

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

ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, MEDIANTE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO Y DE DENSIDAD ASTM C 188-95 A NIVEL LABORATORIO

Javier Alejandro Lorenzana González

Asesorado por el Ing. Carlos Ernesto Martínez Lira

Guatemala, septiembre de 2017

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, MEDIANTE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO Y DE DENSIDAD ASTM C 188-95 A NIVEL LABORATORIO

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA POR

JAVIER ALEJANDRO LORENZANA GONZÁLEZ

ASESORADO POR EL ING. CARLOS ERNESTO MARTÍNEZ LIRA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, SEPTIEMBRE DE 2017

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. Jurgen Andoni Ramírez Ramírez
VOCAL V	Br. Oscar Humberto Galicia Nuñez
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
EXAMINADOR	Ing. César Alfonso García Guerra
EXAMINADOR	Ing. Erwin Manuel Ortiz Castillo
EXAMINADOR	Ing. Mario José Mérida Meré
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:

ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, MEDIANTE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO 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.

Javier Alejandro Lorenzana González



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA FACULTAD DE INGENIERÍA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA.

Edificio T-5, Ciudad Universitaria, zona 12, Guatemala, Centroamérica

Guatemala 14 de agosto del 2017

Ingeniero

Carlos Salvador Wong Davi

Director de Escuela de Ingeniería Química

Universidad de San Carlos de Guatemala

Respetable Ingeniero Wong:

Con un cordial saludo me dirijo a usted para informarle mi aprobación del Informe Final del trabajo de Graduación titulado: "ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, **MEDIANTE** ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO Y DE DENSIDAD ASTM C 188-95 A NIVEL LABORATORIO". Desarrollado por el estudiante de ingeniería química, Javier Alejandro Lorenzana González, con código único de identificación (CUI) 2307 75071 0101 y número de carné 201213017, asesorado por mi persona.

Después de haber leído y realizado las correcciones pertinentes de dicho trabajo, considero que llena los requisitos exigidos para su aprobación.

Atentamente:

Ing. Qco. Carlos Martínez Colegiado No.1666 Asesor

Carlas Ernesto Martínez Lira



PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA ACREDITADO POR Agencia Centroamericana de Acreditación de Programas de Arquitectura y de Ingeniería Periodo 2009 - 2012



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

> Guatemala, 23 de agosto de 2017. Ref. EIQ.TG-IF.035.2017.

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 **017-2016** 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

Solicitado por el estudiante universitario: Javier Alejandro Lorenzana González. Identificado con número de carné: 2012-13017. 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:

ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, MEDIANTE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO Y DE DENSIDAD ASTM C 188-95 A NIVEL LABORATORIO

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por el Ingeniero Químico: Carlos Ernesto Martínez Lira.

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 ENSÈÑAD A TODOS" sar Alfonso García Guerra Ing. COORDINADOR DE TERNA Tribunal de Revisión Trabajo de Graduación

AREA TRABAJOS B GRADUACION CALUSAC

C.c.: archivo







FACULTAD DE INGENIERÍA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

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

Ref.ElQ.TG.046.2017

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 estudiante, JAVIER ALEJANDRO LORENZANA GONZÁLEZ titulado: "ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, MEDIANTE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO DE DENSIDAD ASTM C 188-95 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"

ESCUELA EMA CIT Ing. Carlos Salvadór Wong Davi

Director Escuela de Ingeniería Química

Guatemala, septiembre 2017





Universidad de San Carlos de Guatemala



Facultad de Ingeniería Decanato

DTG. 439.2017

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: ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, MEDIANTE ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO Y DE DENSIDAD ASTM C 188-95 A NIVEL LABORATORIO, presentado por el estudiante universitario: Javier Alejandro Lorenzana González, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

MADAN

IMPRÍMASE:

Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco

Decan

STS.

Guatemala, septiembre de 2017



/gdech

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por guiarme en cada etapa de mi vida, por ser mi fortaleza, mi sosiego y no abandonarme en las horas más oscuras. Porque sin Él mi felicidad no fuera posible.
Mi madre	Yoli González de Lorenzana, por darme la vida, por ser mi ángel, porque lo que dejaste en mí, fue para siempre, tú vives en mí corazón. Algún día nos volveremos a encontrar.
Mi padre	Rolando Lorenzana, porque por ti, soy lo que soy, porque este logro es enteramente tuyo, porque todo lo que tengo, todo lo que soy te lo debo a ti.
Mi hermano	Rolando Lorenzana. Más que mi hermano, mi mejor amigo, de ti obtuve mi amor por la ciencia. Gracias por apoyarme y contribuir a una vida legendaria.
Mi hermana	Lourdes Lorenzana. Por ser mí amiga, apoyarme desde niño, y estar siempre que lo necesité, gracias Lulu.

Marce de Lorenzana	Por su increíble paciencia, apoyo y cariño, gracias por llevarle paz a mi familia.
Iveth Liquidano	Por tu apoyo, amistad y ayuda a lo largo de mis estudios.
Mis sobrinos	José Mejía, Quique Mejía, Fernando Lorenzana y Adriana Lorenzana. Porque su alegría ha sido un bálsamo en mi vida.
Mi familia	Con especial cariño a Andrea, Heidy, Carol Álvarez y Hugo Mejía.
Mis amigos	A todos ustedes. Por hacer de mi estancia en esta casa de estudios una experiencia maravillosa e inolvidable, con especial cariño a Mariandré Ramazzini, Sergio de la Cruz y Rubén Darío Robles.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad	de	San	Gloriosa y tricentenaria alma mater. Por los
Carlos de Guatemala		a	conocimientos y vivencias que me brindaste
			durante mi estancia en tus benditas
			instalaciones.
Mis amigos	de	la	Mariandré Ramazzini, Sergio de La Cruz, Darío
Facultad			Robles, Jocelyne Puac, David García, Jennifer
			Real, Ricardo Pineda, Ángel Ajcabul, Paula
			Monterroso, Paulina Montenegro, Pablo Ramos,
			Rodrigo Ramos, Rodolfo Martínez, Steven
			Mayen y Oscar Torres. Por ser una importante
			influencia en mi carrera, entre otras cosas.
Mi asesor			Ingeniero Carlos Martínez. Por su asesoría en
			este trabajo, su amabilidad, disponibilidad, buen
			sentido del humor y la confianza depositada en
			mí.
Mi revisor			Ingeniero César García. Por su constante
			revisión, apoyo, jovialidad, y conocimientos
			brindados. Su confianza depositada en mi fue
			fundamental en este trabajo.

Cementos ProgresoPor la confianza y apoyo depositado, porque sin
su apoyo material y económico este trabajo de
graduación no hubiera sido posible.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDIC	E DE ILU	STRACIO	NES		V
LISTA	DE SÍME	BOLOS			XI
GLOS	ARIO				XIII
RESU	MEN				XVII
OBJE	TIVOS				XIX
HIPÓ ⁻	TESIS				XXI
INTRO	DUCCIĆ	N			XXIII
1.	ANTECE	DENTES .			1
2.	MARCO	TEÓRICO			5
	2.1.	Rocas			5
		2.1.1.	Rocas ígne	as	5
		2.1.2.	Rocas ígne	as plutónicas.	6
			2.1.2.1.	Rocas metam	órficas7
				2.1.2.1.1.	Factores que afectan
					el metamorfismo 8
	2.2.	Carbonato	os		
		2.2.1.	Grupo de la	a calcita	
	2.3.	Sistema ro	omboédrico.		11
	2.4.	Carbonato	o de magnes	sio (magnesita)) 12
		2.4.1.	Formación	y yacimientos	de magnesita 12
		2.4.2.	Propiedade	es del carbonat	o de magnesio 12
		2.4.3.	Estructura	cristalina del ca	arbonato de magnesio 13
		2.4.4.	Producción	del carbonato	de magnesio 14

	2.4.5.	Uso del ca	irbonato de ma	gnesio (en la industr	ia15
2.5.	Calcinaci	ón				16
	2.5.1.	Objetivos o	de la calcinació	ón		16
		2.5.1.1.	Calcinación	de	carbonato	de
			magnesio			16
2.6.	Óxido de	magnesio (periclasa)			17
	2.6.1.	Propiedad	es del óxido de	e magne	sio	18
	2.6.2.	Estructura	cristalina del ó	oxido de	magnesio	18
	2.6.3.	Uso del óx	ido de magnes	sio en la	industria	19
		2.6.3.1.	Aplicación er	n fertiliza	antes	19
		2.6.3.2.	Abrasivos			19
		2.6.3.3.	Proceso quín	nicos ind	dustriales	19
2.7.	Métodos	de análisis				20
	2.7.1.	Método de	análisis térmio			20
		2.7.1.1.	Análisis term	ogravim	étrico	21
			2.7.1.1.1.	Instru	mentos	
				comer	ciales TGA.	21
			2.7.1.1.2.	Aplica	ción de ana	álisis
				termo	gravimétrico	22
		2.7.1.2.	Termograma	s		23
2.8.	Teoría de	el color				23
	2.8.1.	Sistemas a	aditivos			24
	2.8.2.	Sistemas s	sustractivos			24
	2.8.3.	Caracterís	ticas para defir	nir un co	olor	25
	2.8.4.	Medición p	or modelos de	e color		25
	2.8.5.	Modelo Cl	E XYZ (1931) .			26
	2.8.6.	Modelo Cl	E L*a*b* (1976	6)		28

3.	DISEÑO	D METODOLÓGICO 31		
	3.1.	Variables		31
		3.1.1.	Variables respuesta	31
	3.2.	Delimitaci	ón del campo de estudio	31
	3.3.	Recurso h	numano disponible	32
		3.3.1.	Desarrollo del proyecto	32
		3.3.2.	Revisión y asesoramiento del proyecto	32
		3.3.3.	Análisis químicos	32
	3.4.	Recurso I	Material disponible	32
		3.4.1.	Equipo de medición	32
		3.4.2.	Equipo auxiliar	33
		3.4.3.	Cristalería	33
		3.4.4.	Equipo volumétrico de medición	33
		3.4.5.	Reactivos	34
	3.5.	Técnica c	ualitativa o cuantitativa	34
	3.6.	Recolecci	ión y ordenamiento de la información	34
	3.7.	Tabulació	n, ordenamiento y procesamiento de la	
		informacio	ón	35
	3.8.	Análisis e	stadístico	35
		3.8.1.	Análisis de varianza	36
٨	DEQUIT			20
4.			o rogultados	60
	4.1.	Analisis u		00
5.	INTERP	RETACIÓ	N DE RESULTADOS	69
CON	CLUSION	ES		83
DFO				
RECO	OMENDA	CIONES		85
BIBLI	OMENDA OGRAFÍA	CIONES		85 87

APÉNDICES	91
ANEXOS	

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Metamorfismo8
2.	Estructura romboédrica11
3.	Estructura cristalina del carbonato de magnesio 14
4.	Estructura de la roca del carbonato de magnesio 14
5.	Estructura cristalina del óxido de magnesio 18
6.	Gráfica de funciones de color en el modelo CIE XYZ (1931) 27
7.	Diagrama de cromaticidad en el modelo CIE XYZ (1931) 28
8.	Diagrama del espacio de color CIE L*a*b (1976)
9.	Representación del espacio de color CIE L*a*b*
10.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado reactivo en función de la temperatura de descomposición
	térmica (TGA Cementos Progreso)
11.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado reactivo en función de la temperatura de descomposición
	térmica, repetición número.140
12.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado reactivo en función de la temperatura de descomposición
	térmica, repetición número.241
13.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado reactivo en función de la temperatura de descomposición
	térmica, repetición número.342

14.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado reactivo en función de la temperatura de descomposición
	térmica, promedio43
15.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado industrial en función de la temperatura de descomposición
	térmica. (TGA Cementos Progreso)44
16.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado industrial en función de la temperatura de descomposición
	térmica, repetición número.145
17.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado industrial en función de la temperatura de descomposición
	térmica, repetición número.246
18.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado industrial en función de la temperatura de descomposición
	térmica, repetición número.347
19.	Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita
	grado industrial en función de la temperatura de descomposición
	térmica, promedio48
20.	Termograma-comparación del comportamiento de la pérdida de
	peso de la magnesita grado industrial y reactivo en función de la
	temperatura de descomposición térmica
21.	Termograma-comportamiento de la densidad de la magnesita grado
	reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica,
	promedio50
22.	Termograma-comportamiento de la densidad de la magnesita grado
	industrial en función de la temperatura de descomposición térmica,
	promedio51

23.	Termograma-comparación del comportamiento de la densidad de la
	magnesita grado industrial y reactivo en función de la temperatura
	de descomposición térmica52
24.	Composición del carbonato de magnesio grado reactivo utilizado en
	la fase experimental a partir de difracción de rayos X, a temperatura
	ambiente
25.	Composición del carbonato de magnesio grado industrial utilizado en
	la fase experimental, a partir de difracción de rayos X, temperatura
	ambiente54
26.	Composición del carbonato de magnesio grado reactivo, a partir de
	difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 650 °C 55
27.	Composición del carbonato de magnesio grado industrial, a partir de
	difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 650 C 56
28.	Composición del carbonato de magnesio grado reactivo, a partir de
	difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900 °C 57
29.	Composición del carbonato de magnesio grado industrial, a partir de
	difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900 °C 58
30.	Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de
	la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 150 C
31.	Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de
	la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 300 C
32.	Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de
	la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 450 °C 65
33.	Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de
	la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 650 °C 67

TABLAS

I.	Grupo de los carbonatos9	
II.	Porcentaje de Carbonato de magnesio en rocas10	
III.	Resumen de técnicas de análisis térmicos20	
IV.	Tratamientos evaluados en la realización de termogramas	
V.	Ecuaciones para análisis de varianza de un factor	
VI.	Datos termograma carbonato de magnesio grado reactivo43	
VII.	Datos termograma carbonato de magnesio grado industrial48	
VIII.	Datos curva de densidad en función de la temperatura carbonato de	
	magnesio grado reactivo50	
IX.	Datos curva de densidad en función de la temperatura carbonato de	
	magnesio grado reactivo51	
Х.	Ensayo comparativo de color, coordenadas CIELAB para las	
	muestras de carbonato de magnesio analizadas59	
XI.	Composición del carbonato de magnesio grado reactivo e industrial,	
	utilizados en la fase experimental a partir de fluorescencia de rayos	
	X, a temperatura ambiente, 650 °C y 900 °C de calcinación59	
XII.	Variación de la masa para 0,5 g de muest ra calcinada de carbonato	
	de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 150 °C de	
	calcinación60	
XIII.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 0,5 g	
	de muestra calcinada de carbonato de magnesio grado reactivo e	
	industrial para 150 °C de temperatura de calcinación60	
XIV.	Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato	
	de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 300 °C de	
	calcinación62	

XV.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 0,5 g
	de muestra calcinada de carbonato de magnesio grado reactivo e
	industrial para 300 °C de temperatura de calcinación62
XVI.	Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato
	de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 450 °C de
	calcinación
XVII.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 0,5 g
	de muestra calcinada de carbonato de magnesio grado reactivo e
	industrial para 450 °C de temperatura de calcinación64
XVIII.	Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato
	de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 650 °C de
	calcinación
XIX.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 0,5 g
	de muestra calcinada de carbonato de magnesio grado reactivo e
	industrial para 650 °C de temperatura de calcinación66
XX.	Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato
	de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 900 °C de
	calcinación
XXI.	Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de 0,5 g
	de muestra calcinada de carbonato de magnesio grado reactivo e
	industrial para 900 °C de temperatura de calcinación68

Х

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 el azul + o hacia el amarillo – (adimensional).
D	Densidad expresada en g/ml.
F	Valor estadístico prueba de Fisher.
Но	Hipótesis estadística nula.
На	Hipótesis estadística alternativa.
L*	Corresponde a la claridad o luminosidad de la muestra va desde 0 para el negro hasta el 100 para el blanco.
М	Masa o peso perdido por la calcinación.
Р	Probabilidad de que ocurra un suceso.

