basa en la cuantificación de masa del yeso conforme se somete a cambios de temperatura para caracterizar su comportamiento por medio de un termograma.

3.6 Recolección y ordenamiento de la información

La recolección de la información se llevó a cabo de la forma siguiente.

3.6.1 Ubicación

La recolección de los datos se llevó en el laboratorio del área de química.

3.6.2 Proceso para recolectar información

El proceso para recolectar la información de la variación de masa y densidad del yeso en análisis de termogravimetría se describe a continuación.

3.6.3 Preparación de cápsulas de porcelana y reactivos para tomar muestras

Se calcinaron las cápsulas de porcelana. Para cada reactivo se llevó a cabo una separación de tamaños para tener muestras homogéneas en cada crisol. Las muestras se almacenaron en bolsas ziploc.

3.6.4 Procedimiento para toma de la muestra

Se tomaron 5 crisoles (5 variaciones de temperatura) con 3 gramos de un reactivo cada una, a temperatura ambiente. Luego, se colocaron las muestras en una mufla y se elevó la temperatura a 100°C, una vez estabilizadas las muestras se dejaron durante 1 hora a esa temperatura. Al finalizar la hora se sacó la primera muestra. Luego, se elevó a la segunda temperatura las 4 muestras restantes y se llevó a cabo el mismo procedimiento para sacar la

segunda muestra. De esta forma, se obtuvieron 5 muestras del mismo reactivo a 5 temperaturas diferentes.

3.6.5 Manejo de las muestras

- Medición de masa

Las 5 de muestras por cada reactivo se colocaron en una desecadora, de forma que alcanzaron una temperatura ambiente. Luego, se realizó la medición de peso residual de cada una de ellas. Después de la medición de peso de cada muestra, se almacenaron en bolsas ziploc para luego llevar a cabo la medición de la densidad y rayos x.

- Medición de densidad

La densidad real de cada una de las muestras obtenidas durante el experimento se midió por medio del Método Estándar para la Determinación de la Densidad de Cemento Hidráulico, según la norma ASTM C 188-95, en la que se utilizó balón de Le Chatelier y querosina libre de agua.

3.6.6 Identificación y control de muestras

Las diferentes muestras al ser almacenadas en bolsas ziploc se identificaron con la siguiente información:

- Tipo de reactivo
- Número de muestra
- Temperatura analizada
- Número de repetición

- Fecha y hora

3.7 Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

Para la tabulación, ordenamiento y procesamiento de los datos obtenidos se utilizó Microsoft Word 2010. Para realizar los termogramas se utilizó el software Qtiplot.

3.8 Análisis estadístico

Se realizará un análisis de varianza para determinar si la fuente de variación (diferente pureza en el yeso y temperatura de deshidratación) influye de manera que existan diferencias significativas entre las respuestas de cada tratamiento.

Las muestras fueron evaluadas durante cinco temperaturas distintas: 100 °C, 300 °C, 500 °C, 700 °C y 900 °C.

Con estas evaluaciones se tiene:

Número de tratamientos= 5 temperaturas de evaluación x 2 tipos de yeso.

Número de tratamientos= 10 x 3 repeticiones = 30 tratamientos

Dado a que se deseaba establecer un análisis estadístico para determinar si existe diferencia significativa entre los termogramas para los dos tipos de yeso utilizados, se realizó un análisis de varianza de un factor del peso residual de los dos tipos de yeso.

3.8.1 Análisis de varianza

Se realizó un análisis de varianza para determinar si la fuente de variación (pureza de las muestras de yeso) influye de manera que existan diferencias significativas entre las respuestas de cada tratamiento. Para este análisis, se trabajó con un nivel de confianza del 95.

El análisis de varianza de los datos de peso residual, se efectuó mediante el programa Microsoft Excel versión 2013, el cual utiliza como base las ecuaciones descritas en la siguiente tabla:

Tabla IX. Ecuaciones para análisis de varianza

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de Cuadrados(SC)	Cuadrado de Medias	F Calculada	F Tabulada
Bloques	$r - 1$	$\sum_{k=1}^r \frac{Y_{..k}^2}{ab} - \frac{Y_{...}^2}{abr}$	SC_{bloq}/gl_{bloq}	CM_{bloq}/CM_{ee}	
A	$a - 1$	$\sum_{i=1}^a \frac{Y_{i..}^2}{rb} - \frac{Y_{...}^2}{abr}$	SC_A/gl_A	CM_A/CM_{ee}	$F_{tab(a-1; gl_{ee}; \alpha)}$
B	$b - 1$	$\sum_{j=1}^b \frac{Y_{.j.}^2}{ra} - \frac{Y_{...}^2}{abr}$	SC_B/gl_B	CM_B/CM_{ee}	$F_{tab(b-1; gl_{ee}; \alpha)}$
AB	$(a - 1)(b - 1)$	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{Y_{ij.}^2}{r} - \frac{Y_{i..}^2}{abr} - SC_A - SC_B$	SC_{AB}/gl_{AB}	CM_{AB}/CM_{ee}	$F_{tab(a-1, b-1; gl_{ee}; \alpha)}$
Error	$ab - 1 (r - 1)$	$SC_{TOTAL} - SC_{bloques} - SCA - SCB - SCAB$	Sc_{ee}/gl_{ee}		
Total	$abr - 1$	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^r Y_{ijk}^2 - \frac{Y_{...}^2}{abr}$			

Fuente: OCHAETA, Karen. *Análisis de las Curvas Termogravimétricas (640 mm de Hg) para el estudio de la calcinación de tres calizas con diferente contenido de magnesio en función de la densidad utilizando el método ASTM C188-95.* p.4.

Regla de decisión

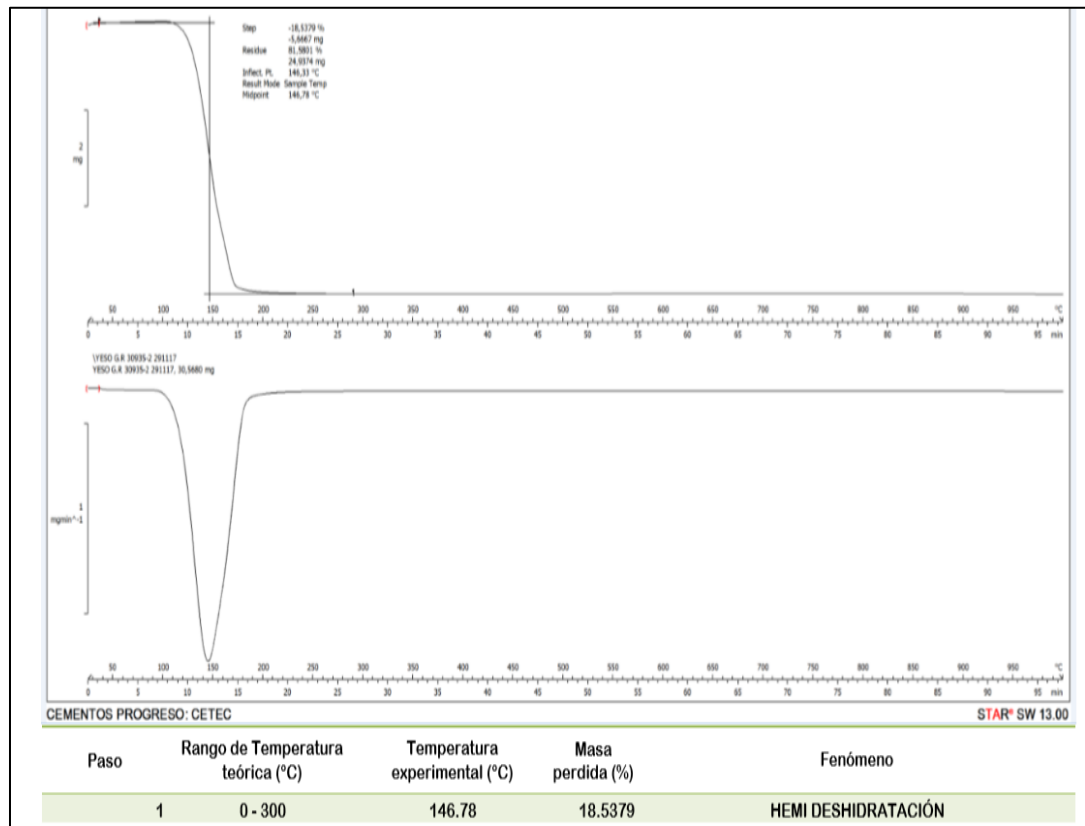
Si $F_c \geq F_t$ Se rechaza la hipótesis nula (es decir, sí existen diferencias significativas).

Si $F_c < F_t$ No se rechaza la hipótesis nula

4. RESULTADOS

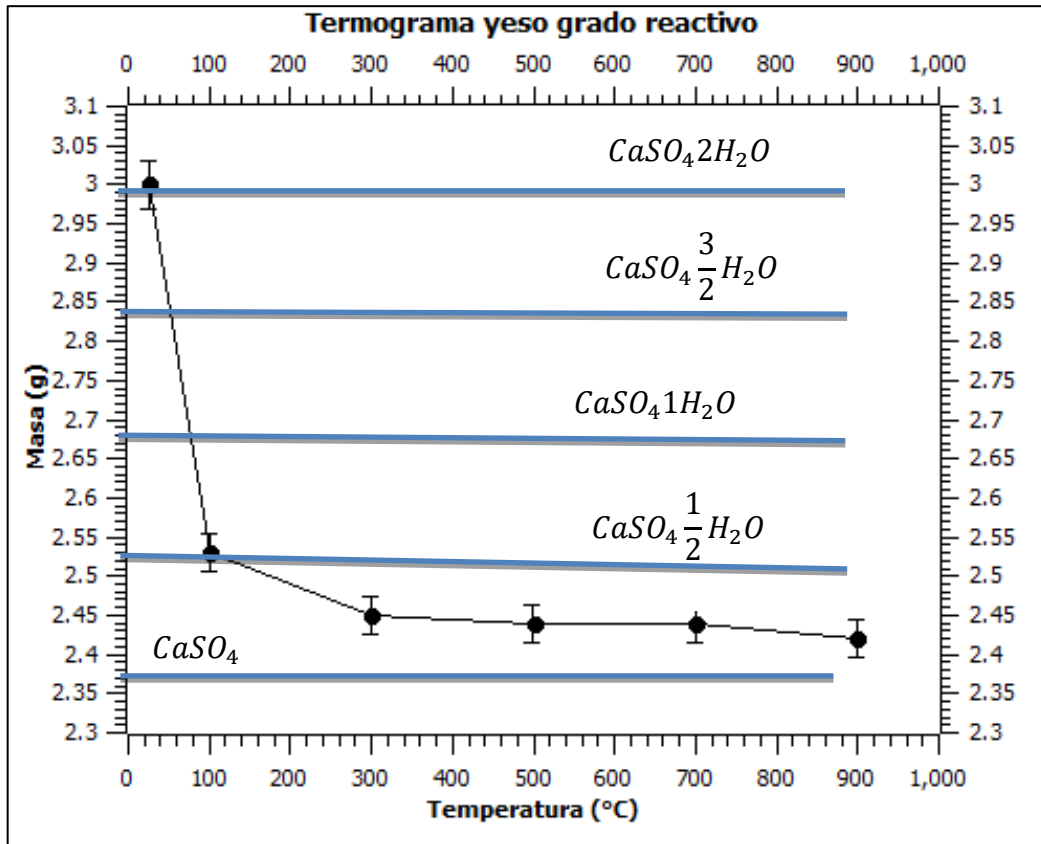
La termogravimetría del yeso grado reactivo y grado industrial es representada con los siguientes resultados.