T Temperatura de calcinación en grados °C.

Delta, cambio de peso.

Δ

GLOSARIO

- Calcita carbonato de
calcio(CaCO3), de estructura cristalina romboédrica, puede
ser incolora, pero a menudo posee diferentes
debido a las impurezas.
- **Caliza alta en calcio** Termino general para la piedra que contiene gran cantidad de carbonato de calcio y poca de carbonato de magnesio (de 2 a 5 %).
- Caliza dolomítica Contiene considerable cantidad de carbonato de magnesio MgCO₃. La piedra dolomítica pura contiene de 40 a 44 % de MgCO₃ y 54 a 58 % de carbonato de calcio CaCO₃. Aunque el término es ampliamente usado para cualquier roca carbonatada que contenga 30 % o más de MgCO₃. Existen variaciones en pureza, dureza y color.
- Caliza magnesiana Contiene más carbonato de magnesio MgCO₃ que la caliza alta en calcio, pero menos que la dolomita. No existe un acuerdo en cuanto al rango de MgCO₃, pero hay un consenso a favor de 5 a 30 %.
- CIE-L*a*b* Modelo cromático usado para describir todos los colores que puede percibir el ojo humano. Los tres parámetros en el modelo representan la luminosidad de color y su posición.

- Color Percepción visual que se genera en el cerebro al interpretar las señales nerviosas que le envían los fotoreceptores de la retina del ojo y que a su vez interpretan y distinguen las distintas longitudes de onda que captan de la parte visible del espectro electromagnético.
- Delicuescencia Es la propiedad que presentan algunas sales y óxidos, principalmente de absorber moléculas de vapor de agua del aire húmedo para formar hidratos.
- Dolomita Se puede catalogar como doble carbonato de calcio y magnesio (CaMg(CO₃)₂); o una mezcla mecánica de calcita (CaCO₃) y magnesita (MgCO₃), posee estructura cristalina romboédrica, usualmente incolora, pero a menudo con tonos café y rosado.
- Estructura cristalina La estructura cristalina es la forma sólida de cómo se ordenan y empaquetan los átomos, moléculas, o iones. Estos son empaquetados de manera ordenada y con patrones de repetición que se extienden en las tres dimensiones del espacio.
- HigroscopiaEs la capacidad de algunas sustancias de absorberhumedad del medio circundante.
- Isomorfismo Es la propiedad de los cristales que con diferente composición tienen igual estructura cristalina, y pueden cristalizar asociados.

- MagnesiaEl óxido de magnesio o magnesia calcinada (MgO),
es obtenido por medio de la calcinación controlada del
mineral de magnesita (carbonato de magnesio), es
una sustancia compuesta formada por un enlace
iónico entre el catión magnesio y el anión oxido.
- MagnesitaCarbonato de magnesio (MgCO3), de estructura
cristalina romboédrica, de color blanco, amarillento o
café.
- Metamorfismo Es un proceso isoquímico (es decir, que la composición química global de la roca permanece básicamente invariable) en el que se produce una reorganización de la composición y disposición de los minerales (generalmente se disponen en capas) que conforman una roca por la acción de elevadas presiones y/o temperaturas, pero en estado sólido.
- Método de análisis El análisis térmico abarca a los grupos de técnicas en térmico las que se mide una propiedad física de una sustancia y/o productos de reacción en función de la temperatura mientras la sustancia se somete a un programa de temperatura controlado.
- PericlasaNombre que se le da en la industria del cemento al
óxido de magnesio.

- Rocas Ígneas Son rocas se forman por el enfriamiento y la solidificación de materia rocosa fundida, el magma. Según las condiciones bajo las que el magma se enfríe, las rocas que resultan pueden tener granulado grueso o fino.
- Rocas
plutónicasígneas
Son rocas ígneas en el que sus componentes son
todos minerales que generalmente pueden
observarse visualmente sin ayuda del microscopio.
- Rocas Metamórficas Las rocas metamórficas son rocas que se forman a partir de otras rocas preexistentes mediante un proceso denominado metamorfismo.
- TermogramaGráfica que muestra el comportamiento de la masa
de cierto material, en función de la temperatura.
- Termogravimétrico,
análisis (TGA)Estudio en el que se registra en forma continua la
masa de una muestra a medida que se aumenta su
temperatura en forma lineal desde la temperatura
ambiente hasta valores tan altos como 1 200 °C.

RESUMEN

El Presente trabajo de graduación se basa en la realización de un estudio sobre la evolución de la descomposición térmica de la magnesita grado reactivo y grado industrial, en óxido de magnesio y dióxido de carbono mediante un análisis termogravimétrico (TGA) y de densidad. Para determinar si existe diferencia significativa en el comportamiento de los termogramas de ambos tipos de magnesita.

En el análisis termogravimétrico (TGA) se evaluó, a través de una mufla, el cambio de peso de los dos tipos de magnesita a medida que se aumentó gradualmente la temperatura de calcinación. Se observó el efecto del contenido de carbonato de magnesio en las propiedades fisicoquímicas del material durante la reacción de calcinación. Luego, se compraron los termogramas resultantes con termogramas realizados a partir de equipo especializado para análisis termogravimétrico. El resultado fue una diferencia significativa entre los termogramas del carbonato grado reactivo y grado industrial, debido a la diferencia de pureza en los mismos.

Además, se efectuó un análisis de densidad el cual sirvió para complementar el estudio de la variación de masa para comprender mejor el efecto del cambio de la estructura cristalina de los materiales, a medida que se calcinan.

Una vez obtenidos los termogramas se efectuaron análisis de difracción de rayos X y fluorescencia de rayos X para evaluar la composición y estructura cristalina de los reactivos utilizados en este estudio y dar una explicación más específica de las causas de la diferencia en los termogramas obtenidos. Por último, se realizó un estudio para relacionar la descomposición térmica de carbonato de magnesio con las coordenadas de color Δ (L*a*b) a medida que se aumenta la temperatura de calcinación y verificar si la pureza del carbonato de magnesio tiene algún efecto en el color del mismo.

OBJETIVOS

General

Comparar la variación de masa y densidad entre carbonato de magnesio grado reactivo e industrial mediante la caracterización de análisis termogravimétrico.

Específicos

- Establecer la variación de masa del carbonato de magnesio grado reactivo e industrial durante su descomposición por calcinación en óxido de magnesio, a través del incremento sistemático de temperatura.
- Determinar la variación de densidad del carbonato de magnesio grado reactivo e industrial durante su descomposición por calcinación en óxido de magnesio, a través del incremento sistemático de temperatura.
- Establecer si existe diferencia significativa entre la tendencia de los termogramas de carbonato de magnesio grado reactivo e industrial, debido a la composición y pureza de cada tipo de carbonato de magnesio utilizado en el experimento.
- Comparar la descomposición térmica de los dos tipos de magnesita con el cambio de las coordenadas de color Δ (L*a*b) a medida que se incrementa la temperatura de calcinación en un rango de 100 °C a 900 °C.

 Evaluar si existe diferencia significativa entre el cambio de masa de cada tipo de carbonato de magnesio a una temperatura de calcinación determinada, mediante un análisis de varianza de un factor (ANOVA).

Hipótesis

Es posible realizar un análisis comparativo de la pérdida de peso y variación de densidad a través de la calcinación de carbonato de magnesio grado reactivo e industrial, conforme se incrementa la temperatura de manera sistemática hasta 900 °C.

Hipótesis nula

Ho: No existe variación significativa en la variación de masa de las dos clases de carbonato de magnesio debido a su grado de pureza, a una temperatura de calcinación determinada.

Hipótesis alternativa

Ha = Existe variación significativa en al menos dos de las respuestas calculadas en la variación de masa de las dos clases de carbonato de magnesio; debido a su grado de pureza a una temperatura de calcinación determinada.

Ha: al menos una $\mu \alpha i \neq 0$ Ha: al menos una $\mu \beta 1 \neq 0$

XXII

INTRODUCCIÓN

El análisis fisicoquímico presenta una gran variedad de métodos analíticos para la determinación de propiedades, tanto de reactivos como de productos. Entre ellos, destaca el análisis térmico el cual se fundamenta en la medición de una propiedad en función de la temperatura, mientras la sustancia a analizar se somete a un programa controlado de temperatura.

El análisis térmico incluye el análisis termogravimétrico o termogravimetría (TGA). Este se basa en la variación de peso o masa de una sustancia en función de la temperatura de reacción o de calentamiento para el análisis del comportamiento de una propiedad física durante un periodo de calentamiento controlado.

En el análisis termogravimétrico (TGA) se utiliza la reacción de calcinación porque provoca un cambio de estado en la constitución física o química del material por analizar. Por otro lado, su comportamiento está regido por una infinidad de variables que influyen directamente en el producto obtenido. El control de estas variables debe realizarse mediante métodos analíticos para establecer parámetros, tanto para los materiales por calcinar, como para la instrumentación y las condiciones del proceso.

En el trabajo se planteó analizar el efecto de la procedencia de dos tipos de magnesitas, la de pureza grado analítico y la de pureza grado industrial, mediante un aumento gradual de temperatura hasta alcanzar los 900 °C, la mayor temperatura estable que el equipo permitió alcanzar.

XXIII

Asimismo, a través del espacio CIE-L*a*b* el cual permite especificar estímulos de color en un espacio tridimensional, se programó el establecimiento de una relación entre la descomposición térmica de los dos tipos de magnesita y el cambio de coordenadas de color y la relación entre el grado de pureza de los reactivos y sus coordenadas de color.

Las variaciones de masa de las muestras, el cambio de densidad absoluta, la composición de las muestras calcinadas y sin calcinar, el porcentaje de carbonato de magnesio y óxido de magnesio presente en el producto obtenido, a diferentes temperaturas, además de los termogramas trazados fueron los resultados alcanzados en el presente trabajo de graduación.

Con estos resultados se determinó si la diferencia en el contenido de carbonato de magnesio en los dos tipos de magnesita que se encuentran en el mercado y que se utilizan para procesos industriales y análisis fisicoquímicos influye significativamente en su conversión a óxido de magnesio. Además, se estudió el comportamiento de las propiedades fisicoquímicas de dichos materiales a lo largo de la calcinación, a través de la elaboración de termogramas, para establecer parámetros de variación de acuerdo con el nivel de pureza de carbonato de magnesio en los reactivos que se utilizan en investigaciones o procesos posteriores.
1. ANTECEDENTES

Estudiantes de la Facultad de Ingeniería Química que realizaron su trabajo de graduación asesorados por el Ing. Químico César García del Centro de Investigaciones de Ingeniería/ USAC realizaron diversos estudios relacionados con el proceso de calcinación.

Entre los estudios que se relacionan directamente con este trabajo de investigación, se encuentra el realizado por Manuel de León "quien en el año de 1990 determinó que la conversión máxima de caliza dolomítica con un tamaño de partícula de 100 – 150 mesh a una temperatura de 850 °C y durante un tiempo de calcinación de tres horas es de 76,95 %"¹.

En 1996 Byron Aguilar "trabajó a una temperatura de 700 °C para determinar el tamaño de partícula óptimo de la caliza y concluyó que para un tiempo de calcinación cualquiera, el porcentaje de conversión de una roca grande es menor que el de una pequeña"².

Verónica López en el año de 1996 "trabajó con calizas dolomíticas con diferente contenido de carbonato de magnesio variando temperaturas y tiempos

¹ DE LEÓN, Manuel. Estudio de la conversión máxima de caliza dolomítica con un tamaño de partícula de 100-150. p.75-76

² AGUILAR, Byron. Evaluación del efecto en el tamaño de la partícula de caliza sobre el proceso de calcinación a periodos variables y temperatura de 700 Celsius y 640 mm de Hg. p. 56-57

de calcinación; determinó que se obtiene la mayor conversión a una temperatura de 850 °C sin importar el tiempo de calcinación y contenido de MgCO₃" ³.

En 1997 Hugo Montenegro "determinó que el porcentaje de carbonato de magnesio en las calizas dolomíticas afecta significativamente la conversión de la caliza a cal viva"⁴.

Jorge Quiroa en el 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" ⁵.

Hugo Gálvez "estableció que se obtiene una conversión mayor al 94 % en períodos menores a 5 horas a una temperatura de 850 °C. Para este estudio, se utilizaron tres tipos de caliza: alta en calcio, magnesiana y dolomítica. Determinó que existe alta correlatividad matemática para la relación entre el porcentaje de conversión y la densidad aparente de las calizas calcinadas durante períodos de calcinación de 2, 3, 5, 7 y 10 horas a temperatura constante" ⁶.

³ LÓPEZ, Verónica. Estudio del grado de conversión de caliza dolomítica con diferentes contenidos de MgCO₃. A cal viva mediante el procesamiento a diferentes temperaturas y tiempos de calcinación. p. 23-24

⁴ MONTENEGRO, Hugo. *Estudio del porcentaje de carbonato de magnesio en la conversión de la caliza a cal viva.* p.55-56

⁵ 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 grados Celsius y una presión de 640 mm de Hg.p.75-76

⁶ GÁLVEZ, Hugo. Evaluación del comportamiento de la caliza con diferente contenido de carbono de magnesio (MgCO3) a través del proceso de calcinación a 850 grados de Celsius y 640 mm de Hg en la obtención de cal viva mediante la determinación de la densidad aparente (ASTM C188-95).p.62-63

Asimismo, se han realizado trabajos de graduación para investigar el efecto de la incorporación de carbón vegetal en el proceso de calcinación; tanto Mariana Morales, como Eddy Pérez y José Gabriel May "determinaron que el porcentaje de conversión de la piedra caliza aumenta al utilizar carbón vegetal como coadyudante energético en un período de calcinación de 3 a 5 horas, y que el incremento es directamente proporcional al poder calorífico del carbón, pero independiente del porcentaje añadido del mismo y del tamaño de partícula de la piedra"⁷.

Karen Ochaeta realizó un análisis del estudio de tres calizas con diferente contenido de magnesio, en función de la densidad mediante el uso de curvas termogravimétrico. Concluyó que, para este análisis, es más sensible al cambio de temperatura relacionado con el peso residual, que su comportamiento se interpreta como un cambio en la estructura cristalina del material y que el porcentaje de magnesio en diferentes calizas influye para que existan diferencias significativas en la variación de peso en función de la temperatura a 750 °C y 950 °C"⁸.

Marvin Samayoa "realizó un estudio de la calcinación de dos tipos de cales hidratadas provenientes de diferentes procesos de manufactura, una de calizas de alto calcio y la otra de la producción de acetileno. Utilizó el análisis termogravimétrico (TGA) como herramienta. Se evaluaron los cambios de masa residual que sufre el material cuando se aumenta gradualmente la temperatura de deshidratación, con el fin de observar si influyen o no las diferentes

⁷ MAY, José. Determinación del porcentaje de conversión de la piedra caliza al utilizar carbón vegetal como coadyudante energético. p.77-78

⁸ 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

procedencias de las cales. Determinó que la procedencia de las cales produce variaciones significativas en la masa residual de las cales hidratadas durante la reacción de calcinación a temperatura de 100, 200, 300, 400 y de 800, 900 y 950 °C; y para la densidad absoluta, no se marca ninguna diferencia significativa, con un límite de confianza del 95 %"⁹.

Por último, Roberto Lainfiesta "realizó un estudio de la deshidroxilación de dos tipos de caolines de diferente tipo de meteorización metamórfica, uno de los caolines de tipo hidrotermal y el otro por trituración de tobas, a través de un análisis químico y una termogravimetría como herramienta, en el cual se evaluaron los cambios de masa residual, densidad y color que sufre el material cuando se aumenta gradualmente la temperatura de deshidroxilación, con el fin de observar si influyen o no el tipo de alteración metamórfica. Determinó que la alteración metamórfica de los caolines produce variaciones significativas en la pérdida de peso y la densidad en un rango de temperaturas 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 que las coordenadas a* y b* muestran diferencias significativas en todo el rango de temperaturas evaluadas" ¹⁰.

Respecto a estudios de termogravimetría, se ha encontrado que funcionan como una herramienta útil para la caracterización y comportamiento térmico de ciertos materiales, los cuales muestran variación de su peso y densidad específica en función de la temperatura.

⁹ SAMAYOA, Marvin. Análisis comparativo de cales hidratada 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

¹⁰ LAINFIESTA, Roberto. Análisis mediante termogravimetría (640 mm de Hg) de dos caolines para la obtención de metacaolin por activación térmica.p.45-55

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Rocas

2.1.1. Rocas ígneas

Las rocas ígneas se forman por el enfriamiento y la solidificación de materia rocosa fundida, el magma. Según las condiciones bajo las que el magma se enfríe, las rocas que resultan pueden tener granulado grueso o fino.

Las rocas ígneas se subdividen en dos grandes grupos:

• Rocas plutónicas o intrusivas fueron formadas a partir de un enfriamiento lento y en profundidad del magma. Las rocas se enfriaron despacio, permitiendo así el crecimiento de grandes cristales de minerales puros como el granito y la sienita.

• Las rocas volcánicas o extrusivas, se forman por el enfriamiento rápido y en superficie, o cerca de ella, del magma. Se formaron al ascender magma fundido desde las profundidades llenando grietas próximas a la superficie, o al emerger magma a través de los volcanes. El enfriamiento y la solidificación posteriores fueron muy rápidas, dando como resultado la formación de minerales con grano fino o de rocas parecidas al vidrio como el basalto o riolita.

2.1.2. Rocas ígneas plutónicas

Las rocas ígneas plutónicas son por definición holocristalinas, esto es, sus componentes son todos minerales que generalmente pueden observarse visualmente sin ayuda del microscopio. Las texturas presentes son muy variadas, desde tamaño de grano muy grueso (>30 mm), grueso (5-30 mm), medio (1-5 mm) a fino (<0.1-1 mm), y de equigranulares; los cristales de los distintos minerales son aproximadamente de mismo tamaño de grano, a fuertemente inequigranulares.

La clasificación de las rocas plutónicas se basa en las proporciones relativas de sus componentes principales, los cuales son función de la composición original del magma. De una manera muy simple, los grandes grupos son los siguientes:

• Acidas e intermedias. Rocas compuestas por minerales de colores claros, ricos en silicio y/o sin Hierro-Magnesio (denominados leucocráticos o félsicos), como cuarzo, feldespato potásico y plagioclasas. Los tipos más comunes son el granito, la granodiorita, y la tonalita. Estas rocas se caracterizan por presentar colores claros, en general en tonos de grises. Pueden distinguirse el cuarzo y los feldespatos como minerales fundamentales. Otros minerales presentes en cantidades variables, pero siempre subordinadas respecto de los anteriores, son moscovita, biotita, anfíbol, óxidos de magnetita o ilmenita, apatito, zircón.

 Básicas. Rocas compuestas por minerales de colores oscuros, en general pobres en silicio y ricos en hierro-magnesio (denominados melanocratos, máficos o ferromagnesianos), como biotita, anfíboles, piroxenos, olivino y óxidos de hierro-titanio. Estas rocas se caracterizan por ser de colores oscuros, en general, negras o en tonos de verde, no suelen presentar cuarzo en abundancia ni

6

feldespato potásico. El único mineral de color claro que puede distinguirse es la plagioclasa, que será de composición cálcica.

 Ultra básicas. Rocas compuestas exclusivamente por minerales ferromagnesianos (olivino y piroxenos esencialmente), muy oscuras. El tipo más común es la peridotita. Son rocas muy oscuras, negras o verdosas, no presentando minerales claros excepto pequeñas cantidades de plagioclasa cálcica. Este tipo de rocas suelen presentarse en la naturaleza relativamente transformadas. Los minerales primarios (olivino y piroxenos) se alteran a minerales de tipo serpentina (filosilicatos hidratados) durante procesos que afectan a la roca una vez formada, transformándola en una roca metamórfica (serpentinitas).

2.1.2.1. Rocas metamórficas

Las rocas metamórficas son rocas que se forman a partir de otras rocas preexistentes mediante un proceso denominado metamorfismo.

El metamorfismo es un proceso isoquímico (es decir, que la composición química global de la roca permanece básicamente invariable) en el que se produce una reorganización de la composición y disposición de los minerales (generalmente se disponen en capas) que conforman una roca por la acción de elevadas presiones y temperaturas, pero en estado sólido.

2.1.2.1.1. Factores que afectan el metamorfismo

El factor más importante del metamorfismo es el calor, porque proporciona la energía que impulsa los cambios químicos que provocan la recristalización de los minerales existentes o la formación de minerales nuevos.

La presión, como la temperatura, también aumenta en profundidad conforme aumenta el grosor de las rocas suprayacentes. Las rocas encerradas están sometidas a una presión de confinamiento. Además de este tipo de presión, las rocas pueden estar sometidas a presiones dirigidas en una dirección y sentido concretos. Este tipo de fuerzas diferenciales, deforman la roca y se denominan esfuerzos diferenciales. Si la presión es muy elevada, puede provocar el metamorfismo.



Figura 1. Metamorfismo

Fuente: SEGURA, Pedro. *Metamorfismo.* https://www.ecured.cu/Metamorfismo. Consulta: febrero 2016.

2.2. Carbonatos

Los complejos aniónicos (CO₃)⁻² de los carbonatos son unidades fuertemente enlazadas y no comparten oxígenos entre sí. Estos grupos carbonato planos, triangulares, son las unidades constructivas básicas de todos los carbonatos minerales y son los responsables en una gran medida de las propiedades peculiares del grupo.

Aunque el enlace entre el carbono central y sus oxígenos coordinados en el grupo CO₃ es fuerte, no lo es tanto como el enlace covalente en el dióxido de carbono. En presencia del ion hidrógeno, el radical carbonato se vuelve inestable y se descompone dando dióxido de carbono y agua. Esta inestabilidad es la causa de su conocida efervescencia con los ácidos, prueba tan empleada para reconocer los carbonatos.

Los carbonatos anhidros importantes pertenecen a tres grupos isoestructurales: el grupo de la calcita, el del aragonito y el grupo de la dolomita.

Carbonatos				
Grupo de la calcita	Grupo de aragonito	Grupo de la dolomita		
(Hexagonal)	(Ortorrómbico)	(Hexagonal)		
Calcita CaCO ₃	Aragonito CaCO ₃	Dolomita CaMg(CO ₃) ₂		
Magnesita MgCO ₃	Witherita BaCO ₃	Änkerita CaFe(CO ₃)2		
Siderita FeCO ₃	Estroncianita SrCO3	, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,		
Rodocrosita MnCO ₃ Smithsonita ZnCO ₃	Cerusita PbCO ₃			

Tabla I.

Grupo de los carbonatos

Fuente: CORNELIS, Klein. CORNELIUS, Hurlbut. *Manual de mineralogía, Volumen 2.* https://books.google.com.gt. Consulta: febrero 2016.

2.2.1. Grupo de la calcita

Los cinco miembros del grupo de la calcita son isoestructurales, la estructura de la calcita puede considerarse como derivada de la estructura del NaCl (cubica centrada en las caras), en el cual los grupos triangulares CO₃ reemplazan los esféricos Cl y Ca en lugar de Na. La forma triangular de los grupos CO₃ hace que la estructura resultante sea romboédrica y no isométrica como en el NaCl. Los grupos CO₃ se encuentran en planos que forman ángulos rectos con el eje ternario y los iones Ca en planos alternativos poseen coordinación 6 con los oxígenos de los grupos CO₃. Cada oxígeno está coordinado con dos iones Ca y situado un ion carbono en el centro del grupo CO₃.

Entre los carbonatos puros de calcio y de magnesio, existe una serie completa de compuestos según la intensidad de isomorfismo a la que han estado sometidos.

Compuesto	% de CO ₂ Mg	
Caliza	0-2.3	
Caliza Magnesiana	2.3-4.4	
Caliza Dolomítica	4.4-22.7	
Dolomía Calcitica	22.7-41	
Dolomita	41-52.5	
Dolomía	52 5-61 5	
Magnesiana	52.5-01.5	
Magnesita	61 5 90	
Dolomítica	01.3-00	
Magnesita	80-100	

Tabla II.	Porcentaje de	e Carbonato	de magnesio	en rocas
-----------	---------------	-------------	-------------	----------

Fuente: RÁBANO, Isabel. GARCÍA Cristóbal. *Patrimonio geológico y minero y desarrollo general.* https://books.google.com.gt. Consulta: febrero 2016.

2.3. Sistema romboédrico

Incluido por una serie de autores dentro del sistema hexagonal, se independiza de este por aparecer en todas sus clases el romboedro, forma fundamental del sistema, que puede considerarse derivado del cubo con solo deformar a este último homogéneamente; está integrado por seis caras, rombos, y doce aristas, seis de ellas culminantes tres a tres en los vértices superior e inferior.

Los ejes cristalográficos racionales de este sistema son las tres aristas culminantes del romboedro, que forman ángulos iguales entre sí y distintos de 90^{a} : $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^{a}$.





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.6

La cara fundamental es el pinacoide básico que trunca este vértice y corta a los tres ejes según parámetros iguales entre sí: a=b=c. No obstante, debido a que aparecen en este sistema formas hexagonales, y con el fin de no orientar la misma forma cristalina de manera distinta, se adoptan, para el estudio morfológico, los ejes del sistema hexagonal.

2.4. Carbonato de magnesio (magnesita)

La magnesita es un mineral del grupo de la calcita, de fórmula MgCO₃, que se genera bien por la alteración de rocas ígneas magnésicas (serpentinitas y rocas ígneas ultra básicas), o por remplazamiento metamórfico en calizas y dolomías. Es de color blanco amarillento, blando, ligero y suave al tacto.

También llamada giobertita, se disocia por calentamiento, para formar la magnesia (MgO) y dióxido de carbono. Su descomposición endotérmica, generalmente, sucede entre los 620 °C y 650 °C con una pérdida de masa por descomposición del 49,2 % para una pureza del 95 % de magnesita y una velocidad de calcinación de 10 °C/min.

2.4.1. Formación y yacimientos de magnesita

El ambiente de formación suele ser en rocas sedimentarias de tipo evaporita, a partir de una desecación de lagos cargados ricos en magnesio. También puede aparecer por sustitución metasomática en los depósitos de calcita y dolomita, es decir, a través de cambio metamórfico que lleva consigo la introducción de material procedente de una fuente externa. Además, puede formarse es a partir de la alteración de rocas ígneas básicas y serpentinitas. La magnesita tiene la misma estructura cristalina de la calcita, por lo tanto, de su inclusión en el grupo del mineral de la calcita (carbonatos). Muchas de las características de la magnesita son idénticas o similares a las de la calcita.

2.4.2. Propiedades del carbonato de magnesio

La magnesita se presenta en la naturaleza en forma cristalina y criptocristalina. La forma cristalina tiene una dureza de 3,5 a 4, variando su color del blanco al negro con tonalidades amarillas, azules, rojas o grises. Además, los

12

depósitos de magnesita cristalina suelen hallarse asociados a dolomitas. Destacan los yacimientos ubicados en Austria, Rusia, Coreo, Brasil, Canadá, Australia, Nepal y Estados Unidos.

Respecto de la magnesita criptocristalina, puede comentarse que es un producto de alteración de las serpentinas o de rocas magnesianas diversas, que han estado sometidas a la acción de aguas carbonatadas. Este tipo de magnesita es compacto, blanco y con dureza entre 3,5 y 5. Cabe citar como los mayores yacimientos a los localizados en Grecia e India.

Sus cristales son mucho más simples y pobres que los de la calcita. El sistema cristalino más común es el romboédrico o el prismático casi tabular, a veces de contorno hexagonal. Normalmente aparece en forma de masas terrosas blandas, incluso granuladas. Rara vez se presentan en cristales romboédricos, muy aplanados y en agregados paralelos.

2.4.3. Estructura cristalina del carbonato de magnesio

Parámetros de celda: a = 4,6632 A ^a, c = 15,015 A^a; Z = 6, V = 282,76 A^a
Dureza: 4,0 - 4,5
Textura: frágil,
Densidad: 3,0 - 3,2 (pura 3,08).
Color: incolora, blanca, amarilla, gris, marrón.
Brillo: vítreo, sedoso o mate.
Propiedades: incolora con luz transmitida.

Figura 3. Estructura cristalina del carbonato de magnesio



Fuente: GARCÉS, Ingrid. *Ficha Magnesita.* www.uantof.cl/salares/fichas/magnesita.pdf. Consulta: abril 2016.

Figura 4. Estructura de la roca del carbonato de magnesio



Fuente: GARCÉS, Ingrid. Ficha Magnesita. www.uantof.cl/salares/fichas/magnesita.pdf. Consulta: abril 2016.

2.4.4. Producción del carbonato de magnesio

La mayor parte de la producción mundial de magnesita se procesa mediante calcinación, para producir magnesia (MgO), que ha de competir con la magnesia sintética derivada de salmueras y agua marina. La calcinación se hace a distintas temperaturas, obteniéndose diversos productos, cuya principal diferencia está en el tamaño de los cristales de óxido de magnesio que se forman, lo que a su vez influye en la densidad y la reactividad química.

La magnesita cáustica calcinada, fabricada en el rango de los 700 °C- 900 °C es un producto muy reactivo, aún con una pérdida al fuego apreciable (cerca del 10 %), que se destina principalmente a usos agrícolas (fertilizantes), en construcción e industria del papel. La magnesita calcinada a muerte se fabrica en el rango de los 1 500 °C-1 800 °C para las calidades más corrientes, y de los 1 800 °C-2 200 °C para la magnesita calcinada de alta densidad (MgO>96 %, densidad superior a 3,3). Se utiliza para fabricar refractarios, fundamentalmente.

La magnesita electrofundida se fabrica en horno eléctrico, a partir de magnesita cáustica, por encima de los 3 000 °C, obteniéndose grandes cristales de periclasa que confieren al producto una pureza muy alta (MgO>98 %) y muy alta densidad (calidad refractaria).

2.4.5. Uso del carbonato de magnesio en la industria

La magnesita cruda se emplea como fertilizante agrícola, en las industrias del vidrio y cerámica, como cargas blancas para pinturas, papel, plásticos, soporte para insecticidas y pesticidas, como agente antiaglomerante para sal de mesa, y en explosivos.

Pero la mayoría de la producción de magnesita se destina a la calcinación. La magnesita calcinada (realmente por la calcinación se transforma en magnesia u óxido de magnesio) se emplea, sobretodo, en la fabricación de ladrillos refractarios básicos y para productos químicos industriales. Antiguamente, la magnesita se empleaba para lo obtención de magnesio metálico, es decir, como mena de Magnesio, pero actualmente éste se obtiene de soluciones salinas y del agua del mar.