Figura 5. **Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica (TGA cementos progreso)**



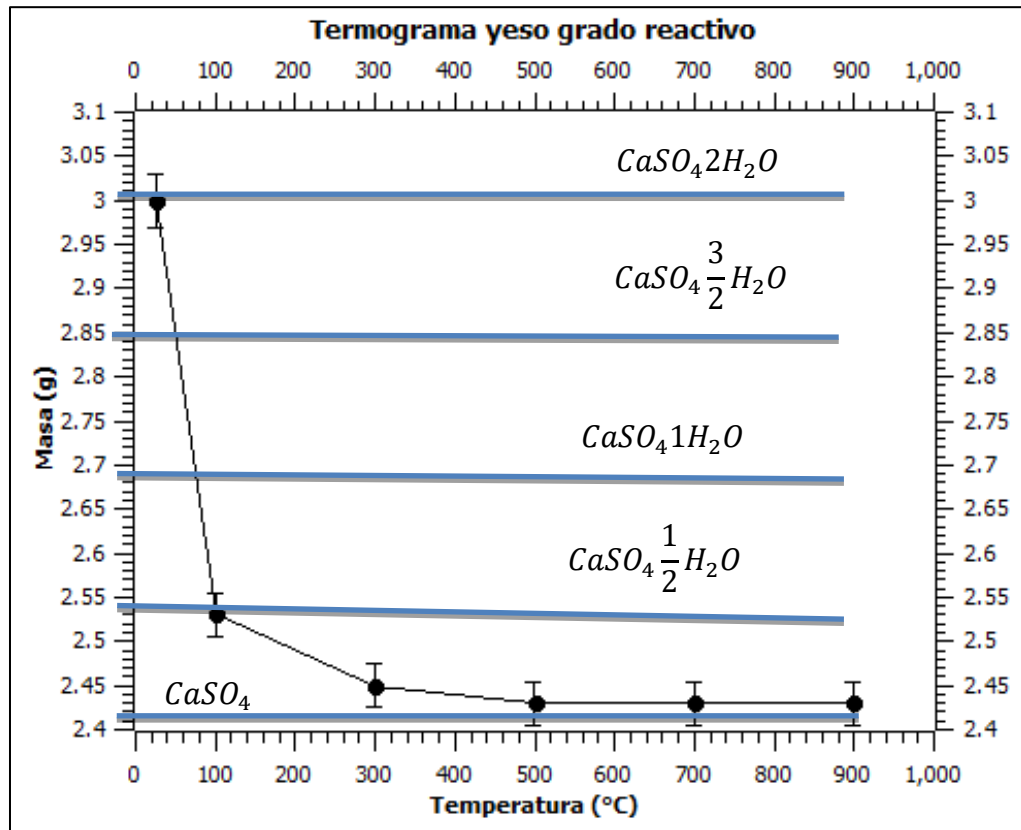
Fuente: Cementos Progreso.

Figura 6. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición, repetición número 1



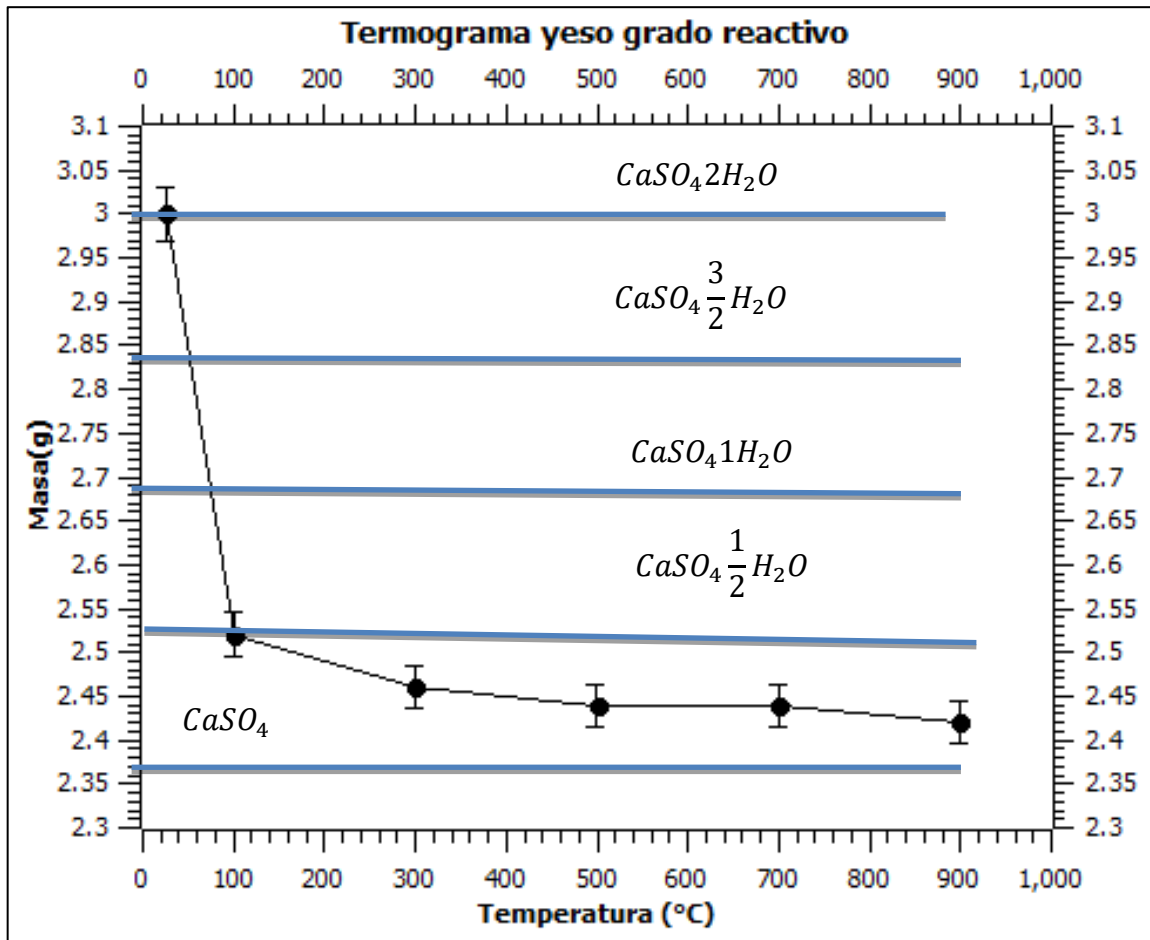
Fuente: elaboración propia.

Figura 7. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 2



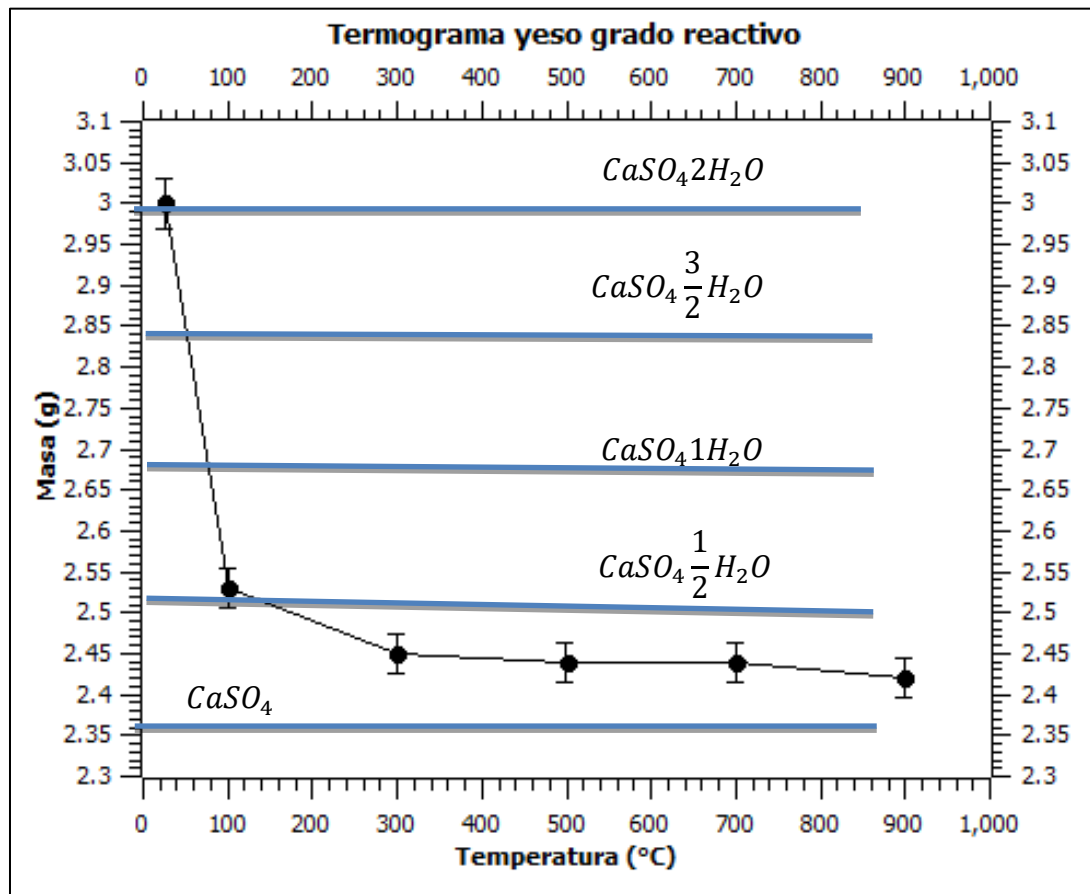
Fuente: elaboración propia.

Figura 8. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 3.



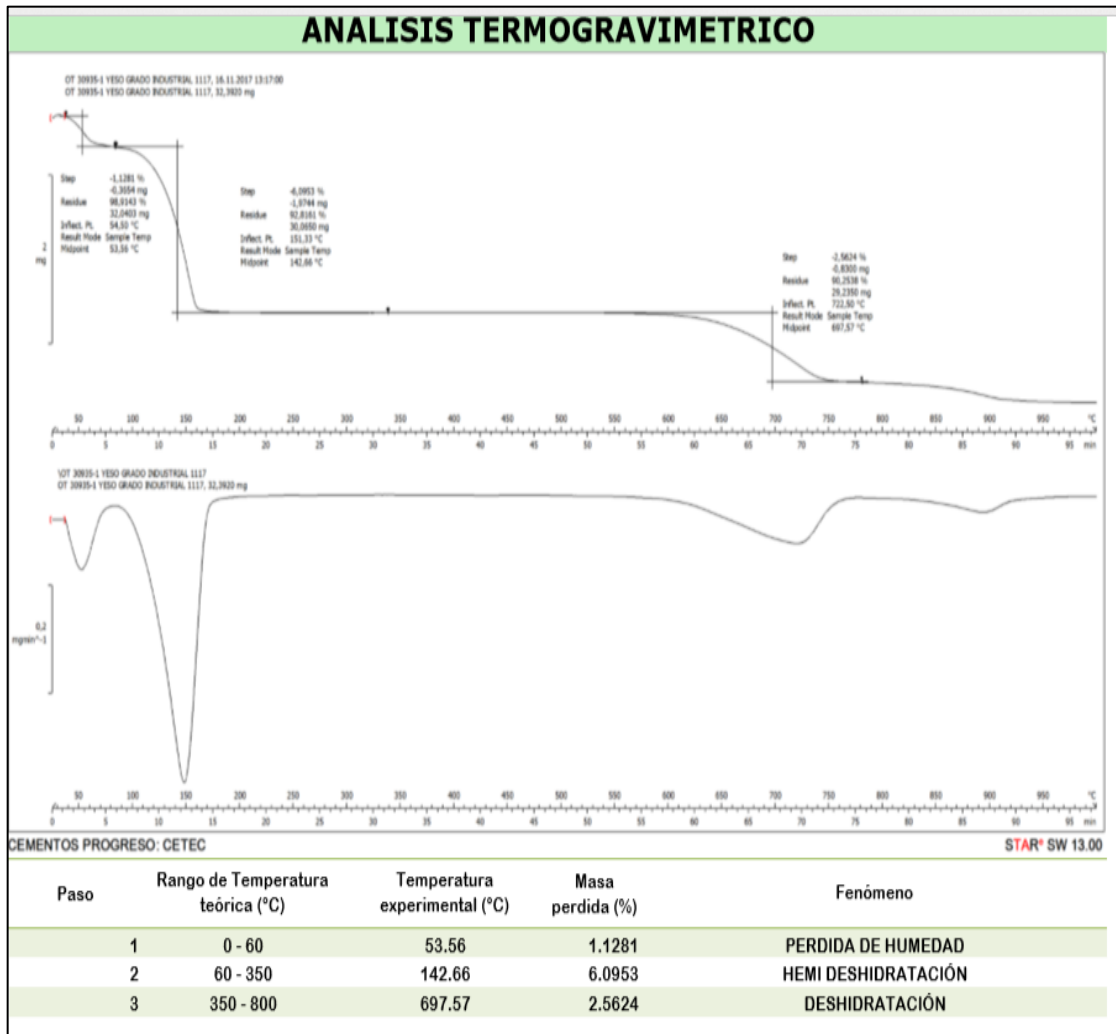
Fuente: elaboración propia.