15

2.5. Calcinación

La calcinación es el proceso de calentar una sustancia a temperatura elevada, pero por debajo de su entalpía o punto de fusión, para provocar la descomposición térmica o un cambio de estado en su constitución física o química. El proceso, que suele llevarse a cabo en largos hornos cilíndricos, tiene a menudo el efecto de volver frágiles las sustancias.

2.5.1. Objetivos de la calcinación

- Eliminar el agua, presente como humedad absorbida, agua de cristalización o agua de constitución (como en la conversión del hidróxido férrico en óxido férrico).
- Eliminar el dióxido de carbono (como en la calcinación de la piedra caliza en cal en un horno de cal), el dióxido de azufre u otro compuesto orgánico volátil.
- Para oxidar (calcinación oxidante) una parte o toda la sustancia usado comúnmente para convertir menas sulfurosas a óxidos en el primer paso de recuperación de metales como el zinc, el plomo y el cobre.
- Para reducir (calcinación reductora) metales a partir de sus menas (fundición).

2.5.1.1. Calcinación de carbonato de magnesio

A altas temperaturas el MgCO₃ se descompone en óxido de magnesio y dióxido de carbono. De la siguiente forma:

 $MgCO_3 \xrightarrow{\Delta} MgO + CO_2$

Existen tres factores esenciales en la cinética de la descomposición:

- La piedra debe ser calentada hasta la temperatura de disociación de los carbonatos.
- Esta temperatura mínima debe tener cierto período de duración.
- El gas de dióxido de carbono (CO₂) que se desprende debe ser removido.

Según varios investigadores, para la calcita la temperatura de disociación es de 898°C (1 648 °F) a 760 mm Hg de presión para una atmósfera con 100 % de CO₂. La temperatura de la dolomita no es tan clara. El MgCO₃ se disocia a una temperatura mucho más baja, de 402 °C a 480 °C (756 – 896 °F).

2.6. Óxido de magnesio (periclasa)

El óxido de magnesio o magnesia calcinada es obtenido por medio de la calcinación controlada del mineral de magnesita (carbonato de magnesio), es una sustancia compuesta formada por un enlace iónico entre el catión magnesio y el anión oxido. Se obtiene por la quema de magnesio, que se oxida con una brillante luz blanca, lo que resulta en un polvo.

Es higroscópico en la naturaleza y se debe tener cuidado de protegerlo de la humedad. Por lo que es necesario almacenar separado de oxidantes fuertes y ácidos fuertes.

2.6.1. Propiedades del óxido de magnesio

Las principales características del óxido de magnesio son:

- Es un material inodoro
- Su aspecto es de un polvo fino de color blanco
- Insoluble en el agua
- Su fórmula química es MgO
- Tiene la capacidad de absorber rápidamente la humedad
- Su punto de ebullición se encuentra en los 3 600 °C
- Su punto de fusión es de 2 852 °C
- También es conocido como magnesia o magnesia calcinada
- Debe evitarse su contacto con ácidos fuertes y halógenos

2.6.2. Estructura cristalina del óxido de magnesio

El óxido de magnesio reacciona lentamente con el agua para generar hidróxido de magnesio insoluble, de la siguiente forma:

 $MgO + H_2O \rightarrow Mg(OH)_2$

Figura 5. Estructura cristalina del óxido de magnesio



Fuente: Fuente: SEGURA, Pedro. Metamorfismo. https://www.ecured.cu/Oxido_de_magnesio. Consulta: febrero 2016.

2.6.3. Uso del óxido de magnesio en la industria

Entre los múltiples usos y aplicaciones que tiene el óxido de magnesio se encuentran:

2.6.3.1. Aplicación en fertilizantes

Es uno de los macronutrientes más exigidos en el metabolismo vegetal, representa hasta un 3 % de la materia seca, esencial para el desarrollo de cualquier cultivo e influye en su productividad. Como elemento central de la molécula de clorofila, el óxido de magnesio está directamente vinculado con la producción de energía, volviendo todas las demás funciones metabólicas dependientes de su actuación. Tan importante como el conocimiento de las principales funciones metabólicas es el conocimiento de la necesidad de equilibrio de los niveles de magnesio con los niveles de calcáreo y potasio en el suelo.

2.6.3.2. Abrasivos

El óxido de magnesio, para el segmento de abrasivos magnesianos, presenta óxidos desarrollados específicamente para esta aplicación. Granulometría, reactividad y densidad aparente son los factores clave para la obtención del producto final diferenciado, que solo puede ser obtenido por medio de un proceso de calcinación homogénea.

2.6.3.3. Procesos químicos industriales

El óxido de magnesio se utiliza como materia prima en la elaboración de ladrillos refractarios, los cuales son un tipo de material cerámico que posee características especiales. Por esta razón, se utilizan ampliamente en instalaciones industriales o en trabajos de estufas domésticas. Las caras de estos

19

ladrillos son lisas. Esta peculiar característica disminuye la adherencia con el mortero, logrando la resistencia a altas temperaturas y la abrasión. Por sus buenas propiedades térmicas este material es considerablemente costoso.

2.7. Métodos de análisis

2.7.1. Método de análisis térmico

El análisis térmico abarca a las técnicas que miden una propiedad física de una sustancia y/o productos de reacción en función de la temperatura mientras la sustancia se somete a un programa de temperatura controlado. Estos métodos encuentran una amplia aplicación en el control de calidad y en la investigación de productos industriales, como polímeros, productos farmacéuticos, arcillas y minerales. Estos métodos incluyen la termogravimetría (TGA), el análisis térmico diferencial (DTA), termodensimetría (TDA) y la calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Técnica	Variable de respuesta	Aplicaciones típicas
Calorimetría de barrido	Calor y temperatura de	Cinética de reacción, análisis
diferencial	transición y reacción.	de pureza.
(Differential scanning calorimetry) DSC		-
Análisis térmico diferencial	Temperaturas de transición y	Diagramas de fase, estabilidad
(Differential thermal analysis) DTA	de reacción.	térmica.
Análisis termogravimétrico (Thermogravimetric analysis) TGA	Cambio de peso	Estabilidad térmica, análisis de composición.
Análisis termomecánico (Thermomechanical analysis) TMA	Cambios de dimensión y de viscosidad.	Temperaturas de ablandamiento, coeficientes de expansión.
Análisis mecánico – dinámico (Dynamic mechanical analysis) DMA	Módulos, hidratación y comportamiento viscoelástico.	Resistencia al impacto, estabilidad mecánica.
Análisis de producción de	Cantidad de gases producidos	Análisis de componentes
gases	de una reacción con calor	orgánicos volátiles.
(Envolved gas analysis) EGA	inducido.	
Análisis termodensimétrico	Cambio de densidad	Estabilidad térmica, análisis de
diferencial (Thermodensimetric analysis) TDA		cristalización

 Tabla III.
 Resumen de técnicas de análisis térmicos

Fuente: WILLARD, Hobart. Instrumental methods of analysis. p. 761.

2.7.1.1. Análisis termogravimétrico

En este análisis se registra en forma continua la masa de una muestra a medida que se aumenta su temperatura en forma lineal desde la temperatura ambiente hasta valores tan altos como 1200 °C. Una gráfica de la masa en función de la temperatura (un termograma o curva de descomposición térmica) proporciona información tanto cuantitativa como cualitativa.

El aparato necesario para realizar un análisis termogravimétrico incluye: una balanza analítica sensible, un horno, un mecanismo para controlar y programar la temperatura del horno y un registrador que proporcione una gráfica de la masa de la muestra en función de la temperatura. A menudo, se necesita equipo auxiliar para proporcionar una atmósfera inerte alrededor de la muestra.

El horno de un aparato termogravimétrico está programado por lo general para aumentar la temperatura en forma lineal a una velocidad preestablecida típicamente de (0,5 a 2 °C/min). El intervalo de temperatura para la mayoría de los instrumentos va desde la temperatura ambiente hasta 1 200 °C. Las temperaturas se establecen por medio de una termocupla localizada tan cerca de la muestra como sea posible. El aislamiento y enfriamiento del exterior del horno es necesario para evitar la transferencia de calor a la balanza.

2.7.1.1.1. Instrumentos comerciales TGA

 Una balanza analítica sensible: debe proporcionar información cuantitativa sobre muestras cuyas masas van de 1 gramo hasta 100 gramos.

- Un horno: el intervalo de temperaturas de la mayoría de los hornos que se utilizan en la termogravimetría va desde temperatura ambiente hasta 1 500
 °C. A menudo se puede se puede variar la velocidad de calcinación.
- Un sistema de purga para proporcionar un sistema inerte: normalmente se utiliza nitrógeno y argón para purgar el horno y prevenir la oxidación de la muestra. En algunos análisis es deseable cambiar los gases de purga a lo largo del análisis.
- Un microprocesador para el control del instrumento, adquisición y visualización de los datos.

2.7.1.1.2. Aplicación de análisis termogravimétrico

Los métodos térmicos diferenciales encuentran gran utilización para establecer la composición de productos naturales y manufacturados. El número de aplicaciones es considerable; a continuación, se ilustran algunas de ellas:

 Sustancias inorgánicas: las medidas térmicas diferenciales han sido muy utilizadas para los estudios relacionados con el comportamiento térmico de compuestos inorgánicos, como silicatos, ferritas, arcillas, óxidos, cerámicas y vidrios. Se obtiene información acerca de procesos tales como fusión, desolvatación, deshidratación, oxidación, reducción, adsorción, degradación y reacciones en estado sólido. Una de las más importantes aplicaciones, es la generación del diagrama de fases y el estudio de las transiciones de fase.

• Compuestos orgánicos: el método térmico diferencial proporciona una alternativa simple y precisa para establecer el punto de fusión, ebullición y

descomposición de los compuestos orgánicos. Por lo general, los datos resultan más consistentes y reproducibles que los obtenidos con un bloque caliente, un baño de aceite o un tubo capilar.

 Polímeros: los métodos térmicos diferenciales han sido muy utilizados para el estudio de caracterización de polímeros. Evidentemente, estos métodos pueden utilizarse para el análisis cualitativo en las mezclas de polímeros.

2.7.1.2. Termogramas

Los estudios termogravimétrico se basan generalmente en 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 esta razón, es necesario relacionar la temperatura de reacción con una propiedad intrínseca del material, como lo es la densidad. Con un termograma en función de la densidad absoluta se espera encontrar zonas de variación más diversas que se puedan relacionar de alguna manera con un cambio en la estructura cristalina de las calizas durante su proceso de calcinación a diferentes temperaturas.

2.8. Teoría del color

El ojo es un sistema fotosensible, con la retina como fotoreceptor. En ella hay dos tipos de células, los conos y los bastones. Los conos son los responsables de la visión del color y los bastones responsables de la visión con baja luminosidad. Hay tres tipos de conos, cada uno de ellos sensible a un tipo de luz distinta: a la luz roja, a la verde y a la azul. No importa cuál sea la

23

composición espectral de la radiación que llega a la retina, su respuesta será evaluada según tres parámetros (división tricromática).

Las diferentes longitudes de onda del espectro visible, comprendidas aproximadamente entre los 400 nm y los 700 nm, son percibidas por el ojo humano como colores. Todos los colores son combinación variable de luz roja (r), verde (g) y azul (b).

Un color puede ser representado por dos caminos básicos, dependiendo del medio en que se reproduce.

2.8.1. Sistemas aditivos

Se crean añadiendo colores al negro para crear nuevos colores. Cuantos más colores sean mezclados se obtendrá un color más parecido al blanco. La presencia de todos los colores primarios es suficiente para crear un blanco puro, mientras que la ausencia de los colores primarios crea un negro puro.

- Colores primarios de luz o colores primarios aditivos: rojo, verde y azul. La suma de los tres colores primarios da lugar al blanco (la luz blanca está compuesta por luz roja, verde y azul a partes iguales).
- Colores secundarios de luz: Cualquier combinación de dos colores primarios. Rojo más azul da el magenta; verde más azul da el cian; rojo más verde da el amarillo.

2.8.2. Sistemas sustractivos

En éstos, los colores primarios son sustraídos del blanco para formar nuevos colores. Cuantos más colores se mezclen se obtendrá algo más parecido al negro. Teóricamente, la presencia de todos los colores primarios sustractivos da el negro y, su total ausencia, blanco.

- Colores primarios de pigmento o sustractivos. Se define un color primario de pigmento a aquel que absorbe un color primario de luz y refleja los otros dos, por tanto, son el cian, el magenta y el amarrillo (cuando la luz incide sobre un color primario de pigmento lo que se observa es la combinación de dos colores primarios de luz).
- Colores secundarios de pigmento: rojo, verde y azul.

2.8.3. Características para definir un color

- Matiz o tono: cuando se dice que algo es de un color, se refiere a su matiz.
 Este viene determinado por la longitud de onda dominante.
- Saturación: se refiere a una pureza relativa de un color dominante, es decir a la cantidad de blanco que se mezclaría con el tono. Por lo tanto, aunque el tono es el mismo se distingue como colores diferentes.
- Luminosidad o brillo: el brillo incorpora una noción cromática. Es una medida subjetiva y es un factor clave para describir la sensación de color. Al matiz y a la saturación se les llama cromaticidad, así se puede definir a un color por ésta y su brillo.

2.8.4. Medición por modelos de color

La idea de la medición de modelos del color surge para facilitar la especificación de objetos en colores de una forma estándar. Se busca un sistema

de coordenadas tridimensional en el cual se defina un subespacio donde cada color quede definido por un punto único.

2.8.5. Modelo CIE XYZ (1931)

La necesidad de que al especificar un color se pudiera medir su luminosidad sin llevar a cabo cálculos extra y el hecho de que r (rojo), g (verde) y b (azul) muestren valores negativos llevó a la CIE (Comisión Internacional de la lluminación por sus siglas en francés) a realizar una nueva recomendación donde se usan colores primarios genéricos supersaturados (irreales), lo cual evitará tener valores triestímulo negativos. Ahora se tienen tres nuevos colores primarios: X, Y Z. La conversión de RGB a XYZ se hace mediante una matriz. Esta matriz de transformación dependerá del observador considerado: observador patrón CIE-1931, observador patrón suplementario CIE-1964, entre otros. Estos se diferencian entre sí en los ángulos de observación para el campo visual que se consideran.

La combinación de X, Y Z permite representar todos los colores posibles donde X, Y Z son las luminancias de las nuevas fuentes consideradas como primarias:

C = X+Y+Z

- Y: lleva toda la información de la luminancia del color.
- X, Z: codifican la información del color.

Figura 6. Gráfica de funciones de color en el modelo CIE XYZ (1931)



Fuente: MÉNDEZ, David. Coordenadas del color. p.1

En un diagrama cromático (x, y) para el observador patrón CIE-1931 queda estipulada la cromaticidad de un estímulo bajo un iluminante definido (Y). El diagrama de cromatismo (o diagrama cromático) es el resultado de una ecuación matemática y muestra los colores puros en la periferia, es decir, la radiación monocromática correspondiente a los colores del espectro (los colores del arco iris), indicada por su longitud de onda. La cromaticidad se puede representar en un plano como el siguiente:

Figura 7. Diagrama de cromaticidad en el modelo CIE XYZ (1931)



Fuente: MÉNDEZ, David. Coordenadas del color. p.1

2.8.6. Modelo CIE L*a*b* (1976)

El sistema colorimétrico XYZ permite representar colores según su cromatismo (ejes x e y) y su luminancia (eje Y). La gama de un dispositivo de visualización, por lo general, se representa al trazar en el diagrama cromático un polígono que contenga todos los colores que el dispositivo sea capaz de producir.