Figura 9. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



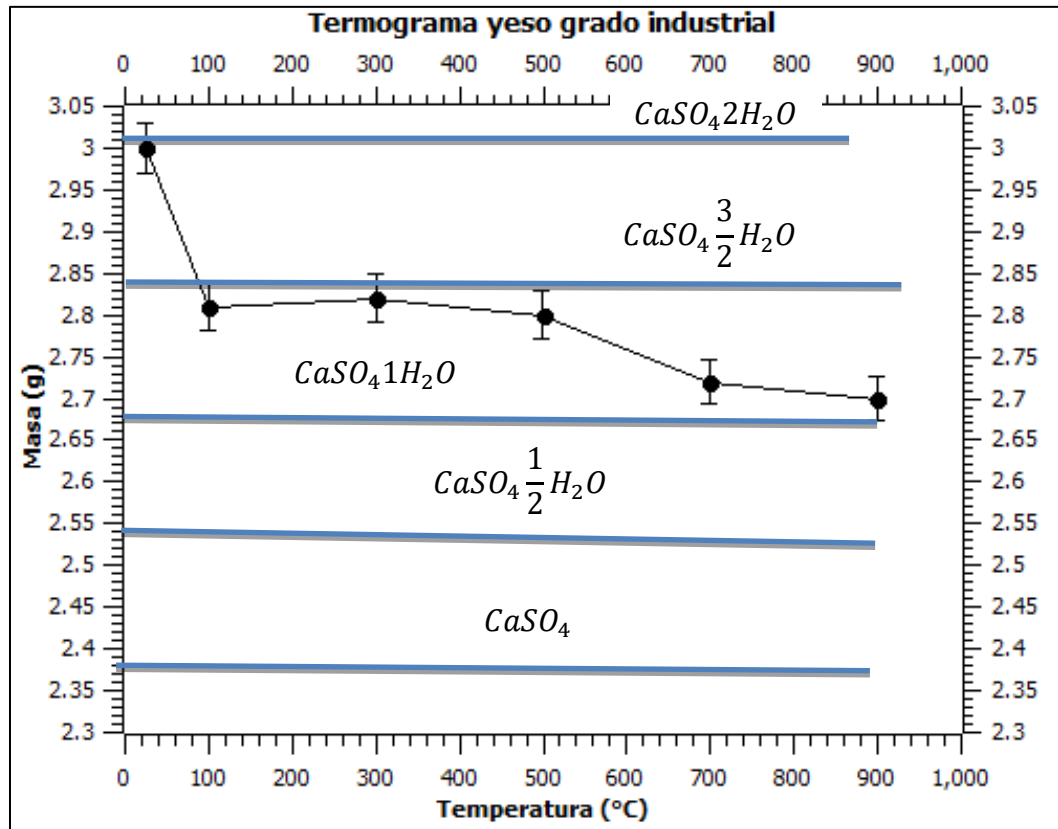
Fuente: elaboración propia.

Figura 10. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica (TGA cementos progreso)



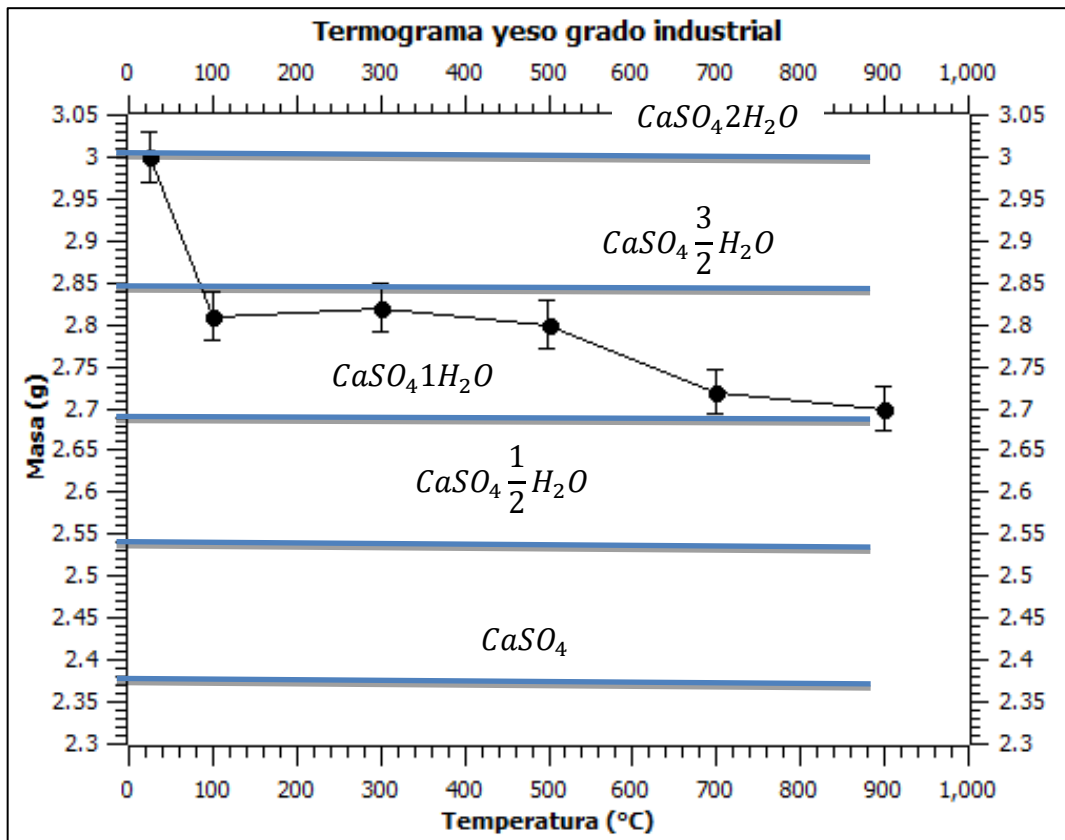
Fuente: Cementos Progreso.

Figura 11. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 1



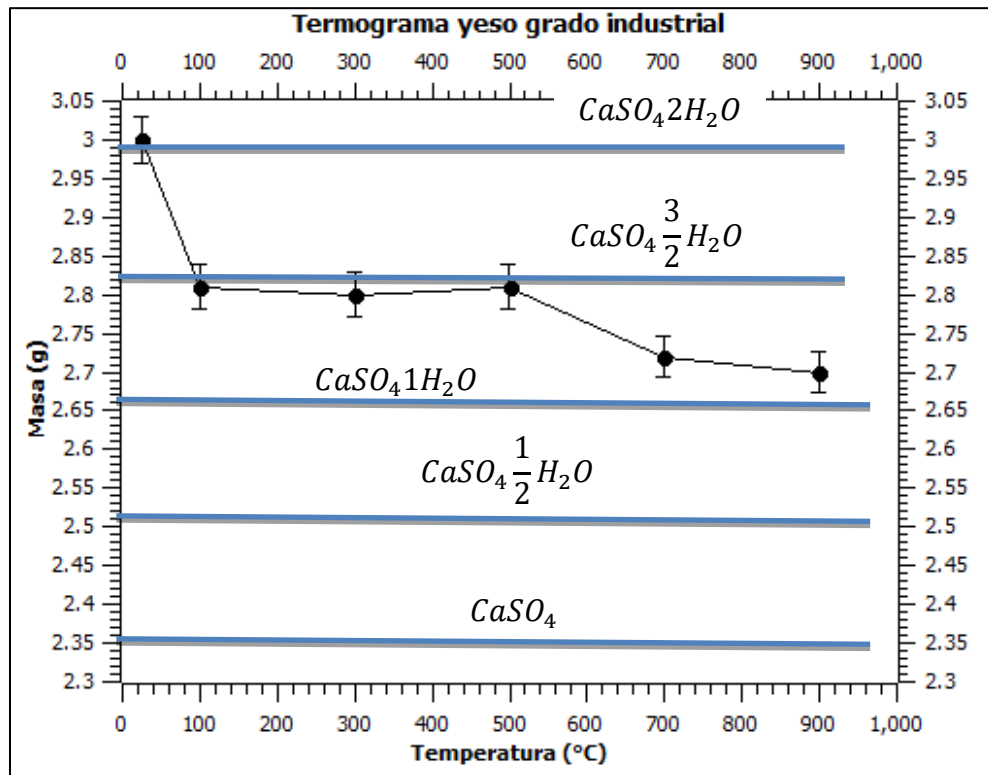
Fuente: elaboración propia.

Figura 12. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 2



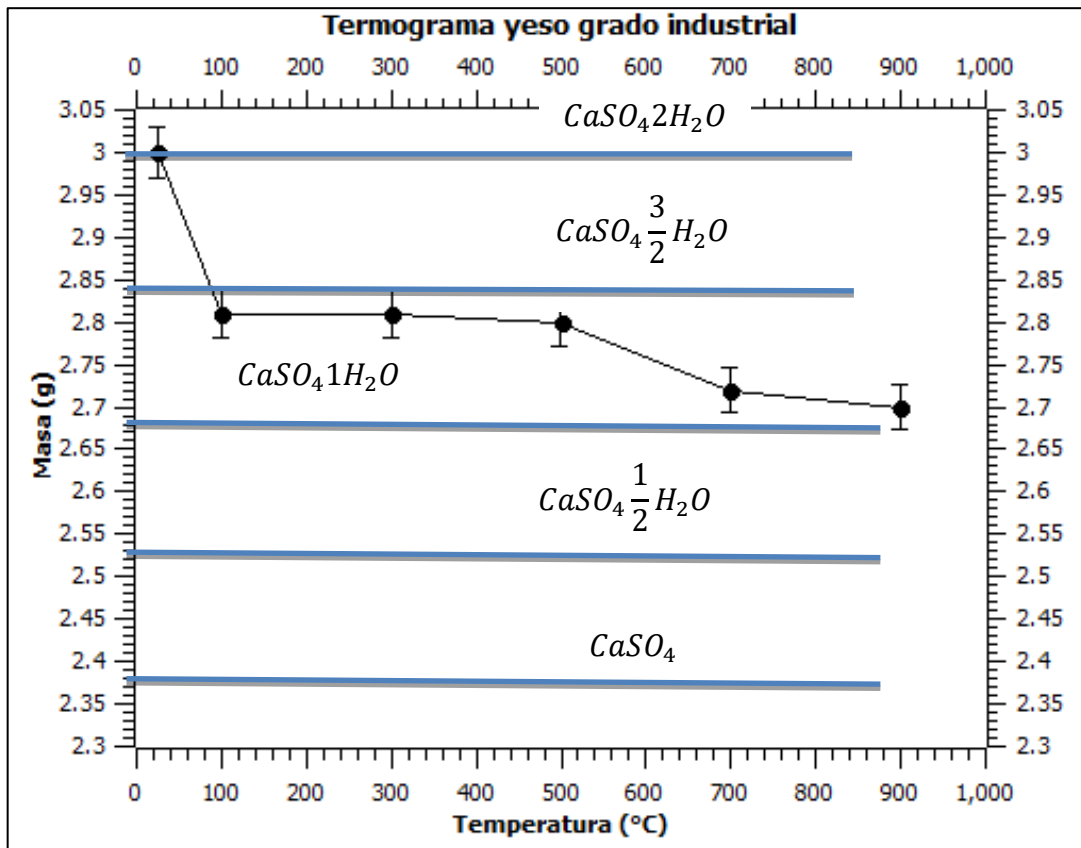
Fuente: elaboración propia.