Sin embargo, este tipo de representación es puramente matemática y no tiene en cuenta factores fisiológicos, es decir, la percepción que tiene el ojo humano del color, que da como resultado un diagrama de cromatismo que deja demasiado espacio para la gama de los verdes. Es decir, el sistema XYZ y los diagramas de cromaticidad asociados no son perceptualmente uniformes. Este problema dificulta el cálculo de las diferencias entre dos estímulos de color.

La necesidad de un espacio de color uniforme condujo a la transformación de una serie de transformaciones no lineales del espacio CIE XYZ 1931 que

concluyeron en la especificación concreta de una de estas transformaciones en lo que se conoce como espacio de color CIE 1976 (L*a*b*).

En 1960, la CIE desarrolló el modelo Lu*v*. Finalmente, en 1976, para superar los problemas del modelo X&Y, la CIE desarrolló el modelo colorimétrico L*a*b* (también llamado CIE-L*a*b*). El espacio CIE-L*a*b* permite especificar estímulos de color en un espacio tridimensional.

El eje L* es el de luminosidad y va de 0 (negro) a 100 (blanco). Los otros dos ejes de coordenadas son a* y b*, y representan variación entre rojizo-verdoso, y amarillento azulado, respectivamente con valores que van del -120 al +120. Aquellos casos en los que a*=b*= 0 son acromáticos; por eso el eje L* representa la escala acromática de grises que va de blanco al negro.

Figura 8. Diagrama del espacio de color CIE L*a*b (1976)



Fuente: MÉNDEZ, David. Coordenadas del color. p.1

Figura 9. Representación del espacio de color CIE L*a*b*



Fuente: PARKER, Robert. Analytics Methods.http://pubs.rsc.org/. Consulta: abril 2016

Las proporciones de L*, a* y b* se obtienen de los valores triestímulos de acuerdo con las siguientes transformaciones:

Donde Xn, Yn, y Zn son los respectivos valores de X, Y Z con el iluminante que se haya usado para obtener los valores X, Y Z de la muestra; y los cocientes de X/ Xn, Y/ Yn y Z/ Zn son todos superiores a 0 008856 (cuando alguno de ellos es menor a esa cifra, se usa un conjunto de ecuaciones levemente distinto).

Por lo tanto, el modelo L*a*b* abarca todo el espectro de visión del ojo humano y lo representa de manera uniforme. Esto hace posible medir todos los colores visibles, independientemente, de cualquier tecnología gráfica.

Incluye todos los colores RGB (rojo, verde, azul) y CMKY (cian, magenta, amarillo, negro) y por ello que este modelo es muy utilizado en la industria para la medición de color. Los modelos CIE no son intuitivos, sin embargo, su utilización garantiza que sea posible medir un color creado por estos modelos.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables

- Peso residual de la muestra en función de la temperatura de calcinación.
- Densidad real de las muestras en función de la temperatura de calcinación.
- Coordenadas de color Δ (L*a*b) en función de la temperatura.
- Proporción de carbonato de magnesio/óxido de magnesio para los tipos de magnesitas analizadas.

3.1.1. Variables respuesta

- Termogramas del peso residual de las muestras en función de la temperatura de calcinación.
- Termogramas de la densidad de las muestras en función de la temperatura de calcinación.
- Estructura cristalina de las muestras analizadas.

3.2. Delimitación del campo de estudio

El estudio se limitó al análisis termogravimétrico del carbonato de magnesio de uso industrial recolectado de canteras localizadas en el departamento de Escuintla y al carbonato de magnesio grado reactivo utilizado para análisis químico en la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala, a nivel laboratorio.

3.3. Recurso humano disponible

3.3.1. Desarrollo del proyecto

Javier Alejandro Lorenzana González, estudiante de la carrera de Ingeniería Química.

3.3.2. Revisión y asesoramiento del proyecto

Asesor: Ing. Qco. Carlos Martínez Revisor: Ing. Qco. César García

3.3.3. Análisis químicos

Personal del centro de investigaciones de Cementos Progreso.

3.4. Recurso Material disponible

3.4.1. Equipo de medición

- Balanza analítica, marca Electronic Soale.
- Cronometro.
- Módulo TGA 1 SF/1100/265 de Mettler- Toledo, de 25 °C a 1 000 °C con atmósfera inerte de N2. Software Stare.
- Equipo de difracción de rayos X Empyrean de PANalytical.
- Equipo de fluorescencia de rayos X Thermo electric Corporation ARL Optim X.
- Colorímetro Konica Minolta CR-400.

3.4.2. Equipo auxiliar

- Mufla, marca Fisher Sctientific
- Pinzas
- Espátula
- Rejilla metálica

3.4.3. Cristalería

- Crisoles de porcelana
- Crisoles de alúmina
- Embudo
- Desecadoras
- Beackers de 100 mL
- Beackers de 50 mL
- Varilla de vidrio
- Vidrio reloj

3.4.4. Equipo volumétrico de medición

- Probeta de 25 mL
- Pipeta de 10 mL
- Balón de Le Chatelier
- Balón de aforo de 25 mL

3.4.5. Reactivos

- Queroseno
- Carbonato de magnesio grado industrial
- Carbonato de magnesio grado reactivo
- Silica gel

3.5. Técnica cualitativa o cuantitativa

El estudio realizado adquirió una naturaleza cuantitativa porque midió la evolución de la descomposición térmica de la magnesita a través de los pesos y densidades de las muestras. Además, se estableció su relación con las coordenadas de color Δ (L*a*b), posteriormente se efectuaron los termogramas y se verificó que existe diferencia significativa entre los reactivos utilizados mediante un análisis estadístico y de pureza.

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

La recolección y ordenamiento de la información para la investigación se realizó a través de mediciones de peso y densidad en función de la temperatura que se registró en tablas (ver sección de datos calculados, anexos), donde se llevó el control de las muestras, se registró su peso, densidad y temperatura para el posterior tratamiento de los datos.

Se registraron las coordenadas, temperatura de calcinación y tipo de muestra en la tabla de coordenadas de color del sistema color CIE-L*a*b* (1976).

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

Se utilizaron dos tipos de carbonato de magnesio con diferente nivel de pureza, catalogándolos como grado reactivo y grado industrial.

Para la tabulación y ordenamiento de los datos obtenidos se valió de hojas de cálculo para anotar los datos y luego a través del software Microsoft Excel procesarlos, para realizar los termogramas se utilizó el software Qtiplot.

3.8. Análisis estadístico

Las muestras fueron evaluadas durante la reacción de calcinación a cinco temperaturas distintas: 150 °C, 300 °C, 450 °C, 650 °C y 900 °C.

De este modo se tiene:

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

Número de tratamientos= 10. Número de repeticiones de cada tratamiento= 3. Número total de tratamientos=30.

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

Codificación[Yij]	MgCO ₃	Temperatura [°C]	Repeticiones [Yijk		
Y11		150	Y111	Y112	Y113
Y12		300	Y121	Y122	Y123
Y13	Grado reactivo	450	Y131	Y132	Y133
Y14		650	Y141	Y142	Y143
Y15		900	Y151	Y152	Y153
Y21		150	Y211	Y212	Y213
Y22	Grado	300	Y221	Y222	Y223
Y23	industrial	450	Y231	Y232	Y233
Y24		650	Y241	Y242	Y243
Y25		900	Y251	Y252	Y253

Tabla IV. Tratamientos evaluados en la realización de termogramas

Fuente: elaboración propia.

3.8.1. Análisis de varianza

Se realizó un análisis de varianza para determinar si la fuente de variación (cantidad de carbonato de magnesio en las) 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:
Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados (SC)	Cuadrado de medias (CM)	F Calculada	F Tabulada
Bloques	r – 1	$\sum_{k=1}^{r} \frac{Y_{k}^2}{ab} - \frac{Y_{}^2}{abr}$	SC_{bloq}/gl_{blq}	CM _{trat} /CM _{ee}	
А	a – 1	$\sum_{i=1}^{a} \frac{Y_{i}^2}{rb} - \frac{Y_{}^2}{abr}$	SC_A/gl_A	CM _A /CM _{ee}	$F_{tab(a-1;\;glee;\alpha)}$
В	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; glee;α}
AB	(a - 1) (b - 1)	$\sum_{i=1}^{a} \sum_{j=1}^{b} \frac{Y_{ij}^{2}}{r} - \frac{Y_{}^{2}}{abr} - SC_{i} - SC_{b}$	SC_{AB}/gl_{AB}	CM _{AB} /CM _{ee}	F _{tab(a-l,b-l;} glee;α)
Error (ee)	ab - 1 (r - 1)	SC _{TOTAL} -SCbloques-SCA- SCB-SCAB	Sc _{ee} /gl _{ee}		
Total	abr – 1	$\sum_{i=1}^{a} \overline{\sum_{j=1}^{b} \sum_{k=1}^{r} Y_{ijk}^{2} - \frac{Y_{}^{2}}{abr}}$			

Tabla V. Ecuaciones para análisis de varianza de un factor

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.48

Regla de decisión:

Si Fc \geq Ft Se rechaza la hipótesis nula (es decir, sí existen diferencias significativas).

Si Fc < Ft No se rechaza la hipótesis nula.

4. **RESULTADOS**

Figura 10. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica (TGA cementos progreso)



Fuente: Cementos Progreso.

Figura 11. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número.1



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Figura 12. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número.2



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Figura 13. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número.3



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Figura 14. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Tabla VI. Datos termograma carbonato de magnesio grado reactivo

Polinomio	Rango de temperatura para el polinomio que describe la curva	Coeficiente de correlación R ²
-4*10 ⁻⁶ T ² +0,0005T+0,4895	25 °C-300 °C	1
4*10 ⁻⁷ T ² -0,0006T+0,406	450 °C-900 °C	1

Figura 15. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica (TGA Cementos Progreso)



Figura 16. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número.1



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Figura 17. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número.2



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Figura 18. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, repetición número.3



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Figura 19. Termograma-comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Tabla VII. Datos termograma carbonato de magnesio grado industrial

Polinomio	Rango de temperatura para el polinomio que describe la curva	Coeficiente de correlación R ²
6*10 ⁻⁸ T ² -0,0001T+0,5029	25 °C-300 °C	1
2*10 ⁻⁷ T ² -0,0004T+0,445	450 °C-900 °C	1

Figura 20. Termograma-comparación del comportamiento de la pérdida de peso de la magnesita grado industrial y reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Figura 21. Termograma-comportamiento de la densidad de la magnesita grado reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Tabla VIII.	Datos	curva	de	densidad	en	función	de	la	temperatura
carbonato de magnesio grado reactivo									

Polinomio	Rango de temperatura para el polinomio que describe la curva	Coeficiente de correlación R ²
-6*10 ⁻⁶ T ² +0,0045T+2,4638	25 °C-300 °C	1
-4*10 ⁻⁶ T ² +0,0056T+1,4727	450 °C-900 °C	1

Figura 22. Termograma-comportamiento de la densidad de la magnesita grado industrial en función de la temperatura de descomposición térmica, promedio



Fuente: elaboración propia, empleando "Qtiplot".

Tabla IX.Datos curva de densidad en función de la temperaturacarbonato de magnesio grado reactivo

Polinomio	Rango de temperatura para el polinomio que describe la curva	Coeficiente de correlación R ²
-2*10 ⁻⁵ T ² +0,0098T+2,0182	25 °C-300 °C	1
4*10 ⁻⁶ T ² -0,0039T+4,64	450 °C-900 °C	1

Figura 23. Termograma-comparación del comportamiento de la densidad de la magnesita grado industrial y reactivo en función de la temperatura de descomposición térmica



Fuente: elaboración propia.

Figura 24. Composición del carbonato de magnesio grado reactivo utilizado en la fase experimental a partir de difracción de rayos X, a temperatura ambiente



Fuente: Cementos Progreso.

Figura 25. Composición del carbonato de magnesio grado industrial utilizado en la fase experimental, a partir de difracción de rayos X, temperatura ambiente



Figura 26. Composición del carbonato de magnesio grado reactivo, a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 650 °C.



Figura 27. Composición del carbonato de magnesio grado industrial, a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 650 °C



Figura 28. Composición del carbonato de magnesio grado reactivo, a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900 °C



Fuente: Cementos Progreso.

Figura 29. Composición del carbonato de magnesio grado industrial, a partir de difracción de rayos X, temperatura de calcinación de 900 °C.



Fuente: Cementos Progreso.

Tabla X.Ensayo comparativo de color, coordenadas CIELAB para lasmuestras de carbonato de magnesio analizadas

Especifiaciones de medición							
Escala de Color utilizada		CIELAB					
Iluminante		D65(tempe	ratura de color 6 50	00 K)			
Referencia Observador		10°					
L* mide la brillantez y varía de 100 par	a el b	lanco perfect	to hasta 0 para el n	egro.			
a* mide el rojo cuando es positivo, gris	a* mide el rojo cuando es positivo, gris cuando es 0 y verde cuando es negativo.						
b* mide el amarillo cuando es positivo,	gris c	uando es 0 y	azul cuando es ne	gativo.			
Muestra	L*		a*	b*			
MgCO ₃ Grado reactivo	99,9	4	-0,31	2,16			
MgCO ₃ Grado Industrial	89,9	3	0,36	5,19			
MgCO ₃ Grado Industrial 650 °C	84,2	7	3,67	12,38			
MgCO ₃ Grado Industrial 900 °C	87,1	1	1,94	11,85			

Fuente: Cementos Progreso.

Tabla XI. Composición del carbonato de magnesio grado reactivo e industrial, utilizados en la fase experimental a partir de fluorescencia de rayos X, a temperatura ambiente, 650 °C y 900 °C de calcinación

Composición Química (%)														
Muestra	Al_2O_3	CaO	Cr_2O_3	Fe ₂ O ₃	K₂O	MgO	MnO	Na₂O	$P_{2}O_{5}$	SO3	SiO ₂	TiO ₂	LOI(950	Total
MgCO ₃ grado reactivo	0.00	0.36	0.03	0.02	0.00	42.08	0.00	0.01	0.00	0.00	0.11	0.01	56.65	99.27
MgCO ₃ grado industrial	1.31	10.56	80.0	1.00	0.04	31.20	0.03	0.00	0.00	1.20	11.64	0.06	41.66	98.78
MgCO ₃ grado reactivo 650°C	0.00	0.86	0.07	0.06	0.01	92.84	0.01	0.05	0.00	0.00	0.33	0.02	6.25	100.50
MgCO ₃ grado industrial 650° C	2.34	11.77	0.13	1.79	0.07	58.16	0.05	0.07	0.00	2.27	20.19	0.12	2.77	99.73
MgCO ₃ grado reactivo 900° C	0.00	0.50	0.04	0.03	0.00	59.47	0.01	0.01	0.00	0.00	0.11	0.01	38.74	98.92
MgCO₃ grado industrial 900°C	2.41	11.98	0.14	1.82	0.08	58.85	0.05	0.08	0.00	2.17	20.98	0.13	1.13	99.82

4.1. Análisis de resultados

Tabla XII. Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 150 °C de calcinación

	150 °C							
Reactivo	Industrial							
0.02	0.01							
0.03	0.01							
0.03	0.02							

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII.Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio gradoreactivo e industrial para 150 °C de temperatura de calcinación

Análisis de va fact	rianza de un or				_	
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
				3,33E-		
Reactivo	3	0,08	0,026666667	05		
				3,33E-		
Industrial	3	0,04	0,013333333	05		
ANÁLISIS DE	VARIANZA					
Origen de las	Suma de	G.	Media de los			F
variaciones	cuadrados	Libertad	cuadrados	F	Р	crítico
Entre grupos	0,000266667	1	0,000266667	8	0,0474	7,7086
Dentro de los						
grupos	0,000133333	4	3,33333E-05			
Total	0,0004	5				

Figura 30. Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 150 °C



Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa, por lo que se tiene evidencia estadística para afirmar que existe diferencia significativa entre la variación de masa, para una muestra de 0,5 g de carbonato de magnesio grado reactivo y grado industrial, con una temperatura de calcinación de 150 °C.

Tabla XIV. Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 300 °C de calcinación

300 °C							
Reactivo	Industrial						
0,22	0,03						
0,22	0,03						
0,26	0,02						



Tabla XV.Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio gradoreactivo e industrial para 300 °C de temperatura de calcinación

Análisis de un fa	varianza de actor					
RESUMEN					-	
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Reactivo	3	0,7	0,233333333	0,000533		
Industrial	3	0,08	0,026666667	3,33E-05		
ANÁLISIS D	E VARIANZA					
Origen de	•	-				_
las	Suma de	<i>G.</i>	Media de los	_	_	F
variaciones	cuadrados	Libertad	cuadrados	F	Р	crítico
Entre grupos Dentro de	0,064066667	1	0,064066667	226,117	0,0001	7,70865
los grupos	0,001133333	4	0,000283333			
Total	0,0652	5				

Figura 31. Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 300 °C



Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa, por lo que se tiene evidencia estadística para afirmar que existe diferencia significativa entre la variación de masa, para una muestra de 0,5 g de carbonato de magnesio grado reactivo y grado industrial, con una temperatura de calcinación de 300 °C.

Tabla XVI. Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 450 °C de calcinación

450 °C				
Reactivo	Industrial			
0,25	0,19			
0,26	0,17			
0,29	0,17			



Tabla XVII.Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio gradoreactivo e industrial para 450 °C de temperatura de calcinación

Análisis de un	e varianza de factor					
RES	UMEN				_	
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Reactivo	3	0,8	0,266666667	0,00043		
Industrial	3	0,53	0,176666667	0,00013		
ANÁLISIS E	DE VARIANZA					
Origen de						
las	Suma de	G.	media de los			F
variaciones	cuadrados	Libertad	cuadrados	F	Р	crítico
Entre						
grupos	0,01215	1	0,01215	42,8824	0,0028	7,708
Dentro de						
los grupos	0,001133333	4	0,000283333			
Total	0,013283333	5				

Figura 32. Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 450 °C





Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa, por lo que se tiene evidencia estadística para afirmar que existe diferencia significativa entre la variación de masa, para una muestra de 0,5 g de carbonato de magnesio grado reactivo y grado industrial, con una temperatura de calcinación de 450 °C.

Tabla XVIII. Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 650 °C de calcinación

650 °C			
Reactivo	Industrial		
0,3	0,21		
0,28	0,20		
0,3	0,21		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX.Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio gradoreactivo e industrial para 650 °C de temperatura de calcinación

Análisis de un f	e varianza de factor					
RES	UMEN					
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Reactivo	3	0,88	0,293333333	0,000133		
Industrial	3	0,62	0,206666667	3,33E-05		
ANÁL	ANÁLISIS DE					-
VAR	IANZA					
Origen de						
las	Suma de	G.	media de los			F
variaciones	cuadrados	Libertad	cuadrados	F	Р	crítico
Entre						
grupos	0,011266667	1	0,011266667	135, 2	0,00031	7,7086
Dentro de						
los grupos	0,000333333	4	8,33333E-05			
Total	0,0116	5				

Figura 33. Gráfica de la distribución de Fisher para la aceptación o rechazo de la hipótesis nula. Temperatura de calcinación de 650 °C



Fuente: elaboración propia.

Conclusión: con un nivel de significancia de 0,05 se rechaza la hipótesis nula y se acepta la hipótesis alternativa, por lo que se tiene evidencia estadística para afirmar que existe diferencia significativa entre la variación de masa, para una muestra de 0,5 g de carbonato de magnesio grado reactivo y grado industrial, con una temperatura de calcinación de 650 °C.

Tabla XX. Variación de la masa para 0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio para dos diferentes grados de pureza, a 900 °C de calcinación

900 °C				
Reactivo	Industrial			
0,29	0,23			
0,28	0,22			
0,28	0,22			



Tabla XXI.Análisis de varianza de un factor para la variación de masa de
0,5 g de muestra calcinada de carbonato de magnesio grado
reactivo e industrial para 900 °C de temperatura de calcinación

Análisis de un f	e varianza de factor					
RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Reactivo	3	0,85	0,283333333	3,3E-05		
Industrial	3	0,67	0,223333333	3,3E-05		
ANÁL VAR	ISIS DE IANZA					
Origen de					-	
las	Suma de		media de los			F
variaciones	cuadrados	G.Libertad	cuadrados	F	Р	crítico
Entre grupos Dentro de	0.0054	1	0.0054	162	0,0002	7,7086
los grupos	0,000133333	4	3,33333E-05			
Total	0,005533333	5				

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

El estudio termogravimétrico realizado en el trabajo de graduación sobre el carbonato de magnesio grado reactivo e industrial se efectuó tomando en consideración ciertas directrices de los antecedentes. Se enfocó en los trabajos de tesis sobre el tema, efectuados con anterioridad en la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

A partir de estos se estableció que el estudio se desarrollaría para cinco temperaturas de calcinación entre un rango de 150 °C a 900 °C, con un tiempo de calcinación para cada muestra de una hora en cada temperatura establecida, sin tomar en cuenta el tiempo que se tomó en alcanzar dicha temperatura. Se utilizaron crisoles de porcelana de 10 mL como instrumentos para la calcinación y se aseguró la apertura periódica de la mufla para la liberación de CO₂ de la atmosfera interna de la mufla. Se realizaron tres repeticiones para cada muestra a cada temperatura de calcinación.

La medición de la densidad se basó en la norma ASTM C 188-95, a través de un balón de Le chatelier construido a partir de un balón aforado de 25 mL y una probeta con precisión de ±0.05 mL. El fluido que se utilizó para le medición indirecta de la densidad fue el queroseno pues el carbonato de magnesio no se disuelve en él, lo que facilita la visualización del desplazamiento de volumen.

Para la medición de la densidad fue necesario modificar el método estándar ASTM C 188-95 de tal manera que primero se introdujo la muestra dentro del balón y luego se agregó una cantidad definida de volumen de queroseno para posteriormente observar el desplazamiento de volumen y así medir

indirectamente la densidad. La diferencia con el método estándar ASTM 188-95 y lo realizado radica en que según el método primero se debe agregar el queroseno y por último, adicionar la muestra, pero debido a lo angosto de su boquilla de la boquilla del balón de Le Chatelier el sólido quedaba adherido a las paredes del balón y se perdía muestra que desplace el queroseno. Esto generó una medición inexacta de la densidad de las muestras.

La medición de las coordenadas L*a*b de la escala CIELAB se efectuó, para cuatro muestras: carbonato de magnesio grado reactivo, grado industrial, industrial a temperatura de calcinación 650 °C e industrial a temperatura de calcinación de 900 °C. Se midieron únicamente las coordenadas de color de cuatro muestras debido a que este análisis se hizo con el apoyo de Cementos Progreso, pues la empresa contaba con el equipo necesario para el cálculo de las coordenadas. En virtud del costo económico, se acordó que se redujera la cantidad de muestras para analizar, dado que el fin del análisis era comprobar si existe diferencia en el color de las muestras debido al grado de pureza del carbonato de magnesio en las mismas.

El ensayo comparativo de color bajo la escala CIELAB consistió en colocar las muestras para analizar en un fondo blanco, donde después de calibrar el equipo con las coordenadas del fondo, se coloca la muestra en el fondo para medir con el lector las coordenadas, el cual en su pantalla despliega las coordenadas L*a*b de la muestra.

En el análisis termogravimétrico la influencia de las propiedades, constituyentes y preparativos de las muestras analizadas es mucho mayor que en otras técnicas de análisis de minerales, puesto que la calcinación se ve directamente afectada por las mismas, por lo que fue necesario tomar en cuenta

diversos factores, al momento de analizar los termogramas obtenidos de los dos tipos de carbonato de magnesio, entre ellos:

Las condiciones experimentales involucran la velocidad de calcinación del carbonato de magnesio, la atmosfera interna del horno, la cantidad de peso inicial de las muestras, la medición exacta y puntual del cambio de peso de las muestras, el tiempo de calcinación a la temperatura establecida, y la humedad contenida en las mismas. También incluye las propiedades del carbonato de magnesio que afectan a su calcinación, como la estructura cristalina, la densidad y su pureza o concentración en las muestras analizadas.

Debido a la influencia que tiene la forma de preparar las muestras en los resultados, la tecnología del equipo en el que se trabaja y la forma de manipular las muestras. Tomando en cuenta la robustez, límites de detección, sensibilidad, precisión y exactitud del método realizado en la mufla y para visualizar con mayor certeza si existía diferencia significativa en lo termogramas de carbonato de magnesio grado reactivo y grado industrial, se realizó un análisis termogravimétrico paralelo al efectuado con la mufla. Se diferenció del anterior en que este se efectuó con equipo de punta y específico para un análisis termogravimétrico. El equipo con el que se realizó el estudio es el equipo con el cual trabajan las termogravimetrias en el centro de investigaciones de Cementos Progreso.

Este equipo cuenta con lector de peso incluido, atmosfera inerte de nitrógeno, velocidad de calcinación programable y software que realiza los termogramas a medida que obtiene las lecturas del equipo.

Una vez calcinadas las muestras, y para verificar la composición, nivel de pureza y estructura cristalina de las mismas, se realizaron los análisis de

difracción de rayos X y fluorescencia de rayos X a seis muestras, establecidas según los termogramas obtenidos. Con esta información se constataron los elementos presentes en de cada muestra, se cuantificaron y se describió detalladamente el avance de la reacción en cuanto al paso de reactivos a productos a medida que la descomposición térmica se fue dando a través de la calcinación.

Termogramas en función de la masa perdida

En la sección de resultados se muestra el comportamiento del peso residual o masa pérdida en función de la temperatura de calcinación, los termogramas se agruparon en esta sección de tal manera que se visualizan los termogramas del carbonato de magnesio grado reactivo en primer lugar y en segundo lugar los del carbonato de magnesio grado industrial.

Para cada tipo de carbonato de magnesio primero se muestra el termograma obtenido con el equipo especializado para el análisis termogravimétrico de Cementos Progreso, esto para visualizar con detalle el comportamiento del carbonato de magnesio en la calcinación, así como sus respectivas etapas.

En los termogramas para la calcinación del carbonato de magnesio se pueden ver las etapas de pérdida de humedad, el desprendimiento de dióxido de carbono de las muestras y el cambio de la estructura cristalina de las moléculas que conforman las muestras para su transformación en productos. 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 son marcados por el equipo en el termograma con las temperaturas exactas de medición, facilitando así su interpretación a posteriori y marcando una guía de
comparación para los termogramas realizados con la mufla como equipo de calcinación.

Posteriormente, se muestran los termogramas realizados con la mufla, además del promedio de cada repetición. Luego, se presenta la comparación de los termogramas grado reactivo e industrial en una sola gráfica. Es necesario mencionar que cada termograma realizado con la mufla, presenta una línea horizontal constante la cual representa el peso teórico a la que la muestra de 0,5 g llegaría si toda la muestra estuviera constituida por carbonato de magnesio y toda la muestra se convirtiera en óxido de magnesio.

Para el termograma de la muestra grado reactivo se obtuvo que la descomposición térmica se da en una región que va de 350 °C hasta 510 °C con los puntos de inflexión en 425 °C y en 509,5 °C por lo que las temperaturas que van más allá de 509,5 °C forman en la gráfica una asíntota. Esto indica que ya no se genera pérdida de masa por lo que todo el carbonato de magnesio se ha convertido en óxido de magnesio. Muestra, así que la calcinación que va desde la temperatura ambiente hasta los 350 °C solo provoca la pérdida de agua de adsorbida y de constitución en el sólido, pues en el termograma estas regiones de temperatura no muestran un cambio abrupto en la pérdida de masa, por lo que se estima que los pequeños cambios de masa se deben principalmente al secado de la muestra y no a un cambio estructural y molecular.

El termograma obtenido a partir de la experimentación con la mufla para el carbonato de magnesio grado reactivo promedio muestra que, en las primeras tres temperaturas de calcinación, las cuales van desde los 25 °C hasta los 300 °C, se observa una pérdida de masa de casi el 50 %, mientras que en las posteriores temperaturas que van desde los 450 °C hasta los 900 °C la pérdida de masa es pequeña. Esto genera que las etapas de calcinación sean un tanto

más difíciles de detectar, sin embargo, analizando la gráfica, para las primeras tres temperaturas de calcinación se pierde gran cantidad de masa, indicando que en este análisis termogravimétrico suceden simultáneamente la pérdida de agua absorbida y de constitución con el cambio estructural y pérdida de dióxido de carbono. Esto se debe a la gran cantidad de muestra que se usó y que no se homogeniza dentro del crisol, y que la cámara de calcinación de la mufla al ser grande la calcinación no es homogénea para todas las partes del crisol.

Posteriormente, se observa que la pérdida de masa es menor en las últimas tres temperaturas de calcinación lo que indica que el agua en la muestra ha desaparecido y solo se da el cambio estructural del carbonato de magnesio a óxido de magnesio. Cabe mencionar que la curva desciende por debajo del peso teórico del óxido obtenido para una muestra de 0,5 gramos con 100 % de pureza, lo que indica que la muestra no era cien por ciento pura sino contenía trazas de elementos que al calcinarse desaparecieron del peso medido.

El análisis termogravimétrico realizado en Cementos Progreso reveló que el carbonato de magnesio grado industrial que se utilizó en el análisis, al ser calcinado presenta tres etapas, la primera se exhibe en un rango de temperatura de 100 °C a 350 °C es una etapa de secado donde se remueve el agua por constitución de la muestra y resulta en apenas un 2,57 % de pérdida de masa. Lo anterior indica que la muestra no contenía gran cantidad de humedad. La segunda etapa se presentó en un rango de temperatura de 620 °C a 650 °C debido al comportamiento de la gráfica en esta etapa representa la descarbonatación de la mayor parte del carbonato de magnesio en la muestra; es decir, la pérdida de dióxido de carbono de la muestra debido a su reacomodo estructural. En esta etapa se presentó un 30,83 % de pérdida de masa (la mayor pérdida). Esto refleja que la mayor parte del carbonato de magnesio que contenía la muestra desapareció por calcinación durante este rango de temperaturas. La

última etapa se dio en un rango de temperatura entre 750 °C y 900 °C la cual representa la descarbonatación del carbonato de magnesio que coexistía con el óxido de magnesio. En esta etapa el porcentaje de pérdida de masa fue de 7,66 %, mucho menor al de la segunda, reflejando la pequeña cantidad de compuestos que fueron descarbonatados después de la segunda etapa.

La gráfica obtenida a partir de la experimentación para el carbonato de magnesio grado industrial, proporciona dos regiones según sus rangos de temperatura. La primera región va desde 25 °C a 300 °C en la cual la pérdida de masa es de 0,03 g debido a la poca cantidad de peso que se pierde y coincidiendo con el termograma obtenido con el equipo de análisis termogravimétrico, se manifiesta que esta región pertenece a la etapa de secado o pérdida de humedad por parte de la muestra. Esto refleja que la cantidad de agua contenida en la muestra sin calcinar era escasa, coincide una vez más con el termograma obtenido del análisis termogravimétrico.