Figura 13. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número 3



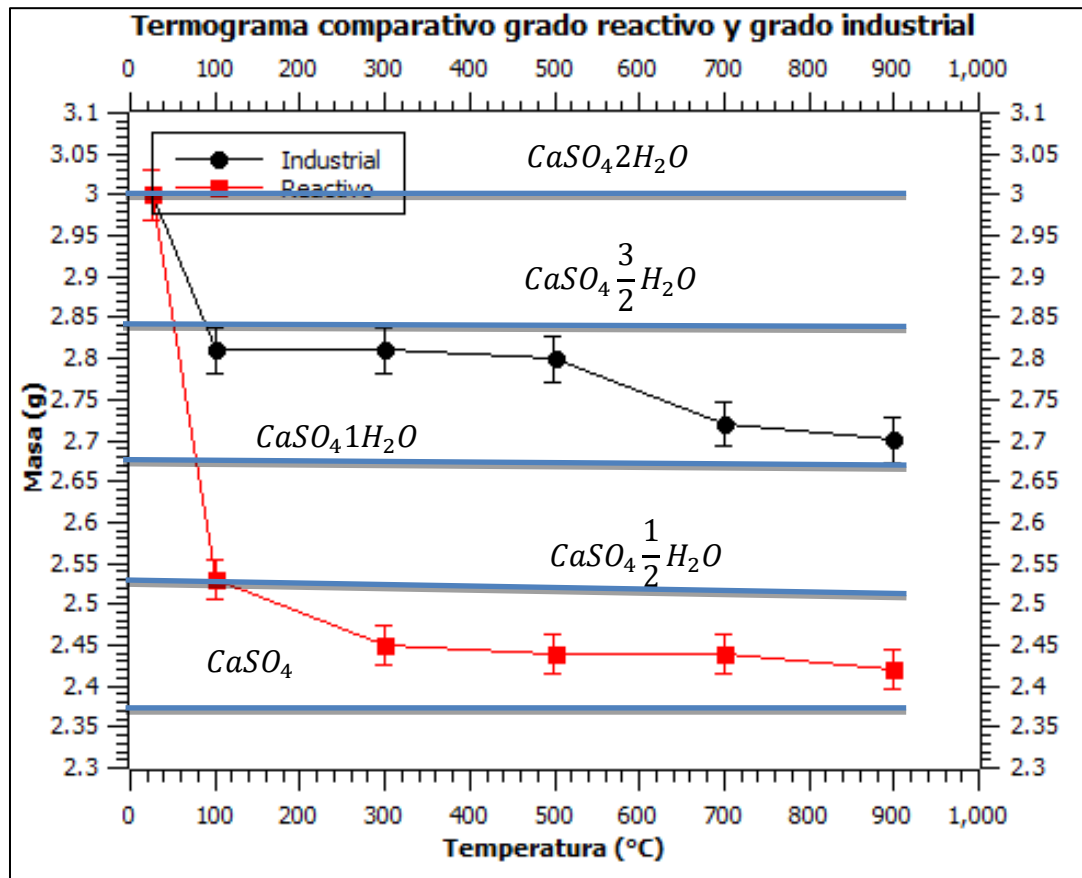
Fuente: elaboración propia.

Figura 14. Termograma de la pérdida de peso del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



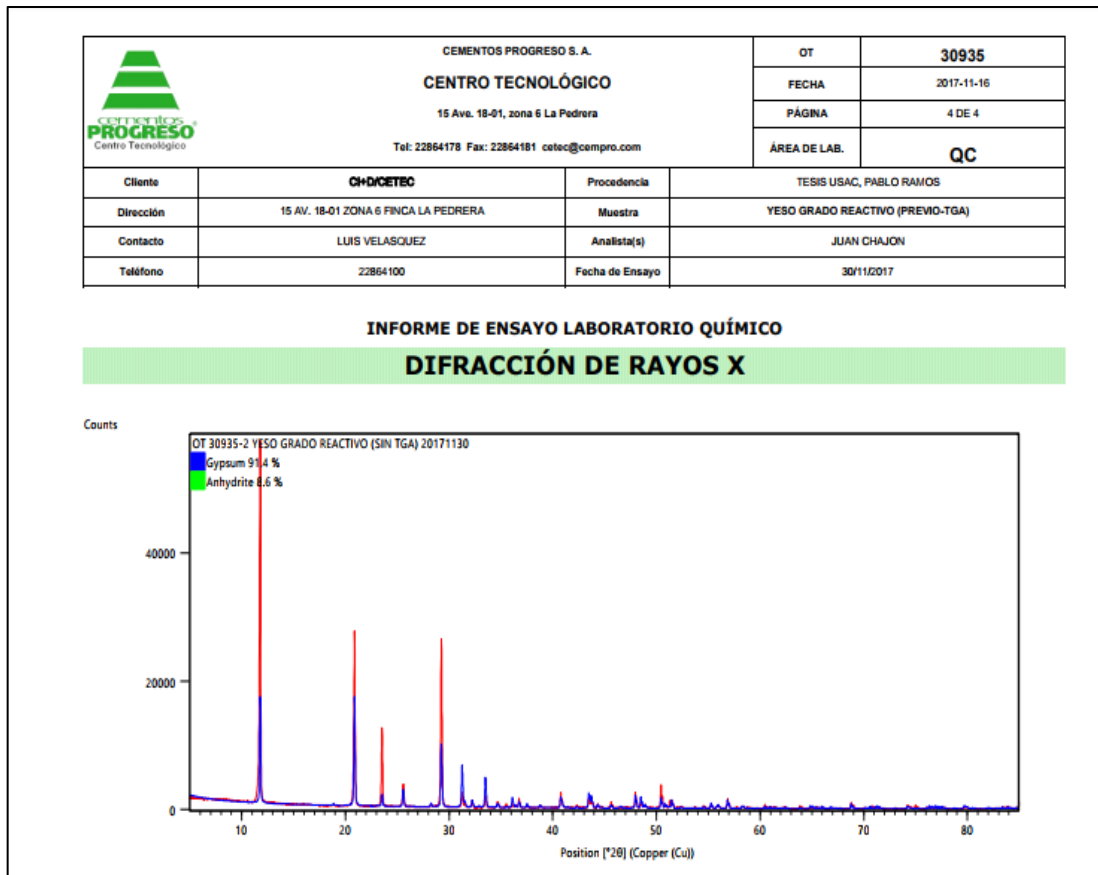
Fuente: elaboración propia.

Figura 15. Termograma - comparación del comportamiento de la pérdida de peso del yeso grado reactivo y grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica



Fuente: elaboración propia.

Figura 16. Composición del yeso grado reactivo utilizado en la fase experimental a partir de difracción de rayos x, a temperatura ambiente



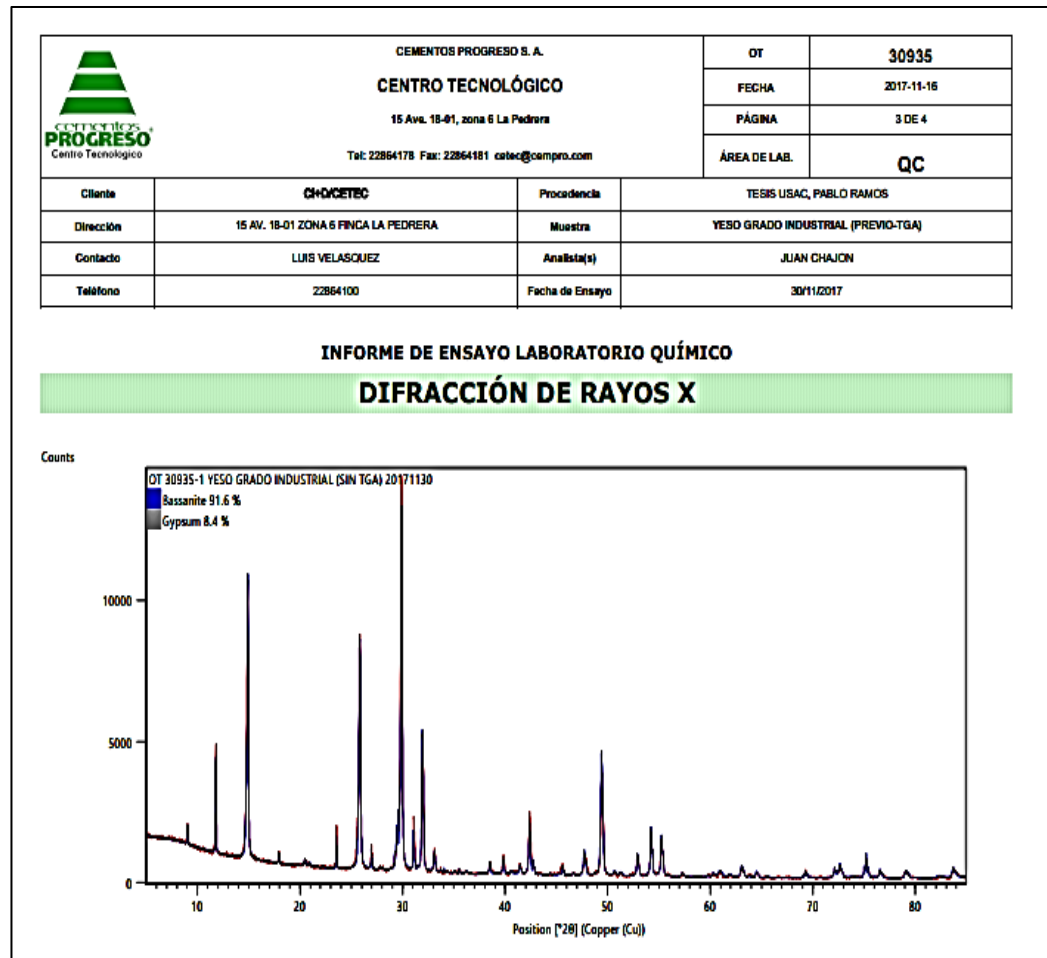
Fuente: Cementos Progreso.

Tabla X. Composición yeso grado reactivo a 25°C

Fase Mineral	Fórmula	Concentración %p/p	Sistema cristalino
Yeso	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	91,40%	Monoclínico
Anhidrita	$CaSO_4$	8,60%	Ortorrómico

Fuente: Cementos Progreso.

Figura 17. Composición del yeso grado industrial utilizado en la fase experimental a partir de difracción de rayos x, a temperatura ambiente



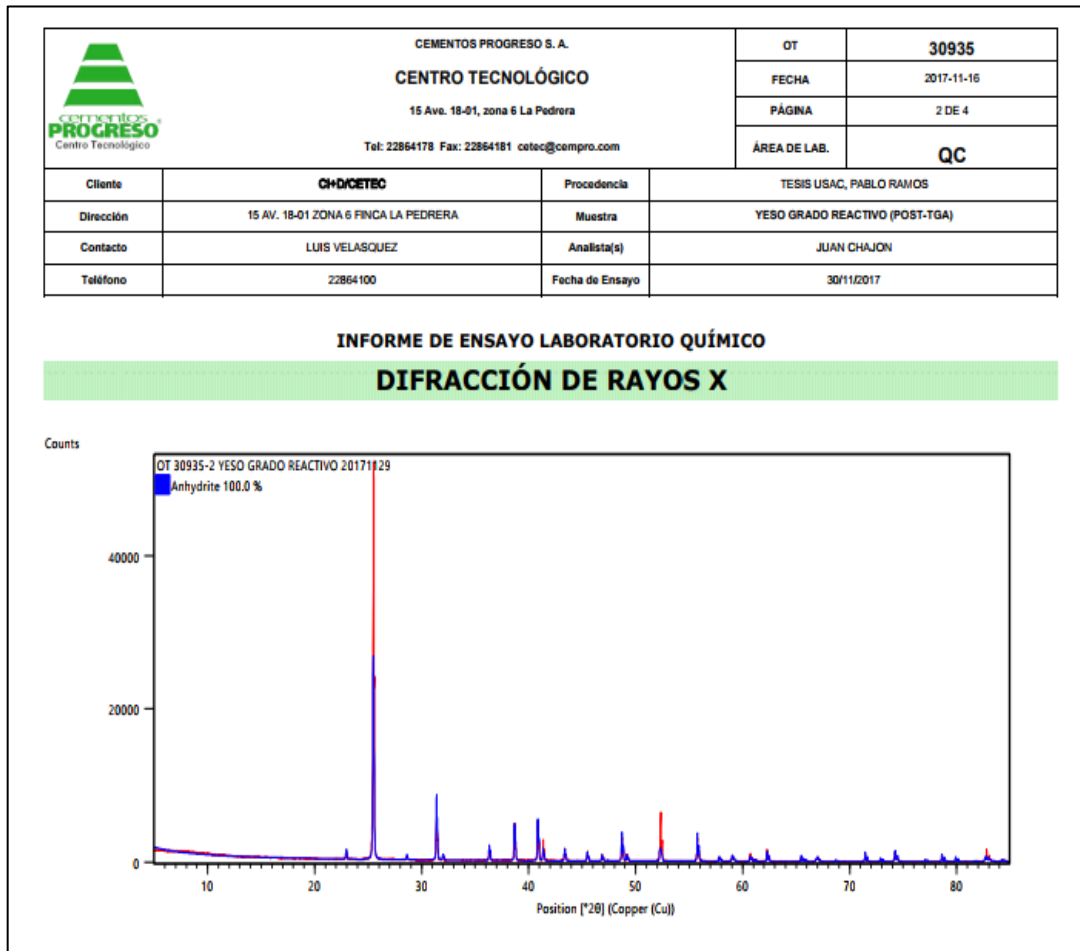
Fuente: Cementos Progreso.

Tabla XI. Composición yeso grado industrial a 25°C

Fase Mineral	Fórmula	Concentración %p/p	Sistema cristalino
Bassanita	$CaSO_4 * \frac{1}{2}H_2O$	40,60 %	Hexagonal
Yeso	$CaSO_4 * 2H_2O$	60,40 %	Monoclínico

Fuente: Cementos Progreso.

Figura 18. Composición del yeso grado reactivo a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900°C



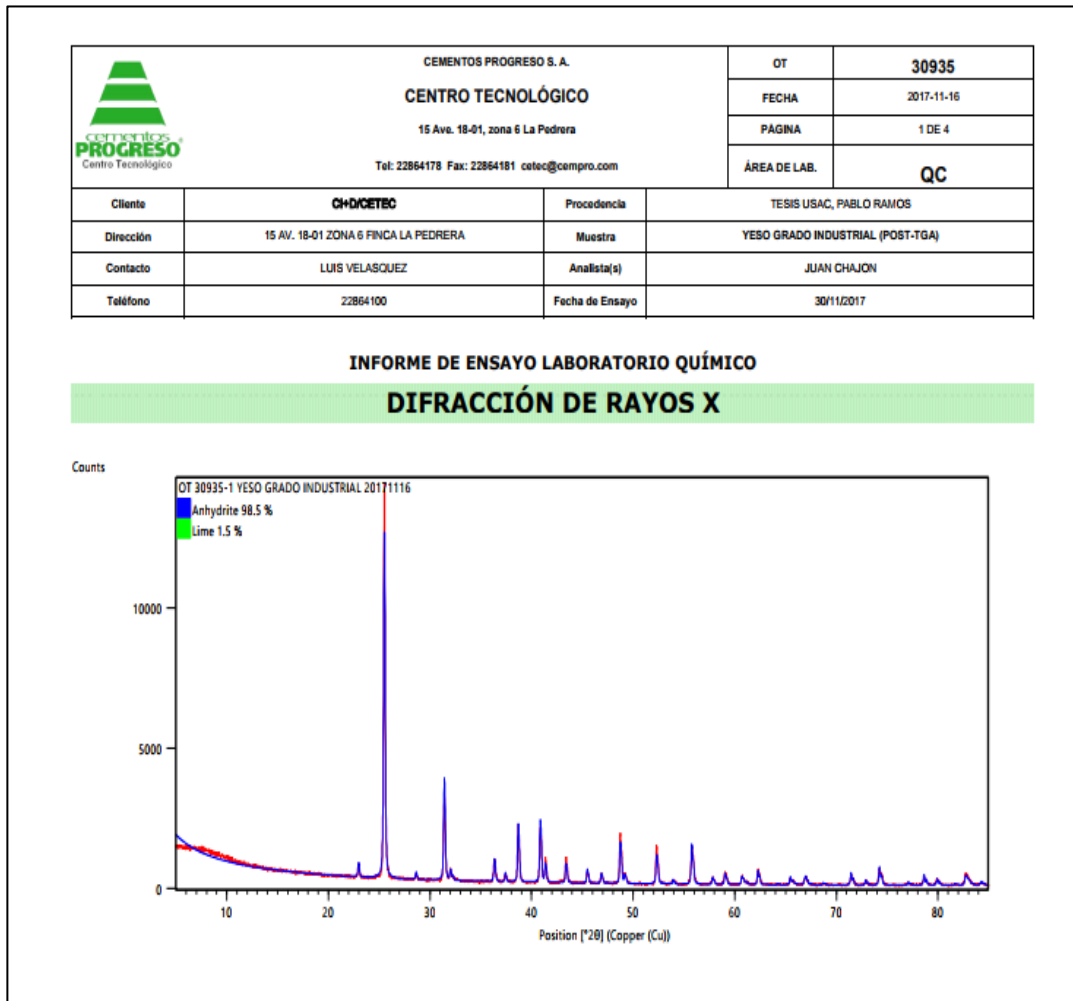
Fuente: Cementos Progreso.

Tabla XII. Composición del yeso grado reactivo a 900°C

Fase Mineral	Fórmula	Concentración %p/p	Sistema Cristalino
Anhidrita	$CaSO_4$	100 %	Ortorrómico

Fuente: Cementos Progreso.

Figura 19. **Composición del yeso grado industrial a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900°C**



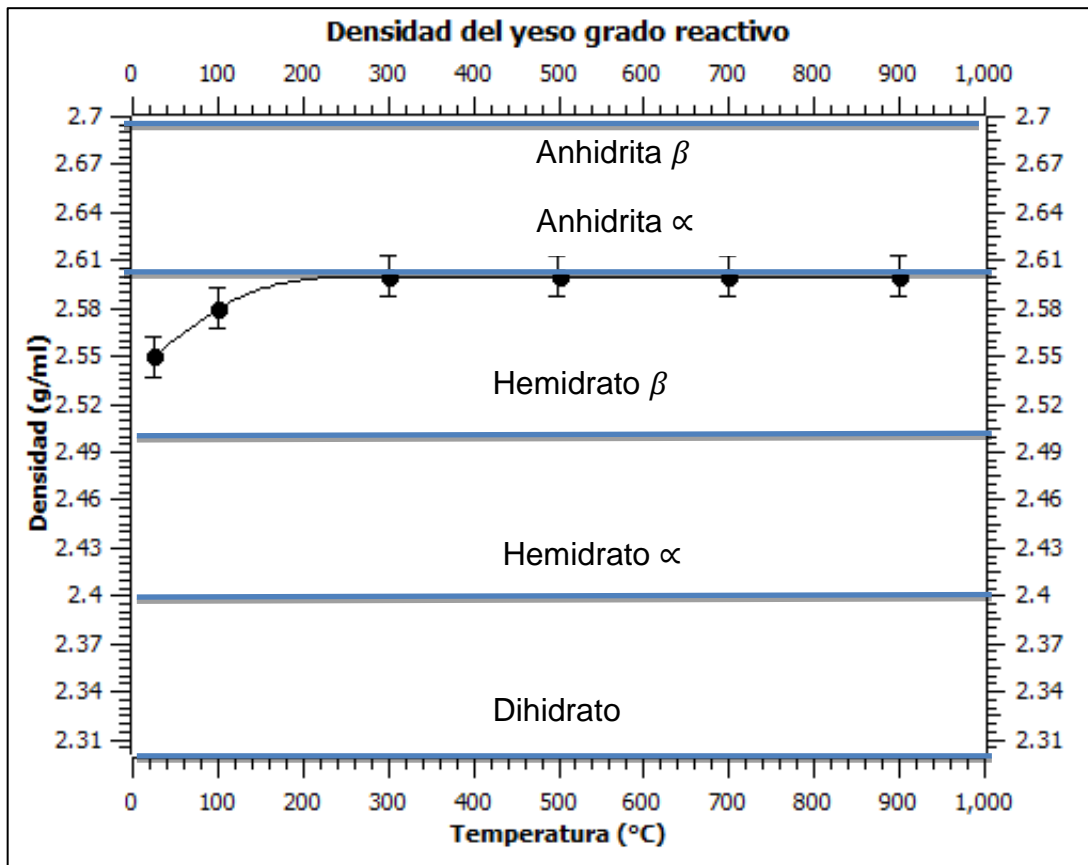
Fuente: Cementos Progreso.

Tabla XIII. **Composición del yeso grado industrial a 900°C**

Fase Minera	Fórmula	Concentración %p/p	Sistema Cristalino
Anhidrita	$CaSO_4$	98,50 %	Ortorrómico
Óxido de calcio	CaO	1,50 %	Cúbico

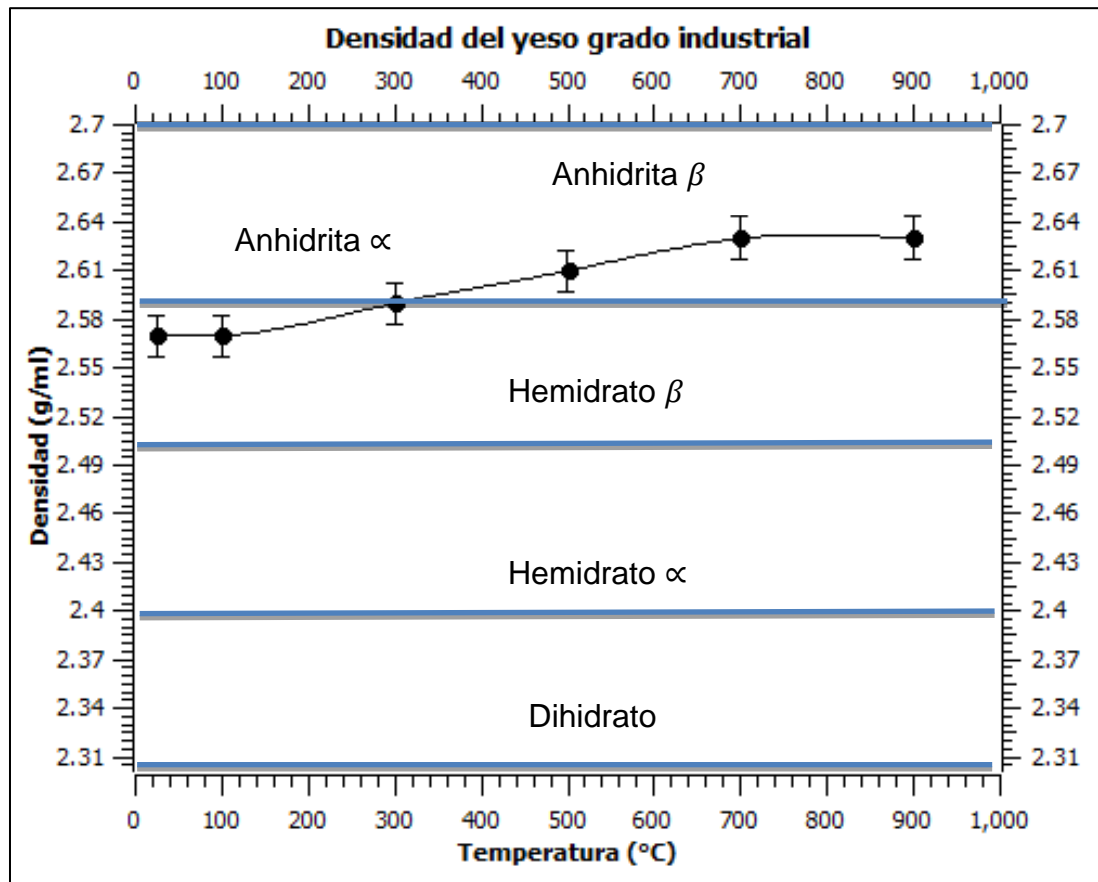
Fuente: Cementos Progreso.

Figura 20. Comportamiento de la densidad del yeso grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



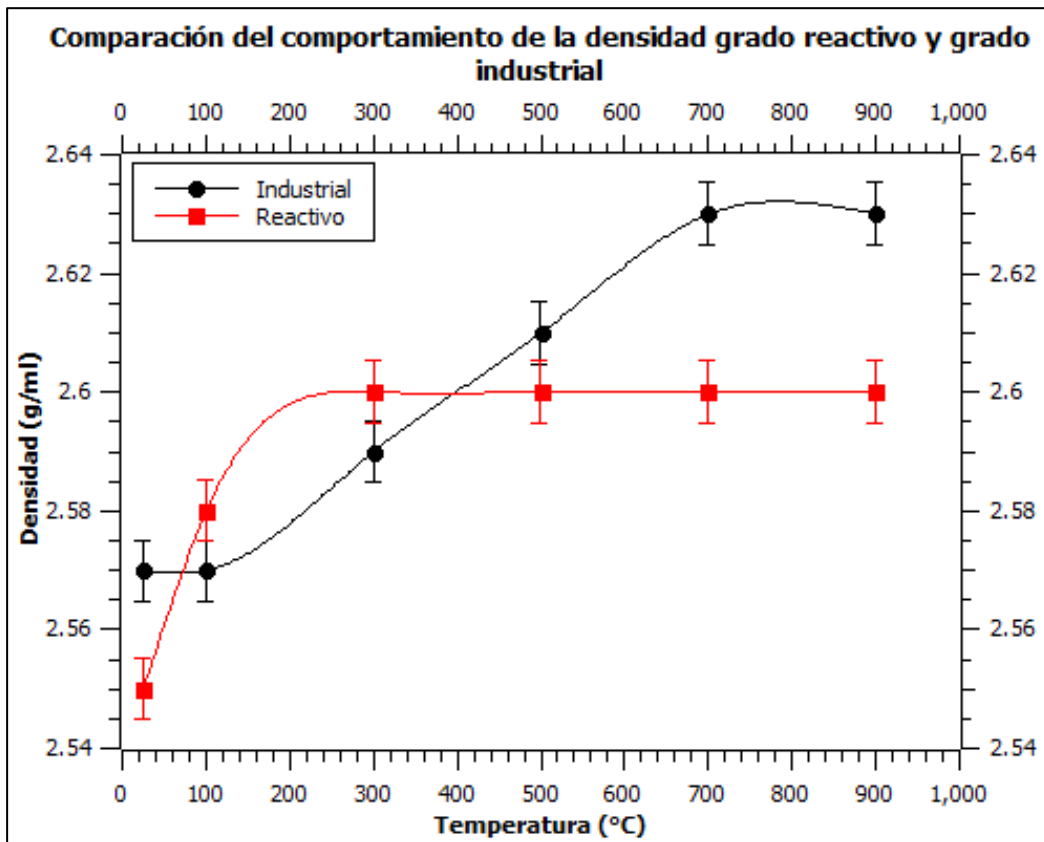
Fuente: elaboración propia.