En la segunda región de la gráfica la cual va de 450 °C a 900 °C existe un cambio considerable de masa respecto a la primera región lo que corresponde a una etapa de descarbonatación del carbonato de magnesio grado industrial y un reacomodo en la estructura cristalina de los componentes de la muestra debido a la descomposición térmica. Cabe mencionar que la curva del carbonato de magnesio grado industrial en su punto final; es decir a 900 °C, temperatura a la cual la muestra debía haber reaccionado por completo en óxido de magnesio, se encuentra por arriba del peso teórico de óxido de magnesio que tendría una muestra calcinada cien por ciento pura, indicando así la impureza de la muestra utilizada para el análisis termogravimétrico.

Al comparar los termogramas para el carbonato de magnesio grado reactivo e industrial obtenidos en la experimentación con los obtenidos mediante análisis

termogravimétrico en Cementos Progreso, se pudo constatar que las gráficas obtenidas a través del equipo de análisis termogravimétrico muestran más detalle de las etapas de calcinación, además de diferencias en sus temperaturas, pues las variables de proceso están bajo mayor control, ya que la medición de la pérdida de masa se hace para cada temperatura que se calcina y al instante, con mayor precisión y exactitud, además de que la cantidad de muestra que se utilizó fue menor contenida en crisoles de alúmina y no porcelana. La velocidad de calcinación fue constante y la atmosfera interna del equipo no influyó en la medición de la masa, pues el dióxido de carbono no quedaba atrapado interfiriendo en el peso de la muestra.

Según The Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice¹¹, la descomposición térmica de la magnesita ocurre en un intervalo de temperaturas de 620 °C-650 °C para un grado de pureza de 95 % y una velocidad de calcinación de 10 °C/min, con un porcentaje de pérdida de masa del 49,2 %. Tomando esto como referencia y comparando con los termogramas obtenidos en la investigación se puede señalar que la muestra para el carbonato de magnesio grado industrial fue la que tuvo un comportamiento más parecido al esperado según la bibliografía, ya que el intervalo de temperaturas coincidió con el descrito anteriormente. Mientras que el termograma obtenido para el carbonato de magnesio grado reactivo se parece más al comportamiento esperado para la brucita, pues una vez más según la bibliografía anterior descomposición térmica de la brucita Mg(OH)₂ en óxido de magnesio y agua ocurre entre un intervalo de temperaturas de 350 °C-450 °C para un grado de pureza de 95 % y una velocidad de calcinación de 17 °C/min y con un porcentaje de pérdida de masa del 6.8 %.

¹¹ FÖLDVÁRI, Mária. The Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice. p.170-250

Al comparar los dos termogramas obtenidos a través de la calcinación en la mufla, se puede observar la diferencia del comportamiento de la pérdida de masa para una misma cantidad de muestra, ya que la pérdida de masa para las mismas temperaturas únicamente se iguala para la temperatura de 150 °C de calcinación. Esto indica que la pureza de la muestra afecta su calcinación y su curva termo gravimétrica, en cuanto a la pérdida de peso en función de la temperatura de calcinación. La diferencia de ambas curvas se puede respaldar 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 estudiada, por lo que se concluye que la pureza de la muestra afecta significativamente el comportamiento de los termogramas para carbonato de magnesio en un análisis termogravimétrico.

Densidad en función de la temperatura de calcinación

El comportamiento de la densidad del carbonato de magnesio en función de la temperatura de descomposición térmica manifestó una tendencia de incremento conforme la muestra se calcinaba. En la gráfica se muestran dos límites para una mejor lectura del termograma, el inferior pertenece a la densidad del carbonato de magnesio 100 % puro y el superior a la densidad del óxido de magnesio 100 % puro. Los termogramas para el carbonato de magnesio de ambos tiempos de pureza mostraron que, al calcinar las muestras, efectivamente, se parte de una densidad cercana al carbonato de magnesio independientemente de su pureza hasta llegar a una densidad cercana al óxido de magnesio, mientras que en el intermedio la densidad va aumentando y cambiado debido al reacomodo estructural y molecular que sufre la muestra a medida que se calcina.

La diferencia del comportamiento de la densidad de los dos tipos de carbonato de magnesio en función de la temperatura de descomposición térmica se puede visualizar en la gráfica comparativa donde las dos curvas se encuentran en una sola gráfica. A partir de esta gráfica se puede constatar que el nivel de pureza de la muestra afecta el comportamiento de la densidad a medida que el carbonato de magnesio se calcina, pues la curva para el carbonato de magnesio grado reactivo se mantiene por debajo de la curva de carbonato de magnesio grado industrial, además presenta mayor suavidad. 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 del óxido de magnesio.

Composición de las muestras analizadas

Una vez determinadas las diferencias que existen en los termogramas obtenidos para el carbonato de magnesio grado industrial y para el de grado reactivo y establecer que sí existe diferencia significativa en la realización de un análisis termogravimétrico para el grado de pureza del carbonato de magnesio, fue necesario estipular a partir de los análisis de difracción de rayos X y fluorescencia de rayos X los componentes presentes en las muestras trabajadas, para verificar el contenido exacto de carbonato de magnesio y óxido de magnesio, tanto en las muestras sin calcinar como las muestras calcinadas. Además de poder verificar el cambio de la estructura cristalina de las muestras debido a la descomposición térmica.

El carbonato de magnesio grado reactivo sin calcinar presentó una pureza del 100 % de hidromagnesita con un sistema estructural ortorrómbico parecido al del carbonato de magnesio (hexagonal ortorrómbico). Esto indica que las muestras analizadas para el carbonato de magnesio grado reactivo contenían inicialmente agua de constitución y humedad.

Por el contrario, el carbonato de magnesio grado industrial sin calcinar presentó una pureza del 71,80 % con un sistema cristalino hexagonal, con las siguientes impurezas: dolomita, calcita, yeso, cuarzo zeolita y paligorskita. Todas las impurezas presentaban sistemas cristalinos hexagonales a excepción del yeso y la paligorskita con sistemas monoclínicos.

Para el carbonato de magnesio grado reactivo a una temperatura de calcinación de 650 °C se obtuvo que la muestra estaba compuesta exclusivamente de óxido de magnesio con un grado de pureza del 100 % y con un sistema cristalino cúbico, por lo que se verifica que a los 650 °C de calcinación la muestra se ha transformado completamente en óxido de magnesio y por ende ya no es necesario seguir calcinando. Por otro lado, para el carbonato de magnesio grado industrial a una temperatura de calcinación de 650 °C la pureza del óxido de magnesio es del 86,3 % con un sistema cristalino cúbico, con impurezas de óxido de calcio, anhidrita, cuarzo y portlandita.

El carbonato de magnesio grado reactivo a una temperatura de calcinación de 900 °C contiene 100 % de pureza de óxido de magnesio con un sistema cristalino cúbico, al igual que a una temperatura de 650 °C de calcinación por lo que se concluye que luego de los 650 °C la muestra solo se calienta y deja de haber descomposición térmica. Para el carbonato de magnesio grado industrial a una temperatura de calcinación de 900 °C la muestra contenía un 85,5 % de concentración de óxido de magnesio, con un sistema cristalino cúbico, además de pequeñas concentraciones (menos del 5 %) de óxido de calcio, anhidrita, cuarzo y dolomita. Igual que el carbonato de magnesio grado reactivo, a una temperatura de 900 °C de calcinación la composición no difiere en gran medida de la composición de la muestra a 650 °C de calcinación.

Teoría de color

Al comparar el color a simple vista del carbonato de magnesio grado reactivo y el carbonato de magnesio grado industrial se puede observar la diferencia en color, debido a la diferencia de pureza en carbonato de magnesio de ambos. Pero para verificar la diferencia se midieron las coordenadas de color L*A*B de la escala CIELAB.

En primera instancia la diferencia para ambas muestras es la brillantez y el amarillo en las mismas pues para el grado reactivo se tiene una coordenada L* de 99,94 y para el grado industrial de 89,93 indicando que el grado reactivo es más blanco que el segundo pues se acerca más a cien, en contra posición con el amarillo el grado reactivo posee una coordenada b* de 2,16 y el grado industrial de 5,19 por lo que el grado reactivo se acerca más al gris por estar más cercano al 0 y el industrial al amarillo por ser más positivo. En cuanto a la comparación de la coordenada *a los dos presentan coordenadas muy cercanas al cero, para el grado reactivo se obtuvo -0,31 y para el grado industrial 0,36 lo que indica que las dos muestras se acercan al gris una por la región del color verde(reactivo) y otra por la región del color rojo (industrial). En virtud de lo anterior, se puede concluir que la pureza del carbonato de magnesio se ve reflejada en su color o apariencia, lo cual se pudo verificar a través de las coordenadas de color.

También se obtuvieron las coordenadas de color para el carbonato de magnesio grado industrial a las temperaturas de calcinación de 650 °C y 900 °C, para comprobar si el color se ve afectado además de la pureza por el calentamiento sin descomposición térmica, pues como se observó en los resultados a partir de los 650 °C no hay más alteración estructural en las muestras de carbonato de magnesio grado industrial.

Para el carbonato de magnesio grado industrial a 650 °C se tiene que la coordenada L* es de 84,27 y para 900 °C 87,11, mientras que sin calcinar se tiene una coordenada de 89,93 lo que significa que, cuando se alcanza la temperatura de descarbonatación y reacomodo estructural, el color desciende un poco a la región de los grises para luego ascender a un intermedio entre el blanco inicial y la temperatura de 650 °C. En el caso de la coordenada a* para una temperatura de 650 °C se tiene 3,67 y para los 900 °C 1,94, lo que indica nuevamente que al momento de descarbonatación y re acomodo estructural se acerca más al rojo para luego descender por poco y estancarse en la región de los rojos. Para la coordenada b* a una temperatura de 650 °C se tiene 12,38 y para 900 °C 11,85 por lo que una vez más se observa el aumento para una subsecuente disminución y estancamiento, en este caso en la región del amarillo, lo cual se explica debido a la finalización de la descarbonatación y cambio estructural de la muestra.

CONCLUSIONES

- El comportamiento de la pérdida de peso del carbonato de magnesio grado reactivo e industrial decrece conforme se calcina la muestra desde 0,5 g hasta llegar a un peso constante de 0,22 g y 0,28 g respectivamente, generando regiones o etapas durante el decrecimiento del peso las cuales representan la pérdida de agua de constitución, de superficie, la descarbonatación de la muestra y el reacomodo estructural cristalino.
- 2. La variación de la densidad del carbonato de magnesio grado reactivo e industrial durante su descomposición térmica aumentó desde 2,55 g/ml y 2,25 g/ml respectivamente, hasta 3,6 g/ml para el grado reactivo y 4 g/ml para el grado industrial debido a la reorganización de la estructura cristalina de los átomos que pasan de una estructura hexagonal del carbonato de magnesio a una cubica del óxido de magnesio.
- 3. Se presenta variación entre la tendencia de los termogramas del carbonato de magnesio grado reactivo e industrial, por lo que existe diferencia significativa entre los mismos, ya que las regiones de las curvas no se parecen, ni el comportamiento de la pérdida de peso, por lo que la composición y pureza del carbonato de magnesio influye, en gran medida, en el análisis termogravimétrico para este compuesto en específico.

- 4. La concentración del carbonato de magnesio afecta el color de las muestras, pues las coordenadas de color difieren entre el carbonato de magnesio grado reactivo e industrial, aunque ambas muestras se mantienen prácticamente en regiones similares o cercanas de color, si existe diferencia entre la luminosidad, brillantez, e intensidad de amarillo.
- 5. Las coordenadas de color también se ven afectadas por el calentamiento, esto se evidencia en el cambio de las coordenadas de color del carbonato de magnesio grado industrial a las temperaturas de calcinación de 650 °C y 900 °C, temperatura a la cual ya no existe descarbonatación ni cambio estructural en el carbonato de magnesio, únicamente transferencia de calor.
- 6. Según el análisis de varianza de un factor, para un nivel de confianza del 95 % existe diferencia significativa entre la pérdida de masa para el carbonato de magnesio grado reactivo e industrial, lo que significa que existe diferencia significativa entre los termogramas de los mismos.

RECOMENDACIONES

- Realizar el análisis termogravimétrico con equipo específico para el mismo, o que involucre la calcinación y medida del peso simultáneamente, el realizarlo por pasos y no in situ reduce la exactitud y precisión del análisis.
- 2. Eliminar previamente la humedad obtenida por el ambiente de las muestras, para facilitar la calcinación de las mismas.
- Medir la densidad de las muestras con algún otro método alternativo, el cual sea más práctico y rápido para el analista. Sin comprometer la precisión y exactitud del método.
- Realizar un análisis termogravimétrico para varias concentraciones de carbonato de magnesio con el objetivo de visualizar en que concentraciones de pureza se empieza a dar el cambio en los termogramas.
- 5. Utilizar reactivos provenientes de una misma fuente o casa comercial con diferentes grados de pureza, para no tener variabilidad en los resultados.

BIBLIOGRAFÍA

- 1. CORNELIS, Klein. CORNELIUS, Hurlbut. Manual de mineralogía, volumen 2. [en línea]. <https://books.google.com.gt/books?id=ol2xn_6jgn0C&pg=PA448 &lpg=PA448&dq=grupo++de+calcita&source=bl&ots=N65p6f1-Dd&sig=kHrJIvJ4G7gQG7iuFmXDtnhXlk&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwij66 OHhlfMAhWBth4KHUcUB0IQ6AEINTAE#v=onepage&q=grupo%2 0%20de%20calcita&f=false>. Consulta: febrero 2016.
- 2. CORTIZAR, Juan. *Magnesita*. [en línea]. <http://www.igme.es/PanoramaMinero/Historico/1996/MAGNESIT. pdf.>. Consulta: abril 2016.
- FÖLDVÁRI, Mária. Geological Institute of Hungary. Volume 213. Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice. Hungría: Geological Institute of Hungary, 2011. 180 p.
- 4. GARCÉS, Ingrid. Ficha Magnesita. [en línea]. http://www.uantof.cl/salares/fichas/magnesita.pdf. Consulta: abril 2016.

- LAINFIESTA, Roberto. Análisis mediante termogravimetría (640mm hg) de dos caolines, para la obtención de metacaolín por activación térmica. Trabajo de graduación de Ing. Química. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería. 2010. 173 p.
- MORCILLO, Juan. Rocas Ígneas. [en línea]<http://pendientedemigracion.ucm.es/info/diciex/programas/in dex.html>. Consulta: febrero 2016.
- OCHAETA, Karen. Análisis de las curvas termogravimetricas (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 de Ing. Química. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería. 2004. 94 p.
- RÁBANO, Isabel. GARCÍA, Cristóbal. Patrimonio geológico y minero y desarrollo general. [en línea].
 <https://books.google.com.gt/books?id=S-DVc-
 9CKBgC&pg=PA268&lpg=PA268&dq=estructura+cristalina+de+la
 +magnesita&source=bl&ots=lp6rOX0YST&sig=51Jbaj8XJieltJHy4
 BP0qicTAOs&hl=es&sa=X&ved=0ahUKEwia6_jenojMAhWCkx4K
 HeIACkEQ6AEIRjAH#v=onepage&q=estructura%20cristalina%20d
 e%20la%20magnesita&f=false.>. Consulta: febrero 2016.

- 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). Trabajo de graduación Ing. Química. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2005. 82 p.
- SEGURA, Pedro. Óxido de magnesio. [en línea].
 http://www.ecured.cu/%C3%93xido_de_magnesio. Consulta: febrero 2016.
- WILLARD, Hobart. Instrumental methods of analysis. Estados Unidos: Wodsworth Publishing Company. 1990. 786 p.