Figura 21. Comportamiento de la densidad del yeso grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



Fuente: elaboración propia.

Figura 22. Comportamiento de la densidad del yeso grado reactivo y grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica



Fuente: elaboración propia.

4.1 Análisis de resultados

Se realiza un análisis de resultados para poder aceptar o rechazar la hipótesis generada para la investigación.

Tabla XIV. **Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso de dos grados diferentes de pureza, a 100°C**

100 °C	
REACTIVO (g)	INDUSTRIAL (g)
0,47	0,19
0,47	0,19
0,48	0,19

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 100°C**

Análisis de varianza de un factor						
RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Reactivo	3	1,42	0,473333333	3,3333E-05		
Industrial	3	0,57	0,19	1,1556E-33		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,12041667	1	0,120416667	7 225	1,1484E-07	7,70864
Dentro de los grupos	6,6667E-05	4	1,66667E-05			
Total	0,12048333	5				

Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis de investigación. Por lo que se afirma que existe diferencia significativa entre la variación de masa debido a la pureza del yeso, a la misma temperatura de 100°C.

Tabla XVI. **Variación de la masa de 3g de muestra calcinada de yeso para dos grados diferentes de pureza, a 300°C**

300°C	
Reactivo (g)	Industrial (g)
0,55	0,19
0,55	0,19
0,54	0,2

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. **Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 300°C**

Análisis de varianza de un factor						
RESUMEN						
<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>		
Reactivo	3	1,64	0,54666667	3,3333E-05		
Industrial	3	0,58	0,19333333	3,3333E-05		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	0,187266667	1	0,18726667	5618	1,8988E-07	7,70864742
Dentro de los grupos	0,000133333	4	3,3333E-05			
Total	0,1874	5				

Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis de investigación. Por lo que se afirma que existe diferencia significativa entre la variación de masa debido a la pureza del yeso, a la misma temperatura de 300°C.

Tabla XVIII. **Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso de dos grados diferentes de pureza, a 500°C**

500°C	
Reactivo (g)	Industrial (g)
0,56	0,2
0,57	0,2
0,56	0,19

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 500°C**

Análisis de varianza de un factor							
RESUMEN							
<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>			
			0,5633333	3,3333E			
Reactivo	3	1,69	3	-05			
			0,1966666	3,3333E			
Industrial	3	0,59	7	-05			
ANÁLISIS DE VARIANZA							
<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>		<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
		<i>de</i>	<i>total</i>				
Entre grupos	0,2016666	7	1	0,2016666	6050	1,6374E-07	7,7086474
Dentro de los grupos	0,0001333	3	4	3,3333E-05			2
Total	0,2018		5				

Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis de investigación. Por lo que se afirma que existe diferencia significativa entre la variación de masa debido a la pureza del yeso, a la misma temperatura de 500°C.

Tabla XX. **Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso para dos grados diferentes de pureza, a 700°C**

700°C	
Reactivo (g)	Industrial (g)
0,56	0,28
0,57	0,28
0,56	0,28

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXI. **Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 700°C**

Análisis de varianza de un factor						
RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
			0,5633333	3,3333E-		
Reactivo	3	1,69	3	05		
Industrial	3	0,84	0,28	0		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,1204166	7	0,1204166	7225	1,1484E-07	7,7086474
Dentro de los grupos	6,6667E-05	4	1,6667E-05			2
Total	0,1204833	3				

Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis de investigación. Por lo que se afirma que existe diferencia significativa entre la variación de masa debido a la pureza del yeso, a la misma temperatura de 700°C.

Tabla XXII. **Variación de la masa para 3g de muestra calcinada de yeso de dos grados diferentes de pureza, a 900°C**

900°C	
Reactivo (g)	Industrial (g)
0,58	0,3
0,57	0,3
0,58	0,3

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIII. **Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 3g de muestra calcinada de yeso grado reactivo e industrial para 900°C**

Análisis de varianza de un factor						
RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
			0,5766666	3,3333E		
Reactivo	3	1,73	7	-05		
Industrial	3	0,9	0,3	0		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad d	Valor crítico para F
Entre grupos	0,1148166	7	0,1148166	6889	1,263E-07	7,7086474
Dentro de los grupos	6,6667E-05	4	1,6667E-05			2
	0,1148833					
Total	3	5				

Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis de investigación. Por lo que se afirma que existe diferencia significativa entre la variación de masa debido a la pureza del yeso, a la misma temperatura de 900°C.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

El estudio termogravimétrico realizado en el trabajo de graduación surge de la necesidad de evaluar las propiedades físicas del yeso a diferentes temperaturas y ver si el grado de pureza influye en estas evaluaciones.

A partir de esta necesidad se estableció un rango de temperatura de 100°C a 900°C en el que se trabajó el análisis termogravimétrico para el yeso grado reactivo y grado industrial. El tiempo de calcinación establecido para cada temperatura de interés fue de 1 hora, más el tiempo que se tomó para llegar a la temperatura. Para cada corrida, se colocaron 5 crisoles con 3g de muestra de yeso grado reactivo o grado industrial y conforme completaba la hora de calcinación se sacaba un crisol de muestra y se aumentaba a la siguiente temperatura repitiendo el procedimiento. Se realizaron tres repeticiones por cada muestra a cada temperatura de calcinación.

Luego de las calcinaciones a diferentes temperaturas, la medición de la densidad se llevó a cabo bajo la norma ASTM C 188-95, en la cual se utilizó un matraz de Le Chatelier. El fluido utilizado para llevar a cabo la medición indirecta de la densidad del yeso, fue el queroseno. Se utilizó 0,5g de muestra de yeso para observar el desplazamiento de volumen que existía en el queroseno al momento de añadirlo.

Las calcinaciones efectuadas en un análisis termogravimétrico pueden verse afectadas por diversos factores tales como la hermeticidad y la atmósfera interna de la mufla, velocidad de calcinación, la variación de masa que pueda

existir al transportar la muestra de la mufla a la balanza, el tiempo real de calcinación a la temperatura de interés.

Debido a que existen estos factores que pueden influenciar en los resultados obtenidos en el análisis termogravimétrico, y con el objetivo de minimizarlos al máximo y visualizar con mayor precisión si existía diferencia significativa en los termogramas del yeso grado reactivo y grado industrial, se realizó un análisis termogravimétrico paralelo con un equipo más especializado. El equipo utilizado es el equipo con que se llevan a cabo las termogravimetrías en el centro de investigación de Cementos Progreso.

Este equipo trata los factores antes mencionados de la siguiente forma; posee una atmósfera inerte de nitrógeno, velocidad de calcinación programable, lector de peso incluido y va realizando los termogramas a tiempo real a medida que obtiene las lecturas del equipo

Al poseer los termogramas y densidades de las muestras, fue necesario verificar la composición y estructura cristalina por lo que se realizaron análisis de difracción de rayos x a 4 muestras. Con estos análisis, se cuantificaron los elementos presentes en la muestra y se describió el avance de la reacción a medida que iba aumentando la calcinación.

En la sección de resultados se observa la caracterización del peso residual en función de la temperatura de calcinación, los primeros termogramas que se muestran son los del yeso grado reactivo y luego los del grado industrial. El primer termograma que se muestra de cada yeso, es el termograma desarrollado con el equipo especializado que utiliza Cementos Progreso, para que se pueda visualizar de mejor forma el comportamiento y los puntos de inflexión que se generan.

En los termogramas desarrollados para la calcinación del yeso se observan las etapas de pérdida de humedad, hemideshidratación, deshidratación y el cambio de la estructura cristalina que presentan las muestras al avanzar el grado de calcinación. Estas etapas se ven a través de las regiones que conforman los puntos de inflexión y puntos constantes de la gráfica en los termogramas. Dichos puntos de inflexión se muestran en los termogramas a temperaturas exactas, facilitando la interpretación del comportamiento que se está llevando a cabo y para tomarlo como punto de comparación en los termogramas desarrollados por medio de la mufla utilizada.

Luego, se presentan los termogramas obtenidos con el método discontinuo por medio de la mufla con sus 3 respectivas repeticiones para cada muestra de yeso y una gráfica comparativa entre el yeso grado reactivo y yeso grado industrial.

Para el termograma del yeso grado reactivo se observa que en el método continuo con el equipo especializado el mayor cambio que presenta en su masa se genera en un rango bajo de temperatura de 25°C a 300°C, donde, a una temperatura de 146,78°C (punto de inflexión), ocurre el fenómeno de hemideshidratación con 18,54% de masa perdida, y se observa que existen pérdidas de masa hasta los 300°C por lo que las temperaturas que van más allá de esta temperatura forman en la gráfica una asíntota. Esto indica que ya no se genera pérdida de masa por lo que todo el yeso se ha convertido en anhídrita.

El termograma obtenido en el método discontinuo a partir de la experimentación con la mufla para el yeso grado reactivo promedio muestra que, en las primeras temperaturas se lleva a cabo la pérdida de las moléculas de agua, mismo comportamiento que presenta el termograma con el equipo especializado. En el rango de temperatura entre 25°C y 100°C se observa la mayor pérdida de masa de calcinación de 15,67%, donde la mayor pérdida de masa se acredita al fenómeno de hemideshidratación y es debido a que se pierde molécula y media de agua. Avanzando con el termograma se observa que entre 100°C y 300°C se siguen presentando pérdida de masa del yeso pero en menor cantidad, esto se debe a la pérdida de media molécula de agua y es el paso del yeso hemihidratado a anhidrita ya que a temperatura mayor a 300°C se observa que ya no hay cambio en la masa ya que el yeso ya no posee sus dos moléculas de agua.

Ambos métodos resultaron con una evolución similar pero el porcentaje de peso perdido como agua de cristalización no fue similar, debido a que el TGA continuo establece un tiempo de residencia de 20 minutos en cada temperatura de calcinación, mientras que en el método discontinuo fue de 60 minutos.

Al observar el termograma del yeso grado industrial desarrollado en el equipo especializado de Cementos Progreso, se logra observar que existen más puntos de inflexión por lo que conlleva a más etapas debido a las impurezas que presenta. La primera etapa se presenta en un rango de temperatura de 0 a 60°C donde el yeso grado industrial presenta una pérdida de 1,1281% de masa a una temperatura de 53,56°C, es la menor pérdida de masa que se observa en el termograma y se le acredita a la pérdida de humedad que presenta la muestra al perder agua que no forma parte de la molécula del yeso. La segunda etapa se presenta en un rango de temperatura

de 60°C a 350°C en dónde el yeso presenta 6,0953% de pérdida de masa a una temperatura de 142,66°C, es la mayor pérdida de masa que se observa en el termograma y se debe a la pérdida de molécula y media de agua que constituían a la molécula del yeso. A este fenómeno se le denomina hemideshidratación. La última etapa que se logra observar en el termograma se da en un rango de temperatura de 350°C a 800°C donde el yeso hemihidratado presenta una pérdida de 2,5624% de masa que se acredita al fenómeno de deshidratación y es dónde pierde la media molécula de agua que le quedaba, y es dónde se llega a la anhidrita.

El termograma desarrollado a partir de los datos experimentales obtenidos en la mufla para el yeso grado industrial, genera tres regiones. La primera se da a un rango de temperatura de 25°C a 100°C donde se da la mayor pérdida de peso del 6,33% y se acredita al fenómeno de pérdida de humedad e impurezas, debido a que en ese rango de temperatura no existe cambio en la densidad para acreditarlo a la pérdida de alguna molécula de agua que constituya a algún cambio en la estructura cristalina. La segunda etapa se genera en un rango de temperatura de 500°C a 700°C en donde la pérdida de masa es del 2,67% y se genera el fenómeno de hemideshidratación, según la referencia que nos da el termograma generado con el equipo especializado. La última etapa se logra observar en la última pérdida de masa que se genera entre 700°C a 900°C, en dónde se pierde el 0,67% y es debido a la deshidratación del yeso hemihidratado.