APÉNDICES

Carrera	Campos	Årea	Curso	Tema específico	Temática a resolver
Carrora	conocimiento		Química 4	Estado Solido	Estructura Cristalina
			Análisis Cualitativo Análisis Cuantitativo	Interpretación de gráficas analíticas. Gravimetría	Interpretación de termogramas. Utilización de peso para determinar
				Medición de densidad absoluta	Ensayo de Le Chatelier
		Área de especialización	Procesos Químicos Industriales	Calcinación	Proceso de calcinación de materiales rocosos en la industria.
ería Química	a y Tecnología	Área de fisicoquímica	Cinética de los procesos químicos.	Velocidad de reacción	Proporcionar razonamiento de la velocidad de descomposición térmica.
Ingeni	ngenieri		Geología	Tipos de Minerales	Propiedades origen y tipo de mineral de la Magnesita
	-	sicas y Is	Estadística 1	Estadística descriptiva	Proporcionar elementos para análisis de datos
		cias bás nentaria	Estadística 2	Teoría del muestreo	distribuciones muéstrales de una población
		de cien omplen		Prueba de hipótesis	Probar variación entre dos métodos en una misma población
			Programación de computadoras 1	Uso general de Microsoft office.	Tabulación y procesamiento de los datos obtenidos.

Apéndice 1. Tabla de requisitos académicos



Apéndice 2. Diagrama de Ishikawa y árbol de problemas

Apéndice 3. Muestra de cálculo

 Pérdida de peso Datos:
 Peso muestra [g].
 Peso del crisol vacío [g].
 Peso calcinación [g].

> Cambio de masa = Peso crisol vacío + muestra - Peso calcinación Variación de masa = Muestra - Cambio

Ejemplo:

Se va a calcinar 0,5 g de Carbonato de Magnesio en una mufla, con crisoles de porcelana, encontrar la variación de masa para una temperatura de calcinación de 150 °C. Con los siguientes datos:

Peso del crisol vacío: 13,05 g. Peso muestra calcinada: 13,25 g.

> Cambio de masa = 13,05 + 0,5 - 13,25 = 0,3gVariación de masa = 0,5g - 0,3g = 0,2g

Densidad método ASTM C188-95

Datos: Muestra [g]. Volumen Inicial [mL]. Volumen desplazado [mL]. Continuación apéndice 3.

 $Densidad = \frac{Muestra}{Volumen desplazado - volumen incial}$

Ejemplo:

Se desea medir la densidad del carbonato de magnesio en estado sólido, para ello se utilizará el método ASTM C 188-95, a través de un balón de Le Chatelier y queroseno como fluido inmiscible. Calcular la densidad del carbonato de magnesio con los siguientes datos:

Muestra: 0,9 g. Volumen inicial: 25 mL. Volumen desplazado: 25,3 mL.

$$Densidad = \frac{0.9 \ g}{25.3 \ ml - 25. \ ml} = 3 \ g/ml$$

 Composición porcentual del óxido de magnesio en el carbonato de magnesio

Datos

Peso molecular del compuesto [g/mol].

Peso molecular del elemento [g/mol].

N: número de moles del elemento contenidos en un mol del compuesto.

 $Porcentaje ~~\%: \frac{N*Peso molecular del elemento}{Peso molecular del compuesto}*100$

Continuación apéndice 3.

Ejemplo

Se desea conocer cuánto óxido de magnesio se puede obtener a través de la calcinación de 0,5 g de una muestra de carbonato de magnesio, asumiendo que todo el carbonato de magnesio de la muestra se transforma en óxido de magnesio y que la muestra contiene 100 % de pureza.

Peso molecular carbonato de magnesio: 84,31 g/mol. Peso molecular óxido de magnesio: 40,3 g/mol. N=1.

Porcentaje MgO =
$$\frac{1 * 40,3}{84,31} * 100 = 47,78 \%$$

$$MgO = 0.5g * 47.78\% = 0.2389 g MgCO_3$$

	Temperatura 150 °C				
No. Crisol	P Crisol vacío	P crisol + muestra	Peso calcinación	Cambio	Promedio
	Reactivo				
1	13,06	13,57	13,55	0,02	0.027
2	11,62	12,14	12,11	0,03	
3	11,12	11,61	11,58	0,03	
Industrial					
4	12,72	13,25	13,24	0,01	0,013
5	12,13	12,64	12,63	0,01	
6	12,53	13,05	13,03	0,02	

Apéndice 4. Peso residual temperatura 150 °C

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. Peso residual temperatura 300 °C

	Temperatura 300 °C				
No. Crisol	P Crisol vacío	P crisol + muestra	Peso calcinación	Cambio	Promedio
	Reactivo				
1	13,06	13,55	13,33	0,22	0,233
2	11,64	12,16	11,94	0,22	
3	11,12	11,63	11,37	0,26	
Industrial					
4	12,34	12,85	12,82	0,03	0,027
5	12,13	12,65	12,62	0,03	
6	12,34	12,84	12,82	0,02	

	Temperatura 450 °C				
No. Crisol	P Crisol vacío	P crisol + muestra	Peso calcinación	Cambio	Promedio
		Reac	tivo		
1	13,06	13,54	13,29	0,25	0,267
2	12,65	13,16	12,9	0,26	
3	11,11	11,6	11,35	0,29	
	Industrial				
4	12,13	12,64	12,45	0,19	0,177
5	12,54	13,05	12,88	0,17	
6	12,72	13,24	13,07	0,17	

Apéndice 6. Peso residual temperatura 450 °C

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 7. Peso residual temperatura 650 °C

	Temperatura 650 °C				
No.	P Crisol	P crisol +	Peso	Cambio	Promedio
Crisol	vacío	muestra	calcinación		
		Reac	tivo		
1	11,12	11,63	11,33	0,3	0,293
2	12,64	13,16	12,88	0,28	
3	13,29	13,79	13,49	0,3	
Industrial					
4	12,33	12,84	12,63	0,21	0,207
5	12,12	12,63	12,43	0,2	
6	12,54	13,06	12,85	0,21	

Temperatura 900 °C					
No. Crisol	P Crisol	P crisol +	Peso calcinación	Cambio	Promedio
011301	Reactivo				
1	13,06	13,55	13,26	0,29	0,283
2	11,63	12,15	11,87	0,28	
3	11,12	11,6	11,32	0,28	
Industrial					
4	12,13	12,64	12,41	0,23	0,223
5	12,54	13,05	12,83	0,22	
6	12,71	13,24	13,02	0,22	

Apéndice 8. Peso residual temperatura 900 °C

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 9. Datos termograma grado reactivo, repetición número. 1

Reactivo				
Repetición No.1				
T [°C] Masa[g]				
25	0,50			
150	0,48			
300	0,28			
450	0,25			
650	0,2			
900	0,21			

Reactivo					
Rep	Repetición No.2				
T[°C] Masa[g]					
25	0,50				
150	0,47				
300	0,28				
450	0,24				
650	0,22				
900	0,22				

Apéndice 10. Datos termograma grado reactivo, repetición número. 2

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 11. Datos termograma grado reactivo, repetición número. 3

Reactivo				
Repetición No.3				
T [°C]	Masa[g]			
25	0,50			
150	0,47			
300	0,24			
450	0,21			
650	0,20			
900	0,22			

Apéndice 12. Datos termograma grado reactivo, promedio

Reactivo				
Promedio				
T [°C]	Masa[g]			
25	0,50			
150	0,47			
300	0,26			
450	0,23			
650	0,20			
900	0,21			

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 13. Datos termograma grado industrial, repetición número 1

Industrial				
Repetición No.1				
T[°C]	Masa[g]			
25	0,50			
150	0,49			
300	0,47			
450	0,31			
650	0,29			
900	0,27			

Apéndice 14. Datos termograma grado industrial, repetición número. 2

Industrial				
Repe	Repetición No.2			
T[°C]	Masa[g]			
25	0,50			
150	0,49			
300	0,47			
450	0,33			
650	0,3			
900	0,28			

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 15. Datos termograma grado industrial, repetición número. 3

Industrial			
Repe	Repetición No.3		
T [°C] Masa[g]			
25	0,50		
150	0,48		
300	0,48		
450	0,33		
650	0,29		
900	0,28		

Apéndice 16.	Datos termograma	grado industrial,	promedio
--------------	------------------	-------------------	----------

Industrial			
Promedio			
T [°C]	Masa[g]		
25	0,50		
150	0,49		
300	0,47		
450	0,32		
650	0,29		
900	0,28		

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 17. Datos termograma densidad del carbonato de magnesio

Reactivo					
T [°C]	m[g]	v[ml]	D[g/ml]		
25	0,9	0,35	2,57		
150	0,9	0,3	3,00		
300	0,9	0,275	3,27		
450	0,9	0,275	3,27		
650	0,9	0,25	3,60		
900	0,9	0,25	3,60		
Industrial					
T [°C]	m[g]	v[ml]	D[g/ml]		
25	0,9	0,4	2,25		
150	0,9	0,3	3,00		
300	0,9	0,3	3,00		
450	0,9	0,25	3,60		
650	0,9	0,25	3,60		
900	0,9	0,225	4,00		

Apéndice 18. P	Presupuesto
----------------	-------------

Material	Cantidad	Precio por unidad [Q]	Precio total		
Recolección de datos					
Gafas protectoras	1	Q 34,95	Q34,95		
Guantes de látex	1	Q 37,50	Q37,50		
Crisoles	1	Q 150,00	Q150,00		
Contribución Mufla	1	Q 200,00	Q200,00		
Magnesita grado industrial	1	Donación	Donación		
Magnesita grado laboratorio	1	Donación	Donación		
Análisis Cementos Progreso	20	Ver anexos	Q22 500,00		
Bolsas de plástico	100	Q 35,00	Q35,00		
Informe					
Impresiones	10	Q 35,00	Q 350,00		
Cd	10	Q 7,50	Q 75,00		
Encuadernado	10	Q 13,50	Q 135,00		
Total			Q 23 517,45		
Total pagado por el estudiante	;		Q1 017,45		

104

.

ANEXOS

Anexo 1. Equipo para análisis termogravimétrico Mettler-Toledo



Fuente: elaboración propia.

Anexo 2. Crisoles y preparación de la muestra para TGA



Anexo 3. Equipo para la medición y remoción de la humedad de las muestras



Fuente: elaboración propia.

Anexo 4. Colorímetro Konica Minolta CR-400



Anexo 5. Equipo de difracción de rayos X Empyrean de PANalytical



Fuente: elaboración propia.

Anexo 6. Preparación de la muestra para difracción de rayos X



Fuente: elaboración propia.

Anexo 7. Equipo de fluorescencia de rayos X Thermo electric Corporation



Fuente: elaboración propia.

Anexo 8. Mufla vista frontal Fisher Scientific



Fuente: elaboración propia.
Anexo 9. Mufla vista interior Fisher Scientific



Fuente: elaboración propia.

Anexo 10. Aprobación de apoyo en el trabajo de graduación

Guatemala, 15 de febrero de 2017. Ingeniero Carlos Salvador Wong Davi Director Escuela de Ingeniería Química Facultad de Ingeniería - USAC Presente Me dirijo a usted, en la oportunidad de aceptar al estudiante Javier Lorenzana González, identificada con carné No. 2012-13017, estudiante de la Universidad de San Carlos de Guatemala en la especialidad de Ingeniería Química, para realizar su Proyecto de Tesis en esta empresa y permitirle el acceso a la misma con fines de obtener información que le permita desarrollar su trabajo de fin de grado con éxito. Dado que Cementos Progreso S.A., es una empresa guatemalteca que se especializa en la producción y comercialización de cemento, concreto, cal y otros productos y servicios para la construcción, hemos decidido apoyar al estudiante mencionado, con el acceso a nuestras instalaciones y la facilitación de material y equipo, que le permitan completar el Proyecto de Tesis titulado "ESTUDIO DE LA EVOLUCIÓN DE LA DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA DE MAGNESITA (CARBONATO DE MAGNESIO) DE DOS DIFERENTES GRADOS DE PUREZA, EN OXIDO DE MAGNESIO Y DIOXIDO DE CARBONO MEDIANTE ANALISIS TERMOGRAVIMETRICO Y DE DENSIDAD ASTM C188-95 A NIVEL LABORATORIO". El apoyo se encuentra definido en la cotización No. 18.17, la cual se adjunta a ésta carta; el costo asociado forma parte de una donación como parte de la colaboración acordada entre FIUSAC y Cementos Progreso, por medio del convenio establecido entre ambas instituciones. Quedamos al pendiente de la firma de autorización de parte del asesor y revisor de la investigación para proceder con el apoyo Con saludos cordiales y a tiempo de agradecerle su atención a esta misiva, aprovecho la oportunidad para reiterarle nuestra más alta consideración y estima, y nuestro apoyo como Centro de Investigación y Desarrollo de Cementos Progreso, S.A. Atentamente. 1 althing LIC LUIS VELÁSQUEZ Gerente de Investigación y Desarrollo Cementos Progreso, S.A. Ivelasquez@cempro.com. Tel. 22864100 ext. 6687 15 Avenida 18-01, Zona 6 C. A. PBX: 2286-4100 Fax: 2338-9112/13

Fuente: Cementos Progreso.

Anexo 11. Cotización de apoyo del trabajo de graduación



Fuente: Cementos Progreso.

Continuación anexo 11.

PROCRESO Centro Tecnológico	CEMENTOS PROGRESO S. A. CENTRO TECNOLÓGICO 15 Ave. 18 - 01, zona 6 Planta La Pedrera, Guatemala, Guatemala. Tel.: 2286 4178 - Fax: 2286 4178 <i>e-mail: cetec@cempro.com</i>	Cotización No. Fecha: No. Orden de Pago: Página(s):	18.17				
			2017.02.03 - 1 de 2				
					Formas de pago		
				El pago pued	e realizarse de las siguientes formas:		
1.	En las oficinas del Centro Tecnológico (15 ave 18-01 zona 6, interior Finca La Per	drera)					
2.	Realizando deposito en los siguientes bancos:						
	a. Cuenta a Nombre de Cementos Progreso						
	b. G & T Continental 62-0740354-6						
	c. industrial 000-00-7927-7						
	e Banrural 3,03242260.2						
3.	Presentar o enviar vía electrónica el depósito con datos de facturación						
4.	Cementos Progreso le devuelve 4 días hábiles después la factura electrónica al c	correo indicado.					
Datos para fa	cturación:						
1.	Nombre de la Empresa:						
2.	Representante o Contacto:						
3.	Dirección:						
4.	Correo electrónico:						
5.	Nit:						
	Storestitueno a						
Observacione	ł\$:						
		SGL-CT-	AA-FO-02/Re				

Fuente: Cementos Progreso.





Fuente: Cementos Progreso.

Anexo 13. Resultados TGA industrial



Fuente: Cementos Progreso.

Anexo 14. Resultados TGA reactivo



Fuente: Cementos Progreso.



Anexo 15. Difracción de rayos X grado industrial

Fuente Cementos Progreso.



Anexo 16. Difracción de rayos X reactivo

Fuente Cementos Progreso.



Anexo 17. Difracción de rayos X reactivo 650 °C

Fuente Cementos Progreso.



Anexo 18. Difracción de rayos X industrial 650 °C

Fuente Cementos Progreso.



Anexo 19. Difracción de rayos X reactivo 900 ° C

Fuente Cementos Progreso.





Fuente Cementos Progreso.

Anexo 21. Resultados análisis de color.



Fuente Cementos Progreso.