Al comparar los dos termogramas obtenidos a través de la calcinación en la mufla, se puede observar la diferencia de la caracterización de la pérdida de masa en función de la temperatura para una misma cantidad de muestra, ya que se puede observar que el grado de pureza influye en estas pérdidas. Se observa que el yeso grado industrial pierde menos cantidad de masa y esto es

debido a las impurezas que presenta en las muestras a calcinar. La diferencia de ambas curvas de igual forma se puede defender a través del análisis de varianza ANOVA realizado para la pérdida de peso a cada temperatura de calcinación para ambos tipos de muestra, dando como resultado que existe diferencia significativa entre la pérdida de peso para cada temperatura de calcinación, por lo que se concluye que la pureza de la muestra afecta significativamente el comportamiento de los termogramas del yeso en un análisis termogravimétrico.

Se realizaron gráficas para caracterizar el comportamiento de la densidad en función de la temperatura, a medida que avanzaba la calcinación. Para ambos grados de pureza se observó que la tendencia de la densidad es aumentar conforme la muestra se iba calcinando. Para el yeso grado reactivo, se puede observar que su densidad cambia entre temperaturas de 25°C a 300°C y luego permanece constante, mismo comportamiento que presenta en los termogramas donde se caracterizó la pérdida de masa. Estos cambios de densidad se deben a los cambios de estructura interna que presenta el yeso de pasar de sulfato de calcio dihidratado a anhidrita. Por otra parte, el yeso grado industrial también presenta cambios de densidad a temperaturas más altas como 500°C y 700°C. Al perder masa en la primera etapa el yeso se va recristalizando donde mantiene constante su densidad, luego, su estructura cristalina cambia y se compacta conforme mantiene su masa constante por el efecto de ordenamiento. El yeso grado industrial va perdiendo menos masa conforme aumenta la temperatura debido a las impurezas que presenta y sus cambios de estructura cristalina se van dando a temperaturas más altas.

Se realizó una gráfica para observar más claramente el comportamiento de la densidad del yeso grado reactivo contra el yeso grado industrial. En dicha gráfica, se puede observar que el grado de pureza de las muestras de yeso afecta el comportamiento de la densidad a medida que aumenta la temperatura. La densidad del yeso grado reactivo permanece constante hasta una temperatura de 300°C, mientras que la del yeso grado industrial aumenta más. Esto indica que, a mayor impureza la densidad, varía de manera más abrupta durante la calcinación y que entre más pureza más se apega la densidad de la muestra a la densidad teórica.

Luego de observar las diferencias que sí existen en la pérdida de masa y en la densidad de las muestras debido al grado de pureza que se poseía, fue necesario realizar una difracción de rayos x para determinar la estructura cristalina y composición que presentaban las muestras al ser calcinadas.

La muestra grado reactivo sin calcinar presentó una pureza de 91,40 % de yeso y 8,60% de anhídrita con un sistema cristalino monoclinico y ortorrómbico, respectivamente. En el análisis de rayos x desarrollado luego de la calcinación de esta muestra, se observa que se tiene anhídrita al 100% que es cuando se lleva a cabo por completo la deshidratación perdiendo las dos moléculas de agua, y con un sistema cristalino ortorrómbico.

Por otro lado, la muestra grado industrial sin calcinar presentó una pureza de 60,40% de yeso y 40,60% de bassanita con un sistema cristalino monoclinico y ortorrómbico, respectivamente. En el análisis de rayos x desarrollado luego de la calcinación hasta 900°C de esta muestra, se observa que se tiene 98,50% de anhídrita y 1,50% de óxido de calcio con un sistema cristalino ortorrómbico y cúbico, respectivamente.

CONCLUSIONES

1. Se caracterizó y comparó la deshidratación del yeso grado reactivo y grado industrial mediante un análisis de termogravimetría (TGA) y de densidad (ASTM C 188-95).
2. Se determinó la variación de peso por deshidratación en función del aumento de temperatura y ambos métodos resultaron con una evolución similar pero el porcentaje de peso perdido como agua de cristalización no fue idéntica, debido a que el TGA continuo establece un tiempo de residencia de 20 minutos en cada temperatura de calcinación, mientras que en el método discontinuo se estableció 60 minutos.
3. Se determinó la densidad según modificación a la norma ASTM C 188-95 en función del aumento de temperatura para el yeso grado reactivo y se observa un incremento conforme la muestra va perdiendo peso, por lo que se va compactando al ir cambiando su estructura cristalina de la forma monoclinica a ortorrómbica.
4. Se determinó la densidad según modificación a la norma ASTM C 188-95 en función del aumento de temperatura para el yeso grado industrial y se observa que, en la primera etapa, el yeso se va recristalizando donde va perdiendo masa pero mantiene su densidad constante, luego, empieza a cambiar su estructura cristalina y se va compactando conforme mantiene su peso constante por el efecto de ordenamiento.

5. Se realizó una curva termogravimétrica para el yeso grado reactivo, en donde se observa que la etapa de hemideshidratación se lleva a cabo entre 25°C y 100°C, y la última etapa de deshidratación entre 100°C y 300°C.
6. Se realizó una curva termogravimétrica para el yeso grado industrial, en donde se observa una etapa de pérdida de humedad entre 25°C a 60°C, hemideshidratación entre 60°C a 350°C y deshidratación entre 350°C a 800°C.
7. Se comparó la pérdida de peso teórica del yeso en función del aumento de temperatura con respecto al comportamiento experimental del yeso grado reactivo, y se observó que los valores teóricos dividen el comportamiento de la gráfica en sulfato de calcio dihidratado, hemihidrato α , hemihidrato β y anhidrita.
8. Se comparó la pérdida de peso teórica del yeso en función del aumento de temperatura con respecto al comportamiento experimental del yeso grado industrial, y se observó que los valores teóricos no coinciden con el comportamiento de la gráfica experimental, debido a la impureza que presenta la muestra.
9. Se comparó, mediante un análisis de varianza y el comportamiento de las curvas termogravimétricas, que el grado de pureza del yeso sí influye en la tendencia del estudio termogravimétrico.

10. Se identificó un cambio de estructura interna monoclinico que presenta el yeso grado reactivo y grado industrial a una estructura interna ortorrómbico al ser calcinada la muestra y llegar a su forma de anhidrita, por medio de un análisis de rayos x.

RECOMENDACIONES

1. Realizar el estudio termogravimétrico (TGA) aumentando el tiempo de residencia de las muestras en cada temperatura para observar si existe más pérdida de peso en ese aumento de tiempo.
2. Utilizar un matraz de Le Chatelier más grande para llevar a cabo las mediciones de densidad, con el objetivo de evitar que partículas del material queden adheridos a la pared.
3. Mantener las muestras calcinadas en una desecadora en todo momento, antes de realizar la medición de masa residual para evitar que las muestras absorban humedad.
4. Desarrollar un análisis de difracción de rayos x en temperaturas seleccionadas con base a un termograma desarrollado con equipo especializado para poder observar con claridad los puntos de inflexión.
5. Caracterizar los termogramas con equipos especializados en dónde se lleve a cabo la calcinación y de forma simultanea la medición de masa, para mejorar la exactitud.
6. Procurar que las muestras se encuentren del mismo tamaño de partículas de forma que la calcinación se lleve a cabo de forma más homogénea.

BIBLIOGRAFÍA

1. CHAVEZ, Zenobio. *Fases del sistema sulfato cálcico*. [en línea] <http://www.academia.edu/24804506/YESO_Fases_del_sistema_sulfato_cálcico>. [Consulta: febrero 2018].
2. KUNTZE, Richard. *La química y tecnología del yeso*. 177 p.
3. LAINFIESTA LÓPEZ, Rodrigo Alfonso. *Análisis mediante termogravimetría (640mm Hg) de dos caolines, para la obtención de metacaolín por activación térmica*. Trabajo de graduación Ing. Química, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala, Facultad de ingeniería, 2010. 133 p.
4. MACLAREN, D. White, M. *Cement: Its Chemistry and Properties*. *Journal of Chemical Education*. 80 p.
5. OCHAETA PAZ, Karen Elisa. *Análisis de las curvas termogravimétricas (640 mm Hg) para el estudio de la calcinación de tres calizas con diferente contenido de magnesio en función de la densidad utilizando el método ASTM C 188-95*. Trabajo de graduación Ing. Química, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2004. 94 p.

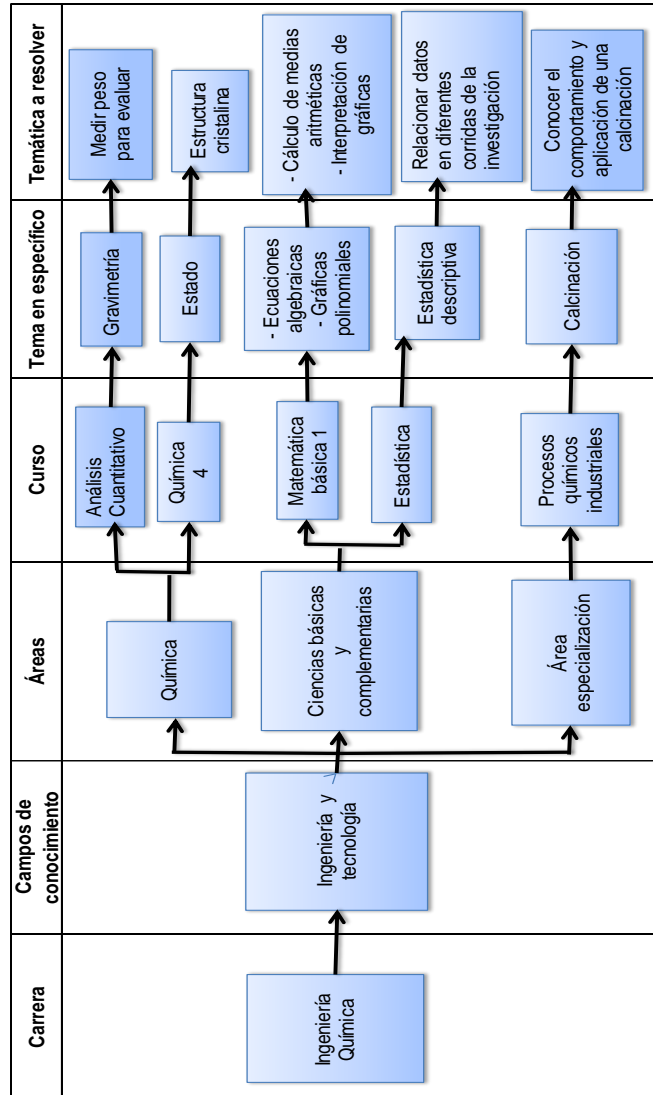
6. PUTNIS, Andrew. In situ IR spectroscopic and thermogravimetric study of the dehydration of gypsum. 128 p.
7. REQUENA, Luis. *Vamos a estudiar química orgánica*. [en línea] <http://www.salonhogar.net/quimica/nomenclatura_quimica/Estructura_y_propiedades.htm>. [Consulta: enero 2018].
8. SAMAYOA CURIALES, Marvin Estuardo. Análisis comparativo de cales hidratadas provenientes de los procesos de manufactura de calizas de alto calcio y de la producción de acetileno mediante el análisis de termogravimetría (TGA). Trabajo de graduación Ing. Química, Universidad de San Carlos de Guatemala. Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2005. 82 p.
9. SKOOG, Donald. *Química analítica*. 7a ed. México: McGraw-Hill Interamericana, 2001. 795 p.
10. TOSCANO, Rubén. *Difracción de rayos x*. [en línea] <<http://www.iquimica.unam.mx/labserv/lab-cert?id=176>>. [Consulta: enero 2018].
11. USHIYAMA, Hiroshi, & Shigetomi, Yosuke. *Effect of Gypsum on the Hydration of cement*. Reino Unido: Geoderma, 2001. 150 p.
12. WALPOLE, Ronald. *Probabilidad y estadística*. 4a ed. México: McGrawHill, 1992. 796 p.

13. Wiechmann, Holger. *La calcinación del yeso en una o varias fases por el procedimiento de suspensión en un gas caliente*. [en línea]<<http://materconstrucc.revistas.csic.es/index.php/materconstrucc/article/viewFile/1396/1523>>. [Consulta: enero 2018].

14. WILLARD, Hobart. *Instrumental methods of analysis*. Estados Unidos: Wodsworth Publishing Company, 1990. 786 p.

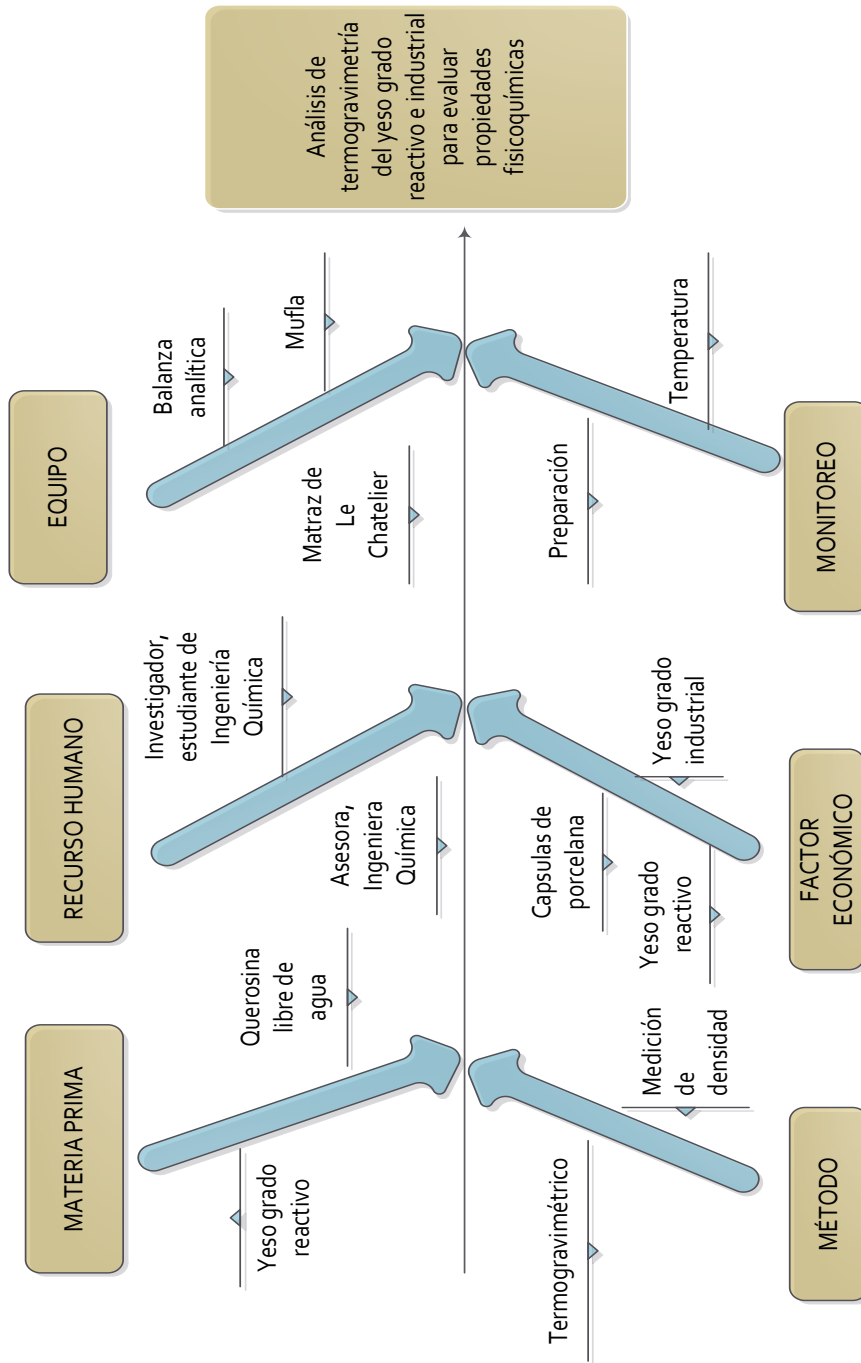
APÉNDICES

Apéndice 1. **Tabla de requisitos académicos**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. Diagrama de ishikawa



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Muestra de cálculo

1. Variación de masa de la muestra de yeso grado reactivo posterior a la calcinación

$$\Delta m = mc + mm - mca \quad (\text{Ecuación No. 1})$$

$$mr = mm - \Delta m \quad (\text{Ecuación No. 2})$$

Donde:

Δm = variación de masa [g]

mc = masa del crisol [g]

mm = masa de muestra [g]

mca = masa calcinación [g]

mr = masa residual [g]

Ejemplo: se utilizaron 3g de muestra de yeso grado reactivo para calcinar a una temperatura de 100°C en una mufla, con una tara del crisol de 13,06g. Luego de la calcinación se obtuvo una masa de 15,59g. Con los siguientes datos, se determinó la variación de masa que sufre el yeso luego de la calcinación.

$$\Delta m = 13,06 + 3 - 15,59 = 0,47g$$

$$mr = 3 - 0,47 = 2,53g$$

Esta diferencia se encuentra referenciada a las tablas del apéndice 4 y los resultados en las tablas XIV a la XXII.

Continuación apéndice 3.

2. Densidad método ASTM C188-95 para determinar la densidad del yeso grado reactivo posterior a la calcinación

$$\rho = \frac{mm}{Vf - Vi} \quad (\text{Ecuación No. 3})$$

Donde:

$$\rho = \text{densidad} \left[\frac{g}{mL} \right]$$

$$mm = \text{masa de muestra} [g]$$

$$Vi = \text{volumen inicial de solvente} [mL]$$

$$Vf = \text{volumen final de solvente} [mL]$$

Ejemplo: se posee 1g de muestra de yeso grado reactivo a 25°C la cual se le desea medir la densidad por medio del método ASTM C 188-95, a través de un balón de Le Chatelier y queroseno como fluido inmiscible. El volumen inicial del queroseno sin añadir la muestra de yeso es 25mL, luego de añadir la muestra de yeso se observa un volumen de 25,39mL. Con los siguientes datos, se determinó la densidad del yeso a 25°C.

$$\rho = \frac{1}{25,39 - 25} = 2,56g/mL$$

Los resultados de estas densidades se encuentran en el apéndice 15.

Continuación apéndice 3.

3. Estequiometría para la determinación de la deshidratación teórica de 3g de yeso.

2 moles de agua equivalente en gramos para 3g de muestra:

$$3gCaSO_4 \cdot 2H_2O * \frac{1mol\ de\ CaSO_4 \cdot 2H_2O}{172g} * \frac{2\ mol\ de\ H_2O}{1\ mol\ de\ CaSO_4 \cdot 2H_2O} * \frac{18g}{1mol\ de\ H_2O}$$
$$= 0,6279g\ de\ H_2O$$

Gramos teóricos de anhidrita (CaSO₄):

$$anhidrita: 3g - 0,6279 = 2,37g\ CaSO_4$$

1,5 moles de agua equivalente en gramos para 3g de muestra:

$$3gCaSO_4 \cdot 2H_2O * \frac{1mol\ de\ CaSO_4 \cdot 2H_2O}{172g} * \frac{1,5\ mol\ de\ H_2O}{1\ mol\ de\ CaSO_4 \cdot 2H_2O} * \frac{18g}{1mol\ de\ H_2O}$$
$$= 0,4709g\ de\ H_2O$$

Gramos teóricos de hemihidrato (CaSO₄¹/₂H₂O):

$$Hemihidrato: 3 - 0,4709: 2,53g\ CaSO_4 \frac{1}{2} H_2O$$

Los resultados de la deshidratación teórica del yeso se encuentran en el apéndice 14.

Apéndice 4. **Masa residual en función de la temperatura**

Temperatura (°C)	masa residual grado reactivo (g)			masa residual grado industrial(g)		
	R1	R2	R3	R1	R2	R3
25	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
100	2,53	2,53	2,52	2,81	2,81	2,81
300	2,45	2,45	2,46	2,82	2,82	2,80
500	2,44	2,43	2,44	2,80	2,80	2,81
700	2,44	2,43	2,44	2,72	2,72	2,72
900	2,42	2,43	2,42	2,70	2,70	2,70

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. **Tara de los crisoles de porcelana**

Número de crisol	Masa (g)
1	13,06
2	11,63
3	11,11
4	12,65
5	13,27
6	12,34
7	12,12
8	12,54
9	12,73
10	12,33
11	12,22

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 6. Datos termograma grado reactivo, repetición No.1

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,53
300	2,45
500	2,44
700	2,44
900	2,42

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 7. Datos termograma grado reactivo, repetición No.2

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,53
300	2,45
500	2,43
700	2,43
900	2,43

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 8. **Datos termograma grado reactivo, repetición No.3**

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,52
300	2,46
500	2,44
700	2,44
900	2,42

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 9. **Datos termograma grado reactivo, promedio**

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,53
300	2,45
500	2,44
700	2,44
900	2,42

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 10. Datos termograma grado industrial, repetición No.1

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,81
300	2,82
500	2,80
700	2,72
900	2,70

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 11. Datos termograma grado industrial, repetición No.2

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,81
300	2,82
500	2,80
700	2,72
900	2,70

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 12. **Datos termograma grado industrial, repetición No.3**

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,81
300	2,80
500	2,81
700	2,72
900	2,70

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 13. **Datos termograma grado industrial, promedio**

Temperatura [°C]	Masa [g]
25	3,00
100	2,81
300	2,81
500	2,80
700	2,72
900	2,70

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 14. **Datos teóricos de la deshidratación del yeso con 3g de muestra**

Fase	Masa (g)
$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	3
$CaSO_4 \cdot \frac{3}{4}H_2O$	2,84
$CaSO_4 \cdot 1H_2O$	2,68
$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$	2,53
$CaSO_4$	2,37

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 15. **Densidad en función de la temperatura**

Temperatura (°C)	densidad grado reactivo (g/mL)			densidad grado industrial(g/mL)		
	R1	R2	R3	R1	R2	R3
25	2,56	2,55	2,55	2,57	2,56	2,57
100	2,58	2,57	2,58	2,57	2,57	2,56
300	2,60	2,60	2,59	2,59	2,60	2,59
500	2,61	2,60	2,60	2,61	2,61	2,60
700	2,60	2,60	2,61	2,63	2,62	2,63
900	2,60	2,61	2,60	2,62	2,63	2,63

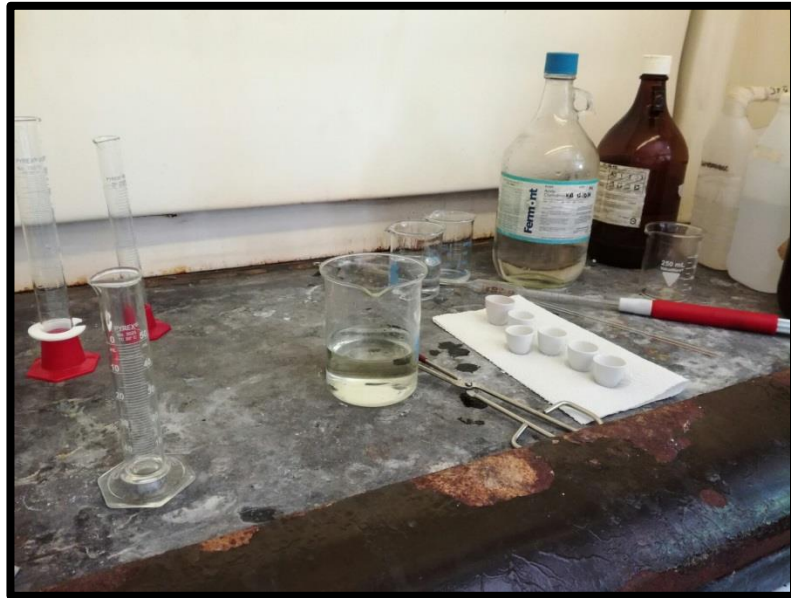
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 16. **Preparación de agua regia con ácido nítrico y ácido clorhídrico**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 17. **Curación de crisoles de porcelana con agua regia**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 18. **Proceso de curación de crisoles de porcelana**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 19. **Mufla Fisher Scientific utilizada para la calcinación**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 20. **Acomodo de crisoles en mufla Fisher Scientific**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 21. **Balanza analítica utilizada para medición de masa**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 22. **Calcinación de muestras de yeso**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 23. Desecadores



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 24. Muestras calcinadas



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 25. **Equipo para medir densidad**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 26. **Medición de densidad**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 27. **Equipo para análisis termogravimétrico Mettler-Toledo**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 28. **Equipo de difracción de rayos X Empyrean de Panalytical**



Fuente: elaboración propia.